



HAL
open science

Etude et modélisation des effets d'incursion à très haute température sur le comportement mécanique d'un superalliage monocristallin pour aubes de turbine

Jean-Briac Le Graverend

► **To cite this version:**

Jean-Briac Le Graverend. Etude et modélisation des effets d'incursion à très haute température sur le comportement mécanique d'un superalliage monocristallin pour aubes de turbine. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2013. Français. NNT : 2013ESMA0008 . tel-00834830

HAL Id: tel-00834830

<https://theses.hal.science/tel-00834830>

Submitted on 17 Jun 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.

THÈSE

Pour l'obtention du Grade de

DOCTEUR DE L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DE MÉCANIQUE ET D'AÉROTECHNIQUE

(Diplôme National - Arrêté du 7 août 2006)

École doctorale :

Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Énergétique et Aéronautique

Secteur de recherche: Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces

Présentée par :

Jean-Briac LE GRAVEREND

*Étude et modélisation des effets d'incursion à très haute
température sur le comportement mécanique d'un
superalliage monocristallin pour aubes de turbine*

Directeur de thèse: José MENDEZ - Co encadrants: Jonathan CORMIER
Franck GALLERNEAU
Serge KRUCH

Soutenue le 13 février 2013

devant la Commission d'Examen

Jury

| | | |
|-----------------------|---|------------|
| M. Eric Andrieu | Professeur à l'ENSIACET, Toulouse | Rapporteur |
| M. Rodrigue Desmorat | Professeur à l'ENS Cachan | Rapporteur |
| M. Georges Cailletaud | Professeur à l'ENS des Mines de Paris | Examineur |
| M. Pascal Chéreau | Expert matériaux DGA | Examineur |
| M. Bernard Fedelich | Ingénieur de recherche au BAM, Berlin | Examineur |
| Mme. Zéline Hervier | Ingénieur Mécanique des Matériaux à Turboméca | Examineur |
| M. Franck Gallerneau | Maître de recherche à l'ONERA | Examineur |
| M. José Mendez | Directeur de Recherche CNRS à l'Institut Pprime, Poitiers | Examineur |

Remerciements

Ce présent travail est le fruit d'une aventure commune entre le Département Matériaux et Structures Métalliques (ONERA) et le Laboratoire de Mécanique et de Physique des Matériaux (Institut P'-ENSMA). J'ai aussi pu jouir pendant ces trois années des riches expériences de ces derniers, ainsi que d'une grande liberté me permettant d'explorer les domaines passionnants de la Métallurgie et de la Mécanique. Cette thèse m'a permis d'évoluer et de vivre une expérience intellectuelle et humaine formidable, notamment grâce à toutes les personnes qui m'ont accompagné et que je tiens ici à remercier.

Il est d'usage de commencer par remercier les membres du jury mais je vais exceptionnellement déroger à cette règle pour remercier en premier lieu ma femme qui a été là dans les bons comme dans les mauvais moments en me soutenant inconditionnellement dans mon travail, en m'aidant pour les corrections de mon mémoire et en ne s'endormant pas (ou presque) lors de mes présentations portant sur les phases TCP.

Je tiens maintenant à remercier particulièrement les membres de mon jury qui ont accepté de lire et corriger ce mémoire. Ainsi, je remercie vivement Rodrigue Desmorat et Eric Andrieu d'avoir accepté de rapporter sur ce travail. Je remercie aussi Georges Cailletaud pour avoir accepté de présider mon jury ainsi que Bernard Fedelich, Pascal Chéreau et Zéline Hervier d'avoir accepté d'examiner mon travail.

Je tiens ensuite à remercier José Mendez, mon directeur de thèse, qui m'a toujours donné des conseils éclairés et précieux sur mon travail. Nous nous sommes peu vu, mais nos rencontres ont toujours été très productives et m'ont toujours revigoré grâce à ton rire communicatif.

Je remercie Franck Gallerneau et Serge Kruch, mes encadrants de thèse à l'ONERA, d'avoir toujours été disponibles pour répondre à mes interrogations sur les modèles ou pour leur soutien pour la fin de la rédaction qui a été intense.

Je tiens plus spécialement à remercier mon encadrant ENSMA Jonathan Cormier qui a toujours été là pour moi et m'a aiguillé tout en me laissant également beaucoup d'autonomie dans mes choix comme dans mes actions. Son aide m'a été très précieuse et nous avons créé des affinités scientifiques et amicales que j'espère conserver encore longtemps. En effet, notre collaboration a réellement débuté (en occultant volontairement les séances de musculations !) pendant le Bureau d'Étude à l'ENSMA qui portait déjà sur les aubes de turbines d'hélicoptère. Tu m'as transmis ta passion de la recherche, et notamment des superalliages monocristallins, en encadrant mon Projet de Fin d'Étude, puis ma thèse. Les nombreuses heures de discussions scientifiques m'ont permis de développer de nouvelles idées et d'aller vers de nouvelles thématiques ainsi que d'acquérir une nouvelle autonomie. Merci de m'avoir entraîné dans cette aventure intellectuelle.

