



HAL
open science

Modélisation du fluage des superalliages monocristallins : effets d'anisotropie et de microstructure

Julien Ghighi

► **To cite this version:**

Julien Ghighi. Modélisation du fluage des superalliages monocristallins : effets d'anisotropie et de microstructure. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2013. Français. NNT : 2013ESMA0005 . tel-00823045

HAL Id: tel-00823045

<https://theses.hal.science/tel-00823045>

Submitted on 16 May 2013

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, des Matériaux, des Structures et
des Surfaces

Présentée par :

Julien GHIGHI

**Modélisation du fluage des superalliages monocristallins :
effets d'anisotropie et de microstructure**

Directeur de thèse : José MENDEZ

Co-encadrant : Jonathan CORMIER

Co-encadrant : Elisabeth OSTOJA-KUCZYNSKI

Soutenue le 2 avril 2013

devant la Commission d'Examen

JURY

P. CARON	Ingénieur de Recherche, ONERA/DMSM	Rapporteur
S. FOREST	Directeur de Recherche au CNRS, Centre des Matériaux, Paris	Rapporteur
B. VIGUIER	Professeur à l'ENSIACET, Toulouse	Président
A. JACQUES	Directeur de Recherche au CNRS, Institut Jean Lamour, Nancy	Examineur
J-L. CHABOCHE	Directeur de Recherche, ONERA/DMSM	Examineur
J. MENDEZ	Directeur de Recherche au CNRS, Institut P', Poitiers	Examineur
J. CORMIER	Maître de Conférences à l'ISAE-ENSMA	Examineur
E. OSTOJA- KUCZYNSKI	Ingénieur Méthodes Mécaniques à Turbomeca	Examineur

A mes grand-pères

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au Département Physique et Mécanique des Matériaux, branche Mécanique des Matériaux de l'Institut P' au sein de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique (ISAE-ENSMA) de Poitiers sous la direction de Monsieur José Mendez. Je tiens à le remercier pour les conseils sages et avisés qu'il a apporté et, bien sûr, pour toutes les discussions constructives que nous avons pu avoir.

Je remercie Monsieur Bernard Viguière, Professeur à l'ENSIACET de Toulouse, d'avoir accepté la présidence de ce jury.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur Pierre Caron, Chef de l'Unité MMS à l'ONERA, ainsi qu'à Monsieur Samuel Forest, Directeur de recherche au Centre des Matériaux de Paris, pour le temps qu'ils ont su investir dans la lecture de ce manuscrit en tant que rapporteurs et pour les précieuses remarques qu'ils ont pu formuler.

Je remercie également Monsieur Alain Jacques, Directeur de recherche à l'Institut Jean Lamour de Nancy et Monsieur Jean-Louis Chaboche, Directeur de Recherche à l'ONERA pour avoir accepté de faire partie de ce jury de thèse.

Je remercie très chaleureusement Jonathan Cormier et Elisabeth Ostojka-Kuczynski qui ont encadrés cette thèse et qui ont été de vrais guides aussi bien du point de vue expérimental que scientifique. Je tiens à les remercier pour leur disponibilité et leur réactivité. J'ai eu beaucoup de plaisir à apprendre à leurs côtés et à échanger nos points de vue.

Ce travail a été réalisé en étroite collaboration avec la société Turbomeca. Ma longue période passée en Béarn m'a permis d'établir des relations privilégiées entre le monde Universitaire et le monde Industriel. C'est la raison pour laquelle je tiens à remercier profondément les personnes que j'ai pu côtoyer pendant mon séjour à Pau, à commencer par les membres du service Méthodes dirigé par Lorenzo Pons. Je tiens plus particulièrement à remercier les membres du bureau CTM dirigé par Jean-Phillipe Ousty : les « combustologues », les mécaniciens et les thermiciens, pour leur plaisant accueil et les membres du bureau Méthodes Transverses qui m'ont très chaleureusement offert l'hospitalité pendant quelques mois notamment Denis, Michel et Francis. Enfin, je remercie Françoise Seville pour son dynamisme et sa joie de vivre.

Je tiens à remercier tout particulièrement Zéline Hervier et Hervé Chalons qui m'ont encadré pendant le congé de maternité d'Elisabeth.

Pendant ma période à Turbomeca, j'ai eu également l'occasion de collaborer avec d'autres services. Je remercie les membres du bureau TE (Loïc B., Albert J., Bruno D., Marc D.) d'avoir été présents pour échanger et me permettre de mieux comprendre toutes les ficelles d'une turbine. Je remercie également les membres du département MPE (Pierre L., André E., Samuel T., François V., Antoine O.) pour avoir soutenu ma campagne expérimentale tout au long de thèse et pour nos discussions sur la microstructure.

Ces travaux de thèse ont été complétés par des études complémentaires qui ont permis d'approfondir notre compréhension des mécanismes physiques. Je remercie donc Patrick Villechaise et Moustapha Jouiad pour leur aide précieuse et les études qu'ils ont apportées.

Je tiens à souligner que dès le début de cette thèse, une équipe dirigée avec brio par Jonathan Cormier s'est formée autour des superalliages monocristallins : la SX Team. Je remercie chaleureusement les membres de cette équipe dont j'ai eu l'honneur de faire partie : Ô Grand JBLG, RémiX et FanniX (et un peu BatiX).

J'adresse aussi un grand merci aux doctorants du laboratoire qui ont su rendre ce travail agréable ainsi que les stagiaires et jeunes embauchés que j'ai pu rencontrer à Turbomeca.

Je ne peux pas terminer ces remerciements sans une pensée pour les personnes qui m'ont soutenu et épaulé pendant ces trois années et plus particulièrement mes parents, ma sœur et le reste de ma famille.

"Il est exact que ce ne sont pas les résultats de leurs recherches qui ennoblissent et enrichissent moralement les hommes mais bien leur effort vers la compréhension, le travail intellectuel productif et réceptif." Albert Einstein

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE.....	1
-----------------------------------	----------

PARTIE I

INTRODUCTION DE LA PARTIE I	7
I.1 ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	10
I.1.1 FLUAGE ISOTHERME SUR L'ORIENTATION CRISTALLINE [001]	10
I.1.2 IMPACT DE L'ANISOTROPIE CRISTALLINE	18
I.1.3 IMPACT DE L'ANISOTHERMIE	28
I.2 TECHNIQUES EXPERIMENTALES.....	39
I.2.1 MATERIAU ET GEOMETRIES D'EPROUVETTES	39
I.2.2 MOYENS D'ESSAIS.....	41
I.2.3 CARACTERISATIONS.....	48
I.2.4 ESSAIS REALISES	52
I.3 RESULTATS.....	58
I.3.1 ESSAIS ISOTHERMES	58
I.3.2 ESSAIS ANISOTHERMES DE TYPE SURCHAUFFE UNITAIRE.....	63
I.3.3 STRUCTURES DE DISLOCATIONS	74
I.3.4 ESSAIS THERMOMECHANIQUES COMPLEXES	76
I.4 DISCUSSION	86
I.4.1 MECANISMES DE RUPTURE	86
I.4.2 DISPERSIONS DES RESULTATS	93
I.4.3 INFLUENCE DE L'ORIENTATION CRISTALLINE SUR LE COMPORTEMENT	95
I.4.4 IMPACT D'UNE SURCHAUFFE UNITAIRE SUR L'ORIENTATION CRISTALLINE	98
I.5 CONCLUSIONS	103
I.6 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DE LA PARTIE I.....	105

PARTIE II

INTRODUCTION DE LA PARTIE II	113
II.1 ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	116
II.1.1 MODELES MACROSCOPIQUES	116
II.1.2 MODELES DE PLASTICITE CRISTALLINE	120
II.1.3 MODELES PHYSIQUEMENT MOTIVES	122
II.1.4 MODELES UTILISANT UNE BASE DE PLASTICITE CRISTALLINE ENRICHIIE DE VARIABLES PHYSIQUES	126
II.2 POLYSTAR : PRESENTATION DU MODELE, AMELIORATIONS ET IDENTIFICATION.....	144
II.2.1 PRESENTATION DU MODELE POLYSTAR.....	144
II.2.2 MODIFICATIONS APPORTEES AU MODELE POLYSTAR	150
II.2.3 IDENTIFICATION DU MODELE POLYSTAR	155

II.3 SIMULATIONS COMPLEXES	164
II.3.1 ESSAIS SUR EPROUVETTES DESORIENTEES	164
II.3.2 ESSAI CYCLE BT	170
II.3.3 ESSAIS AMT AU BANC BAFA	171
II.3.4 ESSAI 150H AU BANC MAATRE.....	175
II.4 DISCUSSION ET LIMITES DU MODELE.....	179
II.4.1 PRISE EN COMPTE DE LA MISE EN RADEAUX.....	179
II.4.2 PRISE EN COMPTE DE LA ROTATION CRISTALLINE.....	181
II.4.3 CINETIQUES D'EVOLUTION ET SENSIBILITE A LA MICROSTRUCTURE	182
II.4.4 REMISE EN CAUSE DU DOMMAGE MULTIPLICATIF SOUS LA FORME PROPOSEE	185
II.5 CONCLUSIONS.....	187
II.6 REFERENES BIBLIOGRAPHIQUES DE LA PARTIE II.....	189

INTRODUCTION GENERALE

Depuis de nombreuses années, les objectifs majeurs des concepteurs de turbines aéronautiques (dont les turbomoteurs d'hélicoptères – Figure I-1-a) sont d'augmenter la puissance spécifique délivrée par les moteurs, de réduire leurs émissions de NOx et de diminuer leur consommation. La puissance étant limitée par les niveaux de températures admissibles en sortie de chambre de combustion, les efforts de conception se sont donc concentrés sur la tenue mécanique en température de la turbine haute pression (HP) du moteur (Figure I-1-b) et en particulier sur la tenue des pales¹ de la turbine (Figure I-1-c).

Les pales des turbines HP utilisées actuellement par TURBOMECA ne possèdent pas à ce jour de canal de refroidissement du fait de leur petite taille. Ainsi, la tenue au fluage des pales de turbine HP est une problématique de premier ordre dans la certification d'un moteur d'hélicoptère. En effet, la présence de refroidissement modifierait la nature de l'endommagement qui serait alors principalement de type fatigue ou de type interaction fatigue-fluage.

Afin de limiter l'impact du fluage, les superalliages monocristallins base nickel sont largement utilisés dans les moteurs d'avion, d'hélicoptère ou des composants de turbines à gaz industrielles. Leurs excellentes propriétés mécaniques à haute température [1] résultent de l'absence de joints de grains et de leur microstructure de précipitation unique qui consiste en une forte fraction de précipités durcissants γ' (~70%).

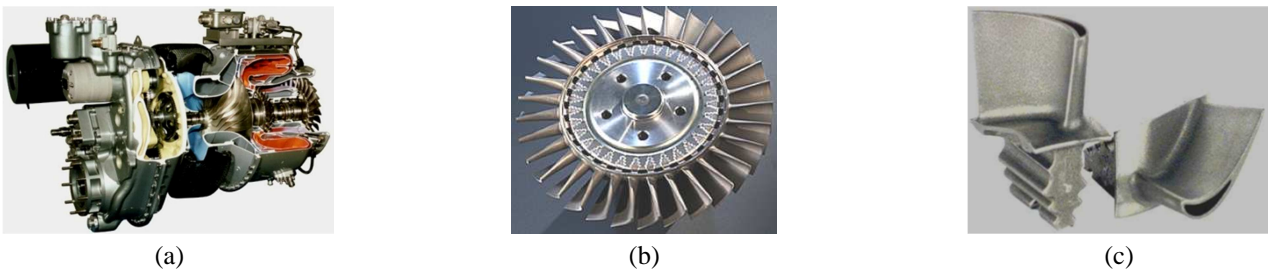


Figure I-1 : Turbomoteur d'hélicoptère (a) et éléments abordés dans cette étude – (b) turbine HP, (c) pales de turbine HP

Les pales de turbine HP sont soumises en fonctionnement à une large plage de sollicitations thermomécaniques qui vont de contraintes élevées (σ_E) ($\sigma > 500$ MPa) et des températures « basses » (BT) ($T < 1000^\circ\text{C}$) en pied de pale à des contraintes faibles (σ_F) ($\sigma < 50$ MPa) et « très hautes » températures (THT) ($T > 1150^\circ\text{C}$) en tête de pale (Figure I-2). Ces sollicitations conduisent à des endommagements de type oxydo-corrosion, fatigue thermomécanique et fluage, qu'il est nécessaire de maîtriser afin de garantir la tenue en service des pales HP. Pour ces composants, les exigences réglementaires de certification imposent en outre la réalisation d'essais plus sévères que les conditions standards de fonctionnement en service (Figure I-3). Ces exigences imposent des essais anisothermes basés sur un mixage de différents régimes de fonctionnement de l'hélicoptère : ralenti, décollage, croisière, régimes exceptionnels d'urgence simulant l'arrêt d'un des moteurs pour les hélicoptères bimoteurs (OEI - « One Engine Inoperative ») [2].

¹ Par abus de langage, le terme « pale » sera utilisé pour désigner une aube de turbine

Un régime d'urgence OEI peut être composé de trois types d'OEI réglementaires (Figure I-4) :

- i. OEI 30s : c'est la phase du régime d'urgence la plus sévère. En effet, puisque l'un des deux moteurs est à l'arrêt, l'autre moteur est amené à fournir une puissance supérieure aux conditions normales de fonctionnement pour maintenir l'appareil en vol. Ce moteur voit alors sa température de fonctionnement augmenter rapidement (de près de 150°C en quelques secondes), sa vitesse de rotation s'accroître ce qu'augmente le chargement mécanique des pales.
- ii. OEI 2min : dès que l'appareil commence à reprendre de l'altitude, un régime OEI 2 minutes moins sévère est adopté pour atteindre l'altitude de croisière.
- iii. OEI continu : une fois que l'altitude de croisière est atteinte, la phase d'OEI continu permet au pilote d'aller poser l'appareil. Cette phase du régime d'urgence est la moins sévère puisque la température au niveau des aubes est presque revenue au niveau de celle atteinte en fonctionnement normal (>30°C). L'utilisation de ce régime moteur n'est pas limitée dans le temps contrairement aux régimes OEI 30s et OEI 2min.

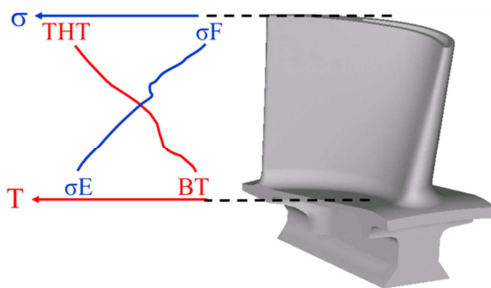


Figure I-2 : Sollicitations sur le profil d'une pale HP suivant sa hauteur

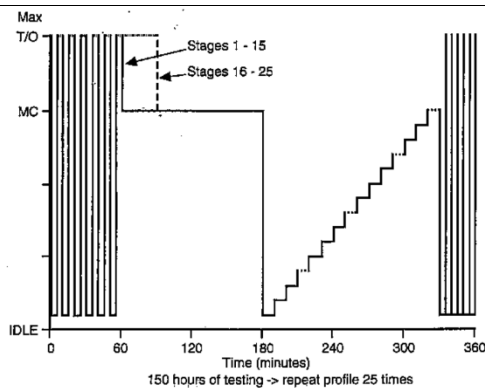


Figure I-3 : Exemple d'essai de certification – essai 150H

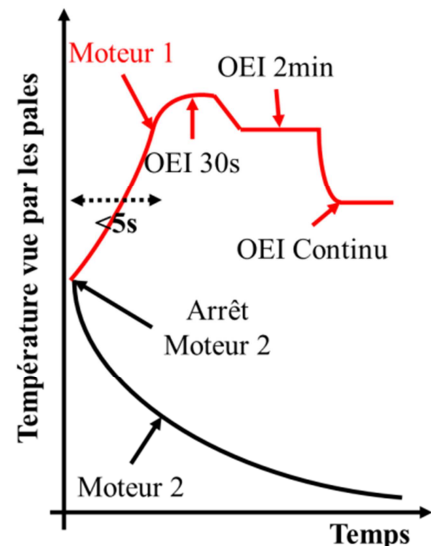


Figure I-4 : Présentation schématique des niveaux de températures vues par les pales HP lors de régimes d'urgence OEI réglementaires

Les conditions extrêmes – des températures de l'ordre de 1200°C et plus peuvent être atteintes dans les sections s'endommageant préférentiellement – rencontrées lors des régimes OEI décrits en Figure I-4 ne peuvent être endurées que pendant de courtes durées (quelques dizaines de secondes). Ces régimes, pendant lesquels la microstructure du matériau se modifie rapidement sans pouvoir se stabiliser, impliquent des états transitoires de microstructure (*i.e.* hors équilibre) et donc des effets transitoires de comportement mécanique qui seront appelés dans la suite de ce manuscrit « effets d'histoire ».

L'augmentation des niveaux de chargement thermomécanique ainsi que la complexification des géométries des pales amènent les méthodologies actuelles d'estimation des durées de vie à leur limite. Ainsi, prendre en compte l'effet d'un OEI ou du mixage de régimes sur le comportement et la durée de vie (DDV) en fluage d'un superalliage monocristallin est d'une importance majeure pour un concepteur de moteurs d'hélicoptères dans le but d'accroître la nécessité des essais de certification des futures turbomachines.

Face à ce constat, un programme national de recherche concerté (PRC Structures Chaudes), impliquant notamment TURBOMECA et l'INSTITUT P', a été mis en place afin de développer et de calibrer des méthodologies d'estimation du comportement et des DDV des structures dites « chaudes » en intégrant notamment les effets d'histoire. L'un des thèmes de ce programme porte sur le développement des lois de comportement et d'endommagement spécifiques intégrant de nouvelles variables internes sensibles aux évolutions de microstructure et permettant ainsi de rendre compte des effets d'histoire rencontrés lors de trajets de chargement thermomécanique complexes tels que ceux rencontrés lors des essais de certification de type 150H ou AMT.

L'enjeu de cette thèse, qui s'inscrit dans le cadre de ce programme, est de mieux estimer le comportement des essais de dimensionnement et de certification des moteurs d'hélicoptères présentant des endommagements prépondérants de type fluage. Ce travail a nécessité la réalisation d'essais spécifiques complétant la base d'essais déjà disponible [3] [4] et qui permettent soit d'identifier les lois d'évolution des nouvelles variables de comportement et d'endommagement de ces modèles, soit de vérifier la prédictivité de ces modèles.

L'objectif principal de cette thèse est ainsi d'établir un modèle de comportement et d'endommagement en fluage intégrant les effets d'histoire, qui soit prédictif en DDV et qui rend compte de manière satisfaisante des allongements rencontrés lors de trajets de chargement complexes. Ce modèle devra, de plus, être apte à prendre en compte l'impact de l'anisotropie cristalline sur le comportement et l'endommagement viscoplastique.

Les études réalisées sur les effets de surchauffes simulant les régimes d'urgence OEI ([3] sur MC2 et [4] sur MCNG) ont conduit récemment à la proposition d'un modèle développé par l'ENSMA et l'ENSMP [5] : le modèle POLYSTAR. Ce modèle de plasticité cristalline couplant comportement et endommagement est enrichi de nouvelles variables internes représentant explicitement les évolutions de microstructure. Les premières identifications de ce modèle ont démontré son aptitude à reproduire le comportement mécanique du superalliage MC2 lors d'essais de fluage anisothermes. Ce modèle a donc été retenu pour ce travail de thèse qui sera constitué d'un volet expérimental servant à alimenter le modèle et d'un volet numérique où le modèle sera identifié et validé sur une large plage de températures.

Plus en détails, la Partie I de ce mémoire est consacrée à l'étude de l'influence de l'anisotropie cristalline sur le fluage isotherme et anisotherme ainsi qu'à l'étude de l'effet d'un chargement thermomécanique complexe sur le comportement en fluage du matériau étudié (MC2). Après une synthèse bibliographique sur l'impact de l'anisothermie et celui de l'anisotropie sur le comportement en fluage, les techniques expérimentales utilisées lors de cette étude sont présentées. Puis les résultats des essais mécaniques et les caractérisations microstructurales qui ont été effectués afin de mieux comprendre l'influence de l'anisothermie et de l'anisotropie sur le comportement et la DDV en fluage sont décrits. Enfin, les résultats expérimentaux principaux sont discutés au regard de la littérature.

Le but de la Partie II est de proposer une modélisation mécanique du comportement en fluage sous trajets de chargements complexes à l'aide du modèle POLYSTAR. Après un état de l'art sur les modèles de fluage existants, les équations constitutives du modèle POLYSTAR et ses spécificités sont présentées. Puis, les améliorations apportées à ce modèle lors de cette étude sont détaillées. S'en suit une présentation des résultats de différentes simulations d'essais thermomécaniques complexes qui seront confrontées aux données expérimentales dans un but de valider la prédictivité du modèle. Enfin, les limites du modèle et les perspectives d'amélioration sont discutées.

**PARTIE I : Fluage anisotherme sous trajets
de chargements complexes et impact de
l'anisotropie sur le comportement mécanique
en fluage isotherme et anisotherme**

"Serendipity is a propensity for making fortuitous discoveries while looking for something unrelated..."

Introduction de la Partie I

Bien que la pale de turbine HP soit principalement sollicitée sous l'action des efforts centrifuges dans la direction [001] – sa direction naturelle de solidification – sa forme complexe et les gradients de température subis engendrent localement des sollicitations multiaxiales dans d'autres directions que [001].

Des travaux antérieurs [3,4] ont permis de caractériser l'influence d'une surchauffe unitaire THT sur le comportement mécanique en fluage pour l'orientation cristalline [001] de plusieurs superalliages monocristallins. Suite à ces travaux, deux domaines d'études peu ou pas abordés jusqu'alors ont été identifiés : d'une part, l'influence de l'anisotropie inhérente au monocristal sur le comportement en fluage isotherme et anisotherme ; d'autre part, l'effet d'un chargement thermomécanique complexe sur le comportement et l'endommagement en fluage.

Dans le premier chapitre (§I.1), une synthèse bibliographique est présentée sur les superalliages monocristallins à base nickel. Cette synthèse est focalisée d'une part sur l'impact de l'anisotropie sur lequel la littérature est peu abondante, et d'autre part sur l'influence de l'anisothermie. Leurs effets sur les mécanismes de déformation lors des stades de fluage primaire et secondaire, sur la DDV du matériau et sur les évolutions de la microstructure sont abordés dans ce chapitre.

Le deuxième chapitre (§I.2) expose les divers moyens mis en œuvre pour réaliser les essais qui ont permis de mieux comprendre l'impact de l'anisothermie et de l'anisotropie sur le comportement et la DDV du matériau. Dans un premier temps, le matériau et les géométries des éprouvettes utilisées lors de cette thèse sont présentés ainsi que les différents moyens d'essai existants. Puis, tous les moyens de caractérisation qui ont permis d'approfondir l'étude sont présentés. Enfin, les procédures des essais de cette étude sont décrites.

Une synthèse des essais mécaniques effectués sur le matériau MC2 lors de cette thèse est présentée dans le troisième chapitre (§I.3). La matrice d'essais comprend des essais isothermes sur des orientations cristallines éloignées de [001], des essais avec surchauffe sur des orientations cristallines éloignées de [001] et des essais thermomécaniques complexes sur l'orientation [001]. Ce chapitre se termine sur la présentation des évolutions microstructurales rencontrées lors de ces essais. Des caractérisations microstructurales nécessaires à la compréhension des résultats sont présentées dans ce chapitre.

Le quatrième chapitre (§I.4) se présente comme une synthèse des évolutions microstructurales contrôlant le comportement en fluage anisotherme en relation avec l'orientation cristalline, évolutions qu'il convient de prendre en compte dans la Partie II de ce manuscrit dédiée à la modélisation du comportement viscoplastique de l'alliage. Une analyse des mécanismes qui régissent l'endommagement a été effectuée afin d'expliquer les abattements de DDV sur les orientations cristallines éloignées de [001]. Puis les facteurs qui peuvent justifier la dispersion des résultats ont été étudiés. Une étude sur l'influence de l'orientation cristalline sur le comportement a également été menée dans ce chapitre. Enfin, une investigation du cumul d'endommagement en fonction de l'orientation cristalline a été discutée sur la base des évolutions de microstructures et des modes d'endommagement observés. Elle est mise en perspectives des mécanismes déjà identifiés pour l'orientation cristalline [001].

Sommaire de la Partie I

PARTIE I : FLUAGE ANISOTHERME SOUS TRAJETS DE CHARGEMENTS COMPLEXES ET IMPACT DE L'ANISOTROPIE SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE EN FLUAGE ISOTHERME ET ANISOTHERME	5
INTRODUCTION DE LA PARTIE I	7
I.1 ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	10
I.1.1 FLUAGE ISOTHERME SUR L'ORIENTATION CRISTALLINE [001]	10
I.1.1.1 Généralités sur les superalliages monocristallins	10
I.1.1.2 Comportement en fluage	11
I.1.2 IMPACT DE L'ANISOTROPIE CRISTALLINE	18
I.1.2.1 Impact de l'anisotropie sur le comportement en traction	18
I.1.2.2 Impact de l'anisotropie sur le fluage BT	19
I.1.2.3 Impact de l'anisotropie sur le fluage HT	22
I.1.2.4 Impact de la rotation du cristal et mode d'endommagement	26
I.1.3 IMPACT DE L'ANISOTHERMIE	28
I.1.3.1 Comportement en fluage anisotherme sur orientation cristalline [001]	28
I.1.3.2 Comportement en fluage anisotherme sur d'autres orientations cristallines que [001]	36
I.2 TECHNIQUES EXPERIMENTALES.....	39
I.2.1 MATERIAU ET GEOMETRIES D'EPROUVETTES	39
I.2.1.1 Matériau et orientations cristallines	39
I.2.1.2 Géométries des éprouvettes de fluage utilisées	39
I.2.2 MOYENS D'ESSAIS	41
I.2.2.1 Bancs de fluage avec four à lampes (FL)	41
I.2.2.2 Banc de combustion : THALIE	43
I.2.2.3 Banc de fluage anisotherme : MAATRE	45
I.2.2.4 Banc de fluage anisotherme : BAFA	46
I.2.3 CARACTERISATIONS	48
I.2.3.1 Loupe binoculaire	48
I.2.3.2 MEB	49
I.2.3.3 EBSD	51
I.2.3.4 Tomographie	51
I.2.3.5 MET	52
I.2.4 ESSAIS REALISES	52
I.2.4.2 Essais de type surchauffe unitaire	53
I.2.4.3 Essais multi-interrompus	53
I.2.4.4 Essais complexes	54
I.3 RESULTATS	58
I.3.1 ESSAIS ISOTHERMES	58
I.3.1.1 Influence de la désorientation cristalline sur le comportement mécanique	58
I.3.1.2 Influence de la désorientation cristalline sur la durée de vie	59
I.3.1.3 Caractérisations macroscopiques et microscopiques	60
I.3.1.4 Processus de mise en radeaux	61
I.3.2 ESSAIS ANISOTHERMES DE TYPE SURCHAUFFE UNITAIRE	63
I.3.2.2 Influence de l'orientation cristalline sur le comportement en fluage anisotherme	65

I.3.2.3 Influence de l'orientation cristalline sur le cumul de dommage.....	67
I.3.2.4 Cinétique de mise en radeaux.....	68
I.3.3 STRUCTURES DE DISLOCATIONS	74
I.3.4 ESSAIS THERMOMECHANIQUES COMPLEXES.....	76
I.3.4.1 Essai complexe BT.....	77
I.3.4.2 Essais simplifiés de dimensionnement sur le banc BAFA : AMT.....	78
I.3.4.3 Essai de dimensionnement sur MAATRE : 150H.....	82
I.4 DISCUSSION	86
I.4.2 MECANISMES DE RUPTURE	86
I.4.2.1 Etude de pores.....	86
I.4.2.2 Etude de fissures	89
I.4.2.3 Rotation cristalline.....	91
I.4.3 DISPERSION DES RESULTATS.....	93
I.4.4 INFLUENCE DE L'ORIENTATION CRISTALLINE SUR LE COMPORTEMENT	95
I.4.5 IMPACT D'UNE SURCHAUFFE UNITAIRE SUR L'ORIENTATION CRISTALLINE	98
I.4.5.1 Comportement.....	98
I.4.5.2 Cumul de dommage.....	99
I.5 CONCLUSIONS	103
I.6 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DE LA PARTIE I.....	105

I.1 ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Le cœur des travaux de cette thèse étant l'étude de l'impact des trajets de chargements non-isothermes sur le comportement viscoplastique en fonction de l'orientation cristalline, trois principales parties seront donc abordées dans cette étude bibliographique :

- i. un bref rappel du comportement et des modes d'endommagement en fluage isotherme des superalliages monocristallins ;
- ii. l'impact de l'orientation cristalline sur le comportement et l'endommagement en fluage ;
- iii. l'impact de l'anisothermie (surchauffe unitaire proche γ' -solvus ou cyclage thermique) sur le comportement en fluage pour des matériaux avec une orientation cristalline [001].

I.1.1 Fluage isotherme sur l'orientation cristalline [001]

I.1.1.2 Généralités sur les superalliages monocristallins

L'élaboration des superalliages monocristallins se faisant par solidification dirigée il se produit au cours de la solidification un phénomène de ségrégation chimique, qui donne naissance à deux régions microstructurales (Figure I-5) :

- ✓ les dendrites qui se solidifient en premier (zone en noir de la Figure I-5);
- ✓ les espaces interdendritiques (appelés par la suite interdendrites) qui se solidifient ensuite, concentrant des défauts eutectiques et les pores de fonderie (zones les plus claires de la Figure I-5).

La solidification est telle que la direction naturelle de croissance des bras primaires des dendrites se produit suivant la direction [001]. Les bras secondaires des dendrites croissent perpendiculairement aux premiers et suivant les deux autres orientations de type $\langle 100 \rangle$. La solidification hors équilibre due à une vitesse de refroidissement non nulle provoque un enrichissement du liquide en éléments γ' -gènes : tantale, aluminium et titane. La microstructure dendritique engendre donc une fraction volumique de la phase γ' plus élevée dans les interdendrites, avec des précipités plus gros et moins réguliers que dans les dendrites [6].

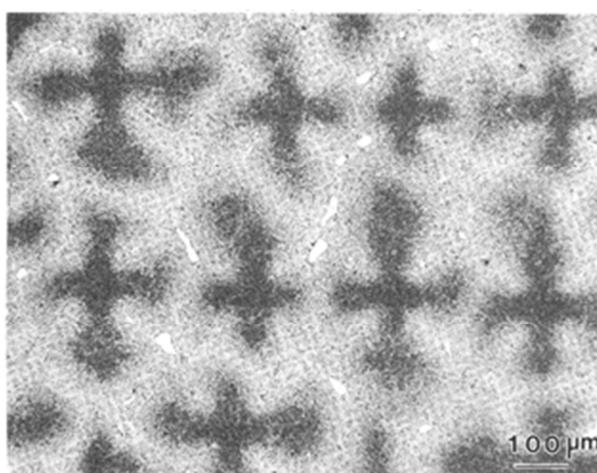


Figure I-5 : Microstructure dendritique de l'alliage MC2 après solidification dirigée [7]

Afin de réduire ces inhomogénéités de composition chimique et de taille de précipités, trois traitements thermiques successifs sont appliqués au MC2 :

- ii. Traitement de mise en solution (MS) : 3 heures à 1305°C + trempe à l'air (ou refroidissement à l'air soufflé). L'objectif de cette mise en solution est de dissoudre les amas d'eutectiques responsables d'une perte de ductilité de l'alliage et d'homogénéiser du mieux possible, et pour un coût raisonnable, la chimie de l'alliage à travers sa structure dendritique.
- i. Traitement de vieillissement (R1) : 6 heures à 1080°C + trempe à l'air. Son objectif est d'obtenir une morphologie cuboïdale des précipités, ainsi qu'une taille proche de celle optimisant les propriétés en fluage à basse température et forte contrainte. Il convient également de noter que ce type de traitement (avec de possibles variantes) est employé lors du dépôt de revêtement.
- ii. Traitement de vieillissement (R2) : 20 heures à 870°C (ou 24 heures à 850°C) + trempe à l'air. Son but est d'obtenir une fraction volumique en précipités proche de 70% et de parfaire la morphologie des ceux-ci.

La Figure I-6 présente la microstructure finale obtenue après l'ensemble de ces traitements thermiques. La taille des précipités est caractérisée par une arête moyenne allant de 0.4 à 0.5 μm .

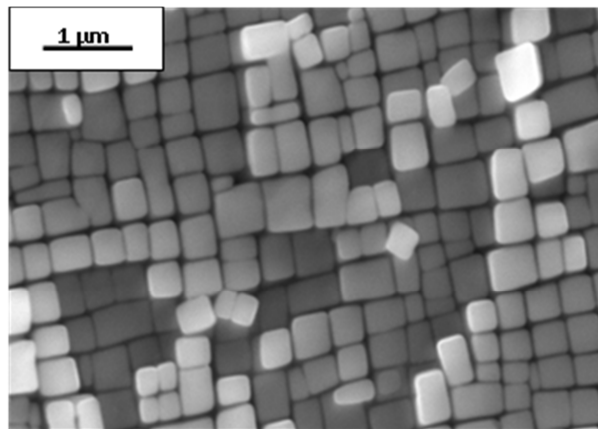


Figure I-6 : Morphologie cubique des précipités de phase γ' après traitements thermiques [3]

I.1.1.3 Comportement en fluage

Le comportement en fluage des superalliages monocristallins suivant l'axe [001] présente différentes caractéristiques selon les conditions de température et de contrainte. Trois types de comportements mécaniques se distinguent en fonction du domaine de température : inférieur à 900°C, entre 900 et 1000°C, supérieur à 1000°C.

L'exemple du CMSX-4 présenté en Figure I-7 est caractéristique du comportement général des superalliages monocristallins. Ces formes de courbes de fluage peuvent être rencontrées à des niveaux de température/contrainte légèrement différents en fonction de la chimie de l'alliage et de la taille initiale de la microstructure :

- ✓ à BT/ σ_E (Figure I-7-a), la courbe de fluage se caractérise par un fort fluage primaire suivi d'une diminution amenant une vitesse relativement élevée et quasi-constante ;
- ✓ à moyenne température (MT)/contrainte moyenne (σ_M) (Figure I-7-b), la courbe de fluage se caractérise par une augmentation progressive de la vitesse de déformation, laissant place à une forte proportion du fluage tertiaire à la déformation plastique ;

✓ à HT/ σ_F (Figure I-7-c), la courbe de fluage se caractérise par augmentation rapide de la déformation suivie d'un ralentissement amenant une vitesse quasi-nulle, puis la vitesse augmente à nouveau de manière brusque. Ce type de comportement est généralement associé à une rupture localisée.

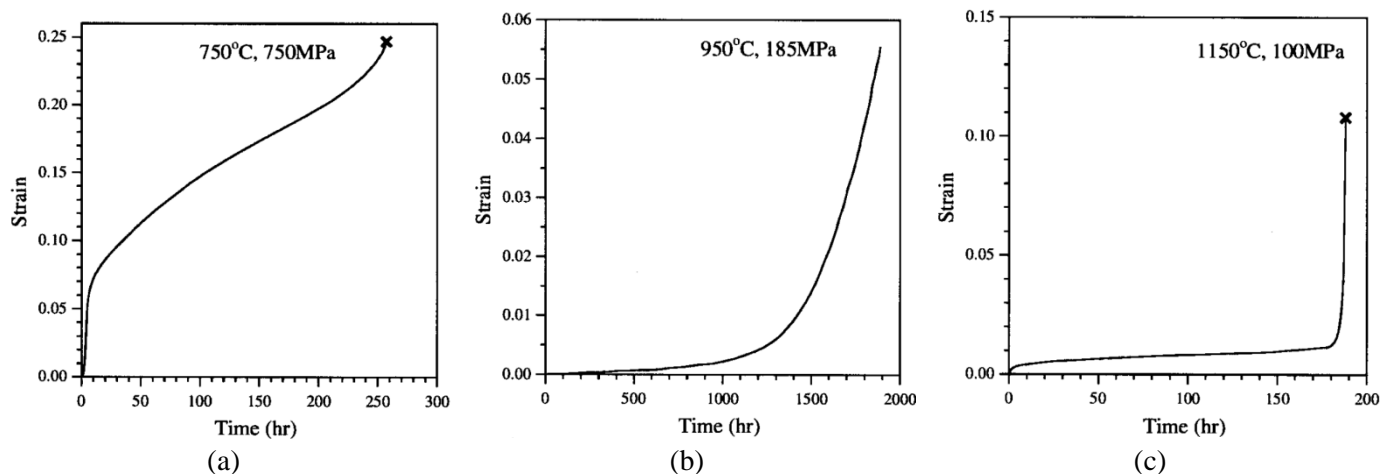


Figure I-7 : Courbes de fluage du superalliage monocristallin CMSX-4 à différentes températures et contraintes – (a) 750°C et 750MPa, (b) 950°C et 185MPa, (c) 1150°C et 100MPa [8].

Le comportement en fluage isotherme des superalliages monocristallins peut être également classé en deux catégories si on utilise un critère sur l'évolution de la microstructure de précipitation γ' . Deux domaines de température peuvent être retenus :

- ✓ de 750°C à 950°C où la microstructure évolue peu (ou très lentement) ;
- ✓ au-dessus de 950°C où une évolution microstructurale est observée due à la diffusion des différents éléments d'alliage.

Dans le cadre de cette étude, l'ensemble des essais est mené à une température supérieure à 850°C. Ainsi, seuls les comportements HT et THT sont détaillés par la suite. Les références [9,10] décrivent plus en détail le comportement observé aux plus basses températures.

De manière générale, une courbe de fluage présente trois parties. Ainsi la courbe de fluage du MC2 1050°C sous une charge de 140MPa présentée en Figure I-8 peut être alors décomposée en trois stades successifs :

- ✓ le fluage primaire (stade I) : peut être précédé d'une période d'incubation et se caractérise par une vitesse de fluage initiale élevée qui diminue progressivement par écrouissage du matériau et par changement de la morphologie des précipités (§I.1.1.3-a) ;
- ✓ le fluage secondaire (stade II) : stade durant lequel la vitesse de déformation est quasiment constante (§I.1.1.3-b) ;
- ✓ le fluage tertiaire (stade III) : la vitesse de déformation augmente rapidement en partie à cause d'un endommagement du matériau qui conduit à la rupture finale (§I.1.1.3-c).

Au cours du fluage et dans ces conditions thermomécaniques (HT et σ_F), la microstructure de précipitation évolue. La Figure I-8 présente cette microstructure observée au MEB à différentes positions dans la DDV du matériau. A des températures supérieures à 900°C, et même sous faible contrainte, le comportement des superalliages monocristallins est fortement lié à la coalescence dirigée des précipités γ' [8,11-12]. A HT ces précipités coalescent pendant le stade I pour former une structure lamellaire établie au début du stade II, appelée mise en radeaux.

La mise en radeaux a été mise en évidence pour la première fois par Tien et Copley en 1971 [9]. La mise en radeaux et son incidence sur le comportement mécanique en fluage des superalliages sous conditions HT sont détaillées dans les paragraphes suivants.

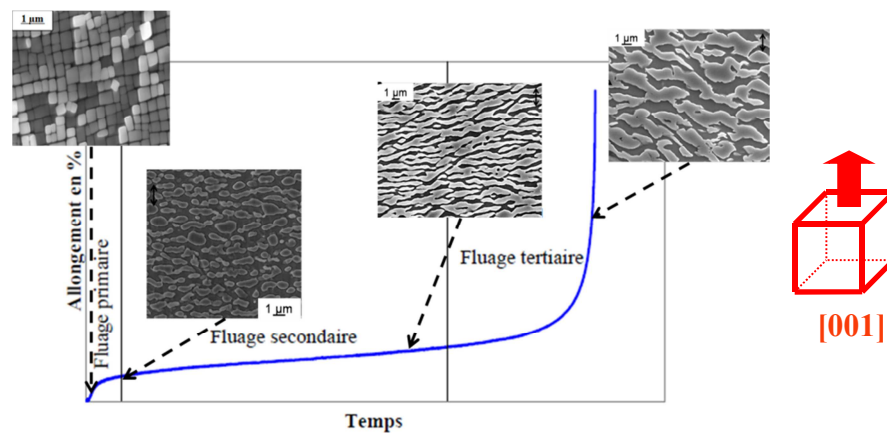


Figure I-8 : Déformation en fonction du temps au cours d'un essai de fluage à 1050°C et 140MPa sur MC2 et évolution de la microstructure de précipitation [3]

a) Fluage primaire

Le stade I s'accompagne de la transformation de morphologie des précipités γ' de la forme de cubes à une structure en radeaux [10]. Il s'agit en partie d'un phénomène diffusif qui n'apparaît qu'à des températures suffisamment élevées. La mise en radeaux est observée typiquement dans les superalliages de première génération pour des températures supérieures à 900°C. D'une part, la coalescence orientée se fait parallèlement ou perpendiculairement à la direction de sollicitation selon les signes de la contrainte appliquée et du désaccord paramétrique et d'autre part selon le contraste de constantes d'élasticité entre les deux phases γ et γ' [15,16].

Observée en tout début d'essai, la période d'incubation correspond à une déformation viscoplastique quasi-nulle. La durée de cette période diminue lorsque la contrainte augmente. Cet effet retard sur le vieillissement microstructural (coalescence orientée) pourrait être en partie attribué à l'état des contraintes internes à l'échelle de la précipitation, en raison des contraintes de cohérence (de type thermoélastique) entre les phases γ et γ' . Il augmente ainsi, à l'échelle locale, la triaxialité des contraintes [17-20].

Comme la majorité des alliages commerciaux, l'alliage MC2 a un désaccord paramétrique négatif ($a_\gamma > a_{\gamma'}$) et seul ce cas est considéré dans la suite. Le même raisonnement peut être appliqué au cas d'un désaccord paramétrique positif en inversant le signe de la contrainte. La Figure I-9 montre un schéma de la structure en radeaux dans un superalliage à désaccord paramétrique négatif soumis à une contrainte appliquée uniaxiale :

- ✓ si la contrainte appliquée est positive (en traction, Figure I-9-a), les radeaux se forment perpendiculairement à l'axe de traction ;
- ✓ si elle est négative (en compression, Figure I-9-b), les radeaux se forment parallèlement à la direction de la contrainte.

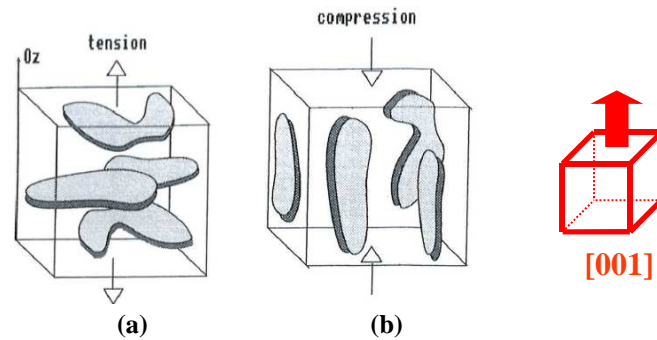


Figure I-9 : Schéma illustrant la mise en radeaux dans le cas d'un désaccord paramétrique négatif en fonction de la contrainte externe [10] – (a) contrainte appliquée positive = traction, (b) contrainte appliquée négative = compression

Les dislocations glissant dans les couloirs γ sous l'effet de la contrainte appliquée viennent se déposer aux interfaces γ/γ' . Elles interagissent et forment un réseau de dislocations qui relaxe ou augmente les contraintes internes induites par le désaccord paramétrique [8,21-22]. Dans le cas d'une contrainte de traction, la Figure I-10 montre que le demi-plan supplémentaire des dislocations (composante coin) se trouve à l'intérieur des précipités, pour celles qui se sont propagées dans les couloirs horizontaux, et, à l'intérieur des canaux γ , pour celles qui se sont propagées dans les couloirs verticaux. Le désaccord paramétrique étant négatif, les dislocations vont donc relaxer les contraintes de cohérence dans les couloirs horizontaux et les augmenter dans les couloirs verticaux. L'énergie élastique stockée aux interfaces est donc plus forte dans les couloirs verticaux qui vont tendre à disparaître aux dépens des couloirs horizontaux par une coalescence orientée perpendiculairement à l'axe de traction suivant l'axe [001]. Le champ de contrainte des dislocations aux interfaces γ/γ' horizontales s'opposent au déplacement des dislocations dans ces mêmes couloirs, ceci conduit à un ralentissement de la vitesse de déformation [17,23].

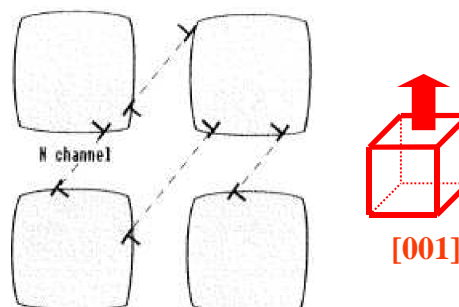


Figure I-10 : Le demi-plan supplémentaire des dislocations se trouve à l'intérieur des précipités, pour celles qui se propagent dans les couloirs horizontaux, et, à l'intérieur des canaux de matrice pour celles qui se propagent dans les couloirs verticaux – cas d'un désaccord paramétrique négatif et d'une contrainte de traction

A la fin du fluage primaire à haute température et basse contrainte, il y a mise en place :

- ✓ d'une microstructure de précipitation en radeaux avec des épaisseurs de radeaux γ' sensiblement égales à la dimension initiale des cuboïdes, alors que les couloirs de matrice γ s'épaississent légèrement [11];
- ✓ de réseaux de dislocations d'interface bien établis, avec un nombre de dislocations dans les couloirs limité [12].

b) Fluage secondaire

Le stade II est associé à une vitesse de déformation quasi-constante, de l'ordre de 10^{-10} à 10^{-9} s⁻¹ sur MC2 à 1050°C et 140MPa [13]. Il est généralement plus long lorsque la microstructure en radeaux s'est rapidement développée lors du stade I et qu'elle reste stable, c'est-à-dire lorsque la température de l'essai est élevée (>1000°C, Figure I-3-b et Figure I-3-c). Ce stade représente en général la majeure partie de la DDV en fluage des superalliages.

Les radeaux de la phase γ' agissent comme des obstacles au déplacement des dislocations de la matrice. Le réseau de dislocations, formé pendant le stade I (§I.1.1.3-a), continue à évoluer par des réactions entre les dislocations [6]. La structure des réseaux de dislocations aux interfaces contribue à une grande stabilité de la microstructure pendant le fluage secondaire [14]. Plus celle-ci est fine et plus la vitesse de fluage secondaire sera faible, conduisant le plus souvent à des durées de vie améliorées.

c) Fluage tertiaire

Lors du stade III du fluage, la vitesse de déformation augmente fortement, ce qui mène à la rupture du matériau (Figure I-4). Deux mécanismes peuvent expliquer cette variation :

- ✓ les mécanismes d'endommagement intrinsèques, de nature microscopique ou mésoscopique (échelle des dislocations et précipités) tels que la détérioration de la microstructure, l'augmentation de la densité de dislocations mobiles par le cisaillement massifs des précipités [27-29] par exemple;
- ✓ les mécanismes d'endommagement extrinsèques, de nature plutôt macroscopique tels que des endommagements liés à l'environnement (oxydation et corrosion), la coalescence des pores, les microfissures.

Cox *et al* expliquent que l'endommagement lors du fluage tertiaire pour le CMSX-4 à 1150°C est dû à une déformation très localisée [15]. La cavitation est à l'origine de ce mode de rupture par nucléation et croissance de pores de déformation [31-32] et par croissance des pores de fonderie/élaboration. Ceci implique une réduction de la section réellement porteuse, ce qui conduit à une augmentation de la contrainte locale. Cette augmentation permet d'activer des mécanismes de cisaillement des précipités γ' et modifie la microstructure de précipitation localement [16], d'où l'augmentation de la vitesse de déformation.

Dyson et Mclean [17] ont synthétisé dans un tableau (Figure I-11) les divers modes d'endommagement qui peuvent être rencontrés lors du fluage.

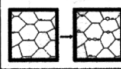
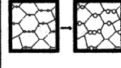



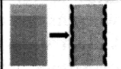


CREEP DAMAGE CATEGORY	DAMAGE MECHANISM	
Strain-Induced	Cavity Nucleation Control; Growth Constrained	
	Cavity Growth Controlled by Creep-Constraint	
	Dynamic Subgrain Coarsening	
	Multiplication of Mobile Dislocations	
Thermally-Induced	Particle-Coarsening	
	Depletion of Solid-Solution Elements	
Environmentally-Induced	Fracture of Surface Corrosion Product	
	Internal Oxidation	

Figure I-11 : Synthèse des divers modes d'endommagement pouvant être rencontrés en fluage [17]

d) Mécanismes de déformation

Le fluage HT des monocristaux peut être vu comme un ensemble de mécanismes interdépendants liés tant au déplacement des dislocations qu'à l'évolution morphologique des précipités. Ces mécanismes sont plus ou moins sensibles à la chimie de l'alliage, la taille des précipités γ' , la contrainte, la température et sont donc plus ou moins prépondérants selon le monocristal étudié, les conditions de sollicitations et le stade de fluage.

Quelles que soient les conditions de fluage (BT ou HT), la déformation des superalliages débute toujours par une déformation dans les couloirs de matrice γ , cubique faces centrées, où des dislocations parfaites de type $\frac{a}{2} < 01\bar{1} >$ sont créées. Elles introduisent un cisaillement suivant les directions denses $< 01\bar{1} >$ et glissent sur les plans denses $\{111\}$.

Ce mécanisme de glissement est contrôlé par [18] :

- ✓ le renforcement en solution solide de la phase γ ;
- ✓ la contrainte d'Orowan de franchissement des précipités γ' et donc à la taille des couloirs de γ ;
- ✓ les contraintes de cohérence qui s'ajoutent à la contrainte appliquée et favorisent dans certaines directions le déplacement des dislocations ;
- ✓ le champ de contraintes lié à la présence des dislocations d'interface.

Les dislocations de la phase γ , en se déplaçant, rencontrent les précipités γ' qui vont gêner leur mouvement. Elles vont donc déposer sur chacune des deux interfaces γ/γ' un segment \vec{u} qui fait un angle d'environ 60 degrés avec le segment \vec{b} (Figure I-12) contenu dans γ [17,35].

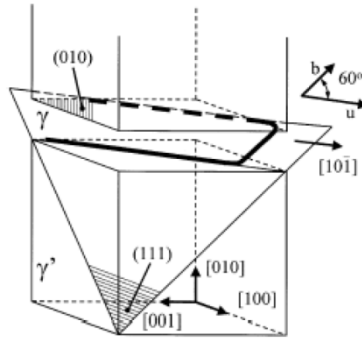


Figure I-12 : Schéma illustrant comment le déplacement d'une dislocation $\frac{a}{2} \langle 01\bar{1} \rangle \{111\}$ conduit à l'apparition de deux dislocations à 60° au niveau des interfaces [12]

Pour des conditions HT et σF , la transition du fluage primaire au fluage secondaire correspond à l'établissement d'un réseau stable de dislocations aux interfaces γ/γ' . Le glissement des dislocations de type $\frac{a}{2} \langle 01\bar{1} \rangle \{111\}$ dans γ est bloqué par les précipités de phase dure γ' . La résistance de ces précipités entraîne la formation d'un réseau aux interfaces γ/γ' qui relaxe les contraintes internes induites par le désaccord paramétrique [8,22,36].

La stabilité des réseaux d'interface influe sur les performances en fluage des superalliages monocristallins [14]. Ces réseaux créent un champ de contraintes autour d'eux : plus les dislocations sont proches et distribuées de façon homogène, plus ils protègent efficacement les précipités du cisaillement [14]. Ce phénomène limite le cisaillement de γ' et réduit indirectement le glissement des dislocations dans les couloirs de matrice, ce qui diminue la vitesse macroscopique de fluage, fonction – d'après la relation d'Orowan – de la densité de dislocation mobiles, de la vitesse de déplacement des dislocations et de la norme du vecteur de Burgers. Ceci explique en partie le plateau observé sur les courbes de fluage HT lors du stade II (Figure I-7).

Les interactions entre les dislocations d'interface génèrent des forces de montée dirigées vers l'intérieur des précipités. Lorsque leur densité augmente au cours de la déformation de la matrice, ces forces augmentent. Au-delà d'une certaine densité de dislocations critique, ces forces poussent les dislocations d'interface à pénétrer dans les précipités.

La poursuite de la déformation plastique dans le matériau est liée à l'existence de processus d'annihilation de dislocations de signes opposés issues des interfaces avec les deux couloirs de part et d'autre d'un même radeau [19]. Ils sont assurés par montée des dislocations ou par cisaillement des précipités (Figure I-13).

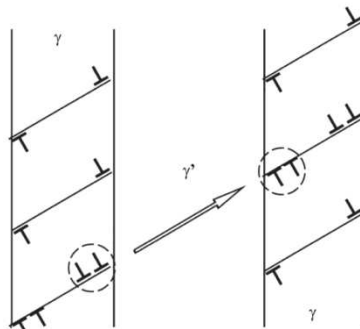


Figure I-13 : Processus de restauration des dislocations grâce au cisaillement des précipités en radeaux lors du fluage [19]

Le nombre critique de dislocations pouvant exister simultanément aux interfaces γ/γ' sans annuler les forces de glissement qui s'exercent dans la matrice dépend de la fraction volumique de phase γ' et de la valeur du désaccord paramétrique. Ces valeurs ont été calculées par Probst-Hein et al [12].

I.1.2 Impact de l'anisotropie cristalline

Les superalliages base nickel monocristallins sont connus pour avoir un comportement en fluage dépendant de l'orientation cristalline [20]. En effet, de par sa nature, un monocristal est intrinsèquement anisotrope. Le comportement anisotrope des superalliages monocristallins est la conséquence du mouvement des dislocations sur les différents systèmes de glissement. L'anisotropie des propriétés mécaniques se traduit alors par des valeurs de module différentes, ainsi que par des valeurs de la limite d'élasticité différentes selon la direction de la sollicitation mécanique. La dépendance du comportement en fluage à l'anisotropie (appelée dorénavant « degré d'anisotropie ») est fortement influencée par la température et par la contrainte. Dans ce manuscrit, nous définirons les orientations primaire et secondaire par rapport à l'axe [001]-[011] du triangle stéréographique standard (Figure I-15-b) :

- ✓ L'orientation primaire est définie par la distance entre la projection de l'orientation étudiée et l'orientation [001] ;
- ✓ L'orientation secondaire est définie par la valeur de l'angle entre l'axe [001]-[011] de triangle et l'orientation étudiée.

Par abus de langage, toute orientation éloignée de l'orientation [001] sera dite « désorientée ».

Des travaux entrepris sur des superalliages de première génération (MAR-M200 et MAR-M247) ont permis d'analyser divers mécanismes de déformation observés pour des régimes de températures et de contraintes variés. Néanmoins, il est établi que la plus grande sensibilité à l'orientation cristalline est observée dans le domaine des basses températures (750-850°C).

I.1.2.1 Impact de l'anisotropie sur le comportement en traction

Les travaux de Shah et Duhal [21] présentent en Figure I-14 l'évolution de la limite d'élasticité en traction du PWA 1480 déterminée en fonction de la température pour les orientations [001], [011] et [111]. Les trois orientations montrent un plateau entre la température ambiante et 760°C avec une légère diminution vers 400°C. Une augmentation significative apparaît au-delà de 760°C avant de chuter de manière radicale. Pour les températures supérieures à 500°C, l'orientation [111] offre la plus faible limite élastique.

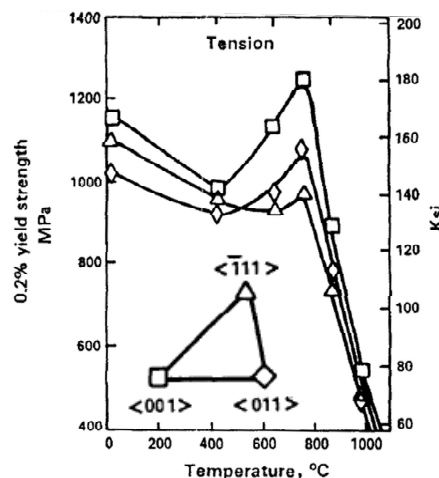


Figure I-14 : Evolution de la limite d'élasticité en traction du PWA 1480 en fonction de la température pour les orientations [001], [011] et [111] [21]

Les observations effectuées à 593°C sur l'orientation [001] montrent que le matériau se déforme par une distribution non homogène des systèmes de glissements octaédriques alors que pour l'orientation [111], il se déforme par une dispersion homogène de systèmes de glissements cubiques. De plus, pour un superalliage de fraction volumique de γ' supérieure à 50%, il est supposé que le mécanisme primaire de durcissement est le cisaillement des précipités γ' , favorisé par rapport au contournement des particules.

I.1.2.2 Impact de l'anisotropie sur le fluage BT

Lukas a démontré [22] que la considération du seul facteur de Schmid ne permet pas d'expliquer l'origine des différences de DDV entre les différentes orientations en fluage isotherme. D'autres mécanismes doivent être considérés et sont présentés par la suite.

L'évolution de la déformation de fluage à 750°C et 750 MPa pour des éprouvettes en CMSX-4 avec diverses désorientations par rapport à l'orientation [001] est illustrée en Figure I-15. Pour ces conditions, Matan [23] constate un effet très prononcé de la désorientation secondaire sur les propriétés de fluage comparativement à l'impact de la désorientation primaire. Plus l'orientation secondaire est faible, plus l'amplitude du fluage primaire diminue et plus la vitesse du fluage secondaire diminue aussi, même si la désorientation primaire est plus grande. Ceci est lié à l'activation d'un plus ou moins grand nombre de systèmes de glissement de type $\langle 112 \rangle \{111\}$ qui se caractérisent par un grand libre parcours moyen (typiquement de l'ordre d'un demi à un espace interdendritique [24]). En cas de forte désorientation secondaire, un glissement simple est majoritairement observé, conduisant à peu d'interactions entre systèmes de glissement et donc, à de fortes amplitudes de fluage primaire.

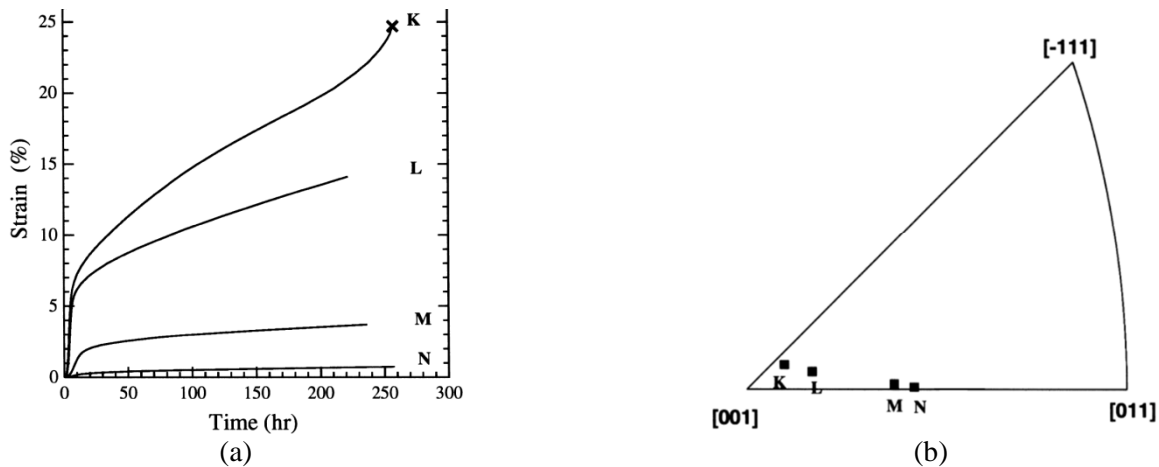


Figure I-15 : (a) Courbes expérimentales issues d'essais à 750°C et 750 MPa sur CMSX-4 pour 4 orientations référencées sur le triangle stéréographique standard (b) (adapté de [23])

Bien que le facteur de Schmid ait une influence sur l'anisotropie, un cristal orienté [001] peut avoir des meilleures propriétés qu'un cristal d'orientation [111] dans certaines plages de contraintes et températures alors que l'inverse peut être vrai pour d'autres conditions. Ainsi, il n'existe pas un classement unique des DDV selon l'orientation cristalline du fait que l'impact de l'anisotropie cristalline sur les propriétés en fluage n'est pas une simple fonction du facteur de Schmid.

MacKay [20] montre un classement de DDV en fonction de l'orientation cristalline sur les cas du MAR-M200 et MAR-M247 monocristallins en fluage à basse température. Khan et Han montrent d'autres classements à 760°C respectivement pour du CMSX-2 [25] et pour du SRR99 [26].

Le classement des DDV en fonction de l'orientation cristalline de ces monocristaux est présenté à titre indicatif en Tableau I-1. De plus, en Figure I-16, sont présentées les DDV en fonction de l'orientation cristalline sur tout le triangle stéréographique standard pour le SRR99 et le CMSX-2 à 760°C.

Matériaux monocristallins	Conditions		Classement de DDV		
	Températures	Contraintes	Elevée	Intermédiaire	Faible
MAR-M200 et MAR-M247 [20]	« basses »	« élevées »	[111]	[001]	[101]
CMSX-2 [25]	760°C	750 MPa	[001]	[101]	[111]
SRR99 [26]	760°C	790 MPa	[111]	[001]	[101]

Tableau I-1 : Classement de DDV en fonction de l'orientation cristalline de quelques superalliages monocristallins

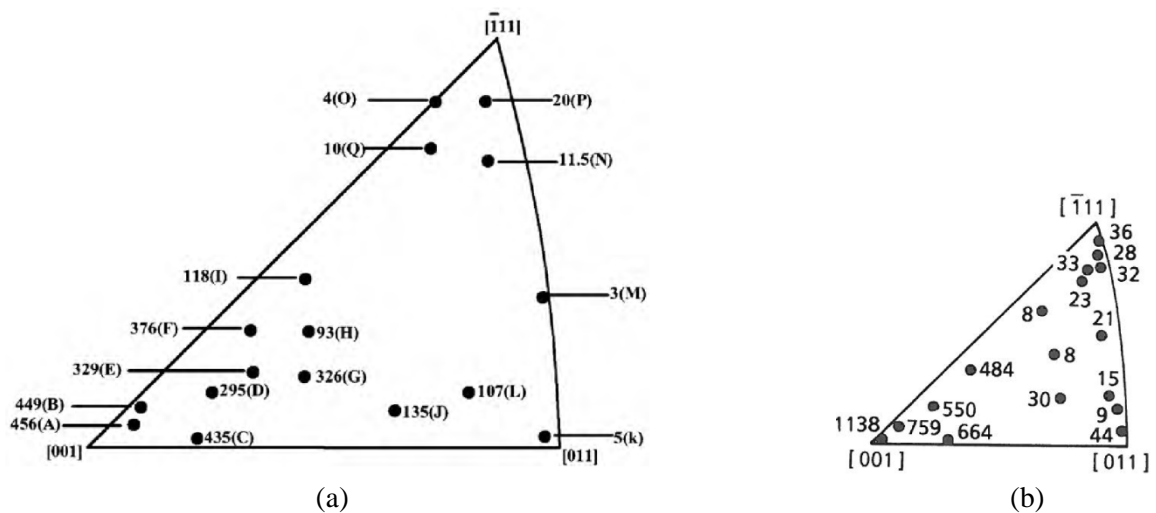


Figure I-16 : DDV (en heures) en fonction de l'orientation cristalline pour le – (a) SRR99 à 760°C et 790 MPa [26] et le (b) CMSX-2 à 760°C et 750 MPa [25]

MacKay propose à l'issue de ses travaux [27] une découpe schématique du triangle stéréographique standard en fonction de l'orientation cristalline (Figure I-17) présentant l'évolution de la résistance en fluage du MAR-M247 à 760°C en fonction de l'orientation cristalline.

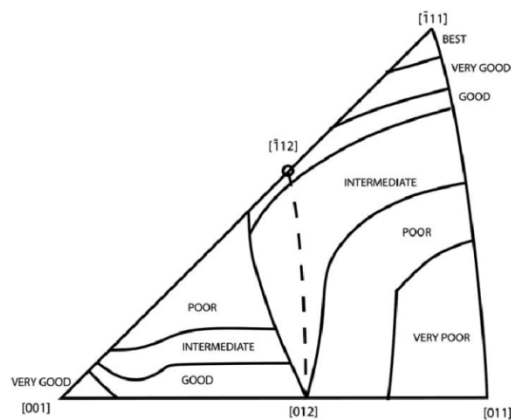


Figure I-17 : Découpe schématique des performances en fluage des orientations cristallines du triangle stéréographique pour le MAR-M247 à 760°C [27]

Pour les orientations proches [001], Leverant [28] et MacKay [20] ont étudié l'influence de l'orientation cristalline sur les mécanismes de déformation, respectivement, sur les superalliages MAR-M200 à 760°C et MAR-M247 à 774°C. Ils ont montré que le fluage primaire est principalement associé à un cisaillement de la phase γ' de type $\langle 112 \rangle \{111\}$ alors que le fluage secondaire est principalement la conséquence du glissement des systèmes de type $\langle 110 \rangle \{111\}$ comme l'illustre la Figure I-18.

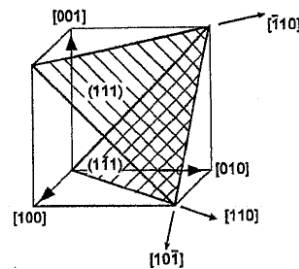
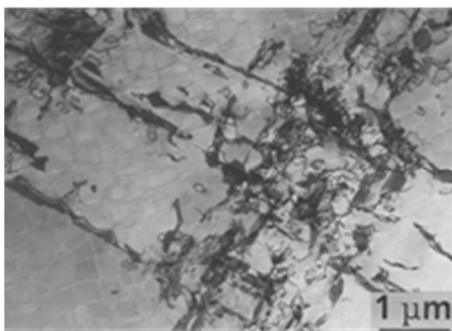
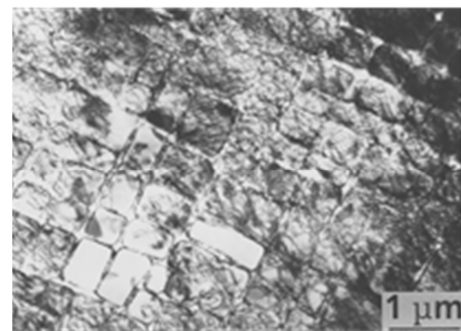


Figure I-18 : Illustration schématique des systèmes de glissements activés [29]

Il a été suggéré que ces mécanismes contrôlent largement le niveau de déformation plastique cumulée pendant le stade de fluage primaire. Caron [30] a effectué des analyses MET sur CMSX-2 (Figure I-19) et a confirmé l'activité des systèmes de glissement de type $\langle 112 \rangle \{111\}$ dans la phase γ' au début du fluage. Ces systèmes résultent de la dissociation de dislocations de type $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle$ distinctes sur le même plan de glissement et ont également été observées par Sass et al [31] sur une orientation proche [101].



(a)



(b)

Figure I-19 : Micrographies MET effectués sur CMSX-2 à 760°C et 750 MPa présentant une déformation – (a) hétérogène activée par les glissements de type $\frac{a}{3} \langle 112 \rangle \{111\}$ et provoquant une forte amplitude de fluage primaire, (b) homogène activée par les glissements de type $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle \{111\}$ causant un fort durcissement

De leur côté, Kuttner et Feller-Kniepmeier [48-49] ont observé pour des éprouvettes en SRR99 orientées [101] à 760°C que le glissement initial apparaît dans la matrice sur les quatre systèmes de type $\langle 110 \rangle \{111\}$ les plus chargés. L'activité des dislocations se limite alors aux couloirs de matrice dans lesquels les contraintes de cohérence s'additionnent aux contraintes externes atteignant ainsi une forte cission résultante. De plus, Mälzer [32] explique que pour une orientation [111], dont la vitesse de fluage est la plus faible au regard d'autres orientations de type [001], le facteur de Schmid est le plus faible. En effet, 6 des 12 systèmes de glissement de type $\langle 01\bar{1} \rangle \{111\}$ ont un facteur de Schmid de 0.272 quand le facteur des 6 autres est nul. Enfin, les travaux d'Adarkani [33] montrent que les systèmes de glissement cubiques ont une contribution limitée proche de l'orientation [101], à cause d'un facteur de Schmid assez faible (0.35).

Quand les cristaux d'orientation proche [001] et proche [101] se déforment majoritairement par le glissement des systèmes de type $\langle 110 \rangle \{111\}$, un cristal d'orientation proche [111] se déforme par le glissement des systèmes de type $\langle 011 \rangle \{100\}$.

Ces mécanismes jouent évidemment un rôle majeur sur la déformation du matériau. En effet, Khan [25] montre que le CMSX-2 – à 750°C et sur orientation cristalline proche de [111] – présente une déformation à rupture élevée (> 25% de déformation). Bien que l'orientation [111] soit une orientation à glissements multiples [30], la déformation du fluage primaire s'effectue tout d'abord par des glissements coplanaires au plan de glissement {111} dans les directions $\langle \bar{1}10 \rangle$ et $\langle \bar{1}01 \rangle$. L'absence totale de fluage secondaire est liée au fait que les systèmes de glissements activés au début du fluage deviennent prépondérants sur la DDV du monocristal d'orientation [111].

Enfin, Toloraiya [34] présente des faciès de rupture d'éprouvettes de trois orientations cristallines différentes – [001], [011] et [111] – et montre que la zone de rupture est le résultat de l'action d'un seul plan de glissement (Figure I-20).

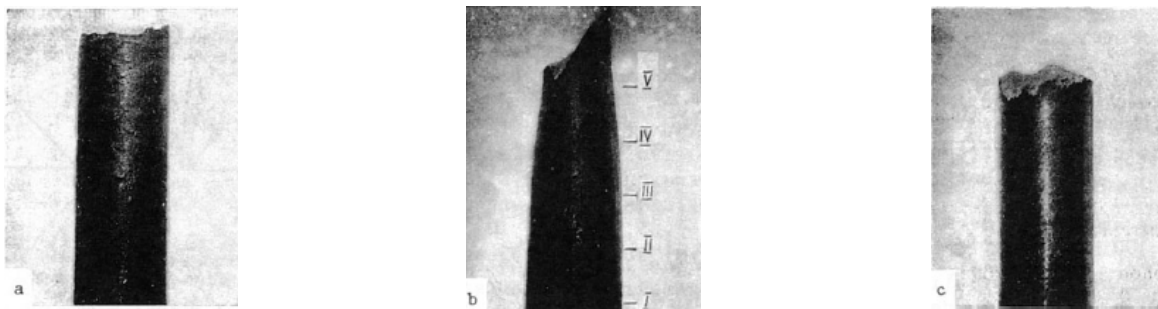


Figure I-20 : Faciès de rupture d'éprouvettes monocristallines à 750°C pour les orientations – (a) [001], (b) [011], (c) [111]

I.1.2.3 Impact de l'anisotropie sur le fluage HT

La littérature relative au degré d'anisotropie à haute température ($T > 950^\circ\text{C}$) est très limitée. Seuls neuf articles ont pu être identifiés [36,42-44,47,53-55]. Aux plus hautes températures, les mécanismes de déformation et d'endommagement mis en jeu sont différents de ceux à plus basse température. En effet, à HT, Khan [25] et Han [26] montrent que l'effet d'anisotropie devient moins prononcé. La morphologie de la phase γ' et les interactions avec les dislocations gouvernent assurément la vitesse de fluage ainsi que la DDV, puisque le mode de coalescence des précipités affecte toujours fortement le comportement en fluage. L'évolution de la déformation plastique à 950°C et 185 MPa pour quatre éprouvettes en CMSX-4 est illustrée en Figure I-21. Pour ces conditions, Matan [23] montre le faible effet des désorientations primaires et secondaires, bien que les pôles [011] et [111] du triangle standard stéréographique n'aient pas été étudiés. On constate effectivement un rapport maximal de DDV inférieur à 1.2, ainsi que des courbes de fluage aux allures similaires.

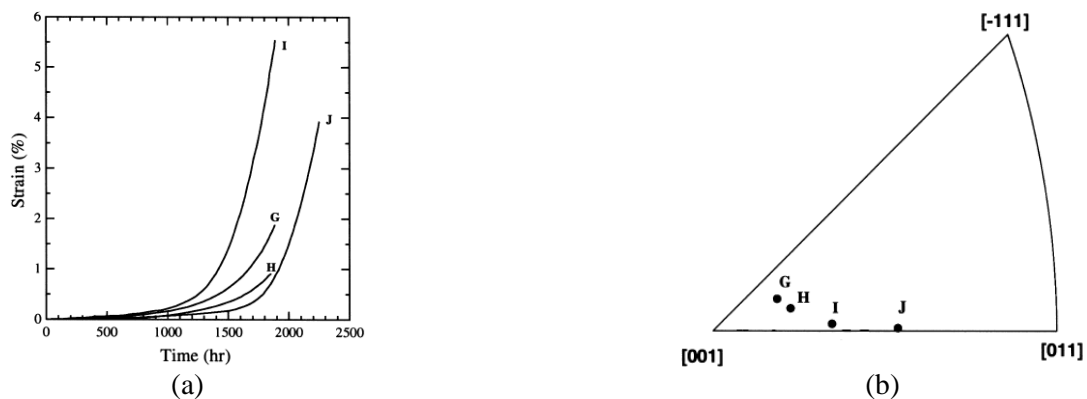


Figure I-21 : (a) Courbes expérimentales issues d'essais à 950°C et 185 MPa sur CMSX-4 pour 4 orientations référencées sur le triangle stéréographique standard (b) (adaptée de [23])

Le comportement en fluage du superalliage monocristallin AM3 d'orientations [001] et [011], étudié par Khan [35] se comporte de la même manière que celui du CMSX-4 présenté par Matan [23]. Ils sont caractérisés par de longs stades de fluage secondaire couvrant 80% de la DDV totale. En revanche, la vitesse de fluage augmente de manière continue jusqu'à la rupture pour l'orientation [111] (Figure I-22).

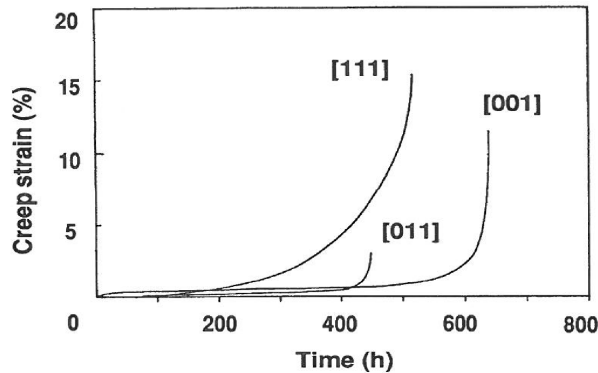


Figure I-22 : Courbes de fluage à 1050°C et 120 MPa sur AM3 pour 3 orientations cristallines– [001], [011] et [111] [35]

Si l'effet de l'anisotropie est clairement réduit à plus haute température, Han [26] montre que l'orientation [111] du cristal présente la plus longue DDV à 1040°C et 165 MPa (Figure I-23). Il existe un facteur 1.4 avec la DDV des orientations [001] et [101]. Le classement de DDV donné par Han est alors [111] > [001] > [101] pour le SRR99 sous 165 MPa.

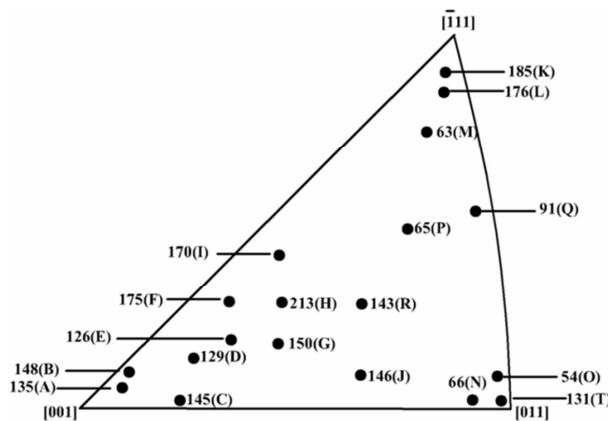


Figure I-23 : Durées de vie (en heures) en fonction de l'orientation cristalline pour du SRR99 à 1040°C et 165MPa [26]

Sass [31] révèle – sur CMSX-4 à 980°C et 350 MPa – qu'il n'existe pas de transition visible entre le stade de fluage primaire et secondaire pour une orientation proche [111] (Figure I-24). La caractéristique principale de la déformation en fluage des superalliages à HT est l'instabilité de la morphologie de la microstructure de précipitation. Le caractère homogène de la déformation plastique est la conséquence d'une plus grande mobilité des dislocations et de l'activation de plusieurs systèmes de glissement simultanément.

Les systèmes de glissement activés pour les HT sont différents de ceux activés à BT. MacKay [27] montre qu'ils s'activent et permettent une augmentation de la ductilité et une diminution la limite élastique du matériau. De plus, à ces températures, les processus de diffusion deviennent plus rapides et la microstructure de déformation représentative est caractérisée par une haute densité de dislocations de type $\langle 110 \rangle$ aux interfaces γ/γ' . Les réseaux de dislocations hexagonaux typiques d'une structure coalescée se sont formés par l'interaction des dislocations de type $\langle 110 \rangle$ [36].

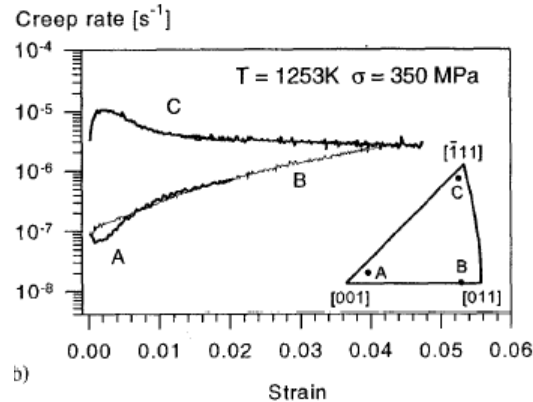


Figure I-24 : Vitesse de fluage du monocristal CMSX-4 à 980°C et 350 MPa pour trois orientations en fonction de la déformation [31]

Une analyse de la microstructure lors des différents stades de fluage montre que les précipités γ' coalescent sous la forme de radeaux parallèles aux plans cristallographiques de type $\{001\}$ et ce, indépendamment de l'orientation cristallographique par rapport à l'axe de sollicitation, tel que le montre Sugui dans ses travaux [37] présentés en Figure I-25 pour un monocristal sollicitation suivant $[011]$. Sugui présente des micrographies observées suivant trois plans de coupe différents – (100) , (010) et $(01\bar{1})$. Après traitements thermiques (Figure I-25-i), la microstructure observée est de morphologie cubique et orientée à $\pm 45^\circ$ dans le plan (100) (Figure I-25-i-b). Après quarante heures de fluage à 1040°C sous 137 MPa (Figure I-25-ii), la microstructure observée est coalescée et orientée à -45° dans le plan (100) (Figure I-25-ii-b).

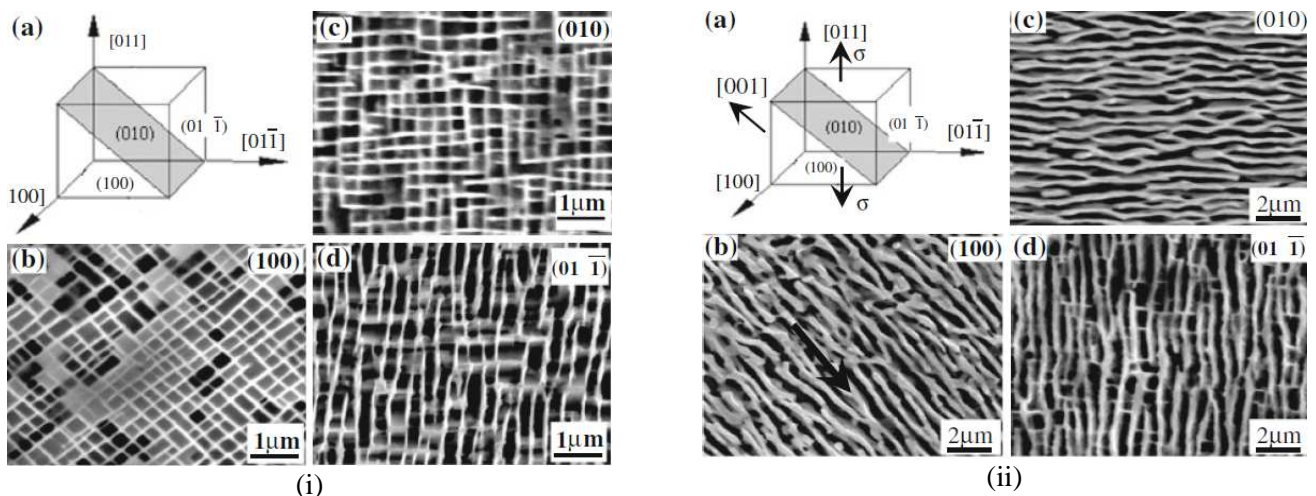


Figure I-25 : Morphologie d'un superalliage monocristallin orienté $[011]$ – (i) après traitements thermiques, (ii) après 40h de fluage à 1040°C et 137 MPa – (a) schéma de la maille cristalline, micrographies MEB des plans (b) (100) , (c) (010) , (d) $(01\bar{1})$ [37]

Pour un monocristal parfaitement orienté $[101]$, deux jeux de radeaux se forment, inclinés à $\pm 45^\circ$ de l'axe de sollicitation. Cette double mise en radeaux à $\pm 45^\circ$ n'est observée que pour du $[011]$ parfait. Sans quoi, il y a toujours un système de glissement plus chargé qu'un autre conduisant à une mise en radeaux suivant une direction privilégiée.

Pour le monocristal d'orientation $[111]$, les particules γ' coalescent simultanément le long des trois plans de type $\{001\}$, donnant une microstructure plus isotrope et qui est responsable de la vitesse de fluage plus élevée observée dans ce cas. Un exemple de coalescence orientée le long des plans de type $\{001\}$ pour trois orientations – $[001]$, $[011]$ et $[111]$ – est présenté par Khan [35] sur de l'AM3 à 1050°C et 120 MPa en Figure I-26.

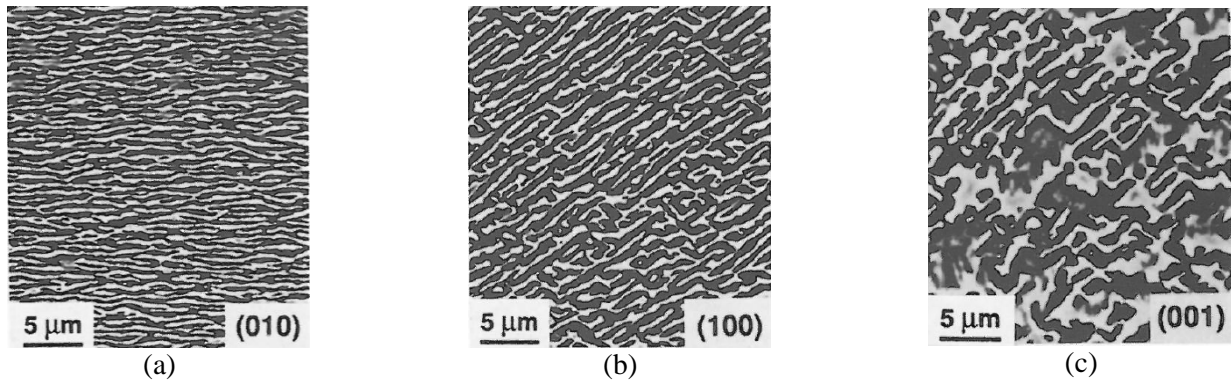


Figure I-26 : Microstructures γ/γ' d'AM3 de plusieurs orientations cristallines ayant subi du fluage sous 1050°C et 120MPa – (a) [001] pendant 200h, (b) [011] pendant 196h, (c) [111] pendant 208h [35]

De ses travaux sur le SRR99 [26], Han déduit que pour les orientations [001] et [111], des radeaux réguliers se forment contrairement à ce que l'on observe pour l'orientation [101], ce qui peut expliquer la faible DDV pour cette orientation. Cette théorie est corroborée par Chatterjee [38] qui montre que la DDV et la ductilité en fluage pour une orientation proche [101] pour du DMS4 est plus faible que pour une orientation proche [001] à cause de la formation de radeaux inclinés à 45° . En effet, ils sont suspectés être moins efficaces pour bloquer le mouvement des dislocations que les radeaux normaux à l'axe de sollicitation.

Toutefois, deux aspects non négligeables sont à souligner à l'issue de ces études sur le degré d'anisotropie en fluage à HT. En effet, les tendances sur le degré d'anisotropie sont très sensibles :

- i. à l'orientation exacte des éprouvettes et donc à la manière dont est déterminée l'orientation exacte ;
- ii. aux conditions exactes de fluage (contrainte et température appliquées) et matériau sollicité.

En effet, on constate d'une part que les classements en DDV des orientations cristallines sont très différents selon les conditions thermomécaniques mais également selon le matériau. On observe d'autre part, sur la Figure I-27, un écart significatif de DDV pour des orientations proches (facteur 2.9 pour deux orientations proche du pôle $[\bar{1}11]$ et facteur 2.4 pour deux orientations proches [011]).

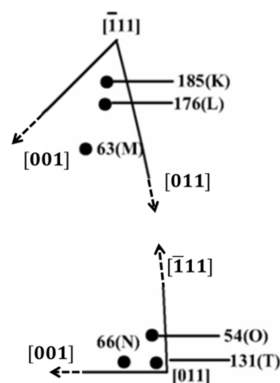


Figure I-27 : Durée de vie (en heures) en fonction de l'orientation cristalline pour du SRR99 à 1040°C et 165MPa sur deux portions du triangle stéréographique (adaptée de [26])

I.1.2.4 Impact de la rotation du cristal et mode d'endommagement

a) Impact de la rotation du cristal

Pour les orientations dites métastables – orientations pour lesquelles le cristal n'est pas parfaitement orienté [001] ou [111] – une rotation plus ou moins prononcée du cristal a été observée [43-44,51]. La Figure I-28 présente la rotation cristalline de quelques essais de fluage effectués à 760°C sur le MAR-M247 par MacKay sur un triangle stéréographique standard. On observe que l'amplitude de la rotation est différente suivant les orientations initiales des éprouvettes testées (Figure I-28).

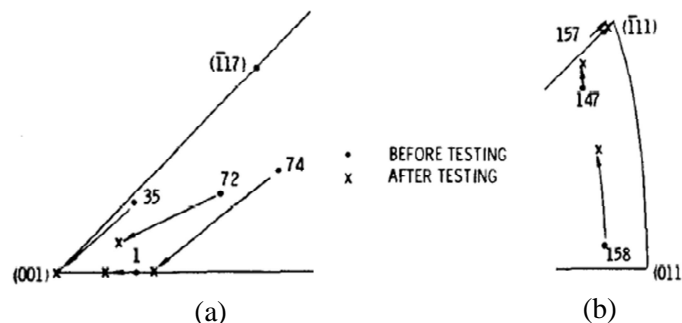


Figure I-28 : Rotation du cristal pour quelques essais effectués sur MAR-M247 à 760°C –
(a) « zone [001] », (b) « zone limite [101] – [111] » [27]

La rotation du cristal est une fonction de la déformation en fluage et peut être expliquée par la théorie de Taylor.

Le modèle de Taylor [39] est un modèle de plasticité cristalline basé sur la prédiction des systèmes de glissement activés afin de simuler les évolutions d'orientation pour chaque configuration initiale. Ainsi la rotation du cristal dépend de l'orientation cristallographique initiale du grain.

La rotation du cristal vers une orientation stable amène une évolution de module d'élasticité et donc de la cission résolue au cours de l'essai. A chaque instant de la rotation, cette modification contribue à l'apparition de longs fluages tertiaires quand la déformation augmente (Figure I-22) et entraîne une diminution de la DDV. Cette diminution est d'autant plus forte que la rotation est forte.

Rappelons que ce sont les systèmes de type $\langle 112 \rangle \{111\}$ et ceux de type $\langle \bar{1}01 \rangle \{111\}$ qui sont activés pendant le stade de fluage primaire à 760°C (§I.1.2.2). Les rotations pour chaque type de glissement sont présentées en Figure I-29. En comparant la rotation du cristal expérimentale en Figure I-28 et théorique en Figure I-29, on constate que la rotation du cristal indique que le type de systèmes de glissement dominant est $\langle 112 \rangle \{111\}$. Han le confirme à 760°C dans [26].

L'intersection des glissements, pour ceux de type $\langle 112 \rangle \{111\}$, a lieu sur la frontière entre [001] – Y et X – $[\bar{1}11]$ de la Figure I-29. Ainsi, le stade de fluage secondaire ne débute pas tant que le cristal n'a pas tourné vers – ou proche de – cette frontière. Pendant ce stade, les systèmes de glissement de type $\langle \bar{1}01 \rangle \{111\}$ deviennent alors actifs. Plus la rotation requiert l'activation de glissements déviés, plus long est le fluage primaire. Le stade de fluage secondaire débute alors plus tard et la DDV est plus courte.

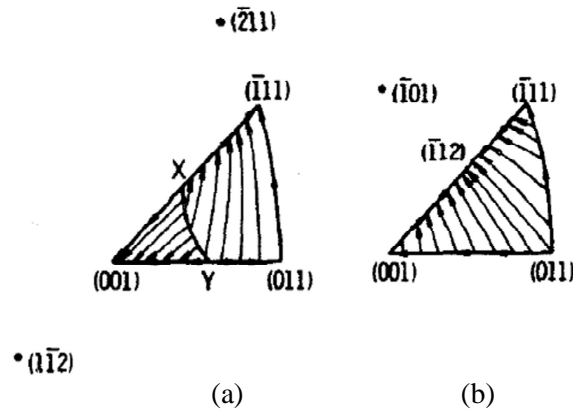


Figure I-29 : Rotation du cristal pour chaque type de système de glissement BT – (a) $\langle 112 \rangle \{111\}$, (b) $\langle \bar{1}01 \rangle \{111\}$ [20]

b) Mécanismes de rupture

Les mécanismes de déformation ne sont pas les uniques contributeurs à l'effet de l'anisotropie sur le comportement mécanique du superalliage monocristallin.

Link a récemment montré comment la tomographie à rayons X pouvait servir à obtenir des informations sur la contribution tridimensionnelle des pores [40]. En étudiant les superalliages CMSX-6, SRR99, CMSX-4 et CMSX-10, il a trouvé de gros pores préexistants qui correspondent aux micropores interdendritiques de fonderies rapportés par Mälzer [32]. Ce dernier montre sur du LEK-94 à 1020°C et 160 MPa que la présence de pores de fonderies alignés affecte fortement la déformation et les caractéristiques de rupture dans les derniers instants du fluage.

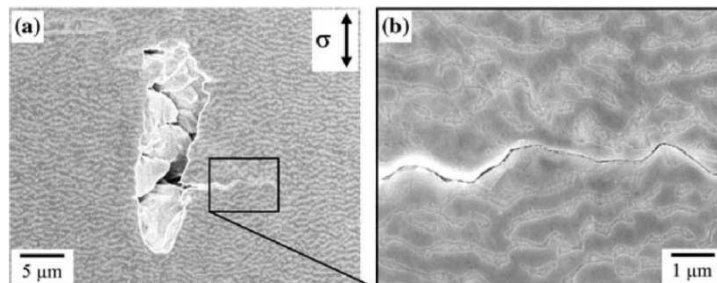


Figure I-30 : Apparition de fissures à partir de pores de fonderie et se propageant le long de l'interface γ/γ' – essai de fluage isotherme sur orientation [001] à 1020°C et 240MPa après 25h [32]

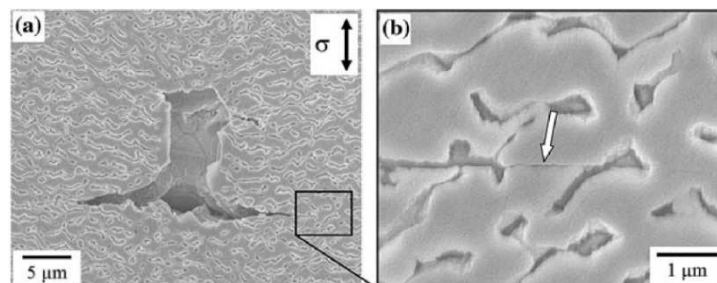


Figure I-31 : Apparition de fissures issues de pores traversant l'interface γ/γ' ainsi que les radeaux – essai de fluage isotherme sur orientation [001] à 1020°C et 160MPa après 193h [32]

Les micrographies en Figure I-30 et Figure I-31 suggèrent que le fluage tertiaire et la rupture du matériau sont associés à la nucléation et l'accroissement de microfissures issues de micropores de fonderie. Ces microfissures sont observées suivant l'interface γ/γ' pour une contrainte forte et un état de mise en radeaux avancé (Figure I-30) alors qu'elles se propagent à travers les précipités γ' pour une contrainte plus faible et un état de mise en radeaux inachevée (Figure I-31). Mälzer constate que l'alignement des pores de fonderie a un effet significatif sur le début du fluage tertiaire et sur la déformation à rupture [32]. Pour les orientations cristallographiques dont la direction de sollicitation est normale à l'alignement des micropores de fonderie, Mälzer note un fluage tertiaire rapide et de faibles déformations à rupture [32].

I.1.3 Impact de l'anisothermie

I.1.3.1 Comportement en fluage anisotherme sur orientation cristalline [001]

La littérature sur l'effet de chargements thermomécaniques complexes en fluage HT et THT sur la durabilité des superalliages monocristallins à base nickel est assez rare et se concentre principalement sur deux thématiques : l'une est focalisée sur l'effet d'une surchauffe unitaire et du cyclage thermique avec surchauffes [5,59-62] alors que l'autre est centrée sur l'effet du cyclage thermique avec refroidissements [63-67].

Dans ce contexte, des bancs d'essais spécifiques ont été développés et conçus (Thalie, MAATRE et BAFA en §I.2.2) ainsi que des procédures spécifiques utilisant des fours à lampes pour reproduire des conditions réelles dans un environnement contrôlé de laboratoire [5,18,67-68]. Néanmoins, des travaux antérieurs avaient été réalisés sur des alliages polycristallins par Rowe et Freeman [69-70] en utilisant des modes de chauffage par courant direct.

Toutes les études citées dans cette section ont exclusivement été menées sur un matériau d'orientation cristalline [001].

a) Effet d'une surchauffe

Cormier [5] montre qu'une courte exposition à 1200°C au cours d'un essai isotherme à 1050°C sur le superalliage monocristallin de première génération MC2 a des effets à la fois sur le comportement du matériau et sur sa DDV totale.