Je tiens aussi à remercier Vincent Bonnard et Didier Pacou qui m'ont accueilli au labo-

ratoire d'essais mécanique à haute température et qui m'ont aidé à réaliser mes essais sur les machines hydrauliques. J'ai eu, grâce à vous et à Robin Degeilh, des moments exceptionnels de fou rire et je n'oublierais notamment pas le "*carrefour des idées*", point névralgique du développement scientifique à l'ONERA. Je remercie d'ailleurs Robin à la fibre linuxienne très développée et qui m'a bien souvent dépanné lors de mes nombreux bug informatique.

Je remercie aussi l'ensemble des équipes des deux laboratoires qui m'ont aidé et soutenu tout au long de ma thèse et plus particulièrement : Frédéric Feyel, Johan Rannou et Jean-Didier Garaud qui m'ont non seulement donné leurs conseils avisés concernant ZéBuLoN, mais également pallié à mes problèmes de matériel informatique, Catherine Ramusat qui m'a longuement appris à polir et à préparer les échantillons pour la microscopie électronique, Florence Hamon pour la microscopie électronique et les essais sur les bancs de fluage et Patrick Villechaise pour les mesures EBSD et les conseils apportés sur les désormais célèbres phases T.C.P. J'adresse également mes remerciements à Pierre Caron et Jean-Louis Chaboche avec lesquels j'ai toujours apprécié discuter des thématiques de mon étude.

Enfin, l'utilisation de moyens technologiques complexes tels que la tomographie X ou le synchrotron n'aurait pas été possible sans l'aide de Jérôme Adrien de l'INSA de Lyon et Alain Jacques, Olivier Ferry et Thomas Schenk de l'Institut Jean Lamour de Nancy. Je les remercie donc pour leur aide et leur confiance.

Je n'oublie pas non plus les autres doctorants de l'ONERA : Jean-Roch Vaunois, Dominique Geoffroy, Alexandre Itchlev, Teddy Chantrai et Noémi Rakotomalala ou de l'ENSMA : Rémi Giraud, Fanny Riallant et Julien Ghigli, avec qui j'ai passé des moments mémorables.

Pour conclure, je remercie pour leur soutien ceux qui ont été là pour moi depuis longtemps à savoir ma mère, mon grand-père et la famille de ma femme.

“Inventer, c’est penser à côté”

Albert Einstein

| | |
|---|----------|
| Introduction générale | 1 |
| 1 Étude bibliographique sur le comportement mécanique et les évolutions de microstructures des superalliages monocristallins | 5 |
| Introduction | 7 |
| Généralités | 7 |
| 1.1 Mécanismes de déformation et modes de durcissement des superalliages monocristallins | 10 |
| 1.1.1 Mécanismes de déformation des superalliages monocristallins | 11 |
| 1.1.1.1 Mécanismes de déformation de la phase γ | 11 |
| 1.1.1.2 Mécanismes de déformation de la phase γ' | 12 |
| 1.1.1.3 Contrôle de la surface de charge par les dislocations | 14 |
| 1.1.1.4 Formation de réseaux de dislocations à l'interface γ/γ' | 16 |
| 1.1.2 Modes de durcissement | 16 |
| 1.1.2.1 Durcissement structural : contrainte d'Orowan | 16 |
| 1.1.2.2 Contraintes de cohérence et influence du désaccord paramétrique de mailles | 18 |
| 1.1.2.3 Durcissement par effet d'ordre et rôle de l'énergie de paroi d'antiphase | 20 |
| 1.1.2.4 Durcissement par écrouissage | 22 |
| 1.1.3 Conclusion | 22 |
| 1.2 Évolutions microstructurales dans les superalliages monocristallins | 23 |
| 1.2.1 Mise en radeaux de la phase γ' | 23 |
| 1.2.1.1 Description du mécanisme de mise en radeaux | 23 |
| 1.2.1.2 Mise en radeaux sous sollicitation de fluage | 25 |
| 1.2.1.3 Mise en radeaux sous sollicitation de fatigue | 28 |
| 1.2.1.4 Mise en radeaux sous chargement mécanique multiaxial | 29 |
| 1.2.1.5 Forces motrices mises en jeu pour la mise en radeaux | 31 |
| 1.2.1.6 Plasticité et mise en radeaux | 33 |
| 1.2.2 Dissolution/précipitation de la phase γ' | 35 |
| 1.2.3 Précipitation de phases intermétalliques | 37 |
| 1.2.4 Formation de pores dans les superalliages | 40 |

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1.2.5 | Conclusion | 43 |
| 1.3 | Influence de la microstructure sur le comportement mécanique | 43 |
| 1.3.1 | Influence de la mise en radeaux | 43 |
| 1.3.1.1 | Influence sur le comportement en fluage | 44 |
| 1.3.1.2 | Influence sur le comportement monotone et cyclique | 46 |
| 1.3.1.3 | Influence de la microstructure sur la résistance en fatigue | 47 |
| 1.3.2 | Influence de l'orientation cristalline sur le comportement et la durée de vie | 48 |
| 1.3.2.1 | Influence sur les propriétés en traction | 48 |
| 1.3.2.2 | Influence sur les propriétés en fluage pur | 50 |
| 1.3.2.3 | Influence sur les propriétés en fatigue et en fatigue/temps de maintien | 51 |
| 1.3.3 | Conclusion | 53 |
| 1.4 | Modèles de comportement et d'endommagement pour les superalliages monocristallins | 54 |
| 1.4.1 | Modélisation : quelle voie suivre ? | 54 |
| 1.4.2 | Base de la plasticité cristalline | 55 |
| 1.4.3 | Modèles de plasticité cristalline prenant en compte les évolutions microstructurales | 58 |
| 1.4.3.1 | Modèle de Cassenti et Staroselsky | 58 |
| 1.4.3.2 | Modèle de Fedelich | 59 |
| 1.4.3.3 | Modèle de Tinga | 63 |
| 1.4.3.4 | Modèle de Cormier et Cailletaud | 64 |
| 1.4.4 | Conclusion | 65 |
| | Synthèse | 65 |
| 2 | Étude expérimentale de l'impact de surchauffes à des températures proches du solvus sur le comportement et l'endommagement en fluage et en fatigue/fluage | 67 |
| | Introduction | 69 |
| 2.1 | Évolution des paramètres de maille au cours d'un essai de fluage anisotherme | 69 |
| 2.1.1 | Présentation des essais mécaniques | 69 |
| 2.1.2 | Méthodologie de dépouillement | 72 |
| 2.1.3 | Résultats expérimentaux | 74 |
| 2.1.4 | Validation de la cinétique de dissolution de la phase γ' | 76 |
| 2.1.5 | Discussion | 76 |
| 2.1.6 | Conclusion | 80 |
| 2.2 | Essais de fluage anisothermes | 80 |
| 2.2.1 | Techniques expérimentales de réalisation d'essais de fluage anisothermes | 81 |
| 2.2.1.1 | Bancs de fluage avec four à lampes | 81 |
| 2.2.1.2 | Banc <i>THALIE</i> | 81 |
| 2.2.1.3 | Procédures d'essais | 83 |
| 2.2.2 | Résultats expérimentaux | 84 |
| 2.2.2.1 | Essais de fluage à contrainte constante avec une surchauffe de courte durée | 84 |
| 2.2.2.2 | Essais complexes : double surchauffe et chargement variable | 89 |
| 2.2.3 | Lien entre microstructure et DDV | 90 |
| 2.2.4 | Discussion | 92 |
| 2.2.5 | Conclusion | 95 |

| | | |
|---------|---|-----|
| 2.3 | Essais complexes avec surchauffe de fatigue/fluage et de traction-cyclage-relaxation | 95 |
| 2.3.1 | Techniques expérimentales de conduite d'essais anisothermes complexes de fatigue/fluage et de traction-cyclage-relaxation | 95 |
| 2.3.1.1 | Mesures de la température | 96 |
| 2.3.1.2 | Mesures de la déformation | 98 |
| 2.3.2 | Résultats expérimentaux | 98 |
| 2.3.2.1 | Essais de fatigue/fluage | 98 |
| 2.3.2.2 | Essais complexes de traction-cyclage-relaxation | 106 |
| 2.3.3 | Lien entre microstructure et DDV | 109 |
| 2.3.4 | Discussion | 110 |
| 2.3.5 | Conclusion | 117 |
| | Synthèse | 118 |

3 Évolutions microstructurales et modes endommagement en fluage à haute température 119