Durant la vie résiduelle après un tir OEI, il y a une modification du comportement en fluage. En effet, un nouveau régime primaire est systématiquement observé et la vitesse de fluage est accélérée par rapport à celle du préfluage (Figure I-32). Ainsi la déformation conduisant à l'amorçage du régime tertiaire est fortement augmentée. Cormier montre [3] alors que le comportement en fluage résiduel dépend de la durée de l'OEI puisque plus celui-ci est long, plus l'amplitude du primaire est grande et plus la vitesse de déformation pendant le secondaire post-surchauffe est faible. Ce dernier point conduit pour des OEI longs à des DDV résiduelles plus élevées. Un OEI de longue durée modifie donc plus profondément le comportement du matériau sans affecter de manière significative l'endommagement.

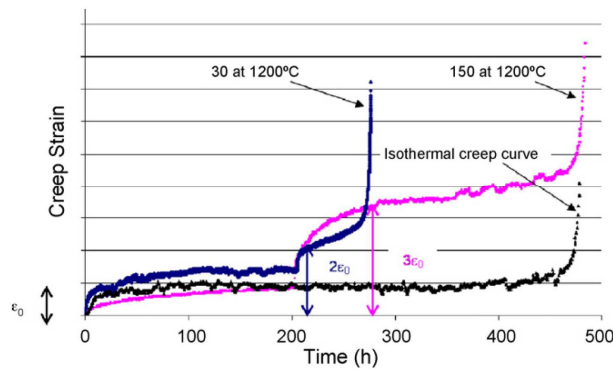


Figure I-32 : Courbes de déformation pour un tir OEI réalisé au bout de 200h de pré-endommagement en fluage à 1050°C et 140 MPa sur MC2 [41]. Courbe noire – isotherme ; courbe bleue – OEI de 30s ; courbe rose – OEI de 150s

Un diagramme de cumul de dommage où est représenté le rapport de la DDV résiduelle t_{res} et de la DDV de l'essai isotherme t_{iso} en fonction du rapport du temps de préfluage $t_{pré}$ et de la DDV de l'essai isotherme est présenté en Figure I-33 pour des OEI de 30 secondes. Ce type de diagramme permet de déterminer l'influence d'une surchauffe sur la DDV en fluage. Les données sous 140 MPa sont issues des travaux de thèse de J. Cormier [3] alors que celles sous 160 MPa sont issues des travaux de thèse de J-B Le Graverend [42]. Force est de constater que le cumul de dommage n'est pas linéaire (cumul linéaire représenté graphiquement par la droite en pointillée en Figure I-33).

On observe alors que les DDV totales sont peu modifiées par un OEI réalisé sur matériau vierge. En revanche, une forte diminution de DDV se produit si la surchauffe est effectuée sur une structure de précipitation γ' coalescée.

Cormier identifie alors deux domaines d'évolution de la vie résiduelle en fonction de la durée de préfluage sur MC2 nu [3] :

- i. pour des préfluages courts (microstructure cuboïdale), la DDV résiduelle décroît rapidement ;
- ii. si la durée de préfluage a permis de générer une microstructure en radeaux stable, la DDV résiduelle décroît plus lentement [43].

Tous ces effets sont liés aux modifications de microstructures, la morphologie de la phase γ' et la structure des dislocations aux interfaces γ/γ' , qui ont lieu au cours de la surchauffe. Dans ce contexte, de plus longues surchauffes tendent à établir une microstructure plus proche de l'équilibre que les surchauffes plus courtes. De plus, des surchauffes plus longues engendrent une restauration des structures de dislocations aux interfaces γ/γ' qui ont pour conséquence une vitesse de fluage post-surchauffe plus lente pour l'alliage MC2 [73-74].

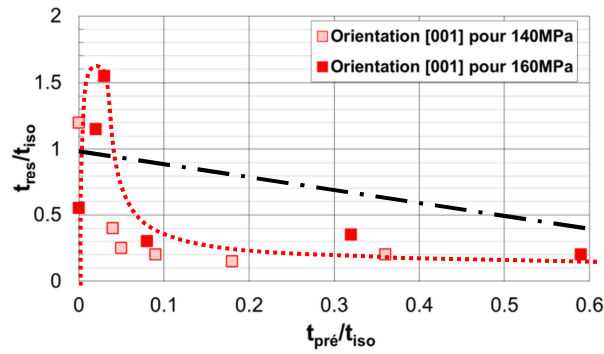


Figure I-33 : Evolution de la DDV résiduelle normalisée t_{res}/t_{iso} en fonction du temps de préfluage normalisé t_{pre}/t_{iso} à 1050°C pour une surchauffe de 30 secondes à 1200°C pour deux contraintes – 140 et 160 MPa. La courbe noire en pointillée représente un cumul de dommage linéaire

Enfin, lors de ses travaux, Cormier [44] a observé l'apparition d'une fine précipitation dans les couloirs de matrice après une surchauffe dans un domaine de température induisant la dissolution de la phase γ' (Figure I-34). Il semble qu'une taille critique de largeur de couloir de matrice doit être atteinte pour permettre à une telle fine précipitation d'apparaître [73,75]. Comme mentionné par Boussinot [45] dans ses travaux de thèse, dans les couloirs fins, les plus petites particules sont trop proches des interfaces γ/γ' , ce qui implique leur coalescence très rapide avec les précipités plus épais [46]. Des intrusions dans les gros précipités restants indiquant que la dissolution de la phase γ' a lieu préférentiellement dans ces endroits ont été également observées.

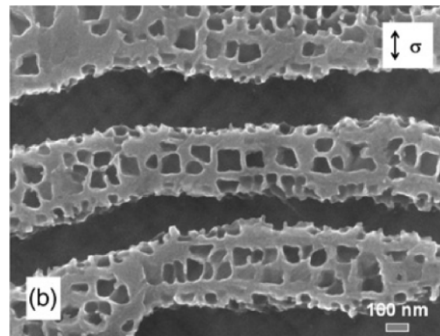


Figure I-34 : Apparition de fine précipitation dans les couloirs de matrice après refroidissement suite à une surchauffe à 1150°C [5]

Ce mécanisme de dissolution a également été mis en exergue sur le MC2 par Cormier [44] et a été attribué aux interactions dislocations/précipités. La raison principale d'une telle localisation de la dissolution semble être liée à des niveaux de contraintes élevés dans la matrice aux coins des précipités en raison des contraintes de cohérence [17,23,78-79], ainsi que d'une probable diffusion par les dislocations [47].

L'impact de la fine précipitation sur le comportement en fluage en fonction de la vitesse de refroidissement du traitement thermique d'un alliage de première génération a déjà été étudié par Kakehi [48] à BT. Après obtention d'une précipitation bimodale constituée des précipités secondaires (dont les tailles variaient de 0.24 à 0.41 μm) et d'une précipitation tertiaire dépendant de la vitesse de refroidissement, il a montré que l'effet de ces fins précipités était plus efficace que celui des secondaires en durcissant l'alliage sous conditions de fluage à 700°C et 820 MPa.

On note également qu'une microstructure bimodale est souvent considérée comme facteur de durcissement des superalliages monocristallins aussi longtemps que la fine précipitation est présente en réduisant la largeur des couloirs de matrice [60,68,81-82]. Cailletaud a observé lors de ses travaux de thèse sur l'IN100 [49] qu'un tel durcissement dû à la fine précipitation est efficace en fatigue LCF (Low Cycle Fatigue) tant que ces précipités ne sont pas dissous [50].

Des travaux similaires ont été menés par M. Arnoux sur MCNG (superalliage monocristallin de quatrième génération) dans le cadre de sa thèse [4] et ont montré des analogies avec les travaux précédents sur un certain nombre de points:

- ✓ à la suite d'une surchauffe unitaire apparaît toujours un nouveau stade de fluage primaire ;
- ✓ l'amplitude du stade primaire post-surchauffe est d'autant plus importante que la durée de l'OEI est longue ;
- ✓ une surchauffe accélère la vitesse de déformation du matériau par rapport à sa vitesse de déformation en préfluage ;

En revanche, le comportement en fluage anisotherme du MCNG ne présente pas une similitude en tous points avec le MC2. En effet, d'une part, l'effet de la durée de la surchauffe observé par Cormier [44] est inversé, et d'autre part, le pic de DDV résiduelle est obtenu pour une microstructure en radeaux établie alors que celui du MC2 est obtenu sur une microstructure intermédiaire entre cubes et radeaux.

Cette différence de résultats entre le MCNG [4] et MC2 [3] nous amène à ne pas généraliser les résultats aux divers superalliages monocristallins.

b) Effet du cyclage thermique avec surchauffes

Deux études se sont portées sur l'effet du cyclage thermique sur le comportement en fluage de superalliages monocristallins d'orientation cristalline [001]. L'une a été effectuée par Cormier [41] sur MC2 et l'autre par Giraud [51] sur CMSX-4 dans les mêmes conditions thermiques, mécaniques et de cyclage (Figure I-35). Il s'avère que les résultats des deux études présentent de nombreuses similitudes.

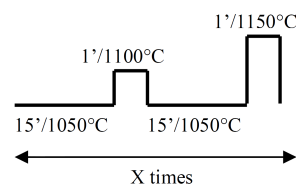


Figure I-35 : Conditions et de cyclage thermique (15 minutes à 1050°C, 1 minute à 1100°C, 15 minutes à 1050°C et 1 minute à 1150°C) appliquées lors des études [41] et [51] avec une contrainte appliqué de 120 MPa

Giraud [51] a observé que le cyclage thermique apporte une réduction spectaculaire de DDV (courbe bleue à l'extrême gauche de la Figure I-36), d'un facteur 65, par rapport à la DDV obtenue avec des conditions isothermes à la température nominale de l'essai cyclé à 1050°C (courbe violette de la Figure I-36), ce qui était attendu puisque la moyenne de température est plus élevée pour l'essai cyclé. En revanche, la DDV de l'essai cyclé est encore inférieure d'un facteur 2 à la DDV de l'essai isotherme à la température maximale (courbe verte de la Figure I-36) de l'essai (1150°C).

Dans de telles conditions de cyclage, Giraud constate également la vitesse moyenne de fluage est multipliée par 1000 par rapport à la vitesse de fluage de l'essai isotherme à 1050°C [51]. Cette différence significative de vitesse de fluage est la conséquence des surchauffes qui augmentent brusquement la vitesse de déformation plastique à chaque cycle.

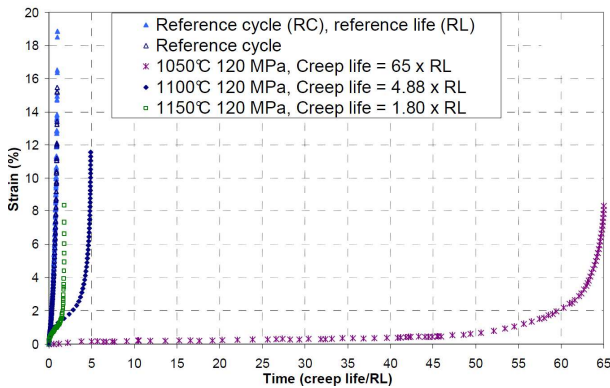


Figure I-36 : Comportement en fluage sous condition de cyclage thermique comparé (courbe bleue de gauche) aux comportements en fluage isotherme à 1050°C (courbe violette) et 1150°C (courbe verte) [51]

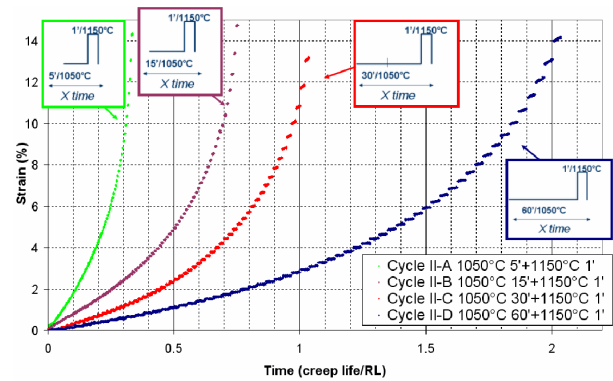


Figure I-37 : Effet de la fréquence de cyclage sur les propriétés anisotherme en fluage [51]

D'autres types de cycles ont été étudiés afin de caractériser l'effet de la fréquence de cyclage sur le comportement en fluage du matériau (Figure I-37). Il est apparu que plus le cyclage était rapide (durée du cycle courte) et plus la DDV était courte. Néanmoins, l'effet néfaste du cyclage thermique ne peut pas être uniquement lié à une moyenne de température qui augmente puisque d'autres types de cyclage (*i.e.* avec refroidissements au cours d'essais HT §I.1.3.1-c) amènent également à une réduction de la DDV.

Il a été montré que les transitions thermiques (*i.e.* chauffage et refroidissement) ont une forte contribution à l'augmentation de la vitesse de fluage en forçant les dislocations à pénétrer la phase γ' [52] : le caractère renforçant de la phase γ' s'en retrouve ainsi diminuer. Par analogie, Dirand a également observé ce mouvement des dislocations dans γ' lors de ses travaux de thèse lors de sauts de contrainte pendant un essai de fluage isotherme HT sur la plage 950-1150°C [85-86].

Ainsi, le comportement en fluage sous de telles conditions anisothermes (HT et σF) est principalement contrôlé par deux paramètres :

- ✓ la manière dont est effectuée le cyclage thermique (*i.e.* vitesse de chauffage et de refroidissement, fréquence de cyclage) ;
- ✓ la température maximale pendant les surchauffes (*i.e.* 1150°C dans ce cas).

Comme constaté précédemment dans les travaux de Cormier sur le superalliage monocristallin de première génération MC2 [41], Giraud [51] souligne également un effet néfaste de la mise en radeaux normale à l'axe de sollicitation d'orientation [001] sur le fluage anisotherme et la DDV sur le superalliage monocristallin de deuxième génération CMSX-4.

Il n'existe pas de consensus dans la littérature ouverte sur le fait que la mise en radeaux soit bénéfique ou non sur les propriétés en fluage. Alors qu'il est évident qu'une structure en radeaux est néfaste pour la DDV en LCF et sur les propriétés en traction [87-89], certaines études [8,90] montrent d'autre part que la structure en radeaux améliore les propriétés en fluage isotherme HT/ σF (*i.e.* provoquant une diminution de la vitesse de fluage) en fournissant d'efficaces obstacles aux mouvements des dislocations.

Cormier démontre dans [41] qu'il existe un effet néfaste de la mise en radeaux sur le comportement en fluage cyclé thermiquement. A cause de la dissolution de la phase γ' fortement assistée par l'activité des dislocations [44], les couloirs de matrice deviennent plus larges en facilitant le mouvement des dislocations dans la matrice.

Les structures en radeaux sont clairement moins résistantes au fluage que les structures cubiques dans des conditions de cyclage thermique (ou de surchauffe unitaire). La différence est liée, d'une part, au nombre d'interfaces γ/γ' verticales qui est plus grand dans les microstructures à précipités γ' cuboïdaux et, d'autre part, aux cinétiques de dissolution de la phase γ' plus rapides pour des structures coalescées par mécanisme de « dislocation pipe-line diffusion » via les réseaux de dislocations interfaciaux [47]. La phase γ' montre une évolution de morphologie complexe pendant les essais de fluage sous cyclage thermique. Les micro-radeaux résultant de la coalescence de fines particules γ' après chaque surchauffe à 1150°C ont été observés dans les couloirs de matrice entre les précipités les plus gros. Ces micro-radeaux semblent être des obstacles efficaces pour limiter l'écoulement plastique de la matrice. Ils durcissent le matériau pendant la période de fluage à basse température (1050°C) et pendant les surchauffes à 1100°C tant qu'ils ne sont pas complètement dissous [50].

Dans le cas d'un cyclage rapide, la microstructure est en permanence hors de l'équilibre, ce qui facilite les processus de montée de dislocations et de contournement d'Orowan pour une fraction volumique moyenne de γ' plus faible. De plus, en augmentant la fréquence de cyclage la coalescence orientée est accélérée.

c) Effet du cyclage thermique avec refroidissements

Différents essais de cyclage thermique ont été effectués dans la thèse de R. Goti [53]. Les chargements thermiques appliqués à l'alliage MC2 sont détaillés en Figure I-38. Les essais cyclés présentent des temps HT différents (essai A : 15 minutes ; essais B, C et D : 5 minutes), des températures basses différentes (essai A et B : 400°C ; essais C et D : 800°C) et des vitesses de montée et descente en température différentes également (essais A, B et C : rapides ; essai D : lentes). Les conditions de l'essai de référence isotherme associé sont 1150°C et 80 MPa.

Bien que la température moyenne soit inférieure à celle de l'essai isotherme, les résultats présentés en Figure I-39 confirment que le cyclage thermique affecte fortement la résistance en fluage en réduisant de manière significative le temps cumulé à haute température (appelé « temps HT » dorénavant) à rupture (au moins d'un facteur 2.5) et en augmentant drastiquement la vitesse de fluage (au moins d'un facteur 10) [54]. Les courbes présentées résultant de la concaténation de tronçons de déformation plastique cumulée pendant les paliers HT [63,67].

Raffaitin [54] a observé sur des conditions d'essais similaires que la déformation produite pendant chaque palier HT présentait une allure de courbe analogue au stade de fluage primaire et secondaire comme l'illustre la Figure I-40. L'apparition de ce stade de fluage primaire pour chaque cycle est responsable de l'accélération du fluage. Un comportement similaire et l'apparition d'un nouveau fluage primaire après chaque surchauffe ont déjà été rapportés par Cormier [55].

On observe également que la DDV HT augmente avec le temps des paliers HT, *i.e.* avec la baisse de la fréquence du cyclage thermique. Augmenter la fréquence, et donc répéter les étapes de chauffe et de refroidissement pendant l'essai de fluage est plus endommageant sur la microstructure et confirme l'effet néfaste du cyclage thermique [54]. A l'inverse, un long palier HT améliore la résistance en fluage du superalliage. L'effet de la fréquence de cyclage thermique sur le comportement en fluage et sur la DDV est illustré en Figure I-41.

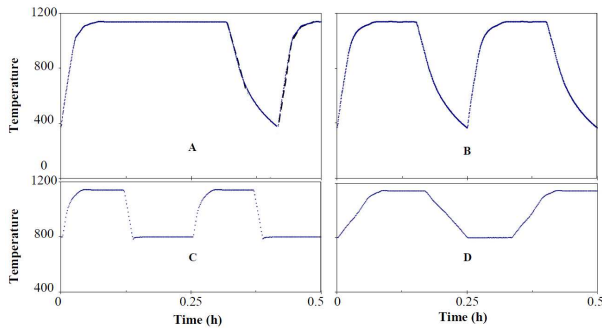


Figure I-38 : Profils de température de quatres essais cyclés thermiquement (A, B, C et D) sous conditions 1150°C et 80 MPa (adaptée de [53])

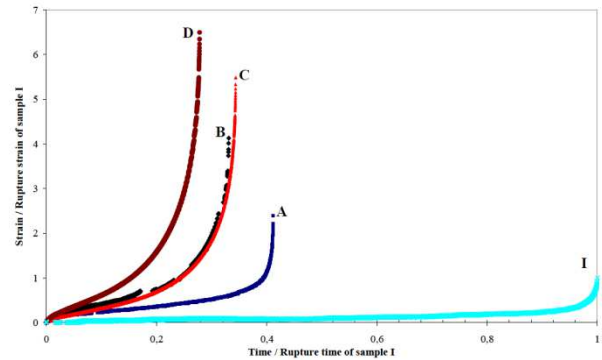


Figure I-39 : Déformation normalisée à haute température de 5 éprouvettes en MC2 pour du cyclage thermique avec refroidissements (A, B, C et D) et pour un essai isotherme (I) [53]

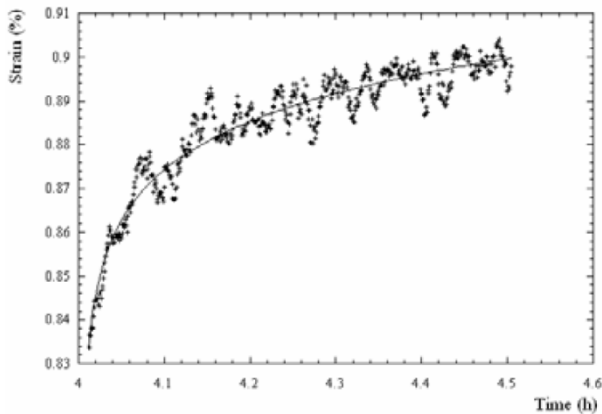


Figure I-40 : Détails de la déformation plastique du palier HT d'un cycle montrant les stades de fluage primaire et secondaire à 1150°C et 80 MPa [56]

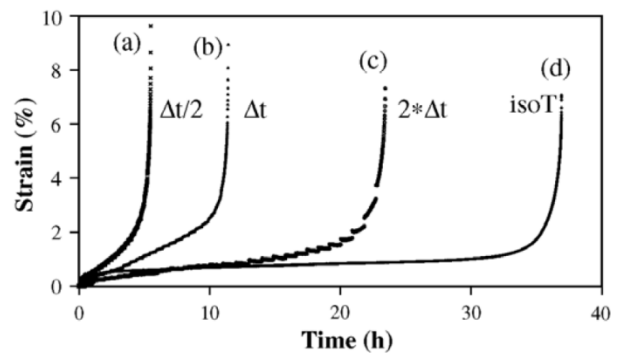


Figure I-41 : Influence de la durée des paliers HT ($\Delta t=30\text{min}$) sur le comportement et la DDV en fluage avec des temps paliers égaux à – (a) $\Delta t/2$, (b) Δt , (c) $2*\Delta t$, (d) isotherme [54]

Les périodes transitoires amènent une augmentation drastique de la vitesse de fluage dans des conditions de cyclage thermique. Ce comportement pourrait être lié à une détérioration de la microstructure causée par la répétition des cycles. La coalescence orientée de la phase γ' et sa dissolution semblent accélérer le processus de diffusion et l'épaississement des radeaux. Ces deux phénomènes amènent ainsi une inversion topologique de phase et le début du stade de fluage tertiaire.

Des micrographies de microstructures des éprouvettes après l'essai de fluage cyclé A et l'essai de fluage isotherme I sont présentées en Figure I-42. R. Goti observe clairement sur ces micrographies que les radeaux et les couloirs de matrice sont plus épais pour l'essai cyclé.

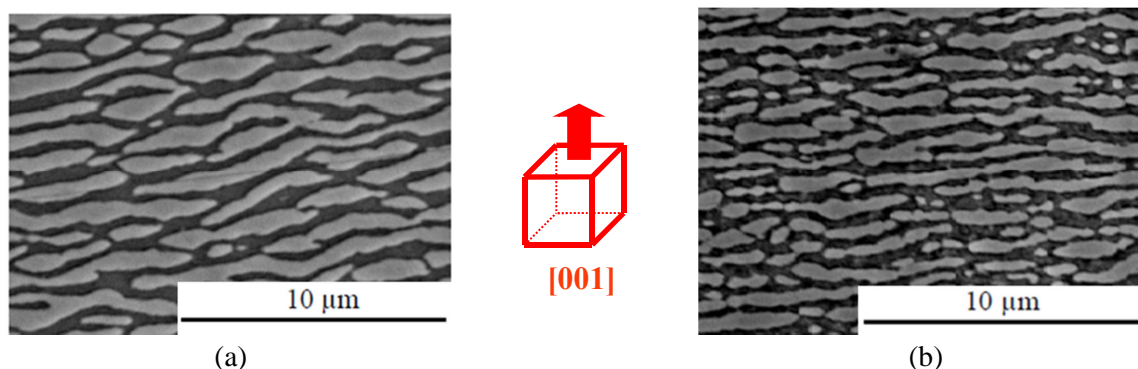


Figure I-42 : Micrographies de microstructures des éprouvettes après essais de fluage – (a) essai cyclé A, (b) essai isotherme I [53]. La phase γ' apparaît ici en gris clair

L'introduction d'un cyclage thermique pendant un essai de fluage altère de manière significative la résistance des superalliages monocristallins [63-64,68]. R. Goti souligne que cet effet néfaste se produit uniquement pour des essais effectués à HT puisque par exemple le cyclage thermique n'a quasiment aucun impact sur l'alliage MC2 pour des températures inférieures à 950°C [57]. Cet effet est lié à la dissolution partielle de la phase γ' qui s'effectue pour cet alliage de 950°C à 1250°C [3].

Effectivement, lors d'un essai isotherme effectué à 1150°C, la fraction volumique de précipités chute à 40%, pour une fraction initiale de 70%. Chaque incursion à basse température amène ainsi une re-précipitation des fins précipités γ' , souvent appelée précipitation « tertiaire » par référence à ce qui est observé sur les polycristaux [63,75,90]. Pendant le cyclage thermique, cette précipitation est nécessairement suivie par des stades de dissolution pendant chaque nouvelle chauffe à 1150°C comme le montre les analyses quantitatives de la phase γ' au cours du cyclage thermique [57]. Ces séquences de re-dissolution des précipités tertiaires lors des remontées en températures sont une des causes des apparitions des nouveaux fluages primaires en début de chaque palier. De telles séquences (de re-précipitation/dissolution) s'enchaînent en affectant la microstructure de l'alliage par accélération de la vitesse de fluage et par déstabilisation de la morphologie en radeaux.

En étudiant les mécanismes de déformation, Viguier [56] explique que la montée des dislocations de type $\langle 010 \rangle$ au travers des radeaux γ' est prépondérante devant les autres mécanismes [58] et que lors de remontée en températures, des dislocations fraîches sont réinjectées dans les couloirs de matrice via la re-dissolution de certains radeaux qui s'étaient formés au refroidissement (voir mise en radeaux en Figure I-43) [56]. Bien que la rapide déstabilisation de la structure en radeaux soit une conséquence des conditions de cyclage thermique, la raison de la déstabilisation prématurée de la structure en radeaux semble être due à certains effets chimiques pendant le processus de dissolution dynamique des précipités [59]. En effet, de récentes observations ont montré que les réseaux de dislocations aux interfaces γ/γ' ne semblent pas différents entre des conditions isothermes et de cyclage thermique [60].

En refroidissant depuis un domaine de température où la phase γ' se dissout ($>950^\circ\text{C}$ pour MC2), les précipités non dissous se reconstruisent, « grossissent » et piègent des dislocations du réseau d'interface qui se retrouve alors dans la phase γ' . Les précipités γ' ne jouent donc plus leur rôle efficace de barrières physiques [71,80].

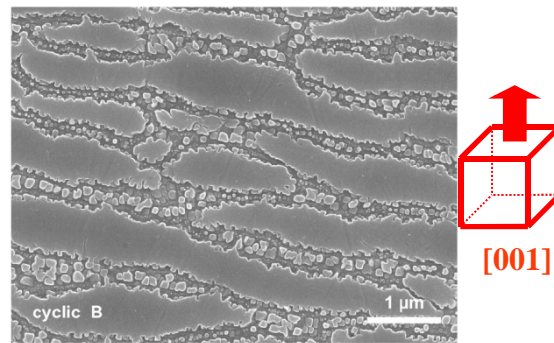


Figure I-43 : Microstructure pendant un essai de fluage cyclé thermiquement à 1150°C et 80 MPa sur MC2 faisant apparaître des fins précipités dans les couloirs de matrice après refroidissement [56]

Les incursions à basses températures pendant le fluage créent de nouveaux radeaux mais d'un autre côté, le cyclage thermique accentue la dissolution de la phase γ' et accélère ainsi le dommage [53]. Ce paradoxe apparent pourrait être expliqué d'une part en considérant qu'imposer le cyclage thermique au début du fluage entrave la stabilisation de nombreux radeaux et d'autre part, par le lien étroit entre l'évolution de la microstructure et la déformation plastique. En effet, dans les superalliages, le rôle de la déformation plastique et du mouvement des dislocations, associé à la transformation de la phase γ' , a déjà été démontré pour la formation des radeaux [61], pour leur déstabilisation [58] ou encore plus récemment pour la dissolution [47].

Ainsi la modification permanente de la microstructure pendant le cyclage thermique altère la morphologie des radeaux en réduisant la fraction volumique de la phase γ' (en moyenne temporelle) et en accélérant la dégradation comparativement à des conditions isothermes. Après observation des structures de dislocations sur des essais isothermes et des essais cyclés thermiquement, il s'est avéré que le processus de montée de dislocations qui dans les radeaux γ' joue un rôle de restauration. En effet, ce mécanisme pourrait contrôler la vitesse de fluage bien qu'il semblerait que la cinétique de diffusion ou la vitesse de la montée des dislocations soient suffisamment rapides [56].

I.1.3.2 Comportement en fluage anisotherme sur d'autres orientations cristallines que [001]

Aucune étude n'a été trouvée dans la littérature ouverte sur l'impact de l'anisotropie sur le comportement en fluage anisotherme. Néanmoins une étude sur des essais de fatigue-temps de maintien, se rapprochant du fluage du fait des temps de maintien longs, a été menée par le Graverend [50] sur l'orientation cristalline [111]. Les conditions des essais effectués pour cette étude sont présentées en Figure I-44.

Cette étude souligne un fort impact de l'orientation cristallographique sur le comportement en fatigue-fluage anisotherme comme le montre l'évolution de la déformation plastique cumulée pour deux essais : avec une surchauffe (courbe bleue de la Figure I-45) et avec deux surchauffes (courbe rouge de la Figure I-45). Après chaque surchauffe, on note une période pendant laquelle on peut observer une diminution significative de la vitesse de déformation avant qu'elle n'augmente de nouveau.

Le même type d'essai a été effectué sur l'orientation [001] sans qu'on puisse apercevoir un impact fort de la surchauffe sur le comportement en fluage de l'alliage. En effet, contrairement à l'orientation [111], aucun ralentissement de la vitesse de déformation n'a pu être observé après la surchauffe pour l'orientation [001] alors qu'une précipitation tertiaire massive est encore observée à la fin de l'essai. Cette observation est d'autant plus surprenante que la fraction de zones contenant de fins précipités est plus élevée sur l'orientation [001] que sur l'orientation [111], ce qui devrait rendre la fine précipitation efficace.

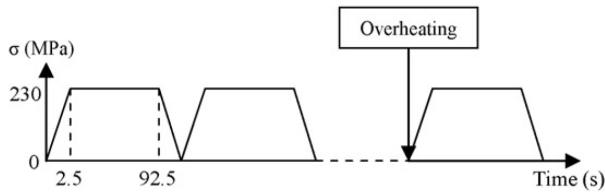


Figure I-44 : Illustration schématique du chargement mécanique pendant l'essai de fatigue-fluage sur MC2 à 1050°C avec des temps de maintien à 230 MPa de 90s – surchauffe unitaire de 90 secondes à 1200°C sans charge [50]

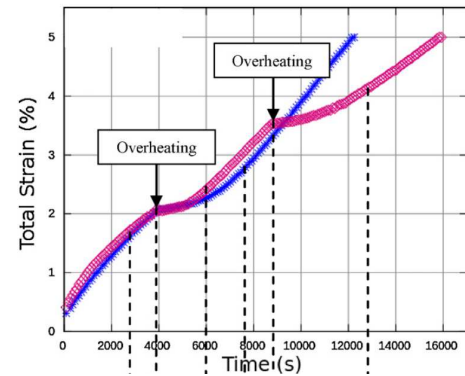


Figure I-45 : Evolution de la déformation totale pendant un essai de fatigue-fluage sur MC2 orienté [111] – avec une surchauffe unitaire (courbe bleue) et avec deux surchauffes unitaires (courbe rouge) [50]

Le Graverend détaille et explique ce paradoxe en se basant sur la cisssion résolue sur les systèmes de glissements octaédriques pour chaque orientation [50]. Le facteur de Schmid calculé le plus élevé pour l'orientation [001] est de 0.41 alors qu'il est de 0.27 pour l'orientation [111]. Alors la cisssion résolue correspondant à la contrainte 230 MPa est de 94 MPa pour l'orientation [001] et de 62 MPa pour l'orientation [111]. Comme la cisssion est différente d'une orientation à l'autre, les mécanismes de déformation ne sont probablement pas les mêmes. Le cisaillement de précipités γ' est le mécanisme de déformation prépondérant pour les fortes cisssions résolues quand le contournement d'Orowan est celui prépondérant pour les faibles cisssions.

En plus de la dissolution d'une fraction notable de la fine précipitation formée après une surchauffe survenue lors de cyclage mécanique, une autre évolution de microstructure peut être évoquée afin d'expliquer une diminution progressive du durcissement de la fine précipitation pendant un essai de fatigue-fluage sur une éprouvette d'orientation cristalline [111]. En effet, après une surchauffe dans ces conditions d'essai, les fins précipités grossissent. Cela mène à une réduction progressive de leur caractère durcissant résultant de l'interaction entre les dislocations et les fins précipités. Comme les mécanismes de microdéformation dépendent fortement de la taille et de la fraction volumique des précipités, Mohles [62] montre un seuil de taille de précipités γ' qui active une contrainte de cisssion résolue efficace où le mécanisme de contournement des précipités d'Orowan se transforme en cisaillement de la phase γ' (Figure I-46).

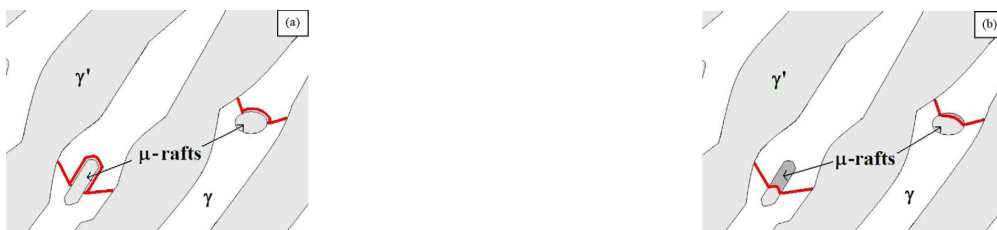


Figure I-46 : Illustration schématique des mécanismes de déformation pendant un essai de fatigue-fluage sur MC2 – (a) orienté [111] , dans une section de plan (111), (b) orienté [001] dans une section de plan (001) [50]

Synthèse I.1 :

Cette étude bibliographique porte sur les effets de l'anisotropie et de l'anisothermie sur le comportement en fluage de superalliages monocristallins à HT.

De manière générale, deux types de comportements en fluage se distinguent :

- ✓ à BT (750-900°C), la microstructure de précipitation évolue peu et les propriétés en fluage sont très sensibles à l'orientation cristalline,
- ✓ à HT ($T > 900^\circ\text{C}$), la diffusion des différents éléments d'alliage entraîne la mise en radeaux des précipités γ' mais les effets d'anisotropie sont moins prononcés.

La littérature révèle que l'impact de l'anisotropie cristalline à haute température est moins prononcé que pour les plus basses températures. Néanmoins, les DDV les plus longues sont observées pour l'orientation cristalline [111] parfaite. Quelle que soit l'orientation du cristal, la coalescence dirigée s'effectue parallèlement à des plans cristallins de type {001} et non nécessairement orthogonalement à l'axe de sollicitation.

De plus, l'orientation cristalline initiale peut être à l'origine d'une rotation du cristal au cours de la déformation. Cette rotation est généralement observée pour des orientations initialement éloignées des orientations [001] et [111]. La rotation contribue fortement à favoriser les longs fluages tertiaires et entraîne une accélération de la déformation. Cette augmentation est d'autant plus forte que la rotation est forte.

Enfin, les micropores de fonderie, localisés préférentiellement dans les espaces interdendritiques parallèles aux plans de type {001}, affectent le stade de fluage tertiaire et amène à des ruptures le long de ces plans.

Les effets de l'anisothermie ont été étudiés dans le passé sur trois principaux types de trajet de chargement de fluage anisotherme HT, mais uniquement pour l'orientation cristalline [001] :

- ✓ avec surchauffe unitaire ;
- ✓ en cyclage thermique avec surchauffes ;
- ✓ en cyclage thermique avec refroidissements.

Une incursion THT pendant un essai de fluage isotherme a un impact sur :

- ✓ la DDV : elle est augmentée si la surchauffe effectuée sur une microstructure intermédiaire cubes-radeaux alors qu'elle est réduite si la surchauffe est effectuée sur une microstructure coalescée ;
- ✓ le comportement : après une surchauffe, l'élargissement des couloirs de matrice provoque un nouveau fluage primaire et une vitesse de fluage augmentée ;
- ✓ la microstructure : des processus de dissolution de précipités secondaires et de précipitation des précipités tertiaires sont rencontrés lors et après les régimes de surchauffe à THT ($T > 1150^\circ\text{C}$), ainsi que des processus de restauration dynamique des réseaux de dislocations interfaciaux ;

Un cyclage thermique HT a un impact sur :

- ✓ la DDV : elle est réduite, quelles que soient les conditions de cyclage thermique et elle diminue avec l'augmentation de la fréquence de cyclage ;
- ✓ le comportement : à chaque surchauffe la déformation augmente brusquement, ce qui entraîne une augmentation drastique de la vitesse de fluage ;
- ✓ la microstructure : le cyclage altère la morphologie des radeaux puisqu'elle est en permanence hors équilibre et rend ainsi la mise en radeaux néfaste.

A partir de cette revue de littérature, il apparaît clairement que l'impact de l'orientation cristalline des superalliages monocristallins sur leurs propriétés en fluage à haute température ($T > 1000^\circ\text{C}$) a été très peu étudié et jamais abordés en régime anisotherme. Cette thèse se propose donc d'analyser l'impact de l'anisotropie en conditions de fluage anisotherme.

Par ailleurs, hormis les trajets de chargements avec cyclage thermique répété, aucune donnée expérimentale reproduisant des cycles moteurs (i.e. avec de fortes variations de températures) n'a pu être trouvée. On se propose donc également d'ajouter de nouvelles données sous trajets de chargements représentatifs.

I.2 TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Ce chapitre présente l'ensemble des moyens expérimentaux utilisés afin de réaliser tous les essais mécaniques et les caractérisations associées, dont les résultats sont détaillés en §I.3. En premier lieu, l'alliage (MC2) et la géométrie des éprouvettes utilisées pour cette campagne expérimentale sont présentés. S'en suit une description des moyens de caractérisation de microstructure avant de détailler les procédures employées pour la réalisation d'essais mécaniques (§I.2.4) dont les résultats sont repris en Partie II de ce mémoire pour la calibration du modèle POLYSTAR.

I.2.1 Matériau et géométries d'éprouvettes

I.2.1.1 Matériau et orientations cristallines

Le matériau de cette étude est le superalliage base nickel monocristallin MC2 de première génération. La composition chimique de l'alliage (et chacune de ses phases) est présentée dans le Tableau I-2. Les éléments mineurs tels que C, S, Mn, P, N ou O sont dans des proportions contrôlées.

Elément	Ni	Cr	Co	Mo	W	Al	Ti	Ta	C (ppm)
Composition nominale de l'alliage MC2	base	8	5	2	8	5	1,5	6	< 100
Composition de la matrice γ	55,4	25,9	9,1	2,75	4,1	2,9	0,3	0,3	
Composition des précipités γ'	70,9	1,8	3,5	0,6	3,1	14,8	3,1	2,2	

Tableau I-2 : Composition chimique de l'alliage MC2 (% massique) [63] et des phases γ et γ' (% atomique)

Afin de couvrir au mieux les orientations cristallines du triangle stéréographique, quatre orientations cristallines ont été choisies pour étudier l'impact de la désorientation cristalline sur le comportement en fluage. Il s'agit des orientations cristallines proches [001], [101], [102] et [111]. En pratique, l'étude de la dernière orientation s'est effectuée sur une orientation [563] pour des raisons de disponibilités matière. Ces orientations sont présentées de manière schématique ainsi que plus précisément dans le triangle stéréographique en Figure I-47.

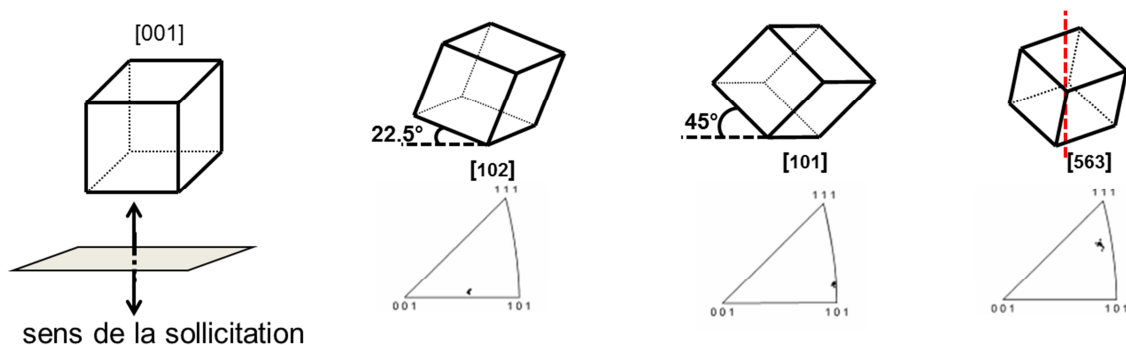


Figure I-47 : Orientations cristallines étudiées

I.2.1.2 Géométries des éprouvettes de fluage utilisées

Deux types d'éprouvettes ont été utilisés au cours de cette étude : des éprouvettes de fluage de type 3715 et des éprouvettes de fluage de type 3215 (références TURBOMECA). Il est à noter que tous les essais de fluage ont été effectués à force constante.

Les éprouvettes en MC2 monocristallin de type 3715 utilisées lors de cette étude ont une géométrie dite prismatique d'épaisseur 1,5 mm, de largeur 4 mm sur une longueur utile de 14 mm (voir Annexe 1). L'axe longitudinal des éprouvettes correspond à la direction cristalline, les bras secondaires des dendrites étant parallèles ou orthogonaux aux méplats de la partie utile pour les orientations [001], [101] et [102]. Pour l'orientation [563] les méplats des éprouvettes ont été usinés de manière aléatoire car il est impossible d'obtenir une normale aux méplats proche $\langle 100 \rangle$ avec une telle orientation cristalline. L'impact de l'anisotropie a été étudié exclusivement sur cette géométrie d'éprouvette. Ces éprouvettes ont été sollicitées mécaniquement avec un état de surface rectifié.

Cette géométrie présente le meilleur compromis entre la modélisation de l'effet paroi mince rencontré au niveau des pales HP des turbomoteurs de TURBOMECA et l'homogénéité de la température sur la partie utile de l'éprouvette lors des essais dans la veine d'essai du banc THALIE ou celle du banc MAATRE où circulent des gaz brûlés de kérosène sous forte vitesse (§I.2.2.2). En effet, en positionnant l'arête de l'éprouvette face au flux de gaz, la zone de recirculation en aval de l'éprouvette est limitée par rapport à une géométrie circulaire. Toutes ces éprouvettes sont par la suite modifiées (vue latérale de l'Annexe 1 et Figure I-48) par des alésages de diamètre 1 mm sur une profondeur de 1 mm dans le premier filet de la tête de l'éprouvette afin d'y placer les thermocouples de régulation et de contrôle lors des essais de fluage [3]. Notons que des drapeaux en MC2 ont été soudés sur la partie utile de ces éprouvettes afin de réaliser un suivi extensométrique lors des essais complexes du banc MAATRE [64].

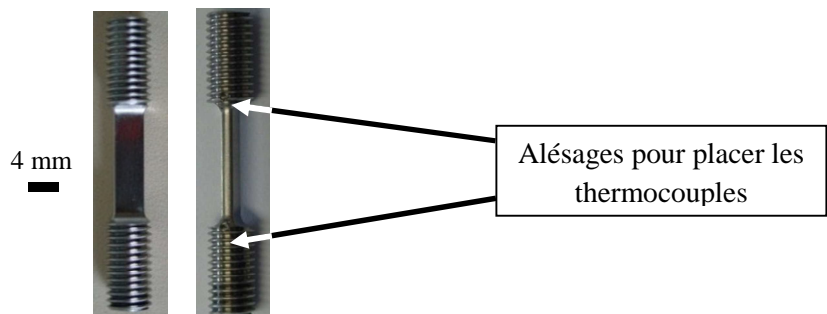


Figure I-48 : Géométrie des éprouvettes prismatiques de type 3715

Les éprouvettes de fluage à parois minces type 3215 ont été prélevées dans des barreaux cylindriques en MC2 solidifié suivant l'axe cristallographique [001]. Les éprouvettes ont une épaisseur de 1 mm, une largeur de 3 mm et une longueur utile de 25 mm (Figure I-49 et voir Annexe 2).

Cette géométrie constitue le meilleur compromis entre l'épaisseur de l'éprouvette représentative de la pale HP au niveau de la baignoire (Figure I-1-c) et la faisabilité de l'essai. En effet, les têtes de l'éprouvette sont larges et les rayons de raccordement fins dans le but de faciliter la métrologie associée (mesure de la déformation par nappe laser, §I.2.2). La partie utile des éprouvettes est usinée de telle sorte que sa longueur suive la direction [001] et sa largeur soit orientée suivant l'axe secondaire des dendrites. Les éprouvettes ne sont pas revêtues. Elles sont polies mécaniquement avant chaque essai jusqu'à un état miroir obtenu à la pâte diamantée (3 μ m).

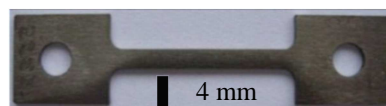


Figure I-49 : Géométrie des éprouvettes plates de type 3215

I.2.2 Moyens d'essais

I.2.2.1 Bancs de fluage avec four à lampes (FL)

Ces bancs de fluage ont été conçus afin d'effectuer des essais de fluage THT (jusqu'à 1350°C) qui requièrent des vitesses de montée et de descente en température élevées (4 à 6°C/s). Ils ont été largement utilisés pour les travaux de thèse de J. Cormier [3] et M. Arnoux [4]. Dans le cadre de ces travaux, ils ont été employés pour la réalisation d'essais de fluage isothermes à 1050°C ainsi que les préfluages et fluages résiduels des essais de type surchauffe unitaire sur le banc THALIE (§I.2.4.2). Ils ont aussi été utilisés pour la réalisation d'essais anisothermes continus de type essais complexes BT (§I.2.4.4). Les deux bancs sont dotés de systèmes d'acquisition qui permettent de mesurer, en temps réel, l'évolution de la déformation de l'éprouvette. De plus, les lignes d'amarrage sont montées sur rotules afin de pouvoir être libres de tourner et de ne pas engendrer des contraintes supplémentaires à l'éprouvette montée.

La procédure suivie pour la réalisation des essais est la suivante :

- i. Saut de l'ambiante à 700°C en moins de 20 secondes ;
- ii. Rampe de 700°C vers la température cible à une vitesse de 100°C/min ;
- iii. Mise en charge mécanique après stabilisation thermique réduite (quelques minutes en fonction de la température d'essai, de la nature de l'essai – isotherme ou anisotherme ...) ;
- iv. Maintien sous chargement mécanique en température jusqu'à rupture si spécifié.

Notons toutefois, que pour les essais conduits à des températures supérieures à 1050°C, le temps de stabilisation thermique a été considérablement réduit (5 minutes) afin d'éviter une trop grande évolution de la fraction de phase γ' avant la mise en charge mécanique (environ une heure pour atteindre l'équilibre thermodynamique).

a) Banc FL avec LVDT

Ce banc, présenté en Figure I-50, est constitué des éléments suivants :

- ✓ une ligne tripartite Inox NS30/WASPALLOY/mors en MC2 ;
- ✓ un suivi de la déformation par LVDT (Figure I-50-b) ;
- ✓ une acquisition numérique et papier par table traçante ;
- ✓ un four à lampes du constructeur Research Incorporated®.

Le chauffage avec ce four s'effectue par rayonnement au moyen de quatre lampes longues de 250 mm et d'une puissance unitaire de 2 kW. Cette longueur de lampes permet de chauffer une grande partie de la ligne limitant ainsi le gradient thermique. Les lampes sont placées au foyer de lobes elliptiques très réfléchissants permettant de faire converger les rayons émis vers le centre du four constituant le deuxième foyer des ellipses où sont positionnées les éprouvettes. Le refroidissement des parois du four est assuré par circulation d'eau.

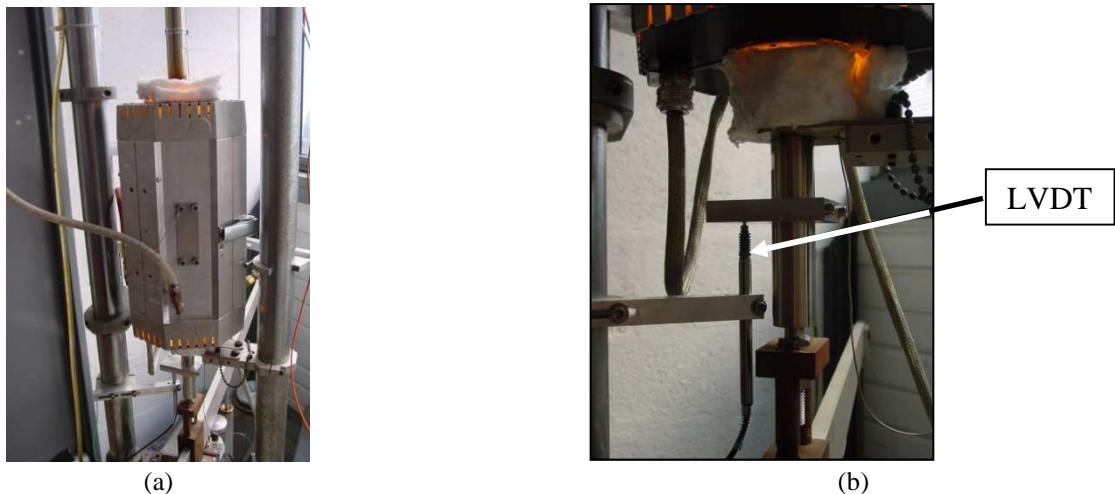


Figure I-50 : Banc de fluage avec four à lampes avec LVDT – (a) vue globale, (b) suivi de la déformation par LVDT

Une température d'essai maximale de 1350°C peut être atteinte sur ce banc de fluage. La régulation thermique est assurée au moyen d'un thermocouple S (Pt / 10% Rh) gainé en Inconel directement placé sur l'éprouvette dans un alésage usiné sur 1 mm en fond de premier filet dans la tête de l'éprouvette (Figure I-48). Un thermocouple S de contrôle est aussi placé au même endroit dans la tête opposée. Un tel positionnement des thermocouples permet donc une régulation non pas en surface de l'échantillon, mais à cœur. L'utilisation de cette technique évite de souder des thermocouples en surface des échantillons, soudures qui peuvent conduire à des modifications locales de microstructure. Un gradient de 4°C à 1050°C a été relevé sur la partie centrale de l'éprouvette (sur les 6 mm centraux), le gradient étant de 20°C entre le centre de la partie utile et la tête de l'éprouvette.

b) Banc FL avec nappe laser

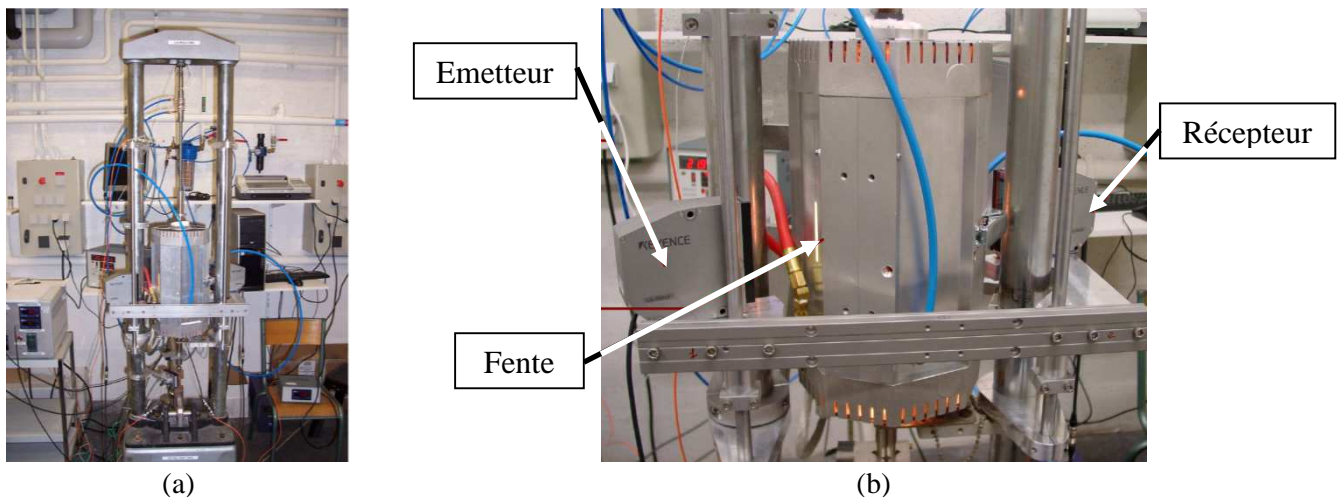


Figure I-51 : Banc de fluage avec four à lampes avec nappe laser – (a) vue globale, (b) nappe laser KEYENCE®

Ce banc, présenté en Figure I-51, a été utilisé pour les mêmes essais que ceux effectués avec le banc FL avec LVDT (§I.2.2.1-a). L'équipement en est d'ailleurs similaire à l'exception de la mesure de déformation qui s'effectue sans contact via une nappe laser. En effet, afin de déterminer l'allongement de l'éprouvette lors de l'essai de fluage, la machine a été équipée d'une nappe laser qui permet de mesurer l'évolution de la déformation de l'éprouvette. Cette évolution est suivie par déplacement de deux repères liés à l'éprouvette.

La précision en terme de déplacement est de 3-6 μm en régime isotherme, précision qui prend en compte la précision propre de la nappe laser, mais aussi, les fluctuations d'allongement liées aux fluctuations de la température de régulation ($\pm 2^\circ\text{C}$). De plus, une cellule de force refroidie est présente en tête de ligne et permet ainsi de détecter très précisément la mise en charge et de suivre l'évolution de la charge en cours d'essai.

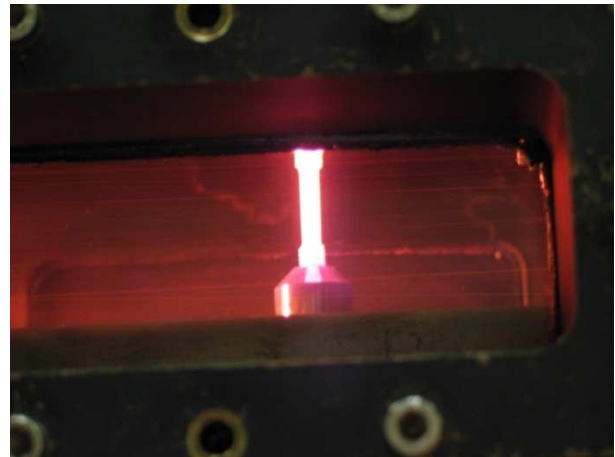
I.2.2.2 Banc de combustion : THALIE

Le choix du banc d'essai pour simuler les surchauffes OEI est dicté par des impératifs techniques liés aux cinétiques de montée et de descente en température entre 1050°C et 1200°C . En effet, lors d'un régime d'urgence de type OEI (voir Introduction Générale de ce mémoire de thèse), l'élévation de la température au niveau de la pale HP se fait en 5 secondes environ. Le four à résistance est d'emblée exclu car sa vitesse de montée en température est beaucoup trop lente (inférieure à 150°C/h au-delà de 1050°C). Le four à lampes (§I.2.2.1) présente une cinétique de montée en température plus intéressante (1 à 5°C/s au-delà de 1050°C), mais celle-ci reste encore trop faible.

Afin de reproduire au mieux les conditions rencontrées par une pale de turbine HP lors d'un OEI, un banc spécifique a été utilisé [3-4,96]. Le banc d'essai THALIE, présenté en Figure I-52-a, permet de simuler un régime de surchauffe sous chargement mécanique en autorisant un passage rapide de la température de fonctionnement normale (1050°C) à la température de surchauffe (1200°C) puis une redescente en température encore plus rapide.



(a)



(b)

Figure I-52 : Banc de combustion THALIE – (a) Vue d'ensemble du montage avec le bras de levier permettant de charger mécaniquement l'éprouvette (les tuyaux servent au refroidissement des parois de la veine), (b) Eprouvette durant un OEI

A l'origine, le banc THALIE (THERmique et AÉrodynamique de Liners Expérimentaux) est un moyen expérimental dédié à l'étude des écoulements gazeux autour de parois multi-perforées représentatives du tube à flamme des chambres de combustion des turbomachines. Il a été adapté à la problématique de la tenue mécanique des superalliages en régimes OEI lors de la thèse de J. Cormier [3].

Le banc THALIE est une véritable chambre de combustion qui permet de reproduire des conditions expérimentales proches de celles rencontrées dans les moteurs aéronautiques : il permet de générer un flux de gaz brûlés à très haute température (1200°C) représentatif d'un régime OEI, tout en assurant des vitesses de montée et de descente en température très rapides représentatives aussi des conditions rencontrées dans un turboréacteur. Celles-ci sont difficilement atteignables en utilisant des moyens d'essais conventionnels, même avec des modes de chauffage par induction. En effet, les vitesses de chauffe sont telles que la température passe de 1050°C à 1200°C en 3 à 5 secondes (30 à 50 °C/s). De plus, des vitesses de refroidissement (jusqu'à 60°C/s) peuvent être obtenues dans le flux de gaz à la fin des surchauffes ainsi que lors de l'arrêt de la combustion ; le matériau subit alors une hypertexte [55]. Par ailleurs, le mode de chauffage est similaire à celui rencontré sur aubes en service, à savoir, de la convection forcée turbulente. Les variations de température durant un tir OEI sont présentées pour le flux de gaz et pour l'éprouvette en Figure I-53.

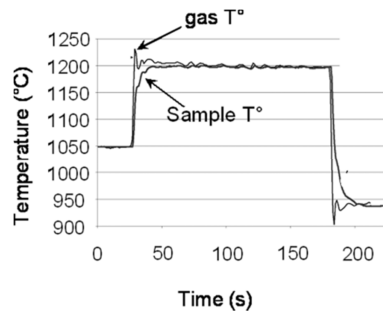


Figure I-53 : Evolution de température pendant un tir OEI effectué sur le banc THALIE [55]

Tout comme dans les bancs d'essai de fluage sur four à résistance et sur four à lampes, les éprouvettes sont sollicitées à la fois thermiquement et mécaniquement grâce à un bras de levier qui permet d'appliquer le chargement mécanique. Le schéma de principe du banc THALIE est présenté en Figure I-54.

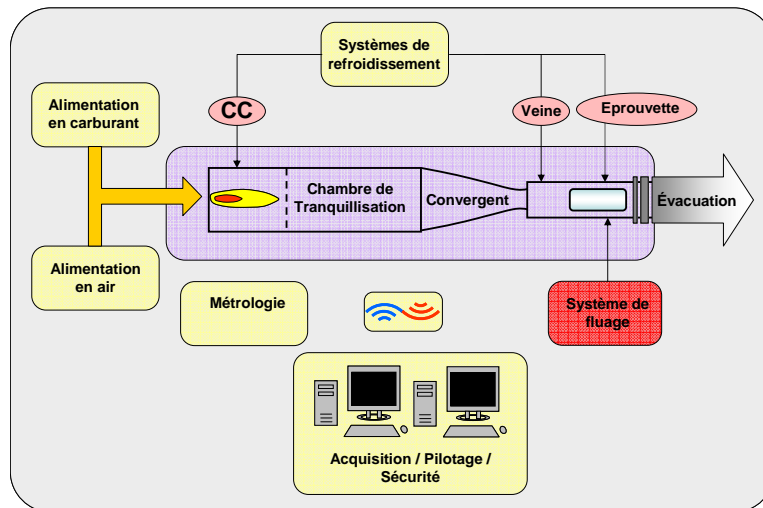


Figure I-54 : Schéma de principe du banc THALIE

Le chargement thermomécanique subi par l'éprouvette sur le banc THALIE, présenté en Figure I-55, s'effectue de la manière suivante :

- i. Allumage de la veine à 750°C et montée en quelques secondes (< 30s) à 1050°C (1) ;
- ii. Stabilisation de 1 à 2 minutes à 1050°C avant la mise en charge mécanique (2) ;
- iii. Montée à 1200°C en 3 à 4 secondes ;
- iv. Maintien à 1200°C sous charge pendant t_{OEI} (3) ;

- v. Redescente en 3 à 4 secondes à 950°C sous charge, puis palier de 1 minute (4) ;
- vi. Redescente à 750°C, puis palier de 1 minute (5) ;
- vii. Arrêt de la combustion et redescente de 750°C à 80°C à 60°C/s puis de 80°C à l'ambiante en 10 minutes environ.

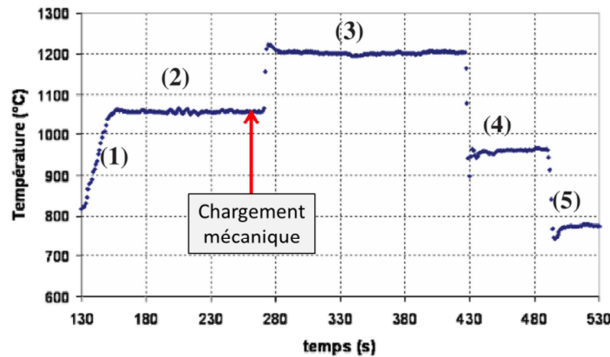


Figure I-55 : Suivi de la température de l'éprouvette lors d'un essai de surchauffe sur le banc THALIE

La déformation plastique qu'a subi une éprouvette lors d'un OEI est évaluée par un calcul de déformation classique après avoir comparé la longueur de l'éprouvette en sortie d'essai dans le banc THALIE avec sa longueur avant l'essai de surchauffe. Notons l'absence de mesure de déformation *in-situ* lors des essais sur THALIE.

I.2.2.3 Banc de fluage anisotherme : MAATRE

Un nouveau moyen d'essai unique en Europe vient de rentrer en conditions opérationnelles au sein de l'INSTITUT Pprime : le banc MAATRE (Mécanique et Aérothermique d'Aube de Turbines Refroidies). La présentation de ce banc est peu détaillée, au regard des autres bancs, puisqu'il n'a été utilisé qu'en tout fin de thèse pour deux essais, dont un seul est détaillé dans ce manuscrit.

Le banc MAATRE permet de solliciter mécaniquement les matériaux dans un écoulement gazeux en reproduisant des chargements thermomécaniques complexes proches des conditions rencontrées dans les parties chaudes des turbomachines aéronautiques. Il permet de reproduire des conditions extrêmes de températures ($T > 1650$ °C) et de cinétiques thermiques (vitesses jusqu'à 300 °C/s) en y associant une métrologie dédiée. Ce banc est un moyen d'essai intermédiaire entre les essais classiques de laboratoire et les essais moteurs réalisés en milieu industriel. A la différence du banc THALIE, les échantillons peuvent être sollicités en continu dans le banc.

Un schéma de principe du banc MAATRE est présenté sur la Figure I-56-a ainsi qu'une vue de celui-ci sans dispositif de sollicitation mécanique des échantillons en Figure I-56-b.

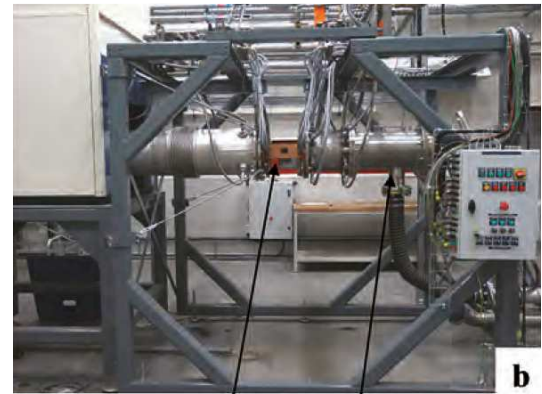
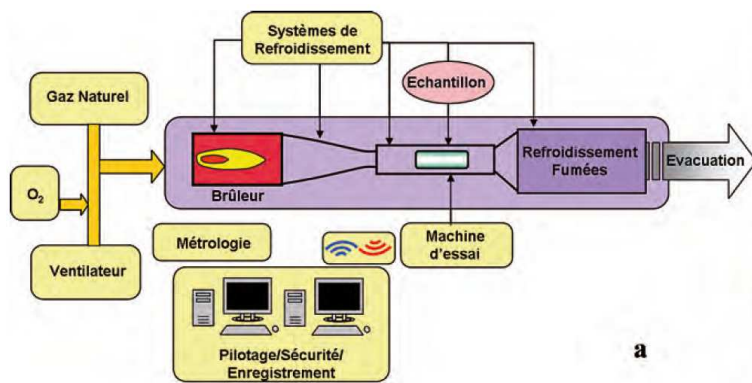


Figure I-56 : Schéma de principe du banc MAATRE (a) et vue du banc d'essai (b) [64]

L'avantage du banc MAATRE est de permettre des montées en température très rapides lors de la phase de chauffage préalable au lancement de l'essai, limitant ainsi les changements de microstructure qui peuvent intervenir. En effet, ce banc permet de réaliser des vitesses de chauffage/refroidissement contrôlées dans une gamme de températures allant de 500 à 1600 °C, vitesses pouvant être supérieures à 300 °C/s jusqu'à 1200°C.

La température est directement pilotée sur l'éprouvette via un thermocouple S soudé en surface alors que l'allongement de l'éprouvette est mesuré par extensométrie sans contact via un micromètre laser qui suit le déplacement de deux drapeaux soudés sur la partie utile de l'éprouvette (Figure I-57).

Dans de telles conditions de sollicitation mécanique *in situ* sous écoulement gazeux turbulent à chaud, un pilotage de la température avec une précision $\pm 5^\circ\text{C}$ est réalisable sur le banc MAATRE, conduisant à une précision de mesure de l'allongement de $\pm 3\ \mu\text{m}$.

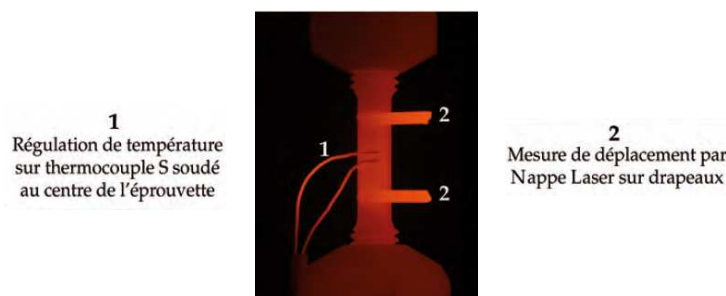


Figure I-57 : Instrumentation des échantillons lors d'essais de fluage très haute température pour piloter la température et pour suivre l'allongement sans contact sur la longueur utile [64]

I.2.2.4 Banc de fluage anisotherme : BAFA

TURBOMECA a acquis récemment une machine de fluage permettant de mesurer d'une part, les déformations sur éprouvette avec une précision de l'ordre du micromètre, et d'autre part, la force appliquée sur l'éprouvette pendant l'essai [59]. Cette machine est capable de réaliser des essais de fluage cyclés en température et/ou en contrainte avec enregistrement, en temps réel, des informations relatives à la déformation, la température et la contrainte vues par l'éprouvette.

Ce dispositif réunit les périphériques suivants :

- ✓ une machine électromécanique munie d'une cellule de force de classe 0.5 permettant de réguler la force ;
- ✓ un four à lampes tri-zones permettant :
 - des hétérogénéités thermiques inférieures à 3°C à 1000°C ;
 - des niveaux de température allant jusqu'à 1270°C ;
 - des vitesses de chauffage de 44°C/s jusqu'à 1000°C puis de 5°C/s au-delà ;
 - des vitesses de refroidissement de 20°C/s entre 1200 et 900°C, de 4°C/s jusqu'à 600°C puis 1°C/s au-delà ;
- ✓ un micromètre optique à balayage laser permettant d'acquérir avec une précision de l'ordre du micromètre les longueurs des éprouvettes.

Sur une machine de fluage présentant de telles caractéristiques, il est possible de reproduire sur éprouvette, avec une très grande précision, les conditions thermomécaniques d'un cycle de fonctionnement moteur. Ce banc a été conçu et utilisé lors des travaux de thèse de C. Siret [59] et R. Goti [65].

Une vue d'ensemble du banc d'essai thermomécanique et des éléments qui le constituent est présentée en Figure I-58.



Figure I-58 : Vue d'ensemble du BAFA en fonctionnement et de ces constituants

La machine choisie est une machine d'essai universelle d'une capacité maximale de 20 kN. Elle comporte un bâti de charge à deux colonnes. La charge est appliquée par l'intermédiaire du déplacement d'une traverse entraînée par un moteur brushless. Le chauffage est assuré par un four à lampes à huit lobes alimenté par un transformateur 380 V monophasé / 220 V monophasé de 16 KVA. Le four est refroidi par une circulation d'eau en circuit ouvert.

La régulation thermique est assurée par trois thermocouples de type S (Pt / Pt-Rh 10%) de classe 1. Sur éprouvette plate – parois mince type 3215 – les trois thermocouples de régulation sont soudés sur deux demi-éprouvettes affinées par polissage et plaquées sur l'éprouvette d'essai [59]. Chacun des thermocouples pilote une des trois boucles du régulateur. L'objectif d'une telle régulation trois zones est de minimiser l'hétérogénéité thermique sur toute la partie utile de l'éprouvette.

La régulation mécanique est assurée par un capteur de force composé d'un système mécanique de mesure de la déformation avec jauges de contraintes collées. Le capteur de force permet de déterminer une mesure statique et dynamique des forces de traction et de compression.

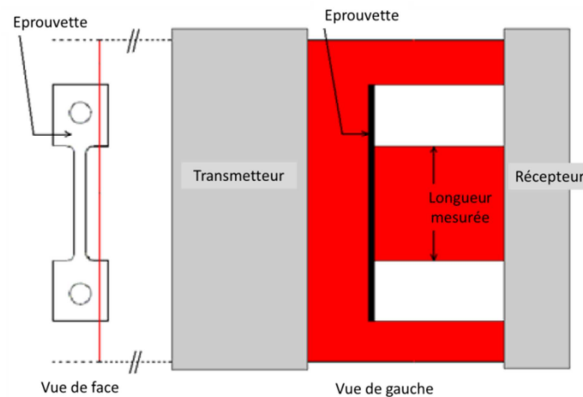


Figure I-59 : Principe de mesure d'allongement de l'éprouvette avec la nappe laser sur le banc BAFA

Enfin, la mesure de l'allongement de l'éprouvette s'effectue à l'aide de micromètres, de marque Keyence. Le faisceau laser projeté est divisé en rayons parallèles qui sont projetés sur la cible. La synchronisation des ombres produites est ensuite détectée et convertie en un signal électronique transmis au microprocesseur qui effectue un calcul de dimensions. La mesure d'allongement est effectuée directement entre les têtes de l'éprouvette (Figure I-59).

I.2.3 Caractérisations

I.2.3.1 Loupe binoculaire

Une loupe binoculaire LEICA modèle MZ95 grossissante jusqu'à $\times 60$ a été utilisée pour l'examen des faciès de rupture finaux de toutes les éprouvettes rompues. Cette loupe binoculaire équipée d'une caméra LEICA DFC 29D est couplée avec le logiciel de prise de vue et d'analyse d'image LEICA IM50. Plusieurs clichés des éprouvettes rompues ont été pris avec deux grossissements (exemples en Figure I-60-a et Figure I-60-b) et deux positions (exemples en Figure I-60-a et en Figure I-60-c) différents afin de caractériser au mieux les différents faciès de rupture observés pour chaque orientation cristalline étudiée. La Figure I-60 présente un exemple de clichés effectués.

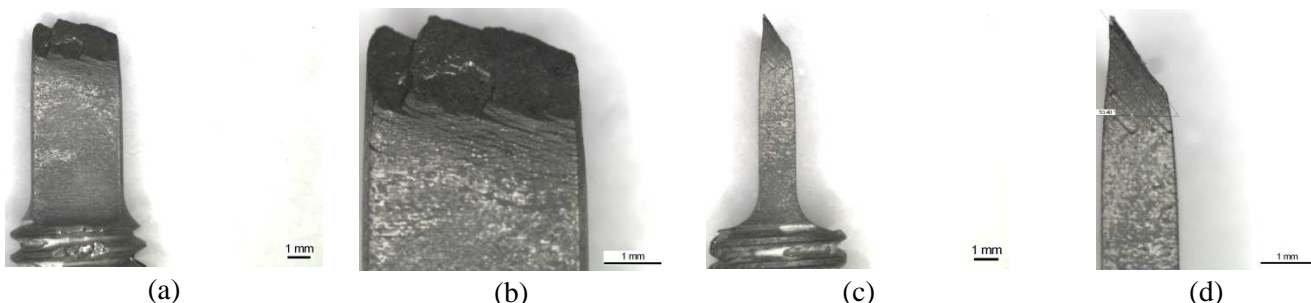


Figure I-60 : Exemples de clichés à la binoculaire pour deux grossissements (a-c et b-d) et deux positions (a-b et c-d) d'une éprouvette rompue – essai anisotherme avec tir OEI 30sec sans préfluage sur orientation [101]

I.2.3.2 MEB

Trois types d'observations ont été réalisés par microscopie électronique à balayage : des observations des faciès de rupture, des observations suivant des coupes longitudinales parallèles à l'axe de sollicitation mécanique des éprouvettes de fluage (réalisées avec une scie de précision BUEHLER) et des observations des surfaces d'éprouvettes en cours d'essai de fluage multi-interrompu après polissage.

a) Préparation des échantillons

Aucune préparation spécifique n'a été effectuée pour l'observation des faciès de rupture. Dans les deux derniers types d'observations, les échantillons ont dans un premier temps été polis mécaniquement avec des papiers en carbure de silicium (SiC) jusqu'au grade 4000 puis avec spray diamanté 3 μ m et 1 μ m afin d'obtenir une finition miroir. Le polissage mécanique a été effectué à l'aide de polisseuses manuelles pour les échantillons découpés alors qu'une polisseuse automatique de conception ENSMA a été utilisée pour polir la surface des éprouvettes en interruption d'essai.

En effet, cette polisseuse automatique trois axes permet de préparer la surface de l'éprouvette de manière plus homogène et contrôlée qu'un polissage manuel.

La procédure de polissage des éprouvettes d'essais de fluage multi-interrompus a été établie afin de ne pas extraire trop de matière de l'éprouvette, en enlevant uniquement la couche de déplétion en phase γ' , ainsi que la couche superficielle avec un gradient de taux de phase γ' . Lors de multi-interruptions d'un essai de fluage réalisé sur une même éprouvette, chacun des méplats des éprouvettes type 3715 était poli alternativement à chaque interruption de l'essai dans le but de conserver au maximum la symétrie de l'éprouvette.

Dans le but de révéler la microstructure γ/γ' , une attaque dite négative à l'eau régale (33% HNO₃ + 67% HCl) a été utilisée ; c'est une solution qui dissout les précipités. Un temps d'attaque de quinze secondes a été réalisé, permettant ainsi l'observation des précipités sur un même plan de coupe. Il est important d'avoir une attaque qui permet de réaliser des images contrastées pour l'analyse d'image utilisée ultérieurement.

b) Observation et quantification

Deux types de microscopes électroniques à balayage ont été utilisés pour ces observations : un microscope conventionnel à filament de tungstène (JEOL JSM 6400) et un microscope équipé d'un canon à émission de champ (MEB-FEG JEOL JSM 7000F). Les observations ont toutes été réalisées en mode électrons secondaires. Une tension accélératrice de 20 à 25 kV et un courant de sonde de l'ordre de 10⁻⁹ à 10⁻¹⁰ μ A ont été utilisés sous MEB conventionnel tandis qu'une tension de 25 kV et un courant d'émission de l'ordre de 100 μ A ont été utilisés sous MEB-FEG.

La quantification de la dissolution des précipités γ' est réalisée par analyse des images obtenues au MEB. Il existe deux types de microstructures sur les superalliages biphasés γ/γ' , en cubes (Figure I-61) et en radeaux (Figure I-62). Il existe donc deux formules de passage de la valeur de taux surfacique de γ' mesurée au taux de γ' volumique du matériau :

- ✓ dans le cas d'une microstructure en cubes : $f_{s\gamma'}^{3/2} = f_{v\gamma'}$;
- ✓ dans le cas d'une microstructure en radeaux : $f_{s\gamma'} = f_{v\gamma'}$.

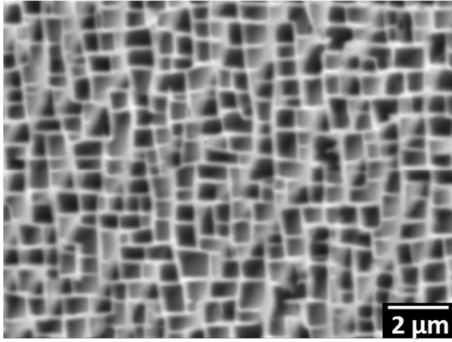


Figure I-61 : Exemple de microstructure cuboïdale

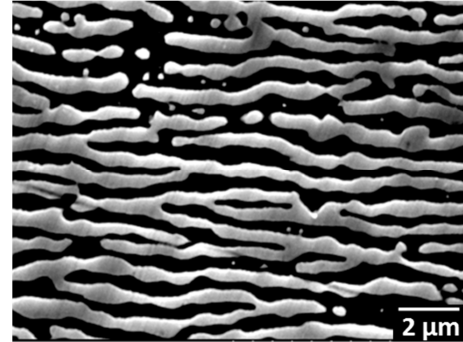


Figure I-62 : Exemple de microstructure coalescée

Lors de la découpe des éprouvettes, il est possible d'intercepter des plans parallèles aux couloirs de matrice γ (Figure I-63-a), ce qui se traduit par des zones dites de « voiles » (flèches blanches Figure I-63-b) qui ne doivent pas être prises en compte dans la quantification.

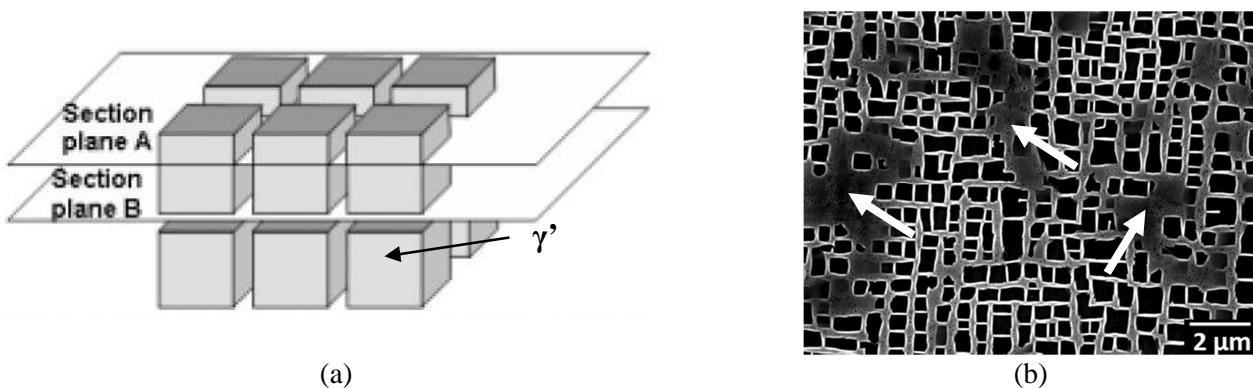


Figure I-63 : Zones de voiles – a) : nature du voile, b) : zones voilées (flèches blanches)

Les observations des échantillons ont toutes été réalisées à un fort grossissement (de l'ordre de x5000 à x10000). Les fractions surfaciques en γ' , assimilées dans ce dernier cas aux fractions volumiques (hypothèse des radeaux de longueur très grande devant leur épaisseur), ont été déterminées à l'aide de logiciels d'analyse d'images tels qu'Aphelion ou VISILOG®.

La séquence d'opérations suivante a été menée sur chacune des images observées [47] :

- i. Lissage des contours ;
- ii. Accentuation des contrastes pour mieux distinguer les précipités et la matrice ;
- iii. Seuillage semi-manuel d'intensité lumineuse et binarisation de l'image ;
- iv. Érosion et reconstruction de l'image afin d'éliminer les petits précipités des couloirs de matrice, précipités apparaissant dans les couloirs de matrice sursaturée en éléments γ' -gènes [5] lors du refroidissement de l'échantillon. Ces précipités ultrafins ne sont pas représentatifs de l'état microstructural lors de l'exposition à très haute température et doivent donc être éliminés des images ;
- v. Calcul du nombre de pixels occupés par les précipités γ' et détermination de la fraction surfacique $f_{S\gamma'}$.

Dans le but d'obtenir une meilleure statistique, une dizaine d'images sont prises dans le tiers central des éprouvettes et sont analysées pour chacune des conditions de sollicitation. Les valeurs de fractions surfaciques données sont donc une moyenne de ces observations, l'incertitude donnée étant l'écart entre cette moyenne et la valeur extrême mesurée.

I.2.3.3 EBSD

La technique EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) permet d'obtenir l'orientation cristallographique exacte en différents points de la surface de l'échantillon étudié.

Le balayage par le faisceau d'électrons du MEB suivant un maillage prédéfini permet la construction de cartographies d'orientation. A chaque point de mesure correspond une orientation cristallographique qui est codée par une couleur spécifique. L'échelle de couleur est définie sur la figure de pôles inverse (ou IPF – Inverse Pole Figure) présentée en Figure I-64, pour une structure cubique face centrée (CFC). Un point de couleur sur une cartographie indique donc l'orientation cristallographique dans une direction géométrique donnée.

La technique EBSD est un outil particulièrement bien adapté à la détermination de l'orientation cristalline de grain. Associée au microscope électronique à balayage (MEB) et basée sur la reconnaissance des lignes de Kikuchi [66], elle permet d'acquérir des cartographies d'orientation cristalline étendues (jusqu'à quelques mm²).

Cette technique est dotée d'une très bonne résolution spatiale (jusqu'à 10-20 nm en utilisant un MEB-FEG) et permet d'obtenir une précision de l'ordre du degré dans des conditions optimales d'utilisation. Chaque paire de lignes de Kikuchi correspond à une famille de plans du cristal et l'intersection entre deux lignes correspond à une direction cristallographique. A l'aide de plusieurs lignes, il est donc possible de déterminer complètement l'orientation cristallographique.

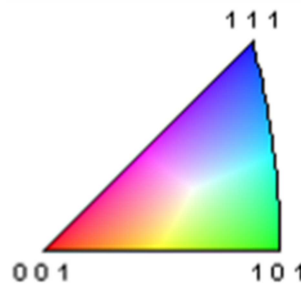


Figure I-64 : Figure des pôles inverses définit par une échelle des couleurs

Cette technique a été utilisée d'une part pour obtenir l'orientation cristalline exacte des barreaux dans lesquels ont été prélevées les éprouvettes et d'autre part, afin de caractériser la rotation cristalline des échantillons au cours du fluage. Un système d'acquisition OIM-TSL installé sur un MEB conventionnel JEOL 6100 a été utilisé au cours de l'étude.

I.2.3.4 Tomographie

Une caractérisation par tomographie a été effectuée afin d'extraire une caractérisation tridimensionnelle des évolutions de microstructure et des modes d'endommagement résultant d'essais de fluage isothermes et anisothermes. Deux types de tomographie ont été utilisées à cet effet : tomographie à rayon X et tomographie FIB (Focused ion beam : sonde ionique focalisée). Ces expériences ont été réalisées au KAUST (King Abdullah University for Science and Technology) de Jeddah (Arabie Saoudite) au laboratoire COHMAS.

a) Tomographie à rayons X

La tomographie à rayons X repose sur l'analyse multidirectionnelle de l'interaction d'un faisceau de rayons X avec la matière par enregistrement par des détecteurs du rayonnement transmis après la traversée d'un objet [67]. Cette technique non destructive consiste ainsi à enregistrer l'atténuation de

l'intensité d'un faisceau de rayons X (idéalement monochromatique) en fonction de l'angle de rotation de l'échantillon pour générer des images 2D. A l'aide de ces données une image numérique est calculée et reconstruite mathématiquement en niveaux de gris dont chacun traduit point par point le coefficient d'atténuation local du faisceau incident. Celui-ci après calibration et étalonnage peut être traduit en échelle de densité. La série d'images collectées à différentes profondeurs est concaténée dans un volume 3D pour obtenir une reconstruction morphologique en 3D. Les éprouvettes rompues ont été examinées par tomographie axiale (CT) à rayons X avec un équipement Metrix utilisé sous une tension accélératrice de 225 KV permettant ainsi une résolution de pixels volumétriques (voxels) de 5 μm .

b) Tomographie FIB

Afin d'effectuer des reconstructions 3D de la microstructure la tomographie FIB a été utilisée. Elle consiste à effectuer une série d'images 2D en ablatant l'échantillon entre chaque image pour retirer un peu de matière. La superposition des images permet ensuite de reconstruire le volume en 3D.

Dans le cas particulier de l'instrument (FIB-SEM Helios 400 FEI SEM) qui associe une colonne ionique à une colonne électronique de MEB, l'ablation de la matière est ionique. De plus, la résolution spatiale sur les images électroniques (dans le plan et en profondeur) est élevée (0.8 nm). La reconstruction 3D des microstructures a été effectuée avec le logiciel AMIRA, à partir d'images prises avec un pas d'ablation de 1 μm .

I.2.3.5 MET

Des observations en microscopie électronique en transmission ont été effectuées sur des échantillons d'orientation cristalline [563] après un essai de fluage anisotherme de 7h à 1050°C et 140 MPa et une surchauffe de 150s à 1200°C et 145 MPa. La déformation plastique à l'issue de cet essai est de 0.35%. L'objectif de cette caractérisation réalisée à TU Berlin est d'identifier les modes de déformation actifs en fluage anisotherme à haute et très haute température pour cette orientation proche [111]. Les lames ont été prélevées parallèlement à l'axe de sollicitation mécanique puis amincies mécaniquement jusqu'à environ 80-100 μm avant polissage électrochimique final. Ces observations ont été réalisées en champ clair et en champ sombre avec un MET PHILIPS CM30 sous une tension de 200 kV.

I.2.4 Essais réalisés

Plusieurs types d'essais de fluage ont été menés : des essais isothermes et des essais anisothermes.

Les essais isothermes effectués sont :

- ✓ des essais sur des éprouvettes d'orientation cristalline [001] à 750°C, 850°C et 1250°C. Ces essais ont permis de générer une base de données d'essais qui a permis d'alimenter le modèle POLYSTAR présenté en Partie II ;
- ✓ des essais sur des éprouvettes désorientées à 1050°C.

Les essais anisothermes effectués sont :

- ✓ des essais de type surchauffe unitaire destinés à simuler les conditions rencontrées lors de régimes d'urgence sur turbomoteur d'hélicoptère (régimes OEI). Les surchauffes ont été introduites en diverses positions de la durée de vie de l'alliage à 1050°C et 140 MPa ;
- ✓ des essais multi-interrompus (sur éprouvettes désorientées) destinés à mieux comprendre les mécanismes de rupture et les phénomènes de mise en radeaux associés ;
- ✓ des essais complexes BT destinés à mettre en évidence les effets d'histoire dans les conditions thermomécaniques du bas du profil aérodynamique d'une pale de turbine HP ;

- ✓ des essais thermomécaniques complexes destinés à simuler les conditions d'essais de certification et de développement des moteurs d'hélicoptères :
 - des essais AMT sur le banc BAFA ;
 - un essai 150H sur le banc MAATRE.

I.2.4.2 Essais de type surchauffe unitaire

La procédure de réalisation des essais de type surchauffe unitaire (OEI) est complexe mais très reproductible. Un essai se décompose en trois parties (Figure I-65) :

- i. « préfluage » → fluage isotherme à 1050°C sous 140 MPa pour une durée $t_{\text{pré}}$ dans un banc de fluage avec un four à lampes,
- ii. « tir OEI » → régime de surchauffe destiné à simuler l'incident moteur de l'aéronef à 1200°C sous 145 MPa pour une durée t_{OEI} sur le banc d'essai THALIE,
- iii. « fluage résiduel » → fluage isotherme jusqu'à rupture à 1050°C sous 140 MPa pour une durée t_{res} dans un banc de fluage avec un four à lampes.

Les périodes de préfluage et de surchauffe sont suivies d'un refroidissement complet des échantillons jusqu'à température ambiante.

Si le banc d'essai THALIE permet de simuler un régime de surchauffe OEI, la totalité de l'essai de type surchauffe unitaire (préfluage + tir OEI + fluage résiduel) ne peut pas être réalisé dans ce moyen d'essai qui n'est pas adapté pour un fonctionnement à très haute température sur des temps longs (échauffement des parois de la chambre de combustion, forte consommation de kérosène). L'ensemble éprouvette-mandrins est donc démonté après l'OEI et doit être réinstallé dans un banc d'essai conventionnel de type four à lampes pour la phase de fluage résiduel.

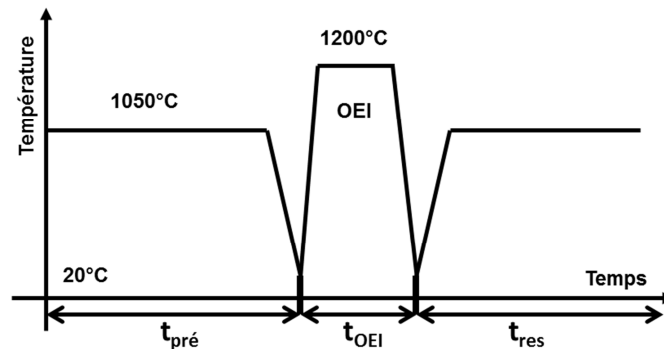


Figure I-65 : Procédure d'essai de type surchauffe unitaire

I.2.4.3 Essais multi-interrompus

L'objectif d'un essai multi-interrompu est de caractériser l'évolution de la microstructure de précipitation au cours d'un essai de fluage, ainsi que les modes d'endommagement. La caractérisation de comportement et de la DDV n'est pas recherchée ici. La procédure de réalisation des essais multi-interrompus est complexe puisque des montées et descentes en température les plus rapides possibles sont effectuées afin d'éviter une trop forte évolution de microstructure lors des transitoires thermiques de refroidissement/remise en chauffe. De plus, les instants d'interruption varient selon l'orientation cristalline afin d'obtenir des morphologies de microstructure différentes.

Un cycle d'interruption se décompose en trois parties :

- i. Arrêt de l'essai → l'alimentation électrique des lampes du four est coupée et l'éprouvette refroidie jusqu'à température ambiante ;
- ii. Préparation → l'éprouvette est préparée tel que le détaille la procédure de préparation en §I.2.3.2-a) avec un polissage minimum pour s'affranchir de la couche de déplétion et donc diminuer au minimum l'épaisseur de l'éprouvette ;
- iii. Observation → l'éprouvette est observée au MEB comme le détaille le §I.2.3.2-b) ;
- iv. Reprise de l'essai → l'éprouvette est remise dans le four dans la même position que dans le cycle précédent puis l'essai est lancé en réajustant la charge appliquée à partir de la nouvelle mesure de la section portante des échantillons après polissage.

Si un tir OEI est ajouté à l'essai multi-interrompu, la procédure est la même que celle présentée dans le paragraphe précédent (§I.2.4.2).

I.2.4.4 Essais complexes

Des essais thermomécaniques complexes ont été réalisés sur des échantillons d'orientation cristalline [001] afin de générer une base de données d'essais qui a permis de calibrer le modèle POLYSTAR (présenté en Partie II) sur la base d'essais proches des conditions de certification des turbomoteurs.

Les puissances des fours utilisés pour réaliser les essais complexes étant gérées par des programmeurs/régulateurs, la procédure d'essai est celle d'un essai isotherme pour lequel la programmation est effectuée de sorte à obtenir des paliers en température et/ou en contrainte.

a) Essai BT

Les travaux de thèse de J. Cormier [3] et de M. Arnoux [4] ont mis en évidence l'apparition d'effets d'histoire pour des conditions thermomécaniques représentatives des conditions de fonctionnement du haut du profil d'une pale de turbine HP, à savoir HT et contraintes faibles (σF). Dans le cadre de cette thèse, un essai complexe BT a été réalisé afin d'observer le comportement du matériau dans des conditions représentatives de celles pouvant être rencontrées en pied de profil aérodynamique d'une pale de turbine HP, à savoir BT et σE . L'objectif de l'essai est de mesurer et de quantifier l'impact de surchauffes sur microstructure de morphologie cuboïdale.

L'essai complexe BT est représenté schématiquement en Figure I-66 et se constitue de :

- ✓ vingt-quatre heures de fluage isotherme à 850°C et σE nommé « préfluage BT » ;
- ✓ onze cycles BT dont les conditions sont, à contrainte constante σE :
 - une heure à 850°C ;
 - une minute à 1000°C ;
 - une heure à 850°C ;
 - une minute à 1050°C ;
- ✓ une surchauffe terminale d'une minute à 1100°C.

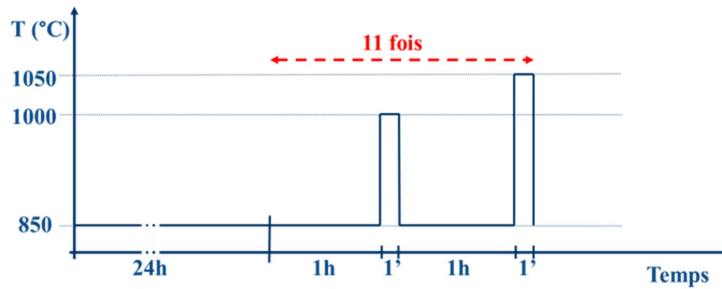


Figure I-66 : Schématisation d'un cycle BT

b) Essais thermomécaniques BAFA

L'objectif d'un essai sur le banc BAFA est de reproduire les conditions thermomécaniques d'un essai de dimensionnement et de certification de moteurs d'hélicoptères. Deux essais de type AMT ont été réalisés sur le banc BAFA dans les mêmes conditions avec des caractéristiques similaires.

Le premier essai AMT nommé AMT1 se décompose en trois parties :

- ✓ trente heures de fluage isotherme HT et σF nommé « préfluage AMT » ;
- ✓ un cycle AMT présenté en Figure I-67 dont les conditions sont fournies par le Tableau I-3 ;
- ✓ soixante heures de fluage isotherme HT et σM nommé « fluage résiduel AMT ».

Le deuxième essai AMT nommé AMT2 se décompose en cinq parties :

- ✓ trente heures de fluage isotherme HT et σF nommé « préfluage AMT » ;
- ✓ un cycle AMT présenté en Figure I-67 dont les conditions sont fournies par le Tableau I-3 ;
- ✓ trente heures de fluage isotherme HT et σF nommé « préfluage 2 AMT » ;
- ✓ un cycle AMT présenté en Figure I-67 dont les conditions sont fournies par le Tableau I-3 ;
- ✓ fluage isotherme HT et σM nommé « fluage résiduel AMT » mené jusqu'à rupture.