| | | |
|---------|---|-----|
| | Introduction | 121 |
| 3.1 | Étude de l'influence de la phase intermétallique μ sur la microstructure de l'alliage sous chargement de fluage | 121 |
| 3.1.1 | Modélisations Éléments Finis | 123 |
| 3.1.2 | Choix d'une loi de comportement pour la phase μ | 125 |
| 3.1.3 | Exploitation du modèle numérique et comparaison avec l'expérience | 126 |
| 3.1.3.1 | Microstructures γ/γ' en interaction avec des particules de phase μ | 126 |
| 3.1.3.2 | Cas d'une aiguille isolée de phase μ | 127 |
| 3.1.3.3 | Cas de deux particules μ parallèles | 131 |
| 3.1.3.4 | Cas de trois particules μ présentant un angle de 112° entre elles | 133 |
| 3.1.3.5 | Interactions complexes entre une particule de phase μ et deux pores | 133 |
| 3.1.3.6 | Discussion | 133 |
| 3.1.4 | Conclusion | 137 |
| 3.2 | Endommagement phénoménologique par les pores sous chargement de fluage | 138 |
| 3.2.1 | Présentation des essais | 138 |
| 3.2.2 | Méthode de dépouillement | 139 |
| 3.2.3 | Analyses tomographiques et endommagement mécanique | 140 |
| 3.2.3.1 | Nucléation/croissance des pores en fluage à haute température | 144 |
| 3.2.3.2 | Étude du phénomène de striction par des mesures tomographiques à haute résolution | 147 |
| 3.2.3.3 | Modèle d'endommagement en lien avec l'évolution de la porosité obtenue par tomographie X | 150 |
| | Cumul linéaire du dommage de fluage | 151 |
| | Cumul non-linéaire du dommage de fluage | 155 |
| 3.2.4 | Conclusion | 156 |
| 3.3 | Analyse de l'endommagement et de la dispersion à rupture en fluage isotherme | 157 |
| 3.3.1 | Dépouillement des essais et observations microstructurales | 158 |
| 3.3.2 | Résultats quantitatifs des analyses d'images | 159 |
| 3.3.3 | Discussion | 159 |
| 3.3.4 | Conclusion | 164 |
| | Synthèse | 166 |

| | |
|--|------------|
| 4 Développement d'un modèle couplé comportement/endommagement visco-plastique avec effet d'histoire de la température | 167 |
| Introduction | 170 |
| 4.1 Développement du modèle | 170 |
| 4.1.1 Bases du modèle couplé comportement/endommagement visco-plastique | 171 |
| 4.1.2 Écrouissage isotrope en lien avec les évolutions microstructurales | 172 |
| 4.1.2.1 Description de la coalescence isotrope des précipités γ' secondaires | 173 |
| 4.1.2.2 Description de la coalescence orientée des précipités γ' secondaires | 174 |
| 4.1.3 Écrouissage cinématique et effet d'histoire de la température | 176 |
| 4.1.4 Synthèse des équations du modèle et des paramètres matériau | 176 |
| 4.2 Identification du modèle | 178 |
| 4.2.1 Essais rapides sans effet du temps à 1050°C | 179 |
| 4.2.2 Essais lents avec effet du temps à 1050°C | 182 |
| 4.2.2.1 Viscosité-Loi de Norton | 182 |
| 4.2.2.2 Simulation de l'évolution de la largeur des couloirs de matrice γ sous chargement de fluage | 184 |
| 4.2.2.3 Simulation de l'évolution de la largeur des couloirs de matrice γ sous chargement cyclique | 184 |
| 4.2.2.4 Essais de fluage et de relaxation | 186 |
| 4.2.3 Identification du modèle à 1200°C | 189 |
| 4.2.4 Valeurs des paramètres identifiés à 1050°C et à 1200°C | 191 |
| 4.3 Simulations d'essais isothermes complexes à 1050°C | 191 |
| 4.3.1 Essais cycliques | 191 |
| 4.3.2 Cas de l'orientation cristalline $\langle 111 \rangle$ | 192 |
| 4.4 Simulations d'essais anisothermes avec effet d'histoire de la température | 196 |
| 4.4.1 Retour sur l'identification des paramètres | 196 |
| 4.4.2 Simulations d'essais complexes de fluage et de fatigue/fluage avec O.E.I. | 200 |
| 4.4.2.1 Essais de fluage pur | 200 |
| 4.4.2.2 Essais de fatigue/temps de maintien | 202 |
| 4.4.3 Essais de fluage cyclés thermiquement | 204 |
| 4.5 Application du modèle à un essai avec surchauffe sur une éprouvette bi-entallée | 205 |
| 4.5.1 Motivation et conditions d'essai | 205 |
| 4.5.2 Observations microstructurales et analyses d'images | 207 |
| 4.5.3 Analyses EBSD | 210 |
| 4.5.4 Discussion et calcul EF | 212 |
| 4.5.4.1 Maillage et conditions limites | 212 |
| 4.5.4.2 Validation de la formulation du $f_{thermique}$ | 214 |
| 4.5.4.3 Simulations et microstructures | 216 |
| 4.5.5 Conclusion | 219 |
| 4.6 Retour sur la modélisation de la viscosité et de l'endommagement | 219 |
| Synthèse | 219 |
| Conclusion générale | 222 |
| A Principe de fonctionnement d'un essai sous rayonnement synchrotron | 227 |
| A.1 Description d'un synchrotron | 227 |
| A.2 Description du diffractomètre à trois cristaux (TCD) | 229 |

| | |
|--|------------|
| B Géométries et orientations des éprouvettes | 231 |
| C Moyen de chauffage par induction | 235 |
| D Principe de fonctionnement d'un essai de tomographie d'absorption | 239 |
| D.1 Présentation de la tomographie d'absorption | 239 |
| D.2 Description de l'étude de tomographie | 240 |
| E Base expérimentale d'identification du modèle de mise en radeaux | 243 |
| F Propriétés du MC2 | 247 |
| G Équations du modèle <i>Polystar</i> | 249 |
| H Facteurs de Schmid et loi micromécanique | 251 |
| I Observations de l'éprouvette entaillée | 253 |
| J Production scientifique associée à ce travail de thèse | 255 |

Les turbines à gaz sont des systèmes de propulsion essentiellement utilisés dans l'aviation. Il s'agit des plus anciens systèmes de moteur à réaction. L'inventeur français Maxime Guillaume dépose en mai 1921 un brevet concernant son principe "Propulsion par réaction sur air". Il sera ensuite développé indépendamment par deux ingénieurs dans les années 1930 : Sir Frank Whittle en Grande-Bretagne et Haus von Ohain en Allemagne. Ce dernier fait voler le premier turbo-réacteur, le HeS3, sur le Heinkel He 178 en Août 1939 (figure 1).



Figure 1 – Premier vol d'un avion à réaction en Août 1939, le Heinkel He 178 [Image Heinkel He 178 39].

C'est grâce à l'apparition des turbomoteurs que l'hélicoptère va se développer. En effet, cette technologie permet de produire suffisamment de puissance pour le développement d'appareils plus lourds, plus rapides et plus fiables.

Problématique industrielle et motivation académique

Les turbomoteurs d'aujourd'hui sont des machines particulièrement complexes regroupant un grand nombre de sous-systèmes (figure 2(a)). La fabrication et l'exploitation des turbomoteurs nécessitent des connaissances techniques parmi les plus pointues dans des domaines tels que la mécanique des fluides, la thermodynamique, l'automatique, l'acoustique ou encore la science des matériaux. En effet, un turbomoteur comporte un ou plusieurs étages de compresseur et de turbine de part et d'autre d'une chambre de combustion (figure 2(b)). De grandes quantités d'air sont aspirées par le compresseur qui va graduellement augmenter sa pression. L'air comprimé est ensuite envoyé dans une chambre de combustion. Là, il est mélangé à du kérosène de manière à constituer un mélange explosif. Ce mélange, après combustion, produit une grande quantité de gaz chauds violemment éjectés vers la tuyère. Ces gaz entraînent simultanément la turbine haute pression qui entraîne le compresseur et la turbine basse pression

(appelée aussi turbine libre). Cette dernière, reliée à une boîte de réduction, entraîne les rotors de l'hélicoptère. Une poussée résiduelle, en sortie de tuyère, serait préjudiciable au maintien du vol stationnaire et au rendement du moteur. Pour améliorer la stabilité, l'évacuation des gaz est effectuée au travers de deux tuyères de directions opposées, pour les hélicoptères bimoteurs, afin d'annuler leurs effets.

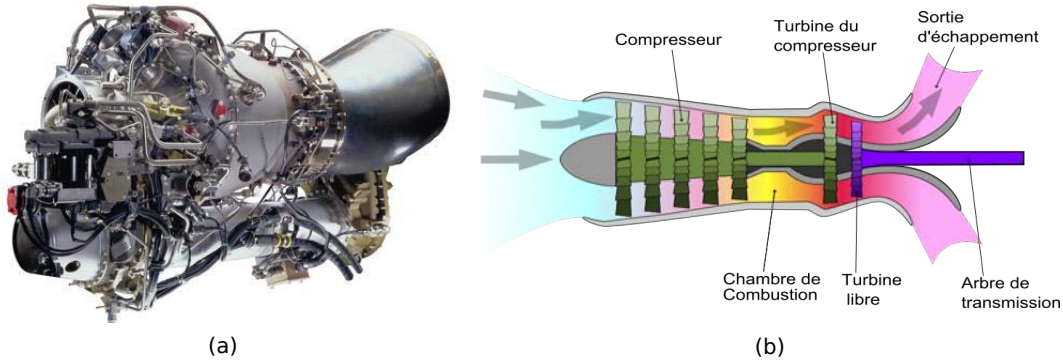


Figure 2 – (a) Turbomoteur Arriel 2C [Image Arriel 2C 77] et (b) Schéma d'un turbomoteur d'hélicoptère [Image Turbomoteur 09].