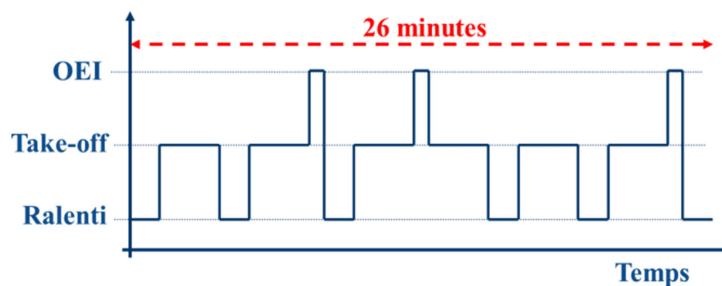


Figure I-67 : Schématisation d'un cycle AMT

Nom du régime	Température (°C)	Contrainte (MPa)	Durée (minutes)
Ralenti	BT	0	1
Take off	HT	σF	3
OEI 30s	THT	σF	30 secondes

Tableau I-3 : Détail des conditions du cycle AMT

c) Essai thermomécanique MAATRE

L'objectif d'un essai sur le banc MAATRE est de reproduire les conditions thermomécaniques d'un essai de dimensionnement et de certification de moteurs d'hélicoptères. Ce type d'essai est imposé aux motoristes par les autorités de certification (EASA, FAA) [64].

Un essai de type 150H présenté de manière schématisique en Figure I-68 a été réalisé à charge mécanique constante et se décompose en trois parties :

- ✓ Stade 1 comportant un mixage de régimes divers dont les conditions sont fournies en Tableau I-4 est répété quinze fois ;
- ✓ Stade 2 comportant également un mixage de régimes divers dont les conditions sont fournies en Tableau I-4 est répété dix fois ;
- ✓ Stade 3 comportant mixage de régimes de type OEI dont les conditions sont fournies en Tableau I-5 est répété une fois.

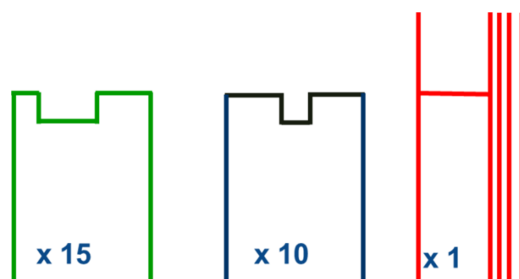


Figure I-68 : Schématisation d'un essai 150H

Nom du régime	Température (°C)	Contrainte (MPa)	Durée (minutes)
Take off	HT	σ_M	30
Maximum continu	HT	σ_M	60 (S1)/30 (S2)
OEI Continu	HT	σ_M	60
« Arrêt »	< 800	σ_M	10

Tableau I-4: Détails des conditions du Stade 1 et du Stade 2 de l'essai 150H

Nom du régime	Température (°C)	Contrainte (MPa)	Durée (minutes)
Idle	< 800	σ_M	5
Take-Off	HT	σ_M	3
30-sec OEI	THT	σ_M	0.5
2-minute OEI	THT	σ_M	2
Continuous OEI	HT	σ_M	65
50% Take-off	980	σ_M	1
30-sec OEI	THT	σ_M	0.5
2-minute OEI	THT	σ_M	2
Puis trois fois			
Idle	< 800	σ_M	1
Continuous OEI	HT	σ_M	3
30-sec OEI	THT	σ_M	0.5
2-minute OEI	THT	σ_M	2
Continuous OEI	HT	σ_M	5
50% Take-off	BT	σ_M	1
30-sec OEI	THT	σ_M	0.5
2-minute OEI	THT	σ_M	2
Idle	< 800	σ_M	1

Tableau I-5: Détails des conditions du Stade 3 de l'essai 150H

Synthèse I.2 :

Le premier objectif du volet expérimental de ce travail est d'étudier et d'approfondir les connaissances sur les impacts de l'anisotropie et de l'anisothermie sur le fluage HT du MC2.

Pour atteindre cet objectif, des essais isothermes et anisothermes ont été effectués sur des éprouvettes de MC2 d'orientation cristalline – [102], [101], [563]. Ces essais ont été réalisés de manière non conventionnelle sur bancs de fluage avec four à lampes associés au banc de combustion THALIE pour y effectuer des surchauffes unitaires.

Le deuxième objectif du volet expérimental de ce travail est de réaliser des essais thermomécaniques complexes sur l'orientation [001] afin d'alimenter les modèles présentés dans la partie suivante. Pour atteindre cet objectif, des essais ont été réalisés sur les bancs de fluage non conventionnels Bafa et MAATRE.

Tous ces essais ont été analysés d'un point de vue microstructural par des observations à plusieurs échelles :

- ✓ *observations de faciès à la loupe binoculaire ;*
- ✓ *observations directes de microstructure au MEB ;*
- ✓ *observations indirectes de microstructure et d'endommagement par tomographie ;*
- ✓ *observations des structures de déformations au MET ;*
- ✓ *détermination d'orientation cristalline et mesure de rotation cristalline par EBSD.*

I.3 RESULTATS

L'étude bibliographique du §I.1 portant sur les mécanismes contrôlant le comportement mécanique des superalliages monocristallins base nickel a mis en exergue l'influence de l'anisothermie sous chargements mécaniques complexes et l'impact de la désorientation cristalline sur le comportement en fluage isotherme des monocristaux. En revanche, aucun résultat n'a pu être trouvé sur l'impact de l'anisotropie cristalline sur les propriétés en fluage non isotherme (exception faite des quelques résultats pour des chargements de fatigue-temps de maintien tels que les travaux de Le Graverend [50]).

Dans le but d'obtenir une première caractérisation de l'impact de l'anisotropie en conditions anisothermes, des essais sur éprouvettes désorientées ont été effectués. Les essais ont été réalisés sur les moyens d'essais de fluage isotherme et anisotherme sur des éprouvettes en MC2 monocristallin, présentées au §I.2.2.

Ce chapitre présente la synthèse des résultats d'essais mécaniques réalisés : essais isothermes HT sur trois orientations cristallines, essais anisothermes HT de type surchauffe unitaire sur trois orientations cristallines et essais thermomécaniques complexes sur une orientation cristalline [001]. Les résultats obtenus sont analysés via des observations microstructurales présentées au cours de ce chapitre.

Des essais isothermes BT et THT ont également été réalisés sur orientation [001] ; ils ne sont pas détaillés dans le chapitre suivant et sont utilisés pour générer une base de données d'essais qui a permis d'alimenter le modèle POLYSTAR qui est présenté en Partie II.

I.3.1 Essais isothermes

Les essais isothermes réalisés sur les trois orientations cristallines ont été tous effectués à 1050°C pour quatre contraintes différentes : 140, 160, 180 et 200 MPa. Les contraintes appliquées ont été choisies afin de couvrir au moins deux ordres de grandeur en vitesse de fluage secondaire ou en DDV.

I.3.1.1 Influence de la désorientation cristalline sur le comportement mécanique

Les essais de fluage isothermes réalisés à 1050°C pour plusieurs niveaux de contrainte ont permis de mettre en évidence l'impact de l'orientation cristalline sur le comportement mécanique du MC2 (*i.e.* stades I et II). En effet, à iso-contrainte et iso-température, les stades de fluage primaire (amplitude et durée) et de fluage secondaire (vitesse et durée) sont différents pour chacune des orientations testées. A titre d'illustration, la Figure I-69 représente les courbes de déformation en fluage en fonction du temps pour une contrainte appliquée de 180 MPa et la Figure I-70 représente les vitesses de fluage secondaire pour chaque contrainte appliquée. On observe sur la Figure I-69 que le stade de fluage primaire est peu marqué – inférieur à 0.1% de déformation – pour les orientations [102] et [101] avec respectivement des périodes d'incubation de deux et dix heures. En revanche pour les orientations [563] et [001], on distingue bien le stade I avec respectivement 0.4 et 1% de déformation. Concernant, les vitesses du stade de fluage secondaire, on observe sur la Figure I-70 qu'une fois de plus, l'influence de la contrainte est faible sur les orientations cristallines [101], [102] et [563] pour des contraintes inférieures à 200 MPa. En effet, les vitesses de fluage sont sensiblement les mêmes pour l'orientation [101] et [563] quelle que soit la contrainte appliquée alors que la vitesse de fluage secondaire pour l'orientation [102] est plus faible à 160 MPa qu'à 140 MPa.

La dispersion des résultats obtenus lors de cette campagne est discutée dans le chapitre suivant (§I.4.3).

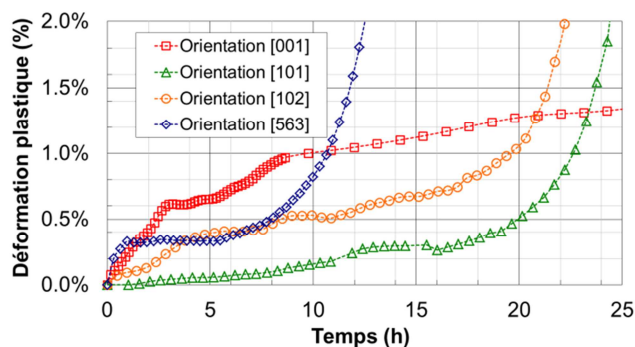


Figure I-69 : Comparaison des courbes de fluage isotherme sous une contrainte de 180MPa pour diverses orientations cristallines

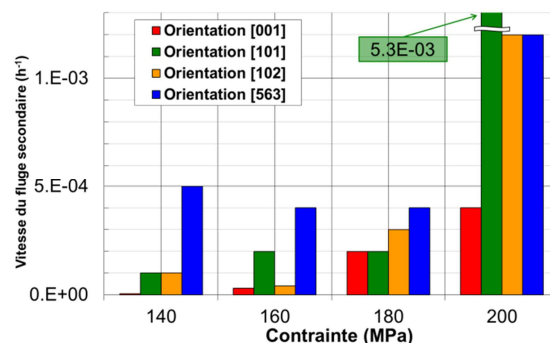


Figure I-70 : Comparaison des vitesses de fluage secondaire entre les orientations pour chaque contrainte

I.3.1.2 Influence de la désorientation cristalline sur la durée de vie

Les essais isothermes ont tous été réalisés dans le même type de four – à lampes – pour limiter les causes de dispersions sur les résultats de DDV obtenues [3-4,18]. Les DDV obtenues sont reportées dans les histogrammes de la Figure I-71.

L'histogramme de la Figure I-71-a, dont l'échelle de DDV est linéaire, montre que les durées de vie des éprouvettes orientées [001] sont bien plus élevées que celles obtenues pour les autres orientations cristallines. Cette conclusion est corroborée dans la littérature par les travaux de Han sur SRR99 sous conditions HT [43], alliage proche du MC2 tant par sa composition chimique que par son comportement mécanique.

L'histogramme de la Figure I-71-b, dont l'échelle de DDV est logarithmique, permet de mieux quantifier l'influence de la contrainte sur la durée de vie pour les orientations différentes de l'orientation [001]. On constate qu'elle est faible sur les orientations cristallines différentes de [001] pour des niveaux de contrainte strictement inférieurs à 200 MPa. L'orientation [001] est la seule pour laquelle on peut observer une diminution de DDV avec l'augmentation de la contrainte. Les orientations [101] et [563] ont des évolutions de DDV quasi-constantes en fonction de la contrainte appliquée quand l'orientation [102] conduit à une DDV plus longues sous 160 MPa que pour 140 MPa. Au regard des résultats obtenus, aucun classement de DDV ne peut être établi en fonction de l'orientation cristalline bien que l'orientation [102] semble meilleure que les autres orientations loin de [001], à la dispersion prêt.

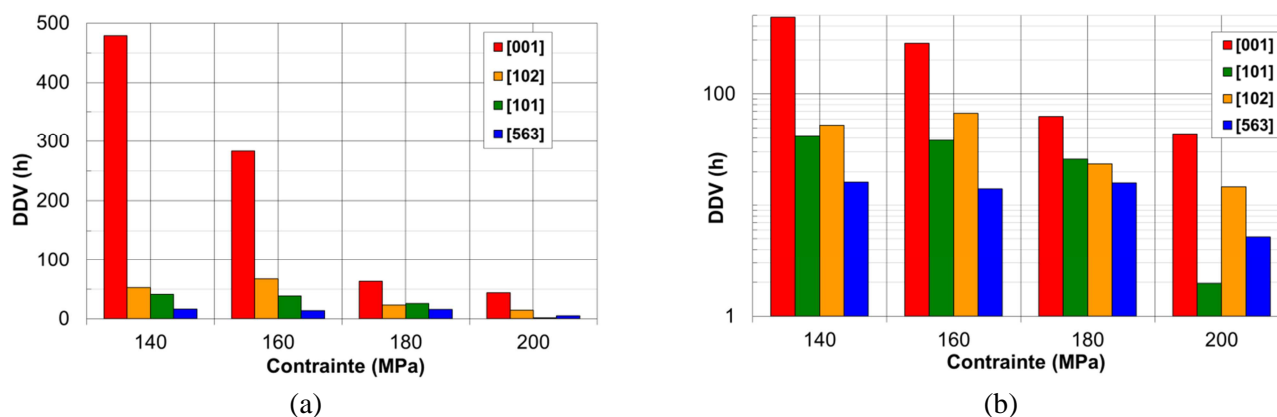


Figure I-71 : Durée de vie (en heures) en fluage isotherme en fonction de la contrainte pour chaque orientation – (a) échelle linéaire, (b) échelle logarithmique

Finale­ment, en comparant les histogrammes de la Figure I-71-b et de la Figure I-70, on remarque la DDV est étroitement liée à la vitesse de fluage. En effet, on constate que plus la vitesse est faible, plus la DDV est grande. A titre d'exemple, la faible vitesse de fluage de l'orientation [001] à 140 MPa amène une grande DDV alors que la forte vitesse de l'orientation [101] à 200 MPa conduit à de très faibles DDV.

I.3.1.3 Caractérisations macroscopiques et microscopiques

L'observation des éprouvettes après rupture en fluage, à 1050°C et 140 MPa, a fait apparaître des faciès de rupture différents de ceux obtenus sur des éprouvettes d'orientation cristalline [001] sous conditions HT. Pour rappel, une éprouvette orientée [001] présente un faciès cupulaire (Figure I-72) avec striction observé sur la totalité de la zone rompue [3].

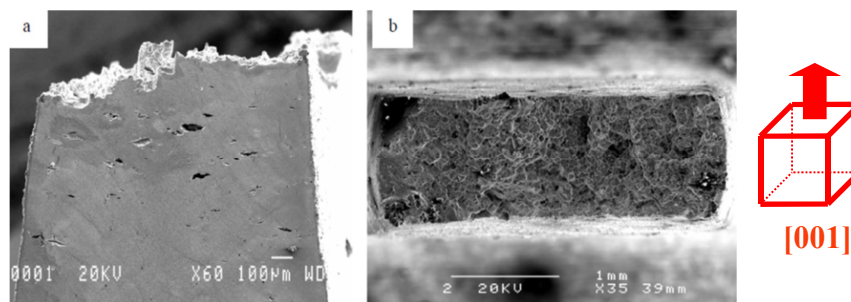


Figure I-72 : Faciès de rupture d'une éprouvette orientée [001] à 1050°C et 140 MPa – (a) profil, (b) dessus (adapté de [3])

Les observations à la loupe binoculaire illustrées par la Figure I-73 montrent des faciès avec une rupture finale d'aspect « fragile » sur les trois orientations étudiées bien qu'il y ait présence de striction. Ce terme est ici utilisé pour signifier que la rupture finale conduit à un faciès de rupture relativement planaire et lisse.

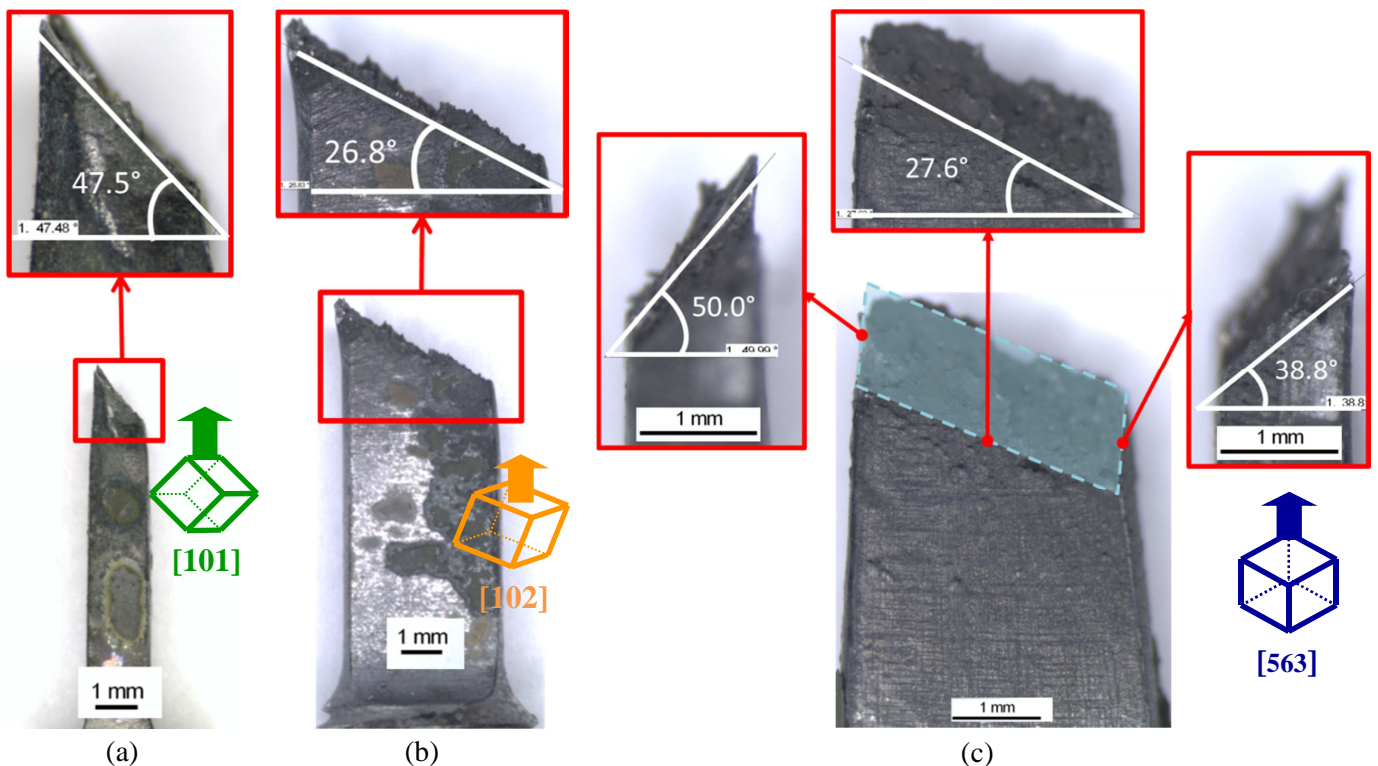


Figure I-73 : Faciès de rupture d'éprouvettes désorientées – (a) [101] : 1050°C et 180 MPa, (b) [102] : 1050°C et 180 MPa, (c) [563] : 1050°C et 160 MPa

Les conditions d'essais HT utilisés ont permis aussi, grâce à une observation plus fine au MEB sur coupe longitudinale des échantillons menés à rupture et hors zone de striction, de constater que la mise en radeaux s'effectue suivant des directions cristallines de type $\langle 100 \rangle$ comme le montre la Figure I-74. Ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus précédemment par Sugui [37] et Khan [35].

On peut noter que la microstructure de précipitation en radeaux de la Figure I-74-c d'une éprouvette d'orientation [563] est plus fine car l'essai a été plus court, et de ce fait, la microstructure a eu moins le temps d'épaissir.

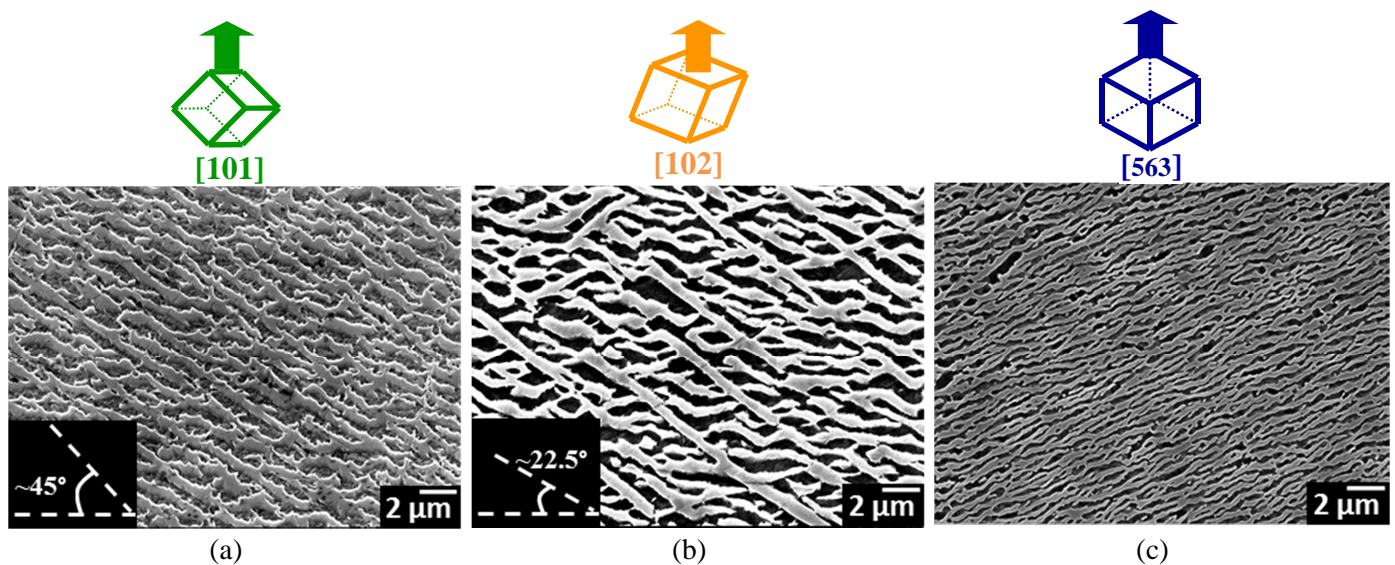


Figure I-74 : Microstructure à rupture et hors zone de striction obtenue pour chaque orientation cristalline – (a) [101] : 1050°C à 140 MPa, (b) [102] : 1050°C à 140 MPa, (c) [563] : 1050°C à 200 MPa

I.3.1.4 Processus de mise en radeaux

L'observation plus précise des courbes d'essais permet d'avancer une explication au processus de mise en radeaux associé à chaque orientation cristalline étudiée.

a) Orientation [102]

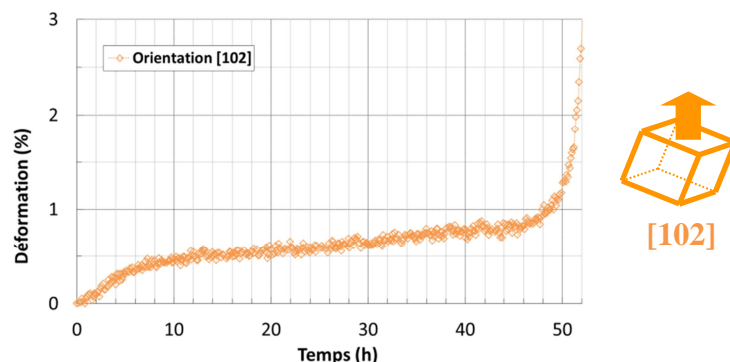


Figure I-75 : Courbe d'essai isotherme à 1050°C pour l'orientation [102]

Une courbe d'essai isotherme à 1050°C pour l'orientation [102] est présentée en Figure I-75. Elle a la même allure que celle d'un essai de fluage isotherme sur orientation [001]. Une différence notable apparaît toutefois sur l'amplitude du fluage primaire qui est plus faible. Cette plus faible amplitude s'explique par un nombre de systèmes de glissement activés plus faible – six – bien que le facteur de Schmid soit élevé – 0.49.

b) Orientation [101]

Une courbe typique d'essai isotherme à 1050°C pour l'orientation [101] est présentée en Figure I-76. Trois périodes se distinguent.

- ✓ Période d'incubation : durant les premières heures de fluage, la densité de dislocations mobiles est faible et la déformation plastique se fait difficilement (comparativement à un essai sur une orientation cristalline [001]). Bien que le facteur de Schmid soit aussi élevé que pour l'orientation [001] – 0.41 – seuls 4 systèmes de glissement sont activés. Ce phénomène est observé sur les dix premières heures sur la Figure I-76 et avait déjà été observé par A. Gaubert lors de sa thèse [68]. La déformation plastique commence à croître lorsque que la coalescence des précipités débute;
- ✓ Phase de fluage primaire/secondaire : la mise en radeaux débute et s'effectue suivant des plans de normale cristalline de type $\langle 001 \rangle$ sur deux orientations en premier lieu (voir §I.3.2.4). Puis une des deux orientations prédomine en raison de la désorientation secondaire. Cela conduit à une orientation des radeaux par rapport à l'axe de traction équivalente à la désorientation cristalline primaire pour cette orientation (microstructure de la Figure I-74) ;
- ✓ Phase de fluage tertiaire : le fluage tertiaire s'amorce dès que la mise en radeaux est terminée. L'accumulation de dislocations mobiles apporte un adoucissement généralisé de la structure et amène l'éprouvette à une rupture franche, « quasi fragile », illustrée sur la Figure I-73-a. Sur ce faciès pris à la loupe binoculaire sont mises en évidence une légère striction mais surtout une rupture finale « fragile » inclinée suivant l'orientation cristalline primaire. Des observations au MEB ont permis d'observer également quelques pores sur le faciès, tels ceux illustrés sur la Figure I-77-a (encadrés), qui sont probablement des sites d'amorçage de fissures lors de la phase de localisation de la déformation sur un (ou quelques) plans cristallins. Ces plans apparaissent sur la Figure I-77-b (fléchés).

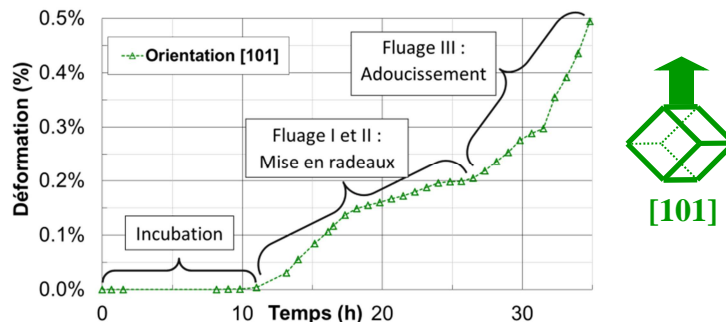


Figure I-76 : Courbe d'essai isotherme à 1050°C pour l'orientation [101]

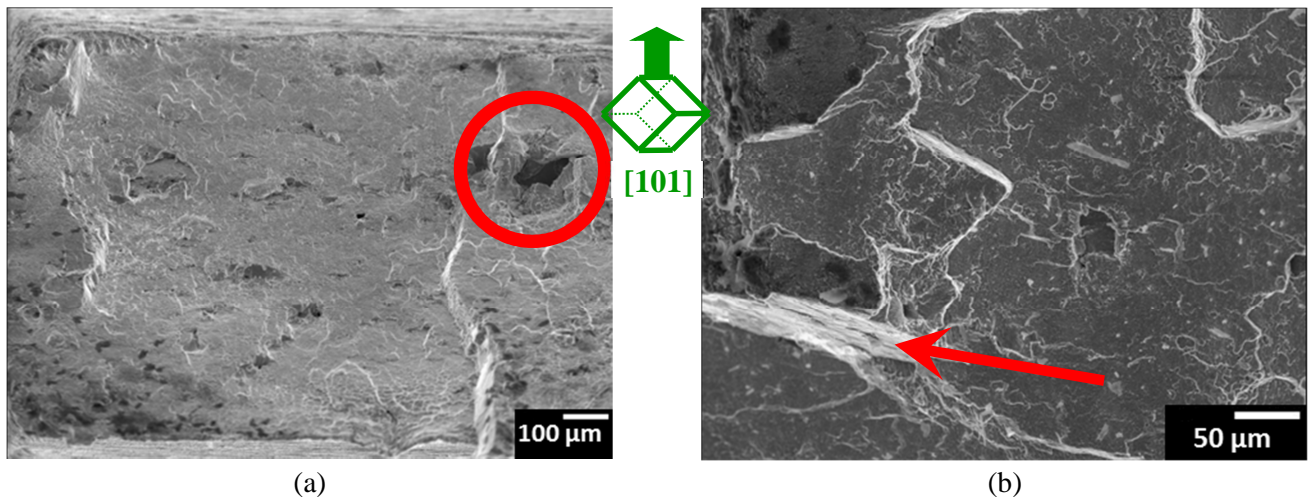


Figure I-77 : Faciès de rupture de l'éprouvette orientée [101], essai isotherme à 1050°C pour 200 MPa - (a) mise en évidence de pores d'élaboration, (b) zone relativement plane correspondant à un plan cristallin

c) Orientation [563]

Une courbe d'essai isotherme à 1050°C pour l'orientation [563] est présentée en Figure I-78. La courbe de fluage isotherme obtenue est conforme aux études qui ont été faites précédemment et reportées dans la littérature. Un faible fluage primaire apparaît et la vitesse de fluage augmente de manière continue jusqu'à la rupture. Ce faible fluage primaire s'explique en partie par le nombre de systèmes de glissement octaédriques activés ainsi que les faibles facteurs de Schmid pour cette orientation – quatre systèmes avec un facteur supérieur 0.2 dont un seul système avec un facteur de Schmid à 0.42.

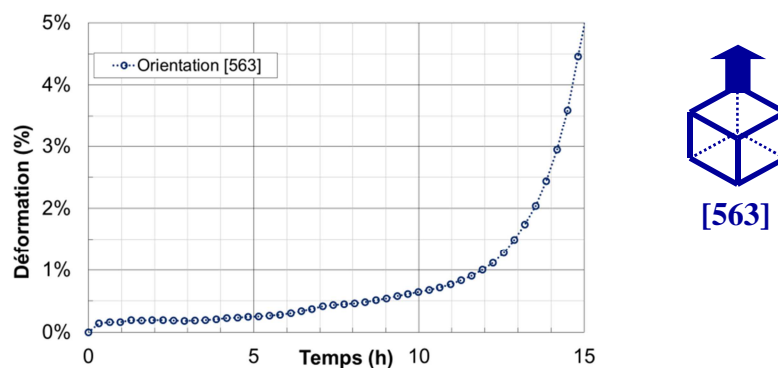


Figure I-78 : Courbe d'essai isotherme à 1050°C pour l'orientation [563]

I.3.2 Essais anisothermes de type surchauffe unitaire

La matrice des essais anisothermes réalisés sur les trois orientations cristallines (Figure I-47) est présentée dans le Tableau I-6. Cette matrice résume les positions des surchauffes dans la durée de vie de l'alliage, la durée des surchauffes et les vitesses de fluage avant et post-surchauffe. La procédure expérimentale des essais anisothermes de type surchauffe unitaire a été présentée au §I.2.2.2. Les conditions de contraintes et de température sont les mêmes pour tous les essais, à savoir :

- ✓ 1050°C et 140MPa pour le préfluage ;
- ✓ 1200°C et 145MPa pour le tir OEI ;
- ✓ 1050°C et 140MPa pour le fluage résiduel.

Quatre éprouvettes ont servi à la réalisation d'essais anisothermes multi-interrompus pour des analyses de microstructure, en se focalisant en particulier sur l'effet de la mise en radeaux sur le comportement. Ainsi, les essais n°10 pour l'orientation [101], n°15 et 24 pour l'orientation [102] et n°32 pour l'orientation [563], initialement prévus jusqu'à rupture, ont été utilisés pour à cette analyse. Les résultats de ces caractérisations sont présentés en §I.3.2.4.

Les essais anisothermes réalisés pour plusieurs temps de préfluage et durée de surchauffe ont permis de quantifier l'influence de la désorientation cristalline sur le comportement (§I.3.2.2) et sur la DDV en fluage (§I.3.2.3). La mesure des vitesses de déformation secondaires lors des essais de préfluage n'a pas été effectuée pour les essais où un régime stationnaire ne pouvait pas être déterminé.

n° essai	Orientation	t_{OEI} (s)	t_{pre}/t_{iso}	t_{pre} (h)	t_{res} (h)	$\dot{\epsilon}_{pre}$ ($10^{-6}/h$)	$\dot{\epsilon}_{res}$ ($10^{-6}/h$)	
5	[101]	30	0		39.04		123	
6		30	0.04	1.78	38.74	-	121	
7		30	0.2	8.92	33.76	-	154	
8		30	0.4	17.81	30.13	-	125	
9		30	0.8	35.66	7.06	59.5	-	
10		30	0	Multi-interrompu				
11		150	0.04	1.78	25.35	-	206	
12		150	0.2	8.91	21.96	13.1	240	
13		150	0.4	17.81	33.75	-	87.8	
14		30	0.8	34.62	0.88	148	-	
15		[102]	30	0	Multi-interrompu			
16			30	0.04	2.1	137.07	-	11.3
17			30	0.2	10.5	68.77	-	51.5
18			30	0.4	21	95.68	-	21.3
19	30		0.8	42.19	36.31	178	34.3	
20	150		0		81.13		26.8	
21	150		0.04	2.1	158.07	-	26.4	
22	150		0.2	10.5	192	-	8.80	
23	150		0.4	21.04	46.86	-	66.0	
24	150		0.8	Multi-interrompu				
25	[563]	30	0		30.44		374	
26		30	0.04	0.65	58.51	-	226	
27		30	0.2	3.23	22.76	-	451	
28		30	0.4	6.47	25.08	0	267	
29		30	0.8	21.03	29.32	156	229	
30		150	0		19.97		902	
31		150	0.04	0.65	33.38	-	213	
32		150	0.4	Multi-interrompu				

Tableau I-6 : Récapitulatif des essais de type surchauffe unitaire sur chaque orientation cristalline : [101], [102] et [563]

I.3.2.2 Influence de l'orientation cristalline sur le comportement en fluage anisotherme

L'étude de l'impact d'une surchauffe au cours d'un essai isotherme sur les trois orientations cristallines peut être déclinée en deux étapes :

- i. l'influence de la microstructure de précipitation (*i.e.* position de la surchauffe et donc avancement de la coalescence des précipités) sur le comportement pour une orientation donnée;
- ii. l'influence du temps de la surchauffe sur le comportement.

a) Influence de la position de la surchauffe

Les Figure I-79 et Figure I-80 représentent les évolutions de la déformation au cours des essais avec surchauffe unitaire pour des temps de préfluage différents en fonction du temps normé par la DDV de chacun des échantillons. La Figure I-79-a montre les courbes d'essais de l'orientation [101] pour lesquels une surchauffe de 30 secondes a été effectuée. La Figure I-79-b montre les courbes d'essais de l'orientation [563] pour lesquels une surchauffe de 30 secondes a été effectuée. Les Figure I-80-a et Figure I-80-b montrent les courbes d'essais de l'orientation [102] pour lesquels, respectivement, une surchauffe de 30 secondes et de 150 secondes ont été effectuées. Il est observé sur ces figures que le stade III occupe environ 50 à 60% de la DDV anisotherme pour l'orientation [563] alors qu'il n'occupe que 10 à 20% de cette DDV pour les orientations [101] et [102] (à l'exception d'un essai).

D'une part on constate dans le Tableau I-6 que, pour une orientation donnée, les vitesses de déformation en fluage post-surchauffe sont du même ordre de grandeur quelle que soit la position de la surchauffe. D'autre part, il apparait que, quelle que soit l'orientation, le comportement du matériau est très peu affecté par une surchauffe en cours d'essai. Ces observations vont à l'inverse du comportement du MC2 orienté [001] [3] pour lequel après une surchauffe, on pouvait observer un nouveau primaire et une vitesse de fluage plus forte.

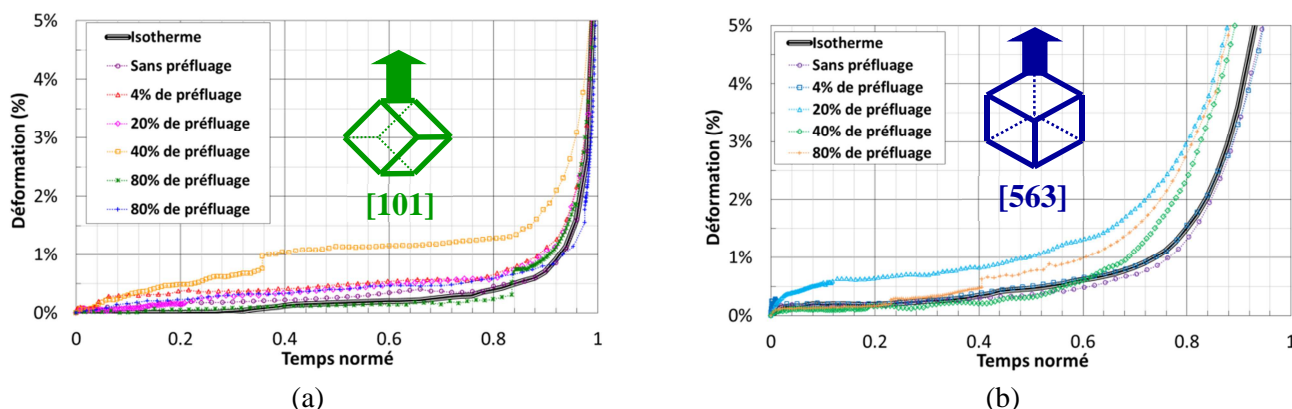


Figure I-79 : Courbes de déformation avec surchauffe unitaire en fonction du temps normé pour deux des orientations étudiées – (a) [101] et OEI30s, (b) [563] et OEI30s

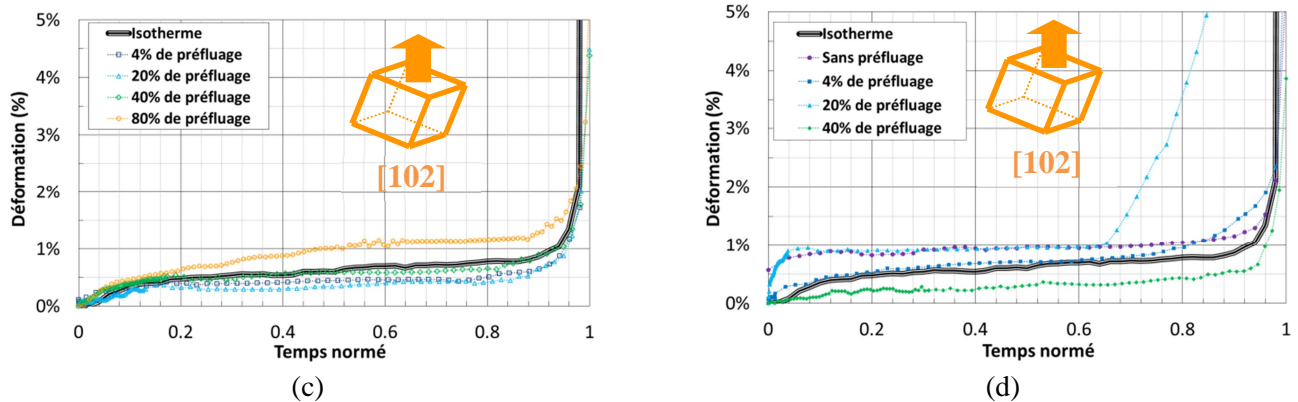


Figure I-80 : Courbes de déformation avec surchauffe unitaire en fonction du temps normé pour l'orientation [102] étudiée – (a) OEI30s et (b) OEI150s

b) Influence de la durée de la surchauffe

La Figure I-81 représente les évolutions de la déformation en fonction du temps normé par le temps à rupture pour des essais avec surchauffe unitaire de différentes durées. La Figure I-81-a compare les courbes d'essais des trois orientations pour lesquels une surchauffe de 30 secondes a été effectuée et ceux pour lesquels une surchauffe de 150 secondes a été effectuée pour un préfluage correspondant à 4% de la DDV en isotherme. La Figure I-81-b compare les courbes de déformation pour des orientations [101] et [102] pour lesquels une surchauffe de 30 secondes a été effectuée et ceux pour lesquels une surchauffe de 150 secondes a été effectuée. Le tout a été réalisé pour un préfluage de 40% de la DDV en isotherme à 1050°C et 140 MPa.

On constate que seule l'orientation [563] est affectée par la longueur de la surchauffe (Figure I-81-a). Une augmentation significative de la déformation lors d'une surchauffe plus longue est alors observée. En revanche, aucun effet significatif de la longueur de la surchauffe sur le fluage primaire et la vitesse de fluage post-surchauffe n'est observé. En effet, aucun saut de déformation n'est relevé pour les orientations cristallines [102] (Figure I-81-a et Figure I-81-b) et [101] (Figure I-81-a), et les sauts de déformation induits par la surchauffe de 30 secondes et celle de 150 sont de même amplitude pour l'orientation [101] – de l'ordre de 0.1% de déformation (Figure I-81-b).

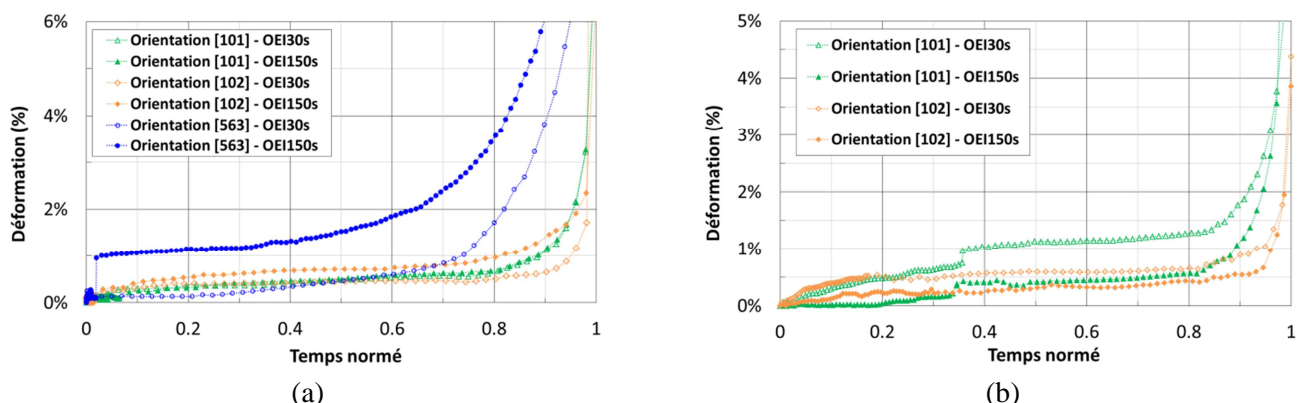


Figure I-81 : Courbes de déformation d'essais de fluage avec surchauffe unitaire de 30 et de 150 secondes en fonction du temps normé par le temps à rupture pour les trois orientations étudiées ; [101] en vert, [102] en orange et [563] en bleu – (a) préfluage à 4% de la DDV, (b) préfluage à 40% de la DDV

I.3.2.3 Influence de l'orientation cristalline sur le cumul de dommage

Afin de déterminer l'influence de la morphologie de la microstructure sur la DDV, un diagramme de cumul de dommage a été tracé pour chaque orientation cristalline. Ce diagramme représente l'évolution de la DDV résiduelle (normalisée par la DDV isotherme) en fonction de la durée de préfluage (elle aussi, normalisée par la DDV isotherme).

- ✓ Pour l'orientation [101], nous constatons que le cumul de dommage est linéaire pour les surchauffes d'une durée de 30 secondes, comme en atteste la Figure I-82. Cette tendance semble un peu moins évidente pour des surchauffes de 150 secondes où l'on observe une diminution de la DDV. Nous pouvons conclure que pour cette orientation cristalline, l'impact d'une surchauffe de courte durée est négligeable sur la DDV.

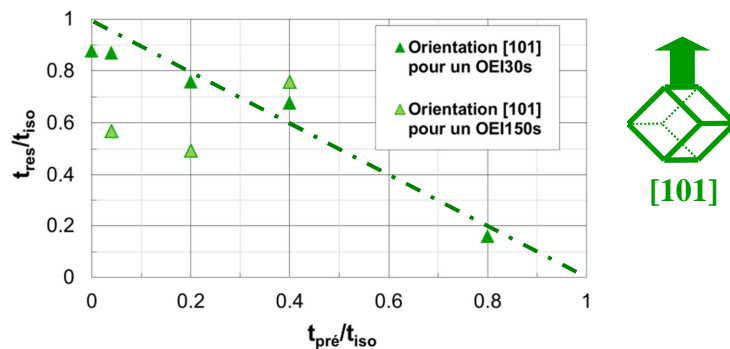


Figure I-82 : Durée de vie en fonction de la durée de préfluage, pour chaque durée d'OEI pour [101]

- ✓ Pour les orientations [102] et [563], nous constatons que le cumul de dommage n'est pas linéaire, comme en attestent la Figure I-83. On constate ainsi que l'effet d'une surchauffe est bénéfique sur ces orientations puisqu'elle augmente la DDV en fluage pour quasiment tous les essais réalisés. Cette augmentation est plus importante pour les surchauffes appliquées sur des structures à précipitation cuboïdale ou intermédiaires cubes/radeaux (voir caractérisation microstructurale au §I.3.1.3). En effet, il est observé que les DDV les plus élevées sont atteintes pour des durées de préfluage faibles. Les courbes de déformation plastique cumulée en fonction du temps présentées en Figure I-84 pour des essais réalisés sur des échantillons d'orientation [563] montrent ces DDV plus longues pour les essais anisothermes.

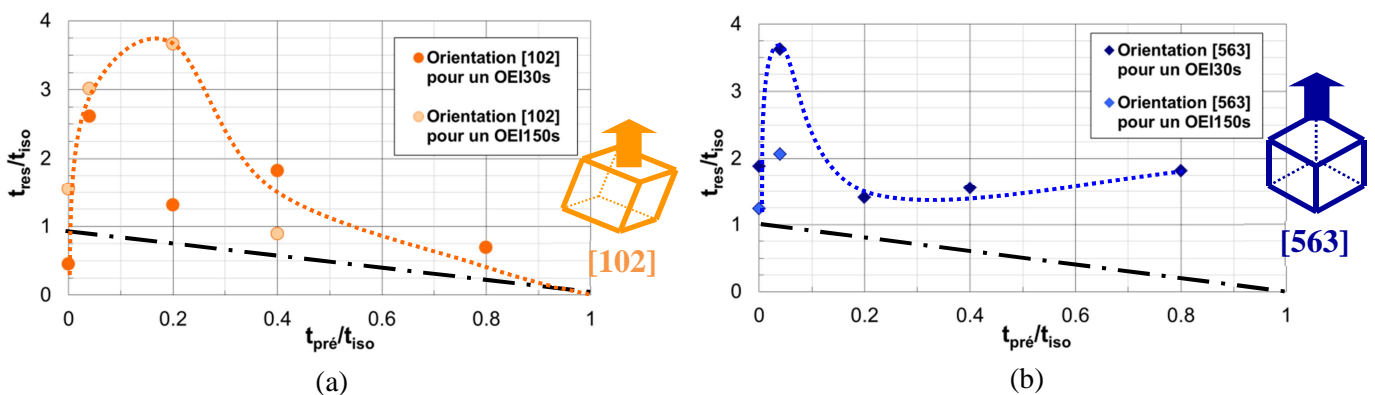


Figure I-83 : DDV en fonction de la durée de préfluage, pour chaque durée d'OEI pour les orientations cristallines – (a) [102], (b) [563]

Ce phénomène a déjà été observé sur l'orientation [001], pour laquelle un pic de DDV apparaît pour les préfluages courts (§I.1.3.1-a). Ces résultats rejoignent les observations réalisées sur l'orientation [001] dans les travaux de thèse de J. Cormier [3] et de J-B. Le Graverend [69] pour MC2 et qui ont également été noté sur le MCNG par M. Arnoux [4].

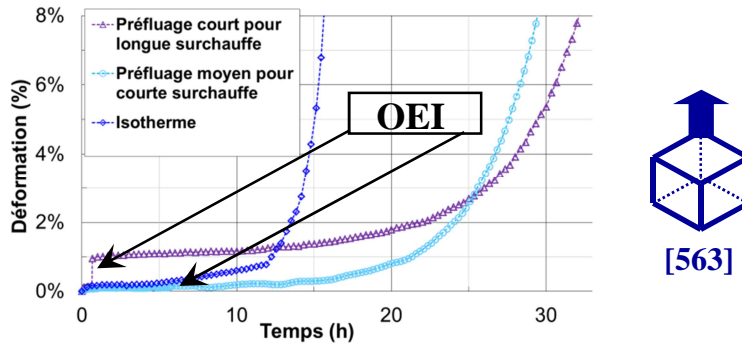


Figure I-84 : Déformation viscoplastique lors d'un essai de fluage isotherme pour une orientation cristalline [563] (en bleu) – lors d'essais de fluage anisothermes : préfluage à 4% de la DDV isotherme et OEI 150s (en violet) et préfluage à 40% de la DDV isotherme et OEI 30s (en indigo)

I.3.2.4 Cinétique de mise en radeaux

Des essais multi-interrompus ont été réalisés afin de caractériser de manière plus fine l'effet de la mise en radeaux sur le comportement. Un essai sur l'orientation [101] et un sur l'orientation [102] sont présentés dans ce paragraphe.

a) Essai multi-interrompu pour l'orientation [101]

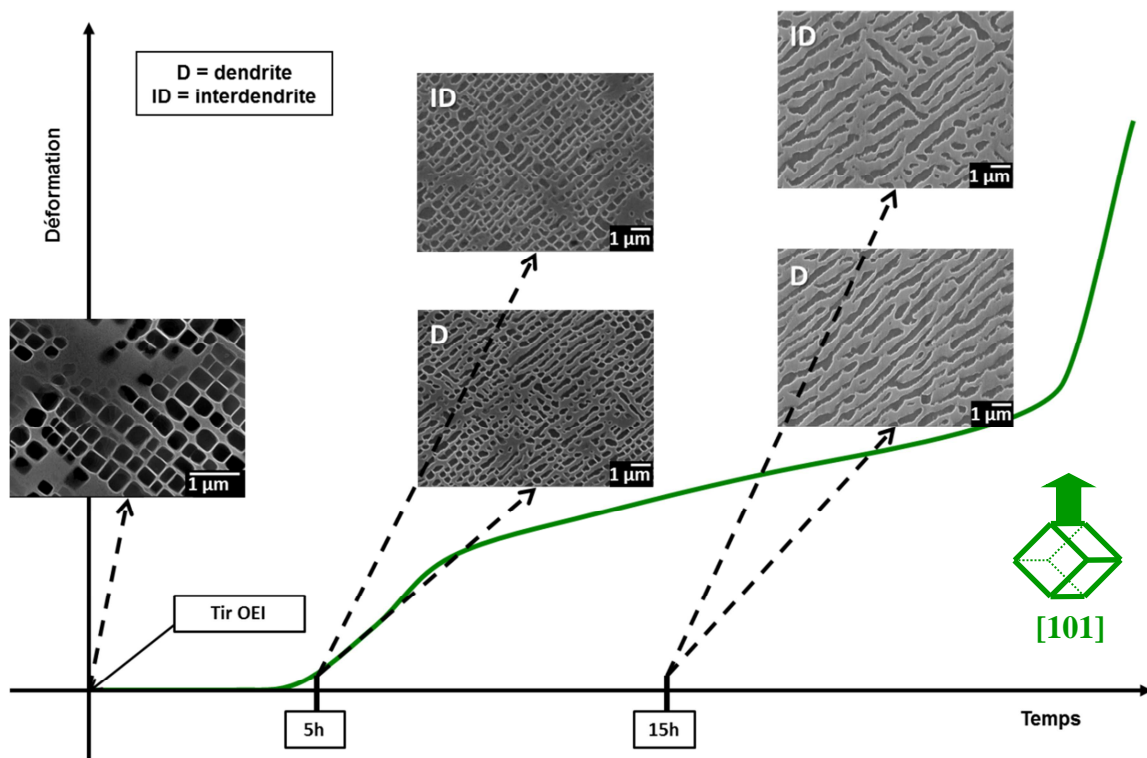


Figure I-85 : Schématisation de la déformation viscoplastique lors d'un essai de fluage multi-interrompu pour l'orientation [101] (en vert) après un tir OEI 30s sans préfluage. La microstructure de précipitation γ/γ' est présentée après le tir OEI, puis après 5h et 15h de fluage post-OEI

L'évolution de la microstructure γ/γ' sur une éprouvette orientée [101] ayant subi un tir OEI 30s (1200°C et 145MPa) sans préfluage, puis cinq heures de fluage (1050°C et 140MPa) et enfin à nouveau quinze heures de fluage, est présentée en Figure I-85 et détaillée étape par étape dans ce paragraphe.

Après le tir OEI 30s, la microstructure possède encore une morphologie cuboïdale avec les arêtes des cuboïdes orientées à $\pm 45^\circ$ de l'axe de chargement mécanique. Comme attendu, la Figure I-86 montre également la présence d'une fine précipitation tertiaire apparue dans la matrice au refroidissement ainsi que de nombreuses traces de dislocations aux interfaces γ/γ' (flèches blanches).

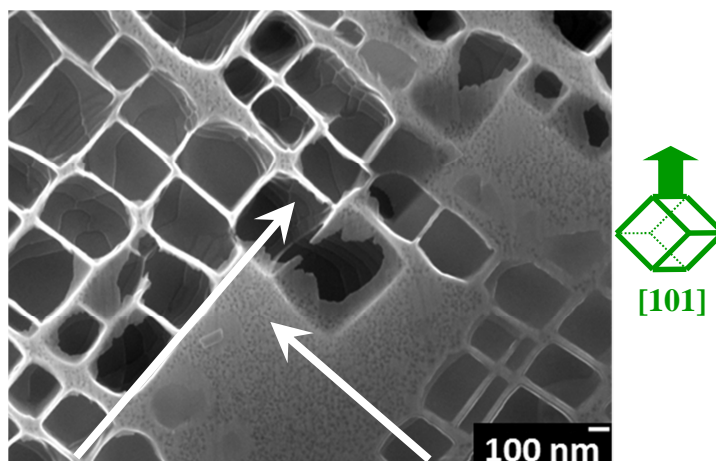


Figure I-86 : Microstructure à morphologie cuboïdale après un tir OEI 30s sur une éprouvette orientée [101] – apparition de précipitation tertiaire et de traces de dislocations aux interfaces γ/γ'

La microstructure analysée après cinq heures de fluage se caractérise par une différence de mise en radeaux entre les dendrites et les interdendrites. Ce phénomène est la conséquence d'une composition chimique légèrement différente entre les deux parties du cristal, induisant des contraintes de cohérence différentes tel qu'observé par M. Arnoux sur l'alliage MCNG [43] :

- ✓ Dans les interdendrites, la mise en radeaux ne s'est pas encore effectuée. En effet, la morphologie de la microstructure à ce stade du fluage est encore majoritairement cuboïdale (Figure I-87), avec un « arrondissement » des coins des précipités ;

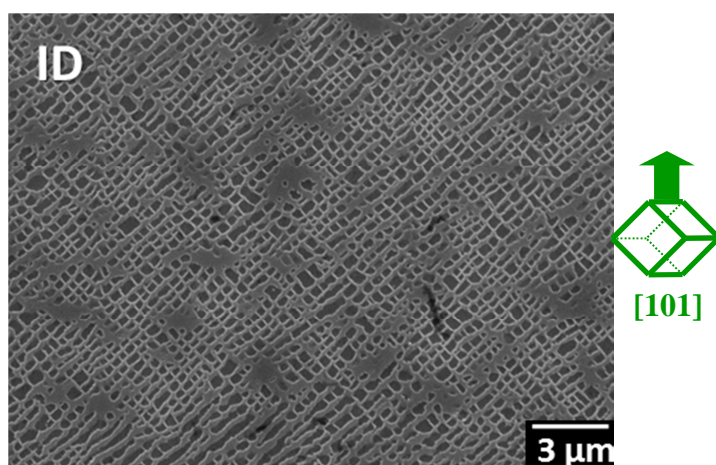


Figure I-87 : Microstructure de précipitation dans un espace interdendritique après un tir OEI de 30s suivi de 5h de fluage à 1050°C et 140MPa sur éprouvette orientée [101]

✓ Dans les dendrites (microstructure en Figure I-88) apparaît une compétition dans la direction de mise en radeaux avec des radeaux à $+45^\circ$ et d'autres à -45° . Cette compétition génère des radeaux de formes particulières. Par exemple, on observe sur la microstructure en Figure I-89 un radeau en « L » à ce stade de la coalescence. Cette observation est non singulière à ce stade de la déformation.

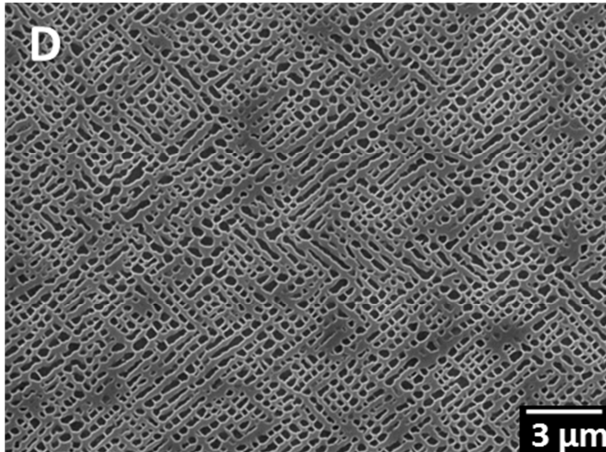


Figure I-88 : Microstructure dans un cœur de dendrite après un tir OEI de 30s suivi de 5h de fluage à 1050°C et 140MPa sur éprouvette orientée $[101]$

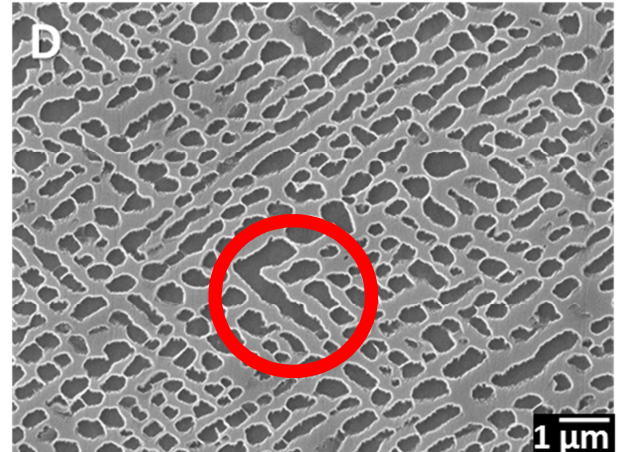


Figure I-89 : Microstructure en compétition avec un précipité en forme de "L"

Après dix heures de fluage supplémentaires, la morphologie de la microstructure est modifiée.

✓ Au niveau des interdendrites, la mise en radeaux s'est effectuée perpendiculairement à la direction cristalline $[001]$ en raison d'un système de glissement plus fortement chargé du fait de la légère désorientation secondaire du cristal de 6° . Cette microstructure est illustrée sur la Figure I-90-a.

✓ Dans les dendrites, la mise en radeaux observée est moins prononcée que dans les interdendrites, alors même qu'elle avait débuté plus tôt. Une illustration de cette mise en radeaux est proposée sur la Figure I-90-b. L'une des raisons de ce phénomène est que la fraction volumique de γ' y est localement plus faible, ce qui induit une largeur de couloirs plus grande et donc une distance de diffusion pour les éléments γ' -gènes plus grande. En effet, des mesures de fraction volumique dans chacune des zones indiquent une fraction de 27% dans les dendrites et de 35% dans les interdendrites. Bien que ces fractions soient anormalement faibles pour un essai à 1050°C , probablement du fait que les zones observées proche de la surface soient affectées par l'oxydation (*i.e.* polissage de la surface de l'échantillon non suffisamment profonde lors de cette interruption), on note bien une différence prononcée de taux de γ' dendrites/interdendrites qui est mise en évidence pour la première fois dans le MC2. La mise en radeaux obtenue dans les cœurs de dendrites obtenue à ce stade du fluage est donc moins unidirectionnelle que dans les espaces dendritiques.

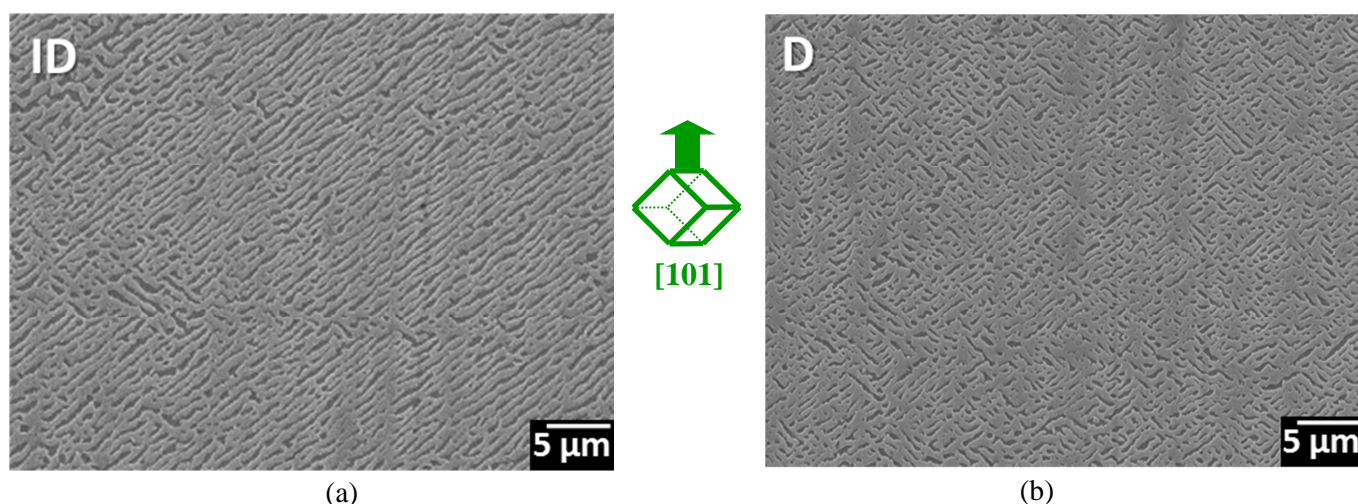


Figure I-90 : Microstructure après une tir OEI de 30s suivi de 15h de fluage à 1050°C et 140MPa sur éprouvette orientée [101] – (a) dans une interdendrite, (b) dans un cœur de dendrite

De nombreux pores de déformation sont également observés à l'issue de cette étape (Figure I-91), à l'intérieur desquels apparaissent des traces des plans de glissement.

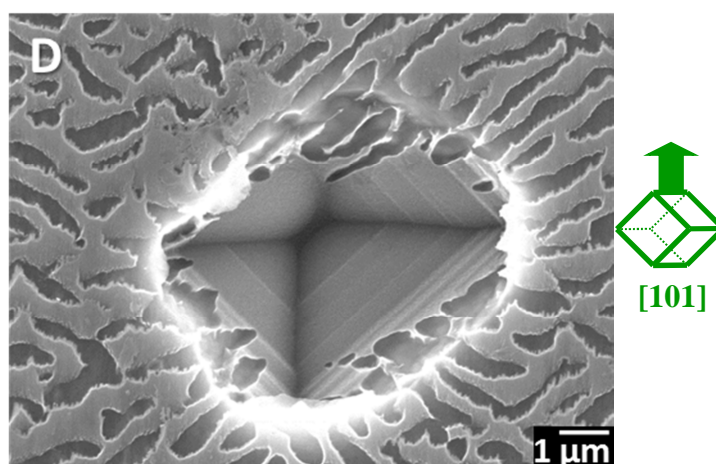


Figure I-91 : Apparition de pores de déformation avec des traces de plan de glissement

b) Essai multi-interrompu pour l'orientation [102]

L'évolution de microstructure obtenue pour une éprouvette orientée [102] ayant subi un tir OEI 30s (1200°C et 145MPa) sans préfluage, puis quatre-vingt-dix heures de fluage (1050°C et 140MPa) et enfin à nouveau 23h de fluage, est présentée en Figure I-92 et détaillée étape par étape dans ce paragraphe.

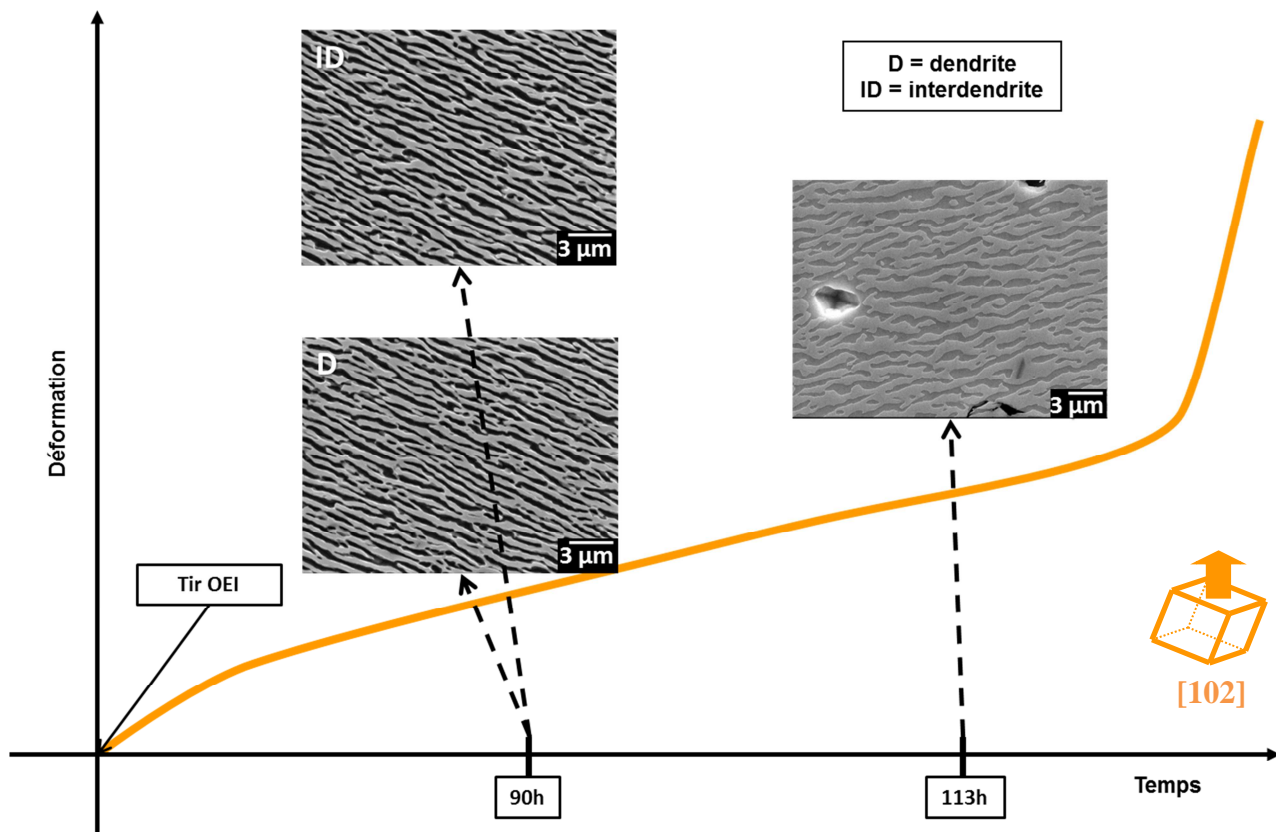


Figure I-92 : Schématisation de la déformation viscoplastique d'essais de fluage multi-interrompu pour [102] (en orange) pour un tir OEI 30s sans préfluage. Des microstructures sont présentées à chaque interruption de l'essai : 90h et 113h

La microstructure analysée après un tir OEI 30s suivi de quatre-vingt-dix heures de fluage isotherme à 1050°C et 140MPa ne montre pas de différence notable entre la coalescence de la microstructure au cœur des dendrites et celle dans les espaces interdendritiques comme en atteste la Figure I-93. En revanche, l'apparition de pores de déformation en plus de ceux d'élaboration (Figure I-94) s'effectue préférentiellement dans les zones interdendritiques. Du reste, le début de la fissuration d'un pore d'élaboration, illustré en Figure I-94-b (fond du pore), atteste de l'avancement prononcé du fluage de l'éprouvette après 90h.

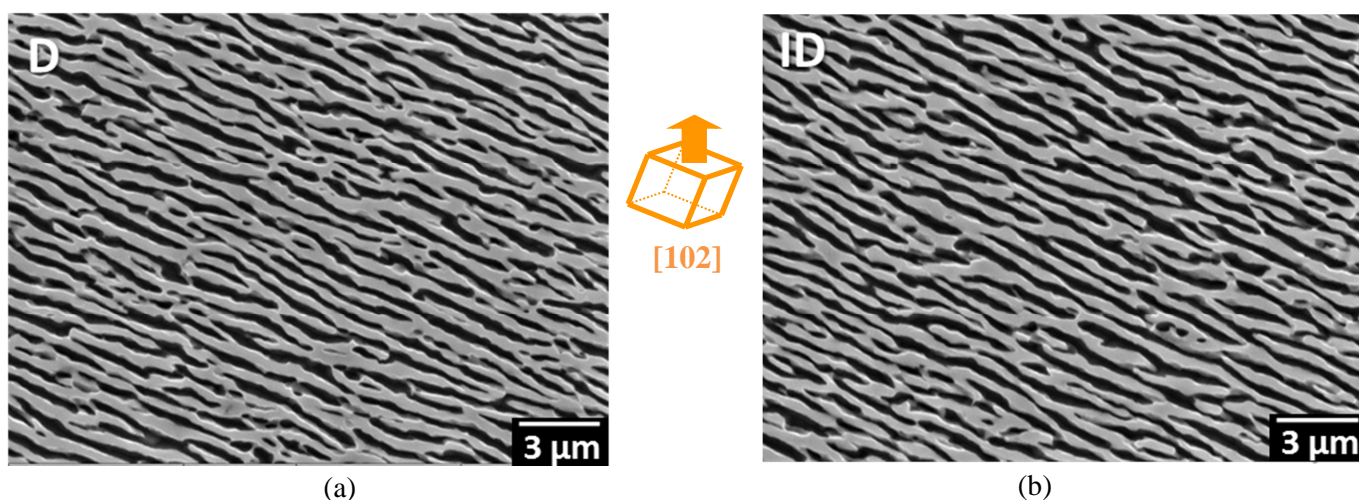


Figure I-93 : Microstructure coalescée après un tir OEI de 30s suivi de 90h de fluage à 1050°C/140MPa sur éprouvette orientée [102] – (a) dans un cœur de dendrite, (b) dans une interdendrite

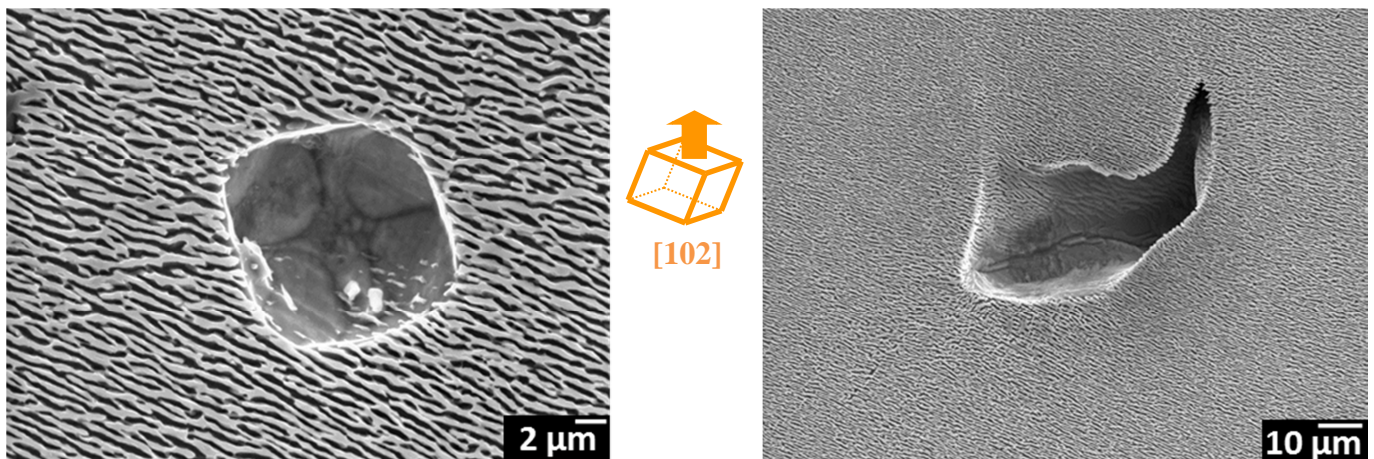


Figure I-94 : Types de pores présents à cœur d'éprouvette orientée [102] après un tir OEI de 30s suivi de 90h de fluage à 1050°C et 140MPa – (a) pore de déformation, (b) pore d'élaboration avec début de fissuration

Les vingt-trois heures supplémentaires de fluage n'apportent pas d'information complémentaire sur la coalescence de la microstructure. Cependant, elles permettent d'observer le début de la fissuration d'un pore le long de l'interface γ/γ' (Figure I-95) – dont le mécanisme est discuté dans le chapitre suivant (§I.4.2) et – d'observer l'apparition de phases TCP (Figure I-96) – phases intermétalliques fragilisantes qui n'avait pu être observées lors de la précédente interruption de l'essai.

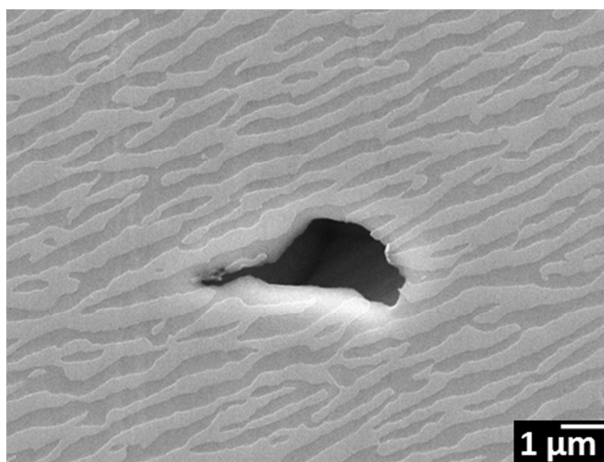


Figure I-95 : Fissuration d'un pore d'élaboration le long de l'interface γ/γ' après un tir OEI 30s suivi de 113h de fluage à 1050°C et 140MPa sur éprouvette orientée [102]

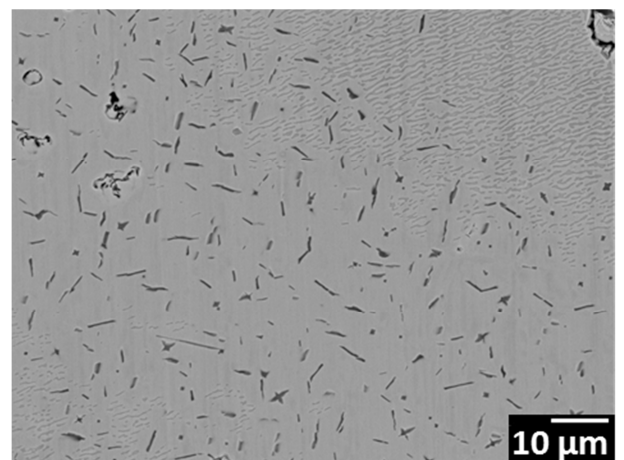


Figure I-96 : Apparition de phases TCP au cœur de l'éprouvette après un tir OEI 30s suivi de 113h de fluage à 1050°C et 140MPa sur éprouvette orientée [102]

c) Bilan

Ces essais multi-interrompus ont permis une caractérisation plus fine l'effet de la mise en radeaux sur le comportement. Ils nous permettent de conclure d'une part, que la mise en radeaux s'effectue suivant des directions de type $\langle 100 \rangle$, quelle que soit l'orientation cristalline et la direction de chargement. D'autre part, la désorientation cristalline secondaire impose une seule et unique direction de coalescence pour l'orientation cristalline [101] même si les premiers stades de coalescence se font suivant deux directions.

I.3.3 Structures de dislocations

Comme pour l'évolution de la morphologie et du taux de γ' , les structures de dislocations à cœur du matériau ont été observées sur une éprouvette d'orientation cristalline [563] ayant subi un préfluage à 1050°C et 140MPa pendant 6.5 heures et un tir OEI de 150s sur le banc THALIE. La courbe de déformation enregistrée pour cet échantillon est présentée en Figure I-97. La déformation atteinte est de 0.35%. Ces observations ont été réalisées après refroidissement des échantillons sous chargement mécanique depuis la température d'essai, évitant ainsi des effets de restauration par retour à l'ambiante. Les lames ont été prélevées par coupe oblique par rapport à l'axe de déformation afin de pouvoir observer et la microstructure γ/γ' et les arrangements de dislocations aux interfaces et dans chacune des phases. Le plan moyen des lames observées est (-0.95 ; -0.19 ; 0.24).

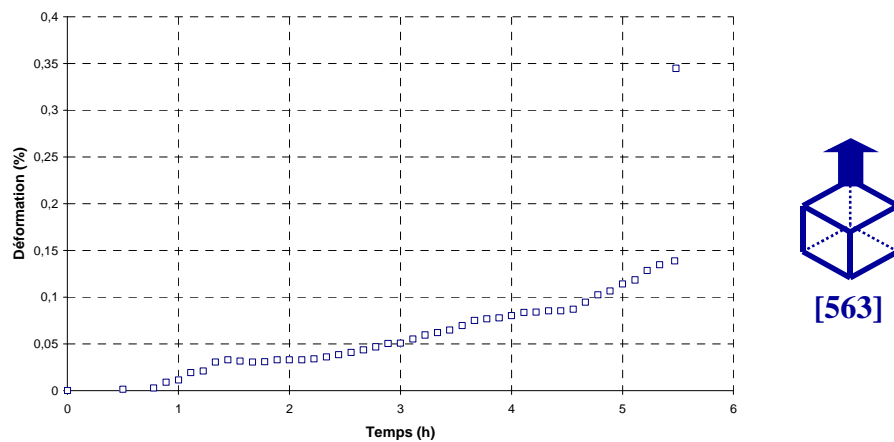


Figure I-97 : Courbe de déformation de l'échantillon caractérisé en microscopie électronique en transmission à TU Berlin. Trajet de chargement = 6.5h à 1050°C/140 MPa + 150s à 1200°C et 145 MPa sur le banc THALIE

Une fine précipitation tertiaire est clairement observée dans les couloirs de matrice à l'issue de la surchauffe de 150 secondes sur le banc THALIE et de la procédure de refroidissement utilisée, comme cela était attendu (Figure I-98). Cette fine précipitation tend vers une morphologie cuboïdale et possède une taille d'environ 30 à 40 nm. Ces fins précipités sont en revanche absents dans le voisinage immédiat des précipités secondaires non dissous (sur une largeur d'environ 30 à 40 nm), comme cela a été précédemment observé par Link & Epishin récemment [70].

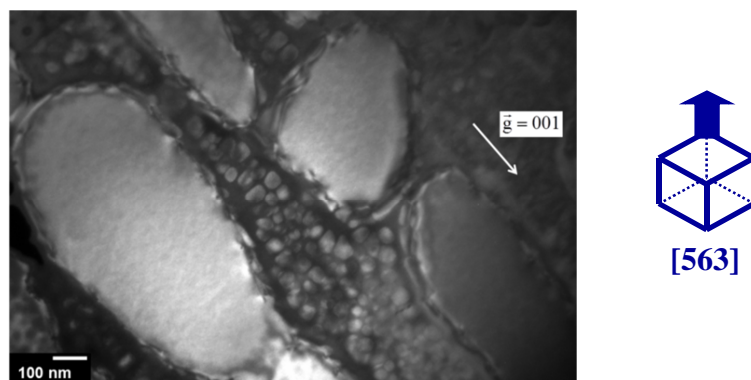


Figure I-98 : Mise en évidence de la précipitation tertiaire dans les couloirs de matrice

Trois principaux constats peuvent être dressés à partir des observations MET en champ clair et en champ sombre sur cet état microstructural (Figure I-99, Figure I-100 et Figure I-101) :

- ✓ L'évolution de la microstructure est différente entre les zones dendritiques et interdendritiques. La mise en radeaux est plus prononcée dans les dendrites comme en témoignent les Figure I-99-a et Figure I-99-b ;
- ✓ Une forte activité plastique (comparativement à des observations réalisées en stade II de fluage isotherme à 1050°C [3]) est observée dans les couloirs de matrice, sous la forme de dislocations courbées (Figure I-99-a, Figure I-99-c et Figure I-101-b) ou de segments de dislocations quasi-rectilignes ;
- ✓ Une activité plastique prononcée dans la phase γ' est également observée. L'analyse des vecteurs de Burgers de ces dislocations en utilisant un critère d'extinction classique $g \cdot b = 0$ a permis d'identifier des dislocations de type $\langle 110 \rangle$ et majoritairement de type $\langle 100 \rangle$. La Figure I-100 montre un exemple de dislocation de type $a \langle 100 \rangle$ montant dans un radeau de phase γ' .

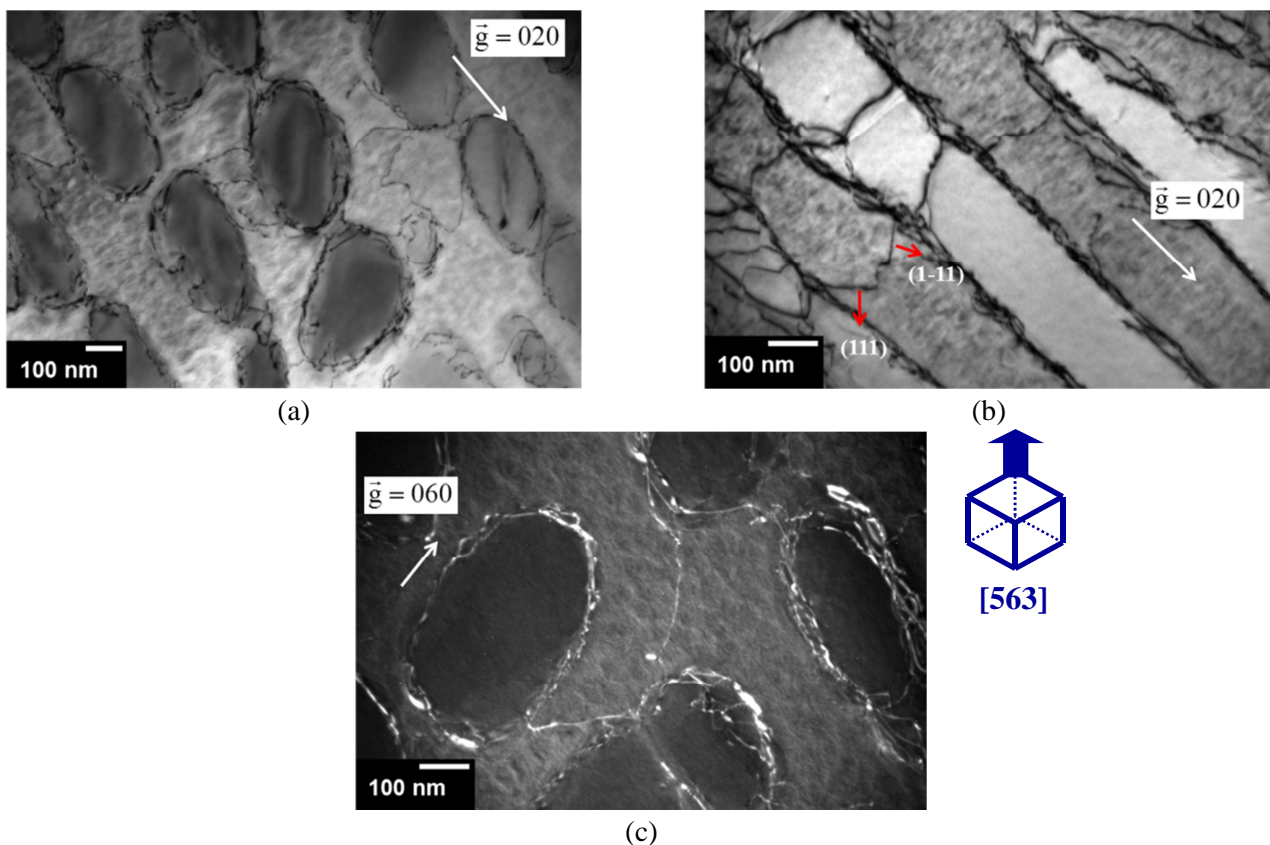


Figure I-99 : Activité plastique dans la matrice dans une zone interdendritique (a) et dendritique (b). La coalescence semble moins prononcée dans la zone interdendritique. Notons également de nombreuses dislocations de matrice courbées (a) ou avec des segments rectilignes (b) identifiées comme étant des dislocations de type $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle \{111\}$. Les contrastes obtenus en champ sombre dans une zone interdendritique permettent de noter une densité de dislocations dans γ' quasi nulle (c)

L'objectif de ces caractérisations étant d'identifier les modes de glissements actifs lors de la déformation en fluage anisotherme d'un échantillon d'orientation proche $[111]$, de ce fait notre attention ne s'est pas portée sur les réseaux d'interface et sur leur stabilité. L'analyse s'est portée sur les dislocations de matrice et sur l'analyse de leur plan de glissement, en particulier, sur des segments de dislocations quasi-rectilignes, les dislocations courbées étant par essence de type $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle \{111\}$.

Des exemples de plans de glissements de celles-ci sont reportés en Figure I-99-b, Figure I-101-a et Figure I-101-b sous la forme de flèches avec identification du plan de glissement. Il ressort de ces identifications concernant environ quarante segments que la majorité d'entre elles (~ 85 à 90%) glissent sur des plans de type $\{111\}$. Quelques glissements cubiques ont bien été identifiés comme en atteste la Figure I-101-b, mais ceux-ci restent minoritaires dans la population analysée, et bien plus encore si l'on considère l'intégralité de la population de dislocations de la matrice (*i.e.* avec les dislocations courbées).

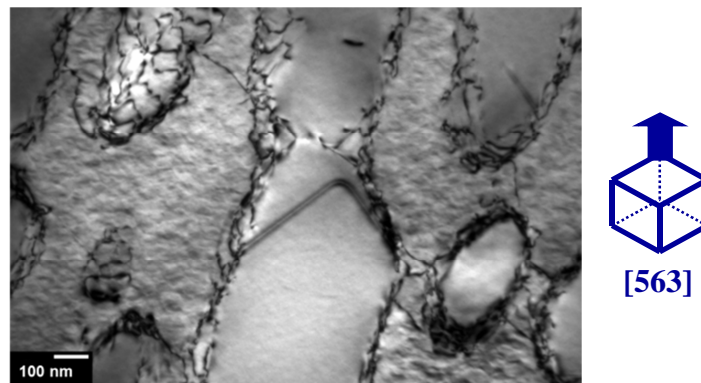


Figure I-100 : Mise en évidence de dislocations de type $a\langle 100 \rangle$ montant dans la phase γ' . Plan de lame $(-0,95 -0,19 0,24)$, lame « tiltée » proche $[-100]$, réflexion $\langle 200 \rangle$

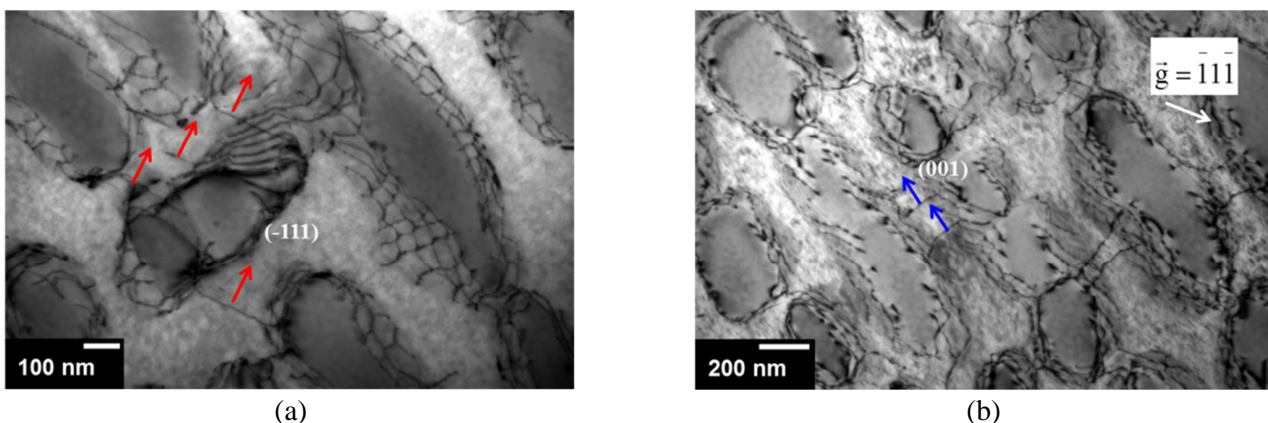


Figure I-101 : Activité plastique dans la matrice avec mise en évidence d'une activité plastique majoritairement sur les systèmes octaédriques (a) et quelques rares dislocations glissant suivant des plans $\{001\}$ (b)

Même si le calcul du facteur de Schmid pour cette orientation proche $[111]$ donne une valeur plus élevée pour les systèmes de glissement cubiques (0.48) que pour le système de glissement octaédrique le plus chargé (0.42), ces observations nous permettent de déduire que le mode de glissement cubique peut être négligé. Ainsi, il ne sera pas considéré dans l'utilisation de modèle de plasticité cristalline POLYSTAR présenté en Partie II.

I.3.4 Essais thermomécaniques complexes

Des essais thermomécaniques complexes ont été réalisés sur l'orientation $[001]$ afin de générer une base de données d'essais qui a permis d'alimenter le modèle POLYSTAR. Un essai complexe avec cyclage depuis un niveau de référence à basse température et des essais simplifiés de dimensionnement de type AMT ou 150H ont ainsi été mis en œuvre. La procédure et les conditions thermomécaniques des essais ont été préalablement détaillées au §I.2.4.4. Pour chaque type d'essai sont extraits des résultats macroscopiques tels que la déformation totale ou plastique et des données microstructurales tels que la morphologie ou la fraction volumique de phase durcissante γ' .

I.3.4.1 Essai complexe BT

L'objectif de l'essai est de mesurer et de quantifier l'impact de surchauffes à haute température ($1000^{\circ}\text{C} < T < 1100^{\circ}\text{C}$) en partant d'un niveau de référence à basse température et contrainte moyenne, *i.e.* un domaine où la microstructure de précipitation reste cuboïdale sur de longues durées.

a) Déformation plastique cumulée

La courbe de déformation brute de l'essai complexe avec cyclage thermique depuis une température nominale basse (850°C) et une contrainte d'amplitude moyenne est représentée en Figure I-102-a. Un traitement numérique a été effectué sur la courbe de fluage brute afin de lisser les surchauffes et de ne pas tenir compte de la dilatation thermique et de la variation de la déformation élastique dues à l'augmentation de la température (Figure I-102-b). Ainsi, seule la déformation plastique cumulée est prise en compte pour obtenir la courbe représentée en Figure I-103. On rappelle qu'après onze cycles comportant alternativement des surchauffes à 1000°C et 1050°C , l'éprouvette a subi une dernière surchauffe à 1100°C . Cette surchauffe a provoqué la rupture de l'éprouvette (fin de la courbe en Figure I-102-a).

On observe d'un part une augmentation significative de la déformation à chaque surchauffe à 1050°C . D'autre part, on note que cette augmentation de déformation est plus élevée à chaque cycle. En effet, il existe un facteur 3 entre le saut de déformation du premier cycle et celui du dernier cycle. En revanche, on observe un faible incrément de déformation après chaque surchauffe à 1000°C (Figure I-102-b).

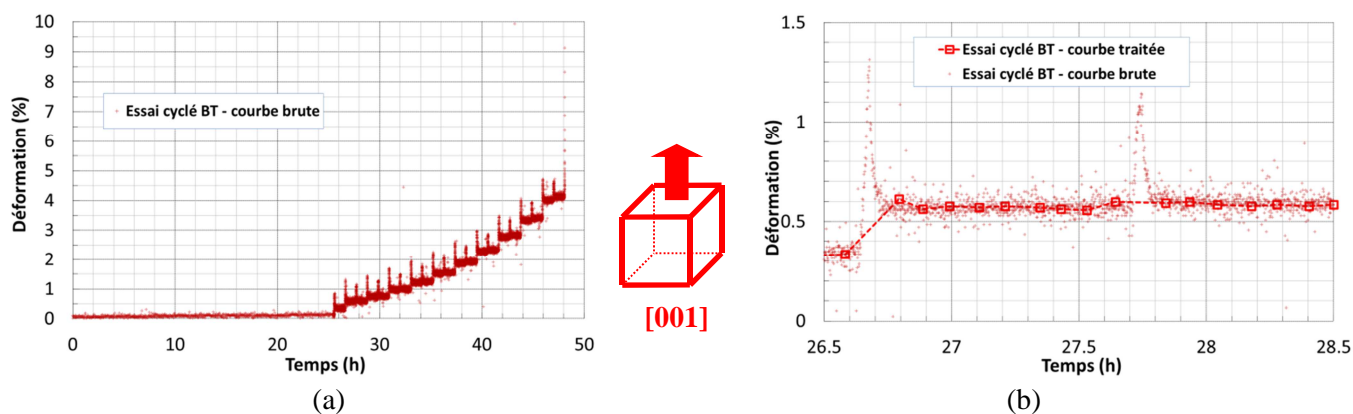


Figure I-102 : Déformation enregistrée au cours de l'essai cyclé BT – (a) courbe totale brute sur tout l'essai, (b) zoom sur un cycle avec courbe brute et courbe traitée

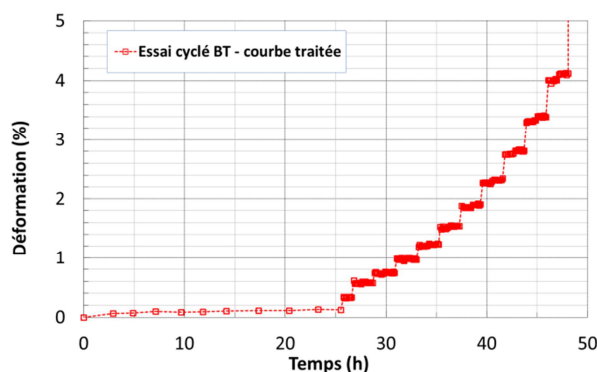


Figure I-103 : Déformation plastique cumulée au cours de l'essai cyclé BT – courbe totale traitée sur tout l'essai

b) Caractérisation microstructurale

La microstructure analysée en fin d'essai est très diversifiée selon la zone d'observation. En effet, à cette température nominale de 850°C, la coalescence de la microstructure est très lente (~ 300 à 500 heures sont nécessaires sous cette charge). C'est pour cela que la Figure I-104 présente une micrographie hors zone de localisation de la déformation où l'on peut observer une mise en radeaux naissante (Figure I-104-a) avec des résidus de matrice piégés dans de la phase γ' en cours de coalescence (Figure I-104-b). Une micrographie proche de la zone de rupture met en évidence une mise en radeaux là aussi incomplète, mais déstructurée (Figure I-104-c), en raison de la rotation locale du réseau cristallin sous l'effet de la triaxialité du champ de contrainte lors de la rupture finale. Enfin la Figure I-104-d met en évidence que la rupture finale est contrôlée, en plus de la forte plasticité, par l'amorçage de fissures à partir de pores d'élaboration.