Les aubes de turbine haute pression (HP) des turbomoteurs, situées en sortie de chambre de combustion, subissent des chargements thermiques et mécaniques complexes dans des conditions extrêmes (oxydation, hautes températures). Ce sont donc les aubes qui conditionnent, en partie, le rendement de la turbomachine. Il semble donc naturel qu'une préoccupation des motoristes porte sur l'amélioration du rendement des turbomoteurs i.e. l'obtention d'une température de sortie des gaz brûlés la plus élevée possible. La recherche de cette température optimale passe par le contrôle de la tenue mécanique des composants à haute température. C'est dans ce contexte que les superalliages base nickel ont été développés. Ces derniers ont connu une évolution importante en devenant monocristallins (i.e. sans joint de grain). Ils présentent des propriétés thermiques et mécaniques accrues et évitent l'endommagement intergranulaire (cas des superalliages polycristallins). En effet, ils sont capables de résister à de forts niveaux de contraintes mécaniques, dus à la rotation rapide de l'étage Haute Pression (jusqu'à 50 000 tours/minutes), et thermiques en opérant à des températures nominales de l'ordre de 1050°C.

Cependant, une nouvelle problématique a vu le jour avec l'émergence de régimes de fonctionnement extrêmes pour les aubes de turbines d'hélicoptère bimoteur tels que les régimes connus sous l'acronyme O.E.I. ("*One Engine Inoperative*"). Ces régimes d'urgence sont rencontrés en service lorsque l'un des deux moteurs vient à s'arrêter. Un surcroît de puissance doit être fourni par le moteur encore en fonctionnement entraînant à la fois une augmentation rapide de la température en entrée de turbine (passage de 1050°C à 1200°C en 4 à 5 secondes au niveau des aubes) et une augmentation de la vitesse de rotation des pales (augmentation de la contrainte de l'ordre de 5 MPa pour les sections d'aubes les plus endommageables). Les motoristes doivent désormais démontrer la fiabilité des turbomoteurs d'hélicoptères vis-à-vis de ces régimes extrêmes lors des procédures de certification. Ces régimes O.E.I. peuvent donc être introduits en divers instants lors d'un essai de certification (début, mi-vie, fin de vie, ...) et de manière répétée. Il est donc nécessaire d'étudier et de modéliser les effets des incursions à haute et très haute température sur la microstructure du matériau et ses conséquences sur le comportement mécanique et l'endommagement des superalliages monocristallins afin de garantir la tenue des composants pendant et après des surchauffes de courte durée.

Comportement et endommagement lors d'essais mécaniques anisothermes

Le comportement et l'endommagement mécanique des superalliages monocristallins ont déjà fait l'objet de nombreuses études dans le cas isotherme. Cependant, le cas anisotherme considéré ici est encore peu expliqué et compris. Des essais de fluage anisothermes sur le superalliage monocristallin MC2 non revêtu et revêtu à 1050°C sous 140 MPa ont montré qu'une surchauffe entraîne une diminution de la durée de vie résiduelle [Cormier 06]. A contrario, une étude menée dans les mêmes conditions de température et de contrainte sur le superalliage monocristallin MCNG a montré que la surchauffe peut avoir un impact bénéfique sur la durée de vie résiduelle en fonction de la durée de pré-endommagement mécanique [Arnoux 09].

Ces constats ont permis d'élaborer un modèle cristallin couplé comportement/endommagement qui rend compte des effets de transitoires de microstructures, comme la dissolution/précipitation de la phase γ' , pour rendre compte des effets de transitoire de comportement mécanique [Cormier 10a]. Ce modèle permet d'autre part de rendre compte de l'influence de la durée de la surchauffe sur la durée de vie résiduelle en fluage. Ce type de modèle écrit à l'échelle des systèmes de glissement est dit micromécanique et consiste à introduire une ou plusieurs variable(s) interne(s) décrivant les évolutions microstructurales. La même démarche a déjà été suivie par Fedelich et Tinga pour retranscrire le phénomène de mise en radeaux responsable de l'adoucissement mécanique observé lors des essais de fluage [Fedelich 09, Tinga 09a]. En effet, sous chargement de fluage à haute température, Fredholm et Ayrault ont notamment montré que les précipités γ' ont tendance à coalescer de façon anisotrope pour former des plaquettes [Fredholm 87, Ayrault 89]. L'orientation de ces plaquettes dépend de paramètres matériau (désaccord paramétrique entre les deux phases, leurs propriétés élastiques) mais essentiellement de la déformation plastique de la matrice γ et du signe de la contrainte appliquée.

Cependant, en dépit de ces études, il n'existe pas, à l'heure actuelle, de modèle micromécanique rendant compte des effets d'histoire de la température sur les évolutions microstructurales du matériau (dissolution/précipitation de la phase γ' , mise en radeaux, mécanisme de restauration des structures de dislocation ...) impactant le comportement mécanique et de l'endommagement lors d'essais anisothermes. Il s'avère de plus nécessaire de développer un cadre de modélisation permettant de mieux simuler les cinétiques d'évolution microstructurale en fonction des vitesses de chargement.

Axes de recherche

Une démarche multi-échelle a été suivie au cours de cette thèse et les échelles qui ont été considérées sont les suivantes :

- L'échelle **microscopique** par l'obtention des évolutions des paramètres de maille des différentes phases et donc des contraintes internes générées dans le matériau lors de transitoires de température ainsi que des densités de dislocations pour chaque phase,
- L'échelle **mésoscopique** avec l'étude de l'impact de la mise en radeaux, de la précipitation/dissolution des fins précipités de γ' et de l'évolution des porosités sur les propriétés mécaniques à haute température,
- L'échelle **macroscopique** par l'étude de la répercussion des phénomènes se produisant aux échelles inférieures sur le comportement mécanique global moyenné du superalliage monocristallin.

Cette démarche a permis de dégager les principaux facteurs contrôlant les mécanismes de

déformation des superalliages monocristallins, les évolutions microstructurales effectives à haute température et les impacts de ceux-ci sur le comportement et l'endommagement du matériau (Chapitre 1).

En effet, grâce à un suivi *in situ* par diffraction de rayons X de haute énergie en rayonnement synchrotron lors d'essais de fluage à haute température comprenant des surchauffes à différents niveaux, l'historique des évolutions des paramètres de maille de γ et γ' ainsi que les évolutions de la fraction volumique et des densités de dislocations des phases γ et γ' ont été déterminées. Si le niveau de température de la surchauffe joue un rôle sur l'évolution des contraintes de cohérence, les évolutions de microstructure γ/γ' lors des essais de fluage et de fatigue/temps de maintien ont aussi un effet non-négligeable sur la durée de vie et le comportement post-surchauffe du matériau (Chapitre 2).

L'état de microstructure γ/γ' a donc une influence prononcée sur l'évolution du dommage lors des essais isothermes et anisothermes. Ainsi, deux discontinuités volumiques de microstructure γ/γ' , considérées comme des sites préférentiels de développement du dommage, ont été étudiées : les phases intermétalliques μ aiguillées et les pores. Il a été déterminé, dans un premier temps, comment les phases intermétalliques μ influent sur la microstructure locale γ/γ' (épaisseur et orientation) ainsi que leur zone d'influence via des calculs éléments finis. L'évolution de la porosité au cours des essais de fluage à haute température a été obtenue par des analyses de tomographie à rayons X. En effet, la diminution de la section résistante, liée à la nucléation/croissance des pores, mène à la rupture finale des éprouvettes. Il est donc important d'étudier leurs cinétiques d'évolution en fonction de la température, du temps et du chargement appliqués. Ces deux études ont abouti à l'obtention d'un nouveau paramètre prenant en compte à la fois la fraction de phase intermétallique, la fraction de pores et la fraction de microstructure γ/γ' endommagée aux voisinages de ces derniers au cours de l'essai. Ce paramètre a été développé afin d'expliquer la dispersion de durée de vie en fluage pour une unique condition de température/contrainte (Chapitre 3).

Le couplage expérience/modélisation a été nécessaire pour mieux comprendre et rendre compte de l'évolution de la microstructure du matériau, afin d'accroître le caractère prédictif des modèles macroscopiques actuels. Ceci a permis d'élaborer, dans un cadre de modélisation de viscoplasticité cristalline, un nouveau modèle de mise en radeaux dépendant de la vitesse de sollicitation et une nouvelle formulation de l'écrouissage prenant en compte l'état microstructural. Ce modèle a été testé en un point de Gauss sur divers types d'essais (fluage, traction, essais cycliques, relaxation, etc.), puis appliqué sur un cas complexe à l'échelle de la structure tel qu'une sollicitation de fluage avec une surchauffe de courte durée à 1200°C sur une éprouvette bi-entaillée générant une forte multiaxialité des contraintes en fond d'entaille (Chapitre 4).

Ce mémoire propose donc de mettre en évidence les mécanismes physiques élémentaires dominants aux échelles les plus fines lors d'essais complexes avec effet d'histoire de la température afin de nourrir les modélisations du comportement et de l'endommagement du superalliage monocristallin aux échelles supérieures, celles de l'ingénieur en particulier.

Étude bibliographique sur le comportement mécanique et les évolutions
de microstructures des superalliages monocristallins