En résumé, le cyclage thermique depuis un état nominal BT permet d'accélérer la mise en radeaux quand bien même les modes d'endommagement observés sont analogues à ceux observés lors du fluage isotherme du MC2 à 850°C [71].

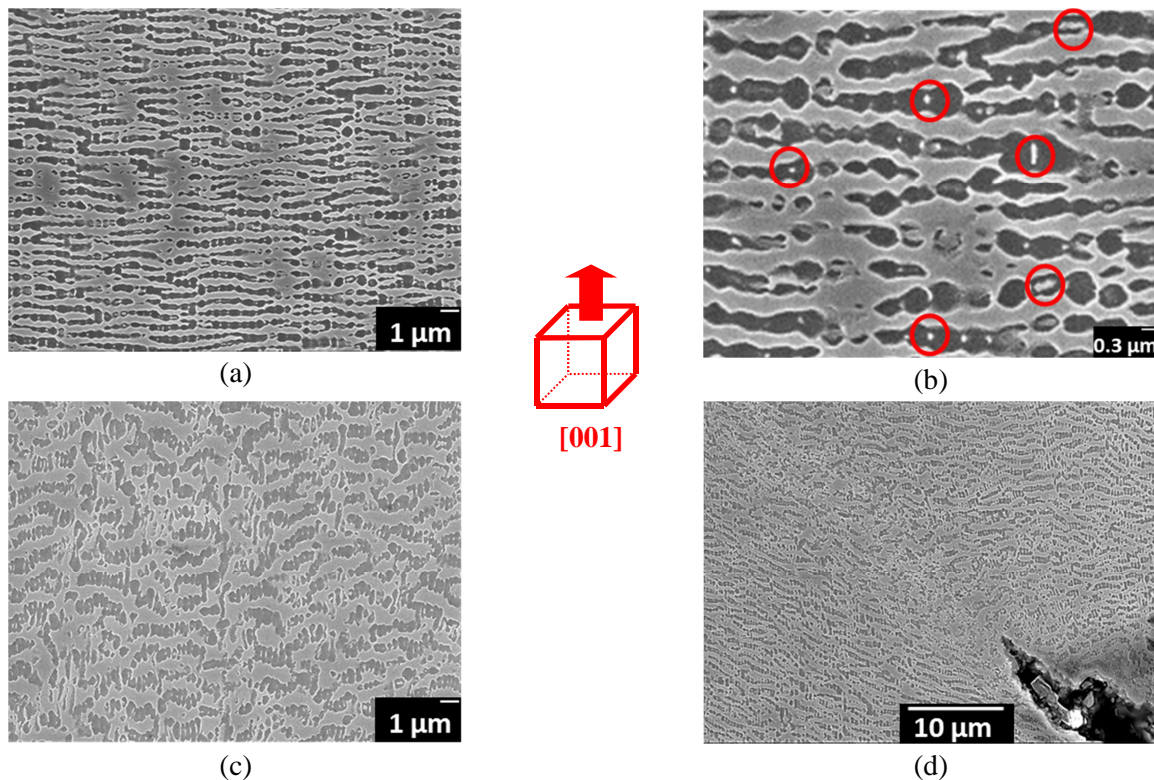


Figure I-104 : Microstructure mixte en fin d'essai cyclé BT – (a) mise en radeaux naissante au cœur de l'éprouvette, (b) résidus de matrice piégés dans de la phase γ' en cours de coalescence (cercles rouges), (c) radeaux déstructurés proche de la zone de rupture, (d) fissuration à partir de pore avec modification de microstructure dans la zone d'endommagement préférentielle

I.3.4.2 Essais simplifiés de dimensionnement sur le banc BAFA : AMT

Rappelons que l'objectif d'un essai sur le banc BAFA est de reproduire les conditions thermomécaniques d'un essai de dimensionnement et de certification de turbomoteurs d'hélicoptères. L'essai AMT1 est étudié dans son intégralité alors que seul le fluage isotherme post-cyclage est étudié dans l'essai AMT2.

En effet, parmi les deux cycles AMT de l'essai AMT2, le premier est similaire à celui de l'essai AMT1 alors que le second est inexploitable. Une perte du signal lors de ce cycle a rendu l'exploitation de la courbe de déformation impossible.

a) Déformation totale : AMT1

La déformation plastique cumulée n'a pas pu être extraite de la déformation totale malgré la métrologie performante du banc. En effet, en plus des faibles efforts appliqués qui engendrent de très faibles déformations plastiques, les transitoires thermiques très rapides employés, couplés à des temps de paliers trop courts, ne permettent pas d'atteindre systématiquement l'équilibre thermique sur la longueur totale de l'éprouvette et donc, de découpler déformation élasto-thermique et viscoplastique. Par conséquent, les résultats sont présentés en déformation totale.

On peut néanmoins observer sur la courbe de déformation du préfluage isotherme de l'essai de type AMT (Accelerated Mission Test) une apparition de fluage négatif en début d'essai comme le montre la Figure I-105, déformation « négative » non imputable à des variations temporelles de températures au niveau de la zone de mesure compte tenu de la cinétique du phénomène. Ce phénomène a aussi été observé lors d'un essai AMT réalisé sur le banc MAATRE et non détaillé dans ce manuscrit. Les évolutions des conditions thermomécaniques et de la déformation totale au cours des cycles AMT sont présentées en Figure I-106 avant de détailler l'évolution de la déformation totale du fluage isotherme post-cyclage en Figure I-107. Pour cet essai complexe, deux éprouvettes ont été utilisées : la première a permis d'obtenir une caractérisation microstructurale après le cycle AMT alors que la deuxième était dévolue à l'essai de post-cyclage puis à une caractérisation en fin d'essai.

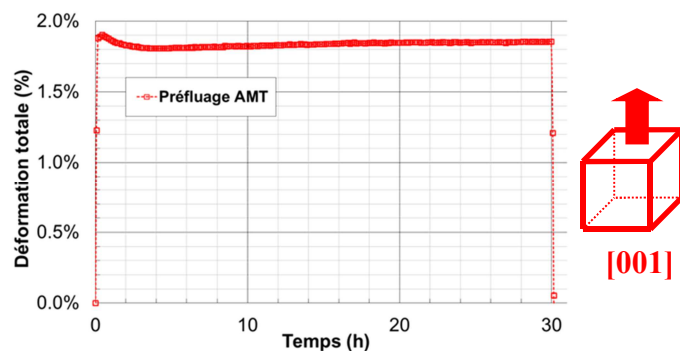


Figure I-105 : Déformation totale au cours du préfluage isotherme de l'essai AMT

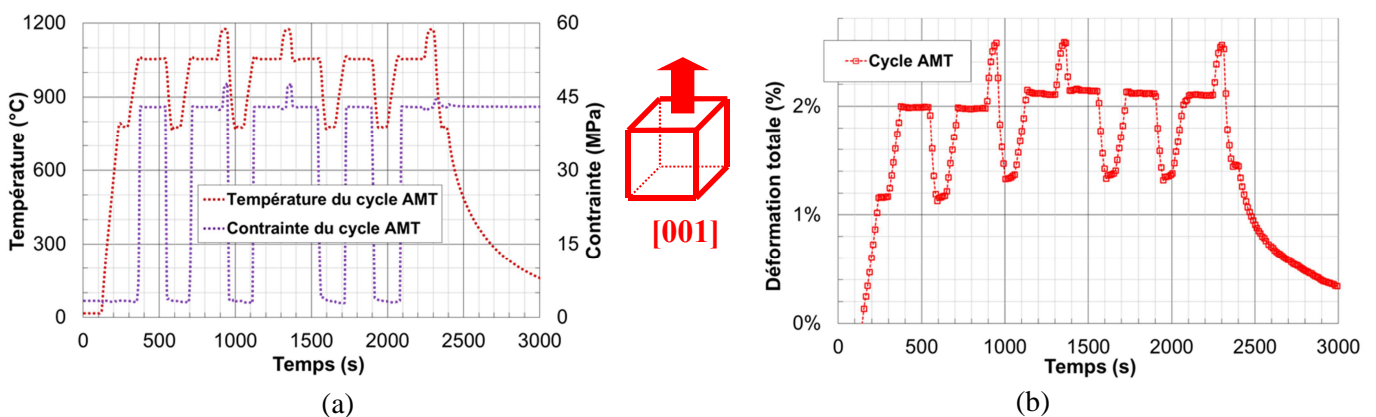


Figure I-106 : Evolutions au cours du cycle AMT – (a) de la contrainte et température appliquées, (b) de la déformation totale

En comparant les deux courbes de la Figure I-106, on peut constater que la thermique a une composante importante dans la courbe de déformation totale puisque les différents sauts et paliers de température correspondent sur les deux figures. Néanmoins, une légère augmentation de la déformation totale peut être observée sur la Figure I-106-b sur les paliers, sauts de déformation pouvant être amputée à de la déformation plastique cumulée. Enfin, on peut noter que l'essai de post-cyclage de l'essai AMT1 en Figure I-107 n'a pas pu être mené jusqu'à rupture pour des raisons techniques alors que le post-cyclage de l'essai AMT2 est mené à terme (Figure I-108).

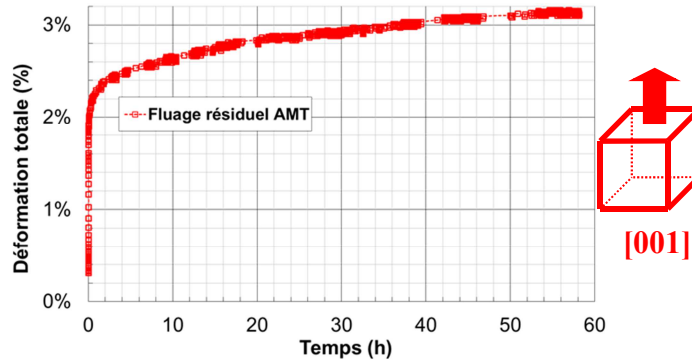


Figure I-107 : Déformation totale au cours du fluage isotherme post-cyclage AMT1

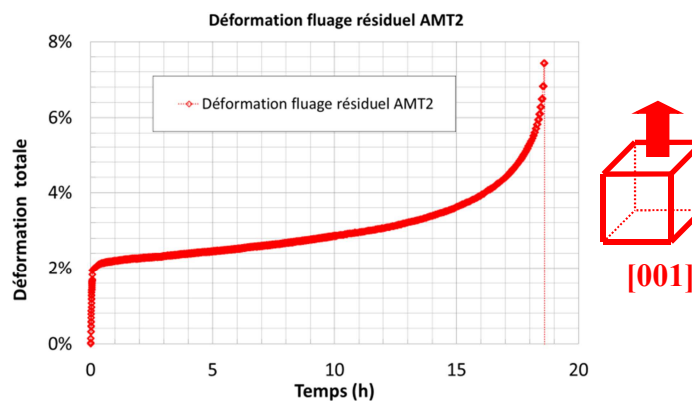


Figure I-108 : Déformation totale au cours du fluage isotherme post-cyclage AMT2

b) Caractérisations microstructurales

i. Observation après le cycle AMT

Des observations microstructurales à différents grossissements ont été effectuées afin de permettre la détermination des fractions volumiques de précipités secondaires et tertiaires. Les observations suivantes ont été réalisées à l'issue de la période de cyclage thermomécanique de l'essai AMT1 (*i.e.* à la fin des cycles présentés en Figure I-106). Les observations ont été effectuées au cœur de l'éprouvette et on y relève que la coalescence est déjà bien avancée à l'issue de cet essai de type AMT (Figure I-109-a et b). De plus, on constate la présence de précipitation tertiaire dans les couloirs de matrice en Figure I-109-c, ce qui permet de confirmer les observations de la littérature [41] après une surchauffe.

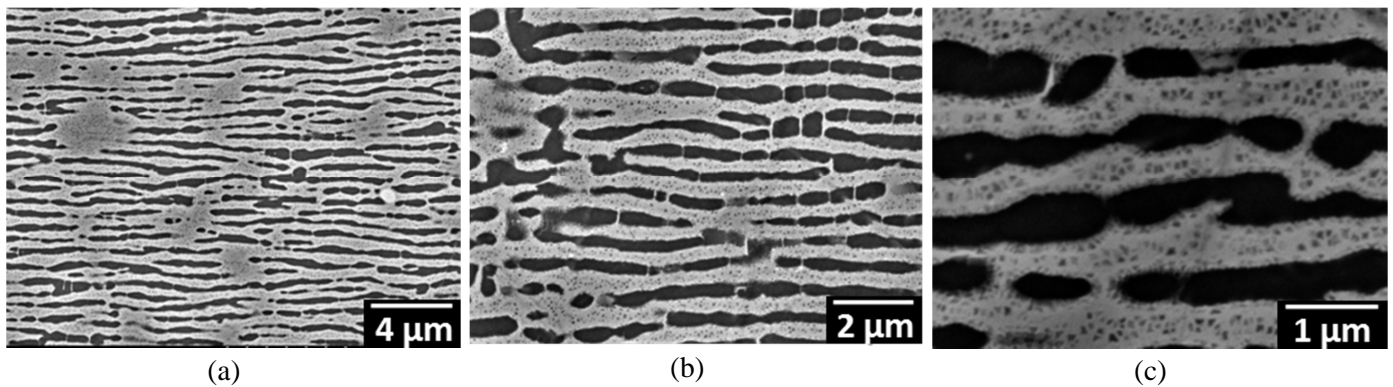


Figure I-109 : Exemples de micrographies servant à l'analyse des précipités sous divers grossissements – (a) x5000, (b) x10000, (c) x25000

Les analyses micrographiques donnent les résultats suivants (Tableau I-7) en termes de fraction volumique de précipités secondaires (non dissous) et tertiaires :

Essai	Fraction volumique γ' (%)								
	Type de précipité	Moyenne x5k	Ecart type x5k	Moyenne x10k	Ecart type x10k	Moyenne x25k	Ecart type x25k	Moyenne	Ecart type
AMT1	Secondaire	39.24	2.60	40.77	2.75	38.67	4.83	39.24	2.51
	Tertiaire	-	-	-	-	1.33	1.30	1.33	1.73

Tableau I-7 : Résultats de l'analyse micrographique de l'essai AMT1

ii. Observation après le post-cyclage

Des analyses complémentaires après le post-fluage de l'essai AMT1 ont été effectuées dans l'objectif d'alimenter le modèle POLYSTAR. Ces caractérisations microstructurales permettent de déterminer d'une part, les fractions volumiques de précipités en cours d'essai grâce à des clichés tels que ceux présentés en Figure I-110 et d'autre part, elles permettent de remarquer que la mise en radeaux est totalement établie et que la précipitation tertiaire est dissoute.

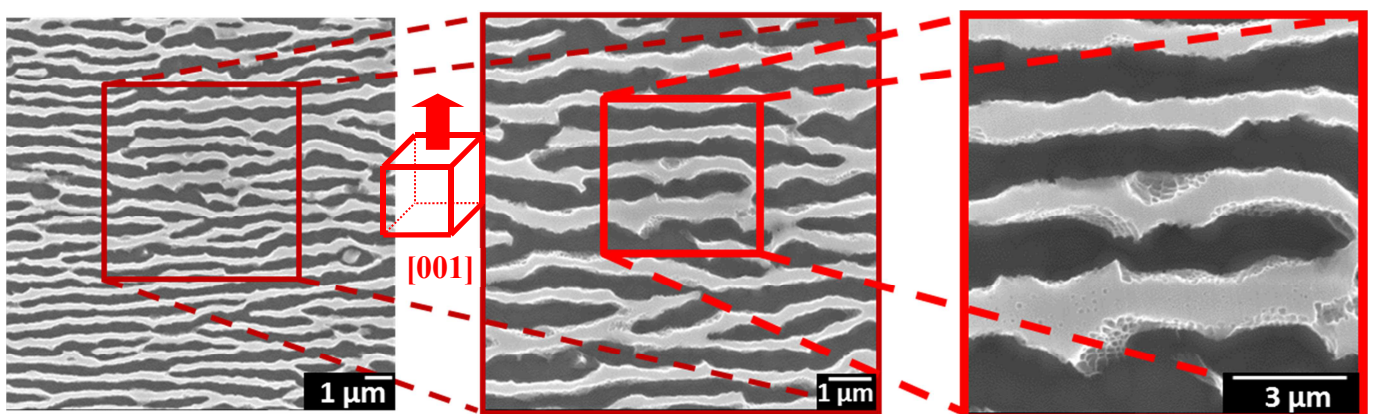


Figure I-110 : Microstructure en radeaux en fin d'essai AMT1

De plus, ces caractérisations ont aussi permis de mieux comprendre les mécanismes de rupture observés, notamment via la de nucléation de pores de déformation (comme illustré sur la Figure I-111) et la croissance de pores de fonderie. Ces mécanismes seront discutés dans le chapitre suivant (§I.4.2).

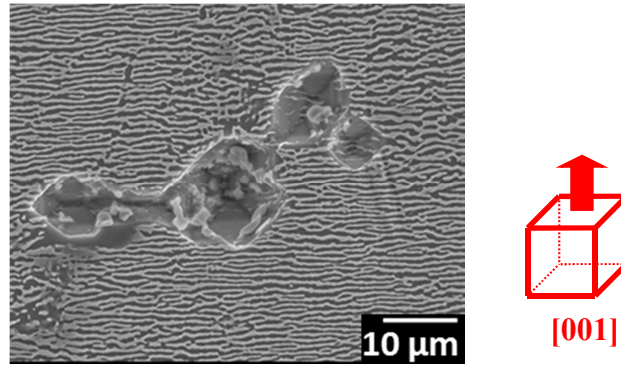


Figure I-111 : Nucléation de pores de déformation en fin d'essai AMT1

I.3.4.3 Essai de dimensionnement sur MAATRE : 150H

Tous comme les essais réalisés sur le banc BAFA, l'essai 150H réalisé au banc MAATRE a pour but de reproduire les conditions thermomécaniques rencontrées sur une section de pale HP lors d'un essai moteur de certification. A la différence de la procédure BAFA, l'essai a été réalisé dans son intégralité sur le banc MAATRE, *i.e.* dans un environnement de combustion.

a) Déformation

Un extrait des cycles réels réalisés sur le banc MAATRE est présenté en Figure I-112. La courbe montre l'évolution de la température en fonction du temps des trois derniers cycles du stade 2 et celle du stade 3.

La courbe de déformation plastique cumulée, extraite de la courbe de déformation totale à laquelle a été enlevée la déformation thermoélastique est présentée en Figure I-113. L'allure macroscopique (Figure I-113-a) de la courbe de déformation lors des stades (I et II) de cyclage thermique est similaire à une courbe de fluage isotherme HT avec un stade primaire (peu marqué) puis un stade de fluage secondaire. Lors du stade OEI, une forte augmentation de la déformation est logiquement constatée. Néanmoins, sur chaque palier de température, on observe des vitesses de fluage différentes en rapport avec l'évolution de la température, comme en atteste la Figure I-113-b.

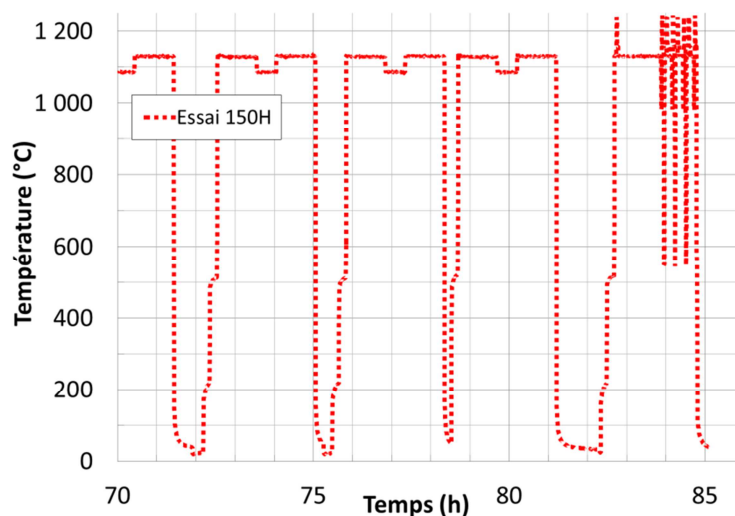


Figure I-112: Extrait de l'évolution de la température expérimentale au cours de l'essai 150H sur le banc MAATRE (adapté de [64])

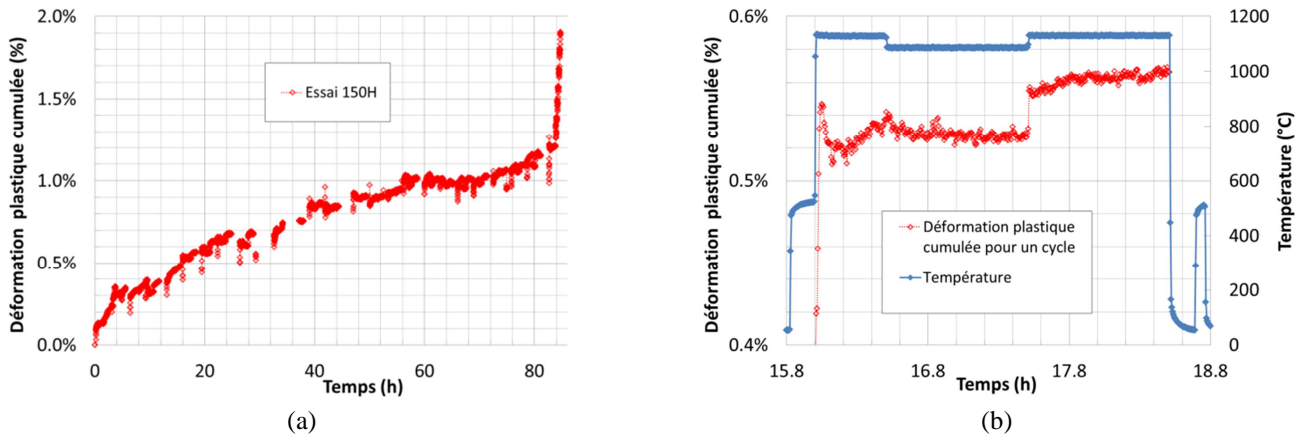


Figure I-113: Déformation plastique cumulée au cours de l'essai 150H – (a) essai complet, (b) agrandissement sur un cycle élémentaire (adapté de [64])

b) Caractérisation microstructurale

Des observations microstructurales à différents grossissements ont été effectuées en suivant la procédure décrite au paragraphe §I.2.3.2-b) afin de permettre la détermination des fractions volumiques de précipités secondaires et tertiaires en fin d'essai. Les observations ont été effectuées au cœur de l'éprouvette et on y relève que la coalescence est déjà bien avancée à l'issue d'un essai de ce type (Figure I-114). De plus, on constate la présence de précipitation tertiaire dans les couloirs de matrice en Figure I-114-b et Figure I-114-c, ce qui permet de confirmer les observations de la littérature [41] lors de cyclage thermique.

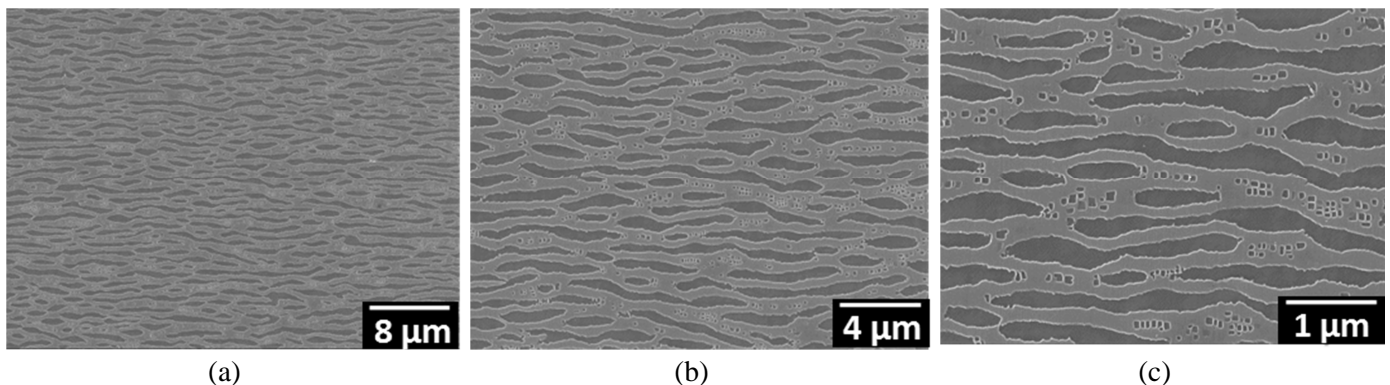


Figure I-114 : Exemples de micrographies traitées pour l'analyse des précipités – (a) x2500, (b) x5000 et (c) x10000

Les résultats des analyses stéréologiques sont présentés dans le Tableau I-7 en termes de fraction volumique de précipités secondaires (non dissous) et tertiaires :

Essai	Fraction volumique γ' (%)						
	Type de précipités	Moyenne D	Ecart type D	Moyenne ID	Ecart type ID	Moyenne	Ecart type
150H	Secondaires	39.0	0.003	41.8	0.006	40.4	0.02
	Tertiaires	0.42	0.001	0.23	0.0006	0.33	0.001

Tableau I-8 : Résultats de l'analyse micrographique de l'essai 150H – D=dendrite, ID=interdendrite

Des exemples d'analyses stéréologiques réalisées avec le logiciel Visilog à l'aide d'algorithmes développés au laboratoire sont présentés en Figure I-115 pour les précipités secondaires en radeaux et pour les précipités tertiaires.

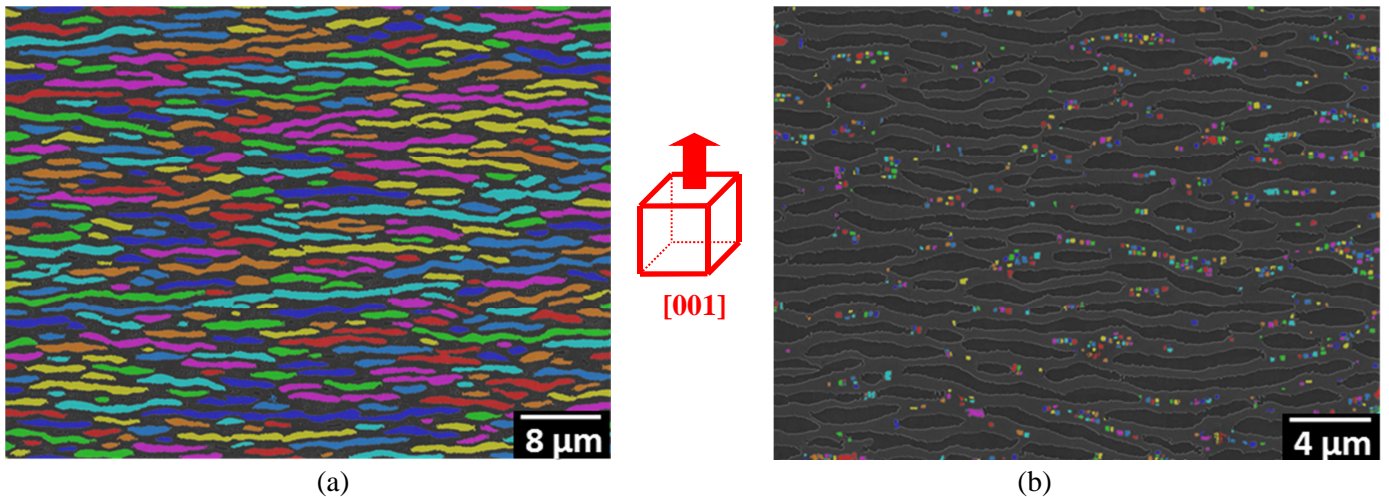


Figure I-115 : Exemples de micrographies traitées pour l'analyse des précipités – (a) x2500, (b) x5000

Les observations de la microstructure ont également permis de révéler l'apparition de pores de déformation (cercle rouge en Figure I-116). D'une part, le niveau de déformation atteint en fin d'essai est cohérent avec l'apparition de pores de déformation (Figure I-116). D'autre part, des microfissures amorcées à partir de pores qui viennent « déchirer » les radeaux établis sont observées (Figure I-116). Ces observations viennent alimenter la discussion en §I.4.2 concernant les mécanismes de rupture.

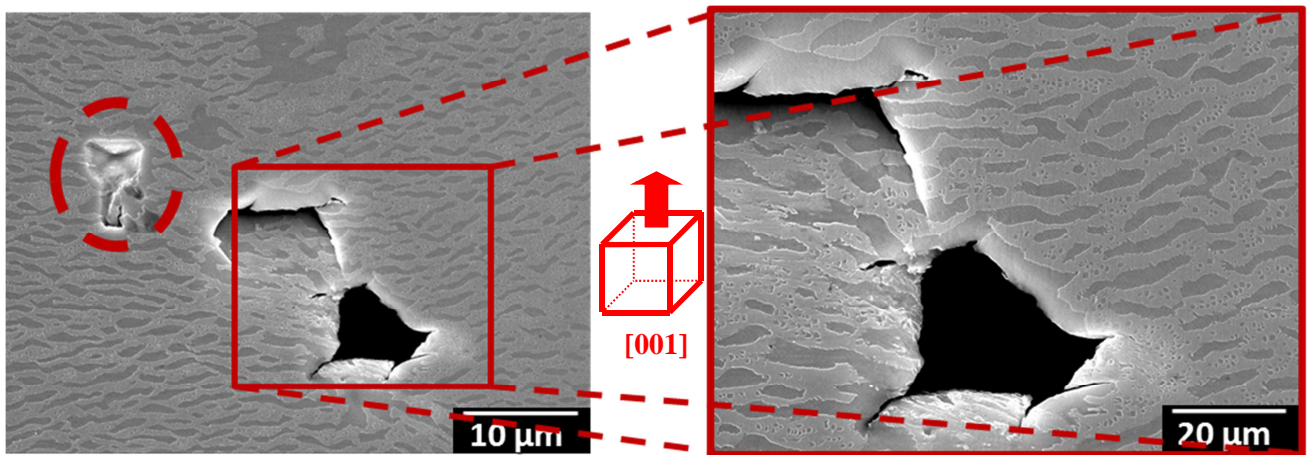


Figure I-116 : Apparition de pores de déformation (cercle rouge) et amorçage de fissures à partir de pores (encadré)

Synthèse I.3 :

L'un des objectifs de cette étude est d'obtenir une meilleure compréhension des effets de l'anisotropie cristalline sur le comportement en fluage.

Pour atteindre cet objectif, des essais de fluages isothermes et anisothermes ont été effectués sur trois orientations cristallines qui balaient le triangle stéréographique : [101], [102] et [563].

Les résultats montrent que :

✓ *les DDV sont significativement inférieures dès que l'orientation cristalline est éloignée de [001] (jusqu'à un facteur 50),*

- ✓ peu ou pas de fluage primaire apparaît dans le comportement des orientations [101] et [563],
- ✓ en présence de surchauffes unitaires de courte durée, le cumul de dommage est linéaire pour l'orientation [101],
- ✓ une surchauffe unitaire a un effet bénéfique sur la DDV des orientations cristallines [102] et [563].

Les observations microstructurales effectuées sur les éprouvettes des essais montrent que :

- ✓ les faciès de rupture finale sont lisses et d'aspect final « fragile » pour toutes les orientations testées, malgré une striction diffuse des échantillons ;
- ✓ la mise en radeaux des précipités γ' s'effectue suivant des directions de type $\langle 100 \rangle$, quelle que soit l'orientation cristalline et la direction de chargement ;
- ✓ la désorientation cristalline secondaire impose une seule et unique direction de coalescence pour l'orientation cristalline [101] quand bien même les premiers stades de coalescence se font suivant deux orientations ;
- ✓ après une surchauffe, des dislocations sont présentes dans la phase γ et sont de type $a \langle 100 \rangle$ dans la phase γ' . Elles glissent majoritairement sur les systèmes octaédriques dans la matrice.

Un autre objectif de cette étude était d'effectuer des essais thermomécaniques complexes sur l'orientation [001] afin d'alimenter le modèle POLYSTAR présenté en Partie II.

Les essais réalisés sur les bancs BAFA et MAATRE sont représentatifs des conditions thermomécaniques de sections de pales HP lors d'un essai de développement et de certification des moteurs d'hélicoptères. De ces essais, sont extraites les courbes de déformation et les fractions volumiques de précipités γ' .

L'essai cyclé thermiquement à partir d'un niveau de référence à basse température est représentatif des conditions vues par le bas du profil aérodynamique d'une pale HP. De cet essai est extraite la courbe de déformation plastique cumulée.

Dans ces conditions, le cyclage thermique accélère la mise en radeaux quand bien même les modes d'endommagement observés restent analogues à ceux observés en fluage isotherme BT/ σ M du MC2.

I.4 DISCUSSION

Ce chapitre vise à analyser et à discuter les comportements en fluage isothermes et anisothermes obtenus pour les diverses orientations étudiées à la lumière des caractérisations microstructurales.

Les résultats et les caractérisations obtenus lors de cette étude ont suscité les interrogations suivantes :

- ✓ Quels sont les mécanismes d'endommagement qui expliquent de tels abattements de DDV sur les orientations cristallines éloignées de [001] ?
- ✓ Quels sont les facteurs de dispersion des résultats ?
- ✓ Quelle est l'influence de l'orientation cristalline sur le comportement ?
- ✓ Quel est l'impact d'une surchauffe unitaire sur l'orientation cristalline, tant vis-à-vis du comportement post-surchauffe que de la DDV ?

I.4.2 Mécanismes de rupture

L'analyse des modes d'endommagement a été réalisée via un essai multi-interrompu réalisé sur une éprouvette d'orientation cristalline [101] et par tomographie sur deux éprouvettes d'orientation [563]. D'autres essais sur éprouvettes d'orientations cristallines [102] et [563] ont aussi permis de valider les mécanismes de rupture discutés dans ce paragraphe. Les caractérisations des éprouvettes issues de ces essais montrent que la rupture d'une éprouvette fortement désorientée par rapport à [001] en fluage s'effectue toujours suivant le même mode. Ce mode d'endommagement est donc détaillé et analysé dans ce paragraphe.

I.4.2.1 Etude de pores

Le Graverend [72] montre dans ses travaux que la modification locale des champs de contraintes/déformations autour des pores implique la modification de la microstructure γ/γ' et plus particulièrement l'épaississement des couloirs de matrice. En effet, avec de telles conditions de contraintes et de températures – HT et σF – l'écoulement plastique est plus facile dans les couloirs amenant ainsi à une densité de dislocations plus élevée notamment aux interfaces γ/γ' . Il démontre ainsi qu'il ne suffit pas de considérer les pores seuls comme variable d'endommagement, mais également leur densité et la microstructure γ/γ' modifiée au voisinage des pores par le champ mécanique induit. En effet, il est clairement visible en Figure I-117 que la DDV la plus faible est obtenue pour une taille de pore la plus faible, mais également pour la plus forte densité de pores.

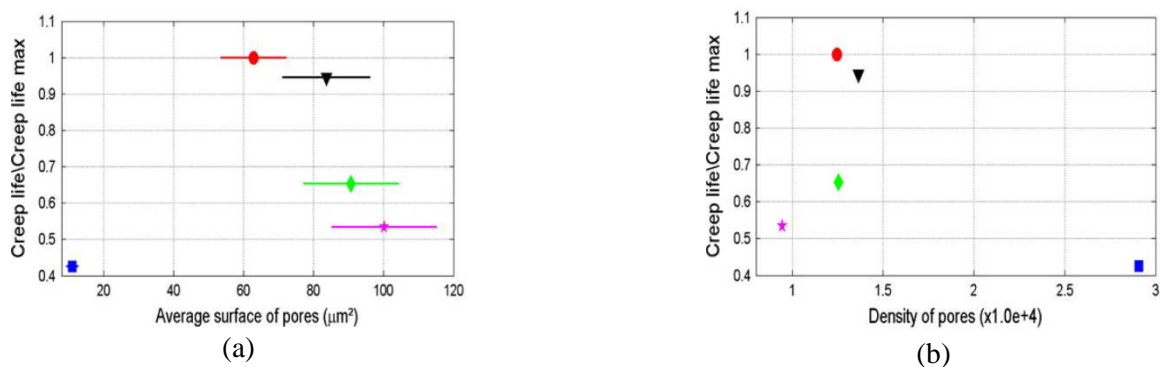


Figure I-117 : Analyse stéréologique post mortem de pores après fluage à 1050°C et 160 MPa d'éprouvette MC2. Evolution de la DDV en fonction de – (a) la surface moyenne des pores, (b) la densité de pores [72]

Suite à l'observation d'éprouvettes désorientées, des constats ont pu être effectués autour des différents pores rencontrés en surface et au cœur des éprouvettes. En effet, deux types de pores se démarquent :

- ✓ les pores de solidification et d'homogénéisation qui seront qualifiés de pores d'élaboration par la suite (Figure I-118-a) ;
- ✓ les pores de déformation générés par la déformation de fluage à haute température ($T > 900^{\circ}\text{C}$) comme le pore de la Figure I-118-b. Il est possible d'identifier, dans ce dernier cas, des traces de plans de glissement aux interfaces de ces pores qui présentent généralement un aspect très géométrique.

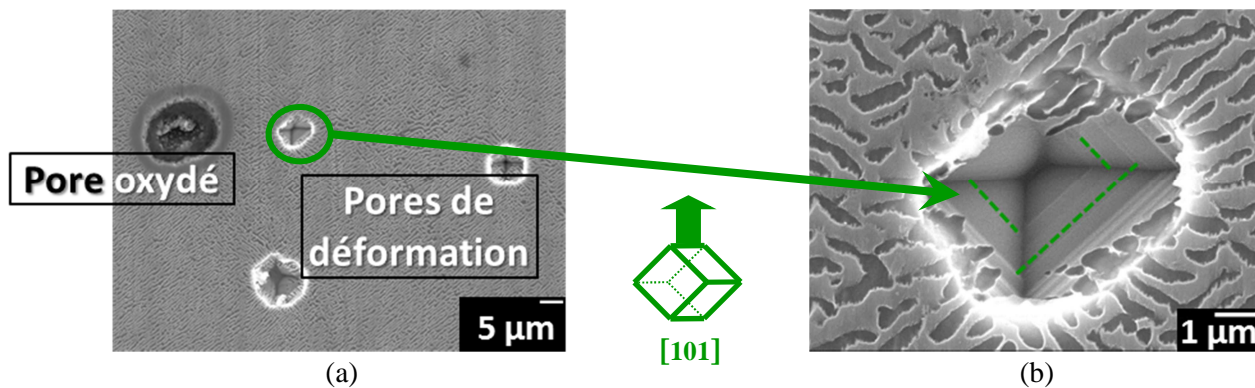


Figure I-118 : Pore d'élaboration oxydé et pores de déformation (a) et zoom sur un pore de déformation présentant des traces de plans de glissement après un tir OEI 30s sans préfluage + 20h de fluage résiduel à 1050°C et 140MPa sur une éprouvette d'orientation $[101]$

c) Pores d'élaboration

Lors de la solidification du matériau, les régions dendritiques et interdendritiques varient en fonction du gradient thermique au niveau du front de solidification et de la vitesse de tirage de l'alliage en fusion. Des pores se forment alors dans les espaces interdendritiques lorsque celles-ci se contractent au moment de leur solidification. L'orientation des axes des dendrites imposée sur les éprouvettes désorientées permet de constater une localisation privilégiée de ces pores. Quand les micropores se forment entre les bras secondaires des dendrites, il en résulte un alignement des pores le long des directions de type $\langle 100 \rangle$ [32].

Les clichés de la Figure I-119 réalisés sur un échantillon d'orientation $[102]$ montrent un alignement des pores suivant la direction de l'axe primaire des dendrites, avec un espacement moyen entre alignement de pores d'environ 300 à $400\ \mu\text{m}$ (Figure I-119-c) correspondant bien à la largeur moyenne des espaces interdendritiques. Comparativement à une orientation cristalline $[001]$ où les pores sont alignés verticalement et parallèlement au chargement mécanique appliqué, on constate ici un alignement à environ 70 degrés de l'axe de chargement, rendant cette configuration probablement plus néfaste en termes de tolérance à la fissuration.

Les mêmes observations ont été faites sur des éprouvettes d'orientation cristalline $[101]$ en Figure I-120 avec un alignement de pores à environ 45 degrés de l'axe de chargement (Figure I-120-b).

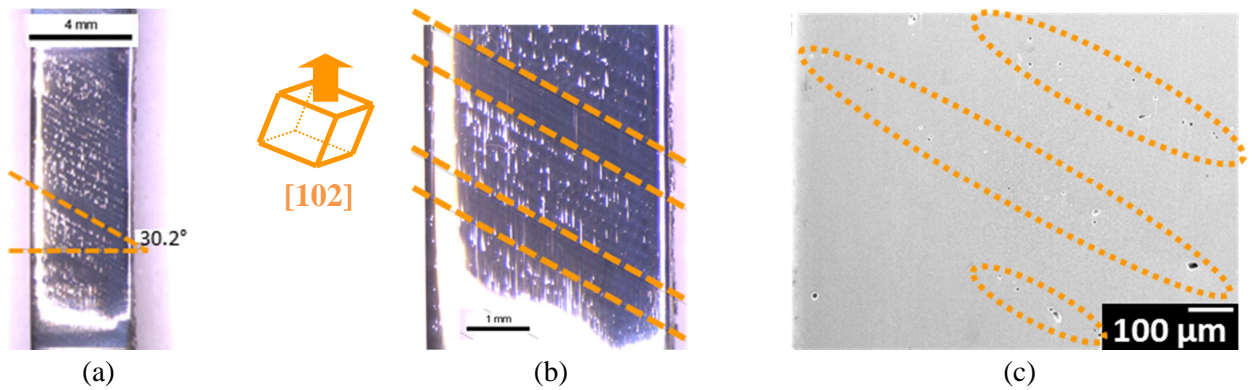


Figure I-119 : Microstructure observée par loupe binoculaire (a et b) et par MEB (c) après essais de fluage à 1050°C et 140 MPa présentant un alignement des pores parallèlement à la direction de croissance des dendrites pour une éprouvette orientée [102]

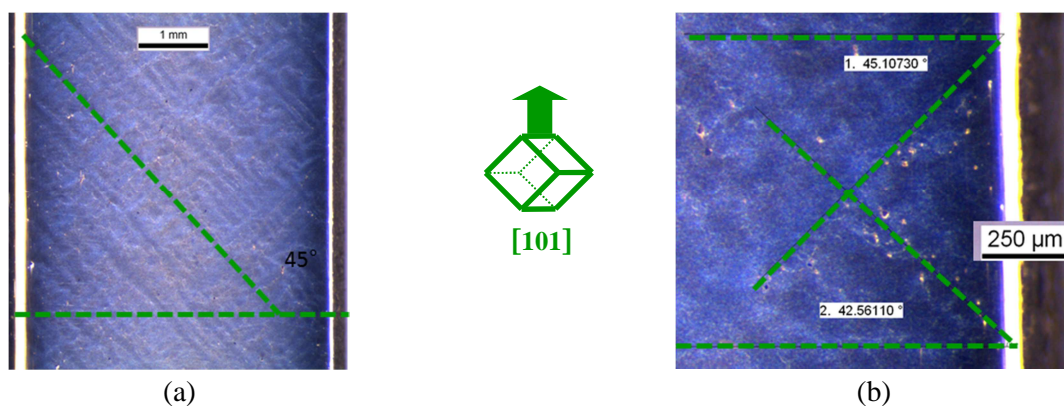


Figure I-120 : Microstructure observée par loupe binoculaire après essais de fluage à 1050°C et 140 MPa présentant un alignement de pores d'élaboration parallèlement aux bras primaires des dendrites pour l'orientation [101]

d) Pores de déformation

La Figure I-121 montre deux micrographies effectuées par tomographie à rayons X d'éprouvettes rompues d'orientation cristalline [563]. L'éprouvette en Figure I-121-a a subi un essai de fluage isotherme à 1050°C et 140 MPa jusqu'à rupture et l'éprouvette en Figure I-121-b a subi un essai de fluage anisotherme avec un tir OEI de 30 secondes suivi de fluage isotherme à 1050°C et 140 MPa jusqu'à rupture.

Les deux clichés présentent une inclinaison des dendrites proche de la zone de rupture du à la rotation du cristal. Ce phénomène de rotation est discuté dans le paragraphe §I.4.2.3.

Néanmoins des pores de différents types, notés P sur la Figure I-121, sont observés dans ces zones « tournantes ». Ces pores sont répartis de manière hétérogène dans l'éprouvette sollicitée en conditions anisothermes, est en plus forte proportion proche de la zone de rupture. De plus, ces pores sont plus gros que ceux observés sur l'éprouvette aux conditions isothermes.

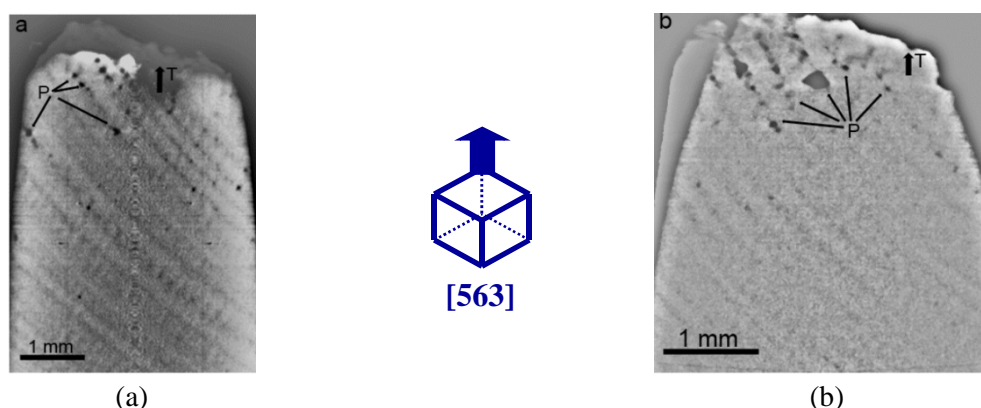


Figure I-121 : Microstructures observées par tomographie à rayons X après essais de fluage à 1050°C et 140MPa – (a) isotherme, (b) tir OEI 30s sans préfluage [73]

Une analyse plus fine par tomographie FIB avec reconstruction 3D des pores de déformation [73] permet de faire apparaître le cœur de leur structure. La Figure I-122-a donne un aperçu des caractéristiques et de la taille – 5 à 10 μm – d'un pore de déformation observé sur une éprouvette d'orientation cristalline [563] après rupture. La surface d'un plan de coupe est présentée en Figure I-122-b exposant clairement les bandes de glissement qui ont été présentées sur l'image MEB en Figure I-118-b.

De tels pores ne sont pas des cavités préexistantes inhérentes au processus de fabrication de l'éprouvette. En réalité, ils sont créés pendant l'essai mécanique par coalescence/condensation de lacunes induites par la montée des dislocations aux interfaces γ/γ' . Ces pores de déformation s'agrègent souvent aux interfaces γ/γ' comme le suggère Epishin [74]. Ils viennent ainsi modifier localement la microstructure et accélérer la fissuration telle que le détaille le paragraphe suivant.

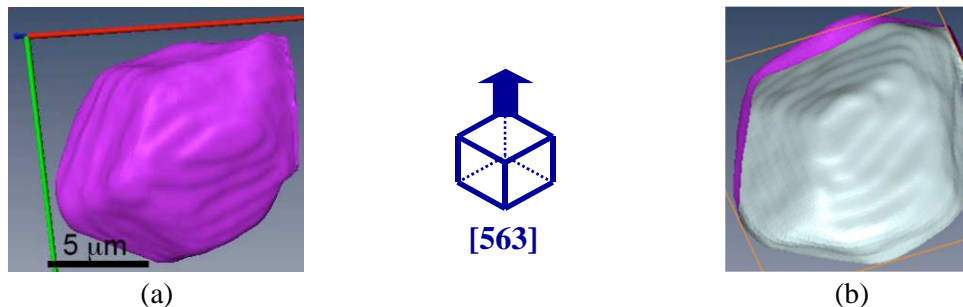


Figure I-122 : Reconstruction 3D d'un pore de déformation observée par tomographie FIB après essais de fluage à 1050°C/140MPa – (a) vue 3D, (b) surface d'un plan de coupe [73]

I.4.2.2 Etude de fissures

Les travaux de Mälzer montrent que le fluage tertiaire et la rupture du matériau proviennent principalement de la nucléation et de la croissance des pores d'élaboration [32]. Deux types de fissures s'amorçant à partir des pores peuvent être rencontrés et ce, quelle que soit l'orientation cristalline :

- ✓ des fissures, s'amorçant en mode I, « déchirant » les radeaux et qui cisailent l'interface γ/γ' en se propageant de manière normale à la direction de sollicitation comme le montre la Figure I-123 ;
- ✓ des fissures, s'amorçant en mode mixte, suivant l'interface γ/γ' et qui se propagent dans le sens de la mise en radeaux comme le montre la Figure I-124.

Les caractérisations microstructurales qui ont été effectuées sur les éprouvettes de la matrice d'essai de cette étude ont permis de montrer que même sur des orientations cristallines éloignées de [001], on peut observer les modes de fissuration que Mälzer présente dans ses travaux [32]. En effet, les deux modes de fissuration ont été observés sur l'orientation [101] comme en attestent les Figure I-123 et Figure I-124. On distingue sur la Figure I-123 deux fissures, issues d'un pore, traversant l'interface γ/γ' et cisillant les radeaux. Les microfissures s'ouvrent alors en mode I. On constate également en Figure I-124 cinq fissures issues de pores dont l'une d'entre elles se propage en suivant l'interface γ/γ' . Enfin, le même type d'observation a été effectué sur les autres orientations étudiées : en Figure I-125, des fissures se propageant en mode mixte sur l'orientation [102] et en Figure I-126, des fissures se propageant en mode I sur l'orientation [563].

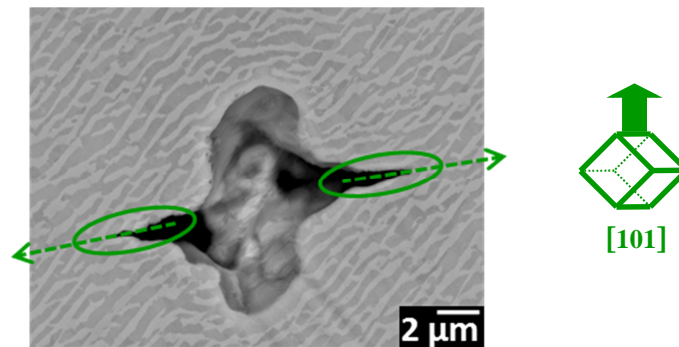


Figure I-123 : Microfissuration à partir de pores traversant l'interface γ/γ' ainsi que les radeaux – essai à rupture de fluage anisotherme à 1050°C et 140MPa ayant subi un tir OEI après 2h de préfluage pour une orientation [101]

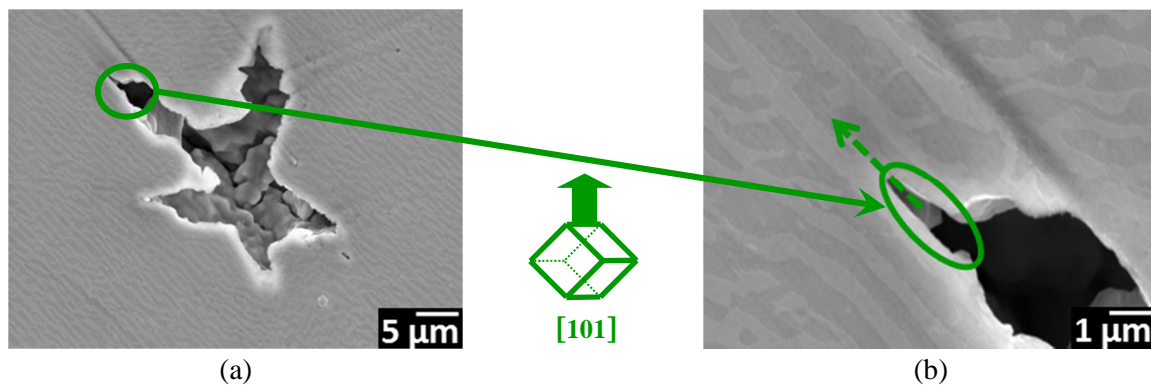


Figure I-124 : Microfissuration issue de pores (a) se propageant suivant l'interface γ/γ' (b) – essai à rupture de fluage anisotherme à 1050°C et 140MPa ayant subi un tir OEI après 35h de préfluage pour une orientation [101]

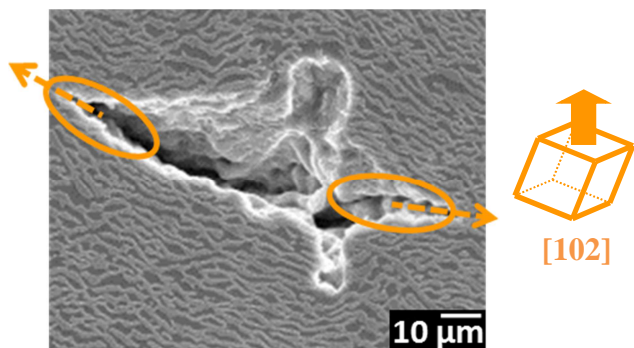


Figure I-125 : Microfissuration issue de pores se propageant le long de l'interface γ/γ' après un essai à rupture de fluage isotherme à 1050°C et 140MPa pour une orientation [102]

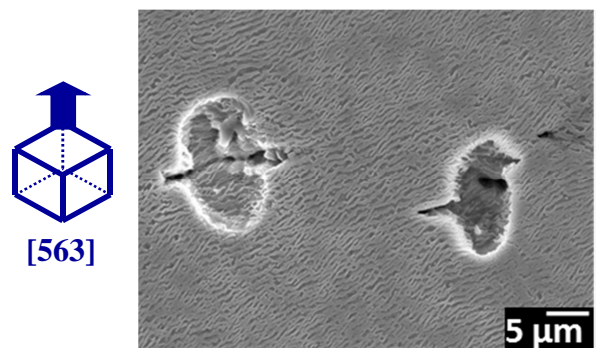


Figure I-126 : Microfissuration à partir de pores se propageant le long et à travers l'interface γ/γ' après un essai à rupture de fluage isotherme à 1050°C et 200MPa pour une orientation [563]

Les modes d'endommagement observés sur les éprouvettes d'orientations éloignées de [001] consistent donc en des micro-amorçages de fissures en mode I ou mixte apparaissant au cœur du matériau. Lors de la coalescence dirigée, les microfissures se propagent le long de l'interface γ/γ' des radeaux et suivent donc des directions parallèles aux alignements de pores d'élaboration dans les espaces interdendritiques (directions de type $\langle 100 \rangle$). Ainsi, dans le cas des éprouvettes désorientées, les radeaux guident le chemin de fissuration tel que l'observe Mälzer [32]. D'une part, cela implique que les radeaux canaliserait les fissurations, d'une part.

Ces deux phénomènes entraînent une rupture de l'éprouvette parallèle au plan des radeaux en provoquant des faciès de rupture d'aspect relativement planaire comparativement à ceux observés sur l'orientation cristalline [001] (Figure I-72). Ces faciès d'éprouvettes, en Figure I-127, présentent des normales au plan de rupture de type $\langle 001 \rangle$.

La morphologie en radeaux a une influence prépondérante sur le mode de rupture puisque la rupture de l'éprouvette ne s'effectue ni suivant un plan de cisaillement ni suivant la normale à l'axe de sollicitation. Il est à noter qu'en ce sens, la mise en radeaux est néfaste.

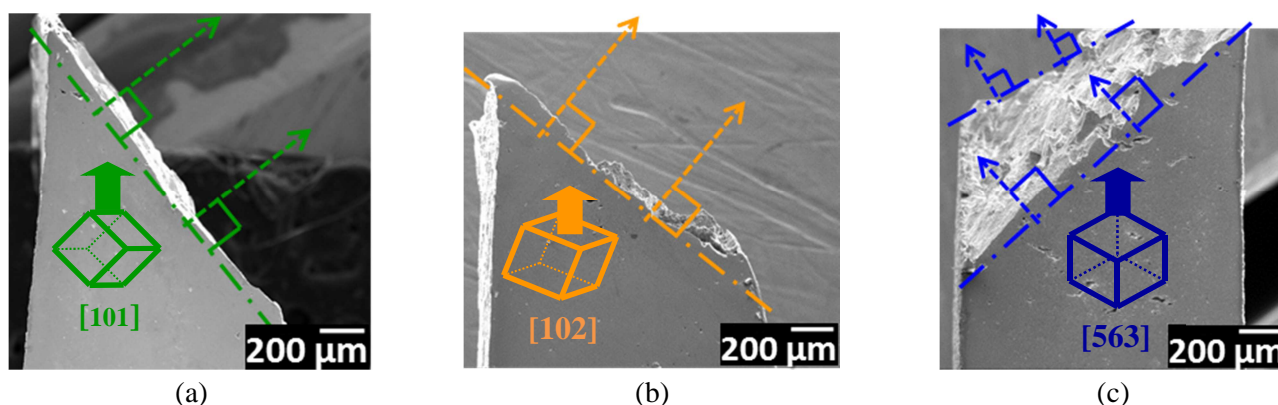


Figure I-127 : Faciès de rupture d'éprouvettes étudiées pour trois orientations cristalline avec une normale au plan de rupture de type $\langle 001 \rangle$ après essais de fluage à 1050°C mené à rupture pour les orientations – (a) [101], (b) [102], (c) [563]

I.4.2.3 Rotation cristalline

Les éprouvettes d'orientation cristalline [102] et [563] présentent un léger gauchissement après rupture (Figure I-128). Ce gauchissement s'explique dans la littérature par la théorie de Taylor [39], qui suppose que l'orientation cristalline [563] se réoriente progressivement en cours d'essai vers une orientation [111]. Le comportement d'un monocristal se caractérise alors par l'évolution de la cission résolue en fonction du cisaillement ou du taux de glissement (cission et cisaillement sur le plan et dans la direction du glissement).



Figure I-128 : Léger gauchissement d'une éprouvette orientée [563] après rupture en fluage

Afin de conforter cette théorie, deux caractérisations spécifiques supplémentaires ont été réalisées.

Tout d'abord, une analyse EBSD (Electron BackScattered diffraction, §I.2.3.3) a été réalisée. Cette technique a été mise en œuvre pour caractériser la modification d'orientation cristalline le long de l'éprouvette, de la tête jusqu'à la zone de rupture, pour un essai isotherme à 1050°C et 140MPa (Figure I-129). On note effectivement la rotation du réseau cristallin le long de l'éprouvette (Figure I-129-a) qui implique un changement d'orientation entre la tête de l'éprouvette et la zone de rupture (Figure I-129-b). La désorientation atteint, dans ce cas, plus de 20 degrés, comme le montre le profil de désorientation en Figure I-129-c.

Ces résultats sont en bon accord avec les caractérisations par tomographie à rayons X (§I.2.3.4) réalisées sur une éprouvette ayant également subi un essai isotherme à 1050°C et 140MPa. Les résultats obtenus permettent de visualiser le phénomène de rotation du cristal au cours de l'essai (rotation progressive de bras primaires de dendrites illustrée sur la Figure I-121 et Figure I-129-a).

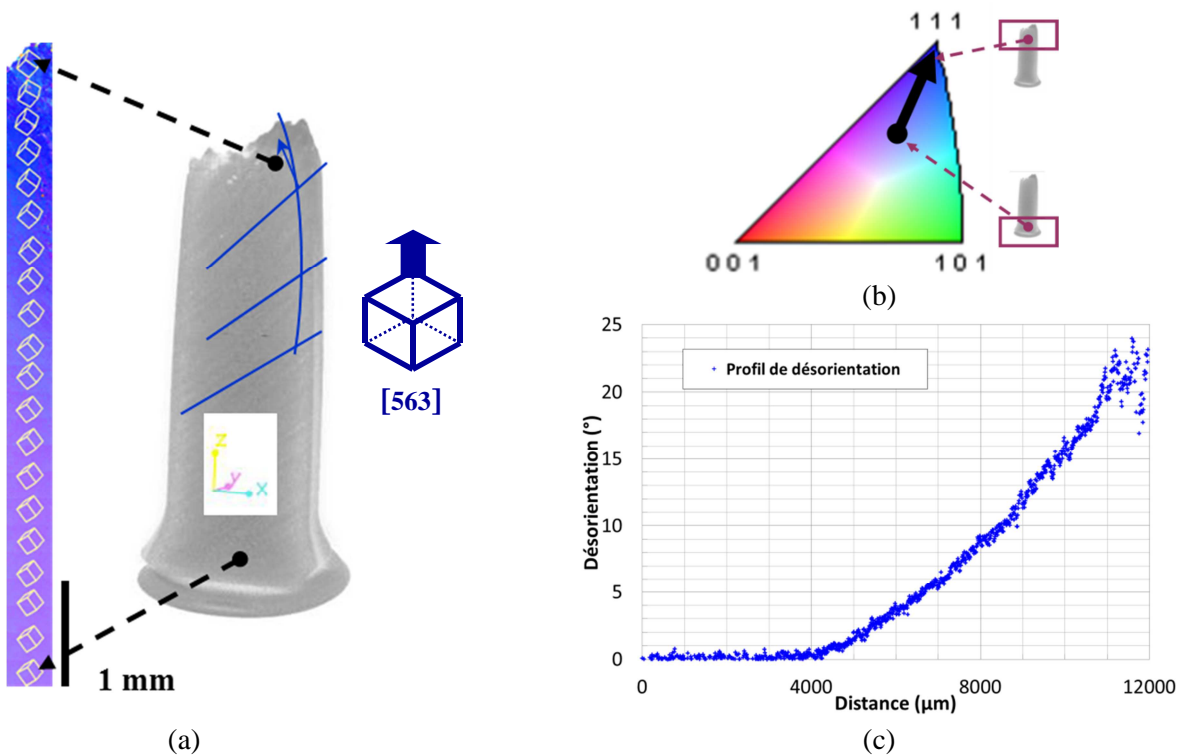


Figure I-129 : Profil d'orientation suivant l'axe de sollicitation d'une éprouvette orientée [563] ayant subi 1050°C, 140MPa

Ce phénomène de rotation cristalline a déjà été souligné par Ardanaki, Matan et MacLachlan [10,41,43-44,51,102] et explique d'une part les longs fluages tertiaires obtenus pour cette orientation cristalline (Figure I-69 et Figure I-84) et d'autre part les DDV réduites (Figure I-71).

La déformation plastique engendre la rotation du cristal pour une orientation cristalline métastable – du type [563] – ce qui engendre une évolution du facteur de Schmid. D'autre part, le module d'Young augmente en augmentant la cission résolue sur les systèmes de glissement. Cela induit donc une hausse de la vitesse de déformation plastique (Figure I-130). En parallèle, l'augmentation de la déformation modifie la contrainte locale au voisinage des pores et accélère ainsi la fissuration de l'alliage si celle-ci n'a pas déjà débutée.

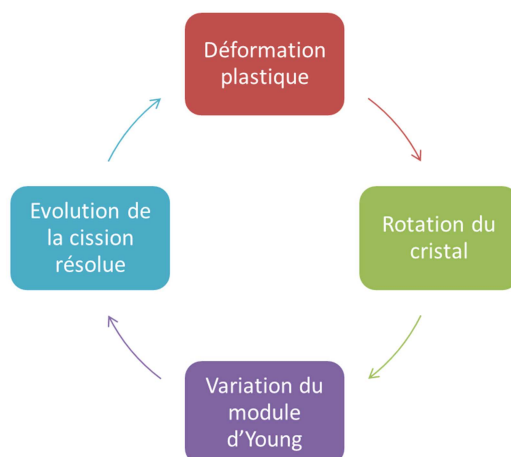


Figure I-130 : Schématisation du processus de déformation pour une orientation cristalline métastable

Ce constat incite fortement à l'utilisation de modèles de plasticité cristalline dont le tenseur d'orientation serait évolutif avec la rotation du cristal et dont les grandes déformations seraient prises en compte pour modéliser correctement le comportement en fluage pour des orientations cristallines relativement éloignées de [001] ou [111].

I.4.3 Dispersion des résultats

La maîtrise des essais réalisés dans cette thèse a été rendue délicate du fait, d'une part, des THT utilisées et d'autre part, des faibles sections des éprouvettes. Avant d'analyser et de discuter la pertinence des résultats, il est nécessaire d'estimer l'effet des incertitudes de mesure expérimentales sur les résultats de fluage.

Une des causes de dispersion des résultats d'essais est liée à la maîtrise de la thermique. Outre l'écart entre la température de l'éprouvette et la consigne, le gradient sur la partie utile de l'éprouvette influe également sur le résultat. Sébastien Dryepondt a montré dans le cadre de sa thèse [13], que des variations importantes, en termes de vitesse de fluage et de DDV, étaient liées au contrôle de la température d'essai THT. Une variation de $\pm 4^\circ\text{C}$ autour de la consigne conduit ainsi à des rapports de presque 2 à 1150°C sur les DDV (analyse sur la base de 18 essais sur l'alliage MC2 à 1150°C et 80 MPa), alors que ce rapport n'est que de 1,16 à 1050°C (analyse sur la base de 42 essais sur l'alliage MC2 à 1050°C et 140 MPa). Cette différence s'explique par une énergie d'activation cinq fois plus importante à 1150°C qu'à 1050°C dans une loi de fluage de type Norton-Bailey. L'autre source d'imprécision est liée à l'application de la charge. Il existe une incertitude sur la mesure de la section de l'éprouvette qui détermine l'effort à appliquer.

De plus, la provenance de plusieurs coulées mères différentes pour nos différentes orientations cristallines testées ([001], [102] et [101]-[563], [101] et [563] étant issues d'une même coulée mère) est une source de dispersion supplémentaire des résultats. En effet, ni les écarts de composition chimique ni le procédé de fonderie n'est parfaitement reproductible. Des différences en termes d'homogénéité et donc de taux de porosités à l'issue d'élaboration ne sont pas à exclure. Les défauts au sein du matériau à l'échelle de la dendrite, au même titre que la désorientation, risquent d'avoir un poids non négligeable dans le cas des parois minces puisque leur épaisseur ne représente que deux à trois distances interdendritiques.

La Figure I-131 présente des courbes de déformation plastique en fonction du temps pour chaque orientation cristalline étudiée. Lors de notre étude, on a observé que pour une même condition – 1050°C et 140 MPa pour chaque orientation cristalline – le comportement mécanique du matériau pouvait varier sensiblement.

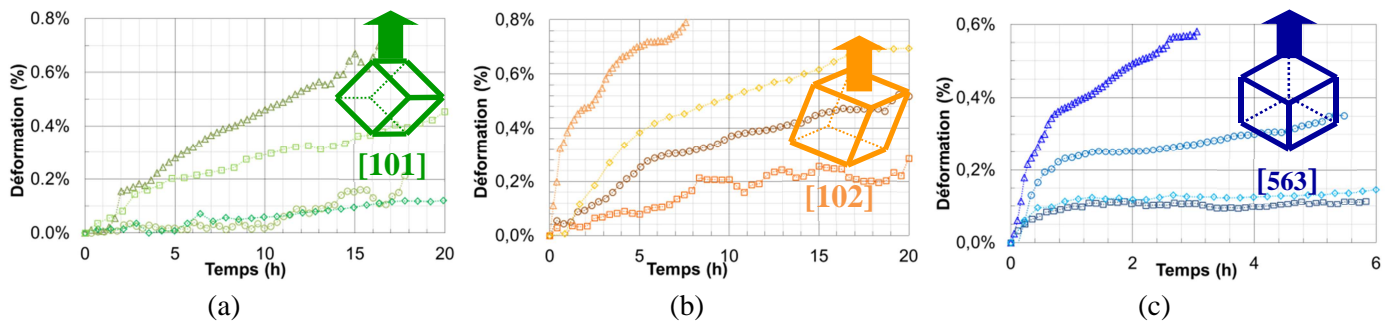


Figure I-131 : Dispersion sur le comportement en fluage à 1050°C pour chaque orientation étudiée – (a) [101], (b) [102], (c) [563]

La Figure I-132-a présente un exemple de DDV en fluage isotherme en fonction de la contrainte pour l'orientation [102] – issue de la Figure I-71-b – alors que la Figure I-132-b présente un exemple de vitesse de fluage isotherme en fonction de la contrainte – issue de la Figure I-70. Il est possible de constater d'après ces figures que les évolutions de la DDV ou de la vitesse de fluage en fonction de la contrainte appliquée ne suivent pas l'évolution logique couramment observée pour une orientation [001]. En effet, on observe une DDV maximale à 160 MPa pour l'orientation [102] et une vitesse de fluage minimale à 160 et 180 MPa pour l'orientation [563].

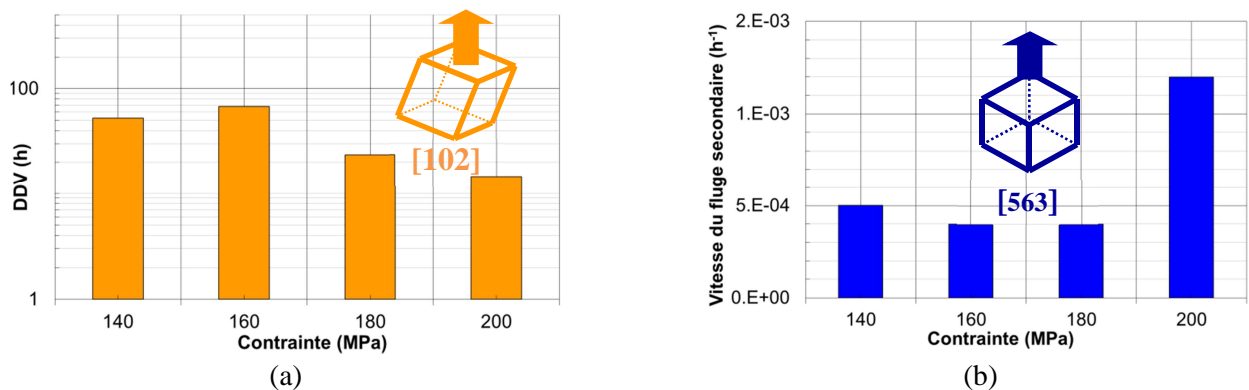


Figure I-132 : Histogrammes fonction de la contrainte de – (a) DDV isotherme pour l'orientation [102], (b) vitesse de fluage isotherme pour l'orientation [563]

Enfin, comme il a été mentionné en §I.2.1.1, les éprouvettes parois minces d'orientation cristalline [563], proche [111], ont eu leurs méplats usinés de manière aléatoire par rapport à l'orientation cristalline secondaire. En considérant une section d'éprouvette de type 3715 (Figure I-133-a), on constate que l'orientation des axes des dendrites peut faire varier la microstructure au regard des méplats de l'éprouvette. Un exemple schématique d'orientations différentes des axes de dendrites est présenté en Figure I-133-b sur lequel on observe une première microstructure avec un des axes parallèle aux méplats (en rouge sur la Figure I-133-b) quand la deuxième présente un axe normal aux méplats (en bleu sur la Figure I-133-b). Ayrault [75] montre qu'une désorientation de quelques degrés influence fortement le comportement en début de fluage. En effet, elle explique que pour une désorientation de 8 degrés par rapport à [011], une période d'incubation de 130 heures est observée à 950°C sous 240 MPa alors que pour une désorientation de 14 degrés aucune période d'incubation n'est observée. Cet écart engendre une grande dispersion sur la DDV de l'éprouvette. Cette incertitude sur l'orientation exacte des axes de dendrites vis-à-vis des méplats de l'éprouvette ajoute un facteur supplémentaire dans la dispersion des résultats obtenus sur l'orientation [563] et sur les amplitudes de fluages primaires observés en Figure I-131. Plus généralement, des variations d'orientation cristalline des échantillons, induites par le prélèvement des échantillons, aussi précis soit-il, peut engendrer des variations de comportement et de DDV en fluage assez prononcées.

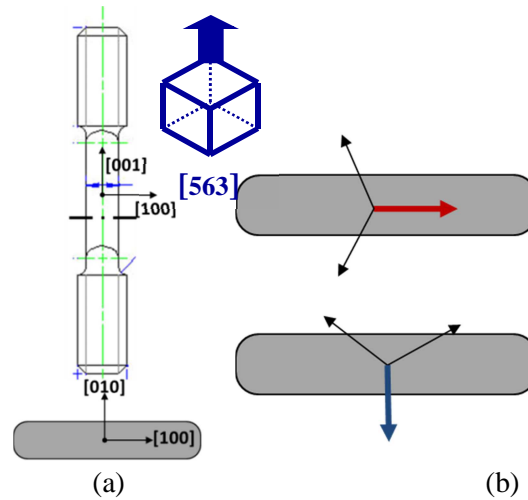


Figure I-133 : Section d'une éprouvette de type 3715 – (a) axes de l'éprouvette, (b) exemple d'orientation d'axes de dendrites

Finalement, un des facteurs majeurs de dispersion est étroitement lié au mode d'endommagement et à la cinétique de mise en radeaux inhérents au fluage de superalliage monocristallin. La littérature montre que les mécanismes de déformation et d'endommagement sur l'orientation [001] sont différents de ceux d'orientations éloignées de [001]. On a observé dans cette étude que la mise en radeaux est néfaste pour les trois orientations étudiées puisque dès qu'elle est établie, le fluage tertiaire débute. Le fait que peu de durcissement apparaisse pour les orientations éloignées de [001] [27] résulte du fait qu'il y ait peu d'interactions entre les systèmes de glissement. En effet, ces orientations présentent des facteurs de Schmid plus faibles – 0.42 pour [563] – et moins de systèmes de glissements activés – 4 pour [011] et 6 pour [563] et [102].

Enfin, au regard de ces résultats, il semble que la désorientation cristalline rende l'alliage plus sensible aux hétérogénéités microstructurales en termes de distributions spatiales des pores (sources de dommage), ce qui conduit à une dispersion plus prononcée.

I.4.4 Influence de l'orientation cristalline sur le comportement

Il a été constaté en §I.3.1.1 que l'orientation cristalline avait une influence significative sur le comportement en fluage des éprouvettes en MC2 monocristallin, en particulier, sur l'existence d'un fluage primaire et sur l'amplitude de celui-ci (Figure I-134).

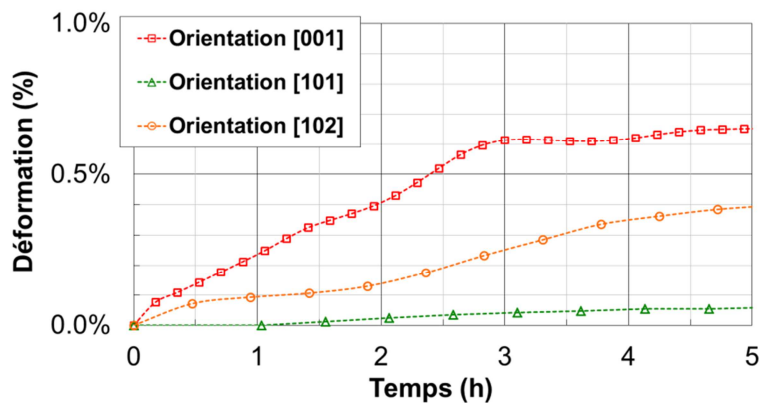


Figure I-134 : Comparaison des courbes de fluage isotherme sous une même contrainte pour diverses orientations cristallines dans les toutes premières heures de fluage

Afin de mieux comprendre l'origine de ces différences, une analyse de l'impact des contraintes de cohérence induites par le désaccord paramétrique de maille entre la phase γ et la phase γ' a été effectuée. Ce désaccord paramétrique, négatif dans le cas du MC2, engendre des contraintes de compression dans les couloirs de matrice et de traction dans les précipités en l'absence de chargement mécanique [76]. Pour une orientation cristalline [001], dès qu'un chargement mécanique de traction est appliqué, les contraintes de traction perpendiculaires aux interfaces γ/γ' et de compression parallèles aux interfaces γ/γ' sont accentuées dans les couloirs de matrice horizontaux alors que les couloirs verticaux sont soumis majoritairement à la contrainte appliquée moins les contraintes de cohérence (Figure I-135).

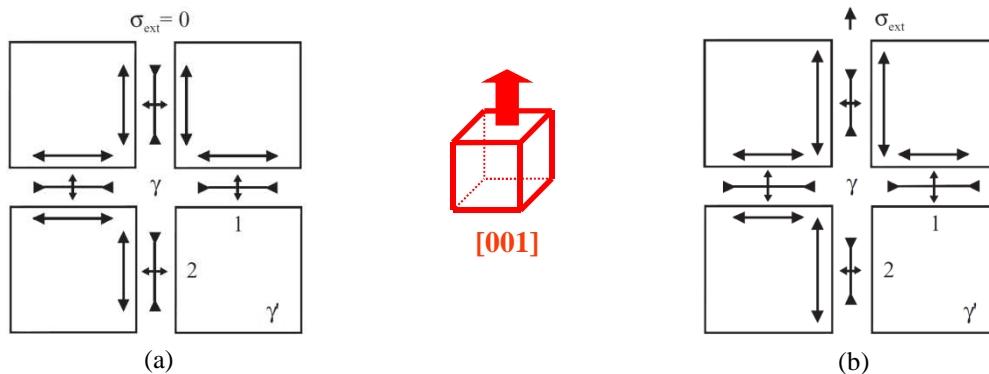


Figure I-135 : Illustration schématique des composantes de contraintes internes dans une microstructure de précipitation de type γ/γ' – (a) sans chargement extérieur, (b) avec chargement extérieur [76]

Des travaux entrepris par M. Andriamisandratra lors d'un stage de master effectué au sein de l'Institut Pprime sur le calcul de champs de contraintes dans les superalliages monocristallins ont permis de déterminer les contraintes internes à 1050°C à la fois sous un chargement purement thermique et sous une charge de 150 MPa en traction [77]. Ce calcul a été effectué en utilisant un calcul sur un volume élémentaire représentatif de la structure γ/γ' cuboïdale de l'alliage du type de celui déjà utilisé par Pollock [78] avec des conditions aux limites anti-périodiques. Ce calcul a été effectué à la fois sur une microstructure présentant un taux volumique de phase γ' de 70% et un taux volumique de 50%, représentatif de l'état d'équilibre en taux de γ' à 1050°C. Dans ces simulations, les états de contraintes internes résultent des différences de constantes d'élasticité utilisées pour les deux phases, ainsi que des différences de coefficients de dilatation thermique. Suite à ce calcul avec une microstructure à l'équilibre thermodynamique, les contraintes internes parallèles et normales aux couloirs horizontaux ont respectivement été estimées à -300MPa et 0 MPa sans chargement externe. En effet, la contrainte de compression normale aux couloirs horizontaux est tellement faible qu'elle est négligée dans ce calcul sans modifier pour autant l'analyse des contraintes de cohérence. Alors par symétrie, il en est de même pour les couloirs verticaux (Figure I-136). On observe une différence significative de l'état des contraintes internes entre les couloirs horizontaux et les couloirs verticaux. Cette différence explique en partie le processus de mise en radeaux qui se met en place par la suite [36,104].

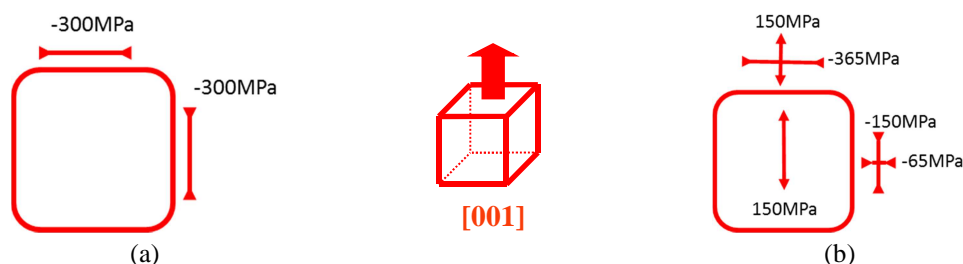


Figure I-136 : Illustration schématique des composantes de contraintes internes dans une microstructure orientée [001] de type γ/γ' – (a) sans chargement extérieur, (b) avec chargement extérieur

La détermination de l'évolution des contraintes de cohérence sur un cristal orienté [102] et [101] a été effectuée afin d'interpréter le comportement en tout début de fluage pour ces deux orientations. Comme pour une orientation cristalline [001], une approche bidimensionnelle est suffisante pour l'analyse des contraintes de cohérence sous chargement mécanique pour ces deux orientations. A contrario, le travail n'a pas été effectué sur l'orientation [563] pour des raisons de complexité évidente de la configuration tridimensionnelle de la microstructure.

Après avoir déterminé les composantes de la projection d'un chargement axial de 150 MPa sur les directions principales du cristal orienté, la valeur des contraintes de cohérence a été déterminée pour les deux orientations [102] et [101]. Les Figure I-137-a et Figure I-138-a représentent les contraintes de cohérence sans chargement pour les deux orientations. Les Figure I-137-b et Figure I-138-b représentent l'état des contraintes internes pour un chargement axial de 150 MPa. Cet état a été calculé en sommant des composantes du chargement sur chaque axe du repère local.

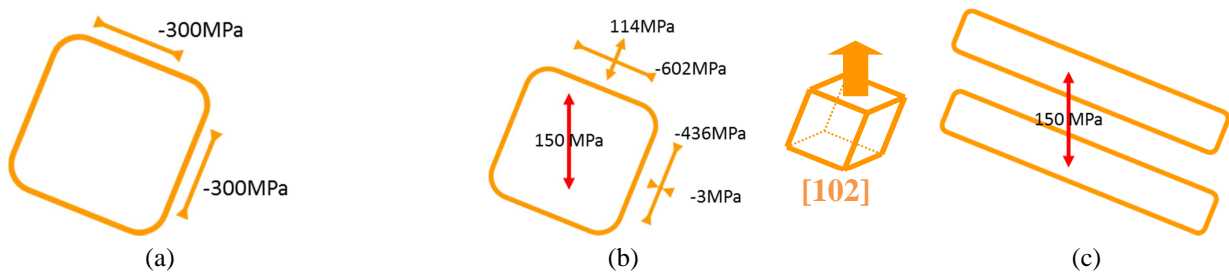


Figure I-137 : Illustration schématique des composantes de contraintes internes dans une microstructure de type γ/γ' – (a) sans chargement extérieur, (b) avec chargement extérieur et (c) mise en radeaux directionnelle

On observe en Figure I-137-b que le couloir qui va s'élargir lors de la mise en radeaux est soumis à une contrainte de traction normale à l'interface de 114 MPa et à une contrainte quasi nulle pour les couloirs qui vont disparaître. Ces contraintes sont d'intensités plus faibles que celles observées pour l'orientation [001]. Ces contraintes de cohérence sous chargement mécanique plus faibles pour l'orientation [102] que pour l'orientation [001] sont probablement à l'origine d'une amplitude de fluage primaire plus faible pour cette orientation, quand bien même deux systèmes de glissement octaédriques présentent un facteur de Schmid bien plus fort (0.49) que le facteur de Schmid des huit systèmes activés pour une orientation [001] (0.408) (Figure I-134).

Concernant l'orientation [101], on peut observer en Figure I-138-b que l'état des contraintes internes dans les couloirs de matrice est le même quel que soit le type de couloir. En effet, la désorientation primaire à 45 degrés engendre une compensation des contraintes entre les deux types de couloirs.

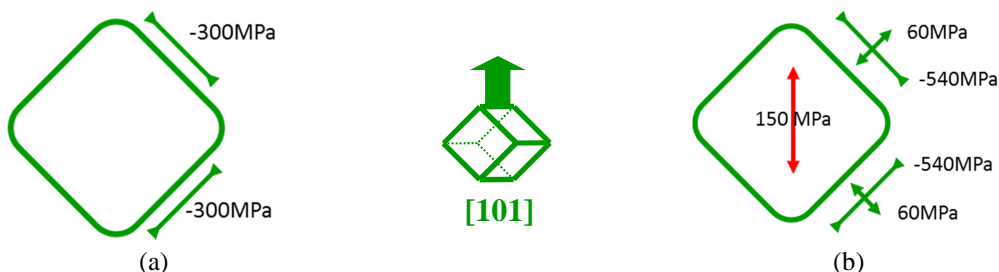


Figure I-138 : Illustration schématique des composantes de contraintes internes dans une microstructure de type γ/γ' – (a) sans chargement extérieur, (b) avec chargement extérieur

La plus faible intensité des contraintes de cohérence normales aux interfaces γ/γ' , ainsi que le champ mécanique symétrique dans chaque couloir, va limiter la diffusion croisée des éléments chimiques d'un couloir à l'autre qui gouverne la mise en radeaux [76]. Cet état de contrainte interne, couplé à deux fois moins de systèmes de glissement octaédriques activés par rapport à l'orientation [001] (à iso-facteur de Schmid), sont très probablement à l'origine de la période d'incubation observée sur les courbes de fluage en début d'essai pour l'orientation [101] à 1050°C (Figure I-134). L'augmentation de la vitesse de déformation à la fin de la période d'incubation (comme observé en Figure I-134) résulte probablement de la croissance des précipités dû au chargement thermique et mécanique, ce qui va conduire à un élargissement des couloirs, à une évolution de l'état de contrainte interne présentée en Figure I-138 et donc à une coalescence bidirectionnelle (comme observée en Figure I-88). Seule l'orientation secondaire (non représentée dans le schéma, mais présente sur nos échantillons – Figure I-47) active l'instabilité nécessaire à la formation de la mise en radeaux des précipités suivant une direction privilégiée.

I.4.5 Impact d'une surchauffe unitaire sur l'orientation cristalline

I.4.5.1 Comportement

Pour chaque type de préfluage effectué, les courbes de déformation pour les essais avec surchauffe unitaire de 30 secondes en fonction du temps normé par le temps à rupture sont présentées en Figure I-139 et Figure I-140 pour les trois orientations cristallines étudiées. Ces figures comparent alors l'évolution de la déformation entre les diverses orientations cristallines pour des surchauffes intervenant pour des préfluages conduits jusqu'à 4%, 20%, 40% et 80% de la DDV à 1050°C et 140 MPa (Figure I-139-a, Figure I-139-b, Figure I-140-a et Figure I-140-b respectivement).

Pour les orientations [101] et [102], le comportement (stades de fluage I et II) occupe environ 80% de la DDV isotherme alors que pour l'orientation [563], il en occupe 60%. On observe en premier lieu que le temps de préfluage a peu d'influence sur le comportement puisque ces rapports sont constants quelle que soit la durée de préfluage. De plus, un constat a déjà été effectué concernant les vitesses de fluage secondaire (§I.3.2.2) : les ordres de grandeur sont les mêmes indépendamment de la position de la surchauffe.

Compte tenu qu'aucune tendance ne se détache lors de la comparaison des courbes de comportement normées, il est difficile de réaliser une quelconque analyse pertinente. On constatera seulement que les allures des courbes se situent dans la dispersion du matériau et que la part du fluage tertiaire pour l'orientation [563] est plus prononcée que pour les autres orientations, quelles que soient les durées de préfluage.

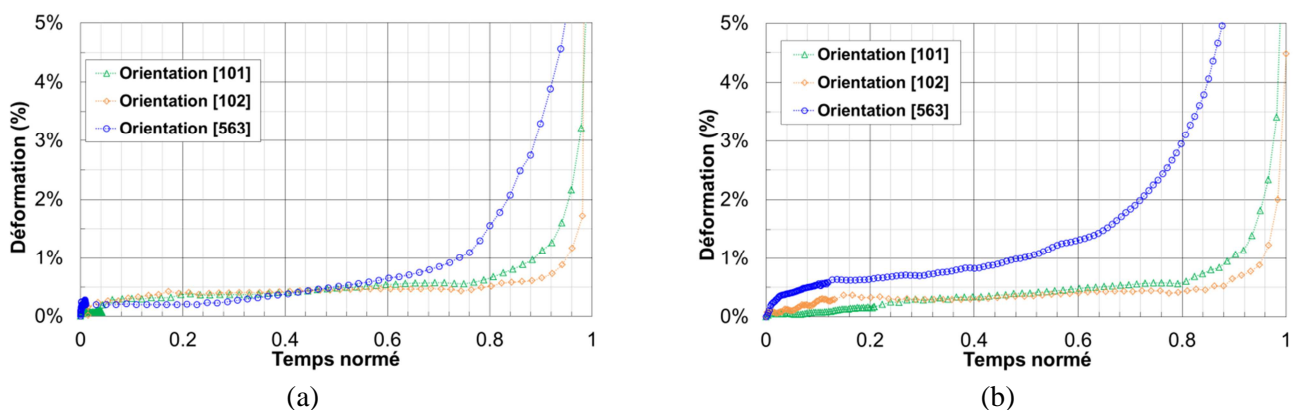


Figure I-139 : Courbes de déformation avec courte surchauffe unitaire en fonction du temps normé [101] (vert), [102] (orange) et [563] (bleu) – (a) préfluage à 4% de DDV, (b) préfluage à 20% de DDV

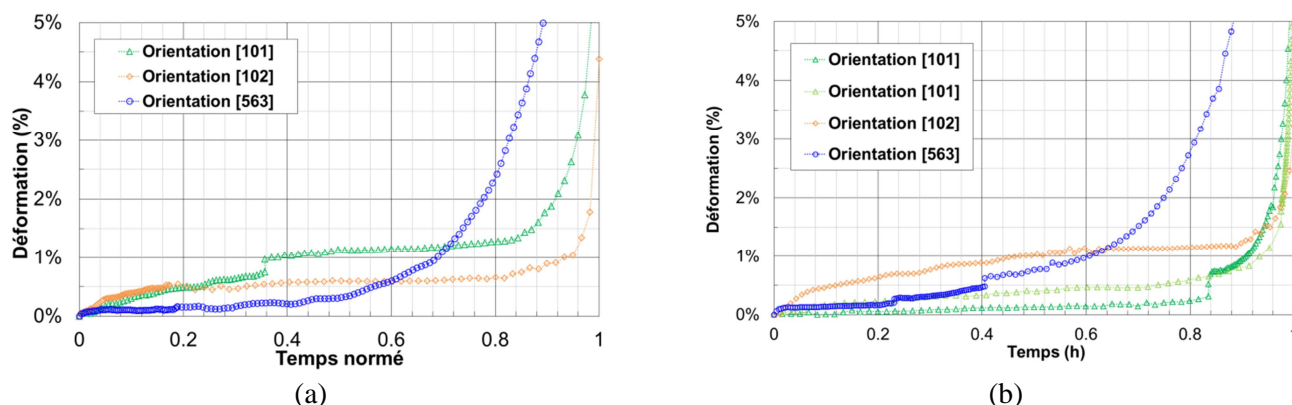


Figure I-140 : Courbes de déformation avec courte surchauffe unitaire en fonction du temps normé [101] (vert), [102] (orange) et [563] (bleu) – (a) préfluage à 40% de DDV et (b) préfluage à 80% de DDV

I.4.5.2 Cumul de dommage

L'influence de la désorientation cristalline sur la durée de vie en anisotherme a été analysée grâce aux diagrammes de cumul de dommage présentés en Figure I-82 et Figure I-83. Dans ce type de diagramme, la normalisation des durées de préfluage et de fluage résiduel par la DDV en fluage isotherme à 1050°C et 140 MPa ne prend pas en compte la variabilité de DDV en isotherme. Compte tenu de la variabilité en DDV observée en régime isotherme pour les trois orientations autres que [001], nous ne commenterons pas les valeurs respectives des ratios $t_{\text{res}}/t_{\text{iso}}$ ni les positions relatives des pics sur l'axe des abscisses. Seules les allures des courbes seront commentées.

Alors que pour l'orientation [101], le cumul de dommage est linéaire, on constate clairement sur la Figure I-141 un effet bénéfique d'une surchauffe sur les orientations cristallines [102] et [563] puisqu'elle augmente la durée de vie en fluage. Cette augmentation de durée de vie, déjà observée sur l'orientation [001] [4,75] est observée lorsqu'une surchauffe intervient lors du fluage primaire *i.e.* quand la structure de précipitation est cuboïdale ou intermédiaires cubes/radeaux.

On constate que le pic de DDV de l'orientation [102] est décalé vers des temps de préfluage plus longs. En effet, le fait que moins de systèmes de glissement soient activés (six au lieu de huit pour [001]) pour cette orientation implique un processus de coalescence orientée plus lent. La microstructure de précipitation la plus résistante, à savoir pendant la transition cubes/radeaux est donc probablement obtenue plus tard.

En revanche, on observe sur ce diagramme de cumul de dommage qu'une surchauffe n'a pas d'effet significatif sur l'orientation [101]. En effet, bien que le facteur de Schmid, pour cette orientation, soit équivalent à celui de l'orientation [001], moins de systèmes de glissement sont activés. De plus, comme cela a été observé en Figure I-76, la vitesse de déformation est faible sur la majeure partie de la courbe, conséquence des faibles niveaux de plasticité de cette orientation. Ces faibles niveaux expliqueraient l'absence d'impact d'une surchauffe pour cette orientation tant que le stade tertiaire n'est pas atteint du fait de leur impact sur les évolutions de microstructure lors des surchauffes et juste après surchauffe (dissolution/précipitation du γ' , restauration des structures de déformation).

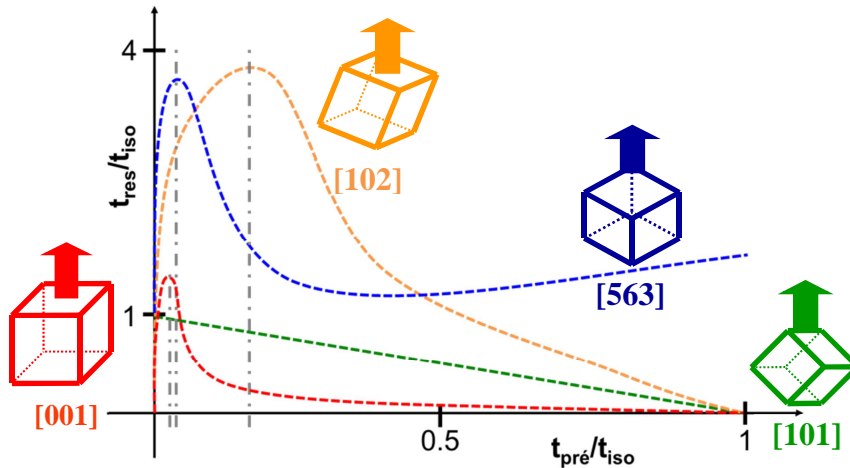


Figure I-141 : Comparaison des durées de vie en fonction de la durée de préfluage, pour chaque orientation [001] ([73,75]), [101], [102] et [563]

Dans le cas de l'orientation [563], une explication à cet effet, non décrite dans la littérature, peut être proposée grâce aux caractérisations expérimentales complémentaires [73] effectuées par tomographie FIB. Une éprouvette ayant subi des conditions isothermes et une autre, des conditions anisothermes ont été étudiées par reconstruction 3D de la microstructure après rupture (§I.2.3.4). Les conditions isothermes sont 1050°C et 140 MPa. Les conditions anisothermes sont d'abord une surchauffe à 1200°C et 145MPa en début d'essai *i.e.* sur une microstructure de précipitation à morphologie cuboïdale, puis 1050°C et 140 MPa jusqu'à rupture. Les courbes de déformation plastique des deux essais sont présentées en Figure I-142-a avec en rouge l'essai isotherme et en bleu l'essai anisotherme. Sur cette figure, le temps est normé par la DDV isotherme de l'alliage.

Une augmentation brusque de la déformation est observée pendant la surchauffe (environ 0.1%) suivie d'une faible vitesse de fluage (Figure I-142-b). A l'inverse, une très faible déformation est observée dans les premières heures de fluage isotherme jusqu'au moment où le fluage tertiaire débute à environ 20% de la DDV (Figure I-142-b). Face à ce constat, il est alors surprenant d'observer une DDV plus longue pour l'essai anisotherme – facteur 2.

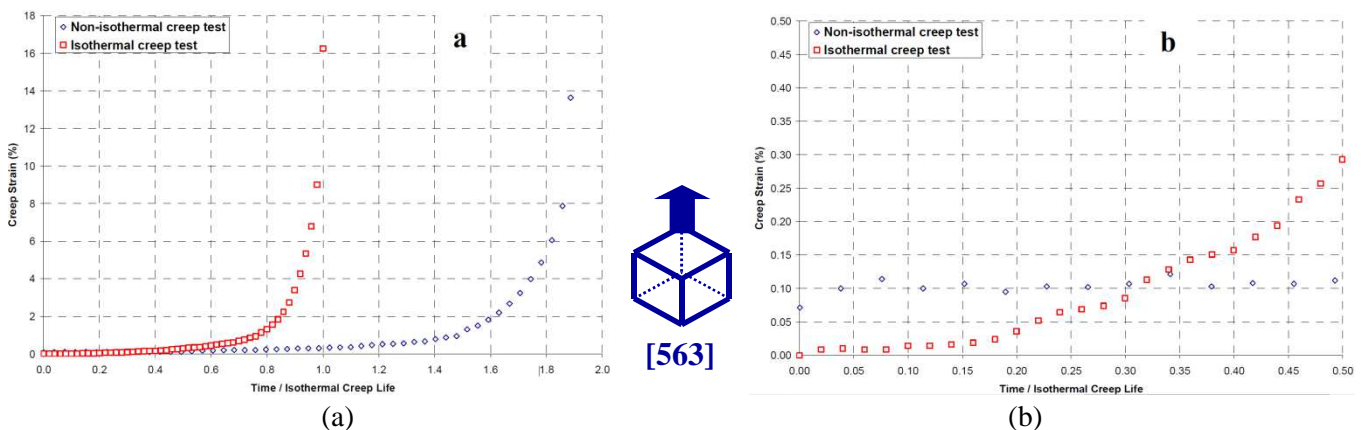


Figure I-142 : Déformation plastique cumulée en fonction du temps normé sur la DDV de l'essai isotherme – (a) comparaison essai isotherme / essai avec surchauffe unitaire sans préfluage, (b) zoom sur les premières heures

Les résultats typiques obtenus via cette caractérisation sont donnés en Figure I-143. Les microstructures observées à rupture hors zone de striction de ces éprouvettes sont homogènes entre les dendrites et les espaces interdendritiques.

On constate que les couloirs de matrice sont larges et que la mise en radeaux s'effectue de manière quasi-unidirectionnelle pour l'essai isotherme (Figure I-143-a). La montée des dislocations étant le mode de déformation prépondérant dans ces conditions de température, les dislocations ont, dans cette configuration de mise en radeaux, une grande liberté de mouvement dans les couloirs et peuvent se déplacer rapidement. La seule différence observée avec l'orientation [001] provient du fait que cette orientation cristalline [563] présente une plus faible dissymétrie géométrique des couloirs de la matrice γ et que la rotation du cristal provoque la forte déformation plastique (>10%) observée sur les courbes macroscopiques (Figure I-84).

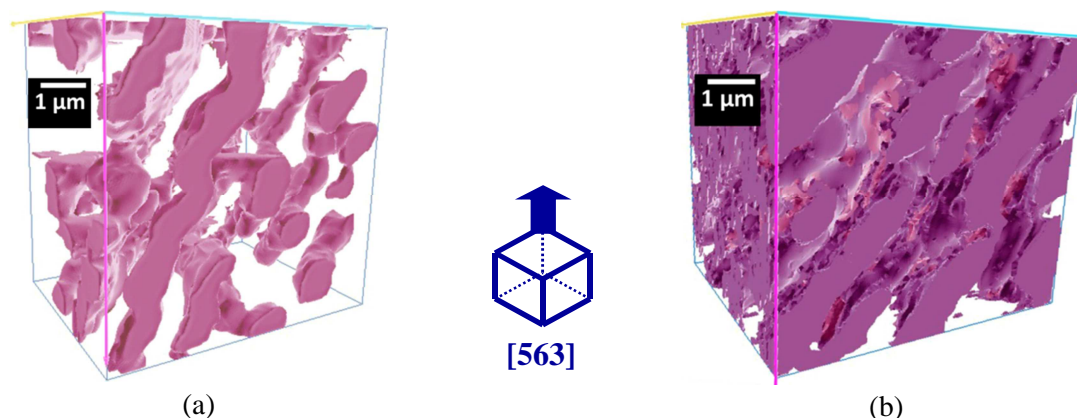


Figure I-143 : Reconstructions 3D de microstructures γ/γ' dans des échantillons menés à rupture (essais à 1050°C et 140MPa) – (a) isotherme, (b) tir OEI 30s sans préfluage. Reconstructions réalisées à partir de tomographies « slice and view » dans des zones à déformation homogène

En revanche, pour l'essai anisotherme, les couloirs sont plus petits et plus étroits. La mise en radeaux s'effectue en « labyrinthe » de manière multidirectionnelle (Figure I-143-b). Les précipités n'apparaissent sous formes de plaquettes « extrudées » comme dans le cas de l'essai isotherme. D'une part, les couloirs verticaux de la microstructure cubique après la surchauffe sont bénéfiques à la résistance de la montée des dislocations qui est, rappelons-le, le mécanisme de déformation prépondérant pour ces niveaux de contrainte et de température [79]. D'autre part, la précipitation tertiaire qui apparaît dans les couloirs de matrice au refroidissement après la surchauffe (Figure I-144) durcit l'alliage tant qu'elle n'est pas complètement dissoute comme le montre le Graverend [50] sur des essais de fatigue-fluage et des conditions de fluage avec cyclage thermique. Cette structure d'aspect labyrinthe pourrait alors être la conséquence de la coalescence des précipités tertiaires et des précipités secondaires lors du fluage résiduel après la surchauffe.

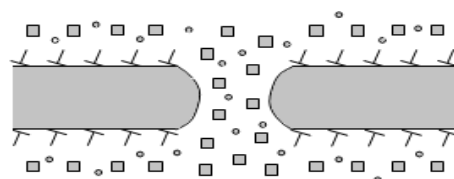


Figure I-144 : Schéma d'une microstructure après une surchauffe. Apparition de précipitation tertiaire dans les couloirs de matrice (adapté de [50])

Cette structure de radeaux tridimensionnelle accroît la densité des obstacles rencontrés par les dislocations et limite la montée des dislocations aux interfaces γ/γ' . Par conséquent, la vitesse de fluage est réduite et la DDV est améliorée. De plus, comme nous l'avons mentionné en §I.4.2.2, cette microstructure de précipitation tridimensionnelle est probablement plus efficace pour limiter la propagation de microfissures à partir des pores d'élaboration retardant ainsi le stade de fluage III.

Synthèse I.4:

Les pores d'élaboration sont la principale source du dommage pour les orientations cristallines étudiées. Des micro-amorçages de fissures apparaissent à leur voisinage et se propagent le long de l'interface γ/γ' des radeaux dans le cas des éprouvettes désorientées. Couplé au fait que ces éprouvettes présentent des alignements de pores le long de la direction privilégiée de mise en radeaux, ceci engendre des faciès de rupture d'aspect planaire comparativement à ceux observés sur l'orientation [001]. Il est à noter qu'en ce sens, la mise en radeaux peut être considéré comme néfaste.

La rotation cristalline des éprouvettes ayant une orientation cristalline éloignée de [001] et [111] est inévitable au regard des mécanismes de déformation en jeu. La déformation plastique engendre la rotation du cristal, le facteur de Schmid évolue, le module d'Young augmente, la cission résolue augmente et la vitesse de déformation plastique s'accroît. La rotation cristalline au cours de la déformation est la cause principale de la diminution de la DDV et des fortes déformations à rupture.

L'état des contraintes de cohérence est probablement à l'origine de la période d'incubation observée sur les courbes de fluage en début d'essai pour l'orientation [101]. L'augmentation de la vitesse de déformation à la fin de la période d'incubation est le résultat de la croissance des précipités dû au chargement thermique et mécanique, ce qui va conduire à un élargissement des couloirs, à une évolution de l'état de contrainte interne et donc à une coalescence bidirectionnelle. Seule l'orientation secondaire active l'instabilité nécessaire à la formation de la mise en radeaux des précipités suivant une direction privilégiée.

La dispersion des résultats sur des essais de fluage est bien connue. Parmi les facteurs qui contribuent à cette dispersion on trouve la maîtrise de la thermique, la provenance de plusieurs coulées mères différentes, l'orientation des axes secondaires de dendrites des éprouvettes d'orientation cristalline [563] par rapport aux méplats des éprouvettes et enfin le mode d'endommagement lié à la cinétique de mise en radeaux inhérents au fluage de superalliage monocristallin à hautes températures ($T > 1000^\circ\text{C}$).

L'influence d'une surchauffe unitaire sur le comportement mécanique est faible pour les trois orientations cristallines étudiées.

Alors que pour l'orientation [101], le cumul de dommage d'une surchauffe unitaire est linéaire, un effet « bénéfique » d'une surchauffe sur les orientations cristallines [102] et [563] est observé. Cette augmentation de durée de vie, déjà observée sur l'orientation [001] est très marquée lorsque la surchauffe intervient lors du fluage primaire i.e. quand la structure de précipitation est encore cuboïdale ou intermédiaire cubes/radeaux. Une microstructure plus isotrope et multidirectionnelle explique cette augmentation de DDV, puisque qu'elle limite la montée des dislocations.

I.5 CONCLUSIONS

Cette partie de l'étude avait deux objectifs principaux. Le premier des objectifs était d'étudier d'une part l'impact de l'anisotropie cristalline sur les propriétés en fluage isotherme, et d'autre part son impact en conditions de fluage anisotherme HT et THT. Le deuxième objectif était de réaliser des essais thermomécaniques complexes sur l'orientation [001] afin d'alimenter la base de donnée nécessaire à l'application du modèle POLYSTAR présenté en Partie II.

La littérature s'est avérée peu étoffée tant sur les effets de l'anisotropie que sur ceux de l'anisothermie sur le comportement en fluage à haute température des monocristaux ($T > 950^\circ\text{C}$). D'après cette revue de littérature, les effets d'anisotropie sont bien plus marqués à basses températures que pour les plus hautes températures. Elle révèle par ailleurs que l'impact d'une incursion à très haute température pour une orientation cristalline [001] est différent selon la morphologie de la structure de précipitation : des différences de durée de vie en fluage anisotherme haute température et très haute température pour de faibles contraintes sont observées entre une morphologie cubique et une morphologie en radeaux. De plus, le cyclage thermique avec surchauffes ou avec refroidissements périodiques augmente la vitesse de fluage moyenne et conduit à une diminution de la durée de vie d'autant plus prononcée que la fréquence de cyclage est élevée.

Pour étudier les effets de l'anisotropie et de l'anisothermie sur le comportement et la DDV en fluage du MC2, des essais isothermes à 1050°C et des essais anisothermes sous une température nominale de 1050°C avec surchauffes unitaires à 1200°C ont été réalisés. Les essais ont été effectués sur trois orientations cristallines qui couvrent relativement bien le triangle stéréographique standard : [101], [102] et [563].

Les résultats montrent que :

- i. les DDV sont significativement inférieures dès que l'orientation cristalline est éloignée de [001] (d'un facteur 50) ;
- ii. peu ou pas de fluage primaire apparaît dans le comportement des orientations [101] et [563] ;
- iii. un cumul de dommage linéaire est observé pour l'orientation [101] en fluage anisotherme ;
- iv. une surchauffe unitaire a un effet bénéfique sur la DDV des orientations cristallines [102] et [563]. Cette augmentation de durée de vie, déjà observée sur l'orientation [001], est plus marquée lorsque la surchauffe intervient quand la structure de précipitation est cuboïdale ou intermédiaire cubes/radeaux. Pour l'orientation [563], une microstructure plus isotrope et multidirectionnelle explique cette augmentation de DDV, puisque qu'elle limite la montée des dislocations.

Les observations microstructurales effectuées après déformation de fluage montrent que :

- i. les surfaces de rupture finale ont un aspect plus planaire que pour l'orientation [001] ;
- ii. une mise en radeaux s'effectue suivant des directions $\langle 001 \rangle$, quelle que soit l'orientation cristalline testée ;
- iii. un micro-endommagement débute à partir des pores de fonderie sous la forme de microfissures s'amorçant en mode I ou parallèlement à l'interface des radeaux, puis qui se propagent le long des interfaces γ/γ' (*i.e.* le long des radeaux).

Bien que les résultats et caractérisations d'essais aient fourni de nombreuses informations complémentaires sur le comportement en fluage anisotrope et/ou sous chargement thermomécanique complexe, certains aspects sont encore mal compris.

L'impact d'une surchauffe implique un cumul de dommage linéaire pour l'orientation cristalline [101]. Or parmi, les quatre orientations étudiées, elle est la seule à présenter ce type de cumul d'endommagement. Les autres orientations présentent un pic de DDV pour une morphologie intermédiaire cubes-radeaux puis une chute de la DDV qui s'accroît avec le temps de préfluage.

De plus, cette étude de l'impact d'une surchauffe sur la microstructure de précipitation a montré une mise en radeaux différente par rapport à celle issue d'un essai isotherme sur l'orientation cristalline [563]. Cette coalescence s'effectue en effet de manière multidirectionnelle. Les mécanismes qui engendrent cette microstructure d'aspect isotrope sont méconnus et nécessiteraient des investigations plus poussées.

La coalescence orientée s'opérant sur des plans de type $\langle 001 \rangle$, quelle que soit l'orientation cristalline, elle canalise le chemin de fissuration issu de micropores. La mise en radeaux devient alors néfaste à la résistance du matériau au fluage pour des orientations cristallines éloignées de l'orientation [001]. De surcroît, la rotation cristalline des éprouvettes ayant une orientation cristalline éloignée de [001] et [111] est inévitable au regard des mécanismes de déformation et d'endommagement en jeu. Elle est la cause principale de la diminution de la DDV et des fortes déformations à rupture.

Pour calibrer le modèle POLYSTAR présenté en partie II, des essais thermomécaniques complexes ont été réalisés. Tous ces essais sont représentatifs des essais de développement et de certification des moteurs d'hélicoptères, tandis que le troisième, réalisé à basses températures, est représentatif des conditions vues par les pieds/échasses de pale HP lors de certains régimes de certification. Ces essais ont pu être réalisés grâce à l'emploi de moyen d'essais et de procédures uniques (bancs BAFA et MAATRE). Ces essais seront analysés par la suite tant du point de vue mécanique (courbe de déformation) que d'évolution microstructurale.

A l'issue de ces caractérisations, il ressort une nécessité de caractériser très finement les cinétiques de mise en radeaux en fonction de l'orientation cristalline, un besoin d'analyse des modes de déformation pour chaque orientation et de manière systématique et enfin l'étude de monocristaux désorientés soumis préalablement à un traitement ou élaborés par Liquid Metal Cooling visant à réduire la taille des pores et donc, à ralentir les cinétiques de micro/macro fissuration à partir de pores. Il serait également intéressant de caractériser des échantillons d'orientation cristalline [111] (orientation quasi-parfaite) pour laquelle les modes de déformation à cette température semblent différents d'une orientation [001] [50].

Rappelons que l'enjeu de ces travaux de thèse est de mieux prédire le comportement des essais de dimensionnement et de certification des moteurs d'hélicoptères qui présentent des endommagements prépondérants de type fluage sur les pales de turbine HP en superalliage monocristallin. Le développement d'un modèle décrivant le comportement élasto-viscoplastique des matériaux fortement anisotropes (alliage monocristallin par exemple) sous conditions de chargements complexes est alors nécessaire. L'objectif principal de la deuxième partie de cette thèse est d'établir un modèle de comportement et d'endommagement en fluage qui intègre les effets d'histoire, qui soit prédictif en DDV, qui modélise de manière satisfaisante les allongements et qui intègre une description de l'anisotropie des monocristaux en quantifiant l'influence des désorientations cristallines primaires sur la durée de vie.

L'établissement d'un modèle micromécanique devient ainsi nécessaire pour prendre en compte les effets de la microstructure, notamment les transitoires, et donc de l'orientation cristalline sur les propriétés mécaniques. Ce modèle doit alors tenir compte des systèmes de glissement actifs et prendre en compte l'anisotropie du comportement associée à la déformation induite par les divers systèmes de glissement. Il doit associer l'orientation initiale de l'axe de sollicitation, la rotation du réseau, le durcissement sur systèmes de glissement primaires, une mesure du fluage primaire, le début du fluage secondaire et l'évolution de la déformation plastique cumulée macroscopique.

I.6 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DE LA PARTIE I

- [1] R. Reed, *The Superalloys - Fundamentals and Applications*, Cambridge University Press, 2006.
- [2] P. A. White, «Certification of 30-second and 2-minute One-Engine-Inoperative (OEI) ratings for rotorcraft turbine engines», *Federal Aviation Administration*, 2006.
- [3] J. Cormier, «Comportement en fluage anisotherme à haute et très haute température du superalliage monocristallin MC2», Thèse de doctorat, *Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique*, 2006.
- [4] M. Arnoux, «Etude du comportement en fluage à haute température du superalliage monocristallin à base de nickel MCNG : effet d'une surchauffe», Thèse de doctorat, *Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique*, 2009.
- [5] J. Cormier et G. Cailletaud, «Constitutive modeling of the creep behavior of single crystal superalloys under non-isothermal conditions inducing phase transformations», *Materials Science and Engineering A*, vol. 527, pp. 6300-6312, 2010.
- [6] A. Fredholm, «Monocristaux d'alliages base nickel : relation entre composition, microstructure et comportement en fluage à haute température», Thèse de doctorat, *Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*, 1987.
- [7] M. Pessah-Simonetti, «Effets des instabilités structurales sur les propriétés mécaniques du superalliage monocristallin MC2», Thèse de doctorat, *Paris XI-Orsay*, 1994.
- [8] R. C. Reed, N. Matan, D. C. Cox, M. A. Rist et C. M. F. Rae, «Creep of CMSX-4 superalloy single crystals: effects of rafting at high temperature», *Acta Materialia*, vol. 47, pp. 3367-3381, 1999.
- [9] G. Leverant et B. Kear, «Mechanism of creep in gamma prime precipitation-hardened nickel-base alloys at intermediate temperatures», *Metallurgical Transactions*, vol. 1, pp. 491-498, 1970.
- [10] C. Rae et R. Reed, «Primary creep in single crystal superalloys : Origins, mechanisms and effects», *Acta Materialia*, vol. 55, pp. 1067-1081, 2007.
- [11] A. Hazotte et J. Lacaze, «Chemically oriented γ' plate development in a nickel base superalloy», *Scripta Metallurgica*, vol. 23, pp. 1877-1882, 1989.
- [12] M. Veron, «Etude et modélisation de la coalescence orientée dans les superalliages à base de Nickel», Thèse de doctorat, *Institut National Polytechnique de Grenoble*, 1995.
- [13] J. Tien et S. Copley, «The effect of orientation and sense of applied uniaxial stress on the morphology of coherent γ' precipitates in stress annealed nickel-base superalloy crystals», *Metallurgical Transactions*, vol. 2, pp. 543-553, 1971.
- [14] F. Louchet, «Comment on "A simulation of dislocation dynamics and the flow stress anomaly in L12 alloys"», *Philosophical Magazine Letters*, vol. 77, p. 761, 1998.
- [15] T. Ichitsubo, D. Koumoto, M. Hirao, K. Tanaka, M. Osawa, T. Yokokawa et H. Harada, «Rafting mechanism for Ni-base superalloy under external stress: elastic or elastic-plastic phenomena?», *Acta Materialia*, vol. 51, pp. 4033-4044, 2003.
- [16] J. C. Chang et S. M. Allen, «Elastic energy changes accompanying γ' rafting in nickel-base superalloys», *Journal of Materials Research*, vol. 6, pp. 1843-1855, 1991.
- [17] T. Pollock et A. Argon, «Creep resistance of CMSX-3 Nickel base superalloy single crystals», *Acta Metallurgica*, vol. 40, pp. 1-30, 1992.

- [18] C. Siret, «Fluage anisotherme d'alliages pour turbines d'hélicoptères : Développement technique et exploitation scientifique d'un nouveau moyen d'essai», Thèse de doctorat, *Université de Toulouse*, 2010.
- [19] C. Carry et J. L. Strudel, «Apparent and effective creep parameters in single crystals of a nickel base superalloy - II. Secondary Creep», *Acta Metallurgica*, vol. 26, pp. 859-870, 1978.
- [20] G. Leverant, B. Kear et J. Oblak, «Creep of precipitation-hardened nickel base alloy single crystals at high temperatures», *Metallurgical Transactions*, vol. 4, pp. 355-362, 1973.
- [21] M. Feller-Kniepmeier et T. Link, «Dislocation structures in γ/γ' interfaces of the single crystal superalloy SRR99 after annealing and high temperature creep», *Materials Science and Engineering A*, vol. 113, pp. 191-195, 1989.
- [22] T. Link, A. Epishin, M. Klaus, U. Brückner et A. Reznicek, « $\langle 100 \rangle$ dislocations in nickel-base superalloys : formation and role in creep deformation», *Material Science and Engineering A*, vol. 405, pp. 254-265, 2005.
- [23] M. Probst-Hein, A. Dlouhy et G. Eggeler, «Interface dislocations in superalloy single crystal», *Acta Materialia*, vol. 47, pp. 2497-2510, 1999.
- [24] O. Paris, M. Fahrman, T. Pollock et P. Fratzl, «Early stages of precipitate rafting in a single crystal Ni-Al-Mo model alloy investigated by Small-Angle X-Ray scattering and TEM», *Acta Metallurgica*, vol. 45, pp. 1085-1097, 1997.
- [25] S. Dryepondt, «Comportement et endommagement en fluage à haute température de parois minces en superalliage monocristallin MC2 : Effets de l'oxydation et de l'application d'un revêtement MCrAlY», Thèse de doctorat, *Institut National Polytechnique de Toulouse*, 2004.
- [26] J. Zhang, T. Murakumo, Y. Koizumi, T. Kobayashi et H. Harada, «Slip geometry of dislocations related to cutting of the γ' phase in a new generation single-crystal superalloy», *Acta Materialia*, vol. 51, pp. 5073-5081, 2003.
- [27] M. McLean et B. Dyson, «Modeling the effects of damage and microstructural evolution on the creep behavior of engineering alloys», *Journal of Engineering Materials and Technology*, vol. 122, pp. 273-278, 2000.
- [28] D. W. MacLachlan, G. S. K. et D. M. Knowles, «Modelling the uniaxial creep anisotropy of nickel base single crystal superalloys CMSX-4 and RR2000 at 1023K using a slip system based finite element approach», *Computational Materials Sciences*, vol. 25, pp. 129-141, 2002.
- [29] P. Caron, «High γ' solvus new generation nickel-based superalloys for single crystal turbine blade applications», *Superalloys 2000*, Champion, Pennsylvania (USA), 2000.
- [30] D. Cox, C. Rae et R. Reed, «Characterisation of damage accumulation during the creep deformation of CMSX-4 at 1150°C», *Life Assessment of Hot Section Gas Turbine Components*, pp. 119-133, 1999.
- [31] A. Epishin et T. Link, «Mechanisms of high temperature creep of Nickel-base superalloys under low applied stress», *Superalloys 2004*, Champion, Pennsylvania (USA), 2004.
- [32] A. Epishin, T. Link, H. Klingelhöffer, B. Fedelich, U. Brückner et P. Portella, «New technique for characterization of microstructural degradation under creep: Application to the nickel-base superalloy CMSX-4», *Materials Science and Engineering A*, vol. 510-511, pp. 262-265, 2009.
- [33] J.-B. le Graverend, J. Cormier, F. Gallerneau et P. Paulmier, «Dissolution of fine γ' precipitates of MC2 Ni-based single-crystal superalloy in creep-fatigue regime», *Advanced Materials Research*, vol. 278, pp. 31-36, 2011.
- [34] F. Diologent, «Comportement en fluage et en traction de superalliages monocristallins à base de nickel», Thèse de doctorat, *Université de Paris Sud-Centre d'Orsay*, 2002.
- [35] M. Probst-Hein, A. Dlouhy et G. Eggeler, «Dislocation interactions in γ -channels between γ' -particles of superalloy single crystals», *Materials Science and Engineering A*, vol. 319-321, pp. 379-382, 2001.

- [36] T. Sugui, Z. Shu, L. Chenxi, Y. Huichen, S. Yong, Y. Xingfu et Y. Lili, «Microstructure Evolution and Analysis of A [011] Orientation, Single-Crystal, Nickel-Based Superalloy During Tensile Creep», *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 43, pp. 3880-3889, 2012.
- [37] R. Srinivasan, G. Eggeler et M. Mills, « γ' -cutting as rate-controlling recovery process during high-temperature and low-stress creep of superalloy single crystals», *Acta Materialia*, vol. 48, pp. 4867-4878, 2000.
- [38] R. A. MacKay et R. D. Maier, «The influence of orientation on the stress rupture properties of nickel-base superalloy single crystals», *Metallurgical Transactions*, vol. 13A, pp. 1747-1754, 1982.
- [39] D. M. Shah et D. Duhl, «The effect of orientation, temperature and gamma prime size on the yield strength of a single crystal nickel base superalloy», *Superalloys 1984*, Champion, Pennsylvania (USA), 1984.
- [40] P. Lukas, J. Cadek, V. Sustek et L. Kunz, «Creep of CMSX-4 single crystals of different orientations in tension and compression», *Materials Science and Engineering A*, vol. 208, pp. 149-157, 1996.
- [41] N. Matan, D. C. Cox, P. Carter, M. A. Rist, C. M. F. et R. C. Reed, «Creep of CMSX-4 superalloy single crystals : effects of misorientation and temperature», *Acta Materialia*, vol. 47/5, pp. 1549-1563, 1999.
- [42] T. Khan et P. Caron, «The anisotropy of mechanical behaviour in Nickel-based single crystal superalloys for turbine blades», *European Conference on Advanced Materials and Processes*, 1989.
- [43] G. Han, J. Yu, Y. Sun, X. Sun et Z. Hu, «Anisotropic stress rupture properties of the nickel-base single crystal superalloy SRR99», *Materials Science and Engineering A*, vol. 527, pp. 5383-5390, 2010.
- [44] R. MacKay, R. Dreshfield et R. Maier, «Anisotropy of Nickel-base superalloy single crystals», *Superalloys 1980*, Champion, Pennsylvania (USA), 1980.
- [45] V. Sass et M. Feller-Kniepmeier, «Orientation dependence of dislocation structures and deformation mechanisms in creep deformed CMSX-4 single crystals», *Materials Science and Engineering A*, vol. 245, pp. 19-28, 1998.
- [46] P. Caron, T. Khan et P. Veyssi re, «On Precipitate Shearing by Superlattice Stacking Faults in Superalloys», *Philosophical Magazine Letters*, vol. 57, pp. 859-875, 1988.
- [47] V. Sass, U. Glatzel et M. Feller-Kniepmeier, «Creep Anisotropy in the Monocrystalline Nickel-Base Superalloy CMSX-4», *Superalloys 1996*, Champion, Pennsylvania (USA), 1996.
- [48] T. Kuttner et M. Feller-Kniepmeier, «TEM investigation of the microstructure in a single crystal nickelbase superalloy creep tested in [011] orientation», *Journal de Physique IV, INRIA a CCSD electronic archive server based on P.A.O.L.*, vol. 3, pp. 325-330, 1993.
- [49] M. Feller-Kniepmeier et T. Kuttner, « $\langle 011 \rangle$ Creep in a single-crystal nickel-base superalloy at 1033K», *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 42, pp. 3167-3174, 1994.
- [50] G. M lzer, R. Hayes, T. Mack et G. Eggeler, «Miniature Specimen Assessment of Creep of the Single-Crystal Superalloy LEK 94 in the 1000 C Temperature Range», *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 38A, pp. 314-327, 2007.
- [51] M. Ardakani, R. Ghosh, V. Brien, B. Shollock et M. McLean, «Implications of Dislocation Micromechanisms for Changes in Orientation and Shape of Single Crystal Superalloys», *Scripta Materialia*, vol. 39, pp. 465-472, 1998.
- [52] V. N. Toloraiya, A. I. Krivko, E. R. Golubovskii, I. L. Svetlov, V. A. Sedykh et K. K. Khvatskii, «Question of the influence of crystallographic orientation on the stress-rupture strength and creep of a nickel alloy. Report 2», *Problemy Prochnosti*, vol. 9, pp. 18-23, 1987.
- [53] T. Khan et P. Caron, «Advanced superalloys for turbine blade and vane applications», *CIM Symposium on "Advances in Gas Turbine Engine Materials"*, 1991.

- [54] N. Matan, D. C. Cox, C. M. F. et R. C. Reed, «On the kinetics of rafting in CMSX-4 superalloy single crystals», *Acta Materialia*, vol. 47, pp. 2031-2045, 1999.
- [55] D. Chatterjee, N. Hazari, N. Das et R. Mitrab, «Microstructure and creep behavior of DMS4-type nickel based superalloy single crystals with orientations near $\langle 001 \rangle$ and $\langle 011 \rangle$ », *Materials Science and Engineering A*, vol. 528, pp. 604-613, 2010.
- [56] M. Nathal, R. Mackay et R. Miner, «Influence of precipitate morphology on intermediate temperature creep-properties of a nickel-base superalloy single-crystal», *Metallurgical Transactions A - Physical Metallurgy And Materials Science*, vol. 20, pp. 133-141, 1989.
- [57] G. Taylor, «Plastic strain in metals», *Journal of the Institute of Metals*, vol. 62, pp. 307-324, 1938.
- [58] T. Link, S. Zabler, A. Epishin, A. Haibel, A. Bansal et X. Thibault, «Synchrotron tomography of porosity in single-crystal nickel-base superalloys», *Materials Science and Engineering A - Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, vol. 425, pp. 47-54, 2006.
- [59] J. Cormier, X. Milhet, J.-L. Champion et J. Mendez, «Simulation of very high temperature overheating during isothermal creep of single crystal Ni-base superalloy», *Advanced Engineering Materials*, vol. 10, pp. 1-6, 2008.
- [60] J. Cormier, X. Milhet et J. Mendez, «Anisothermal creep behavior at very high temperature of a Ni-based superalloy single crystal», *Materials Science and Engineering A*, vol. 483-484, p. 594-597, 2008.
- [61] M. Jouiad, J. Ghighi, J. Cormier, E. Ostojka-Kuczynski, G. Lubineau et J. Mendez, «3D imaging using X-Ray tomography and SEM combined FIB to study non isothermal creep damage of (111) oriented samples of γ/γ' nickel base single crystal superalloy MC2», *Material Science Forum*, vol. 706-709, pp. 2400-2405, 2012.
- [62] R. Giraud, J. Cormier, Z. Hervier, D. Bertheau, K. Harris, J. Wahl, X. Milhet, J. Mendez et A. Organista, «Effect of the prior microstructure degradation on the high temperature/low stress non-isothermal creep behavior of CMSX-4 Ni-based single crystal superalloy», *Superalloys 2012*, Champion, Pennsylvania (USA), 2012.
- [63] A. Raffaitin, D. Monceau, F. Crabos et E. Andrieu, «The effect of thermal cycling on the high-temperature creep behaviour of a single crystal nickel-based superalloy», *Scripta Materialia*, vol. 56, pp. 277-280, 2007.
- [64] F. Touratier, «Etude des mécanismes de déformation et d'endommagement du superalliage à base de nickel MC2 en fluage aux très hautes températures», Thèse de doctorat, *Université de Toulouse*, 2008.
- [65] B. Viguier, F. Touratier et E. Andrieu, «High-temperature creep of single-crystal nickel-based superalloy: microstructural changes and effects of thermal cycling.,» *Philosophical Magazine*, vol. 91:35, pp. 4427-4446, 2011.
- [66] R. Goti, B. Viguier et F. Crabos, «Effect of thermal cycling con high temprature creep of coated CMSX-4», *Superalloys 2012*, Champion, Pennsylvania (USA), 2012.
- [67] R. Goti, B. Viguier et F. Crabos, «Thermal cycling creep behaviour of single crystal nickel-based superalloy», *Creep 2011*, 2012.
- [68] J. Cormier, X. Milhet et J. Mendez, «Non-isothermal creep at very high temperature of the nickel-based single crystal superalloy MC2», *Acta Materialia*, vol. 55, p. 6250-6259, 2007.
- [69] J. Rowe et J. Freeman, «Effect of overheating on the creep-rupture properties of HS-31 alloy», *The National Advisory Committee for Aeronautics*, 1956.
- [70] J. Rowe et J. Freeman, «Effect of overheating on creep-rupture properties of M252 and Inconel 700 alloys at 1500° et 1600°F», *National Aeronautics and Space Administration*, 1960.
- [71] J.-B. le Graverend, J. Cormier, F. Gallerneau, S. Kruch et J. Mendez, «Effect of an overheating on the creep life of the MC2 nickel base superalloy in relation with the γ' morphological evolution», *Proceedings of the Creep 2012 conference*, Kyoto, Japan, The Japan Institute of Metals, 2012.

- [72] X. Milhet, J. Cormier et A. Organista, «On the role of the internal stress during non-isothermal creep life of a first generation nickel based single crystal superalloy», *Materials Science and Engineering A*, vol. 527, pp. 2280-2288, 2010.
- [73] J. Cormier, X. Milhet et J. Mendez, «Effect of very high temperature short exposures on the dissolution of the γ' phase in single crystal MC2 superalloy», *J Mater Sci*, vol. 42, p. 7780-7786, 2007.
- [74] J.-B. le Graverend, J. Cormier, S. Kruch, F. Gallerneau et J. Mendez, «Microstructural Parameters Controlling High-Temperature Creep Life of the Nickel-Base Single-Crystal Superalloy MC2», *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 43, pp. 3988-3997, 2012.
- [75] J.-B. le Graverend, J. Cormier, M. Jouiad, F. Gallerneau, P. Paulmier et F. Hamon, «Effect of fine γ' precipitation on non-isothermal creep and creep-fatigue behaviour of nickel base superalloy MC2», *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, pp. 5295-5302, 2010.
- [76] G. Boussinot, «Etude du vieillissement des superalliages à base nickel par la méthode de Champs de Phase», Thèse de doctorat, *Université Pierre et Marie Curie*, 2007.
- [77] A. Epishin, U. Brueckner, T. Link et B. Fedelich, «X-ray reflections from the γ/γ' -microstructure of nickel-base superalloys: effect of the plane tilting», *International Journal of Materials Research*, vol. 101, pp. 589-593, 2010.
- [78] U. Glatzel et M. Feller-Kniepmeier, «Calculations of internal stresses in the γ/γ' microstructure of a nickel-base superalloy with high volume fraction of γ' -phase», *Scripta Metallurgica*, vol. 23, pp. 1839-1844, 1989.
- [79] J. Ganghoffer, A. Hazotte, S. Denis et A. Simon, «Finite element calculation of internal mismatch stresses in a single crystal nickel base superalloy», *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 25, pp. 2491-2496, 1991.
- [80] R. Giraud, Z. Hervier, J. Cormier, G. S. Martin, F. Hamon, X. Milhet et J. Mendez, «Strain effect on the γ' dissolution at high temperatures of a Nickel-based single crystal superalloy», *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 44, pp. 131-146, 2013.
- [81] K. Kakehi, «Influence of secondary precipitates and crystallographic orientation on the strength of single crystals of a ni-based superalloy», *Metallurgical and Materials Transactions*, vol. 30A, pp. 1249-1259, 1999.
- [82] D. W. MacLachlan et D. M. Knowles, «Creep-behavior modeling of the single-crystal superalloy CMSX-4», *Metallurgical and Materials Transactions*, vol. 31A, pp. 1401-1411, 2000.
- [83] G. Cailletaud, «Modélisation mécanique d'instabilités microstructurales en viscoplasticité cyclique à température variable», Thèse de doctorat, *ONERA*, 1979.
- [84] J.-B. le Graverend, L. Dirand, A. Jacques, J. Cormier, O. Ferry, T. Schenk, F. Gallerneau, S. Kruch et J. Mendez, «In situ measurement of the γ/γ' lattice mismatch evolution of a nickel-based single crystal superalloy during non-isothermal very high temperature creep experiments», *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 43, pp. 3946-3951, 2012.
- [85] L. Dirand, «Fluage à haute température d'un superalliage monocristallin : expérimentation in situ en rayonnement synchrotron», Thèse de doctorat, *Institut National Polytechnique de Lorraine*, 2011.
- [86] L. Dirand, J. Cormier, A. Jacques, J.-P. Chateau-Cornu, T. Schenk, O. Ferry et P. Bastie, «Measurement of the effective γ/γ' lattice mismatch during high temperature creep of Ni-based single crystal superalloy», *Materials Characterization*, vol. 77, pp. 32-46, 2013.
- [87] M. Ott et H. Mughrabi, «Dependence of the high-temperature low-cycle fatigue behaviour of the monocrystalline nickel-base superalloys CMSX-4 and CMSX-6 on the γ/γ' -morphology», *Materials Science and Engineering A*, vol. 272, pp. 24-30, 1999.
- [88] H. Mughrabi, «Some aspects of fatigue of engineering materials», *Fracture Mechanics: Applications and Challenges, 13th European Conference on Fracture*, vol. 26, pp. 13-28, 2000.

- [89] A. Gaubert, «Modélisation des effets de l'évolution microstructurale sur le comportement mécanique du superalliage monocristallin AM1», Thèse de doctorat, *Mines ParisTech*, 2009.
- [90] R. Reed, D. Cox et C. Rae, «Damage accumulation during creep deformation of a single crystal superalloy at 1150°C», *Materials Science and Engineering A*, vol. 448, pp. 88-96, 2007.
- [91] F. Touratier, E. Andrieu, D. Poquillon et B. Viguier, «Rafting microstructure during creep of the MC2 nickel-based superalloy at very high temperature», *Materials Science and Engineering A*, vol. 510-511, pp. 244-249, 2009.
- [92] M. Hantcherli, F. Pettinari-Sturmeli, B. Viguier, J. Douin et A. Coujou, «Evolution of interfacial dislocation network during anisothermal high-temperature creep of a nickel-based superalloy», *Scripta Materialia*, vol. 66, pp. 143-146, 2012.
- [93] V. Mohles, D. Rönnpagel et E. Nembach, «Simulation of dislocation glide in precipitation hardened materials», *Computational Materials Science*, vol. 16, pp. 144-150, 1999.
- [94] S. Duval, S. Chambrelaud, P. Caron et D. Blavette, «Phase composition and chemical order in the single crystal nickel base superalloy MC2», *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 42, pp. 185-194, 1994.
- [95] F. Mauget, D. Marchand, M. Morisset, D. Bertheau, J. Cormier et J. Mendez, «Nouveau moyen de caractérisation des matériaux : Conditions extrêmes et sollicitations thermomécaniques proches des conditions d'usages», *Actualités techniques et industrielles*, vol. 6/7, pp. 541-545, 2012.
- [96] J.-B. le Graverend, «Etude et modélisation des effets d'incursions à très haute température sur le comportement mécanique d'un superalliage monocristallin pour aubes de turbine», Thèse de doctorat, *ISAE-ENSMA*, 2013.
- [97] R. Goti, «Comportement et endommagement en fluage à haute température de parois minces en superalliages monocristallins : influence du cyclage thermique et du revêtement MCrAlY», *Université de Toulouse*, 2013.
- [98] S. Kikuchi, «Diffraction of Cathode Rays by Mica», *Japanese Journal of Physics*, vol. 5, pp. 83-96, 1928.
- [99] N. Vivet, S. Chupin, E. Estrade, A. Richard, S. Bonnamy, D. Rochais et E. Bruneton, «Effect of Ni content in SOFC Ni-YSZ cermets: A three-dimensional study by FIB-SEM tomography», *Journal of Power Sources*, vol. 196, pp. 9989-9997, 2011.
- [100] T. Link, A. Epishin, M. Paulisch et T. May, «Topography of semicoherent γ/γ' -interfaces in superalloys: Investigation of the formation mechanism», *Materials Science and Engineering A*, vol. 528, pp. 6225-6234, 2011.
- [101] J. Cormier et Z. Hervier, Communication personnelle, 2012.
- [102] D. MacLachlan, L. Wright, S. Gunturi et D. Knowles, «Modelling the anisotropic and biaxial creep behaviour of Ni-base single crystal superalloys CMSX-4 and SRR99 at 1223 K», *Superalloys 2000*, Champion, Pennsylvania (USA), 2000.
- [103] D. Ayrault, «Fluage à haute température de superalliages base nickel monocristallins», Thèse de doctorat, *Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*, 1989.
- [104] M. Kamaraj, «Rafting in single crystal nickel-base superalloys – An overview», *Sadhana*, vol. 28, pp. 115-128, 2003.
- [105] M. Andriamisandratra, «Calcul de champs de contraintes et de déformations à l'échelle microscopique dans les superalliages monocristallins pour aubes de turbines avec prise en compte de la microstructure», Rapport de Master Recherche, *Université de Poitiers*, 2009.
- [106] T. Pollock et A. Argon, «Directional coarsening in Nickel-base single crystals with high volume fractions of coherent precipitates», *Acta Metallurgica*, vol. 42, pp. 1859-1874, 1994.
- [107] M. Benyoucef, A. Coujou, B. Barbker et N. Clément, «In situ deformation experiments on a γ/γ' superalloy Strengthening mechanisms», *Materials Science and Engineering A*, vol. 234-236, pp. 692-694, 1997.

PARTIE II : Modélisation mécanique du comportement en fluage sous trajets de chargements complexes

"La persévérance, c'est ce qui rend l'impossible possible, le possible probable et le probable réalisé..."
Robert Half

Introduction de la Partie II

Un grand nombre de modèles de comportement, reposant soit sur des bases physiques, soit sur des considérations phénoménologiques, ont été développés pour simuler le comportement en fluage et plus généralement, le comportement mécanique à haute température des superalliages à base de Nickel monocristallins [1-5]. Toutefois, aucune des approches utilisées n'est conçue pour prendre en compte des historiques complexes de températures vues par les composants en service et impliquant des états transitoires de microstructure comme nous venons de le détailler en Partie I. En effet, la principale faiblesse de ces modèles vient du fait que le matériau est toujours considéré comme étant à l'équilibre en termes de microstructure. Ainsi, les évolutions microstructurales rencontrées pendant un maintien en température et plus particulièrement, pendant une période de surchauffe au voisinage du solvus de la phase γ' , ne sont pas prises en compte [6].

Dans le premier chapitre de cette partie (§II.1), une revue bibliographique portant sur les modèles de fluage pour superalliages monocristallins existants est effectuée. Les modèles les plus récents utilisent le cadre de la plasticité cristalline afin de prendre en compte l'effet de l'anisotropie cristallographique sur les propriétés de fluage [7-8]. En outre, l'ajout de nouvelles variables internes qui représentent, par exemple, la microstructure de précipitation ou les évolutions de densité de dislocations, permet une meilleure prédiction du comportement viscoplastique à haute température où la microstructure est susceptible d'évoluer.

Les travaux menés au cours de cette thèse ont permis de concrétiser trois voies d'amélioration de la formulation du modèle POLYSTAR tel qu'il avait été proposé précédemment. Les équations constitutives du modèle POLYSTAR originel [9] sont détaillées au début du deuxième chapitre (§II.2.1). Puis les améliorations apportées lors de ces travaux sont présentées. En premier lieu un couplage entre la déformation plastique cumulée et l'évolution de la fraction de phase γ' est introduit. L'amélioration de la description du fluage tertiaire dans le domaine des basses températures est présentée par la suite. Enfin, une meilleure prise en compte de la déformation à rupture est proposée. Dans ce chapitre est également présentée l'identification du modèle POLYSTAR dans sa version améliorée. Pour cela, une synthèse des essais nécessaires à l'identification est formulée. Une procédure d'identification est alors proposée en détaillant les différentes étapes à respecter afin d'obtenir le meilleur compromis d'identification. Enfin, les résultats de l'identification sont présentés et discutés au regard des courbes expérimentales issues des essais isothermes et des essais anisothermes avec surchauffe unitaire conduits sur des monocristaux d'orientation [001].

Le troisième chapitre (§II.3) est consacré à l'analyse des simulations complexes effectuée mis en regard des données expérimentales. Les essais présentés dans la Partie I (§I.2.4) sont utilisés pour mieux comprendre comment répond le modèle POLYSTAR en conditions anisothermes. Les différents essais simulés qui ont été comparés avec les résultats expérimentaux (comportement et évolution de taux de précipités) sont les suivants :

- ✓ essais isothermes et anisothermes sur éprouvettes désorientées ;
- ✓ l'essai avec cyclage thermique depuis une condition nominale basse température et contrainte moyenne ;
- ✓ les essais AMT sur le banc BAFA;
- ✓ l'essai 150H sur le banc MAATRE ;

Le dernier chapitre de cette partie (§II.4) est consacré à la discussion des différents résultats du modèle POLYSTAR ainsi que de ses limites actuelles. Cette discussion permet alors de proposer des perspectives d'améliorations du modèle.

Sommaire

INTRODUCTION DE LA PARTIE II	113
II.1 ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	116
II.1.1 MODELES MACROSCOPIQUES	116
II.1.1.1 Loi de type Norton	116
II.1.1.2 Loi de type Chaboche (ou modèle ONERA)	116
II.1.1.3 Mécanique de l'endommagement	117
II.1.2 MODELES DE PLASTICITE CRISTALLINE	120
II.1.3 MODELES PHYSIQUEMENT MOTIVES	122
II.1.3.1 Approche de Reed : prise en compte de la mise en radeaux	123
II.1.3.2 Approche de Dyson et McLean.....	125
II.1.4 MODELES UTILISANT UNE BASE DE PLASTICITE CRISTALLINE ENRICHIE DE VARIABLES PHYSIQUES	126
II.1.4.1 Approche de MacLachlan.....	126
II.1.4.2 Approche de Dye, Ma et Reed	130
II.1.4.3 Approche de Staroselsky et Cassenti	133
II.1.4.4 Approche de Fedelich.....	136
II.1.4.5 Bilan de l'étude bibliographique	141
II.2 POLYSTAR : PRESENTATION DU MODELE, AMELIORATIONS ET IDENTIFICATION.....	144
II.2.1 PRESENTATION DU MODELE POLYSTAR	144
II.2.1.1 Comportement.....	144
II.2.1.2 Microstructure	147
II.2.1.3 Endommagement.....	149
II.2.2 MODIFICATIONS APPORTEES AU MODELE POLYSTAR	150
II.2.2.1 Effet de la déformation plastique cumulée sur l'évolution de la phase γ'	150
II.2.2.2 Amélioration de la description du fluage tertiaire à basses températures.....	152
II.2.2.3 Augmentation de la déformation à rupture.....	154
II.2.3 IDENTIFICATION DU MODELE POLYSTAR	155
II.2.3.1 Procédure d'identification.....	156
II.2.3.2 Résultats d'identification	157
II.3 SIMULATIONS COMPLEXES	164
II.3.1 ESSAIS SUR EPROUVETTES DESORIENTEES	164
II.3.1.1 Essais isothermes.....	164
II.3.1.2 Essais avec surchauffe unitaire	166
II.3.2 ESSAI CYCLE BT	170
II.3.3 ESSAIS AMT AU BANC BAFA	171
II.3.3.1 Comportement : essai AMT1	171
II.3.3.2 Durée de vie résiduelle	174
II.3.3.3 Observations microstructurales.....	174
II.3.4 ESSAI 150H AU BANC MAATRE.....	175
II.4 DISCUSSION ET LIMITES DU MODELE.....	179
II.4.1 PRISE EN COMPTE DE LA MISE EN RADEAUX.....	179
II.4.2 PRISE EN COMPTE DE LA ROTATION CRISTALLINE	181

II.4.3 CINETIQUES D'EVOLUTION ET SENSIBILITE A LA MICROSTRUCTURE	182
II.4.3.1 <i>Cinétiques d'évolution</i>	182
II.4.3.2 <i>Sensibilité à la microstructure</i>	184
II.4.4 REMISE EN CAUSE DU DOMMAGE MULTIPLICATIF SOUS LA FORME PROPOSEE	185
II.5 CONCLUSIONS.....	187
II.6 REFERENES BIBLIOGRAPHIQUES DE LA PARTIE II.....	189

II.1 ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

La littérature comporte de nombreux modèles permettant de décrire le comportement en fluage des alliages monocristallins à base nickel (§I.1). Pour ces alliages, le fluage comprend généralement trois stades : le fluage primaire, le fluage secondaire et le fluage tertiaire.

L'anisotropie inhérente aux monocristaux, la complexité dimensionnelle d'une pale de turbine et les forts gradients thermiques mis en jeu impliquent des diverses allures de courbes de déformation qu'il est difficile de modéliser avec des lois macroscopiques isothermes. Ces aspects conduisent à étudier la dépendance du modèle à l'orientation cristalline, à la température et, en cas de trajet de chargement sévère, aux évolutions de microstructure.

Après une étude bibliographique consacrée aux modèles macroscopiques de fluage, une étude sur les modèles de plasticité cristalline est menée. Enfin, une étude sur des modèles physiquement motivés est présentée.

II.1.1 Modèles macroscopiques

La littérature est riche de divers modèles macroscopique pour la modélisation du fluage. Néanmoins, l'un des objectifs de la thèse étant la prise en compte de l'impact de l'anisotropie cristalline, la revue de littérature sur les modèles macroscopiques est volontairement réduite.

II.1.1.1 Loi de type Norton

Les premiers travaux de modélisation du comportement viscoplastique des alliages remontent au début du XXème siècle. L'une des premières lois de viscoplasticité reliant la vitesse de fluage en régime stationnaire $\dot{\epsilon}$ à la contrainte σ est proposée en 1929 par Norton [10] selon l'Equation (1).

$$\dot{\epsilon} = \left(\frac{|\sigma|}{\lambda} \right)^N \quad (1)$$

Les paramètres λ et N sont dépendants du matériau et de la température.

Il est intéressant de noter que cette loi est encore beaucoup utilisée dans l'industrie aujourd'hui du fait de sa simplicité de mise en œuvre.

II.1.1.2 Loi de type Chaboche (ou modèle ONERA)

A partir des travaux de Norton, de nouvelles lois phénoménologiques ont été élaborées pour décrire les essais d'écrouissage, de relaxation de comportement cyclique et de fluage de manière globale sans tenir compte de manière explicite des phénomènes microscopiques sous-jacents [11-12].

L'introduction des fonctions internes d'écrouissage (cinématique X et isotrope R) a permis de développer de nouveaux modèles de comportement viscoplastiques et le développement de la thermodynamique des processus irréversible a permis d'introduire la définition de potentiel viscoplastique. Ce développement a, par la suite, permis la formulation de lois de comportement physiquement appropriées dont la plus connue, désignée sous le nom de loi de Chaboche, consiste à décrire l'évolution des contraintes internes σ_i selon deux variables correspondant à l'écrouissage isotrope R et à l'écrouissage cinématique X [13-17]. Dans le cas d'un chargement unidirectionnel, l'équation décrivant la vitesse de déformation viscoplastique le long de la contrainte appliquée σ :

$$\dot{\varepsilon}_p = \left\langle \frac{|\sigma - X| - R - R_0}{K} \right\rangle^n \cdot \text{sign}(\sigma - X) \quad (2)$$

K et n sont des constantes matériau dépendantes notamment de la température.

Pour des chargements non cycliques (fluage par exemple), cette loi peut se réduire à une forme plus simple où, par exemple, seul l'écroûissage isotrope R permet de décrire l'évolution des contraintes internes :

$$\dot{\varepsilon}_p = \left\langle \frac{\sigma - R - R_0}{K} \right\rangle^n \quad (3)$$

Néanmoins, la loi de viscoplasticité, utilisée sous forme unidirectionnelle (Equation (2)), ou avec un critère de type Von Mises ne permet en aucun cas de décrire le comportement anisotrope en fluage des superalliages monocristallins. Des approches cristallographiques sont alors utilisées pour tenir compte de ce comportement particulier [18-22]. Ces approches en plasticité cristalline sont décrites dans le §II.1.2 du présent document.

II.1.1.3 Mécanique de l'endommagement

a) Définition du dommage – Notion de contrainte effective – Couplage avec le comportement

L'approche par endommagement continu décrit l'évolution de dommage entre l'état vierge du matériau et la rupture macroscopique de volume considéré. D'emblée, il convient de définir ce qu'est le dommage d'un matériau.

Le dommage, suivant les cas, est :

- ✓ la croissance de fissures à partir de cavités,
- ✓ la croissance des pores,
- ✓ la décohésion aux joints de grains...

Il existe en conséquence divers types d'endommagement, allant de l'endommagement plastique-ductile à l'endommagement de fluage, en passant par l'endommagement de fatigue, celui d'oxydation, celui de corrosion. Une synthèse des divers modes d'endommagement [3] et de leurs répercussions sur le comportement en fluage est présentée dans le Tableau II-1.

En ce qui concerne l'état vierge, il est défini comme un état sans défaut. Cependant, lors de leur élaboration, la plupart des matériaux de fonderie présentent déjà des défauts pouvant constituer des sources d'endommagement. On préférera alors parler d'état initial (moment à partir duquel il y a application des sollicitations mécaniques), auquel on associera un dommage D_0 nul ou non suivant la nature des défauts (endommageants ou non) préexistants.

Afin de définir la variable d'endommagement, un élément de volume de taille suffisante sera considéré pour qu'il soit représentatif des hétérogénéités du matériau. Dans le cas des superalliages monocristallins, ce volume doit être d'au moins 1 mm^3 afin d'avoir une statistique suffisante en pores au travers de la structure dendritique [23]. La face de normale \vec{n} de l'élément de volume Figure II-1 représente la surface totale S_0 de la face supérieure de l'élément alors que S_d représente la surface endommagée (sous forme de pores ici).

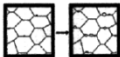



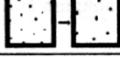
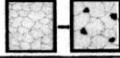

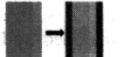
CREEP DAMAGE CATEGORY	DAMAGE MECHANISM	DAMAGE PARAMETER	DAMAGE RATE	CREEP RATE
Strain-Induced	Cavity Nucleation Control; Growth Constrained	 $D_N = \frac{\pi d^2 N}{4} = \omega$	$\dot{\omega} = \frac{k_N}{\varepsilon_u} \dot{\varepsilon}$	$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \sinh \left[\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0(1-\omega)} \right]$
	Cavity Growth Controlled by Creep-Constraint	 $D_G = \frac{\pi d^2 N}{4} = \omega$ $D_G = \left(\frac{r}{l} \right)^2$	$\dot{\omega} = 0$ $\dot{D}_G = \frac{d}{2lD_G} \dot{\varepsilon}$	$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \sinh \left[\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0(1-\omega)} \right]$
	Dynamic Subgrain Coarsening	 $D_{sg} = 1 - \left(\frac{r_{sg}}{r_{sg}^0} \right)$	$\dot{D}_{sg} = (1 - D_{sg}) \frac{\dot{r}_{sg}}{r_{sg}}$?
	Multiplication of Mobile Dislocations	 $D_d = \frac{\rho}{\rho_0} - 1$	$\dot{D}_d = C \dot{\varepsilon}$	$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 (1 + D_d) \sinh \left[\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0} \right]$
Thermally-Induced	Particle-Coarsening	 $D_p = 1 - \frac{P}{P_0}$	$\dot{D}_p = \frac{K_p}{3} (1 - D_p)^3$	$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \sinh \left[\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0(1-D_p)} \right]$
	Depletion of Solid-Solution Elements	 $D_s = 1 - \frac{c}{c_0}$	$\dot{D}_s = K_s D_s^{1/3} (1 - D_s)$	$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\varepsilon}_0}{(1 - D_s)} \sinh \left[\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0} \right]$
Environmentally-Induced	Fracture of Surface Corrosion Product	 $D_{cor} = \frac{2x}{R}$	$\dot{D}_{cor} = \frac{1}{R} \left(\frac{K_{cor} \dot{\varepsilon}}{\varepsilon^2} \right)^{1/2}$	$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \sinh \left[\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0(1-D_{cor})} \right]$
	Internal Oxidation	 $D_{ox} = \frac{2x}{R}$	$\dot{D}_{ox} = \frac{K_{ox}}{R^2} D_{ox}$	$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \sinh \left[\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0(1-D_{ox})} \right]$

Tableau II-1 : Différents types d'endommagement et d'évolutions microstructurales et leurs répercussions sur leur prise en compte dans la vitesse de déformation en fluage [3]

La définition de la variable endommagement D_n , suivant une face de normale \vec{n} est :

$$D_n = \frac{S_d}{S_0} \tag{4}$$

Une valeur de D_n nulle est obtenue pour le matériau vierge de défaut alors qu'une valeur de 1 caractérise l'état rompu. En pratique, la rupture se produit lorsque la contrainte atteint localement la contrainte à rupture, *i.e.* pour des valeurs de dommage inférieures à 1 (de 0.8 à 0.9, voire moins dans certains cas). La théorie de l'endommagement s'attache donc à décrire l'évolution du paramètre D_n qui est étroitement liée à l'évolution de la section effective, section porteuse de l'effort.

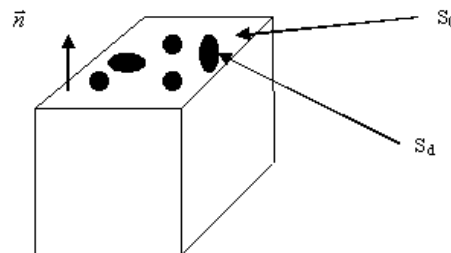


Figure II-1 : Élément de volume endommagé

Si le problème de l'endommagement peut se réduire à un unique scalaire D dans le cas d'un matériau où l'endommagement est isotrope, ou si l'on s'intéresse uniquement à une direction d'endommagement, il n'en est pas de même dans le cas des monocristaux où l'endommagement est anisotrope. Afin de tenir compte de cette anisotropie, le dommage peut être représenté sous forme d'un tenseur $\overline{\overline{D}}$ d'ordre 4. Son évolution est reliée aux caractéristiques du matériau par un tenseur $\overline{\overline{Q}}$ qui définit l'anisotropie de la loi de croissance du dommage [24].

$$\dot{\bar{D}} = \overline{\overline{Q(\sigma)}} \dot{D} \quad (5)$$

Le scalaire \dot{D} caractérise la vitesse d'endommagement des défauts quelle que soit leur orientation.

La définition de la variable endommagement s'accompagne aussi de la notion de contrainte effective. En effet, la surface endommagée S_d n'est pas une surface dite porteuse. Il en résulte que la surface reprenant effectivement l'effort F est $S_0 - S_d$, d'où la définition de contrainte effective σ_{eff} :

$$\sigma_{eff} = \frac{F}{(S_0 - S_d)} = \frac{F}{S_0(1 - \frac{S_d}{S_0})} = \frac{F}{S_0(1 - D)} \quad (6)$$

En posant $\sigma_0 = \frac{F}{S_0}$ la contrainte usuelle satisfaisant aux équations d'équilibre, on obtient alors :

$$\sigma_{eff} = \frac{\sigma_0}{(1 - D)} \quad (7)$$

Dès lors, il est possible de coupler l'endommagement à la loi de comportement. L'utilisation d'une loi de type Norton (Equation (1)) conduit à l'expression suivante :

$$\dot{\epsilon}_p = \left[\frac{\sigma_0}{\lambda(1 - D)} \right]^n \quad (8)$$

Il s'agit dès lors d'établir des lois d'évolutions du dommage D qui permettent de rendre compte du comportement du matériau durant la totalité d'un essai de fluage.

b) Loi de Rabotnov et Kachanov

La modélisation de la détérioration progressive en fluage du matériau (sur la base d'observations expérimentales) est apparue pour la première fois avec les travaux de Kachanov en 1958 [25]. Cet auteur a proposé de modéliser l'évolution de l'endommagement viscoplastique de la manière suivante :

$$\dot{D} = \left[\frac{\sigma}{A_0(1 - D)} \right]^r \quad (9)$$

A_0 et r sont deux coefficients caractéristiques du matériau, r pouvant dépendre de la température.

Rabotnov améliora cette loi en y introduisant un nouveau coefficient k traduisant la plus grande influence de l'endommagement sur la vitesse d'endommagement comparativement à celle induite par le chargement mécanique :

$$\dot{D} = \left[\frac{\sigma}{A} \right]^r \times (1 - D)^{-k} \quad (10)$$

L'intégration de cette loi à contrainte et température constante permet de donner l'évolution temporelle du dommage $D(t)$ et de calculer la durée de vie du matériau t_r :

$$D = 1 - \left(1 - \frac{t}{t_r}\right)^{\frac{1}{k+1}} \quad (11)$$

$$t_r = \frac{1}{k+1} \left(\frac{\sigma}{A}\right)^{-r} \quad (12)$$

Les effets de cumul de dommage non linéaire peuvent être pris en compte en généralisant l'équation Equation (10) de la manière suivante :

$$\dot{D} = \left[\frac{\sigma}{A}\right]^r \times (1 - D)^{-k(\sigma)} \quad (13)$$

L'exposant k est supposé dépendre du niveau de contrainte, bien que ceci ne soit pas toujours étayé par les observations.

II.1.2 Modèles de plasticité cristalline

De nombreux travaux [26-29] ont mis en évidence la forte anisotropie de comportement en fluage des monocristaux dans l'intervalle 650°C-850°C, anisotropie que les modèles macroscopiques ne peuvent pas prendre en compte par essence de par leur formulation isotrope, indépendante de mécanismes intrinsèques de (visco)plasticité.

Si la littérature ouverte est finalement relativement peu étendue sur l'influence de l'orientation cristalline sur les propriétés en fluage des superalliages monocristallins, en particulier à haute température ($T > 1000^\circ\text{C}$) (§I.1.2), il n'en va pas de même sur l'influence de celles-ci sur les propriétés en plasticité indépendante du temps. La littérature de ces vingt dernières années est riche en publications sur l'influence de l'orientation des plans de glissement cristallins sur le comportement du matériau [27,30-33].

L'hypothèse fondatrice de ces approches de plasticité cristalline est que la déformation, d'un point de vue microscopique, est localisée sur des systèmes de glissement spécifiques, dépendant de la structure cristalline du matériau. Quel que soit le matériau, les micro-glissements sont localisés sur les directions atomiques denses des plans atomiques denses, la déformation macroscopique (de l'éprouvette, de la structure, ...) n'étant alors que la somme de ces micro-glissements.

Les premiers modèles de viscoplasticité microscopique furent proposés dans les années 1980 [34] et développés dans les années 1990 [8]. L'approche microscopique est résumée de la manière suivante par Chaboche [35] en Figure II-2, en considérant un alliage polycristallin :

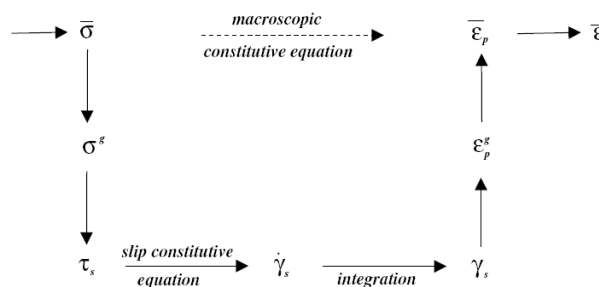


Figure II-2 : Modèle de viscoplasticité prenant en compte les effets microscopiques

Dans une simulation numérique, sur un agrégat de grains simulant un alliage polycristallin, la contrainte au niveau du grain est donnée par :

$$\tilde{\sigma}^g = \tilde{\Sigma} - A(\tilde{\varepsilon}_v^g - \tilde{E}_v) \quad (14)$$

$\tilde{\sigma}^g$ et $\tilde{\varepsilon}_v^g$ sont respectivement la contrainte et la déformation viscoplastique dans le grain et, $\tilde{\Sigma}$ et \tilde{E}_v la contrainte et la déformation viscoplastique macroscopique. A est un paramètre d'homogénéisation du matériau.

Pour chaque système de glissement « s », la cission résolue est définie par :

$$\tau^s = \tilde{m}^s : \tilde{\sigma}^g \quad (15)$$

τ^s est la cission résolue du système et \tilde{m}^s est le tenseur d'orientation défini par :

$$m_{ij}^s = \frac{1}{2}(n_i^s l_j^s + n_j^s l_i^s) \quad (16)$$

\tilde{n}^s est le vecteur normal unitaire au plan de glissement et \tilde{l}^s la direction de glissement.

$$\dot{\gamma}_v^s = \left\langle \frac{|\tau^s - x^s| - r^s}{K} \right\rangle^N \text{sign}(\tau^s - x^s) \quad (17)$$

K et N sont deux coefficients intrinsèques du matériau. x^s et r^s sont, respectivement, les variables d'érouissage cinématique et isotrope du système s .

La déformation macroscopique s'obtient en sommant successivement les systèmes sur l'ensemble du grain, puis sur l'ensemble des grains formant l'agrégat.

$$\tilde{E}_v = \sum_{h \in G} \sum_{s \in h} \tilde{m}^s \dot{\gamma}_v^s \quad (18)$$

La définition des lois d'évolution des variables d'érouissage est un point critique du modèle de par sa complexité. La littérature propose par exemple pour l'érouissage cinématique (Equation (19)) et pour l'érouissage isotrope (Equation (20)) [36] :

$$\dot{x}^s = c \dot{\gamma}_v^s - d |\dot{\gamma}_v^s| \quad (19)$$

$$\dot{r}^s = \sum_{j \in G} b Q h_{sj} \cdot \exp(-b v^j) |\dot{\gamma}_v^j| \quad (20)$$

c , d , b et Q sont des coefficients matériau pour décrire les lois d'évolutions des érouissages cinématiques et isotropes et r_0 représente la cission seuil sur le système de glissement considéré. v^j est définie comme étant la déformation plastique cumulée. Enfin, h_{sj} sont les coefficients de la matrice d'interactions entre les systèmes de glissements. Ces coefficients traduisent l'influence du système de glissement s sur l'érouissage du système j .

L'utilisation des modèles de plasticité cristalline pour le calcul de structures dans un contexte industriel commence à prendre de l'ampleur depuis quelques années, notamment dans le domaine des superalliages monocristallins, mais reste à l'heure actuelle relativement limitée [20,37].

L'intérêt de ces modèles de plasticité cristalline est évident, notamment pour la prise en compte des effets d'orientation cristalline sur les propriétés mécaniques. La Figure II-3 montre par exemple qu'il est possible de reproduire l'évolution du comportement en traction de l'alliage AM1 en fonction de l'orientation du cristal sollicité. Tout comme les modèles macroscopiques présentés précédemment en §II.1.1, il n'en reste pas moins vrai qu'ils ne prennent aucunement en compte de manière explicite des évolutions de la microstructure (au sens de la précipitation, du caractère multiphasé) des alliages qui peuvent survenir dans le domaine des hautes températures.

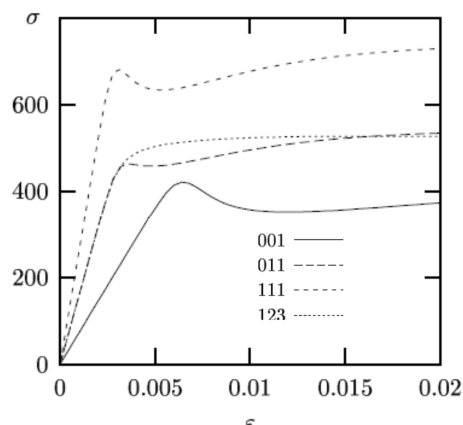


Figure II-3 : Courbes de simulations d'essais de traction pour l'alliage AM1 pour plusieurs orientations cristalline [38]

Certains modèles sont construits sur des considérations métallurgiques macroscopiques, ils sont ensuite déclinés dans le cadre de la plasticité cristalline. Ces modèles, dits « physiquement motivés », sont détaillés dans le paragraphe suivant. D'autres modèles précurseurs suivent le cheminement inverse et visent à enrichir les modèles de plasticité cristalline de considérations microstructurales. Ces modèles sont détaillés dans la suite du manuscrit au §II.1.4.

II.1.3 Modèles physiquement motivés

Les modèles dits « physiquement motivés » sont construits sur des considérations métallurgiques et s'attachent à représenter les évolutions de la microstructure des alliages. Ils ont ainsi pour base l'équation d'Orowan. Ces modèles permettent la description du caractère biphasé γ/γ' des superalliages base nickel monocristallins, mais surtout la prise en compte de l'évolution de la microstructure, nécessaire pour rendre compte des évolutions des propriétés mécaniques du matériau (§I.1).

En effet, la fraction de la phase γ' à morphologie cuboïdale est optimisée lors de l'élaboration de l'alliage pour ralentir le mouvement des dislocations et ainsi la déformation (visco)plastique. Ces modèles prennent en compte majoritairement des mécanismes de dégradation qui interviennent à l'échelle de la microstructure de précipitation. Ils tiennent aussi compte de la plasticité via le glissement des dislocations de type $\langle 011 \rangle$ $\{111\}$ dans la phase γ (fluage dit « tertiaire ») et via le cisaillement des précipités γ' par des dislocations de type $\langle 112 \rangle$ $\{111\}$ (fluage primaire) [1].

Depuis une quarantaine d'année, une des évolutions microstructurales rencontrées dans les superalliages monocristallins sous sollicitation mécanique à haute température a concentré de nombreuses études [1,39-41] : la coalescence orientée de la phase γ' ou mise en radeaux (Figure II-4) (§I.1.1). La prise en compte de cette évolution morphologique nécessite la création de nouvelles variables internes dans les modèles de comportement mécanique afin de rendre compte de ses répercussions sur le comportement et la durée de vie. Divers travaux ont été entrepris depuis 2005 en suivant cette démarche : nous pouvons citer en particulier ceux de l'équipe de R.C. Reed à Birmingham, dans le cadre de travaux avec Rolls-Royce et ceux du BAM dans le cadre d'une collaboration avec Alstom [42], travaux détaillés dans les §II.1.3.1 et §II.1.3.2.

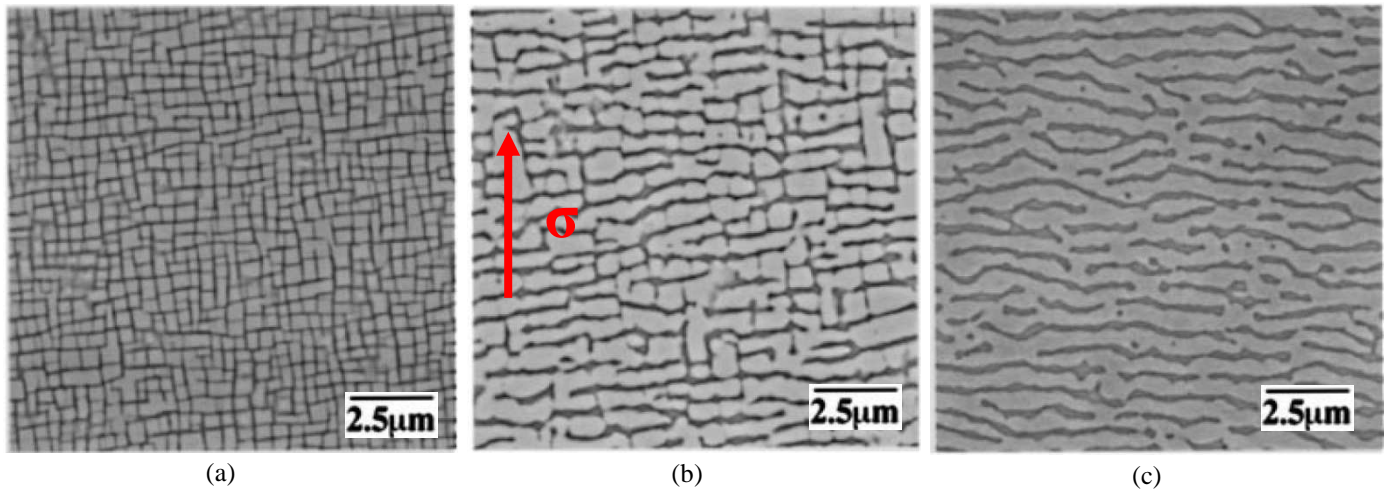


Figure II-4 : Essais de fluage à 950°C et 185 MPa sur CMSX4 – (a) $t = 0h$, (b) $t = 695h$, (c) $t = 1060h$ [31]

Aujourd'hui, des travaux sont également menés à l'ONERA afin de coupler les évolutions de microstructures prédites par la méthode des champs de phase et le comportement mécanique. Des travaux pionniers ont été réalisés en ce sens dans le cadre de la thèse d'Anaïs Gaubert [43], visant à coupler la mise en radeaux des superalliages monocristallins simulée par champs de phase et la viscoplasticité du matériau dans le cadre d'une approche de plasticité cristalline. Ces travaux permettent en effet de décrire correctement l'évolution microstructurale du matériau mais ne sont pas aptes à rendre compte des phénomènes transitoires tels que l'aspect cinétique de la dissolution de la phase γ' par exemple.

II.1.3.1 Approche de Reed : prise en compte de la mise en radeaux

Les travaux de Reed et collaborateurs [1,31,44] ont surtout été dédiés à l'introduction de l'effet de la coalescence orientée des précipités γ' des superalliages monocristallins à base Nickel dans des lois de comportement en fluage [45]. De tels travaux avaient déjà été entrepris auparavant par Schneider [46] ainsi que par Svoboda et Lukas [2]. En effet, les lois existantes [10] qui relient de manière proportionnelle la vitesse de déformation plastique à la déformation plastique cumulée ne peuvent traduire l'effet de la mise en radeaux. Le modèle utilisé, qui reprend les travaux de Gilman [45], relie donc la densité de dislocations mobiles ρ_m à la déformation, ρ_m variant avec le degré de mise en radeaux.

$$\rho_m = (\rho_0 + M\varepsilon) \cdot \exp(-\Phi\varepsilon) \quad (21)$$

Dans l'Equation (21), ρ_0 est la densité de dislocations initiale, M le taux de multiplication de dislocations. Ainsi, le modèle tient compte du degré de mise en radeaux de manière macroscopique et phénoménologique via un coefficient de frottement Φ . Un coefficient Φ élevé traduit une mise en radeaux plus rapide et plus développée et donc une activité réduite des dislocations dans les canaux verticaux de matrice ainsi qu'un mécanisme de montée de dislocations limité en raison des réseaux formés aux interfaces γ/γ' .

Le fait que ce modèle soit considéré comme « physiquement motivé » (*i.e.* basé sur des considérations métallurgiques) provient du couplage de l'Equation (21) à l'équation d'Orowan ($\dot{\varepsilon} = \rho_m b v$ avec b la norme du vecteur de Burgers et v la vitesse de déplacement des dislocations) qui conduit à :

$$\dot{\varepsilon} = (\rho_0 b v + M b v \cdot \varepsilon) \cdot \exp(-\Phi \varepsilon) = (\dot{\Gamma} + \Omega \varepsilon) \cdot \exp(-\Phi \varepsilon) \quad (22)$$

Les coefficients $\dot{\Gamma}$ et Ω , respectivement vitesse de fluage initiale et coefficient d'adoucissement lié au taux de multiplication de dislocations mobiles, sont dépendants de la température T et du chargement mécanique σ de la manière suivante :

$$\{\dot{\Gamma}, \Omega\} = a \cdot \exp\left[b\sigma - \frac{Q}{RT}\right] \quad (23)$$

Q est une énergie d'activation représentant les processus diffusifs mis en jeu et les paramètres a et b doivent être identifiés à partir d'essais de fluage couvrant une large plage de contrainte et de température.

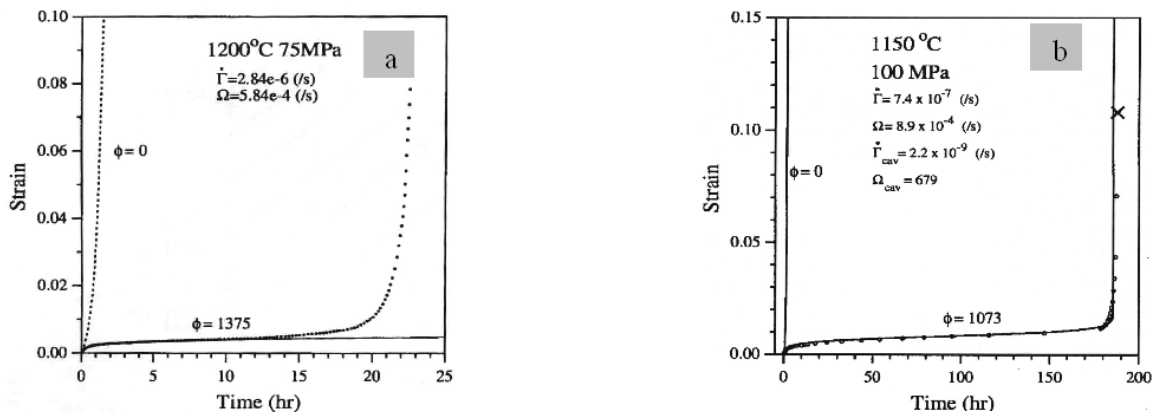


Figure II-5 : Prise en compte de la mise en radeaux dans la modélisation du fluage du superalliage CMSX4 – (a) essai à 1200°C et 75 MPa – (b) essai à 1150°C et 100 MPa et prise en compte de l'endommagement final [1]

Cette loi de comportement permet de bien rendre compte des fluages primaires et secondaires observés à hautes et très hautes températures (Figure II-5-a), et donc des cinétiques de mise en radeaux. En revanche, le tertiaire est, quant à lui, très mal modélisé [1]. L'endommagement des superalliages monocristallins dans ce domaine de température est surtout lié à de la cavitation au niveau de micro-retassures d'élaboration [1] ; une déformation de cavitation a donc été ajoutée au modèle (Equations (24) à (26)) afin de mieux simuler les résultats (Figure II-5-b).

$$\varepsilon_{totale} = \varepsilon_{plast} + \varepsilon_{cav} \quad (24)$$

$$\dot{\varepsilon}_{plast} = (\dot{\Gamma} + \Omega \varepsilon_{plast}) \cdot \exp(-\Phi \varepsilon_{plast}) \quad (25)$$

$$\dot{\varepsilon}_{cav} = \dot{\Gamma}_{cav} \cdot \exp(\Omega_{cav} \cdot \varepsilon_{cav}) \quad (26)$$

Les paramètres $\dot{\Gamma}_{cav}$ et Ω_{cav} rendent compte de la perte de section portante par cavitation et de la nature très localisée de la rupture dans les derniers instants de fluage.

Si ce modèle est séduisant par sa capacité à prendre en compte le durcissement lié à la mise en radeaux, son point faible reste le découplage entre la loi de comportement et celle d'endommagement (forme additive entre la déformation plastique et la déformation résultant de l'endommagement – Equation (24)), ce qui peut s'avérer problématique pour des conditions d'essais engendrant des cinétiques de fluage tertiaire lentes.

Par ailleurs, il ne rend, pour l'instant, aucunement compte du caractère anisotrope du comportement des superalliages monocristallins. Enfin, il postule que la mise en radeaux est bénéfique en fluage à basse température et faible contrainte, ce qui est contraire aux observations portant sur l'impact de la mise en radeaux sur le comportement en fluage anisotherme basse contrainte [9,47-48].

II.1.3.2 Approche de Dyson et McLean

Les travaux de B.F. Dyson, M. McLean et de leurs collaborateurs [3,49] ont eu pour objectif de modéliser le comportement en fluage de divers matériaux pour de très longues DDV ou pour des histoires complexes de chargements. Ces travaux sont en particulier utilisés pour la modélisation de comportement et de l'endommagement des matériaux utilisés dans le domaine du nucléaire. En effet, l'extrapolation d'essais simples de courtes durées (durées inférieures à 1000-2000 heures) en régime isotherme s'avère souvent insuffisante pour représenter les conditions rencontrées dans des structures en service (DDV visées supérieures à 20 000 heures). Ces essais classiques minorent des endommagements à long terme rencontrés en service (dus à l'oxydation par exemple). Les répercussions de diverses évolutions microstructurales et/ou endommagements sur le comportement en fluage doivent donc être prises en compte.

La loi de comportement de base utilisée pour représenter le comportement en fluage est basée sur l'emploi d'une formulation mathématique de type sinus hyperbolique afin de mieux représenter l'impact de la contrainte sur une vitesse de déformation comparativement à une loi puissance :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \sinh \left[\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0} \right] \quad (27)$$

$\dot{\varepsilon}_0$ et σ_0 sont des paramètres intrinsèques au matériau (qui dépendent par exemple des constantes de diffusion, du taux de particules durcissantes...). H est une mesure du durcissement induit par la variation des contraintes internes du matériau. Ce terme permet donc de rendre compte, par exemple, du fluage primaire observé à haute température dans les superalliages monocristallins. Sa loi d'évolution est la suivante :

$$\dot{H} = \frac{h'}{\sigma} \left(1 - \frac{H}{H^*} \right) \dot{\varepsilon} \quad (28)$$

H^* est la valeur maximale de H et h' est proportionnel au module d'Young et à la fraction volumique de particules durcissantes.

A partir de ces équations de base décrivant le comportement en fluage, Dyson et McLean ont cherché à rendre compte de tous les mécanismes d'endommagements pouvant influencer le comportement (Tableau II-1), chacun d'entre eux étant décrit par une loi d'évolution \dot{D}_i . Le couplage comportement/endommagement peut donc être résumé par les trois équations différentielles couplées suivantes, où T est la température :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}(\sigma, T, H, D_i) \quad (29)$$

$$\dot{H} = \dot{H}(\sigma, T, H, D_i) \quad (30)$$

$$\dot{D} = \dot{D}(\sigma, T, H, D_i) \quad (31)$$

Cette modélisation, qui est assez pragmatique, propose une large base de mécanismes de durcissement/adoucissement et de mécanismes d'endommagement que l'on peut sélectionner en fonction des conditions de chargement (Tableau II-1). L'avantage d'une telle loi est aussi d'introduire un couplage fort comportement/endommagement. Par ailleurs, la loi d'écoulement de type sinus hyperbolique utilisée a aussi été implémentée dans un cadre de plasticité cristalline (via les travaux de MacLachlan [18]) afin de rendre compte des effets d'anisotropie sur le comportement/endommagement.

Néanmoins, les lois d'évolutions employées restent principalement des lois thermiquement activées, sans prise en compte des aspects d'évolution de la microstructure. Elle est en effet considérée comme non évolutive dans ce modèle. La modélisation de trajets de chargement type OEI pendant lesquels la microstructure évolue fortement et rapidement avec ce type de modèle ne serait donc pas pertinente car aucune variable interne supplémentaire n'a été ajoutée pour rendre compte des transitoires de microstructures.

II.1.4 Modèles utilisant une base de plasticité cristalline enrichie de variables physiques

Les modèles exposés dans ce paragraphe présentent la particularité de partir de modèles de type « mécanicien » et sont par la suite enrichis de variables internes. Ces variables sont ajoutées aux modèles pour prendre en compte des évolutions de microstructure du matériau, qu'il s'agisse de variations de la densité de dislocations ou du taux de précipités. Seront présentées successivement dans ce cadre les approches de MacLachlan (§II.1.4.1) et de Dye – Ma – Reed (§II.1.4.2), de Staroselsky et Cassenti (§II.1.4.3) et enfin celle de Fedelich (§II.1.4.4).

II.1.4.1 Approche de MacLachlan

Lors de leurs travaux [18,21,32,50-53], MacLachlan et son équipe proposent deux déclinaisons d'un modèle couplé comportement/endommagement :

- i. une formulation macroscopique. Elle s'appuie sur la notion de contrainte à rupture et prend en considération la mise en radeaux de manière phénoménologique (§II.1.4.1-a) ;
- ii. une formulation dans un cadre de plasticité cristalline afin de rendre compte des effets d'anisotropie cristalline (§II.1.4.1-b).

a) Loi de MacLachlan – macroscopique

La première version du modèle de MacLachlan se présente sous une forme macroscopique dans laquelle la mise en radeaux est thermiquement activée. La contrainte effective représente, selon l'auteur, l'accroissement du dommage dans le matériau ainsi que l'augmentation des contraintes internes aux interfaces, la rupture se produisant quand la contrainte effective atteint la contrainte à rupture R_m (et non une contrainte infinie comme dans une loi d'évolution du dommage habituelle de Rabotnov-Kachanov). Cela se traduit donc par un dommage à rupture strictement inférieur à 1.

Les équations régissant l'évolution de la contrainte effective sont les suivantes :

$$\dot{d} = C \cdot \left(\frac{\sigma_{eff}}{R_m - \sigma_{eff}} \right)^\nu \quad (32)$$

$$\sigma_{eff} = \frac{\sigma_0}{1 - d} \quad (33)$$

σ_0 représente la contrainte initiale, d la variable d'endommagement, C et ν des paramètres matériau respectivement dépendant et indépendant de la température.

Il est toutefois important de noter que dans la pratique, la résistance à la traction R_m utilisée arbitrairement est celle déterminée pour une vitesse de traction de 10^{-4} s^{-1} . Cette valeur est appliquée comme critère de rupture quelles que soient les conditions de fluage rencontrées et donc pour des vitesses de fluage pouvant être bien différentes de 10^{-4} s^{-1} .

Par ailleurs, on peut se poser la question de l'intérêt d'une telle approche dès lors que le fluage tertiaire à très haute température ($T > 1100^\circ\text{C}$) est souvent le résultat d'une forte localisation de la déformation, engendrant des stades tertiaires très abrupts et donc une très faible sensibilité au critère de rupture utilisé, qu'il soit basé sur $D = 1$ ou sur l'obtention d'une contrainte effective égale à R_m .

Le modèle de MacLachlan inclut également dans une version plus élaborée une description de la mise en radeaux. En conditions isothermes (sur la plage $1000^\circ\text{C} - 1050^\circ\text{C}$) et à contrainte constante, lorsque la DDV est suffisante pour permettre la mise en radeaux, le modèle postule que le changement de la morphologie de précipitation γ' rencontré accroît la résistance en fluage pour de faibles contraintes.

Pour rendre compte de cet effet, le coefficient C de l'Equation (32) suit alors une évolution de type Boltzmann, reflétant le rôle de l'adoucissement de la matrice sur l'endommagement général de la structure :

$$C = \frac{1}{A \cdot \exp(\Delta H_1/RT) + B \cdot \exp(-\Delta H_2/RT)} \quad (34)$$

Dans cette équation, le premier terme du dénominateur permet de tenir compte du mouvement des dislocations, ΔH_1 étant assimilable à l'énergie d'autodiffusion du nickel. Le second terme ΔH_2 rend compte de la mise en radeaux et possède un rôle inverse au premier terme en augmentant la durée de vie (terme négatif dans l'exponentielle). Nous ne reviendrons pas sur le fait que la mise en radeaux n'est pas systématiquement bénéfique en fluage tel que le postule ces auteurs.

b) Loi de MacLachlan – anisotropie

La deuxième version du modèle de MacLachlan utilise les bases de la plasticité cristalline issues des travaux de Peirce [54] et d'Asaro [7]. Ce modèle présente les particularités suivantes :

✓ La loi d'évolution du dommage est pilotée par la vitesse de déformation plutôt que par la contrainte comme utilisé habituellement, ce qui permet de combiner les effets du chargement à ceux de l'orientation cristallographique du matériau. L'idée sous-jacente à une telle formulation est que le dommage, et en particulier les premiers stades d'endommagement, sont pilotés par la plasticité.

La multiplication des dislocations mobiles due à une dégradation de la microstructure est un exemple de mécanisme physique représenté de manière phénoménologique par une telle force motrice pour le dommage. Ainsi l'équation du dommage devient :

$$\dot{d} = C \cdot \left(\frac{\dot{\epsilon}}{E_0} \right)^{v/u} \quad (35)$$

Les vitesses de déformation macroscopique et sur chaque système de glissement sont décrites respectivement en Equations (36) et (37) :

$$\dot{\epsilon} = \sum_{s=1}^{12} \dot{\gamma}_s \cdot B_s \otimes n_s \quad (36)$$

$$\dot{\gamma}_s = E_1 \cdot \left(\frac{\tau_s}{\tau_c - \tau_s} \right)^{u_1} \quad (37)$$

τ_c est la cission résolue ultime pour les systèmes de type $\langle 101 \rangle \{111\}$ et τ_s est la contrainte de cisaillement sur chaque système de glissement calculée à partir de tenseur de contrainte effective :

$$\bar{\sigma} = \sigma_0 \cdot (\bar{I} - \bar{d})^{-1} \quad (38)$$

\bar{I} est la matrice d'identité (3x3).

✓ Afin de permettre la description des rotations du cristal observées expérimentalement pour des orientations dites instables (*i.e.* les orientations autres que [001] et [111]), MacLachlan considère deux systèmes de glissement :

- Les systèmes « classiques » de type $\langle 101 \rangle \{111\}$, glissements préférentiels pour les éprouvettes « proches [001] » ;
- Les systèmes $\langle 112 \rangle \{111\}$, glissements préférentiels pour les éprouvettes « proches [011] et [111] », en cohérence avec les observations expérimentales effectuées dans [55], montrant la nécessaire activation de ce dernier système pour des températures inférieures à 950°C (Figure II-6) (§I.1.2.2).

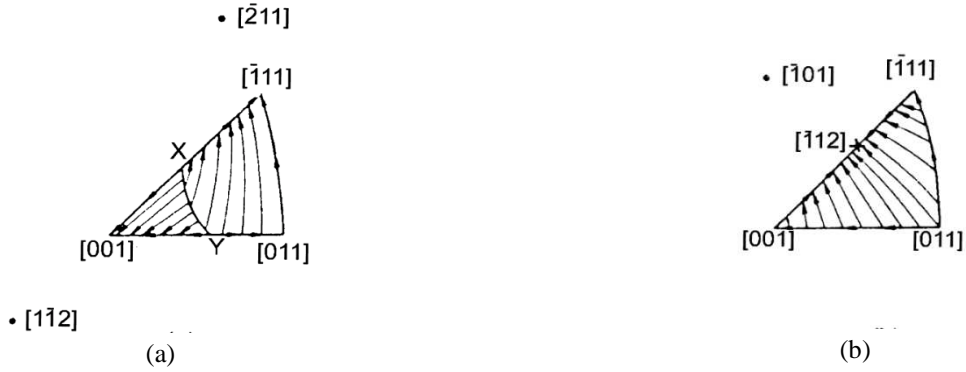


Figure II-6 : Illustrations des rotations cristallographiques qui apparaissent si la déformation en fluage est pilotée par les systèmes de glissement de type: (a) $\langle 112 \rangle \{111\}$ et (b) $\langle 101 \rangle \{111\}$

Comme il y a deux sources différentes de déformation, l'accumulation de celle-ci engendre deux sources du dommage du matériau. Ces deux sources permettent de décrire les évolutions de la déformation et du dommage sous forme additive, respectivement en Equation (39) et Equation (40) :

$$\dot{\bar{\varepsilon}} = \dot{\bar{\varepsilon}}_{101} + \dot{\bar{\varepsilon}}_{112} \quad (39)$$

$$\dot{\bar{d}} = \dot{\bar{d}}_{101} + \dot{\bar{d}}_{112} \quad (40)$$

✓ Les interactions entre les systèmes de glissement sont modifiées par rapport aux équations de plasticité cristalline conventionnelles afin d'obtenir une approche plus physique. En effet, deux variables internes de durcissement et d'adoucissement, respectivement g_s et S_s sont ajoutées à l'équation de la vitesse de déformation plastique sur chaque système de glissement, (Equation (37)). Alors deux équations remplacent cette équation : l'Equation (41) pour les systèmes de glissement de type $\langle 101 \rangle \{111\}$ et l'Equation (42) pour les systèmes de glissement de type $\langle 112 \rangle \{111\}$.

$$\dot{\gamma}_{s101} = \frac{E_{101}}{(1 + g_s)} \cdot \left(\frac{\tau_s}{\tau_{c101} - \tau_s} \right)^{u_{101}} \quad (41)$$

$$\dot{\gamma}_{s112} = \frac{E_{112} \cdot S_s}{(1 + g_s)} \cdot \left(\frac{\tau_s}{\tau_{c112} - \tau_s} \right)^{u_{112}} \quad (42)$$

g_s caractérise la vitesse de durcissement d'un système de glissement. Cette variable est la somme des contributions au durcissement de tous les autres systèmes de glissement. S_s caractérise l'adoucissement d'un système de glissement en fonction de la déformation plastique cumulée.

Quelques résultats comparant les données expérimentales à 950°C aux résultats obtenus par simulations par éléments finis sur les orientations [001], [111] et [011] sont illustrés en Figure II-7. Un bon accord entre expériences et simulations est observé en termes de DDV pour toutes les orientations analysées. En revanche, la prédiction du comportement est perfectible pour l'orientation [011] où les simulations montrent des vitesses de fluages secondaires plus élevées que sur les courbes d'essais (Figure II-7-c). Comme nous l'aurons compris de par les systèmes de glissement utilisés (*i.e.* systèmes de type $\langle 101 \rangle \{111\}$ et $\langle 112 \rangle \{111\}$), ce modèle a plutôt été développé pour les basses températures ($T < 1000^\circ\text{C}$).

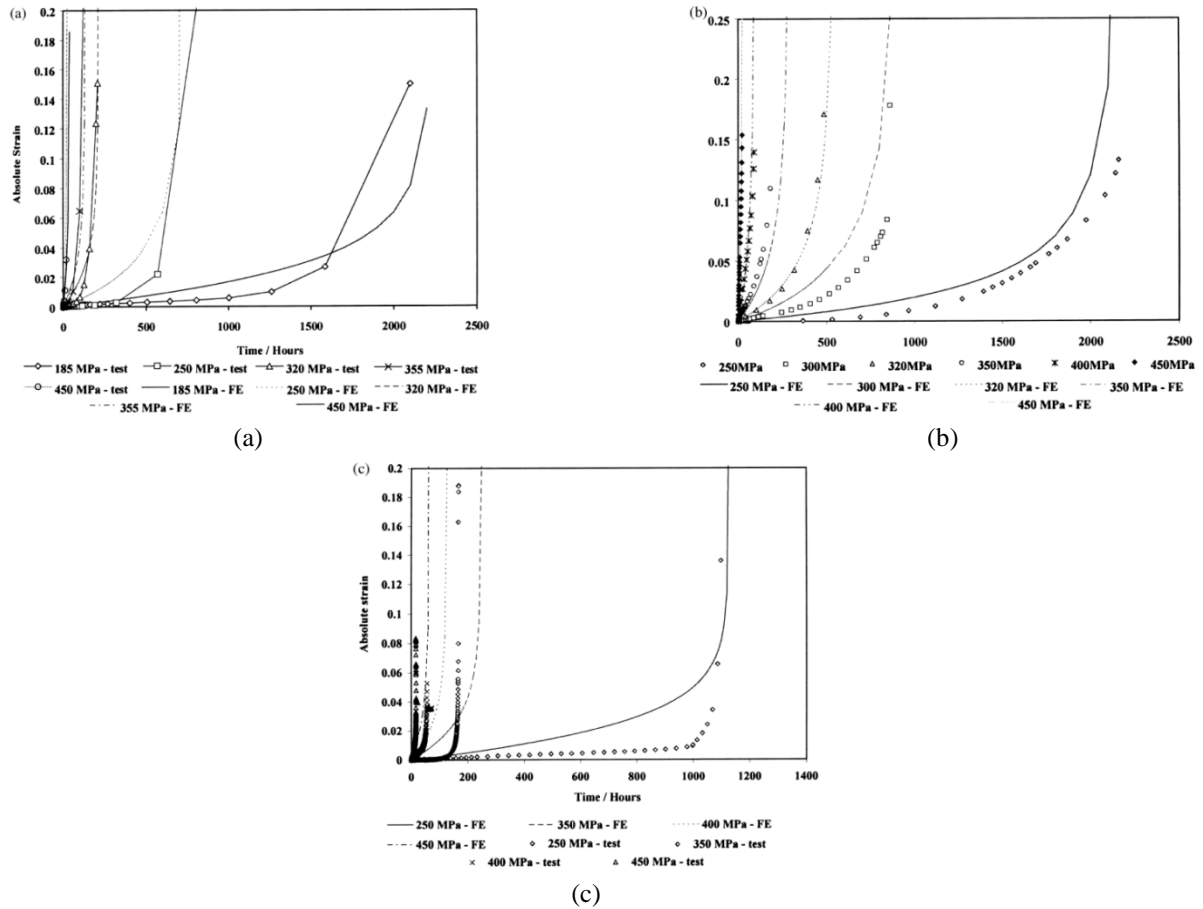


Figure II-7 : Comparaison entre courbes expérimentales d’essais de fluage à 950°C et simulations pour différentes orientations cristallines initiales. Les courbes en points sont les courbes expérimentales et les courbes en lignes sont les simulations – (a) [001], (b) [111] et (c) [011] [51]

II.1.4.2 Approche de Dye, Ma et Reed

L’approche de Dye, Ma et Reed présente les particularités suivantes :

- i. Le modèle moyenne la contrainte externe à travers un volume élémentaire représentatif de la microstructure de précipitation biphasée γ/γ' cuboïdale du monocristal [56]. Des lois de plasticité cristalline sont établies pour chaque phase du matériau (lois tenant compte de la structure CFC de la matrice, *i.e.* la phase γ , et lois tenant compte la structure ordonnée $L1_2$ des précipités, *i.e.* phase γ' ;
- ii. Le modèle s’appuie sur la séparation des contributions de la déformation élastique et de la déformation plastique (décomposition multiplicative) :
 - ✓ La déformation élastique correspond à l’étirement et à la rotation du réseau ;
 - ✓ La déformation plastique correspond à la déformation irréversible causée par l’activité des dislocations.

iii. Deux mécanismes distincts de déformation sont considérés :

- ✓ Le glissement des dislocations dans les couloirs de la matrice, aussi appelé par les auteurs et pas forcément de manière appropriée « fluage tertiaire », apparaissant lorsqu'il y a une forte augmentation de la densité de dislocations mobiles. Ce cas correspond aux conditions rencontrées en fluage plutôt entre 900 et 1000°C ;
- ✓ Le cisaillement des précipités par des rubans de dislocations de type $\langle 112 \rangle \{111\}$, aussi appelé « fluage primaire », pour des essais à des températures inférieures à 850°C. En effet, bien qu'il soit considéré usuellement que les précipités ne sont pas traversés par les dislocations pendant le fluage, de fortes preuves existent quant à l'existence de ce phénomène [28,57-59]. Les Figure II-8-c et Figure II-8-d illustrent les résultats de simulation dans lesquelles les mécanismes de cisaillement par rubans de dislocations sont activés. Dans les simulations, dont les résultats sont présentés en Figure II-8-a et Figure II-8-b, ces mécanismes ne sont pas activés. Ces simulations montrent l'importance de la prise en compte des mécanismes de cisaillement des précipités planaires sous forme de rubans de dislocation de type $\langle 112 \rangle \{111\}$ et dont le libre parcours moyen est de l'ordre d'un demi à un espace interdendritique.

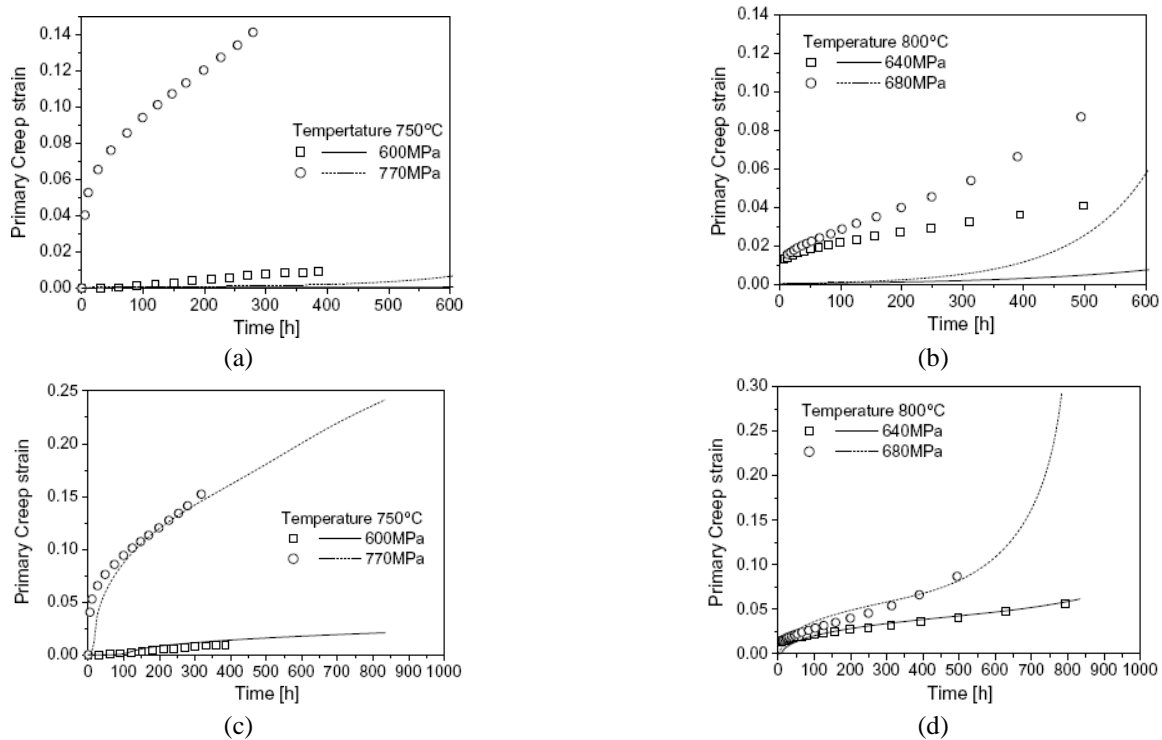


Figure II-8 : Prédictions de déformation en fluage à 750 et 800°C pour une orientation cristalline proche [001] (lignes), comparées aux courbes expérimentales (points) en considérant les mécanismes de glissement de la matrice uniquement (a et b) et en considérant les mécanismes de glissement de la matrice et des précipités (c et d) [60]

Ce mécanisme permet également de justifier l'observation d'une période d'incubation avant le début du fluage primaire sous ces conditions de basse température/forte contrainte [57]. Ce temps d'incubation correspond au temps nécessaire pour qu'un nombre suffisant de dislocations de matrice puissent venir s'accumuler aux interfaces γ/γ' avant que le mécanisme de cisaillement étendu par rubans de dislocation puisse devenir actif et engendrer une forte déformation macroscopique.

Pour prendre en compte l'effet de l'incubation, le modèle suppose que le déplacement des dislocations dans la matrice peut être décrit par une loi cinétique de type Johnson-Melch-Avrami-Kolmogorov (JMAK) [61]. Après la période d'incubation, la densité de dislocations sature du fait de leur accumulation aux interfaces γ/γ' . Cette saturation implique alors une réduction de la contrainte de désaccord paramétrique.

Cette contrainte s'exprime alors pour un couloir de matrice comme suit :

$$\tau_{mis}^s = \tau_{mis0}^s \cdot \left(1 - \exp \left(- \left(\frac{\rho_{total}}{\rho_{ref}} \right)^{c_{icb2}} \right) \right) \quad (43)$$

$$\rho_{total} = \sum_{s=1}^{12} \rho_{fcc}^s \quad (44)$$

$$\tau_{mis0}^s = \tilde{S}_{mis} \cdot (\tilde{d}_s \otimes \tilde{n}_s) \quad (45)$$

ρ_{ref} est la densité de dislocations nécessaire pour relaxer les contraintes de cohérence. La contrainte initiale de désaccord paramétrique τ_{mis0}^s est une fonction du désaccord paramétrique δ naturel entre les deux phases. La dépendance à la température est implicite dans la constante élastique et c_{icb2} est un paramètre d'ajustement.

iv. Le modèle est couplé comportement/endommagement.

L'endommagement apparaît dans la phase de fluage tertiaire sous forme de vides ou de fissures nucléées à partir des pores de fonderie préexistants [52] ou sur des pores en lien avec des phases de TCP [62-63] (§I.1.1.2). Il est modélisé par un processus de coalescence de vides à l'origine des mouvements des dislocations comme le montre l'Equation (46). L'apparition de vides réduit alors la section effective et accroît la densité de dislocations à l'interface γ/γ' .

$$\dot{R}_{void} = C_{void} \cdot (f_{\gamma} \dot{\rho}_{fcc} + f_{\gamma'} \dot{\rho}_{L12}) \text{ avec } D = (R_{void})^{2/3} \quad (46)$$

R_{void} représente le volume total des vides et est proportionnel aux densités de dislocations dans chaque phase du matériau, f , représentant leurs fractions volumiques respectives. D représente alors le dommage.

Cette approche souligne que l'apparition du dommage ne modifie les courbes de fluage qu'après quelques pourcents de déformation. Par conséquent, la forme des courbes obtenues aux faibles déformations est indépendante du dommage tel que formulé dans le modèle puisqu'elle dépend uniquement des hypothèses sur les mécanismes de déformation actifs.

v. La largeur de couloirs de la matrice reste constante avec la déformation et le changement d'orientation du cristal au cours du fluage n'est pas pris en compte. En conséquence, pour certaines orientations instables comme les orientations qui sont proches des interfaces [011]-[111] ou [112]-[111] du triangle stéréographique usuel, les résultats du calcul peuvent être mis en défaut.

vi. En pratique (dans la littérature) :

- ✓ Ce modèle est identifié sur des essais uniaxiaux et il est mis en œuvre sur des géométries de pales de turbines refroidies de chez Rolls-Royce (Figure II-9). On observe en particulier qu’après 5500h de fluage (Figure II-10), la déformation plastique qui était initialement la plus prononcée dans le premier pontet (en partant du bord d’attaque) se redistribue sur les autres pontets de la section ;
- ✓ Ce modèle permet, via le formalisme de plasticité cristalline, d’évaluer l’influence de variations d’orientation cristalline ou de variations dimensionnelles de la position des canaux de refroidissement. Sur la Figure II-11-a, chaque lettre représente une orientation cristalline. Elles diffèrent toutes par leur orientation primaire et secondaire. Sur la Figure II-11-b, l’axe z représente l’axe de chargement ;
- ✓ En revanche, les effets liés à la microstructure (mise en radeaux, dissolution) ne sont pas pris en compte dans ce modèle. En conséquence, aux hautes températures ($T > 1000^{\circ}\text{C}$), les résultats de simulations divergent des expériences à cause de l’absence de prise en compte de l’effet de la mise en radeaux. Ce point pourrait être la base de travaux futurs.

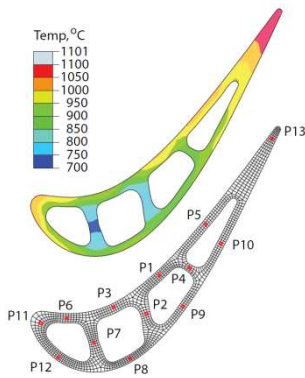


Figure II-9 : Gradients de température sur une section de pale de turbine HP refroidie Rolls-Royce (haut) et le maillage associé (bas) [37]

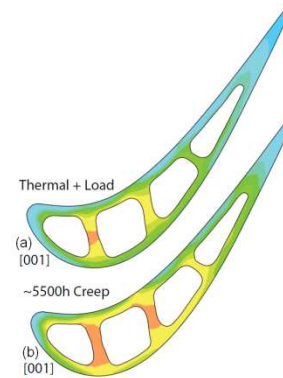


Figure II-10 : Effet de redistribution de charge après 5000h de fluage [37]

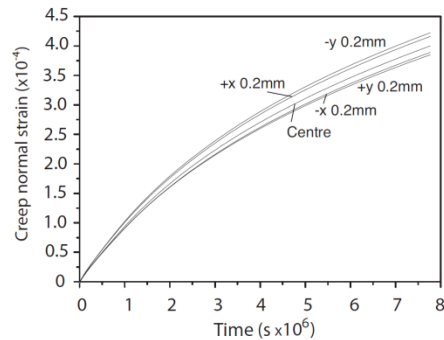
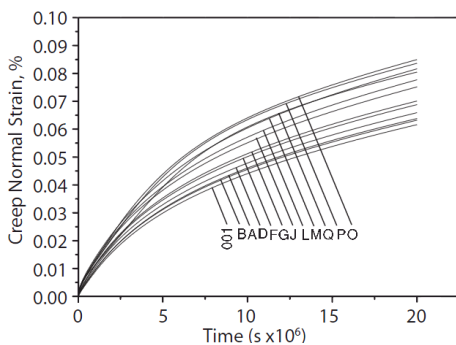


Figure II-11 : Evolution de la déformation plastique pour la position P7, en Figure II-9, en fonction – (a) de l’orientation cristalline ; (b) de la position des pontets de refroidissement. x et y correspondent à des déplacements dans le plan de la section droite de la pale [37]

II.1.4.3 Approche de Staroselsky et Cassenti

Le modèle de Staroselsky et Cassenti [64] est le modèle utilisé par Pratt & Whitney US sous forme de loi utilisateur dans ANSYS. Les principales caractéristiques de ce modèle sont les suivantes :

i. C'est un modèle de plasticité cristalline, couplé comportement/endommagement, construit pour décrire les comportements inélastiques des superalliages monocristallins base nickel. Il permet de décrire la réponse du monocristal à la fois dans le cadre de la viscoplasticité (fluage primaire, secondaire et tertiaire) et dans le cadre de la plasticité indépendante du temps (chargements de traction et chargements de fatigue), ainsi que les interactions qui lient ces deux phénomènes;

ii. Dans le cadre de la viscoplasticité, deux mécanismes de déformation sont considérés : les glissements octaédriques $\langle 011 \rangle \{111\}$ et les glissements cubiques $\langle 011 \rangle \{001\}$. La déformation du matériau est la somme d'une contribution « fluage primaire » et d'une contribution « fluage secondaire », les vitesses de fluage étant pilotées par la densité de dislocations.

L'équation régissant la vitesse du fluage primaire fait intervenir un seuil de contrainte sur chaque système de glissement de type Orowan. La vitesse de fluage primaire diminue avec la déformation viscoplastique et le degré de mise en radeaux suivant l'Equation (47) :

$$\dot{\gamma}_I^s = \dot{\gamma}_0 \cdot \left(\frac{(\tau^s - \omega_I^s) - \kappa \sqrt{\rho_I^s}}{S^s} \right)^n \cdot \text{sign} \left(\frac{\tau^s - \omega_I^s}{S^s} \right) \cdot \exp \left(-\frac{Q}{RT} \right) \quad (47)$$

$\dot{\gamma}_0$ est la vitesse de déformation initiale dépendante de la température, S^s est la résistance au glissement telle que formulée par Asaro [7], ω^s est l'écroissage cinématique de type Krempl [65], Nissley [66] ou bien encore Stouffer & Dame [67], ρ^s représente la densité de dislocations mobiles, τ^s est la cission résolue et κ est un paramètre d'ajustement dépendant de la température.

L'équation régissant la vitesse de fluage secondaire est donnée ci-dessous :

$$\dot{\gamma}_{II}^s = \dot{\gamma}_0 \cdot \left(\frac{\rho_{II}^s}{\rho_0} \right) \left| \frac{(\tau^s - \omega_{II}^s)}{S^s} \right|^n \cdot \text{sign}(\tau^s - \omega_{II}^s) \cdot \exp \left(-\frac{Q}{RT} \right) \quad (48)$$

ρ_0 est la densité de dislocations initiale fixée arbitrairement par Staroselsky et Cassenti.

Les équations régissant les densités de dislocations mobiles (ρ_m) et bloquées (ρ_b) sont données ci-dessous :

$$\dot{\rho}_m^s = M \left(\frac{\tau_{eff}^s - \omega^s}{S^s} \right) \cdot \dot{\gamma}^s \cdot \left(\frac{\varepsilon^2 \rho_m^{ss} + \rho_b^{ss} - \rho_b^s - \varepsilon^2 \rho_m^s}{\rho_0} - C \cdot (f_{pores})^{2/3} \right) \cdot (1 - f_{pores}) \quad (49)$$

$$\dot{\rho}_b^s = \Pi \left(\frac{\tau_{eff}^s - \omega^s}{S^s} \right) \cdot \dot{\gamma}^s \cdot \left(\frac{\rho_b^{ss} - \rho_b^s}{\rho_0} \right) \cdot (1 - f_{pores}) \quad (50)$$

La contrainte effective est, quant à elle, représentée par l'Equation (51) :

$$\tau_{eff}^s = \frac{\tau^s}{1 - f_{pores}^{2/3}} \quad (51)$$

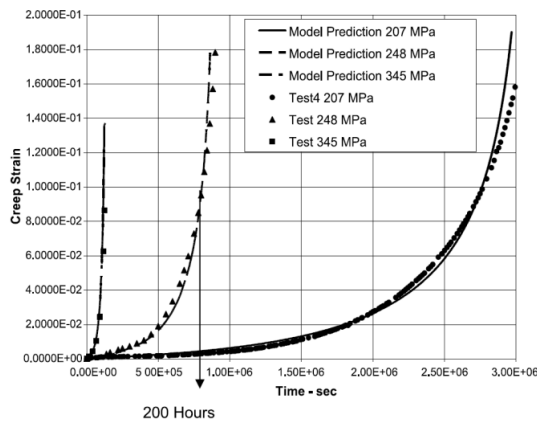
L'exposant « ss » indique les valeurs à saturation des densités de dislocations mobiles et bloquées, ε^2 est une constante positive de pondération, M et Π représentent des constantes de déformation spécifiques et f_{pores} est le scalaire d'endommagement.

iii. Le fluage tertiaire est non seulement piloté par la multiplication des dislocations mobiles le long des systèmes de glissements actifs mais aussi par la nucléation de pores modélisé en Equation (52). Cette multiplication permet d'un point de vue microstructural la nucléation de vides, qui grossissent et coalescent jusqu'à générer des microfissures.

$$\begin{aligned} \dot{f}_{pores} = & C_{oct} \cdot (1 - f_{pores}) \cdot |\dot{\epsilon}_{oct}| \cdot \exp \left[-\frac{1}{2} \left(\frac{\omega - \omega_{\infty}}{\xi_{oct}} \right)^2 \right] \\ & + C_{cub} \cdot (1 - f_{pores}) \cdot |\dot{\epsilon}_{cub}| \cdot \exp \left[-\frac{1}{2} \left(\frac{\bar{\omega} - \bar{\omega}_{\infty}}{\xi_{cub}} \right)^2 \right] \end{aligned} \quad (52)$$

iv. En termes d'application, le modèle de Staroselsky et Cassenti se distingue dans la littérature par les hauts niveaux de déformation plastique cumulée atteints numériquement. Notons également que ce modèle est l'un des seuls disponibles dans la littérature (avec le modèle de MacLachlan en §II.1.4.1) à prendre en compte la rotation cristalline au cours de la déformation plastique, et ainsi, à prendre en compte la variation de module d'élasticité (autre : modèle Asaro [7]). Il est en effet formulé en grandes déformations.

Quelques résultats de simulations réalisées avec le modèle de Staroselsky et Cassenti sont présentés en Figure II-12 et Figure II-13. On observe un très bon accord entre expériences et simulations jusqu'à de très fortes déformations plastiques.



Comparaisons entre courbes de simulations et courbes expérimentales effectuées à 980°C sur superalliage monocristallin PWA 1484 [68]

Figure II-12 : Pour une orientation [001]

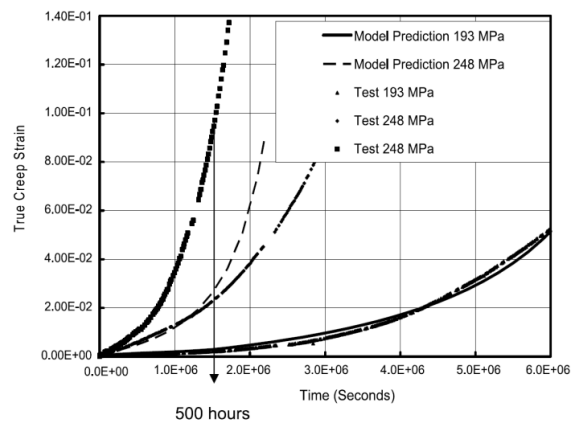


Figure II-13 : Pour un orientation [111]

Le modèle de Staroselsky et Cassenti permet la simulation de divers types de courbes de fluage et de trajets de chargement impliquant majoritairement de la plasticité indépendante du temps (LCF). Il permet en outre de simuler les trajets de chargement thermomécaniques complexes tels que des essais de fatigue thermomécanique pilotés en déformation avec temps de maintien où les états de contraintes sont susceptibles de se relaxer [68].

Néanmoins, la procédure d'identification des 33 paramètres du modèle semble plutôt lourde et implique de nombreuses itérations entre les identifications à partir d'essais à vitesse de déformation plastique rapide et ceux majoritairement viscoplastique. Elle s'effectue de manière inverse, *i.e.* à l'aide de courbes expérimentales de traction, de LCF et de fluage pour chaque température.

De plus, le matériau est considéré à l'équilibre à chaque instant, ce qui implique que le modèle ne peut pas prendre en compte des aspects transitoires de comportement mécanique tels que ceux rencontrés lors d'OEI.

II.1.4.4 Approche de Fedelich

Le modèle de Fedelich est un modèle de (visco)plasticité cristalline enrichi de variables internes représentant de manière phénoménologique les évolutions de microstructures et les modes de déformations opérant dans les superalliages monocristallins à hautes températures. Il est construit pour décrire le comportement et l'endommagement sous l'hypothèse des petites déformations. C'est un modèle enrichi :

- ✓ dans sa première version, d'une description fine des mécanismes pilotant la déformation [69] ;
- ✓ dans sa deuxième version, d'une description de la cinétique de mise en radeaux [5,70].

Le principe général du modèle est illustré sur la Figure II-14.

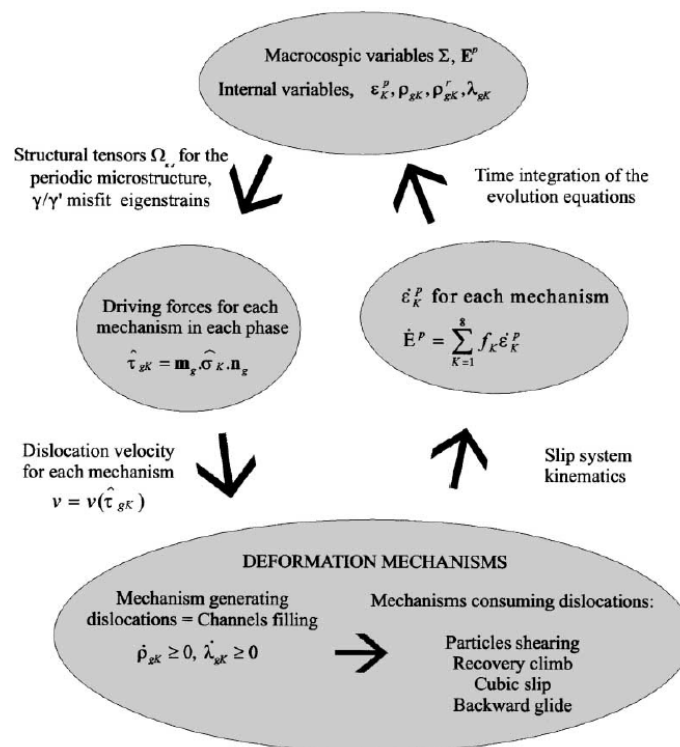


Figure II-14 : Structure de base du modèle de Fedelich [69]

La première version du modèle de Fedelich [69] comprend quatre mécanismes de déformation potentiellement activés, tous liés aux mouvements des dislocations (Figure II-15-a):

- i. Le remplissage des couloirs de matrice : les boucles de dislocations se déplacent à travers les couloirs en se retirant des précipités quand la contrainte de cisaillement d'Orowan est atteinte ;
- ii. Le cisaillement de la matrice et des précipités par de longs segments de dislocations ;
- iii. La montée des boucles le long de l'interface γ/γ' . Ce processus de restauration, aussi considéré par Svoboda & Lukas [71], est énergétiquement plus favorable dès lors qu'il fait décroître la longueur de la ligne de dislocations (Figure II-15-b) ;
- iv. Le glissement le long des systèmes cubiques dans les couloirs de matrice.

La déformation plastique est fortement hétérogène dans la microstructure du fait de la différence entre les glissements des dislocations de la phase γ et ceux de la phase γ' ainsi que la différence entre les paramètres de maille de la matrice et des précipités. Cela implique que les contraintes à l'échelle microscopique sont très différentes de celles observées « en moyenne » à l'échelle macroscopique.

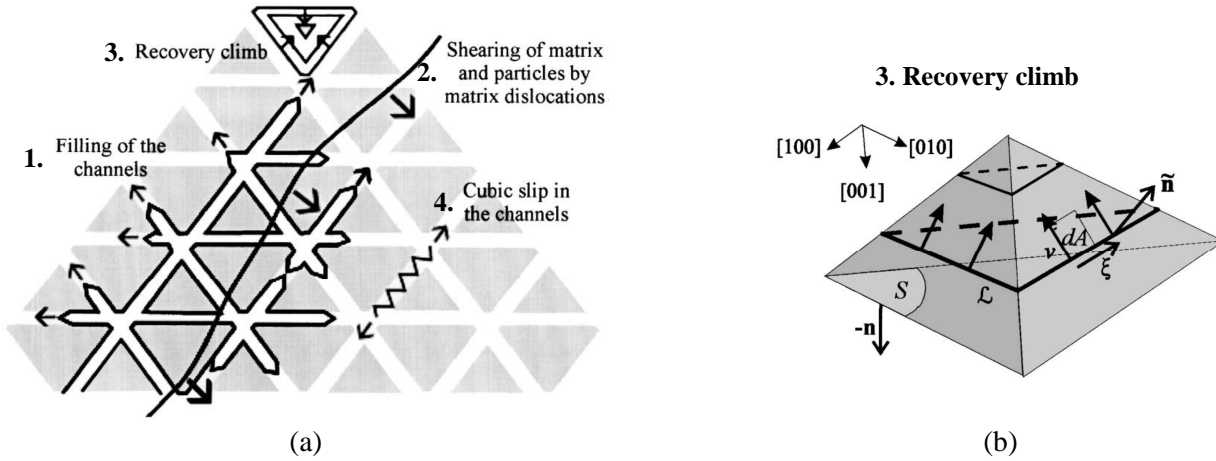


Figure II-15 : (a) Schématisation des 4 modes de déformation actifs dans un plan {111} considérés dans l'approche de Fedelich ; (b) détails de la montée de boucles le long de l'interface γ/γ' [69]

Les mécanismes de restauration considérés dans cette version du modèle requièrent le remplissage de tous les couloirs de matrice par les dislocations pour rendre la formation de boucles possible. Pour des contraintes en fluage plus faibles, ceci constitue une limite du modèle puisque dans ce cas les deux phénomènes (remplissage des couloirs et formation de boucles) peuvent coexister de manière significative. Par souci d'allègement du manuscrit, cette version du modèle de Fedelich ne sera pas plus décrite. Seule celle prenant en compte la mise en radeaux le sera.

Dans la seconde approche de Fedelich [70], deux mécanismes sont pris en compte lors de la description de la mise en radeaux (*i.e.* l'évolution de la morphologie des précipités γ' , Figure II-16 et Figure II-17) :

- ✓ Le grossissement isotrope, grossissement homothétique d'un unique précipité γ' , qui est considéré comme n'altérant en rien l'état de contraintes internes dans la structure. Par conséquent, le grossissement isotrope est essentiellement piloté par la réduction de l'énergie interfaciale. Cette vue idéalisée ne prend pas en compte la relaxation des contraintes de cohérence qui accompagne pourtant ce type de grossissement élémentaire dans le domaine des hautes températures ($T > 1000^\circ\text{C}$);
- ✓ La mise en radeaux, coalescence de cubes adjacents, qui implique une relaxation significative des contraintes internes.

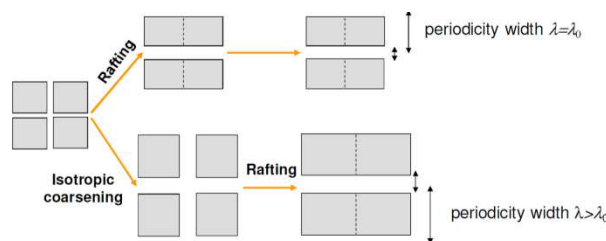


Figure II-16 : Représentation schématique de la dégradation microstructurale pendant le fluage en traction [70]

Dans cette approche de Fedelich, et contrairement aux modèles anglo-saxons présentés précédemment, la mise en radeaux est considérée comme néfaste sur les propriétés mécaniques. L'accélération du fluage après une mise en radeaux complète peut être la conséquence de divers mécanismes de restauration tels que le glissement ou la montée des dislocations à travers les radeaux [72].

Dans la deuxième approche de Fedelich, il est supposé que la largeur des couloirs augmente de manière continue après une mise en radeaux complète du fait du grossissement isotrope. La conséquence est une diminution de la contrainte d'Orowan et une augmentation de la contrainte nécessaire au cisaillement de la phase γ' pour conserver un équilibre des contraintes.

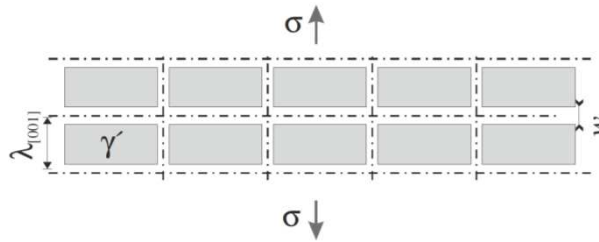


Figure II-17 : Morphologie idéale pour du fluage uniaxial en tension suivant l'orientation cristalline [001] [70]

Ces mécanismes de vieillissement microstructural sont pilotés par les Equations (53) à (57) :

$$w_{cube}(t) = \left(1 - \sqrt[3]{f_{eq}(T)}\right) \cdot \lambda_{[001]}(t) \quad (53)$$

$$w_{raft}(t) = (1 - f_{eq}(T)) \cdot \lambda_{[001]}(t) \quad (54)$$

Dans ces équations, w représente la largeur des couloirs quand la microstructure possède une morphologie cuboïdale (w_{cube}) ou une morphologie en radeaux (w_{raft}), f_{eq} est la fraction volumique de précipités à l'équilibre thermodynamique et $\lambda_{[001]}$ la périodicité de la microstructure, telle que décrit en Figure II-17. Le degré de mise en radeaux est défini par une variable adimensionnée ξ en Equation (55) sur un intervalle $[0 ; 1]$, la valeur 0 représentant une morphologie parfaitement cubique alors que la valeur 1 correspond à des radeaux de longueur infinie.

$$\xi(t) = \frac{w(t) - w_{cube}(t)}{w_{raft}(t) - w_{cube}(t)} \text{ avec } 0 \leq \xi \leq 1 \quad (55)$$

Fedelich émet alors l'hypothèse que la loi d'évolution du grossissement isotrope, de par sa définition, est pilotée par le temps et non par un état de contrainte/déformation. Ainsi, l'évolution de la périodicité $\lambda_{[001]}$ est représentée par l'Equation (56), en adoptant une forme thermiquement activée :

$$\lambda_{[001]}(t) = \lambda_{[001]}^0(t) \cdot \left[1 + D_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q_\lambda}{RT}\right) t\right]^a \quad (56)$$

De la même manière, l'évolution du degré de mise en radeaux est décrite par l'Equation (57). Ce degré de mise en radeaux ξ a une dépendance modérée à la contrainte puisque dans la majorité des cas d'essais de fluage $\sigma \ll \sigma_0$, σ étant la contrainte appliquée et σ_0 une constante en dénominateur de l'Equation (57).

$$\xi(t) = 1 - \exp \left[-A_0 \cdot \exp \left(-\frac{Q_\xi}{RT} \right) \cdot \left(1 + \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^p t \right] \quad (57)$$

$\lambda_{[001]}^0$ est la largeur de périodicité initiale, Q_λ et Q_ξ sont des énergies d'activation des processus considérés, R la constante des gaz parfaits.

Un exemple de la forte dépendance de la cinétique de mise en radeaux à la température est présenté en Figure II-18 pour deux essais de fluage isotherme à contrainte comparable. Y apparaissent alors les évolutions de largeur de couloir expérimentales et simulées issues du modèle de Fedelich à 950°C en Figure II-18-a et à 1050°C en Figure II-18-b.

On constate une cinétique bien plus rapide à 1050°C qu'à 950°C, bien que le modèle retenu ne semble pas coller parfaitement aux données expérimentales pour les temps courts à 950°C.

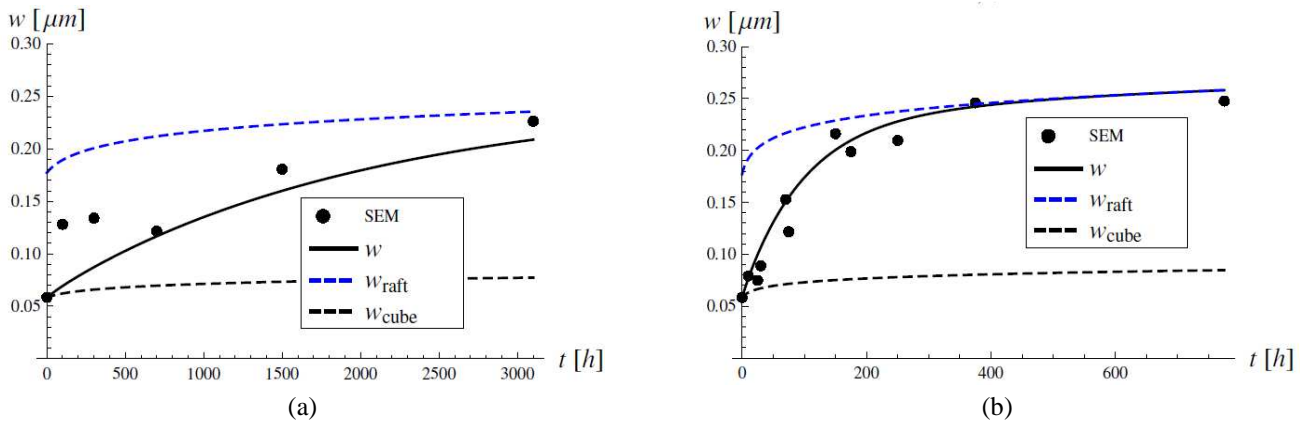


Figure II-18 : Elargissement des couloirs au cours d'essais de fluage isotherme à :
(a) 950°C et 97.2 MPa ; (b) 1050°C et 94 MPa [70]

Cette approche de modélisation purement phénoménologique permet de représenter de manière analytique l'évolution de la mise en radeaux au cours de la déformation. Mais, afin de pouvoir coupler cette évolution à son modèle de mécanique, Fedelich postule une autre loi d'évolution pour ξ (degré d'avancement de la mise en radeaux). Il utilise un modèle de plasticité cristalline développé par Méric *et al.* [36] en utilisant des systèmes de glissement octaédriques et cubiques. La loi d'écoulement décrivant le glissement des systèmes octaédriques intègre la contrainte d'Orowan qui vient rendre compte d'une longueur interne microstructurale (la largeur des couloirs w) qui contrôle le mouvement des dislocations. Elle est formulée en Equation (58).

$$\dot{\gamma}_s^o = \rho_s^o \cdot \sinh \left[\frac{V_f^o}{kT} \cdot |\tau_s^o - x_s^o| \cdot \left[1 - \left[1 + \left(\frac{|\tau_s^o - x_s^o|}{\tau_{\text{Orowan}}} \right)^r \right]^{-1/r} \right] \right] \cdot \text{sign}(\tau_s^o - x_s^o) \quad (58)$$

$$\tau_{\text{Orowan}} = a \cdot \frac{\mu b}{w} \quad (59)$$

L'exposant « o » et l'indice « s » représentent les systèmes de glissement octaédriques. La quantité ρ est proportionnelle à une densité de dislocations, V_f est un volume d'activation pour le glissement des dislocations, k est la constante de Boltzmann et x_s est l'écrouissage cinématique sur chaque système de glissement. Dans la contrainte d'Orowan, μ représente le module de cisaillement, b est la norme du vecteur de Burgers, w est la largeur des couloirs de matrice et a est un paramètre d'ajustement.

Dans ce modèle, la dégradation de la microstructure s'effectue au travers d'un potentiel thermodynamique ayant la forme présentée en l'Equation (60).

$$\psi(\bar{\varepsilon}^e, \bar{\alpha}, \xi) = \frac{1}{2} \bar{\varepsilon}^e : \bar{C} : \bar{\varepsilon}^e + \psi^{micro}(\bar{\alpha}, \xi) \quad (60)$$

$\bar{\varepsilon}^e$, \bar{C} sont respectivement le tenseur des déformations élastiques et le tenseur des rigidités de la loi de Hooke et $\bar{\alpha}$ est proportionnel au tenseur d'écroissage cinématique.

Ainsi, la force motrice de la mise en radeaux est régie par l'Equation (61). Elle est négative du fait que la mise en radeaux implique la diminution de l'énergie élastique à l'échelle microscopique.

$$X = -\frac{\partial \psi}{\partial \xi} \quad (61)$$

L'évolution du degré d'avancement de la mise en radeaux est donc formulée dans l'Equation (62), introduisant un couplage direct avec l'écroissage cinématique. La mise en radeaux est ainsi vue comme pilotée par la relaxation des contraintes internes de cohérence qui découle directement de l'évolution de l'écroissage cinématique X .

$$\dot{\xi} = (1 - \xi) \cdot f^{raft} \cdot X^n \quad (62)$$

f^{raft} et n sont deux paramètres du modèle dans cette équation.

Les paramètres du modèle de Fedelich concernant la mise en radeaux sont notamment identifiés grâce à des analyses au MEB sur des éprouvettes tronconiques à section variable ayant subi divers essais de fluage [73].

Quelques résultats de simulations donnés par le modèle de Fedelich sont présentés en Figure II-19. Les résultats des simulations isothermes sur l'orientation $\langle 001 \rangle$, en Figure II-19-a, sont en bon accord avec les courbes expérimentales. En revanche, les simulations sur l'orientation $\langle 111 \rangle$, en Figure II-19-b, le sont moins.

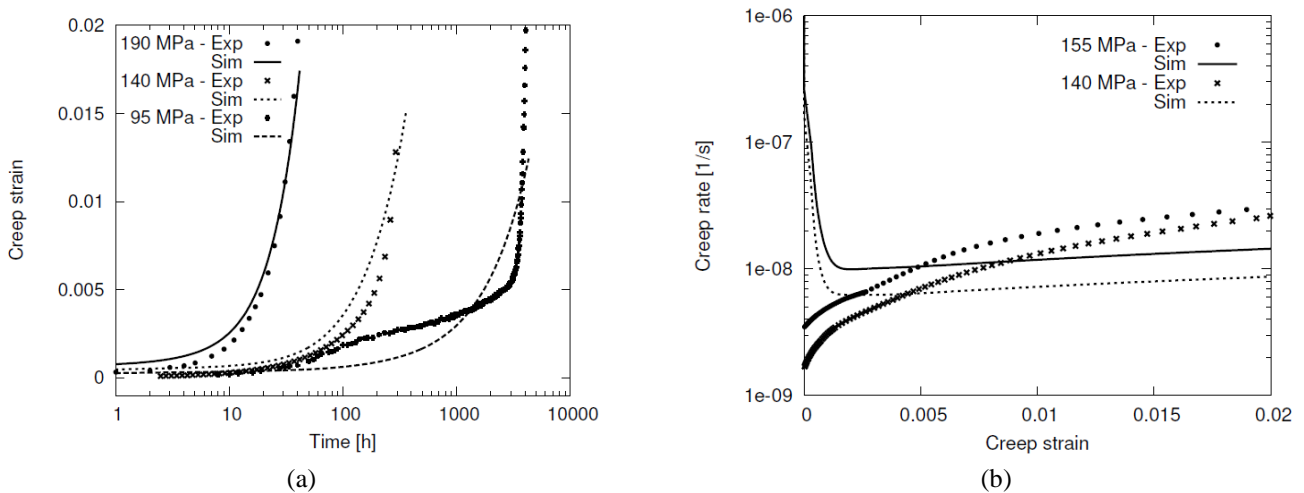


Figure II-19 : Simulations d'essais de fluage sur CMSX-4 à 1050°C pour l'orientation cristalline : (a) $\langle 001 \rangle$; (b) $\langle 111 \rangle$ [70]

Un autre résultat marquant du modèle de Fedelich est issu d'un essai isotherme à 950°C et 200 MPa sur une éprouvette entaillée d'orientation cristalline $\langle 001 \rangle$. Après mille heures de fluage, l'éprouvette a été observée au MEB pour analyser l'état de la mise en radeaux en plusieurs endroits. D'autre part, le résultat de la simulation 3D permet d'obtenir le degré de mise en radeaux dans toute l'éprouvette.

Les résultats de simulation et ceux issus d'observations ont été comparés en Figure II-20. Les résultats de la simulation sont en bon accord avec l'état de la microstructure de précipitation observée.

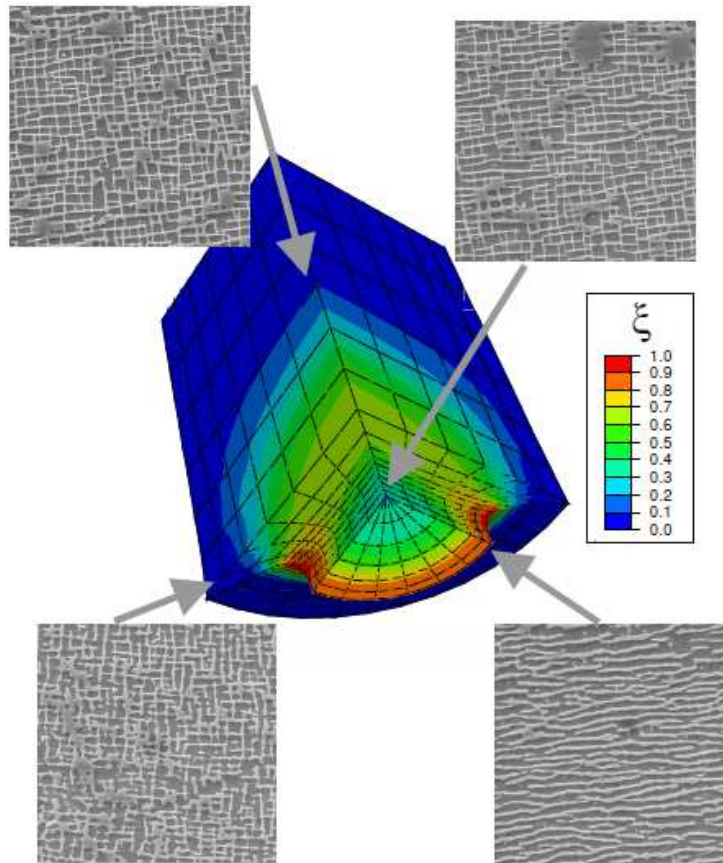


Figure II-20 : Degré de mise en radeaux ξ sur une éprouvette entaillée à 1000 heures de fluage sous 950°C et 200 MPa mis en regard de micrographies MEB [42]. Pour rappel, $\xi=0$ pour une microstructure cuboïdale et $\xi=1$ pour mise en radeaux terminée

Le modèle de Fedelich présente des limites dont l'une est l'absence de prise en compte d'un éventuel impact de l'orientation cristalline sur la cinétique de mise en radeaux et également, sur les modes de dégradation de cet alliage (*i.e.* inversion topologique de phases) actifs entre 850°C et 1070°C (Figure II-19-b). De plus, le matériau est considéré à l'équilibre à chaque instant, ce qui implique que le modèle ne peut pas prendre en compte des aspects transitoires de comportement mécanique tels que ceux rencontrés lors d'OEL.

II.1.4.5 Bilan de l'étude bibliographique

Les modèles détaillés dans cette étude bibliographique présentent chacun une spécificité mais ont un inconvénient majeur : aucun d'entre eux n'est conçu pour prendre en compte des aspects transitoires de comportement mécanique du à des évolutions de microstructure rapides. A chaque instant, le matériau est considéré à l'équilibre thermodynamique. Seul le modèle POLYSTAR tient compte de ces aspects de transitoires thermique. Il est présenté en détail dans la section suivante.

Synthèse II.1 :

De toutes les approches détaillées dans cette revue bibliographique, il est possible d'effectuer la synthèse suivante quant à leur capacité à prévoir le comportement et l'endommagement en fluage.

La modélisation de la détérioration du matériau par la loi de Rabotnov-Kachanov est effectuée sur des considérations phénoménologiques. En la couplant avec une loi de comportement de Chaboche, elle permet une description satisfaisante des divers stades de fluage. Néanmoins, l'identification des paramètres de la loi d'endommagement peut s'avérer délicate. Par ailleurs, utilisée de manière standard (i.e. sans ajout de variables internes représentatives de la microstructure), elle n'est pas apte à rendre compte des effets des transitoires de microstructure sur la déformation de fluage.

Dans les modèles de plasticité cristalline, la déformation est localisée sur des systèmes de glissements spécifiques, dépendant de la structure cristallographique du matériau. L'utilisation de ces modèles dans des calculs de structures industriels commence à prendre de l'ampleur, notamment grâce à leur prise en compte de l'effet de l'orientation cristalline sur les propriétés élastiques et plastiques des matériaux au travers du facteur de Schmid sur les systèmes de glissements actifs. En revanche, aucune considération explicite des évolutions de la microstructure n'est effectuée dans ces modèles.

Les modèles physiquement motivés sont basés sur des observations métallurgiques (caractère biphasé, évolution de la microstructure). Certains sont formulés à l'échelle macroscopique, i.e. hors du cadre de plasticité cristalline, ce qui ne permet pas de rendre compte du caractère anisotrope des monocristaux :

✓ *l'approche de Reed permet de prendre en compte le durcissement lié à la mise en radeaux. Le modèle, découplé comportement / endommagement, permet de bien rendre compte des fluages primaire et secondaire à haute et très haute température, mais le fluage tertiaire est très mal modélisé de par son couplage ;*

✓ *l'approche Dyson et McLean propose une large base de mécanismes de durcissement / adoucissement et d'endommagement ainsi qu'un fort couplage comportement / endommagement. Cependant, le modèle est construit pour des applications dont les cinétiques des variables internes sont très lentes et ne permettent pas de décrire les transitoires de microstructure rencontrés par exemple sur un tir OEI et pilotant la réponse du matériau.*

Les modèles les plus récents utilisent des bases de plasticité cristalline afin de rendre compte de l'anisotropie du matériau tout en intégrant des variables internes représentatives de la physique des matériaux:

✓ *le modèle de MacLachlan (utilisé par Rolls-Royce) permet de tenir compte des évolutions microstructurales gouvernées par des phénomènes diffusifs. Néanmoins, ce modèle repose sur la notion de contrainte à rupture en traction pure, qui par définition, est dépendante de la vitesse de déformation. Par ailleurs, ce modèle rend compte de « l'effet bénéfique » de la mise en radeaux des précipités en termes de durée de vie, sans prise en compte explicite des cinétiques de cette évolution morphologique. Ces lacunes constituent un frein au caractère prédictif du modèle pour les trajets de chargements complexes avec effets d'histoire ;*

✓ *le modèle développé par Staroselsky et Cassenti, utilisé pour des applications industrielles de Pratt & Whitney, permet quant à lui de prédire le comportement à la fois dans le cadre de la viscoplasticité (chargement de fluage) et de la plasticité indépendante du temps (chargements de traction ou cycliques), ainsi que leurs interactions. Ce modèle est basé sur un calcul de l'évolution des densités de dislocations mobiles et bloquées, et son principal défaut, mis à part l'absence de prise en compte d'aspects transitoires, est sa procédure d'identification très lourde, basée sur une procédure d'analyses inverses successives des plus complexes ;*

- ✓ l'approche de Dye – Ma – Reed modélise la structure biphasée du monocristal sur base d'un couplage comportement / endommagement. Le modèle permet une description des trois stades de fluage, mais ne prend pas en compte les effets de microstructure telle que la mise en radeaux. En conséquence, pour les hautes températures, les résultats des simulations divergent notablement des expériences ;
- ✓ le modèle de Fedelich décrit d'une part les mouvements des dislocations dans une première version et d'autre part la cinétique de mise en radeaux dans une deuxième version. Pour cela, il formule son modèle sur une base de plasticité cristalline en utilisant des systèmes de glissement octaédriques et cubiques. La loi d'écoulement décrivant le glissement des systèmes octaédriques intègre la contrainte d'Orowan. De plus, l'évolution du degré d'avancement de la mise en radeaux introduit un couplage direct avec l'écrouissage cinématique. Ce modèle est le plus séduisant de toute cette revue de littérature quant aux objectifs fixés pour cette étude. il considère par exemple un effet néfaste de la mise en radeaux sur les propriétés mécaniques à haute températures (traction, fatigue oligocyclique, fluage). Néanmoins, ce modèle ne s'applique qu'aux petites déformations et n'a aujourd'hui aucune variable interne représentant les évolutions de fractions de précipités qui contrôlent le comportement mécanique lors des surchauffes de type OEI.

II.2 POLYSTAR : PRESENTATION DU MODELE, AMELIORATIONS ET IDENTIFICATION

Le modèle POLYSTAR est un modèle de plasticité cristalline couplé comportement/endommagement enrichi de variables internes représentant explicitement les évolutions de microstructure. La logique de construction de ce modèle est somme toute assez similaire à celle adoptée dans les modèles présentés dans la revue bibliographique effectuée au paragraphe précédent et visant à reproduire l'impact de la mise en radeaux sur le comportement mécanique à haute température des superalliages monocristallins base nickel. En effet, dans le cas du modèle POLYSTAR, un des objectifs est de prendre en compte les cinétiques d'évolution du taux de phase γ' qui contrôlent les transitoires de comportement mécanique lors de trajet de chargement anisotherme [47,74-80].

II.2.1 Présentation du modèle POLYSTAR

Ce modèle est constitué d'équations capables de rendre compte de trajets de chargement anisothermes via l'introduction de variables internes dédiées à la représentation des évolutions rapides de microstructure rencontrées lors de surchauffe [8,54]. Une base théorique de plasticité cristalline est utilisée afin de rendre compte des effets d'orientation du matériau.

Les équations du modèle peuvent être classées en trois blocs principaux : une partie comportement comprenant les équations de plasticité cristalline et celles d'écrouissage, une partie évolution de microstructure et une partie endommagement. Dans ce paragraphe, un « s » en exposant est noté lorsque une équation, une variable interne ou encore un vecteur est formulé au niveau d'un système de glissement.

II.2.1.1 Comportement

Construites sur la théorie de la plasticité cristalline, les équations du modèle POLYSTAR sont établies sur chaque système de glissement de la maille CFC du superalliage monocristallin.

Le tenseur de vitesse de déformation plastique $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}^p}$ s'écrit sous sa forme habituelle et dépend de la vitesse de glissement sur chaque système $\dot{\gamma}^s$, du tenseur d'orientation $\underline{\underline{m}}^s$ et du signe du cisaillement sur chaque système τ^s (Equation (63)) :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}^p} = \sum_s \dot{\gamma}^s \underline{\underline{m}}^s \text{sign}(\tau^s) \quad (63)$$

Le cisaillement sur chaque système dépend du tenseur des contraintes $\underline{\underline{\sigma}}$ et du tenseur d'orientation de la façon suivante:

$$\tau^s = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{m}}^s \quad (64)$$

Le tenseur d'orientation est défini par $\underline{\underline{n}}^s$ et $\underline{\underline{l}}^s$, respectivement normale au plan de glissement et direction de glissement dans le plan de glissement, de la manière suivante :

$$\underline{\underline{m}}^s = \frac{1}{2} (\underline{\underline{n}}^s \otimes \underline{\underline{l}}^s + \underline{\underline{l}}^s \otimes \underline{\underline{n}}^s) \quad (65)$$

Lors de la déformation plastique d'alliages métalliques de structures CFC, deux types de glissements sont généralement considérés : les glissements octaédriques et les glissements cubiques (Figure II-21). Comme nous venons de le voir auparavant dans la revue bibliographique, les glissements de type $\langle 112 \rangle \{111\}$ peuvent être considérés (§II.1.4.2).

Néanmoins, seuls les systèmes de glissements octaédriques sont considérés comme actifs dans le modèle POLYSTAR [6], faute de preuve expérimentale irréfutable d'activité de glissement prononcée sur les systèmes de glissements cubiques.

En effet, nous avons observé dans la partie expérimentale de ce travail de thèse (§I.3.3) une très faible densité de glissements cubiques même pour une orientation proche $\langle 111 \rangle$ (plus exactement, $[563]$) (Figure I-97), quand bien même la loi de Schmid et Boas prévoit une activation préférentielle de ces modes de glissement pour ce type d'orientation.

Par ailleurs, Sass [81] et Han [82] ont observé la non activation de ces systèmes sous conditions de chargement de fluage isotherme HT ($T \geq 1000^\circ\text{C}$) même pour une orientation cristalline $[111]$.

Enfin, des résultats récents obtenus sur du MC2 d'orientation $[111]$ sous chargement de fatigue-fluage anisotherme par Le Graverend [83] suggèrent fortement que les principaux systèmes de glissement activés à 1050°C sont les systèmes octaédriques.

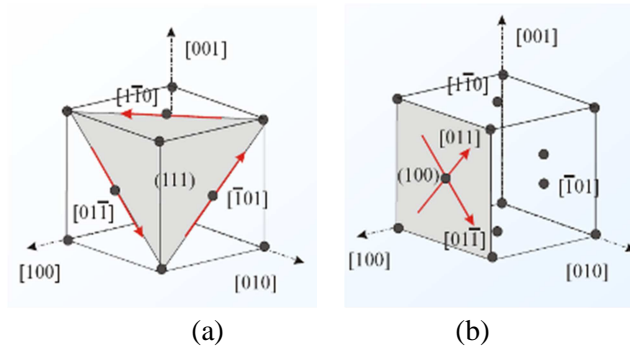


Figure II-21 : Illustration schématique des systèmes de glissement – (a) octaédriques, (b) cubiques

Une loi d'écoulement de type Norton régit la cission sur chaque système de glissement $\dot{\gamma}^s$ incluant un couplage avec le dommage par la variable d_c^s au dénominateur :

$$\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{f^s}{K(1 - d_c^s)} \right\rangle^n \quad (66)$$

En utilisant un tel couplage, l'impact du dommage sur l'augmentation de la vitesse de la déformation plastique est, par nature, anisotrope. Le critère de plasticité f^s est classiquement défini par la différence entre la contrainte de cisaillement et de l'écrouissage (isotrope r^s et cinématique χ^s). Néanmoins, dans le cas du fluage pur, l'un des deux écrouissages peut être négligé sans sacrifier à une bonne représentation des stades primaires et secondaires de déformation plastique. Comme précédemment proposé par Vladimirov et *al.* [84], seul l'écrouissage isotrope a été conservé dans la fonction seuil du modèle POLYSTAR. La fonction de charge alors défini au moyen de l'Equation (67) :

$$f^s(\tau^s, r^s) = |\tau^s| - r^s \quad (67)$$

Finalement, la vitesse de la déformation plastique cumulée $\dot{\nu}$ a une formulation classique :

$$\dot{\nu} = \left(\left(\frac{2}{3} \right) \underline{\underline{\dot{\varepsilon}^p}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}^p}} \right)^{1/2} \quad (68)$$

Le modèle POLYSTAR a été conçu dans le but de reproduire le comportement en fluage sous chargement thermomécanique complexe représentatif de ce que peut subir une pale HP en service. Cette dernière peut rencontrer des transformations métallurgiques de la phase γ' rapides, notamment à l'occasion de surchauffes. L'impact expérimental de telles surchauffes sur le comportement mécanique a été étudié dans la Partie I de ce mémoire (§II.2). Les évolutions de microstructure que subit le matériau sont introduites dans l'écroutissage isotrope.

L'évolution de la contrainte interne est décomposée en trois termes en Equation (69). Deux variables non conventionnelles au regard de la plasticité cristalline sont introduites dans cette équation : Q^* et w_{001} . Elles représentent respectivement l'impact de l'évolution de la densité de dislocations lors d'un changement de température à très haute température et la largeur moyenne des couloirs de matrice pour une orientation cristalline [001] dans un plan de type (100) ou (010) :

$$r^s = r^0 + b(Q + Q^*) \sum_j h_{sj} \cdot \rho^j + \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{GB}{w_{001}} \quad (69)$$

Dans l'Equation (69), le premier terme r^0 représente la taille initiale du domaine d'élasticité. D'un point de vue métallurgique, il correspond généralement au durcissement par solution solide de la matrice γ seule. Le deuxième terme représente la contribution des dislocations (*i.e.* l'écroutissage) en termes de durcissement. Enfin, le dernier élément est un terme de durcissement structural représentant la contrainte d'Orowan, contrainte minimale devant être dépassée pour que les dislocations de la matrice puissent franchir les précipités γ' par contournement.

ρ^s est une variable d'état isotrope qui représente l'impact de la saturation progressive des couloirs de matrice par les dislocations mobiles tel que le propose Probst-Hein [85]. Cette variable est décrite en fonction de la déformation plastique cumulée sur chaque système de glissement :

$$\dot{\rho}^s = (1 - b\rho^s) \cdot |\dot{\gamma}^s| \quad (70)$$

Les évolutions de densité de dislocations pendant et après une surchauffe sont modélisées par les Equations (71) et (72).

Deux termes principaux sont considérés dans l'écroutissage résultant de l'activité plastique : Q et Q^* .

- ✓ Q est un paramètre dépendant de la température qui décrit les dislocations bloquées aux interfaces γ/γ' et qui ne sont pas restaurées lors de variations de température. Ces dislocations sont ici présentes pour relaxer les contraintes de cohérence et peuvent, en ce sens, être considérées comme des dislocations géométriquement nécessaires.

✓ Q^* représente les évolutions de densités de dislocations au cours de surchauffes, par mécanismes de montée et cisaillement/annihilation [86]. Q^* dépend de la vitesse de chauffe ou refroidissement d'une part, et de la durée de la surchauffe d'autre part au travers de la variable a^* présentée en Equation (72). Q^* dépend également de Q_{s0} qui est une constante (par température) représentant l'adoucissement maximal engendré par une surchauffe très longue avec des transitoires thermiques lents (*i.e.* lorsque le trajet de chargement se rapproche de conditions isotherme par morceaux). En d'autres termes, Q_{s0} représente le durcissement apporté par la densité de dislocations en excès de celle nécessaire à relaxer les contraintes de cohérence, densité de dislocations sujette à des mécanismes de restauration dynamique tel qu'observé récemment dans l'alliage AM1 lors d'essais de fluage anisotherme suivis par diffraction RX sous faisceau synchrotron [86].

$$Q^* = a^* \cdot Q_{s0} \quad (71)$$

$$\dot{a}^* = -\frac{a^*}{\alpha^*} \dot{T} - \frac{a^*}{\beta^*} \quad (72)$$

L'évolution de la largeur de couloirs est une fonction des fractions volumiques de précipités secondaires f_l et de précipités tertiaires f_s (Equation (73)). Cette dépendance a été déterminée de manière phénoménologique grâce à des analyses d'images. Ces analyses montrent que :

- ✓ la largeur de couloir de matrice γ dépend de f_l suivant une fonction puissance ;
- ✓ la dépendance à f_s est supposée linéaire.

Ces observations ont été validées quelles que soit l'orientation cristalline [83,87], la microstructure de précipitation (cube ou radeaux) et l'historique thermomécanique (isotherme ou non [74,83,88]).

$$w_{001} = \frac{a_0}{\delta} \cdot [f_l^{m_l} - d_{tp} \cdot f_s] \quad (73)$$

Dans cette équation, a_0 est la longueur moyenne initiale du précipité cubique γ' . m_l , d_{tp} et δ sont des paramètres matériau décrits en détail dans [6].

II.2.1.2 Microstructure

La plupart des modèles de fluage considèrent une microstructure à l'équilibre à tout instant. L'une des particularités du modèle POLYSTAR est que les évolutions de microstructure se manifestent au travers de la largeur de couloirs w_{001} , fonction des fractions volumiques des précipités. Ces équations permettent de rendre compte d'effets de transitoires microstructuraux sur le comportement mécanique.

Deux types de précipités γ' sont considérés :

- ✓ les gros précipités, dits secondaires, caractérisés par leur fraction volumique f_l , dont l'évolution de fraction est régie par l'Equation (74);
- ✓ les petits précipités f_s , ou précipités tertiaires qui apparaissent au refroidissement, dont l'évolution de fraction est régie par les Equations (75), (76) et (77) selon l'état microstructural et la variation de température. Ils n'ont pas d'influence sur le comportement tant que $d_{tp} = 0$.

L'évolution de la fraction volumique de précipités $\gamma' - f_l$ pendant les périodes de chauffe ou de refroidissement dans la gamme de températures amenant une dissolution de cette phase est décrite par l'Equation (74). Une formulation exponentielle est utilisée pour l'évolution de ce type de précipités afin de représenter l'évolution des précipités qui a été observé sur l'alliage MC2 [74]. Dans cette équation, f_{equ} est la fraction volumique de précipités γ' à l'équilibre thermodynamique qui peut être déterminée par calcul [62] ou par mesures expérimentales par analyses d'images [74,89], par mesures de résistivité [90] ou par expérimentations de diffraction sous synchrotron [86,91]. α_l est la constante de temps caractéristique de la dissolution/précipitation de la phase γ' . Les deux paramètres ont une dépendance à la température.

$$\dot{f}_l = \frac{(f_{equ} - f_l)}{\alpha_l} \tag{74}$$

Concernant les fins précipités, ils ont toujours été observés au refroidissement après une surchauffe effectuée dans une gamme de températures amenant une dissolution de la phase γ' et ce, quelle que soit l'orientation cristalline. La Figure II-22 illustre l'apparition de fins précipités pour le cas d'un essai anisotherme incluant une courte surchauffe sur une microstructure vierge d'une éprouvette en MC2 orientée [011]. On observe clairement, après une surchauffe de 30 secondes à 1200°C sous 145 MPa suivi d'un refroidissement rapide à environ 50°C/s, une fine précipitation γ' dont le diamètre moyen des précipités est d'environ 10-20 nm. Cette précipitation est principalement observée dans les couloirs de matrice γ les plus larges.

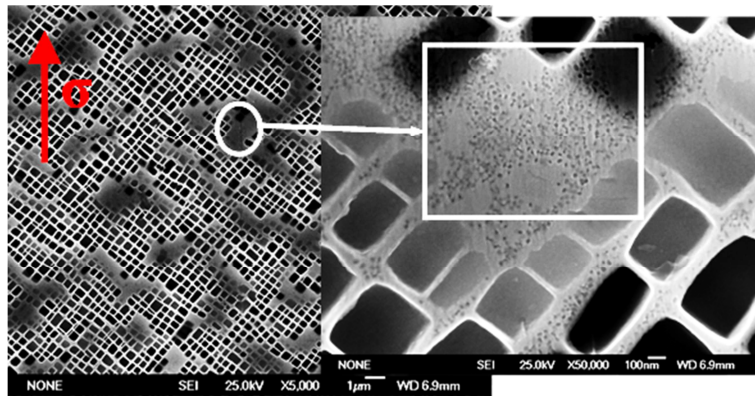


Figure II-22 : Fine précipitation observée pendant un essai de fluage anisotherme après une courte surchauffe (30s à 1200°C et 145 MPa). La surchauffe a été effectuée sur une microstructure brute de traitements thermiques d'une éprouvette en MC2 orientée [101] [87]

De plus, étant donné que la composition chimique des fins précipités est différente de celle des plus gros, leur évolution en fonction de l'historique de températures ne peut pas être simplement écrite comme la différence entre f_{equ} et f_l . Il a alors été proposé d'appliquer différentes cinétiques pour la dissolution, la précipitation et la coalescence des fins précipités [75].

Trois cas sont alors considérés pour l'évolution de la fraction volumique de fins précipités f_s :

- ✓ En condition isotherme sans surchauffe ou pendant une surchauffe, l'évolution de f_s est régie par un terme de dissolution, Equation (75) ;
- ✓ Lors d'un refroidissement après une surchauffe, l'évolution de f_s est régie par un terme de précipitation qui dépend de la vitesse de refroidissement \dot{T} et un terme de dissolution, Equation (76) ;
- ✓ Lors du fluage après une surchauffe, l'évolution de f_s est régie par un terme unique de dissolution, Equation (77).

$$\text{Si } (f_{equ} - f_l) \leq 0 \text{ alors } \dot{f}_s = -\frac{f_s}{\alpha_s} \quad (75)$$

$$\text{Si } (f_{equ} - f_l) > 0 \text{ et } \dot{T} < 0 \text{ alors } \dot{f}_s = -\frac{f_{equ}-f_l-f_s}{\alpha_s} \frac{\dot{T}}{\dot{T}_0} - \left(\frac{f_s}{K_{s1}}\right)^{m_s} \quad (76)$$

$$\text{Si } (f_{equ} - f_l) > 0 \text{ et } \dot{T} \geq 0 \text{ alors } \dot{f}_s = -\left(\frac{f_s}{K_{s2}}\right)^{m_s} \quad (77)$$

Notons qu'une dépendance au temps est bien présente dans l'Equation (76), et plus particulièrement dans le terme de précipitation, au travers de la fraction volumique de précipités secondaires f_l .

II.2.1.3 Endommagement

Il a déjà été souligné que le modèle POLYSTAR est régi par une formulation couplée entre le comportement mécanique et l'évolution du dommage. En effet, le taux d'endommagement est formulé à l'échelle microscopique puisque qu'il est formulé sur chaque système de glissement. Le dommage est activé lorsqu'un seuil de déformation plastique cumulée est atteint (Equation (78)). La motivation d'un tel seuil est décrite dans [78].

Cette évolution du dommage est régie par une équation de type puissance. Néanmoins, ce dommage n'est pas piloté par une contrainte de cisaillement utilisée classiquement dans les lois de type Rabotnov-Kachanov mais par une variable ayant la forme d'un écrouissage cinématique ω_s , formulée en Equations (79) et (80). Ce type de déformation basée sur la déformation plastique cumulée est déjà utilisé par Yu [92] et Wen [93]. Dans ces équations, K_x , C et d sont trois paramètres dépendants de la température.

$$\text{Si } v > v_d \text{ alors } \dot{d}_c^s = \left(\frac{|\omega^s|}{K_x(1-d_c^s)}\right)^{m_x} \quad (78)$$

$$\omega^s = C \cdot \alpha^s \quad (79)$$

$$\dot{\alpha}^s = \dot{\gamma}^s \cdot (\text{sign}(\tau^s - \omega^s) - d \cdot \alpha^s) \quad (80)$$

Une formulation qui considère la contrainte appliquée comme force motrice de l'endommagement ne permet pas de prendre en compte la dépendance non conventionnelle de l'alliage MC2 à la durée d'une surchauffe à 1200°C. En effet, il a été observé et montré en Partie I (§I.1.3.1) de ce mémoire que pour le MC2 et sous faible charge, plus la surchauffe est longue, plus la DDV post-surchauffe est longue [78-79].

En réalité, la transition entre le stade de fluage secondaire (ou « pseudo-secondaire » dans le cas de conditions anisothermes) et le stade de fluage tertiaire dans la gamme des hautes températures ($T > 1000^\circ\text{C}$) pour les superalliages monocristallins base nickel est principalement pilotée par une augmentation locale de la densité de dislocations mobiles [87]. En d'autres termes, le début du fluage tertiaire HT est la conséquence de l'évolution de la microstructure telle que l'épaississement des radeaux γ' , la nucléation et le grossissement de pores de déformation dus à la montée des dislocations.

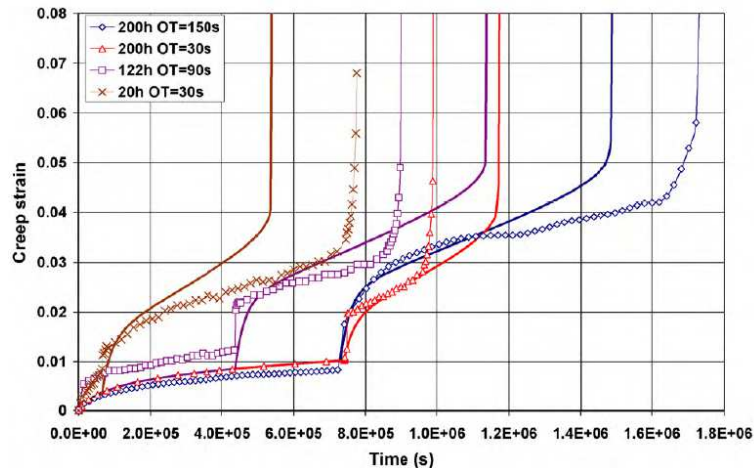


Figure II-23 : Résultats de la calibration du modèle POLYSTAR original pour différents essais anisothermes avec surchauffe unitaire [9]

Le modèle POLYSTAR a été identifié pour l'orientation cristalline [001] sur MC2 par Cormier et Cailletaud [79] sur la base d'essais isothermes à 1050°C et 1200°C, et sur des essais anisothermes avec surchauffe unitaire. Le comportement mécanique et la DDV sont correctement modélisés par POLYSTAR sous conditions de fluage isotherme et anisotherme (Figure II-23).

En revanche, une première identification du modèle POLYSTAR effectuée sur une large plage de températures (750°C-1250°C) s'est avérée moins convaincante. Des limitations au modèle se sont ainsi révélées et sont traitées dans le paragraphe suivant (§II.2.2) par l'apport d'améliorations.

II.2.2 Modifications apportées au modèle POLYSTAR

Bien que les résultats de l'identification du modèle effectuée par Cormier et Cailletaud [6] sur l'orientation cristalline [001] du MC2 soient concluants, des limitations ont été relevées dans cette première version du modèle POLYSTAR. Trois de ces limitations ont été corrigées dans le cadre de ces travaux thèse et sont détaillées dans ce chapitre. Par ailleurs, l'identification du modèle a été effectuée sur une plus large plage de températures couvrant le domaine de fonctionnement des pales HP des turbomoteurs pour hélicoptères.

II.2.2.1 Effet de la déformation plastique cumulée sur l'évolution de la phase γ'

Une des limitations du modèle POLYSTAR, exposée dans l'article de Cormier et Cailletaud [6], concerne l'effet de la déformation plastique cumulée sur les évolutions de la phase γ' (cinétiques de dissolution notamment). La première identification effectuée avec les essais anisothermes de type surchauffes unitaires était concluante pour les essais qui comprenaient une période de préfluage (*i.e.* avec une déformation plastique non nulle avant la surchauffe). Mais, il a été constaté que la déformation plastique calculée après une surchauffe effectuée sur une microstructure vierge (*i.e.* sans déformation avant la surchauffe) surestimait la déformation plastique expérimentale pendant le stade de fluage post-surchauffe (Figure II-24).

Une telle surestimation est la conséquence de la cinétique de dissolution de la phase γ' qui est dans la version originale du modèle POLYSTAR, uniquement pilotée par la température au travers de f_{equ} et α_l dans l'Equation (74). Cette cinétique de dissolution était codée initialement pour une structure coalescée. Elle amenait à des couloirs de matrice γ plus larges que ce qu'ils ne sont dans la réalité lorsqu'une surchauffe est réalisée sur une structure cuboïdale.

Ainsi l'écoulement plastique s'en trouve plus rapide au travers des Equations (69), (73) et (74)).

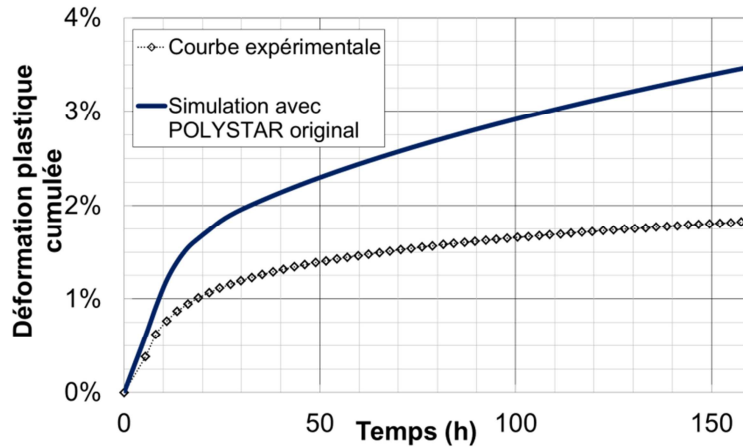


Figure II-24 : Comparaison entre une simulation effectuée avec la version originelle du modèle POLYSTAR et la courbe expérimentale d'un essai de fluage anisotherme – surchauffe de 90s à 1200°C sur une microstructure non sollicitée préalablement

Cependant, les cinétiques de dissolution/précipitation sont aussi dépendantes de la déformation plastique. Elles sont par ailleurs plus lentes pour une microstructure de précipitation à morphologie cuboïdale que pour une morphologie en radeaux (Figure II-25). Une telle dépendance a déjà été démontrée en 1979 par Cailletaud [16] sur la base d'une validation de son modèle du point de vue de la thermodynamique des processus irréversibles. Puisque la dissolution et la précipitation de la phase γ' sont accélérées par la densité de dislocations aux interfaces γ/γ' ([94] pour la dissolution et [95] pour la précipitation), nous avons inclus lors de ces travaux de thèse une relation directe entre l'évolution de la fraction volumique de précipités secondaires γ' et la déformation plastique cumulée dans une version améliorée du modèle POLYSTAR.

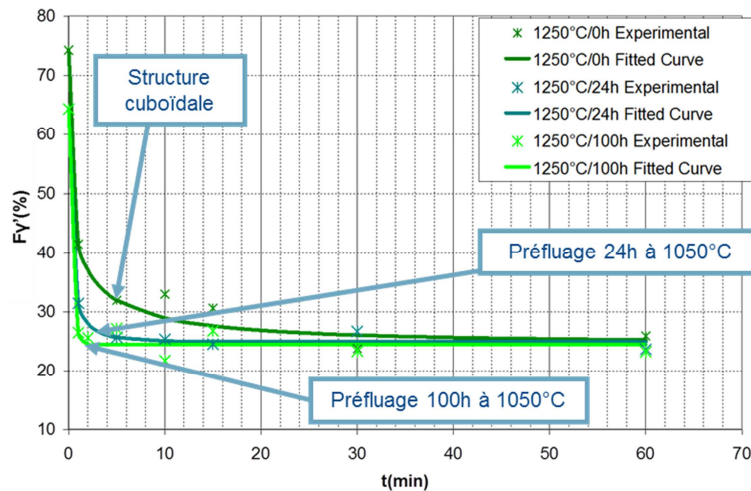


Figure II-25 : Evolution de la fraction volumique de précipités γ' en fonction du temps passé à 1250°C sans chargement appliqué [94]. Les déformations atteintes lors des préfluage de 24h et de 100h sont respectivement de 0.1% et de 0.3%

L'Equation (74) devient alors l'Equation (81) :

$$\dot{f}_l = \left[1 - \delta_l \cdot \exp\left(-\frac{v}{e_{cfl}}\right) \right] \cdot \frac{(f_{equ} - f_l)}{\alpha_l} \quad (81)$$

Dans cette équation, e_{cfl} est une déformation plastique reflétant de manière phénoménologique l'impact de la déformation plastique (et de sa saturation dans les couloirs de matrice lors du fluage) sur les cinétiques de dissolution. δ_l est quant à lui un paramètre matériau dépendant de la température. Il a en effet été observé qu'au-delà d'une déformation plastique donnée, les cinétiques de dissolution de la phase γ' deviennent uniquement thermiquement activées. Il a été démontré expérimentalement que ce seuil de déformation correspond à la déformation plastique nécessaire pour relaxer les contraintes de cohérence [94].

Une illustration de l'amélioration apportée lors de ces travaux de thèse est présentée sur la Figure II-26 dans laquelle les simulations avec et sans effet de la déformation plastique sont comparées à la courbe expérimentale issue d'un essai de fluage anisotherme avec une surchauffe de 90 secondes effectuée sur une microstructure vierge (*i.e.* sans déformation avant la surchauffe).

La version améliorée de POLYSTAR montre en effet une déformation plus faible que celle issue de la simulation du modèle POLYSTAR initial. Le couplage proposé en Equation (81) entre cinétique de dissolution/précipitation et déformation plastique cumulée permet ainsi une meilleure représentation de l'évolution de la déformation plastique lors d'essais avec une surchauffe intervenant sur une microstructure cuboïdale. En effet, la cinétique de dissolution était calibrée dans la version initiale du modèle sur une microstructure déformée, à savoir une microstructure de précipitation coalescée.

Dorénavant, tant que la déformation plastique cumulée induite par la surchauffe initiale est assez faible, les cinétiques de dissolution restent réduites, conduisant ainsi à une fraction volumique de précipités γ' plus forte à la fin de la surchauffe. L'amplitude du fluage primaire post-surchauffe en devient plus faible et va dans le sens de la courbe expérimentale.

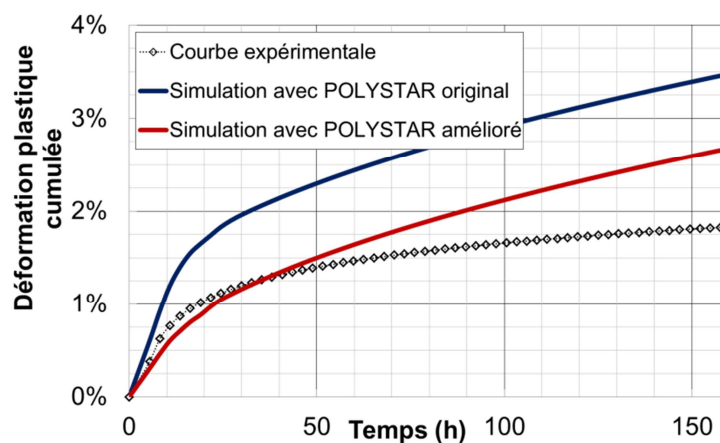


Figure II-26 : Mise en évidence de l'amélioration apportée par le couplage entre cinétique de dissolution/précipitation de la phase γ' et la déformation plastique cumulée lors d'un essai de fluage anisotherme – surchauffe de 90s à 1200°C sur microstructure vierge

II.2.2.2 Amélioration de la description du fluage tertiaire à basses températures

Une mauvaise description du caractère progressif du fluage tertiaire lors d'essais isothermes BT ($T < 1000^\circ\text{C}$) a été constatée lors de simulations effectuées avec le modèle POLYSTAR initial. Sous de telles conditions expérimentales, le stade de fluage tertiaire est plus long et plus progressif que le stade de fluage tertiaire abrupt rencontré pour des températures plus élevées ($T > 1000^\circ\text{C}$) et correspondant à une rupture fortement localisée. Dans le but d'améliorer la description de ce fluage tertiaire pour ces conditions, une nouvelle source de dommage a été ajoutée au cours de cette thèse en multiplication de la loi d'écoulement de Norton, ceci afin de rendre compte d'une augmentation progressive de la vitesse de déformation.

Un dommage de ce type a déjà été proposé par McLean et Dyson [3] et par Wen [93]. L'Equation (66) devient alors l'Equation (82).

$$\dot{\gamma}^s = \exp(d_{dislo}^s) \cdot \left(\frac{f^s}{K(1-d_{\dot{\gamma}}^s)}\right)^n \text{ avec } \dot{d}_{dislo}^s = C_{dislo} \times \dot{\gamma}^s \quad (82)$$

Dans cette équation, C_{dislo} est un paramètre matériau dépendant de la température et qui représente une dégradation microstructurale du matériau.

Un tel dommage rend compte de la multiplication des dislocations mobiles pendant l'augmentation de la déformation plastique cumulée. Il apparaît lorsqu'une inversion topologique de phase s'effectue telle que le montrent les travaux de Fredholm [96] ou de Link et Epishin [97]. Cette inversion est caractérisée par une phase γ' qui va progressivement envelopper la matrice γ comme l'illustre la microstructure de précipitation à rupture de la Figure II-27 après un essai de fluage isotherme à 850°C et 400 MPa sur l'alliage MC2. Ce mode d'endommagement « microstructural » est observé lorsque le taux de phase γ' est supérieur à celui de la matrice γ [98] et que la mise en radeaux est opérante. Elle est rencontrée typiquement entre 800 et environ 1020°C dans le cas du MC2.

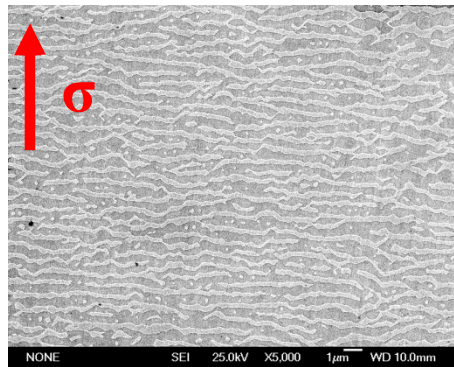


Figure II-27 : Microstructure de précipitation γ/γ' de l'alliage MC2 après rupture d'une essai isotherme à 850°C et 400 MPa après 1897h. La phase γ' apparaît en sombre. On note que la phase γ' est interconnectée et qu'elle entoure la phase γ

Deux illustrations de l'amélioration obtenue sur la description du fluage tertiaire sont présentées en Figure II-28 dans lesquelles des simulations (avec et sans le dommage multiplicatif) d'essais isothermes à 850°C et 950°C sont comparées à leurs courbes expérimentales respectives. Conformément à l'attendu, on observe que les simulations effectuées avec le modèle POLYSTAR amélioré fournissent une meilleure description du caractère progressif du fluage tertiaire dans ces conditions.

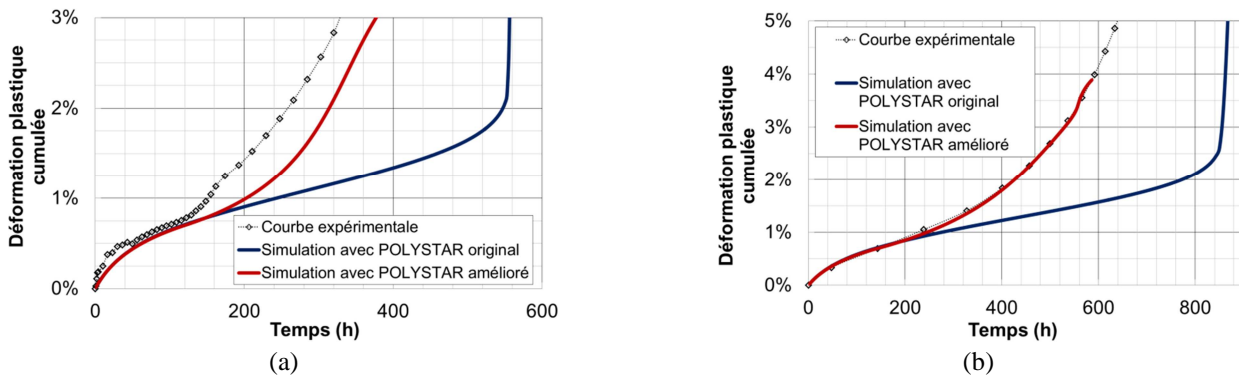


Figure II-28 : Simulations d'essais isothermes comparées aux résultats expérimentaux à – (a) 850°C et (b) 950°C

Pour nos simulations, deux domaines de températures ont été considérés pour C_{dislo} :

- i. les « basses » températures où cette source de dommage dans l'Equation (82) représente une inversion topologique de phase qui amène une progressivité accrue du fluage tertiaire (cas de la Figure II-27) ;
- ii. les « hautes » températures, où elle représente un épaississement de la microstructure qui amène un abattement de la DDV en cyclage thermomécanique tel que ceux observés par Giraud et *al.* [48] et par Goti et *al.* [99] (voir §I.1.3.1 présenté précédemment).

II.2.2.3 Augmentation de la déformation à rupture

Enfin, une dernière modification a été entreprise dans le but d'atteindre numériquement des déformations plastiques cumulées à rupture plus élevées. Il a en effet été observé des écarts entre les courbes expérimentales et celles issues des simulations effectuées avec le modèle POLYSTAR original : les simulations dépassent rarement 5% de déformation à rupture. Même si la DDV n'est pas impactée par la valeur de la déformation atteinte, calculer une déformation à rupture trop faible en environnement industriel ne permet pas d'appréhender de manière suffisamment robuste le phénomène de « touche de pale ».

Dans le cas de simulations numériques pour des conditions impliquant un stade de fluage tertiaire abrupt qui correspond à un processus de rupture fortement localisée (*i.e.* HT/ σ F), la correction de la déformation à rupture semble inutile. En revanche, dans le cas de conditions thermomécaniques qui amènent des stades de fluage tertiaire plus progressifs tels que ceux présentés en §II.2.2.2, l'obtention d'une meilleure description de la déformation plastique lors de la rupture devient primordiale lors de simulations éléments finis. En effet, dans ce cas, une large redistribution de contraintes s'opère près des concentrateurs.

Pour atteindre numériquement une déformation à rupture plus élevée, une amélioration de la formulation de la fonction pilote du dommage, de type « écrouissage cinématique » (Equation (80)), est proposée par l'Equation (83). En effet, une restauration statique, représentée par le terme $M(\alpha^s)^{m\alpha}$, a été ajoutée afin de permettre le ralentissement de la saturation de α^s .

$$\dot{\alpha}^s = \dot{\gamma}^s \cdot (\text{sign}(\tau^s - \omega^s) - d \cdot \alpha^s) - M(\alpha^s)^{m\alpha} \quad (83)$$

Une illustration de cette amélioration est présentée en Figure II-29 dans laquelle des simulations isothermes, à 950°C, effectuées avec et sans restauration statique sont comparées à l'essai associé. On observe bien que la simulation effectuée avec le modèle POLYSTAR amélioré atteint une déformation à rupture plus élevée (gain illustré par la flèche verticale sur la Figure II-29).

Notons que cet artifice qui consiste à dé-saturer notre force motrice d'endommagement pour atteindre de plus hautes déformations est purement numérique et ne permet en aucun cas de statuer sur la contribution éventuelle d'une localisation de la déformation au cours du fluage tertiaire.

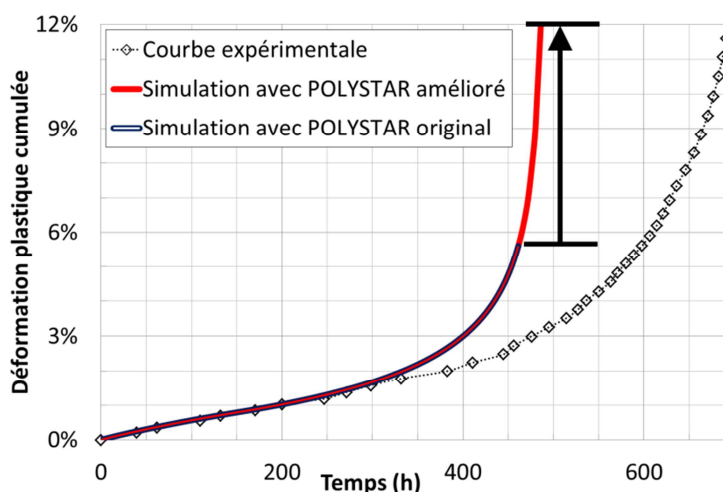


Figure II-29 : Illustration du gain en déformation à rupture lors des simulations numériques en utilisant un terme de restauration dans l' Equation (83)

II.2.3 Identification du modèle POLYSTAR

Dans la suite, toutes les simulations présentées ont été effectuées avec la formulation du modèle POLYSTAR amélioré. Toutes les équations du modèle ainsi modifiées sont présentées en Annexe 3.

Les paramètres du modèle POLYSTAR modifié sont présentés en deux catégories principales :

- ✓ les paramètres « directs », pour lesquels l'identification s'effectue par analyse microstructurale (préparations métallographiques, observations en microscopie et analyse stéréologiques). Ces paramètres sont donc mesurés expérimentalement et sont figés par température (f_{equ} , a_0 , δ , m_l , d_{tp} , α_l et α_s) ;
- ✓ les paramètres « indirects », où l'identification s'effectue par comparaison avec des courbes expérimentales, et qui sont donc optimisés (r^0 , n , K , b , Q , C_{dislo} , v_d , m_x , C , d , M , m_α , K_{x0} , Q_{s0} , α^* , β^* , δ_l , e_{cfl} , K_{s1} , m_s et K_{s2}).

Le Tableau II-2 présente le nombre de paramètres du modèle POLYSTAR amélioré, en fonction de leur catégorie.

Paramètres	Directs	Indirects	Total
Comportement isotherme	0	5	5
Comportement anisotherme	0	3	3
Endommagement	0	8	8
Microstructure	7	5	12
Total	7	21	28

Tableau II-2 : Synthèse du nombre de paramètres du modèle POLYSTAR employé

L'identification des paramètres s'effectue selon un ordre précis afin d'obtenir le meilleur compromis d'identification. Cet enchaînement est typique d'une procédure d'identification d'un modèle de fluage prenant en compte explicitement des évolutions de microstructure. Cette procédure est détaillée ci-dessous :

- i. Renseignement des paramètres d'élasticité et de dilatation thermique ;
- ii. Identification des paramètres de microstructure sur la base d'expériences ;
- iii. Identification de la taille initiale du domaine d'élasticité ;
- iv. Identification des paramètres de comportement à partir d'essais isothermes ($Q^* = Q$) ;
- v. Optimisation des paramètres de comportement isotherme et du domaine initial d'élasticité ;
- vi. Identification des paramètres d'endommagement isotherme ;
- vii. Identification des paramètres de comportement sensibles aux conditions anisothermes ;
- viii. Optimisation finale des paramètres d'endommagement et de comportement en conditions isothermes et anisothermes.

II.2.3.1 Procédure d'identification

L'identification du modèle a été effectuée sur la plage de température 750°C-1250°C afin de balayer au mieux les conditions thermiques rencontrées par la pale de turbine HP. De plus, afin de pouvoir utiliser le modèle en industrie, il a été décidé d'imposer une évolution monotone des paramètres en fonction de la température. Certains paramètres ont même une évolution constante par morceaux (Figure II-30). Ce choix permet d'une part de conserver une stabilité du modèle en évitant les artefacts numériques lors de simulations anisothermes et d'autre part, de minimiser le nombre de valeurs.

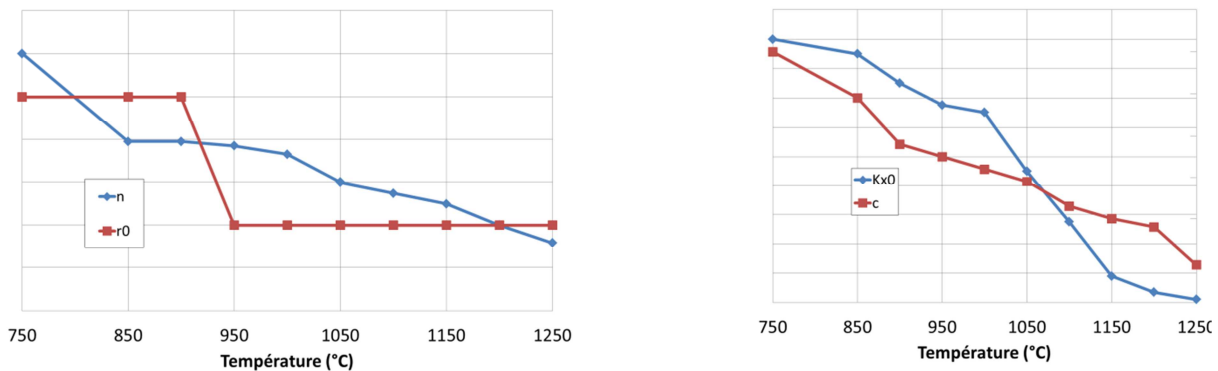


Figure II-30 : Exemples d'évolutions de paramètres en fonction de la température – n , r^0 , K_{x0} et c

Cette contrainte supplémentaire a rendu le travail d'identification délicat. Les résultats présentés dans le paragraphe suivant vont le montrer de manière plus explicite. De plus, cette optimisation des coefficients sous contrainte a limité l'emploi du module d'optimisation de ZéBuLoN, en particulier pour les coefficients des lois d'endommagement.

Le Erreur ! Source du renvoi introuvable. rappelle les paramètres concernés par chaque étape de la procédure d'identification (listées ci-dessus) et indique les essais nécessaires à l'identification du modèle POLYSTAR sur une large plage de température (750°C-1250°C). Pour chaque paramètre est présenté le type d'essai à effectuer. La dernière étape vise à optimiser certains paramètres pour des conditions anisothermes. Les résultats de l'identification du modèle sont présentés dans le paragraphe suivant (§II.2.3.2).

Etapes	Paramètres	Essais utilisés	Descriptif
Comportement élastique	$y_{1111}, y_{1122}, y_{1212}$ et α	- Traction ou essais lames vibrantes - Dilatométrie	- Essais sur toute la plage de température (de l'ambiante au solvus) sur trois orientations cristallines
Microstructure	$f_{equ}, a_0, \delta, m_l, d_{tp}, \alpha_l, \delta_l, e_{cfl}, \alpha_s, K_{s1}, m_s$ et K_{s2}	- Fluage anisotherme <i>in situ</i> au synchrotron - Fluage isotherme - Dissolution sans charge - Dissolution sous charge - Fatigue-fluage avec surchauffes	- Essai de fluage anisotherme couplé à de la diffraction <i>in situ</i> sous faisceau synchrotron - Essais de fluage sur une plage de température allant de 750°C à 1250°C - Essais de dissolution sur la plage de température de dissolution du matériau
Comportement isotherme	r^0, n, K, b et Q	- Traction - Fluage isotherme	- Essais de traction à vitesses de déformation et à températures différentes - Essais sur toute la plage de température pour plusieurs contraintes
Endommagement isotherme	$C_{dislo}, v_d, m_x, C, d, M$ et m_α, K_{x0}	- Fluage isotherme	- Essais sur toute la plage de température pour plusieurs contraintes
Comportement anisotherme	Q_{s0}, α^* et β^*	- Fluage avec surchauffe unitaire - Fluage cyclé thermiquement	- Essais pour des temps de préfluage et des durées de surchauffe différents - Essais sur des plages de températures différentes
Endommagement anisotherme	$Q_{s0}, \alpha^*, \beta^*$ et C_{dislo}	- Fluage cyclé thermiquement	- Essais sur des plages de températures différentes

II.2.3.2 Résultats d'identification

Les valeurs des divers paramètres à l'issues des diverses étapes d'identification sont répertoriées en Annexe 4.

a) Essais isothermes sur toute la plage de températures 750°C-1250°C

Les résultats du meilleur compromis d'identification obtenu sont présentés dans les figures suivantes (Figure II-31 à Figure II-40) pour des conditions isothermes balayant la plage de températures étudiées (750°C à 1250°C). Les courbes de simulations effectuées avec le modèle POLYSTAR sont comparées aux courbes expérimentales correspondantes.

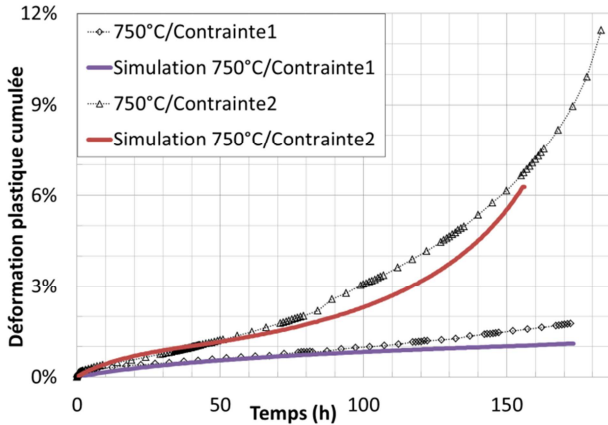


Figure II-31 : Résultats d'identification à 750°C

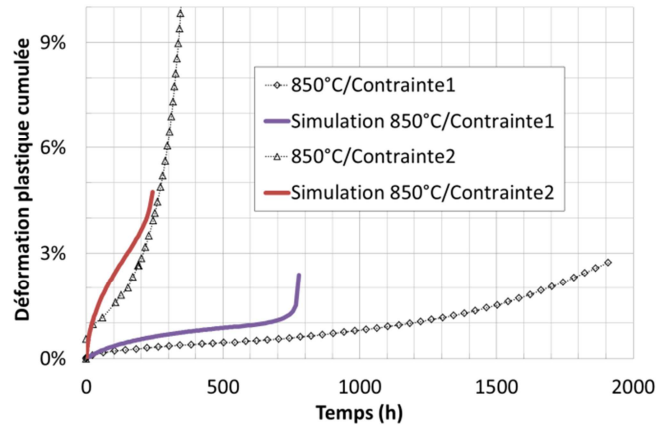


Figure II-32 : Résultats d'identification à 850°C

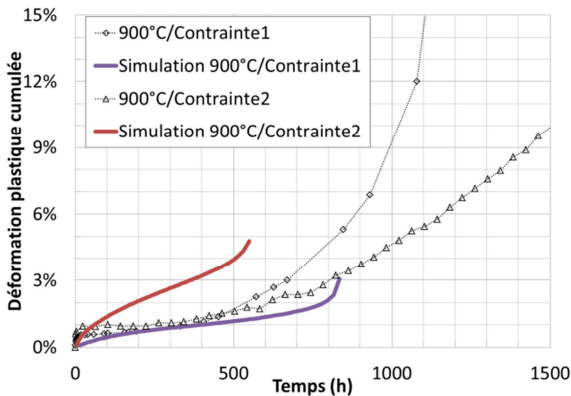


Figure II-33 : Résultats d'identification à 900°C

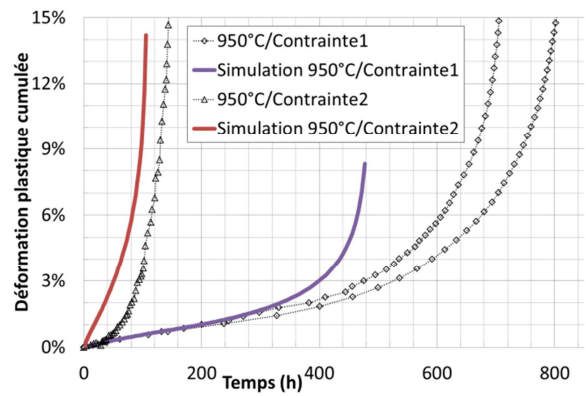


Figure II-34 : Résultats d'identification à 950°C

En Figure II-31, on constate que la courbe de déformation plastique à 750°C de l'essai à *Contrainte1* reproduit bien la courbe expérimentale (essai non mené à rupture). La courbe de déformation plastique de l'essai à *Contrainte2* est elle-aussi conforme à la courbe expérimentale bien que la DDV soit plus courte d'environ 15% sur le cas considéré.

Sur la Figure II-32 à 850°C, on observe une bonne cohérence pour la partie comportement de la simulation à *Contrainte1* mais une DDV bien trop faible par rapport à l'essai (différence de 60%). En revanche, la simulation à plus forte contrainte (*Contrainte2*) donne de meilleurs résultats tant en termes de comportement que de DDV.

Sur la Figure II-33, le compromis d'identification à 900°C donne des résultats mitigés. En effet, on constate que la simulation à *Contrainte1* possède un comportement proche de la courbe expérimentale et une DDV un peu plus faible (différence de 27%) que l'essai. En revanche, la simulation à plus forte contrainte présente une déformation trop élevée et une DDV bien trop faible (différence de 70%).

Les résultats à 950°C de la Figure II-34 présentent des comparaisons de courbes assez satisfaisantes puisque que l'on peut y observer pour l'essai à *Contrainte1* une bonne corrélation tant en termes de comportement que de DDV (différence de 40%). Concernant la simulation à *Contrainte2*, on peut constater que le fluage primaire est surestimé par rapport à la courbe expérimentale mais que le reste du comportement et la DDV sont conformes (différence de 28% pour la DDV).

Les simulations à 1000°C reproduisent bien les données expérimentales puisqu'on constate en Figure II-35 que la partie comportement de la simulation est confondue avec la courbe expérimentale. Concernant

la DDV, l'écart obtenu est faible (différence de 21%). On notera cependant une déformation à rupture faible, malgré l'emploi d'un terme de restauration supplémentaire dans l'Equation (83).

Pour les trois températures suivantes, 1050°C, 1100°C et 1150°C, le grand nombre de courbes d'essais explique un compromis d'identification pas toujours satisfaisant. En effet, la dispersion inhérente aux essais de fluage a imposé certain choix concernant le compromis d'identification.

En Figure II-36, on constate que le fluage primaire des deux simulations à 1050°C est bien représenté alors que le fluage secondaire est surestimé pour la simulation à *Contrainte1* et sous-estimé pour la simulation à *Contrainte2*. Concernant les DDV, celles de la simulation à *Contrainte1* se situent dans la fourchette des DDV des essais à cette contrainte alors que la DDV à *Contrainte2* est trop forte (différence de 130%).

Les résultats du compromis d'identification à 1100°C sont assez similaires à ceux de 1050°C. En effet, on observe également une bonne estimation du fluage primaire. En revanche, le fluage secondaire est surestimé pour la contrainte *Contrainte1* et la DDV est trop faible (différence de 62%) alors que le fluage secondaire est sous-estimé pour la contrainte *Contrainte2* et la DDV est, pour ce cas, trop forte (différence de 72%).

A 1150°C, le compromis d'identification donne des résultats assez différents selon la contrainte appliquée, comme le montre la Figure II-38. En effet, ayant quatre courbes d'essai à *Contrainte1*, l'identification a été focalisée sur cette contrainte. Ainsi, la simulation à *Contrainte1* correspond à un compromis entre les quatre courbes expérimentales tant en terme de fluage primaire, de vitesse de déformation lors des stades secondaires que de DDV. Le fluage primaire et secondaire de la simulation à *Contrainte2* est cohérent avec la courbe expérimentale mais pas la forme du fluage tertiaire, ni même la DDV (différence de 50%).

Les résultats du compromis d'identification à 1200°C en Figure II-39 montrent une bonne représentation du fluage primaire et de la DDV à *Contrainte1* mais avec un fluage secondaire plus fort que celui issu de l'essai. Pour l'essai à *Contrainte2*, le fluage primaire et secondaire sont bien modélisés mais la DDV est trop forte (différence de 74%).

Enfin, les résultats à 1250°C sont plutôt satisfaisants en termes de DDV (différence de 12%). Le fait que le fluage primaire soit négligeable est aussi bien modélisé par le modèle. En revanche, la simulation surestime largement la vitesse de fluage d'un facteur 30.

Bien que la dispersion des essais ne soit pas négligeable, comme nous l'avons montré en Partie I (§I.4.2), les résultats d'identification isotherme effectués sur une large plage de températures montrent dans l'ensemble une bonne correspondance avec les données expérimentales pour l'orientation [001]. Cette identification a été effectuée de sorte à obtenir une évolution monotone des paramètres du modèle en température, ce qui a obligé à perdre en qualité d'identification au profit, supposé à ce stade de l'analyse, de la robustesse de simulations anisothermes complexes.

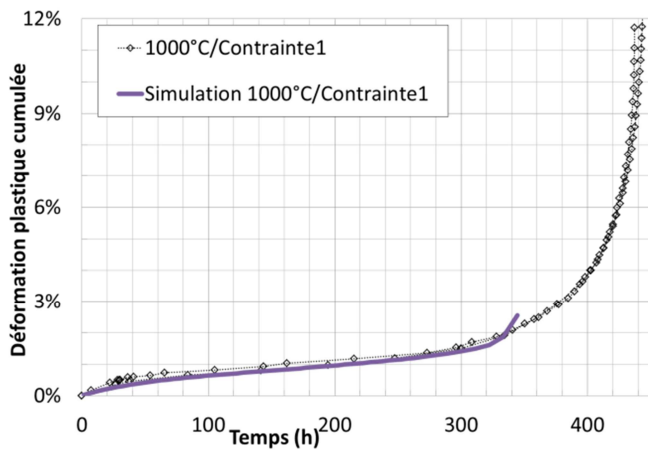


Figure II-35 : Résultats d'identification à 1000°C

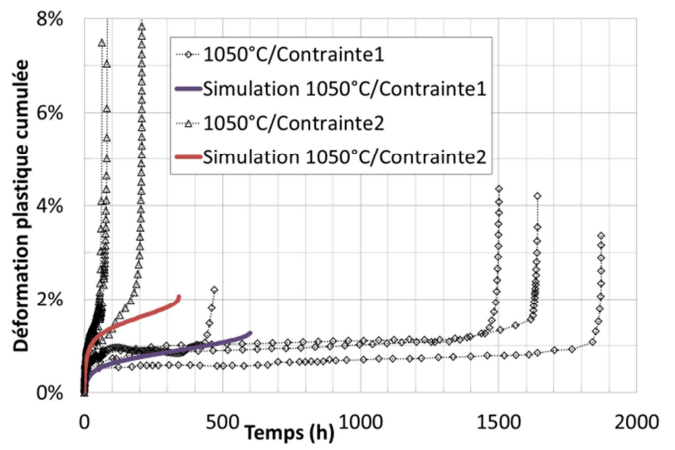


Figure II-36 : Résultats d'identification à 1050°C

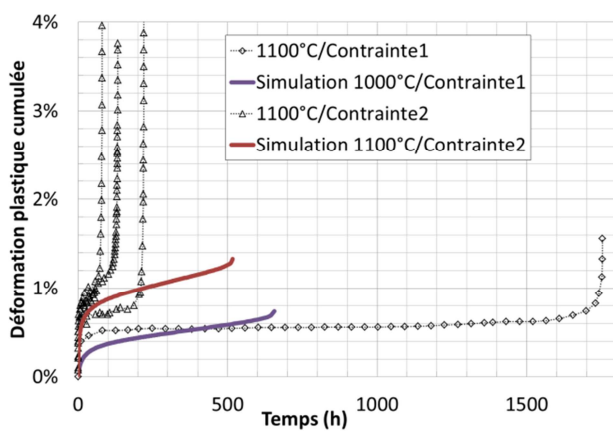


Figure II-37 : Résultats d'identification à 1100°C

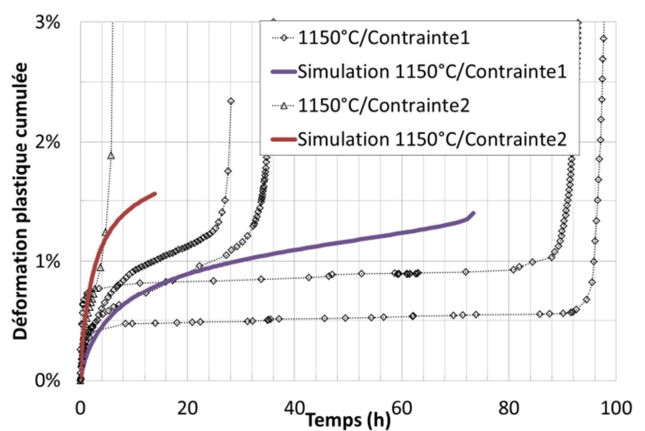


Figure II-38 : Résultats d'identification à 1150°C

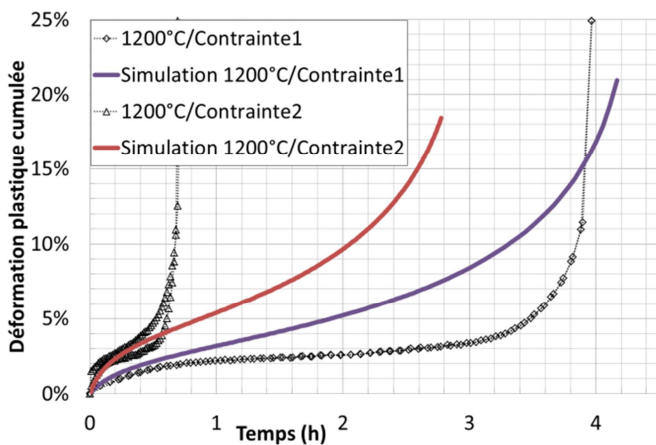


Figure II-39 : Résultats d'identification à 1200°C

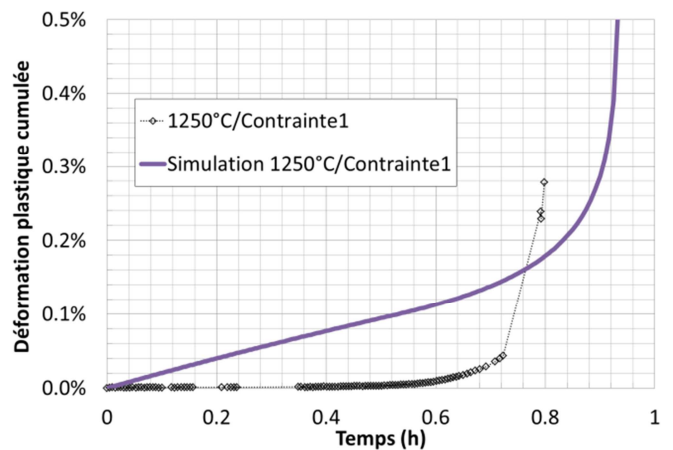


Figure II-40 : Résultats d'identification à 1250°C

b) Essais anisothermes avec surchauffe unitaire

Pour ces essais dont les surchauffes sont de courte durée ($\leq 150s$), les paramètres de viscoplasticité (n et K) ont été bloqués à la température nominale des essais. Cet aspect cinétique de contrainte visqueuse est discuté ultérieurement en §II.4.3.1.

Les surchauffes unitaires sont du même type que celles présentées en Partie I (§I.2.4.1) et ont servi à identifier les paramètres spécifiques à l'anisothermie comme indiqué dans le **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** Les résultats du meilleur compromis d'identification des paramètres spécifiques à l'anisothermie sont présentés dans les figures suivantes (Figure II-41 à Figure II-43) qui balayent plusieurs temps de préfluage et plusieurs durées de surchauffe. Les courbes de simulations effectuées avec le modèle POLYSTAR amélioré sont présentées en regard des courbes expérimentales associées. L'évolution du dommage est également présentée afin de mieux comprendre les évolutions de la déformation plastique au cours de l'essai.

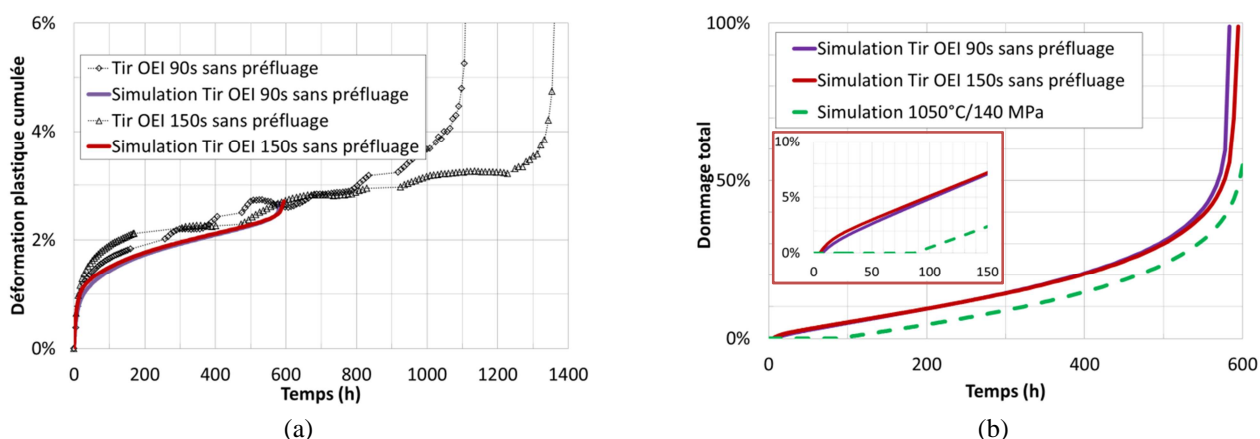


Figure II-41 : Résultats d'identification pour des essais de fluage anisothermes avec tirs OEI sans préfluage – (a) déformation plastique cumulée, (b) dommage total

Les deux essais présentés en Figure II-41-a ont été effectués sur microstructure vierge, *i.e.* sans préfluage. On constate que les deux simulations sont assez proches des courbes expérimentales tant en terme de fluage primaire que de fluage secondaire. En ce qui concerne les DDV données par la simulation, elles sont plus courtes de moitié par rapport à celles des essais (entre 45 et 55%). Toutefois, on note en Figure II-41-b que la déformation induite par la surchauffe en début d'essai accélère l'activation du dommage. Cette activation antérieure s'observe en comparant l'évolution du dommage total (dommage de type RK additionné au dommage multiplicatif) pour un essai isotherme (courbe verte en pointillés de la Figure II-41-b et grossissement en médaillon) et l'évolution du dommage total des deux essais anisothermes avec surchauffe.

De manière plus générale, on constate en Figure II-42-a et Figure II-43-a que les DDV issues des simulations sont plus élevées que celles des essais (de 17% à 42%) et que la vitesse de fluage secondaire post-surchauffe est plus faible que sur les courbes expérimentales. Néanmoins, les fluages primaires post-surchauffe sont assez bien représentés par le modèle. On y observe même l'influence de la durée de la surchauffe en Figure II-43-a puisque le nouveau fluage primaire est caractérisé par une plus forte amplitude de déformation pour la surchauffe de 150 secondes. Cette plus forte amplitude est attendue puisque pendant la surchauffe, la microstructure est dans un état transitoire entre la microstructure de la température de l'essai (1050°C) et celle de la température de la surchauffe (1200°C).

Ainsi plus la surchauffe est longue et plus la fraction volumique de précipités secondaires diminue, conduisant à une contrainte d'Orowan plu faible dans l'Equation (69). Cet effet est bien pris en compte par le modèle. Par conséquent, l'amplitude de la déformation post-surchauffe simulée augmente avec la durée de la surchauffe.

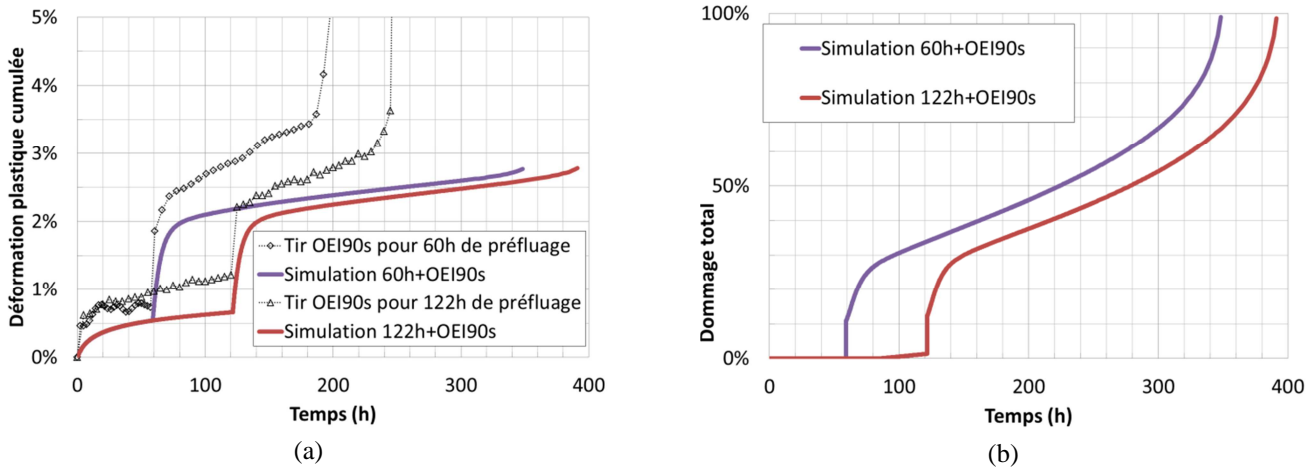


Figure II-42 : Résultats d’identification pour un essai de fluage anisotherme avec tir OEI de 90s après 60h et 122h de préfluage – (a) déformation plastique cumulée, (b) dommage total

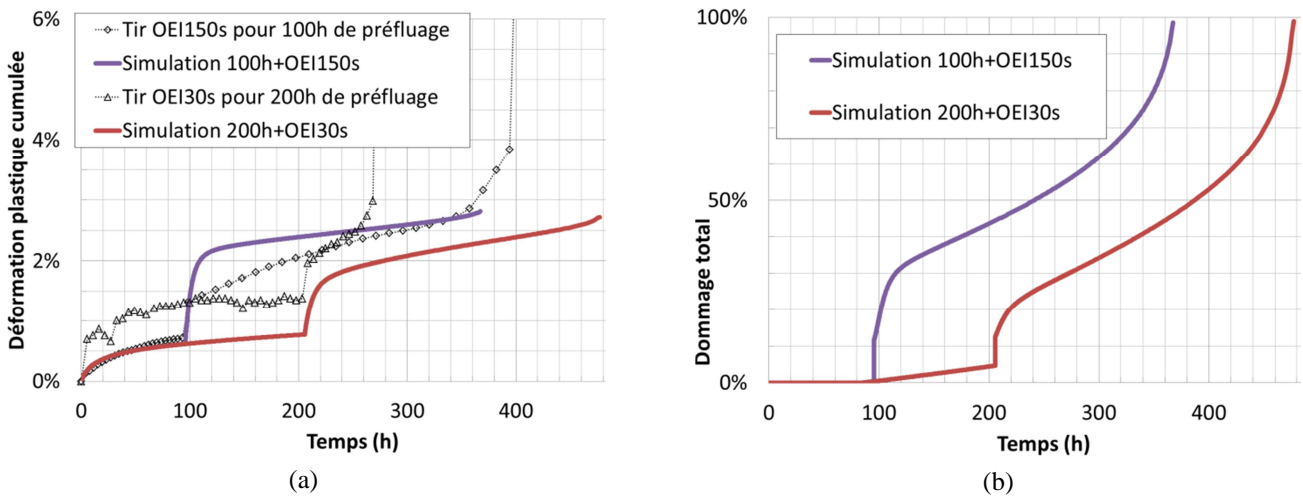


Figure II-43 : Résultats d’identification pour un essai de fluage anisotherme avec tir OEI de 150s et de 30s après respectivement 100h et 200h de préfluage – (a) déformation plastique cumulée, (b) dommage total

De plus, on observe que pour une surchauffe de 90 secondes (Figure II-42-a) les vitesses de fluage secondaire post-surchauffe sont les mêmes aussi bien sur les courbes expérimentales que sur les simulations. Cet effet est aussi observé sur la Figure II-43-a puisque les surchauffes ne sont pas de la même durée (30 secondes et 150 secondes) et que les vitesses de fluage post-surchauffe sont différentes. Concernant le dommage représenté en Figure II-42-b et Figure II-43-b, on constate soit l’activation de celui-ci, soit une forte progression causée par la surchauffe.

c) Bilan de l’identification

Les résultats de l’identification des paramètres du modèle POLYSTAR sont globalement satisfaisants bien pour certaines températures, toutes les données expérimentales ne sont pas bien modélisées. Ces résultats proviennent des contraintes que nous nous sommes imposées pour obtenir des évolutions monotones (ou constantes par morceaux) avec la température des divers coefficients du modèle.

Moins de contraintes sur les évolutions des paramètres pourraient permettre une meilleure reproduction des résultats expérimentaux. Néanmoins, l’identification des paramètres liés à l’anisothermie effectués sur différentes durées de surchauffe et différents temps de préfluage montrent dans l’ensemble une bonne correspondance avec les données expérimentales pour l’orientation [001].

Ces résultats démontrent l'applicabilité du modèle POLYSTAR modifié pour simuler les stades de fluage primaire, secondaire et tertiaire, et pour rendre compte des DDV pour des superalliages monocristallins base nickel sous des chargements anisothermes simplifiés.

Synthèse II.2 :

Construites sur la théorie de la plasticité cristalline, les équations constitutives du modèle POLYSTAR sont établies sur chaque système de glissement de manière à rendre compte de l'impact de transitoires rapides de microstructure sur le comportement mécanique. Seuls les systèmes de glissements octaédriques sont actifs dans le modèle, faute de preuve expérimentale irréfutable d'activité plastique prononcée sur les systèmes cubiques.

Seul l'écroutissage isotrope est formulé dans les équations du modèle POLYSTAR, l'objectif principal étant de modéliser des conditions de chargement monotone de type fluage. Cependant, deux variables non conventionnelles au regard de la plasticité cristalline ont été ajoutées dans l'écroutissage isotrope :

- ✓ Q^* permet d'ajouter une dépendance à la vitesse de montée/descente en température et à la durée de la surchauffe. Ce terme permet de rendre compte des processus transitoires de restauration opérant à très haute température lors de surchauffes ;
- ✓ w_{001} représente la largeur moyenne des couloirs de la matrice en fonction des fractions volumiques de gros et de petits précipités.

Dans le modèle POLYSTAR, le dommage possède une loi puissance de type Rabotnov-Kachanov. Ce dommage est activé par un seuil de déformation plastique sur chaque système de glissement. Une originalité du modèle est que ce dommage n'est pas piloté par la contrainte mais par une variable ω_S qui possède une loi d'évolution analogue à un écroutissage cinématique.

La plupart des modèles de fluage considèrent une microstructure à l'équilibre à tout instant. L'une des forces du modèle POLYSTAR est que les évolutions de microstructure se manifestent au travers de la largeur de couloirs w_{001} fonction des fractions volumiques d'une population bimodale de précipités durcissants. Ces équations permettent de rendre compte d'effets de transitoires microstructuraux sur le comportement mécanique.

Nous avons apporté trois modifications au modèle POLYSTAR originel qui présentait des limites. Ces améliorations permettent :

- ✓ une meilleure description d'essais anisothermes et particulièrement des premiers stades de déformation de fluage quand des trajets anisothermes interviennent sur une microstructure en cours de transformation cubes/radeaux, par un couplage entre les évolutions de la phase γ' et la plasticité ;
- ✓ une meilleure description des stades de fluage tertiaires progressifs qui ont lieu à basse température ;
- ✓ une plus grande déformation à rupture nécessaire dans un contexte industriel.

Les résultats de l'identification effectuée sur une large plage de températures (750°C-1250°C), avec une contrainte de monotonie sur l'évolution en température des coefficients, montrent dans l'ensemble une bonne correspondance avec les données expérimentales pour l'orientation [001], aussi bien en régime isotherme, qu'en régime anisotherme.

II.3 SIMULATIONS COMPLEXES

Après avoir procédé à l'identification du modèle POLYSTAR grâce des essais isothermes et des essais anisothermes avec surchauffe unitaire, le modèle POLYSTAR est utilisé pour simuler des essais dits complexes présentés en Partie I (§I.2.4). Ces simulations permettent de vérifier et de valider les capacités de prédiction du modèle. Les essais complexes simulés sont :

- Les essais de fluage isothermes et anisothermes sur éprouvettes désorientées ;
- L'essai cyclé thermiquement BT ;
- Les essais AMT conduits sur le banc BAFA ;
- L'essai 150H réalisé sur le banc MAATRE.

De plus, des simulations sur une structure tridimensionnelle (éprouvette entaillée) ont été effectuées afin de montrer les aptitudes du modèle au calcul de structures l'impact d'une évolution de microstructure sur les champs mécaniques. Ces simulations sont détaillées en Annexe 5.

II.3.1 Essais sur éprouvettes désorientées

Dans cette section, des comparaisons entre les simulations issues du modèle POLYSTAR amélioré et les données expérimentales sur éprouvettes d'orientation cristalline différente de [001] sont présentées. Nous rappelons que l'identification du modèle a été effectuée sur une base d'essais incluant uniquement des essais sur éprouvettes orientées [001] (§II.2.3.1) et donc en n'utilisant que les systèmes de glissement octaédriques dans la modélisation (§II.2.1.1).

II.3.1.1 Essais isothermes

a) Orientation [101]

La Figure II-44 présente la comparaison entre les courbes expérimentales et les simulations issues des essais isothermes sur éprouvettes d'orientation cristalline [101]. On constate d'une part que les simulations surestiment les données expérimentales dans toute la partie comportement des courbes (Figure II-44-a) et, d'autre part, que les DDV simulées sont bien plus fortes que les DDV expérimentales, jusqu'à un rapport 8 (Figure II-44-b).

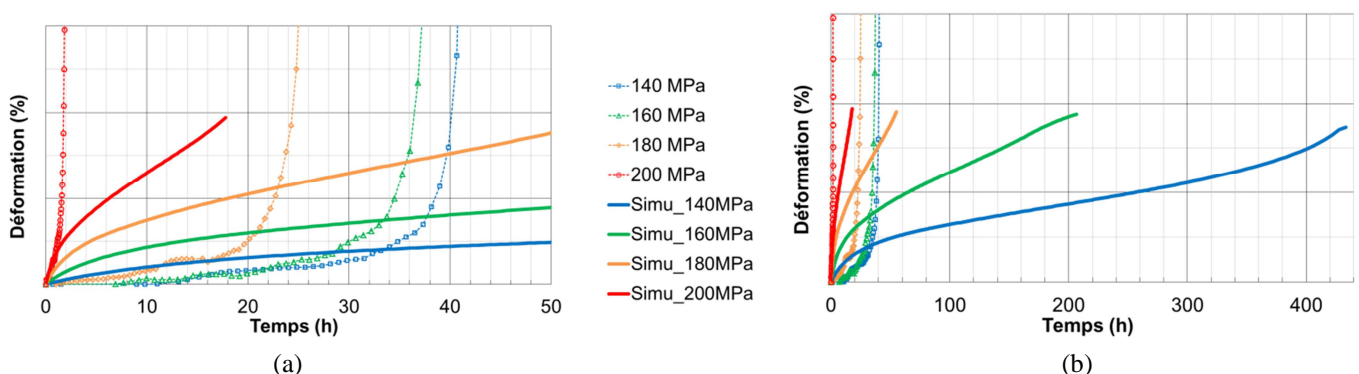


Figure II-44 : Comparaison essais/simulations de la déformation de fluage lors des essais isothermes à 1050°C pour l'orientation cristalline [101] : pleine échelle des temps sur les courbes – (a) expérimentales, (b) numériques

b) Orientation [102]

La Figure II-45 présente la comparaison entre les courbes expérimentales et les simulations issues des essais isothermes sur éprouvettes d'orientation cristalline [102]. Ici aussi, on observe d'une part que la déformation simulée surestime les données expérimentales dans toute la partie comportement de la courbe (Figure II-45-a) mais bien moins que pour l'orientation [101]. D'autre part, on constate que les DDV simulées sont du même ordre de grandeur que les DDV expérimentales (Figure II-45-b), d'un facteur 3 au maximum.

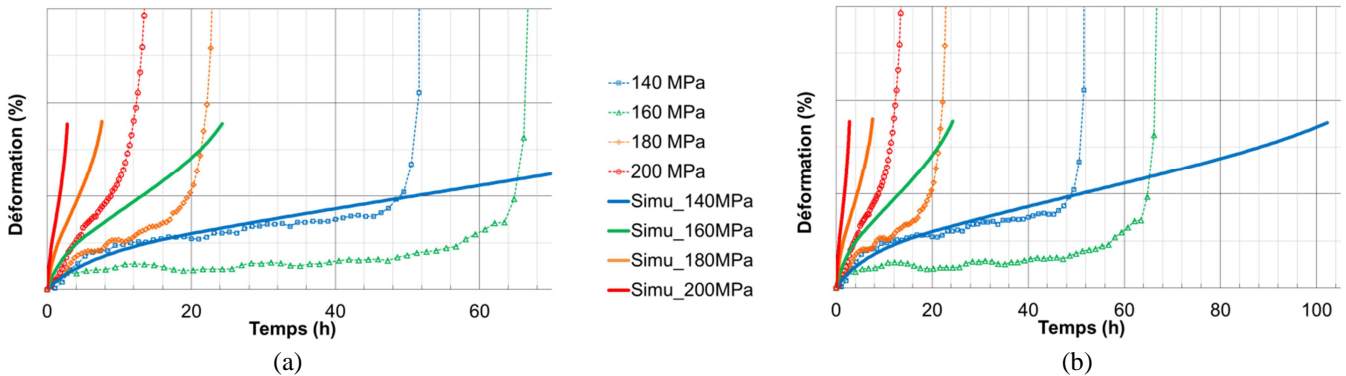


Figure II-45 : Comparaison essais/simulations de la déformation de fluage lors des essais isothermes à 1050°C pour l'orientation cristalline [102] : pleine échelle des temps sur les courbes – (a) expérimentales, (b) numériques

c) Orientation [563]

La Figure II-46 présente la comparaison entre les courbes expérimentales et les simulations des essais isothermes sur éprouvettes d'orientation cristalline [563]. On note que la déformation simulée est du même ordre de grandeur que la déformation expérimentale dans toute la partie comportement de la courbe (Figure II-46-a). D'autre part, on observe que les DDV simulées sont bien plus fortes que les DDV expérimentales, jusqu'à un rapport 20 (Figure II-46-b).

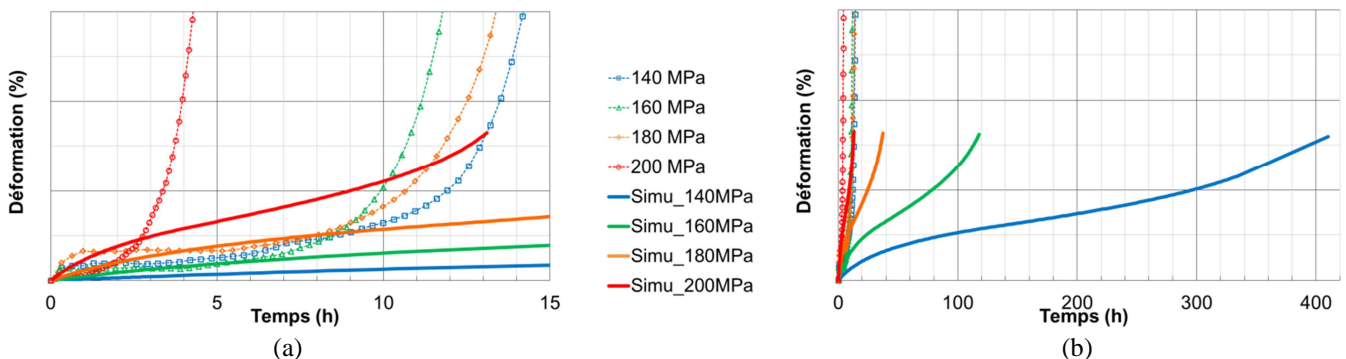


Figure II-46 : Comparaison essais/simulations de la déformation de fluage lors des essais isothermes à 1050°C pour l'orientation cristalline [563] : pleine échelle des temps sur les courbes – (a) expérimentales, (b) numériques

d) Bilan des simulations isothermes

Avec ces simulations, on se rend compte que la prise en compte de l'anisotropie cristalline au travers de la seule loi de Schmid, et donc du calcul des cissions sur chaque systèmes octaédrique n'est pas suffisante.

L'orientation [102] est celle dont le facteur de Schmid est le plus élevé parmi les trois orientations étudiées (0.489), ce qui explique que les simulations pour cette orientation donnent des vitesses de fluage plus élevées et des DDV plus courtes. On constate de plus que les simulations sont les plus performantes pour cette orientation qui est la plus proche de [001], orientation utilisée pour l'identification du modèle. Les orientations [101] et [563] ont quant à elles des facteurs de Schmid proches (respectivement 0.408 et 0.419) et présentent des simulations d'aspect proche. Des perspectives d'améliorations de la modélisation sont proposées en §II.4 pour palier à la seule utilisation de la loi de Schmid et de l'activation unique des glissements octaédriques.

II.3.1.2 Essais avec surchauffe unitaire

Rappelons que les coefficients de la contrainte visqueuse (n et K) sont bloqués à 1050°C pour simuler les surchauffes unitaires. Les raisons de la conservation de la valeur de ces paramètres à la température d'essai est discutée ultérieurement en §II.4.3.

a) Orientation [101]

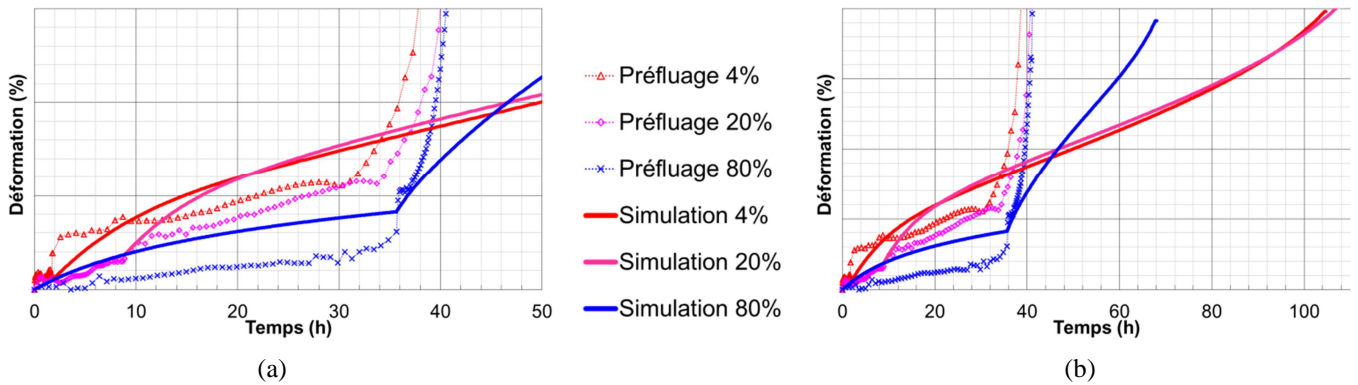


Figure II-47 : Comparaison essais/simulations de la déformation de fluage des essais anisothermes avec surchauffe unitaire de 30 secondes pour l'orientation cristalline [101] : pleine échelle des temps sur les courbes – (a) expérimentales, (b) numériques

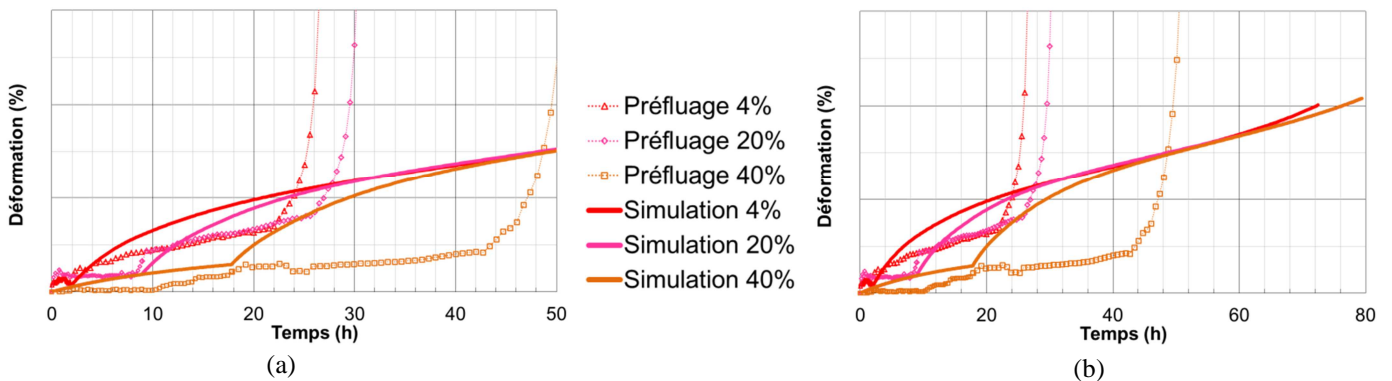


Figure II-48 : Comparaison essais/simulations de la déformation de fluage des essais anisothermes avec surchauffe unitaire de 150 secondes pour l'orientation cristalline [101] : pleine échelle des temps sur les courbes – (a) expérimentales, (b) numériques

Les Figure II-47 et Figure II-48 présentent des comparaisons entre les courbes expérimentales et les simulations des essais avec surchauffe unitaire de 30 et 150 secondes à 1200°C sur éprouvettes d'orientation cristalline [101].

On observe que la déformation simulée est voisine de la déformation expérimentale dans toute la partie comportement de la courbe (Figure II-47-a et Figure II-48-a). De plus, on observe que les DDV simulées sont plus élevées que les DDV expérimentales, jusqu'à un rapport 3 (Figure II-47-b) pour les surchauffes de 30 secondes alors que les DDV simulées sont proches des DDV expérimentales (Figure II-48-b) pour les surchauffes de 150 secondes bien que le comportement soit mal décrit dans ce cas d'étude.

b) Orientation [102]

Les Figure II-49 et Figure II-50 présentent la comparaison entre les courbes expérimentales et les simulations des essais avec surchauffe unitaire de 30 et 150 secondes sur éprouvettes d'orientation cristalline [102].

On observe que les préfluages sont bien reproduits par les simulations (Figure II-49-b et Figure II-50-b). En revanche, on note que, contrairement à l'orientation [101], les DDV simulées sont plus faibles que les DDV expérimentales, jusqu'à un rapport 7 (Figure II-49-a) pour les surchauffes de 30 secondes et jusqu'à un rapport 20 (Figure II-50-a) pour les surchauffes de 150 secondes. On constate également que la surchauffe a une influence très marquée sur le comportement et la DDV pour cette orientation cristalline puisque la rupture numérique s'opère rapidement après la surchauffe. En effet, dès l'introduction d'une surchauffe, les stades tertiaires sont activés lors des simulations.

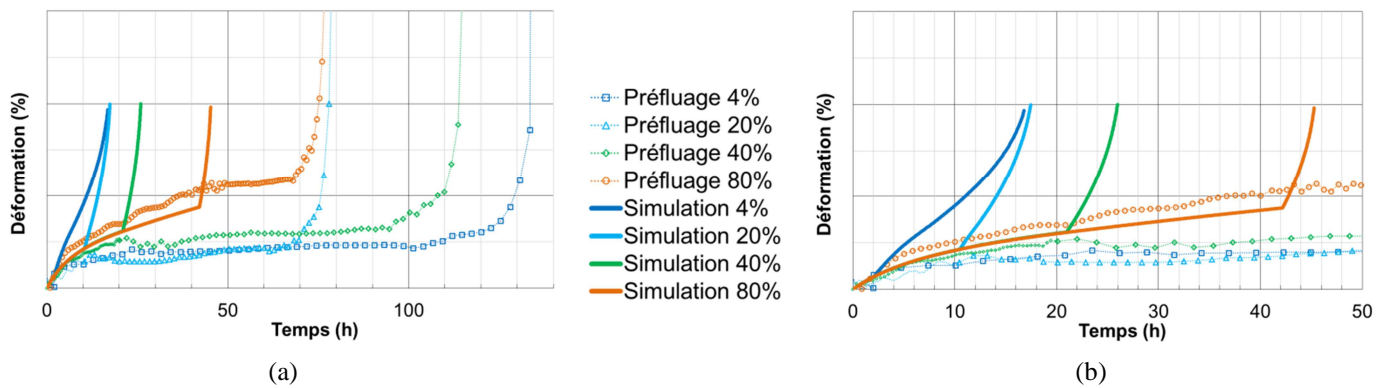


Figure II-49 : Comparaison essais/simulations de la déformation de fluage des essais anisothermes avec surchauffe unitaire de 30 secondes pour l'orientation cristalline [102] : pleine échelle des temps sur les courbes – (a) expérimentales, (b) numériques

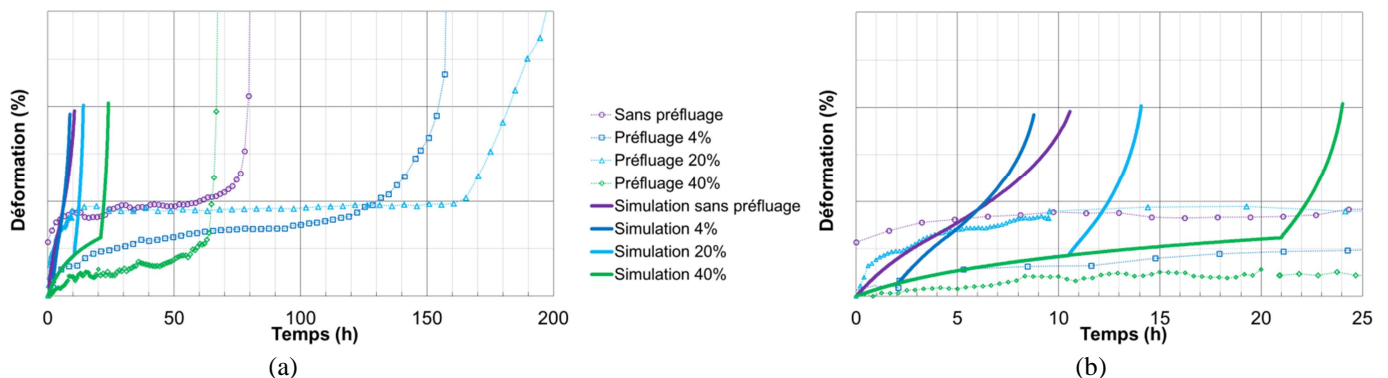


Figure II-50 : Comparaison essais/simulations de la déformation de fluage des essais anisothermes avec surchauffe unitaire de 150 secondes pour l'orientation cristalline [102] : pleine échelle des temps sur les courbes – (a) expérimentales, (b) numériques

c) Orientation [563]

Les Figure II-51 et Figure II-52 présentent la comparaison entre les courbes expérimentales et les simulations des essais avec surchauffe unitaire de 30 et 150 secondes sur éprouvettes désorientées d'orientation cristalline [563].

On observe que la déformation simulée est plus faible que la déformation expérimentale dans toute la partie comportement de la courbe (Figure II-51-a et Figure II-52-a). Les DDV simulées sont quant à elles plus élevées que les DDV expérimentales, jusqu'à un rapport 7 (Figure II-51-b) pour les surchauffe de 30 secondes et jusqu'à un rapport 4 (Figure II-52-b) pour les surchauffes de 150 secondes.

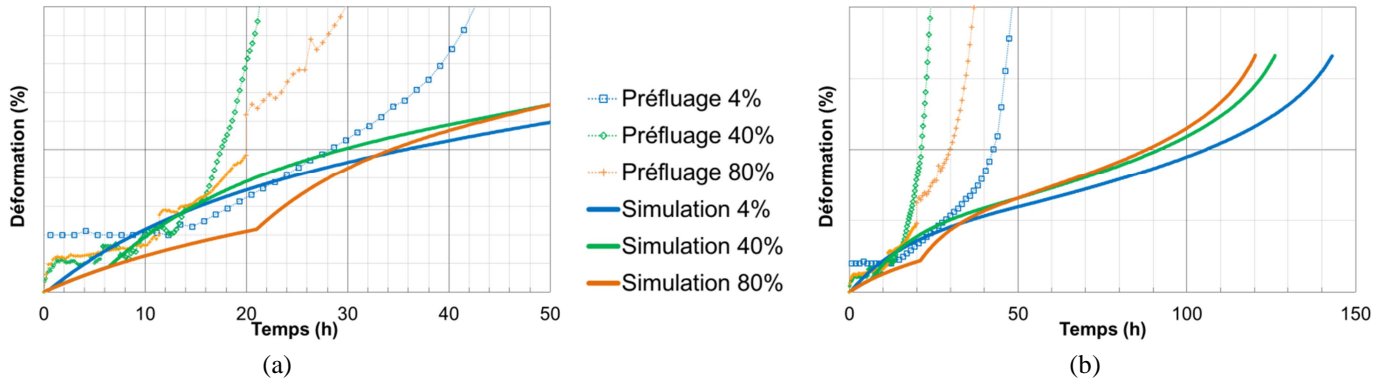


Figure II-51 : Comparaison essais/simulations de la déformation de fluage des essais anisothermes avec surchauffe unitaire de 30 secondes pour l'orientation cristalline [563] : pleine échelle des temps sur les courbes – (a) expérimentales, (b) numériques

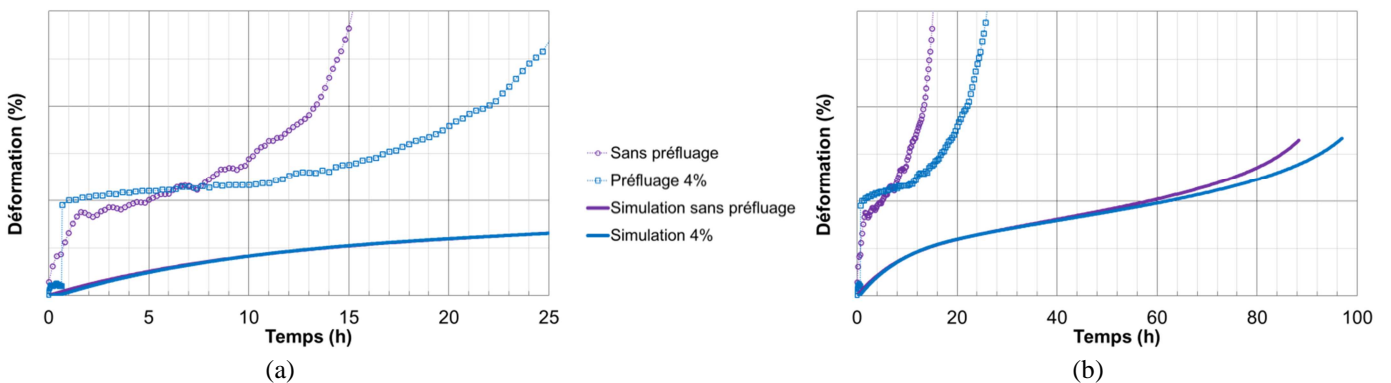


Figure II-52 : Comparaison essais/simulations de la déformation de fluage des essais anisothermes avec surchauffe unitaire de 150 secondes pour l'orientation cristalline [563] : pleine échelle des temps sur les courbes – (a) expérimentales, (b) numériques

d) Cumul de dommage

Les Figure II-53, Figure II-54 et Figure II-55 présentent la comparaison entre les cumuls de dommage expérimentaux et numériques pour des conditions d'essais avec surchauffe unitaire sur éprouvettes d'orientation cristalline respectives [101], [102] et [563]. Le cumul de dommage numérique est normé par les DDV isothermes associées.

On observe que les DDV résiduelles simulées sont très peu sensibles à l'historique préalable à la surchauffe, contrairement aux données expérimentales. Celles-ci sont bien inférieures aux données expérimentales, quelle que soit la durée de la surchauffe. Les DDV totales dans ces conditions peuvent être inférieures de 70% aux DDV totales expérimentales pour les orientations [101] et [563], et de 50% pour l'orientation [102].

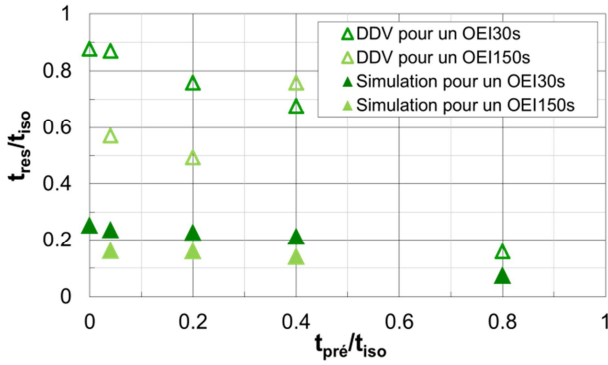


Figure II-53 : Comparaison des cumuls de dommage numériques et expérimentaux avec surchauffe unitaire pour l'orientation cristalline [101]

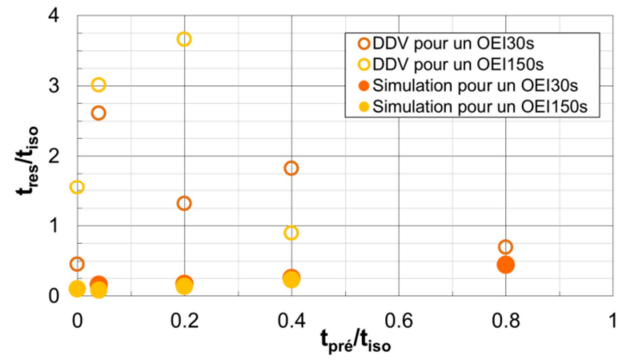


Figure II-54 : Comparaison des cumuls de dommage numériques et expérimentaux avec surchauffe unitaire pour l'orientation cristalline [102]

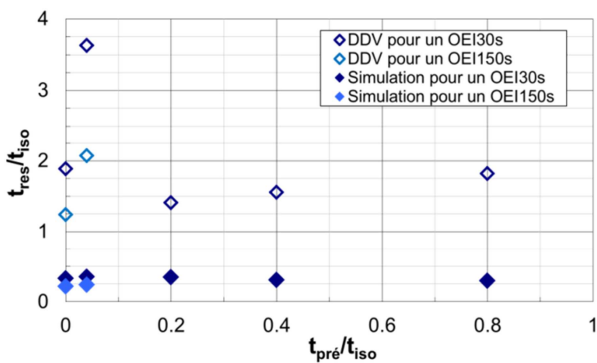


Figure II-55 : Comparaison des cumuls de dommage numériques et expérimentaux avec surchauffe unitaire pour l'orientation cristalline [563]

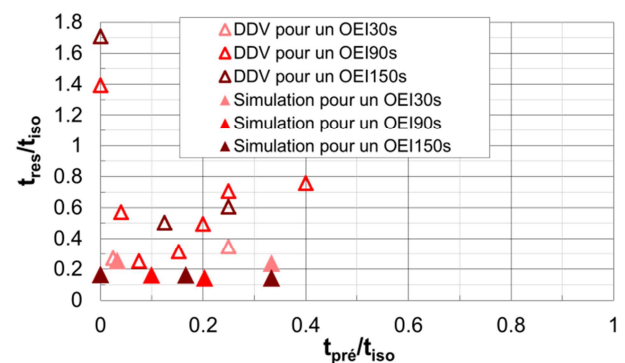


Figure II-56 : Comparaison des cumuls de dommage numériques et expérimentaux avec surchauffe unitaire pour l'orientation cristalline [001]

e) Bilan des simulations avec surchauffe unitaire

Pour les mêmes raisons qu'expliquées dans le paragraphe précédent (§II.3.1.2), seul le facteur de Schmid permet de rendre compte des effets d'anisotropie dans le modèle POLYSTAR. Ceci explique les ruptures numériques rapides post-surchauffe pour l'orientation [102] qui a un facteur de Schmid très élevé sur deux systèmes (0.49) et huit systèmes moyennement chargés (six à 0.25 et 2 à 0.16). De plus, on constate que les niveaux de déformation numériques sont plus faibles que ceux issus des essais pour l'orientation cristalline [563]. Or il a été montré en Partie I (§I.4.1.3) que, pour cette orientation, une rotation du cristal s'opère et induit une augmentation de la vitesse de fluage et en diminuant la DDV. Des pistes d'améliorations sont alors également proposées en §II.4 sur ce point.

Il a également été montré en Partie I (§I.4.4.2) que l'aspect du diagramme de cumul de dommage des orientations [102] et [563] ressemble à celui de l'orientation [001] avec un pic de DDV pour une précipitation γ' dans un état transitoire cubes/radeaux.

Bien que le modèle POLYSTAR prenne en compte un impact de variations de la microstructure de précipitation sur le comportement mécanique, notamment au travers des fractions volumiques de précipités, il ne reproduit pas le pic de DDV observé. En effet, on constate que quelle que soit l'orientation cristalline simulée, aucun pic de DDV n'apparaît lors de simulation avec surchauffe unitaire (Figure II-53 à Figure II-56).

Il conviendrait d'avoir également une prise en compte de la morphologie de la précipitation γ/γ' pour accroître le degré de prédictivité en DDV de POLYSTAR. Cette prise en compte de la morphologie est discutée plus en détail en §II.4. Néanmoins, l'aspect linéaire du cumul de dommage nous permet de rester conservatif vis-à-vis de la DDV.

II.3.2 Essai cyclé BT

Rappelons que l'objectif de cet essai est de quantifier l'impact de surchauffes à haute température dans un domaine où l'on dissout la phase γ' sur les propriétés en fluage à basse température où la microstructure reste cuboïdale. Le résultat de la simulation de l'essai BT est présenté en Figure II-57, sur laquelle la courbe de simulation est représentée en rouge et la courbe expérimentale en noir.

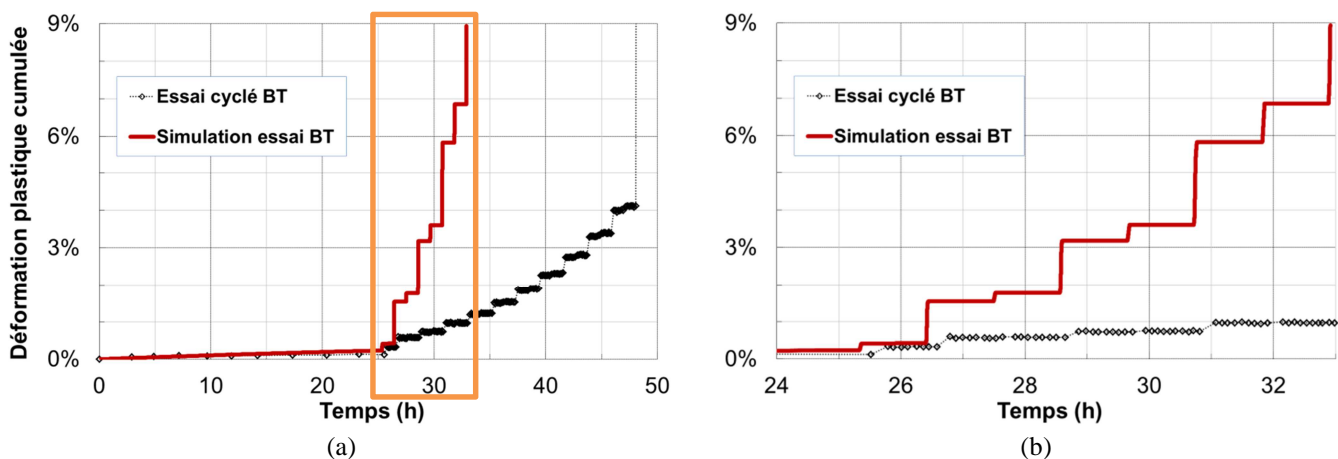


Figure II-57 : Comparaison essai/simulation de la déformation de fluage lors de l'essai anisotherme cyclé BT – (a) essai complet, (b) grossissement sur la partie cyclée

La comparaison entre la courbe expérimentale et la simulation amène aux constats suivants :

- ✓ chaque surchauffe induit une augmentation de la déformation plastique ;
- ✓ comme attendu les sauts de déformation des surchauffes à 1050°C sont plus élevés que ceux issus des surchauffes à 1000°C, la durée de ces surchauffes étant identique ;
- ✓ comme sur la courbe expérimentale, les augmentations de déformation à chaque surchauffe données par la simulation sont plus élevées à chaque cycle.

En revanche, le modèle POLYSTAR surestime très fortement les sauts de déformation (Figure II-57-b) au point de diminuer la DDV de la période de cyclage de moitié. La microstructure étant restée majoritairement cuboïdale à la fin de l'essai (Figure I-104), un impact de la morphologie des précipités est certainement à l'origine de cette différence, morphologie non prise en compte par le modèle POLYSTAR. Ce point est abordé et discuté en §II.4.

De plus, en observant les évolutions du dommage au cours de la simulation Figure II-58-a, on constate que le dommage multiplicatif a un effet prépondérant sur la déformation et la DDV, contrairement au dommage de type Rabotnov-Kachanov (RK) (respectivement 96% et 4% en fin de simulation).

Les contributions des deux dommages au sein du modèle POLYSTAR sont discutées en §II.4. En effet, une diminution de la contribution du dommage multiplicatif au profit du dommage de type RK diminuerait les sauts de déformation induits par les surchauffes et augmenterait très certainement la DDV de l'essai simulé.

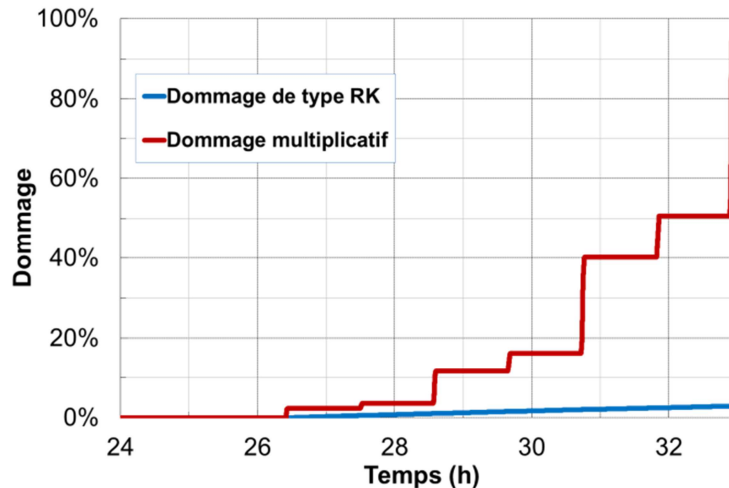


Figure II-58 : Résultats de la simulation de l'essai cyclé BT – évolutions des deux types de dommage

II.3.3 Essais AMT au banc BAFA

Les résultats de la simulation de l'essai AMT1 réalisé sur le banc BAFA à TURBOMECA sont présentés par partie, comme a été présenté l'essai en Partie 1 (§I.2.4.3). Ainsi, les comparaisons entre la simulation et la courbe expérimentale sont effectuées en trois phases :

- i. le préfluage isotherme (HT/ σ_F);
- ii. le cycle AMT (cyclage thermomécanique avec surchauffes);
- iii. le fluage isotherme post-cyclage (HT/ σ_M).

Concernant, les résultats de la simulation de l'essai AMT2, seul le fluage isotherme post-cyclage a été étudié puisque les phases précédentes de l'essai étaient soit similaires (premier cycle AMT), soit non-exploitable pour vérifier la prédictivité du modèle POLYSTAR (deuxième cycle AMT).

Par la suite, les comparaisons entre les fractions volumiques de précipitation secondaire et tertiaire issues des caractérisations microstructurales post-mortem et celles issues de la simulation sont présentées et discutées.

II.3.3.1 Comportement : essai AMT1

a) Préfluage isotherme

Le premier constat qui peut être fait est que les conditions thermomécaniques de l'essai, notamment celle du préfluage isotherme *i.e.* HT/ σ_F , n'engendrent que peu de déformation plastique lors de la simulation. En effet, la courbe de déformation totale issue de la simulation ne présente aucune déformation visible (Figure II-59). Il faut en extraire la déformation plastique cumulée (courbe en pointillés rouges) pour constater que cette dernière est très faible pendant la phase de préfluage isotherme (de l'ordre de 10^{-7} à la fin de l'essai d'après la simulation numérique) et non mesurable expérimentalement.

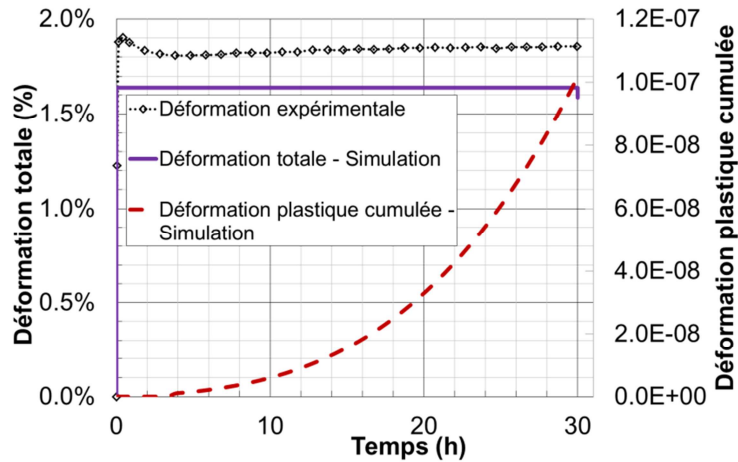


Figure II-59 : Comparaison essai/simulation de la déformation totale du préfluage isotherme de l’essai AMT – Déformation plastique cumulée simulée (courbe en pointillés rouges)

b) Cycle AMT

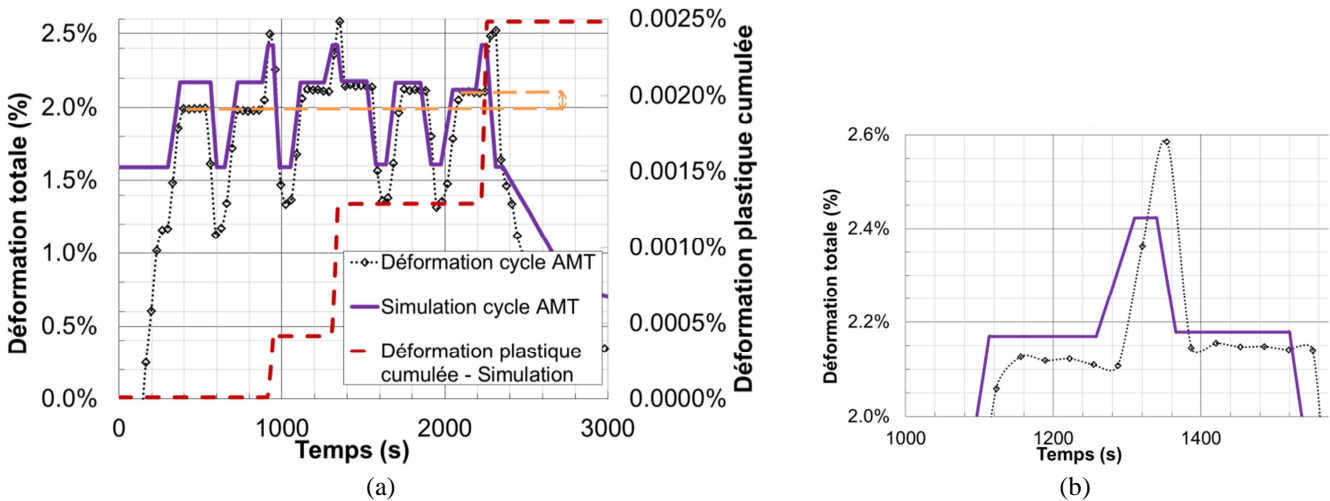


Figure II-60 : Comparaison essai/simulation de la déformation totale lors du cyclage thermique de l’essai AMT – (a) Déformation plastique cumulée simulée (courbe en pointillés rouges) ; (b) zoom sur une surchauffe

Le résultat de la simulation montre, en Figure II-60-a, que la déformation totale est correctement décrite par le modèle POLYSTAR puisque la thermoélasticité est prépondérante lors de ce chargement. Mais, les déformations simulées lors des surchauffes sont sous-estimées (16% d’écart en Figure II-60-b). On observe également des augmentations de la déformation plastique cumulée (courbe en pointillé rouge) lors des surchauffes, conformément à ce qui était attendu. En revanche, on constate que la déformation plastique cumulée issue de la simulation est encore très faible en regard de celle issue de la courbe expérimentale. En effet, on observe entre le premier palier du cycle AMT et le dernier, un cumul de déformation plastique d’environ 0.12% alors que la déformation plastique cumulée lors de la simulation est de 0.0025%.

c) Fluage isotherme post-cyclage

Le résultat de la simulation post-cyclage de l’essai AMT1 montre, en Figure II-61, que la déformation totale surestime la mesure expérimentale (rapport 2 en fin d’essai).

Afin de comprendre cette surestimation, une analyse a été effectuée sur d'autres conditions expérimentales issues de la base de données d'identification ayant des conditions thermomécanique proches. Ainsi la courbe expérimentale du post-fluage de l'essai AMT1 est comparée aux courbes de fluage isotherme ayant servi à l'identification de POLYSTAR sur la Figure II-62.

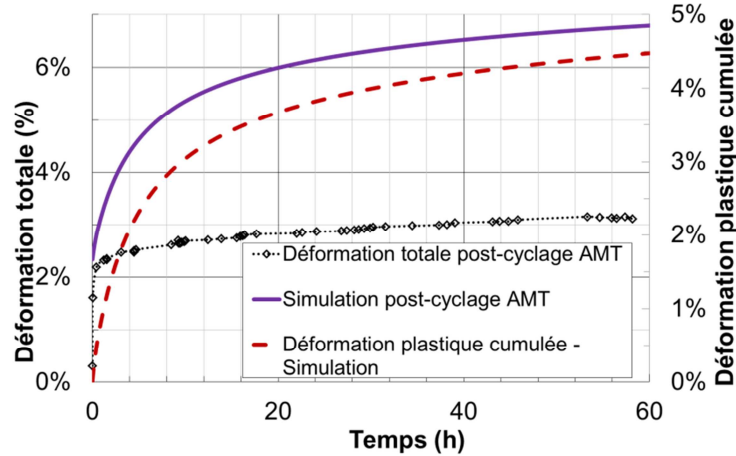


Figure II-61 : Comparaison essai/simulation de la déformation totale lors du fluage résiduel AMT – Déformation plastique cumulée simulée (courbe en pointillés rouges)

Bien que l'éprouvette soit sollicitée sous un même niveau de contrainte de 180 MPa lors du fluage résiduel de l'essai AMT1, elle est soumise d'une part à une température légèrement supérieure (+ 5°C) et d'autre part, elle a subi un cyclage thermomécanique au préalable. Ce cyclage est supposé augmenter le niveau de fluage primaire post-cyclage et la vitesse de fluage du secondaire. Sous ces conditions de chargement, le post-fluage de l'essai AMT1 est dans la limite basse des courbes isothermes (Figure II-62). On observe en effet que le fluage résiduel de l'essai AMT1 est noyé dans la dispersion des essais isothermes à 1050°C et 180 MPa utilisés lors de l'identification du modèle POLYSTAR, identification clairement validée en Figure II-63.

En conséquence, l'écart de déformation plastique cumulée mis en évidence sur la Figure II-61 est attribué, en partie, à une déformation plastique cumulée expérimentale anormalement faible par rapport aux essais utilisés pour l'identification du modèle.

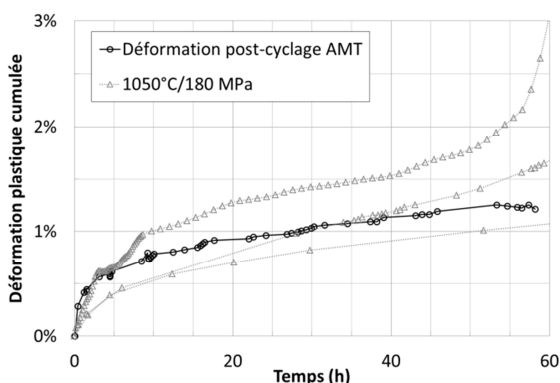


Figure II-62 : Comparaison du post-fluage expérimental de l'essai AMT (1055°C/180 MPa) et des essais isothermes d'identification du modèle (1050°C/180 MPa)

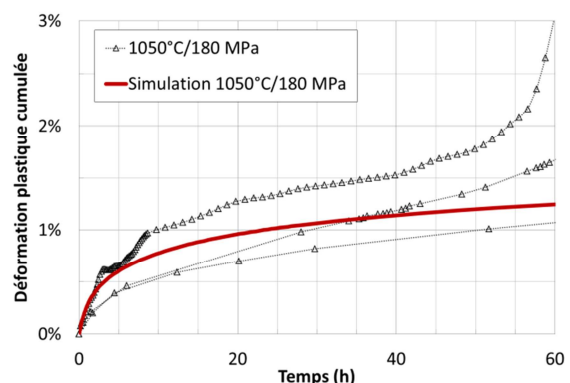


Figure II-63 : Qualité de l'identification pour la condition isotherme 1050°C et 180 MPa

II.3.3.2 Durée de vie résiduelle

Le résultat de la simulation post-cyclage de l'essai AMT2 montre, en Figure II-64, que la DDV résiduelle estimée par la simulation est bien plus élevée que celle relevée pendant l'essai (rapport 7.5). En revanche, la comparaison des DDV résiduelles simulées montre que l'essai AMT2, qui a deux cycles AMT, présente une DDV résiduelle plus courte que l'essai AMT1 (rapport 1.6).

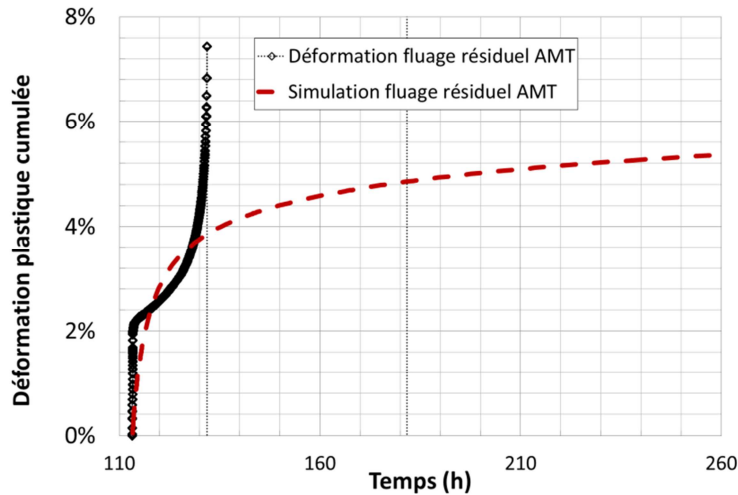


Figure II-64 : Comparaison essai/simulation de la déformation de fluage pendant le fluage résiduel AMT2

Le résultat de la simulation post-cyclage de l'essai AMT1 ne nous permet pas de valider les performances du modèle POLYSTAR en termes de DDV puisque l'essai a été interrompu. En revanche, il est intéressant de comparer la DDV simulée de cet essai qui a des conditions thermomécaniques proches de l'essai AMT2 à celle de l'essai AMT2. Le DDV résiduelle de l'essai AMT1 est de 240 heures pour un seul cycle AMT.

Cette diminution de DDV entre les deux essais montre bien la sensibilité du modèle POLYSTAR aux effets d'histoire. De plus, le fait que le modèle POLYSTAR ne prédise pas correctement les sauts de déformation du cycle AMT en sous-estimant leur valeur peut expliquer la DDV plus longue de la simulation.

Enfin, la prise en compte des temps de maintien sans charge à haute température effectués lors des fluages résiduels des essais AMT (temps de maintien d'environ trois heures) ne permet pas d'améliorer la simulation.

II.3.3.3 Observations microstructurales

Nous voyons que l'exploitation des essais de type AMT est rendue difficile de par les faibles niveaux de déformation plastique, et du fait qu'un seul essai a été mené à rupture. Ces essais complexes permettent aussi de vérifier les prédictions du modèle POLYSTAR en termes de taux de γ' .

Rappelons que la détermination des fractions volumiques de précipités a été effectuée en fin de cycle AMT, à cœur des éprouvettes (*i.e.* sur des plages d'observations éloignées de la surface pour s'affranchir des variations de taux de γ' induit par l'oxydation dans et au voisinage de la couche de déplétion en γ').

Les résultats des fractions volumiques de précipités des essais analysés sont alors présentés en Figure II-62. Bien que les résultats soient très sensibles à l'historique thermomécanique, les corrélations essais/calculs montrent une prédictivité satisfaisante du modèle POLYSTAR pour les précipités secondaires (Figure II-62-a). Celle-ci est moins bonne pour les précipités tertiaires (Figure II-62-b), en particulier pour l'essai AMT2. Un facteur 4 est en effet noté entre les taux mesurés et simulés.

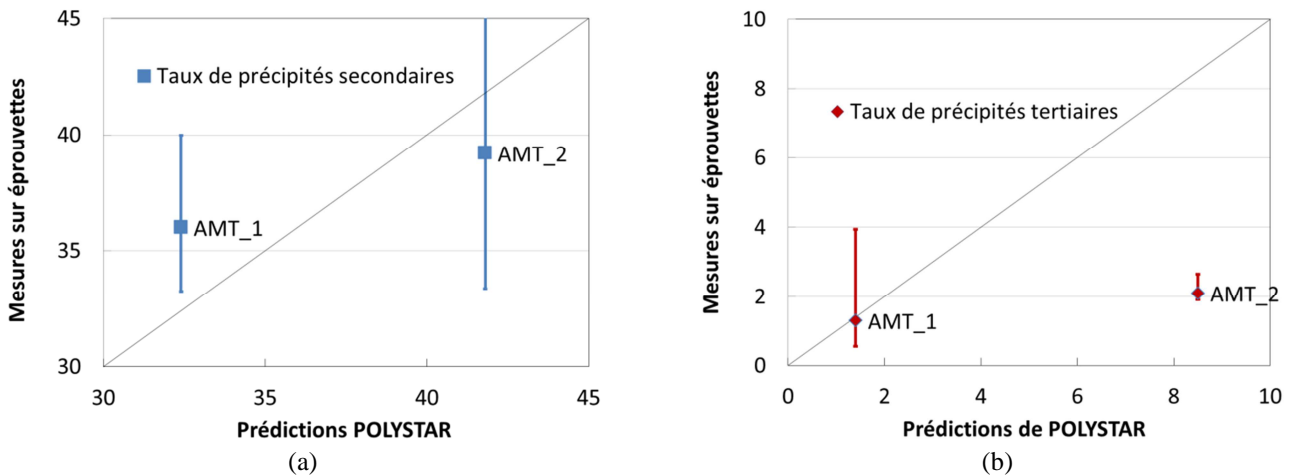


Figure II-65 : Résultats des prédictions du modèle POLYSTAR en microstructure – (a) fraction volumique de précipités secondaires, (b) fraction volumique de précipités tertiaires

Il convient de rappeler que la détermination expérimentale du taux de γ' tertiaire est très sensible à la préparation de l'échantillon, ainsi qu'à la taille des précipités tertiaires (*i.e.* à la vitesse de refroidissement). Ainsi, il n'est pas surprenant que les mesures de taux de précipités tertiaires soient plus dispersées et donc, que le calage des lois d'évolutions soit plus complexe

II.3.4 Essai 150H au banc MAATRE

Rappelons que l'objectif d'un essai sur le banc MAATRE est de reproduire les conditions thermomécaniques d'un essai de dimensionnement et de certification de turbomoteurs d'hélicoptères. Le résultat de la simulation de l'essai 150H est présenté en Figure II-66, sur laquelle la courbe de simulation est représentée en rouge et la courbe expérimentale en noir.

La courbe de déformation plastique cumulée issue de la simulation en Figure II-66-a montre une déformation simulée très proche de celle mesurée lors des stades 1 et 2. En effet, on observe une différence maximale en fin de Stade 2 de 0.3%. Par contre, lors du Stade 3, cette différence de déformation entre la courbe expérimentale et la courbe de simulation est un peu plus marquée (> 0.8%) comme le montre la Figure II-66-b.

La simulation montre que le dommage, présenté en Figure II-67, s'active pendant la quatrième répétition du Stade 1, à savoir peu avant dix heures d'essai. De plus, une forte augmentation du dommage est prédite par la simulation pendant le Stade 3 contenant des OEI. On constate également, une fois encore, que le dommage multiplicatif est prépondérant par rapport au dommage de type RK. Enfin, le dommage total simulé atteint une valeur de 8.5% en fin d'essai 150H. Cette valeur semble cohérente compte tenu des observations microstructurales post-essai de l'éprouvette utilisée et qui ont permis de mettre en évidence les tous premiers stades d'amorçage de fissures au voisinage de pores localisés proches de la couche de déplétion en phase γ' sous la surface (Figure II-68).

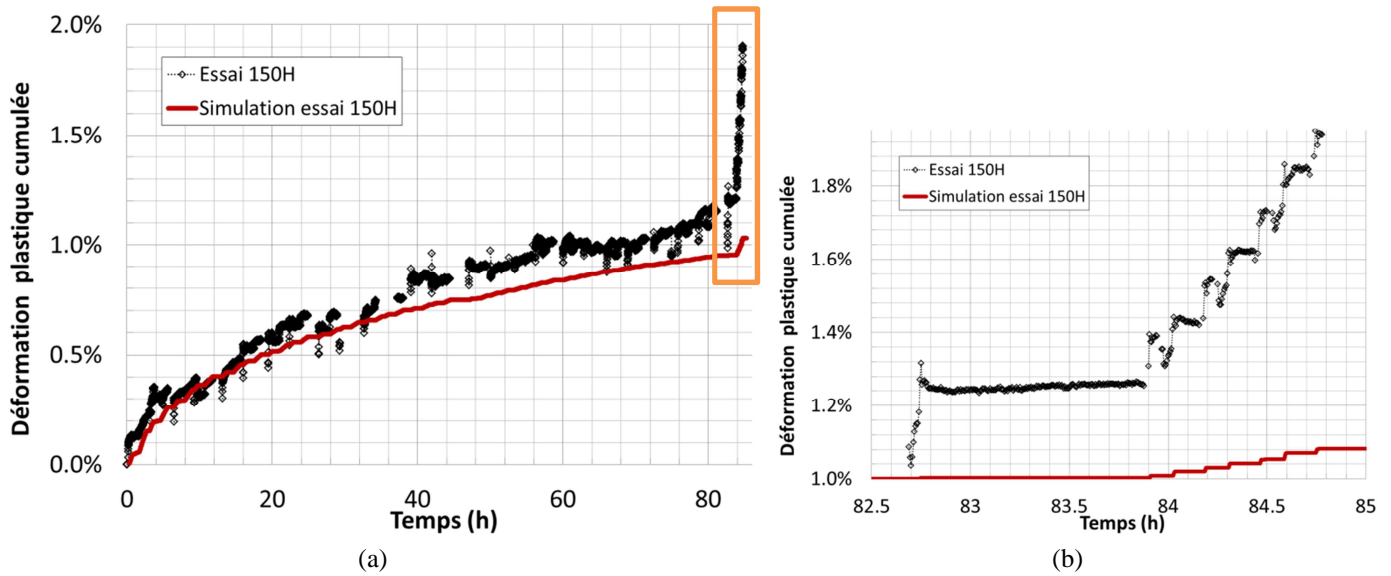


Figure II-66 : Déformation plastique cumulée au cours de l'essai 150H – (a) courbe sur tout l'essai, (b) zoom sur le Stade 3

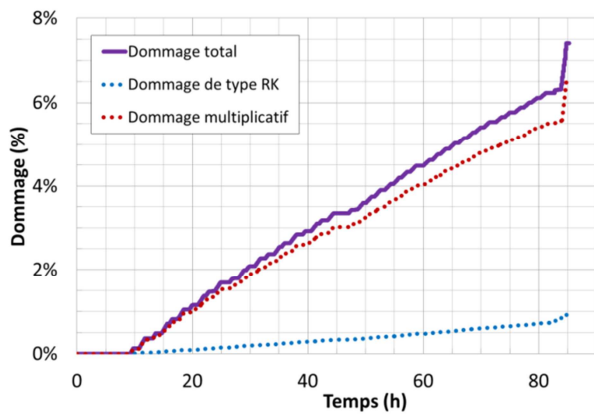


Figure II-67 : Simulation du domage total et des deux types de dommages pendant l'essai 150H

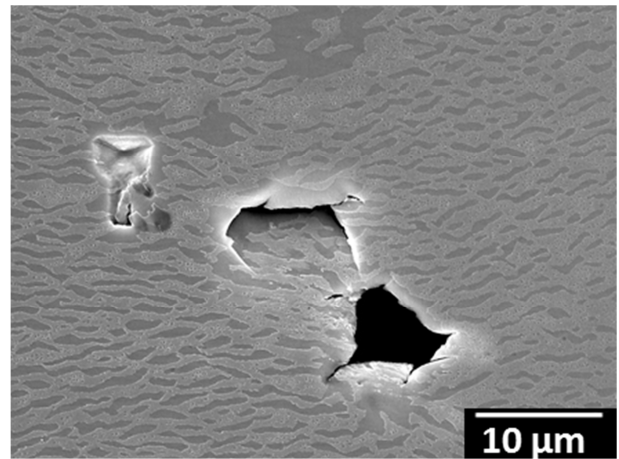


Figure II-68 : Amorçage de microfissures à partir de pores en fin d'essai 150H

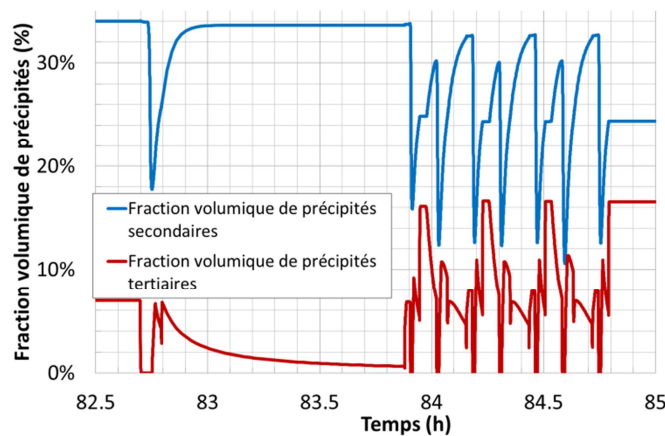


Figure II-69 : Simulations des fractions volumiques de précipités pendant le Stade 3 de l'essai 150H

La Figure II-69 présente les évolutions des fractions volumiques de précipités simulées pendant le Stade 3 de l'essai 150H. On constate des évolutions rapides des fractions volumiques de précipités secondaires et tertiaires à chaque surchauffe et refroidissement. On peut également noter que les surchauffes sont trop courtes pour pouvoir atteindre l'équilibre thermodynamique du matériau.

La prédiction des fractions volumiques de précipités en fin d'essai n'est pas très satisfaisante. En effet, la valeur de la fraction volumique de précipités secondaires estimée par le modèle est plus faible que la valeur obtenue par analyse d'images alors que, et de manière somme toute logique, celle des précipités tertiaires est plus forte. Comparativement aux autres essais complexes, la prédiction par le modèle POLYSTAR de la microstructure de précipitation est ici moins bonne. Ces écarts peuvent partiellement être expliqués par une cinétique de dissolution trop rapide lors des surchauffes réalisées à plus de 1200°C en raison du trop faible nombre d'essais employés pour caler les cinétiques. Notons néanmoins que bien que le taux de γ' secondaire prédit soit trop faible, cela ne conduit pas à une surestimation de la déformation expérimentale comme on aurait pu s'y attendre (au travers de l'évolution de la contrainte d'Orowan). L'origine de la sous-estimation est donc à mettre sur le compte d'une mauvaise évolution d'une variable interne dans ces très hautes températures, tel que la loi d'endommagement par exemple.

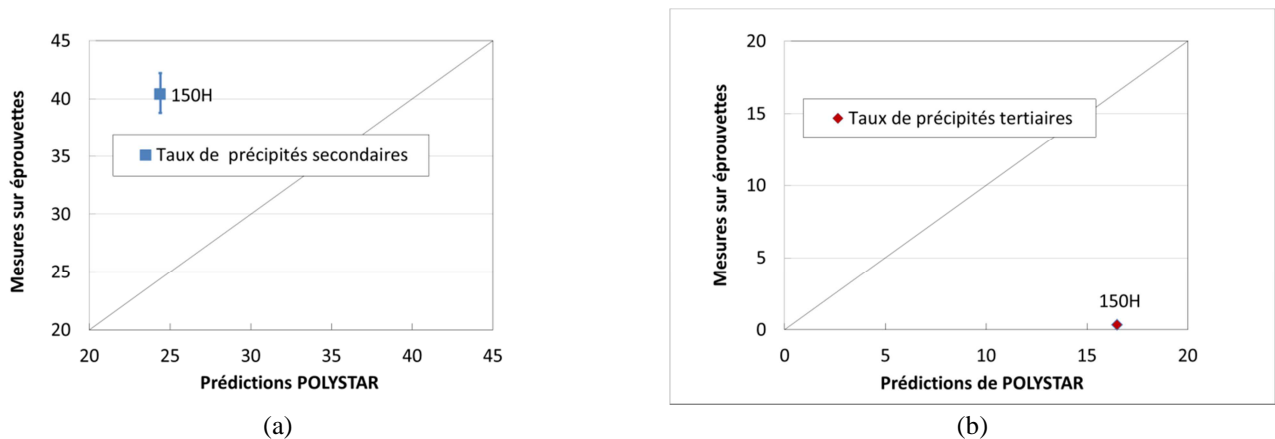


Figure II-70 : Résultats des prédictions du modèle POLYSTAR en microstructure – (a) fraction volumique de précipités secondaires, (b) fraction volumique de précipités tertiaires

Synthèse II.3 :

L'objectif principal de la simulation des essais complexes était de valider les capacités prédictives du modèle POLYSTAR suite aux identifications isothermes et sur essais simplifiés anisothermes. Ces simulations complexes permettent d'une part de mieux cerner les points forts du modèle, d'autre part de mieux déterminer ses limites. Les simulations complexes ont montré que :

- ✓ les simulations des essais avec orientation cristalline différente de [001] sont perfectibles. En effet, seul le facteur de Schmid et le nombre de systèmes activés permettent de rendre compte de l'anisotropie dans le modèle. Le comportement s'en retrouve modélisé de manière correcte. Quant aux DDV et aux cumuls de dommage, les résultats sont plus mitigés ;
- ✓ les simulations de l'essai cyclé BT sont encourageantes. En effet, chaque type de surchauffe selon la température est bien modélisé par POLYSTAR. En revanche, les sauts de déformation induits par la température sont bien trop élevés et les effets de morphologie sur le comportement ne sont pas pris en compte ;
- ✓ les simulations de l'essai AMT sont cohérentes en termes de comportement et microstructure. En effet, la cinétique de déformation totale est correctement décrite par le modèle POLYSTAR bien que les déformations plastiques liées aux surchauffes soient sous-estimées ;

✓ *la simulation de l'essai 150H est prometteuse. En effet, bien que la déformation simulée soit globalement inférieure à celle issue de l'essai, en particulier en raison d'un cumul de déformation trop faible lors des surchauffes à plus de 1200°C, la courbure générale de la simulation est cohérente avec l'essai sur toute sa longueur.*

II.4 DISCUSSION ET LIMITES DU MODELE

Ce chapitre vise à analyser et à discuter les résultats de simulations isothermes et anisothermes obtenus pour les divers essais à disposition, qu'ils aient servis à l'identification ou à la validation du modèle.

Les résultats obtenus lors de cette étude ont révélé des limites au modèle POLYSTAR que l'on cherche à lever dans ce chapitre par des éléments de réponses ou des propositions. Ces questions sont les suivantes:

- ✓ Quel sont les mécanismes physiques qu'il faudrait prendre en compte et qui permettraient d'améliorer les effets d'anisotropie ?
- ✓ Le modèle POLYSTAR prend en compte explicitement la microstructure, mais à quel point le modèle est-il sensible à celle-ci ?
- ✓ L'amélioration apportée au dommage en y ajoutant un dommage multiplicatif montre des limites. Comment rendre la description du dommage plus performante ?

II.4.1 Prise en compte de la mise en radeaux

La Figure II-71 présente un essai cyclé du même type que l'essai BT mais avec des températures supérieures et une contrainte inférieure (σ_F). Cet essai est appelé essai HT. Il a été réalisé sur deux morphologies de microstructures différentes ; à savoir sur morphologie cubique (*i.e.* microstructure vierge) et sur morphologie coalescée (*i.e.* microstructure déformée) pour l'orientation [001]. L'analyse de ces essais est disponible en [79].

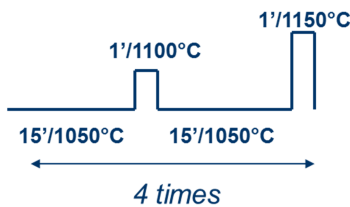


Figure II-71 : Conditions de l'essai cyclé à haute température à basse contrainte

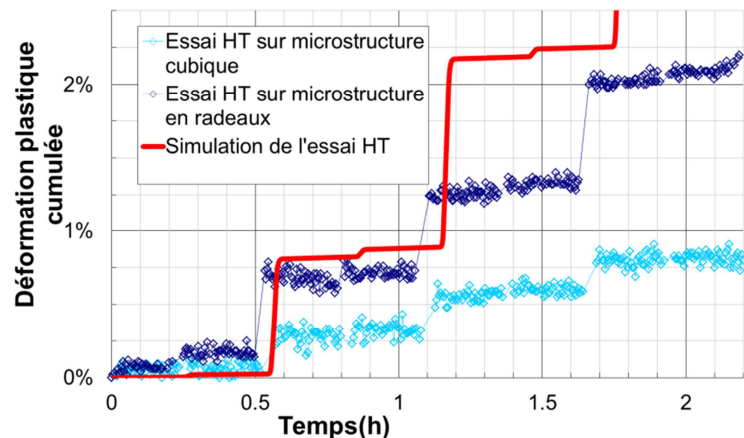


Figure II-72 : Déformation en fluage de la partie cyclée de l'essai HT sur les deux types de microstructures (cubique et coalescée) – Simulation associée

Bien que les courbes de déformation plastique soient différentes et que l'essai HT avec pré-déformation présente une déformation plus élevée, le modèle POLYSTAR donne la même courbe de simulation pour les deux essais. La comparaison de ces deux essais nous montre l'importance qu'à la mise en radeaux sur la réponse mécanique du matériau pour l'orientation [001]. De plus, pour les orientations éloignées de l'orientation [001], la forme de la courbe de déformation en fluage est différente de la courbe de déformation classique (Figure I-8 en §I.1.1.2). Ceci implique que le facteur de Schmid seul ne peut servir à décrire les effets d'anisotropie. Ces constats permettent de faire apparaître une première limite au modèle POLYSTAR.

La courbe expérimentale issue de l'essai isotherme à 1050°C et 140 MPa sur l'orientation [101] et la simulation correspondante (en traits pleins) sont représentées sur la Figure II-73 à titre d'exemple. La courbe expérimentale présente trois périodes telles que décrites en Partie I (§I.3.1.4) : période d'incubation, phase de fluage primaire/secondaire et phase de fluage tertiaire. En observant ces deux courbes, il est clair que le modèle ne prend pas en considération la période d'incubation. En effet, alors que la courbe expérimentale ne présente aucune déformation lors des douze premières heures, la simulation prédit une déformation dès le début du fluage, même si moitié moins de systèmes de glissement sont activés sur cette orientation comparativement à l'orientation [001] (quatre contre huit avec le même facteur de Schmid).

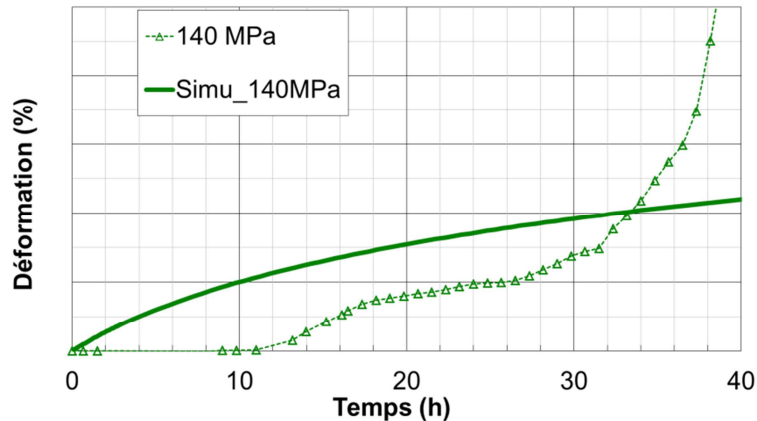


Figure II-73 : Comparaison entre simulation et courbe expérimentale à 1050°C et 140 MPa pour l'orientation cristalline [101]

En revanche, si la courbe de simulation est décalée de ces douze heures d'incubation, comme le montre la Figure II-74, on constate que la simulation et la courbe expérimentale se superposent sur les vingt heures suivants, *i.e.* jusqu'à ce que le tertiaire ne s'amorce.

Il a été montré en Partie I (§I.4.3) que l'incubation, qui est plus particulièrement observée pour l'orientation cristalline [101], est induite par les contraintes de cohérence qui annihilent la plasticité et que, dès que ces contraintes sont relaxées par la dégradation de la microstructure (élargissement des couloirs, coalescence) la déformation plastique débute. L'identification effectuée sur l'orientation [001], où les contraintes de cohérence ont un rôle moins prononcé compte tenu du nombre de systèmes activés, ne permet donc pas de rendre compte de cette incubation sur l'orientation [011]. En revanche, au-delà de cette incubation, on voit clairement que le seul changement de nombre de systèmes de glissements actifs est suffisant à reproduire correctement le comportement.

D'autre part, on observe que le stade de fluage tertiaire ne s'active que bien plus tard pour la simulation, à savoir aux alentours de 400 heures de fluage. En effet, le modèle considère le dommage de type Rabotnov-Kachanov et un dommage multiplicatif, mais ne tient pas compte du dommage macroscopique issu de la fissuration du matériau suivant les alignements de pores, processus facilité par la mise en radeaux.

Il a été montré dans la Partie I (§I.4.1.2) que pour une orientation éloignée de [001], la mise en radeaux suivant des plans de type {001} facilitait l'amorçage des microfissures le long des interfaces γ/γ' et activait prématurément le fluage tertiaire. Or, le modèle POLYSTAR, sous sa forme actuelle, ne tient pas compte de la mise en radeaux. Il conviendrait donc, dans une version améliorée du modèle, d'avoir une prise en compte de la mise en radeaux au travers de variables internes (comme l'a proposé récemment Le Graverend [100]) ainsi qu'un couplage entre l'activation du dommage et la cinétique de mise en radeaux pour être en mesure de reproduire les observations que nous avons effectuées en Partie I (§I.4.1.2).

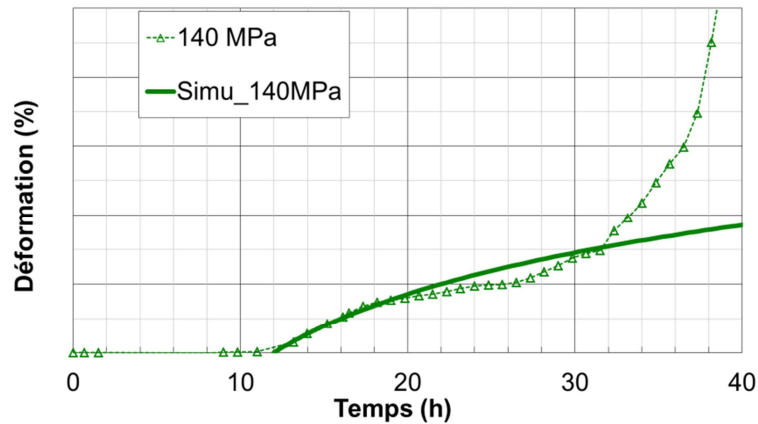


Figure II-74 : Comparaison entre simulation et courbe expérimentale à 1050°C et 140 MPa pour l'orientation cristalline [101] – la courbe de simulation est décalée de 12h

Le fort facteur de Schmid de l'orientation [102] rend cette orientation un peu moins sensible à l'impact de la mise en radeaux sur le comportement en fluage. En effet, le comportement de l'orientation [102] est intermédiaire entre celui de l'orientation [001] et celui de l'orientation [101] (Figure I-69). Les simulations s'en trouvent donc améliorées, aussi bien pour le comportement que pour la DDV.

Dans une autre mesure, l'orientation [563], de par sa géométrie plus isotrope est également un peu moins sensible à la mise en radeaux. En revanche, une autre limite a été soulevée par l'étude de cette orientation : la non prise en compte de la rotation cristalline.

II.4.2 Prise en compte de la rotation cristalline

Le phénomène de rotation cristalline présenté en Partie I (§I.4.1.3) est observé de manière macroscopique sur les éprouvettes mais a des conséquences dès les premiers stades de la déformation plastique. Le fait que le modèle POLYSTAR soit actuellement formulé en petites déformations et que le tenseur d'orientation soit constant, *i.e.* qu'il n'évolue pas avec le tenseur de vitesse de déformation plastique tel que le proposent Asaro [34], Shenoy [101] ou bien encore Staroselsky et Cassenti [68], est une limitation forte du modèle. La conséquence majeure est que l'évolution du module d'Young, fonction de l'orientation cristalline locale et donc de la déformation plastique, n'est pas prise en compte par le modèle. Cette limite engendre une sérieuse sous-estimation de la vitesse de déformation plastique pendant le fluage tertiaire pour les orientations cristallines instables (*i.e.* éloignées de [001] et de [111]), tel que cela est illustré la Figure II-75 à partir de la neuvième heure de fluage lors d'un essai isotherme à 1050°C et 160 MPa.

Avoir un tenseur d'orientation évolutif permettrait au modèle POLYSTAR de faire évoluer l'orientation cristalline à chaque instant de l'essai de fluage. Ainsi le comportement associé à l'orientation exacte serait appliqué lors de la simulation.

D'autre part, en formulant le modèle en grandes déformations, il serait capable de reproduire l'augmentation de la vitesse de fluage pendant la rotation du cristal. De plus, lors d'un calcul de structure, le modèle serait alors capable de simuler la rotation du cristal à l'échelle macroscopique ainsi que la redistribution des états de contraintes au voisinage de concentrateurs. L'intérêt d'une telle modélisation se trouve bien évidemment dans le calcul 3D d'une pale de turbine HP.

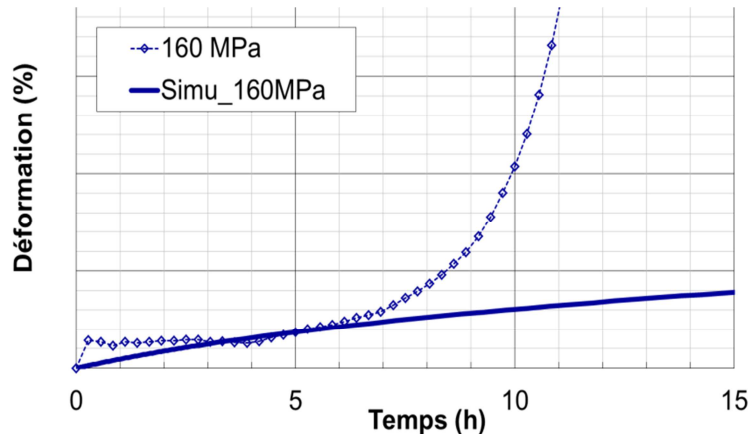


Figure II-75 : Comparaison entre simulation et courbe expérimentale à 1050°C et 160 MPa pour l'orientation cristalline [563]

II.4.3 Cinétiques d'évolution et sensibilité à la microstructure

II.4.3.1 Cinétiques d'évolution

La variable Q^* a initialement été ajoutée dans les équations du modèles POLYSTAR afin de rendre compte des effets d'histoire, en particulier des mécanismes de restauration des structures de déformation lors de surchauffes à THT [6]. Cette variable permet d'ajuster la cinétique d'évolution de l'érouissage pendant la modification de la microstructure et plus précisément de la fraction volumique de précipités au cours de transitoires thermiques [63].

Pendant une surchauffe unitaire, il a été montré en Partie I (§I.1.3) que la microstructure évolue de manière progressive. Cette évolution progressive est correctement modélisée par POLYSTAR (sauf éventuellement à plus de 1220°C, §II.3.4). Or, le comportement du matériau ne subit pas un changement brutal lors d'une surchauffe.

Tel qu'il est formulé aujourd'hui, le modèle POLYSTAR ne prévoit pas d'ajuster progressivement la contrainte visqueuse lors d'un changement brutal de température. En effet, les coefficients n et K passent de 1050°C à 1200°C en suivant la même cinétique que celle de la température appliquée.

Du point de vue de la physique de la plasticité, les évolutions de microstructure (en termes de précipitation) qui sont prises en compte dans le modèle, ont une certaine cinétique lors de la surchauffe. Il en est probablement de même pour les vitesses de glissement des dislocations dans la matrice. En effet, lors de surchauffes dans ces conditions où les modes de déformation sont essentiellement des glissements de matrice, montées de dislocations aux interfaces, mécanismes de contournements, la chimie de la matrice γ ne passe pas instantanément de celle de 1050°C à celle de 1200°C. Il est donc illusoire de penser qu'après un long maintien à 1050°C, les dislocations adoptent instantanément lors des surchauffes un comportement qu'elles auraient à 1200°C au bout d'un long temps de maintien..

En d'autres termes nous émettons l'hypothèse que la contrainte visqueuse, lors de surchauffes, ne passe pas instantanément à la valeur de l'équilibre de 1200°C. Elle a aussi une certaine cinétique d'évolution que l'on pourrait reproduire au travers des coefficients n et K non plus constants par température, mais dépendants de l'historique de chargement. Nous allons dès lors analyser des simulations où n et K sont fixés à leurs valeurs d'essais lors de surchauffes.

La courbe de simulation (en bleu) présentée en Figure II-76 montre des sauts de déformation trop élevés induits par le saut numérique brutal des paramètres de comportement qui régissent la viscoplasticité dans la loi d'écoulement de type Norton. On peut observer le même phénomène sur l'essai BT en Figure II-76-b. En revanche, en conservant des paramètres n et K fixés à leur valeurs à la température de référence (i.e. 1050°C en Figure II-76-a et 850°C en Figure II-76-b), le comportement est bien décrit dans son intégralité.

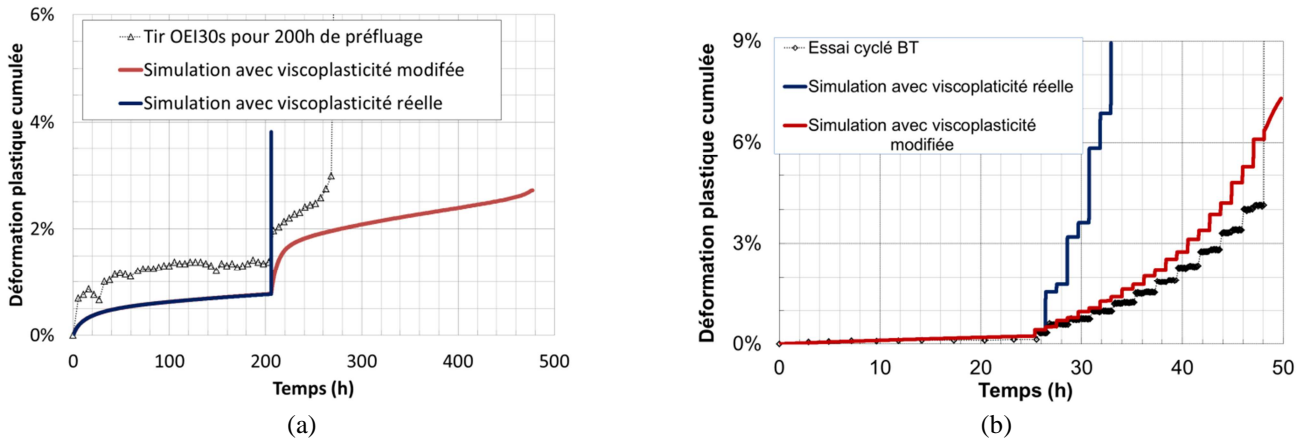


Figure II-76 : Comparaison de simulations effectuées avec une viscoplasticité modifiée (rouge) et identifiée précédemment (bleue)

Pour pallier cette limite, il faudrait imposer aux coefficients n et K une évolution du même type que celle qui a été instaurée pour la microstructure et sa fraction volumique de précipités lors d'un chargement anisotherme. En faisant ce choix, les paramètres de comportement de la loi de type Norton adoptent une évolution en conditions anisothermes plus représentatives de l'état de la microstructure qui est à l'origine du comportement du matériau.

Une représentation schématique de l'évolution du coefficient K lors d'une surchauffe pourrait être sur la Figure II-77 en fonction du temps. On constate que la courbe K_{eq} (en bleu) représente le coefficient n à l'équilibre qui varie avec la température (en rouge) de manière linéaire tel qu'il est mis en équation dans le modèle POLYSTAR actuellement. La courbe schématique de la variation idéale de K (en vert) est représentée sur la Figure II-77 en fonction du temps. La courbe en pointillé représente l'évolution de K pour atteindre l'équilibre.

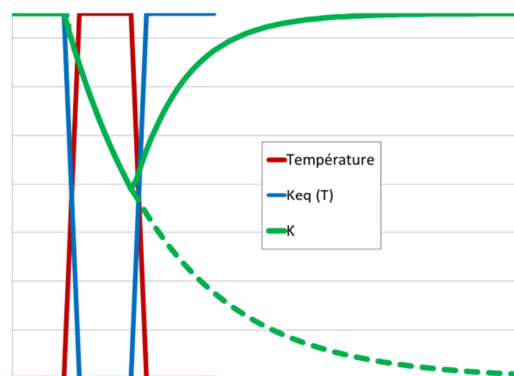


Figure II-77 : Représentation schématique de l'évolution du coefficient K en fonction de la fraction volumique de précipité (vert) – en pointillé si la microstructure atteint l'équilibre

Nous suggérons donc, à l'issue de ce travail de thèse, une nouvelle formulation du coefficient K . Celle-ci présentée en Equation (84), serait une fonction dont l'évolution est semblable à celle de la fraction volumique de précipités secondaires, variable interne elle-même déjà sensible aux historiques de chargement. Ainsi, la cinétique d'évolution du coefficient K reprendra celle de la microstructure et permettra de reproduire les transitoires de viscosité.

$$\dot{K} = \frac{K_{eq} - K}{\alpha_K} \quad (84)$$

K_{eq} représente la valeur de K en condition isotherme et à l'équilibre, et α_K est une constante de temps dépendante de la température.

Ce type d'approche est aussi applicable au coefficient n de la loi d'écoulement de type Norton afin d'avoir plus de degrés de liberté dans la description de l'évolution de la contrainte visqueuse.

II.4.3.2 Sensibilité à la microstructure

Rappelons que le modèle POLYSTAR est un modèle enrichi de variables internes qui prennent en compte les évolutions de microstructures de manière explicite. La fraction volumique de γ' à l'équilibre est une de ces variables qui permettent de prendre en compte ces évolutions. Or il s'est avéré que la sensibilité à la fraction à l'équilibre était forte. En effet, la totalité de l'identification des paramètres du modèle a été effectuée avec une fraction volumique à l'équilibre élevée (60% à 1050°C), or des essais complexes ont été effectués sur des éprouvettes à fraction volumique inférieure (45% à 1050°C).

Les simulations de ces essais montrent que seule la modification des paramètres de microstructures ne suffit pas à modéliser correctement le comportement en fluage. Des paramètres de comportement doivent être aussi modifiés afin d'obtenir une modélisation cohérente avec les courbes expérimentales.

La simulation de l'essai cyclé HT (Figure II-71) avec pré-déformation de vingt-quatre heures est effectuée avec une fraction volumique à l'équilibre élevée (à savoir celle de l'identification) en Figure II-78 (en rouge). On observe que la déformation plastique cumulée est globalement plus faible que l'expérience. La simulation effectuée avec la fraction réelle de précipité à l'équilibre, à savoir un matériau à plus faible taux de γ' , mais avec la même identification (courbe en bleu) montre que la déformation plastique cumulée est globalement plus élevée que la simulation avec une fraction volumique plus élevée mais les sauts de déformation induits par les surchauffes sont bien trop faibles.

Enfin, la simulation effectuée avec la fraction volumique réelle de précipités et une modification des paramètres de comportement n et K (courbe en vert) montre que la déformation plastique cumulée est bien mieux modélisée par POLYSTAR et notamment les sauts de déformation induits par les surchauffes.

Les valeurs des paramètres n et K ont ainsi été abaissées de 10% à 1050°C et de 20% à 1150°C pour obtenir le résultat de la simulation en Figure II-78 représentée par la courbe verte.

Toutes les simulations de ces travaux de thèse ont été effectuées sur la base d'identification d'un matériau à fort taux de γ' avec uniquement une modification de la fraction volumique de précipités à l'équilibre si nécessaire. Ceci explique les faibles déformations obtenues lors de surchauffe sur les essais 150H et AMT effectués avec des matériaux avec un plus faible taux de γ' .

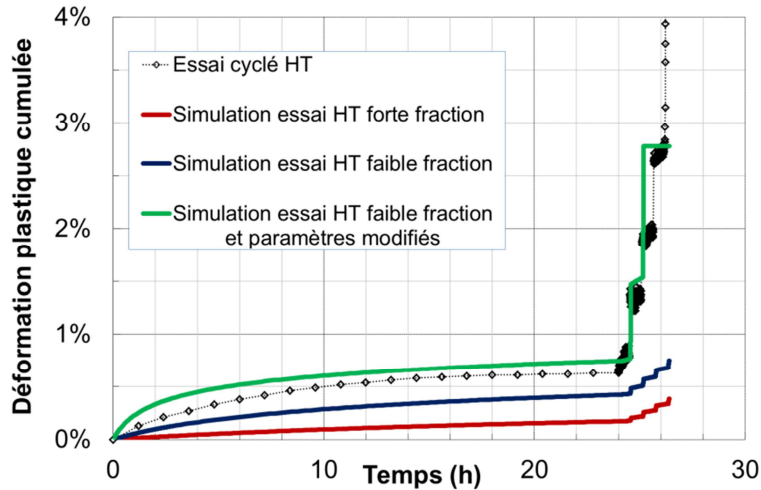


Figure II-78 : Comparaison de simulations effectuées avec des fractions volumiques différentes (rouge pour une forte fraction et bleue pour une faible fraction) et des paramètres de viscoplasticités modifiés (vert)

Pour avoir une calibration optimale, il faudrait procéder à une identification sur toute la plage de température pour chaque courbe de taux de $\dot{\gamma}$ à l'équilibre thermodynamique du matériau, ou autrement dit travailler sur un même lot matière.

Une amélioration de la formulation de l'évolution de K proposée en Equation (84) permettrait de prendre en compte cette sensibilité à la microstructure sans avoir besoin d'identifier le modèle pour chaque fraction volumique de précipités. En effet, avec une formulation telle que celle présentée en Equation (85), l'évolution de K est toujours semblable à celle de la microstructure (et donc celle proposée en Equation (84)) mais elle tient compte également de la fraction volumique de précipités. Ainsi, les évolutions de microstructure du modèle et les prédictions du comportement seraient moins sensibles à la fraction volumique de γ' à l'équilibre.

$$K(f_l) = K_{eq} \cdot [1 + \alpha_K (f_{eq} - f_l)] \quad (85)$$

Cette nouvelle formulation permettrait alors de palier les deux limites énoncées, à savoir la cinétique d'évolution de la contrainte visqueuse et la sensibilité la microstructure initiale en termes de taux de $\dot{\gamma}$ à l'équilibre thermodynamique.

II.4.4 Remise en cause du dommage multiplicatif sous la forme proposée

Les différentes simulations effectuées, qu'elles soient isothermes ou complexes, ont révélé une lacune au niveau de la prédiction des DDV. En effet, la formulation du dommage multiplicatif, telle que présentée dans les améliorations du modèle en §II.2.2.2 est de type exponentielle. Cette formulation permet d'obtenir une courbure représentative du fluage tertiaire à BT mais accélère grandement son activité pour amener trop rapidement à saturation le dommage (Figure II-67).

Il a pu être constaté une saturation du dommage total prématurée au regard de l'aspect de la courbe de fluage. En effet, en observant les deux types de dommages mis en œuvre dans le modèle POLYSTAR, il est apparu que cette saturation prématurée était la conséquence d'une évolution trop forte du dommage multiplicatif.

Une formulation de type linéaire telle que le propose McLean [3], ou telle qu'elle est observée expérimentalement dans le domaine des températures basses et intermédiaires [1] dégraderait sûrement la courbure recherchée pour les longs fluages tertiaires à BT mais améliorerait sûrement les DDV recherchées pour les essais complexes. Ainsi la part du dommage multiplicatif serait moins importante qu'elle ne l'est avec cette formulation au profit du dommage de type RK et la prédiction des DDV s'en retrouverait améliorée.

Synthèse II.4 :

Des interrogations et des limites au modèle POLYSTAR se sont posées lors de cette étude. Cependant des éléments de réponses et des propositions d'amélioration ont été effectués :

- ✓ *la prise en compte de la mise en radeaux permettrait au modèle POLYSTAR de simuler la période d'incubation, marquée notamment sur l'orientation [101]. D'autre part, elle permettrait d'être plus prédictif en DDV, notamment pour les essais désorientés, via un couplage avec les lois d'endommagement puisque l'endommagement est activé par la fissuration interfaciale de la microstructure en radeaux.*
- ✓ *la prise en compte de la rotation cristalline permettrait au modèle POLYSTAR de simuler les longs fluages tertiaires obtenus notamment pour l'orientation cristalline [563] d'une part et d'autre part, de simuler les DDV réduites induites par ces rotations. De plus, à l'échelle macroscopique, cela permettrait au modèle de faire apparaître la rotation du cristal lors de calculs 3D pour lesquels les vraies orientations cristallines seraient utilisées.*
- ✓ *la mauvaise description de la contrainte visqueuse du matériau lors de chargements anisothermes engendre des sauts de déformation élevés lors de surchauffes. L'indexation des paramètres de la loi d'écoulement de type Norton aux évolutions de taux de $\dot{\gamma}$ permettrait au modèle POLYSTAR de diminuer ces sauts de déformation et de considérer le comportement de la microstructure réelle à l'instant donné.*
- ✓ *l'utilisation de deux matériaux MC2 à fractions volumiques à l'équilibre différentes a révélé une sensibilité à la microstructure forte du modèle POLYSTAR. Cet effort est certes recherché pour reproduire les transitoires de comportement, mais il faudrait pour cela établir une identification complète pour chaque chimie de matériau afin d'obtenir de meilleurs résultats de simulation.*
- ✓ *la saturation prématurée du dommage multiplicatif, ajoutée pour améliorer le modèle POLYSTAR, est la conséquence de sa formulation de type exponentielle. Une formulation de type linéaire ajusterait la contribution de chacun des types de dommage et limiterait la saturation en fin de simulation.*

II.5 CONCLUSIONS

Le travail bibliographique établi dans cette Partie II du manuscrit de thèse a permis d'identifier les modèles les plus adaptés à la description du comportement en fluage HT ($T > 1050^{\circ}\text{C}$) lorsque des surchauffes THT ($T > 1150^{\circ}\text{C}$) surviennent dans l'histoire du matériau.

De toutes les approches détaillées dans cette revue, aucune ne s'avère idéale en termes de capacités prédictives du comportement et de l'endommagement en fluage. Les principales limites des modèles présentés sont l'absence de prise en compte des évolutions microstructurales (en termes de dissolution et de précipitation) lors de transitoires thermiques rapides, ou encore des processus de restauration statique rapides. En effet :

- ✓ tous les modèles considèrent que pour un trajet de chargement thermomécanique donné, le matériau est instantanément dans son état d'équilibre (en termes de microstructure), ce qui n'est pas le cas lors des régimes de type OEI qui constituent la problématique de cette étude ;
- ✓ même si de nombreux modèles récents sont formulés en plasticité cristalline, tous présentent des limites en vue de l'application visée dans ces travaux.

Ce sont les raisons pour lesquelles le modèle POLYSTAR a été retenu pour répondre à la problématique principale de cette étude. C'est un modèle de plasticité cristalline fortement couplé comportement / endommagement et enrichi de variables internes représentatives des évolutions (*i.e.* transitoires) de microstructures.

Des modifications ont été apportées au modèle POLYSTAR qui permettent désormais :

- ✓ un fort couplage entre les évolutions de la phase γ' et la déformation plastique;
- ✓ une meilleure description des stades de fluage tertiaires progressifs qui sont observés à basse température ;
- ✓ d'atteindre une plus grande déformation à rupture.

L'identification du modèle POLYSTAR a été effectuée sur une large plage de températures (750°C à 1250°C) et montre dans l'ensemble une bonne correspondance avec les données expérimentales pour l'orientation [001]. Ces résultats démontrent l'applicabilité du modèle POLYSTAR amélioré pour des simulations isothermes et anisothermes avec surchauffe unitaire. Cependant, l'effet de l'anisotropie est mal pris en compte surtout en termes de DDV.

L'objectif principal de la simulation des essais complexes était de valider les capacités du modèle POLYSTAR, de mieux cerner ses points forts et de mieux déterminer ses limites. Les simulations complexes montrent que :

- ✓ les simulations pour des orientations cristallines éloignées de [001] sont perfectibles car seule la variation du facteur de Schmid associée aux systèmes de glissements octaédriques et du nombre de systèmes activés permettent actuellement de rendre compte de l'anisotropie ;
- ✓ la simulation des sauts de déformation induits par les surchauffes depuis un état basse température sont bien respectés par le modèle POLYSTAR mais sont trop élevés ;
- ✓ la cinétique de déformation totale de l'essai AMT est correctement décrite par le modèle POLYSTAR, bien que les déformations plastiques liées aux surchauffes soient sous-estimées ;

- ✓ l'allure générale de la simulation 150H est cohérente avec l'essai sur toute sa longueur bien que la déformation simulée soit globalement inférieure à celle issue de l'essai lors du dernier stade de cyclage thermique de type OEI. Cette mauvaise description du dernier stade de l'essai 150H résulte probablement d'un manque de données expérimentales pour identifier le modèle entre 1200°C et le solvus de la phase γ' .

Bien qu'un certain nombre de limites au modèle POLYSTAR aient été relevées lors de cette étude, les satisfactions apportées par le modèle lors de simulations complexes ont permis de valider le périmètre d'utilisation optimale du modèle et d'identifier les essais thermomécaniques complexes supplémentaires afin de parfaire l'identification.

Bien que les résultats des simulations des essais complexes aient apporté des réponses convaincantes quant à la prédictivité en fluage avec le modèle POLYSTAR sur superalliages monocristallins base nickel, ces simulations ont permis de soulever les limites au modèle POLYSTAR sous sa formulation actuelle (Annexe 4):

- ✓ la prise en compte de la mise en radeaux permettrait au modèle POLYSTAR de mieux simuler la période d'incubation et l'endommagement activé par la fissuration interfaciale de la microstructure en radeaux ;
- ✓ la prise en compte de la rotation cristalline permettrait au modèle POLYSTAR de simuler les longs fluages tertiaires et les DDV réduites induites par ces rotations pour des orientations cristallines instables ;
- ✓ une meilleure description des évolutions de la contrainte visqueuse, rendant compte de l'évolution de la microstructure, apporterait des sauts de déformation plastique lors des surchauffes moins élevés ;
- ✓ une plus faible contribution du dommage multiplicatif limiterait la saturation prématurée du dommage totale. Sa formulation de type exponentielle dans le modèle POLYSTAR en est la cause.

II.6 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DE LA PARTIE II

- [1] R. C. Reed, N. Matan, D. C. Cox, M. A. Rist et C. M. F. Rae, «Creep of CMSX-4 superalloy single crystals: effects of rafting at high temperature», *Acta Materialia*, vol. 47, pp. 3367-3381, 1999.
- [2] J. Svoboda et P. Lukás, «Model of creep in <001>-oriented superalloy single crystals», *Acta Materialia*, vol. 46, pp. 3421-3431, 1998.
- [3] M. McLean et B. Dyson, «Modeling the effects of damage and microstructural evolution on the creep behavior of engineering alloys», *Journal of Engineering Materials and Technology*, vol. 122, pp. 273-278, 2000.
- [4] D. Leidermark, J. Moverare, K. Simonsson, S. Sjöström et S. Johansson, «Room temperature yield behaviour of a single-crystal nickel-base superalloy with tension/compression asymmetry», *Computational Materials Science*, vol. 47, pp. 366-372, 2009.
- [5] B. Fedelich, «A microstructure based constitutive model for the mechanical behavior at high temperatures of nickel-base single crystal», *Computational Materials Science*, vol. 16, pp. 248-258, 1999.
- [6] J. Cormier et G. Cailletaud, «Constitutive modeling of the creep behavior of single crystal superalloys under non-isothermal conditions inducing phase transformations», *Materials Science and Engineering A*, vol. 527, pp. 6300-6312, 2010.
- [7] R. Asaro, «Crystal Plasticity», *Journal of Applied Mechanics-Transactions of the ASME*, vol. 50, pp. 921-934, 1983.
- [8] G. Cailletaud, «A micromechanical approach to inelastic behaviour of metals», *International Journal of Plasticity*, vol. 8, pp. 55-73, 1992.
- [9] J. Cormier et G. Cailletaud, «Constitutive modeling of the creep behaviour of single crystal superalloys under non-isothermal conditions inducing phase transformations», *Technische Mechanik*, vol. 30, pp. 56-73, 2010.
- [10] F. Norton, The creep of steel at high temperatures, *McGraw-Hill Book Company Inc.*, 1929.
- [11] J. Dorn, Mechanical behaviour of Materials at elevated temperature, *McGraw-Hill Book Company Inc.*, 1963.
- [12] N. Hoff, Les fondements de la mécanique du fluage dans un corps métallique, *I. Poincaré*, 1964.
- [13] J. Besson, G. Cailletaud, J.-L. Chaboche et S. Forest, Mécanique non-linéaire des matériaux, *Hermès*, 2001.
- [14] J.-L. Chaboche, «Calcul des déformations viscoplastiques d'une structure soumise à des gradients thermiques évolutifs», Thèse de doctorat, *Faculté des Sciences d'Orsay*, 1972.
- [15] J.-L. Chaboche, «Description thermodynamique et phénoménologique de la viscoplasticité cyclique avec endommagement», Thèse de 3ème cycle, *Faculté Paris VI, ONERA*, 1978.
- [16] G. Cailletaud, «Modélisation mécanique d'instabilités microstructurales en viscoplasticité cyclique à température variable», Thèse de 3ème cycle, *ONERA*, 1979.
- [17] F. Sidoroff, «On the formulation of plasticity and viscoplasticity with internal variables», *Archives of Mechanics*, vol. 27, pp. 807-819, 1975.
- [18] D. MacLachlan, G. Gunturi et D. Knowles, «Modelling the uniaxial creep anisotropy of nickel base single crystal superalloys CMSX-4 and RR2000 at 1023K using a slip system based finite element approach», *Computational Materials Sciences*, vol. 25, pp. 129-141, 2002.
- [19] G. Cailletaud, J.-L. Chaboche, S. Forest et L. Rémy, «On the design of the single crystal turbine blades», *La Revue de Métallurgie*, pp. 165-172, 2003.

- [20] L. Meric, P. Poubanne et G. Cailletaud, «Single crystal modelling for structural calculations», *Journal of engineering Materials and Technologies*, vol. 113, pp. 300-303, 2001.
- [21] D. Knowles et D. MacLachlan, «The effect of material behaviour on the analysis of single crystal turbine blades : material model development», *Current Applied Physics*, vol. 4, pp. 300-303, 2004.
- [22] L. Feng, K.-S. Zhang, G. Zhang et H.-D. Yu, «Anisotropic damage model under continuum slip crystal plasticity theory for single crystals», *International Journal of Solids and Structures*, vol. 39, pp. 5279-5293, 2002.
- [23] C.L. Brundigge, «Development of a processing-structure-fatigue property model for a single crystal superalloys », Thèse de doctorat, *University of Michigan*, 2011
- [24] J. Lemaitre et J.-L. Chaboche, *Mécanique des matériaux solides*, Dunod, 1985.
- [25] L. Kachanov, «Time of the rupture process under creep conditions», *Isv. Akad. Nauk. SSR. Otd. Tekh. Nauk.*, vol. 8, pp. 26-31, 1958.
- [26] R. A. MacKay et R. D. Maier, «The influence of orientation on the stress rupture properties of nickel-base superalloy single crystals», *Metallurgical Transactions*, vol. 13A, pp. 1747-1754, 1982.
- [27] V. Sass et M. Feller-Kniepmeier, «Orientation dependence of dislocation structures and deformation mechanisms in creep deformed CMSX-4 single crystals», *Materials Science and Engineering A*, vol. 245, pp. 19-28, 1998.
- [28] G. Leverant et B. Kear, «Mechanism of creep in gamma prime precipitation-hardened nickel-base alloys at intermediate temperatures», *Metallurgical Transactions*, vol. 1, pp. 491-498, 1970.
- [29] J. Preußner, Y. Rudnik, H. Brehm, R. Völkl et U. Glatzel, «A dislocation density based material model to simulate the anisotropic creep behavior of single-phase and two-phase single crystals», *International Journal of Plasticity*, vol. 25, pp. 973-994, 2009.
- [30] P. Lukas, J. Cadek, V. Sustek et L. Kunz, «Creep of CMSX-4 single crystals of different orientations in tension and compression», *Materials Science and Engineering A*, vol. 208, pp. 149-157, 1996.
- [31] N. Matan, D. C. Cox, C. M. F. et R. C. Reed, «On the kinetics of rafting in CMSX-4 superalloy single crystals», *Acta Materialia*, vol. 47, pp. 2031-2045, 1999.
- [32] G. Gunturi, D. MacLachlan et D. Knowles, «Anisotropic creep in CMSX-4 in orientation distant from $\langle 001 \rangle$ », *Materials Science and Engineering A*, vol. 289, pp. 289-298, 2000.
- [33] N. Hou, W. Gou, Z.X.Wen et Z. Yue, «The influence of crystal orientations on fatigue life of single crystal cooled turbine blade», *Materials Science and Engineering A*, vol. 492, pp. 413-418, 2008.
- [34] R. Asaro, «Micromechanics of Crystals and Polycrystals», *Advances in Applied Mechanics*, vol. 23, pp. 1-115, 1983.
- [35] J.-L. Chaboche, «A review of some plasticity and viscoplasticity constitutive theories», *International Journal of Plasticity*, vol. 24, pp. 1642-1693, 2008.
- [36] L. Méric, P. Poubanne et G. Cailletaud, «Single crystal modeling for structural calculations: Part 1-model presentation», *Journal of Engineering Materials and Technology*, vol. 113, pp. 162-170, 1991.
- [37] D. Dye, A. Ma et R. C. Reed, «Numerical modelling of creep deformation in a CMSX-4 single crystal superalloy turbine blade», *The Minerals, Metals & Materials Society*, 2008.
- [38] G. Cailletaud, «Une introduction à la plasticité cristalline interactions avec l'environnement», *PlastOx 2007*, Argelès-sur-Mer, Mai 2007, pp. 81-115, 2009.
- [39] A. Hazotte et J. Lacaze, «Chemically oriented γ' plate development in a nickel base superalloy», *Scripta Metallurgica*, vol. 23, pp. 1877-1882, 1989.

- [40] M. Veron, «Etude et modélisation de la coalescence orientée dans les superalliages à base de Nickel», Thèse de doctorat, *Institut National Polytechnique de Grenoble*, 1995.
- [41] J. Tien et S. Copley, «The effect of orientation and sense of applied uniaxial stress on the morphology of coherent γ' precipitates in stress annealed nickel-base superalloy crystals», *Metallurgical Transactions*, vol. 2, pp. 543-553, 1971.
- [42] B. Fedelich, G. Kúnecke, A. Epishin, T. Link et P. Portella, «Constitutive modelling of creep degradation due to rafting in single crystal Ni-base superalloys», *Materials Science and Engineering A*, vol. 510-511, pp. 273-277, 2009.
- [43] A. Gaubert, «Modélisation des effets de l'évolution microstructurale sur le comportement mécanique du superalliage monocristallin AM1», Thèse de doctorat, *Mines ParisTech*, 2009.
- [44] N. Matan, D. C. Cox, P. Carter, M. A. Rist, C. M. F. et R. C. Reed, «Creep of CMSX-4 superalloy single crystals : effects of misorientation and temperature», *Acta Materialia*, vol. 47, pp. 1549-1563, 1999.
- [45] J. Gilman, *Micromechanics of Flow in Solids*, McGraw-Hill Book Company Inc., 1969.
- [46] W. Schneider, J. Hammer et H. Mughrabi, «Creep deformation and rupture behaviour of the monocrystalline superalloy CMSX-4 - A comparison with the alloy SRR99», *Superalloys 1992*, 1992.
- [47] X. Milhet, J. Cormier et A. Organista, «On the role of the internal stress during non-isothermal creep life of a first generation nickel based single crystal superalloy», *Materials Science and Engineering A*, vol. 527, pp. 2280-2288, 2010.
- [48] R. Giraud, J. Cormier, Z. Hervier, D. Bertheau, K. Harris, J. Wahl, X. Milhet, J. Mendez et A. Organista, «Effect of the prior microstructure degradation on the high temperature/low stress non-isothermal creep behavior of CMSX-4 Ni-based single crystal superalloy», *Superalloys 2012*, Champion, Pennsylvania (USA), 2012.
- [49] M. McLean, *Directionally solidified materials for high temperature service*, *The Metals Society*, 1983.
- [50] D. MacLachlan, L. Wright, S. Gunturi et D. Knowles, «Modelling the anisotropic and biaxial creep behaviour of Ni-base single crystal superalloys CMSX-4 and SRR99 at 1223 K», *Superalloys 2000*, Champion, Pennsylvania (USA), 2000.
- [51] D. MacLachlan, L. Wright, G. Gunturi et D. Knowles, «Constitutive modelling of anisotropic creep deformation in single crystal blade alloys SRR99 and CMSX-4», *International Journal of Plasticity*, vol. 17, pp. 441-467, 2001.
- [52] D. MacLachlan et D. Knowles, «Modelling and prediction of the stress rupture behaviour of single crystal superalloy», *Materials Science and Engineering A*, vol. 302, pp. 275-285, 2001.
- [53] D. MacLachlan et D. Knowles, «The effect of material behaviour on the analysis of single crystal turbine blades : Part I - Material model», *Fatigue Fract Engng Mater Struct*, vol. 25, pp. 385-398, 2001.
- [54] D. Peirce, R. Asaro et A. Needleman, «An analysis of nonuniform and localized deformation in ductile single-crystals», *Journal of Metals*, vol. 34, pp. 32-33, 1982.
- [55] M. Kolbe, K. Neuking et G. Eggeler, «Dislocation reactions and microstructural instability during C shear creep testing of superalloy single crystals», *Materials Science and Engineering A*, vol. 234, pp. 877-879, 1997.
- [56] J. Svoboda et P. Lukás, «Creep deformation modelling of superalloy single crystals», *Acta Materialia*, vol. 48, pp. 2519-2528, 2000.
- [57] G. Leverant, B. Kear et J. Oblak, «Creep of precipitation-hardened nickel base alloy single crystals at high temperatures», *Metallurgical Transactions*, vol. 4, pp. 355-362, 1973.
- [58] C. Rae et R. Reed, «Primary creep in single crystal superalloys : Origins, mechanisms and effects», *Acta Materialia*, vol. 55, pp. 1067-1081, 2007.

- [59] C. Rae, N. Matan et R. Reed, «The role of stacking fault shear in the primary creep of [001]-oriented single crystal superalloys at 750°C and 750 MPa», *Material Science and Engineering A*, vol. 300, pp. 125-134, 2001.
- [60] A. Ma, D. Dye et R. Reed, «A model for the creep deformation behaviour of single-crystal superalloy CMSX-4», *Acta Materialia*, vol. 56, pp. 1657-1670, 2008.
- [61] M. Avrami, «Kinetics of Phase Change III: Granulation, Phase Change and Microstructures», *Journal of Chemistry and Physics*, vol. 9, pp. 177-184, 1941.
- [62] R. Reed, D. Cox et C. Rae, «Damage accumulation during creep deformation of a single crystal superalloy at 1150°C», *Materials Science and Engineering A*, vol. 448, pp. 88-96, 2007.
- [63] J.-B. le Graverend, J. Cormier, S. Kruch, F. Gallerneau et J. Mendez, «Microstructural Parameters Controlling High-Temperature Creep Life of the Nickel-Base Single-Crystal Superalloy MC2», *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 43, pp. 3988-3997, 2012.
- [64] A. Staroselsky et B. N. Cassenti, «Creep, Plasticity, and Fatigue of Single Crystal Superalloy», *International Journal of Solids and Structures*, vol. 48, pp. 2060-2075, 2011.
- [65] E. Krempl, «Models of viscoplasticity. Some comments on equilibrium (back)stress and drag stress», *Acta Mechanical*, vol. 69, pp. 25-42, 1987.
- [66] D. Nissley, T. Meyer et K. Walker, «Life Predictions and Constitutive Models for Engine Hot Section Anisotropic Materials», *Pratt & Whitney Report NAS3-23939*, 1991.
- [67] D. Stouffer et L. Dame, *Inelastic Deformation of Metals*, John Wiley & Sons Inc., 1996.
- [68] A. Staroselsky et B. N. Cassenti, «Mechanisms for tertiary creep of single crystal superalloy», *Mechanics of Time-Depend Materials*, vol. 12, p. 275-289, 2008.
- [69] B. Fedelich, «A microstructural model for the monotonic and the cyclic mechanical behavior of single crystals of superalloys at high temperatures», *International Journal of Plasticity*, vol. 18, pp. 1-49, 2002.
- [70] B. Fedelich, A. Epishin, T. Link, H. Klingelhöffer, G. Künecke et P. D. Portella, «Rafting during high temperature deformation in a single crystal superalloy: experiments and modeling», *Superalloys 2012*, Champion, Pennsylvania (USA), 2012.
- [71] J. Svoboda et P. Lukás, «Activation energy of creep in <001>-oriented superalloy CMSX-4 single crystals», *Materials Science and Engineering A*, vol. 234-236, pp. 173-176, 1997.
- [72] P. Sarosi, R. Srinivasan, G. Eggeler, M. Nathal et M. Mills, «Observations of a<010> dislocations during the high-temperature creep of Ni-based superalloy single crystals deformed along the [001] orientation», *Acta Materialia*, vol. 55, pp. 2509-2518, 2007.
- [73] A. Epishin, T. Link, H. Klingelhöffer, B. Fedelich, U. Brückner et P. Portella, «New technique for characterization of microstructural degradation under creep: Application to the nickel-base superalloy CMSX-4», *Materials Science and Engineering A*, vol. 510-511, pp. 262-265, 2009.
- [74] J. Cormier, X. Milhet et J. Mendez, «Effect of very high temperature short exposures on the dissolution of the γ' phase in single crystal MC2 superalloy», *Journal of Material Sciences*, vol. 42, p. 7780-7786, 2007.
- [75] J. Cormier, «Comportement en fluage anisotherme à haute et très haute température du superalliage monocristallin MC2», Thèse de doctorat, *Université de Poitiers*, 2006.
- [76] J. Cormier, X. Milhet et J. Mendez, «Non-isothermal creep at very high temperature of the nickel-based single crystal superalloy MC2», *Acta Materialia*, vol. 55, p. 6250-6259, 2007.
- [77] J. Cormier, X. Milhet et J. Mendez, «Anisothermal creep behavior at very high temperature of a Ni-based superalloy single crystal», *Materials Science and Engineering A*, vol. 483-484, p. 594-597, 2008.

- [78] J. Cormier, X. Milhet, J.-L. Champion et J. Mendez, «Simulation of very high temperature overheating during isothermal creep of single crystal Ni-base superalloy», *Advanced Engineering Materials*, vol. 10, pp. 1-6, 2008.
- [79] J. Cormier, M. Jouiad, F. Hamon, P. Villechaise et X. Milhet, «Very high temperature creep behavior of a single crystal Ni-based superalloy under complex thermal cycling conditions», *Philosophical Magazine Letters*, vol. 90, pp. 611-620, 2010.
- [80] M. Arnoux, «Etude du comportement en fluage à haute température du superalliage monocristallin à base de nickel MCNG : effet d'une surchauffe», Thèse de doctorat, *Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique*, 2009.
- [81] V. Sass, U. Glatzel et M. Feller-Kniepmeier, «Creep Anisotropy in the Monocrystalline Nickel-Base Superalloy CMSX-4», *Superalloys 1996*, Champion, Pennsylvania (USA), 1996.
- [82] G. Han, J. Yu, Y. Sun, X. Sun et Z. Hu, «Anisotropic stress rupture properties of the nickel-base single crystal superalloy SRR99», *Materials Science and Engineering A*, vol. 527, pp. 5383-5390, 2010.
- [83] J.-B. I. Graverend, J. Cormier, M. Jouiad, F. Gallerneau, P. Paulmier et F. Hamon, «Effect of fine γ' precipitation on non-isothermal creep and creep-fatigue behaviour of nickel base superalloy MC2», *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, pp. 5295-5302, 2010.
- [84] I. N. Vladimirov, S. Reese et G. Eggeler, «Constitutive modelling of the anisotropic creep behaviour of nickel-base single crystal superalloys», *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 51, pp. 305-313, 2009.
- [85] M. Probst-Hein, A. Dlouhy et G. Eggeler, «Dislocation interactions in γ -channels between γ' -particles of superalloy single crystals», *Materials Science and Engineering A*, vol. 319-321, pp. 379-382, 2001.
- [86] J.-B. le Graverend, L. Dirand, A. Jacques, J. Cormier, O. Ferry, T. Schenk, F. Gallerneau, S. Kruch et J. Mendez, «In situ measurement of the γ/γ' lattice mismatch evolution of a nickel-based single crystal superalloy during non-isothermal very high temperature creep experiments», *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 43, pp. 3946-3951, 2012.
- [87] J. Ghighi, J. Cormier, E. Ostojka-Kuczynski, J. Mendez, G. Cailletaud et F. Azzouz, «A microstructure sensitive approach for the prediction of the creep behaviour and life under complex loading paths», *Technische Mechanik*, vol. 32, pp. 205-220, 2012.
- [88] B. Viguier, F. Touratier et E. Andrieu, «High-temperature creep of single-crystal nickel-based superalloy: microstructural changes and effects of thermal cycling», *Philosophical Magazine*, vol. 91:35, pp. 4427-4446, 2011.
- [89] F. Diologent, «Comportement en fluage et en traction de superalliages monocristallins à base de nickel», Thèse de doctorat, *Université de Paris Sud-Centre d'Orsay*, 2002.
- [90] T. Link, A. Epishin, M. Paulisch et T. May, «Topography of semicoherent γ/γ' -interfaces in superalloys: Investigation of the formation mechanism», *Materials Science and Engineering A*, vol. 528, pp. 6225-6234, 2011.
- [91] L. Dirand, «Fluage à haute température d'un superalliage monocristallin : expérimentation in situ en rayonnement synchrotron», Thèse de doctorat, *Institut National Polytechnique de Lorraine*, 2011.
- [92] Q. Yu, Z. Yue et Z. Wen, «Creep damage evolution in a modeling specimen of nickel-based single crystal superalloys air-cooled blades», *Materials Science and Engineering A*, vol. 477, pp. 319-327, 2008.
- [93] Z. Wen, N. Hou et Z. Yue, «Creep damage and crack initiation behaviour of nickel-base single crystalline superalloys compact tension specimen with a void ahead of crack tip», *Materials Science and Engineering A*, vol. 510-511, pp. 284-288, 2009.

- [94] R. Giraud, Z. Hervier, J. Cormier, G. S. Martin, F. Hamon, X. Milhet et J. Mendez, «Strain effect on the γ' dissolution at high temperatures of a Nickel-based single crystal superalloy», *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 44A, pp. 131-146, 2013.
- [95] J. Embury, A. Deschamps et Y. Brechet, «The interaction of plasticity and diffusion controlled precipitation reactions», *Scripta Materialia*, vol. 49, pp. 927-932, 2003.
- [96] A. Fredholm, «Monocristaux d'alliages base nickel : relation entre composition, microstructure et comportement en fluage à haute température», Thèse de doctorat, *Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*, 1987.
- [97] T. Link, A. Epishin, U. Brückner et P. Portella, «Increase of misfit during creep of superalloys and its correlation with deformation», *Acta Materialia*, vol. 48, pp. 1981-1994, 2000.
- [98] P. Caron, «High γ' solvus new generation nickel-based superalloys for single crystal turbine blade applications», *Superalloys 2000*, Champion, Pennsylvania (USA), 2000.
- [99] R. Goti, B. Viguier et F. Crabos, «Thermal cycling creep behaviour of single crystal nickel-based superalloy», *Proceedings of the Creep 2012 conference*, Kyoto, Japan, The Japan Institute of Metals, 2012.
- [100] J.-B. Le Graverend, «Etude et modélisation des effets d'incursions à très haute température sur le comportement mécanique d'un superalliage monocristallin pour aubes de turbine», Thèse de doctorat, *ISAE-ENSMA*, 2013.
- [101] M. Shenoy, Y. Tjiptowidjojo et D. McDowell, «Microstructure-sensitive modeling of polycrystalline IN 100», *International Journal of Plasticity*, vol. 24, p. 1694–1730, 2008.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

La tenue au fluage des pales de turbine HP est une problématique de premier ordre dans la certification d'un moteur d'hélicoptère. Les excellentes propriétés mécaniques à hautes températures des superalliages monocristallins base nickel en font les matériaux les plus utilisés pour la fabrication de ces pales. Pour ces composants, les exigences réglementaires de certification imposent la réalisation d'essais plus sévères que les conditions standard de fonctionnement. Ces exigences imposent des essais anisothermes basés sur le mixage de différents régimes de fonctionnement d'un hélicoptère.

L'enjeu de cette thèse était de mieux prédire le comportement mécanique et la DDV de ces matériaux lors d'essais de dimensionnement et de certification des moteurs d'hélicoptères présentant des endommagements prépondérants de type fluage, ceci grâce à l'établissement d'un modèle de comportement et d'endommagement en fluage. Ce modèle devait intégrer les effets d'histoire, être capable de prendre en compte l'impact d'une désorientation cristalline, il devait être prédictif en DDV et devait modéliser de manière satisfaisante les allongements rencontrés lors de trajets de chargement complexes.

Cet enjeu s'est décliné en deux objectifs majeurs :

- ✓ L'étude d'une part de l'impact de l'anisotropie cristalline sur les propriétés en fluage isotherme, puis son impact en conditions de fluage anisotherme haute et très haute température. Pour cela, une campagne d'essais isothermes et anisothermes sur des éprouvettes d'orientations cristallines éloignées de l'orientation [001] a été menée afin de mieux comprendre l'influence de l'anisothermie et de l'anisotropie sur le comportement et la DDV en fluage. Des essais thermomécaniques complexes ou technologiques sur l'orientation [001] destinés à alimenter le modèle POLYSTAR ont également été réalisés ;
- ✓ proposer une modélisation mécanique du comportement en fluage sous trajets de chargements complexes au travers du modèle POLYSTAR. L'identification du modèle POLYSTAR a été effectuée sur une large plage de températures et montre dans l'ensemble une bonne prédictivité du comportement avec les données expérimentales pour l'orientation [001]. Ces résultats démontrent l'applicabilité du modèle « POLYSTAR amélioré » pour des simulations de chargements thermomécaniques complexes. Le but de la simulation de ces essais était de valider les capacités du modèle POLYSTAR, de mieux cerner ses points forts et de mieux déterminer ses limites.

Pour étudier les effets de l'anisotropie et de l'anisothermie sur le comportement et la DDV en fluage du MC2, des essais isothermes à 1050°C et des essais anisothermes sous une température nominale de 1050°C avec surchauffes unitaires à 1200°C ont été réalisés. Les essais ont été effectués sur trois orientations cristallines qui balaient relativement bien le triangle standard stéréographique : [101], [102] et [563].

Cette campagne d'essais a permis de démontrer que les contraintes de cohérence contrôlent l'incubation sur l'orientation [101] d'une part, et que l'impact de l'anisotropie sur le comportement en fluage ne peut se décrire qu'au moyen du seul facteur de Schmid d'autre part. Il ressort de ce travail qu'il est nécessaire d'avoir une prise en compte de la mise en radeaux qui influence à la fois le comportement et l'endommagement. En effet, la coalescence orientée s'opère sur des plans de type $\langle 001 \rangle$ et « canalise » le chemin de fissuration issue de pores d'élaboration. La mise en radeaux devient alors néfaste à la résistance du matériau au fluage pour des orientations cristallines éloignées de l'orientation [001]. De plus, il est nécessaire de prendre en compte la rotation cristalline pour avoir une bonne description des régimes tertiaires pour les orientations loin de [001] et [111]. Elle est la cause principale de la diminution de la DDV et des fortes déformations à rupture.

De plus, ce travail s'est appuyé sur la réalisation d'essais complémentaires spécifiques enrichissant la matrice des essais disponibles permettant de calibrer le modèle POLYSTAR. Parmi ces essais, des essais thermomécaniques complexes représentatifs des essais de développement et de certification des moteurs d'hélicoptères tels que les essais AMT sur le banc BAFA et l'essai 150H sur le banc MAATRE ont été menés.

Malgré la variété des essais complexes (ou technologiques) effectués lors de cette étude, compte tenu de leur complexité de mise en œuvre, le nombre d'essais à disposition reste encore trop faible pour pouvoir exploiter au maximum les résultats de ceux-ci.

Le modèle POLYSTAR, répondant aux exigences du modèle de fluage idéal, a été utilisé et amélioré pour remplir l'objectif de cette thèse. Les améliorations ont porté sur l'introduction d'un couplage entre cinétiques de dissolution/précipitation de la phase γ' et la déformation cumulée, ainsi que sur une meilleure description des modes d'endommagement. Les essais rapportés dans la Partie I de ce mémoire ont permis soit d'identifier les lois d'évolution des nouvelles variables de comportement et d'endommagement du modèle POLYSTAR, soit de vérifier le caractère prédictif de ce dernier.

L'identification du modèle POLYSTAR a été effectuée sur une large plage de températures (750°C à 1250°C) et montre dans l'ensemble une bonne correspondance avec les données expérimentales pour l'orientation [001]. Ces résultats démontrent l'applicabilité du modèle POLYSTAR amélioré pour des simulations de chargements isothermes et anisothermes simplifiés.

Les simulations des essais complexes ont ainsi permis de valider les capacités du modèle POLYSTAR, de mieux cerner ses points forts et de déterminer ses limites. Des pistes d'améliorations ont été alors proposées afin de rendre le modèle POLYSTAR plus performant.

Parmi elles, la prise en compte de la mise en radeaux permettrait une meilleure description des mécanismes d'endommagement, la prise en compte de la rotation cristalline permettrait une meilleure description des longs fluages tertiaires et les DDV réduites induites par ces rotations pour des orientations cristallines métastables, une meilleure description de l'évolution de la contrainte visqueuse, rendant compte de la microstructure, apporterait une meilleure modélisation du comportement en fluage anisotherme. Par ailleurs, une plus faible contribution du dommage multiplicatif limiterait la saturation prématurée du dommage totale.

D'autres voies d'améliorations non abordées dans cette étude peuvent être envisagées afin de rendre le modèle POLYSTAR toujours plus prédictif et performant :

- ✓ la prise en compte de l'écroissage cinématique dans le comportement. En effet, le modèle POLYSTAR tel qu'il est formulé actuellement ne prend en compte que l'écroissage isotrope dans le comportement. Ce choix était motivé par le fait que le modèle devait être utilisé pour simuler des essais de fluage pur. A partir du moment où le modèle est utilisé pour du cyclage thermomécanique, l'écroissage cinématique devient nécessaire ;
- ✓ La prise en compte des interactions entre les systèmes de glissement. En effet, dans le modèle POLYSTAR actuel, la matrice d'interactions est égale à la matrice d'identité. Il faudrait l'identifier pour que ces interactions puissent jouer un rôle dans le comportement du matériau.

Les essais thermomécaniques complexes apportent beaucoup d'informations et sont d'un grand intérêt pour calibrer le modèle POLYSTAR mais leur nombre reste encore trop réduit. Plus d'essais technologiques permettraient d'une part de mieux cerner les mécanismes et les phénomènes liés à un chargement thermomécanique complexe et d'autre part d'améliorer le modèle pour qu'il puisse être vraiment prédictif dans le domaine de sollicitation requis. En effet, l'utilisation exclusive d'essais complexes et d'une stratégie d'identification ad hoc, éviterait l'établissement d'une base d'essais isothermes exhaustive. Enfin, en fonction de l'alliage étudié, la question de l'introduction des systèmes de glissement de type $\langle 112 \rangle \{111\}$ et de leur contribution à la déformation macroscopique pourra également se poser.

ANNEXES

Sommaire des annexes

ANNEXE 1 : GEOMETRIE DES EPROUVETTES DE FLUAGE DE TYPE 3715 TURBOMECA MODIFIEES ENSMA	199
ANNEXE 2 : GEOMETRIE DES EPROUVETTES DE FLUAGE DE TYPE PAROI MINCE CIRIMAT.....	200
ANNEXE 3 : EQUATIONS DU MODELE POLYSTAR MODIFIE	201
ANNEXE 4 : VALEURS DES PARAMETRES DU MODELE POLYSTAR POUR LE MC2	202
ANNEXE 5 : CALCUL DE STRUCTURE AVEC POLYSTAR	203

ANNEXE 1 : GEOMETRIE DES EPROUVETTES DE FLUAGE DE TYPE 3715 TURBOMECA MODIFIEES ENSMA

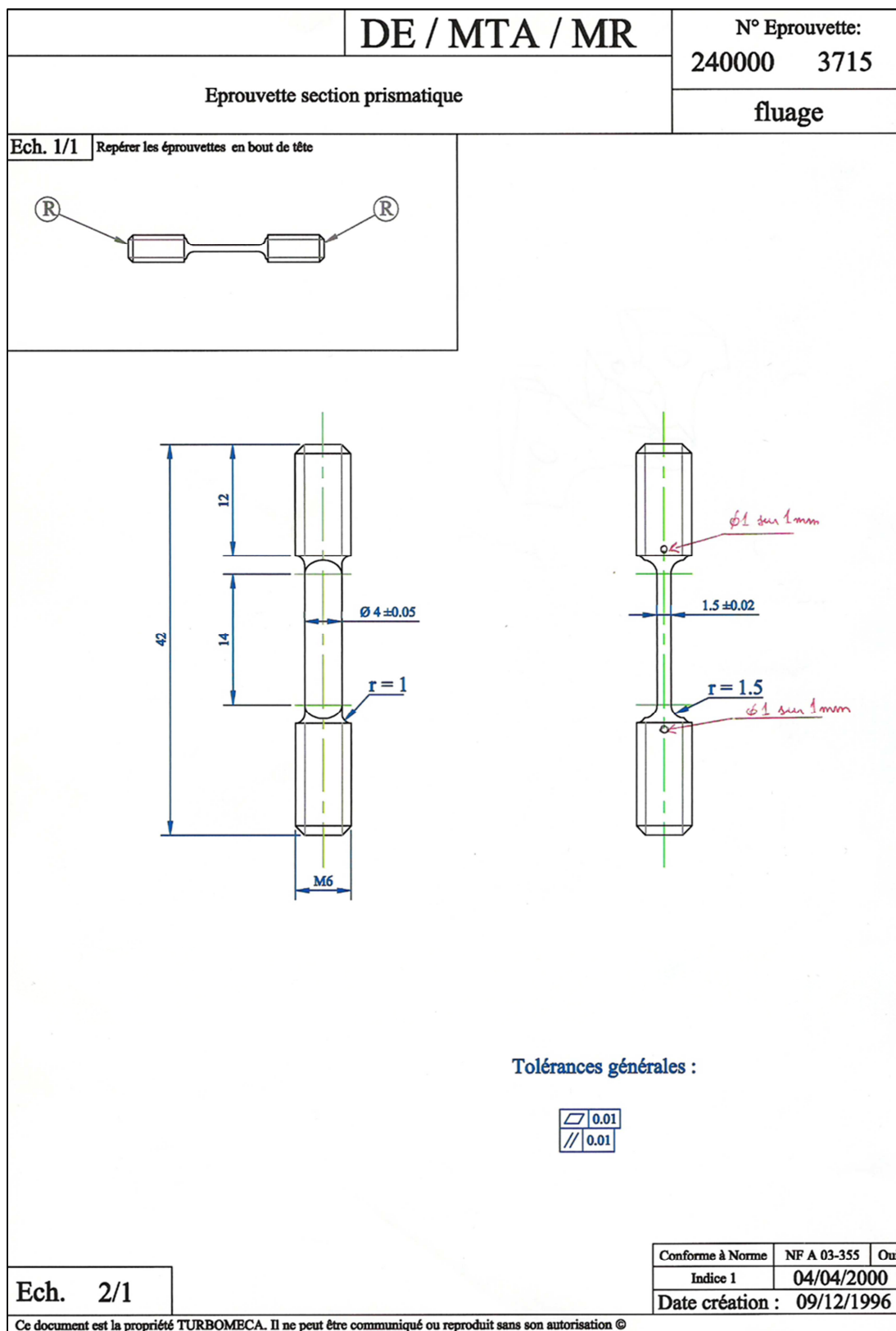


Figure A-1 : Géométrie de l'éprouvette de fluage de type 3715 ENSMA

ANNEXE 2 : GEOMETRIE DES EPROUVETTES DE FLUAGE DE TYPE PAROI MINCE CIRIMAT

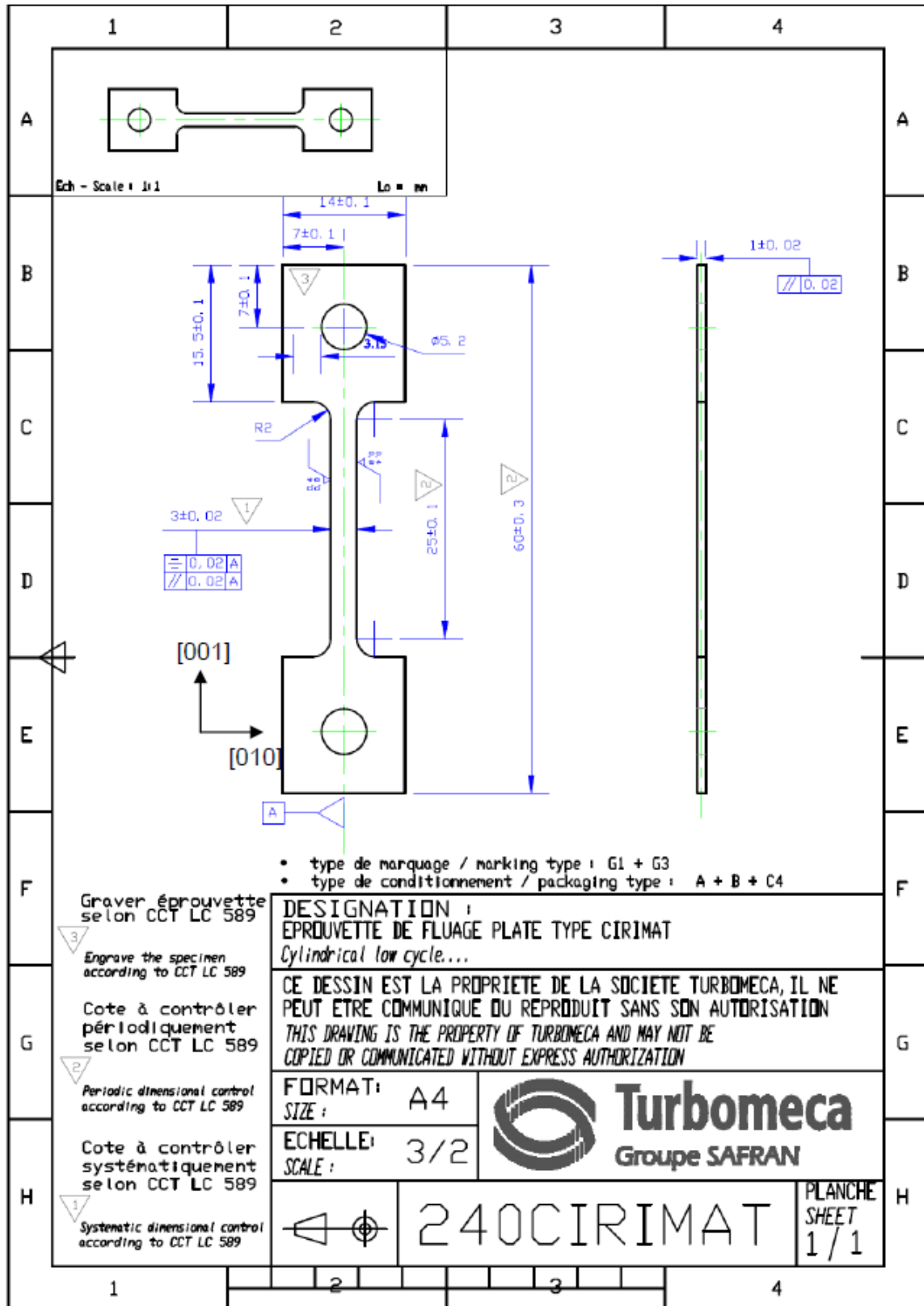


Figure A-2 : Géométrie de l'éprouvette de fluage de type paroi mince CIRIMAT

ANNEXE 3 : EQUATIONS DU MODELE POLYSTAR MODIFIE

$\dot{v} = \left(\left(\frac{2}{3} \right) \underline{\underline{\dot{\epsilon}^p}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}^p}} \right)^{\frac{1}{2}}$	Vitesse de déformation plastique cumulée	(68)
$\underline{\underline{\dot{\epsilon}^p}} = \sum_s \dot{\gamma}^s \underline{\underline{m}}^s \text{sign}(\tau^s)$	Tenseur de vitesse de déformation plastique	(63)
$\tau^s = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{m}}^s$	Scission résolue	(64)
$\underline{\underline{m}}^s = \frac{1}{2} (\underline{\underline{n}}^s \otimes \underline{\underline{l}}^s + \underline{\underline{l}}^s \otimes \underline{\underline{n}}^s)$	Tenseur d'orientation	(65)
$\dot{\gamma}^s = \exp(d_{dislo}) \times \left(\frac{f^s}{K(1-d_c^s)} \right)^n \text{ avec } \dot{d}_{dislo} = C_{dislo} \times \dot{\gamma}^s$	Vitesse de glissement sur chaque système	(82)
$f^s(\tau^s, r^s) = \tau^s - r^s$	Fonction de charge	(67)
$r^s = r^0 + b(Q + Q^*) \sum_j h_{sj} \times \rho^j + \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{GB}{w_{001}}$	Ecrouissage isotrope	(69)
$\dot{\rho}^s = (1 - b \times \rho^s) \times \dot{\gamma}^s$	Variable d'état isotrope	(70)
$Q^* = a^* \times Q_{s0}$	Partie restaurable de l'écrouissage isotrope	(71)
$\dot{a}^* = -\frac{a^*}{\alpha^*} \dot{T} - \frac{a^*}{\beta^*}$	Variable de « vieillissement »	(72)
$w_{001} = \frac{a_0}{\delta} \times [f_l^{m_1} - d_{tp} \times f_s]$	Largeur des couloirs	(73)
$\dot{f}_l = \left[1 - \delta_l \times \exp\left(-\frac{v}{e_{cfl}}\right) \right] \times \frac{(f_{equ} - f_l)}{\alpha_l}$	Evolution des précipités secondaires	(81)
Evolutions des précipités tertiaires		
$\text{Si } (f_{equ} - f_l) \leq 0 \text{ alors } \dot{f}_s = -\frac{f_s}{\alpha_s}$		(75)
$\text{Si } (f_{equ} - f_l) > 0 \text{ et } \dot{T} < 0 \text{ alors } \dot{f}_s = -\frac{f_{equ} - f_l - f_s}{\alpha_s} \frac{\dot{T}}{\dot{T}_0} - \left(\frac{f_s}{K_{s1}} \right)^{m_s}$		(76)
$\text{Si } (f_{equ} - f_l) > 0 \text{ et } \dot{T} \geq 0 \text{ alors } \dot{f}_s = -\left(\frac{f_s}{K_{s2}} \right)^{m_s}$		(77)
Activation du dommage		
$\text{Si } v > v_d \text{ alors } \dot{d}_c^s = \left(\frac{ \omega^s }{K_x(1-d_c^s)} \right)^{m_x}$	Dommage de type Rabotnov-Kachanov avec seuil d'activation	(78)
$\omega^s = C \times \alpha^s$	Ecrouissage de type cinématique	(79)
$\dot{\alpha}^s = \dot{\gamma}^s \times (\text{sign}(\tau^s - \omega^s) - d \cdot \alpha^s) - M(\alpha^s)^{m_\alpha}$	Variable d'état cinématique	(83)

ANNEXE 4 : VALEURS DES PARAMETRES DU MODELE POLYSTAR POUR LE MC2

T (°C)	n	K	r0	b	Q	Qs0	alphastar	betastar	Gb
0	X	X	X	X	X	X	X	X	X
750	X	X	X	X	X	X	X	X	X
850	X	X	X	X	X	X	X	X	X
900	X	X	X	X	X	X	X	X	X
950	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1000	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1050	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1100	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1150	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1200	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1250	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1270	X	X	X	X	X	X	X	X	X

Tableau A-1 : Récapitulatif des valeurs des paramètres de comportement de POLYSTAR pour le MC2

T (°C)	vd	mx	c	d	M	ma	Kx0	gt1	gt2	cdislo1	cdislo2
0	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
750	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
850	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
900	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
950	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1000	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1050	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1100	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1150	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1200	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1250	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1270	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X

Tableau A-2 : Récapitulatif des valeurs des paramètres d'endommagement de POLYSTAR pour le MC2

T (°C)	a0	deltaw	ml	delta	ecfl	fequ	alphal	alphas	Ks1	Ks2	ms
0	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
750	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
850	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
900	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
950	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1000	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1050	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1100	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1150	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1200	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1250	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
1270	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X

Tableau A-3 : Récapitulatif des valeurs des paramètres de microstructure de POLYSTAR pour le MC2

ANNEXE 5 : CALCUL DE STRUCTURE AVEC POLYSTAR

Une simulation sur structure 3D a été effectuée afin de montrer les aptitudes du modèle POLYSTAR au calcul de structures et son applicabilité dans un outil industriel sur un modèle 3D qui présente une géométrie comparable aux composants industriels.

La simulation a été menée sur un huitième d'éprouvette cylindrique entaillée dont la géométrie est présentée en Figure A-3. Les conditions d'essai sont 1050°C uniforme sur toute l'éprouvette et 140 MPa de contrainte nominale (*i.e.* contrainte moyennée sur la section la plus faible) pendant une heure.

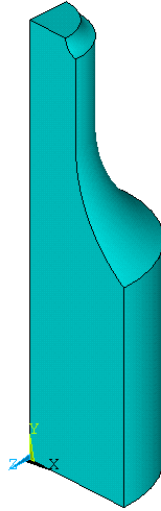


Figure A-3 : Géométrie de l'éprouvette entaillée

1. Maillage et conditions aux limites

Le maillage de l'éprouvette utilisée est présenté en Figure A-4. Des éléments de type brique avec interpolation quadratique à 20 nœuds 3D ont été utilisés (SOLID186). Les nœuds ont trois degrés de liberté (translations). Le maillage a été raffiné dans la zone de forte multiaxialité, à savoir au niveau de l'entaille comme le montre la Figure A-4-c. Les conditions aux limites sont telles qu'il y ait trois plans de symétrie (les 2 faces perpendiculaires et le plan milieu de l'éprouvette). Une pression « négative » est appliquée sur la face inférieure de l'éprouvette. L'éprouvette est orientée suivant [001] et les directions [100] et [010] sont parallèles aux faces latérales de l'éprouvette.

Le nombre d'éléments est de 11574, l'intégration est réduite et le nombre de nœuds s'élève à 512166.

Le calcul a été effectué sur un seul processeur et a duré 24 heures.

Trois étapes de la simulation sont présentées afin d'étudier l'évolution de la contrainte de Von Mises, l'évolution de la déformation plastique cumulée et l'évolution de la fraction volumique de précipités : une étape à 36 secondes, une étape à 6 minutes et une en fin de simulation *i.e.* à une heure.

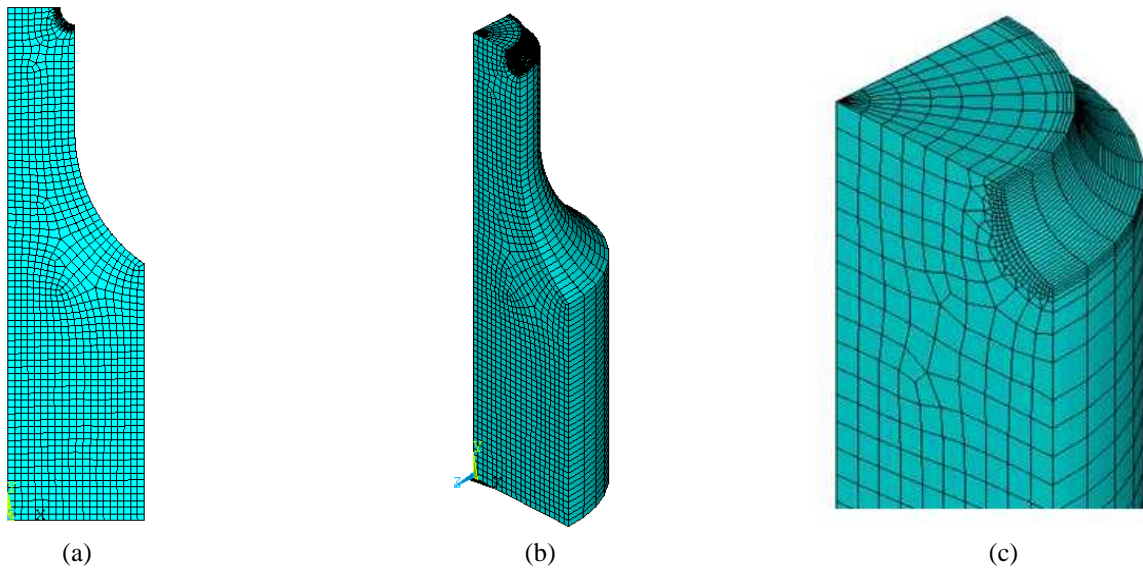


Figure A-4 : Maillage de l'éprouvette entaillée – (c) zoom sur l'entaille

2. Simulation avec microstructure à l'équilibre

La Figure A-5 présente les résultats en régime isotherme à 1050°C de la contrainte de Von Mises pendant la simulation focalisés sur l'entaille (Figure A-5-a, b et c) et une vue d'ensemble de l'éprouvette à une heure de fluage simulé. On observe tout d'abord une relaxation de contrainte conséquente entre la deuxième et la dernière étape de calcul (de 183 MPa à 163 MPa). De plus, la répartition de la contrainte de Von Mises nous montre bien la prise en compte de l'anisotropie élastique. En effet, la distribution n'est plus homogène autour de l'entaille en Figure A-5-c.

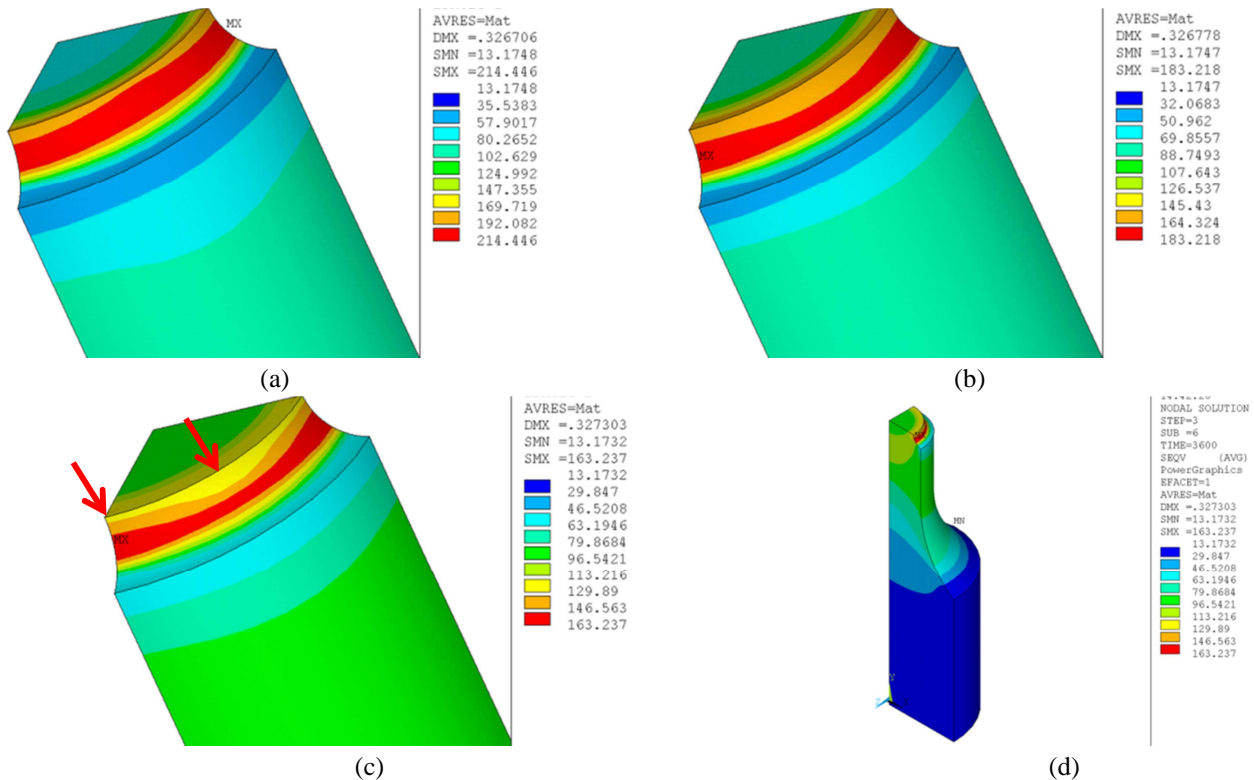


Figure A-5 : Contrainte de Von Mises au niveau de l'entaille pour – (a) 36 secondes ; (b) 6 minutes ; (c) 1 heure ; (d) vue d'ensemble

On peut également observer cette anisotropie sur la Figure A-6-c, puisque l'on constate que la déformation n'est pas homogène autour de l'entaille. Cette localisation peut aussi s'expliquer par les effets de bords issus de la simplification de la géométrie de calcul (huitième d'éprouvette). Enfin, la couronne bleue claire en Figure A-6-d représente une redistribution de champs de contrainte habituelle sur ce type d'éprouvette.

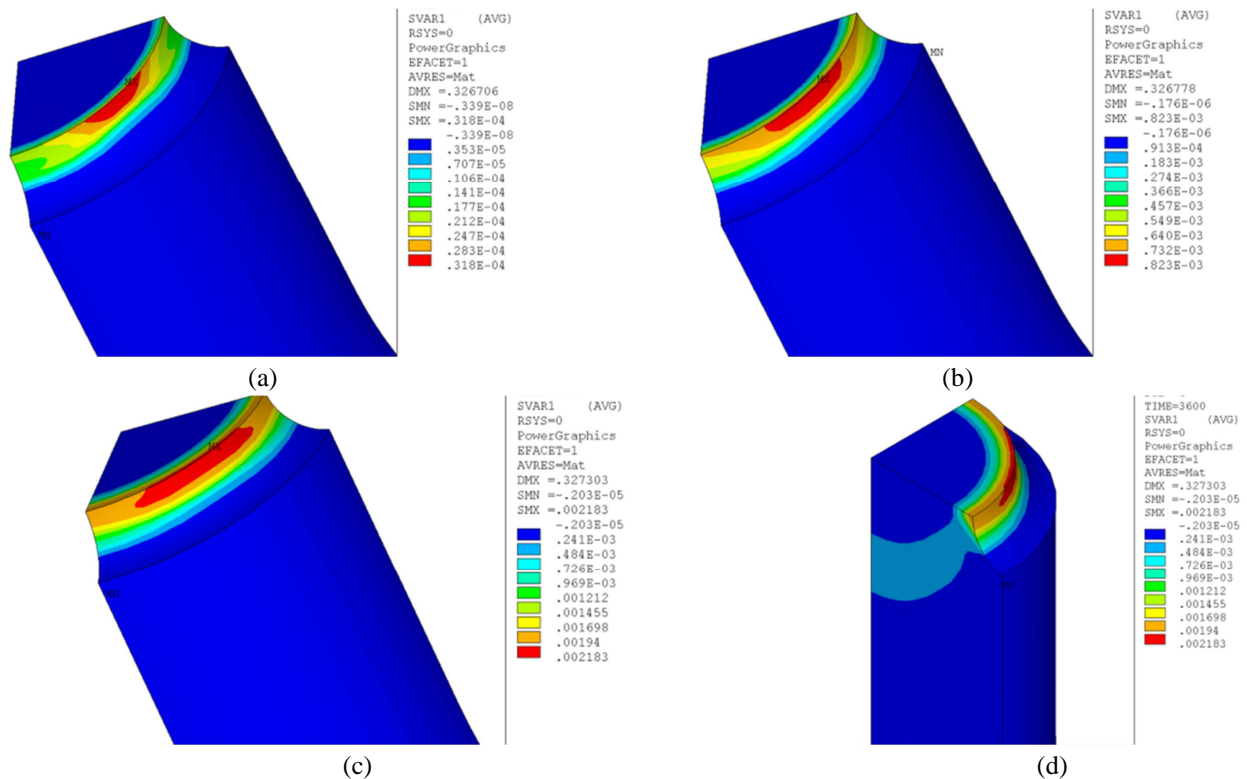


Figure A-6 : Déformation plastique cumulée au niveau de l'entaille pour – (a) 36 secondes ; (b) 6 minutes ; (c) 1 heure ; (d) vue d'ensemble

Cette simulation a permis d'évaluer la capacité du modèle POLYSTAR sur un cas test de calcul de structure, les résultats étant cohérent avec l'attendu. Néanmoins, il serait intéressant de continuer la simulation afin d'évaluer l'influence de la microstructure sur le comportement dans des conditions anisothermes.

3. Simulation avec microstructure hors équilibre

Un autre calcul a été effectué dans les mêmes conditions que le précédent mais sur une microstructure hors équilibre. Ainsi pendant la simulation, la microstructure évolue comme nous le montre la Figure A-7-a₁, b₁ et c₁ où la fraction volumique de précipités secondaires passe de 54.8% en Figure A-7-a₁ (36 secondes) à 45.2% en Figure A-7-c₁ (une heure). Les déformations plastiques cumulées associées à chaque étape de calcul sont présentées en regard de l'état de la microstructure en Figure A-7-a₂, b₂ et c₂.

En observant en parallèle la fraction volumique et la déformation plastique qui évoluent au cours du temps, on constate un couplage entre les deux entités. En effet, les zones de plus fortes déformations sont localisées dans les zones de plus grandes variations de fraction par rapport à l'équilibre. Les Equations (68) et (70) confirment ce couplage étroit entre la déformation plastique cumulée et la fraction volumique de précipités secondaires, ce couplage étant le fruit d'une des améliorations apportées à ce modèle lors de ces travaux de thèse (§II.2.2.1).

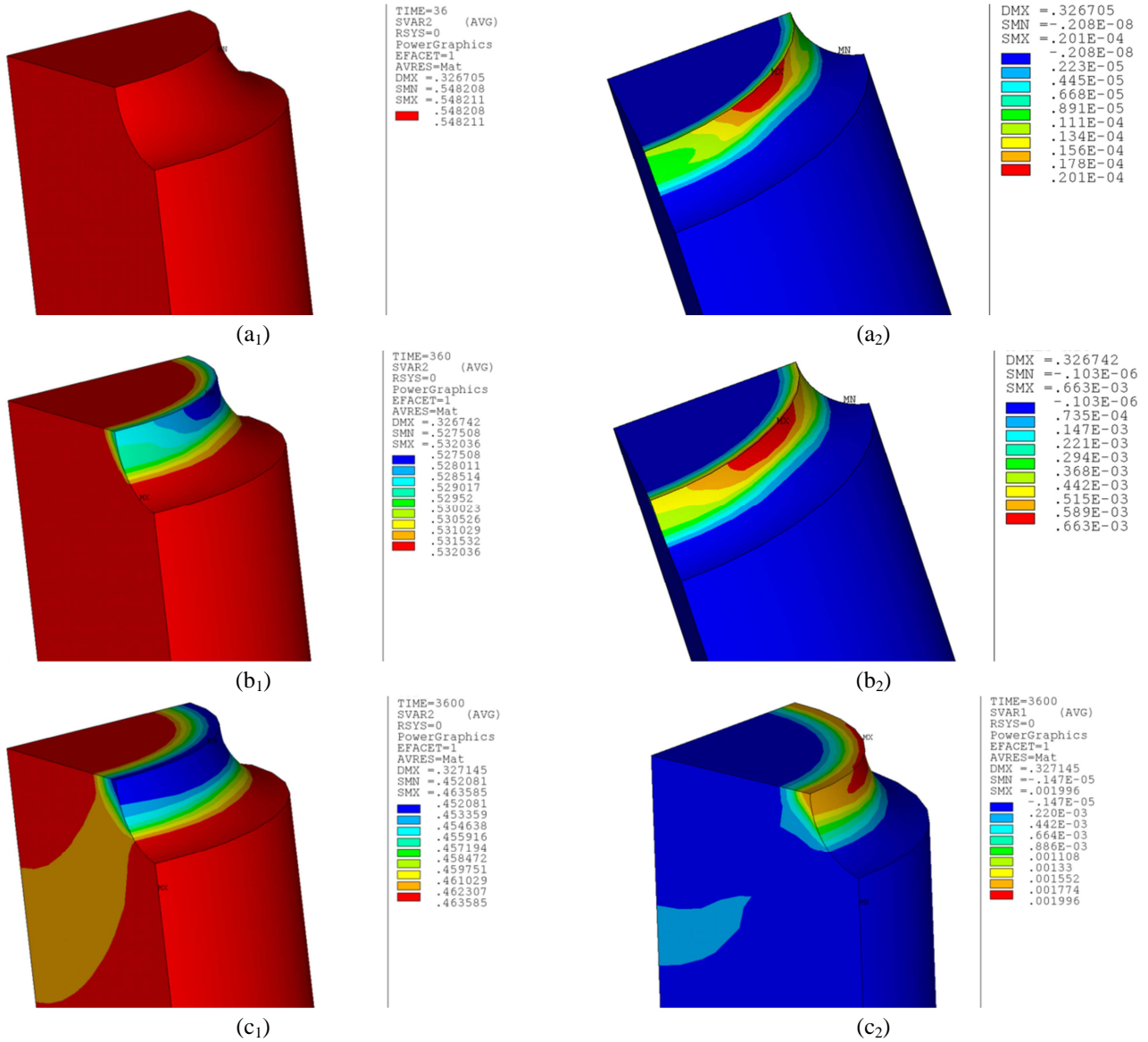


Figure A-7 : Fraction volumique de précipités et déformation plastique – (a_i) 36 secondes ; (b_i) 6 minutes ; (c_i) 1 heure

4. Comparaison sur des nœuds

Afin de mieux cerner l'influence de la microstructure de précipitation sur la déformation plastique cumulée, l'évolution de la contrainte de Von Mises et celle de la déformation sont comparées en deux nœuds situés en fond d'entaille pointés par les flèches rouges en Figure A-5-c. L'un est pris dans la zone fortement chargée de l'entaille et l'autre dans la zone faiblement chargée.

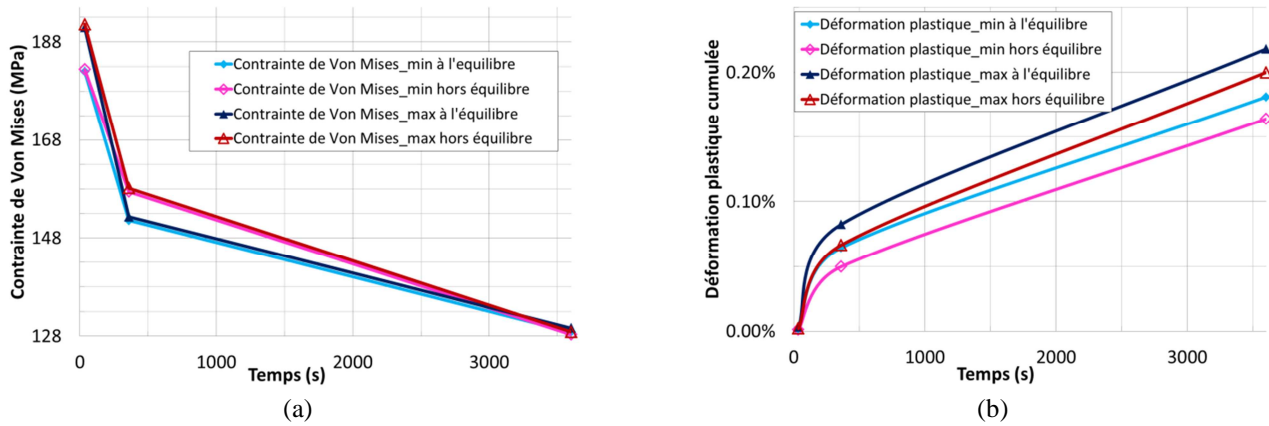


Figure A-8 : Evolution de la contrainte de Von Mises (a) et de la déformation plastique cumulée (b) pour deux points situés en fond d'entaille pour des microstructures à l'équilibre et hors équilibre

Résumé de la thèse intitulée:

« Modélisation du fluage des superalliages monocristallins : effet d'anisotropie et de microstructure »

Mots clés : Fluage, Anisothermie, Anisotropie, Microstructure γ/γ' , Comportement mécanique, Endommagement, Plasticité cristalline

La tenue au fluage des aubes de turbine haute pression est une problématique de premier ordre vis-à-vis de la certification d'un turbomoteur d'hélicoptère. Les excellentes propriétés mécaniques à hautes températures des superalliages monocristallins base nickel en font les matériaux les plus utilisés pour la fabrication de ces aubes. Pour ces composants, les exigences réglementaires de certification imposent la réalisation d'essais anisothermes, plus sévères que les conditions de fonctionnement en service, basés sur le mixage de différents régimes de fonctionnement d'un hélicoptère.

L'enjeu de cette thèse est de mieux prédire le comportement mécanique et la durée de vie de ces matériaux lors d'essais de certification des moteurs d'hélicoptères présentant des endommagements prépondérants de type fluage grâce à l'établissement d'un modèle de comportement et d'endommagement. Ce modèle doit intégrer les effets transitoires de comportement mécanique et les effets d'anisotropie ; il doit être prédictif en termes de durée de vie et doit être apte à modéliser de manière satisfaisante les allongements rencontrés lors de chargements complexes.

Le premier objectif a été d'étudier l'impact de l'anisotropie cristalline sur les propriétés en fluage isotherme, puis son impact en conditions de fluage anisotherme à haute température. Le second objectif fut la formulation d'une modélisation mécanique du comportement en fluage sous trajets de chargements complexes à l'aide du modèle POLYSTAR, modèle de plasticité cristalline couplé comportement/endommagement et enrichi de nouvelles variables internes représentant explicitement les évolutions rapides de microstructure.

The creep of high pressure turbine blades is a critical issue for the certification of a helicopter turboshaft engine. Due to their excellent mechanical properties at high temperatures, nickel-based single crystal superalloys are widely used for the manufacturing of these blades. For these components, certification requirements include non-isothermal conditions based on the mixing of different operating conditions (cruise, take-off ...), conditions much more damaging than standard isothermal conditions used conventionally in laboratories.

The aim of this thesis is to get a better prediction of the mechanical behavior and creep life of these materials during certification procedure of helicopter turboshaft engines under which creep is the main life limiting factor. For this, a new constitutive modeling approach has been used for the creep behavior and damage evolution. This model includes the impact of microstructure evolutions and the impact of the crystal anisotropy on the mechanical behavior and creep life.

The first objective was to study the impact of crystalline anisotropy on the isothermal creep properties and its impact in terms of non-isothermal creep at high temperatures. The second objective was to propose a mechanical modeling of the creep behavior under complex loads paths using POLYSTAR model, a crystal plasticity model including a coupling between creep behavior and creep damage and new internal variables explicitly representing rapid changes in the precipitation state.