Sommaire

| | |
|---|-----------|
| Introduction | 7 |
| Généralités | 7 |
| 1.1 Mécanismes de déformation et modes de durcissement des superalliages monocristallins | 10 |
| 1.1.1 Mécanismes de déformation des superalliages monocristallins | 11 |
| 1.1.1.1 Mécanismes de déformation de la phase γ | 11 |
| 1.1.1.2 Mécanismes de déformation de la phase γ' | 12 |
| 1.1.1.3 Contrôle de la surface de charge par les dislocations | 14 |
| 1.1.1.4 Formation de réseaux de dislocations à l'interface γ/γ' | 16 |
| 1.1.2 Modes de durcissement | 16 |
| 1.1.2.1 Durcissement structural : contrainte d'Orowan | 16 |
| 1.1.2.2 Contraintes de cohérence et influence du désaccord paramétrique de mailles | 18 |
| 1.1.2.3 Durcissement par effet d'ordre et rôle de l'énergie de paroi d'antiphase | 20 |
| 1.1.2.4 Durcissement par écrouissage | 22 |
| 1.1.3 Conclusion | 22 |
| 1.2 Évolutions microstructurales dans les superalliages monocristallins 23 | |
| 1.2.1 Mise en radeaux de la phase γ' | 23 |
| 1.2.1.1 Description du mécanisme de mise en radeaux | 23 |
| 1.2.1.2 Mise en radeaux sous sollicitation de fluage | 25 |
| 1.2.1.3 Mise en radeaux sous sollicitation de fatigue | 28 |
| 1.2.1.4 Mise en radeaux sous chargement mécanique multiaxial | 29 |
| 1.2.1.5 Forces motrices mises en jeu pour la mise en radeaux | 31 |
| 1.2.1.6 Plasticité et mise en radeaux | 33 |
| 1.2.2 Dissolution/précipitation de la phase γ' | 35 |
| 1.2.3 Précipitation de phases intermétalliques | 37 |
| 1.2.4 Formation de pores dans les superalliages | 40 |
| 1.2.5 Conclusion | 43 |

| | | |
|------------|--|-----------|
| 1.3 | Influence de la microstructure sur le comportement mécanique . . | 43 |
| 1.3.1 | Influence de la mise en radeaux | 43 |
| 1.3.1.1 | Influence sur le comportement en fluage | 44 |
| 1.3.1.2 | Influence sur le comportement monotone et cyclique | 46 |
| 1.3.1.3 | Influence de la microstructure sur la résistance en fatigue . . | 47 |
| 1.3.2 | Influence de l'orientation cristalline sur le comportement et la durée de vie | 48 |
| 1.3.2.1 | Influence sur les propriétés en traction | 48 |
| 1.3.2.2 | Influence sur les propriétés en fluage pur | 50 |
| 1.3.2.3 | Influence sur les propriétés en fatigue et en fatigue/temps de maintien | 51 |
| 1.3.3 | Conclusion | 53 |
| 1.4 | Modèles de comportement et d'endommagement pour les superalliages monocristallins | 54 |
| 1.4.1 | Modélisation : quelle voie suivre ? | 54 |
| 1.4.2 | Base de la plasticité cristalline | 55 |
| 1.4.3 | Modèles de plasticité cristalline prenant en compte les évolutions microstructurales | 58 |
| 1.4.3.1 | Modèle de Cassenti et Staroselsky | 58 |
| 1.4.3.2 | Modèle de Fedelich | 59 |
| 1.4.3.3 | Modèle de Tinga | 63 |
| 1.4.3.4 | Modèle de Cormier et Cailletaud | 64 |
| 1.4.4 | Conclusion | 65 |
| | Synthèse | 65 |

Introduction

On présentera dans ce chapitre les mécanismes fondamentaux régissant le comportement et les évolutions microstructurales des superalliages monocristallins, au centre de cette étude.

Après avoir présenté, de manière générale, les superalliages monocristallins et plus spécifiquement les alliages de première génération comme le MC2 ou l'AM1, la suite du chapitre sera dédiée à la présentation des caractéristiques du matériau étudié en lien avec ses propriétés mécaniques. Ainsi, la première partie présentera les mécanismes de déformation plastique et les modes de durcissement effectifs dans les superalliages pour les deux phases qui composent le matériau (γ et γ').

Ces mécanismes sont responsables des diverses évolutions microstructurales qui peuvent se produire dans les superalliages monocristallins lorsque ceux-ci sont soumis à une sollicitation thermique et/ou mécanique. La précipitation de la phase intermétallique μ ainsi que de la formation des pores seront donc présentées dans la deuxième partie. Cependant, l'évolution morphologique majeure de la phase durcissante γ' , mécanisme de coalescence des précipités connu sous le nom de mise en radeaux, a été traitée avec une attention particulière car ce phénomène a joué un rôle prépondérant tout au long de cette étude.

Ces évolutions morphologiques ont une influence sur le comportement mécanique du matériau. Pour cela, une étude de l'influence de la mise en radeaux et de l'orientation cristalline sera effectuée dans la troisième partie afin de déterminer leurs rôles joués sur la réponse mécanique lors de sollicitations de type traction, fluage ou fatigue LCF.

Ainsi, les modèles de plasticité cristalline, couplés comportement/endommagement à variables internes rendant compte explicitement des évolutions microstructurales modifiant le comportement et la durée de vie du matériau, seront présentés dans la dernière partie de ce chapitre.

Généralités

L'alliage MC2, au cœur de cette étude, est un superalliage base nickel, dit à durcissement structural, dont la composition chimique est donnée par la table 1.1. Les autres éléments d'alliage tels que Si, P, Mn, etc... doivent être dans des proportions les plus faibles possibles pour rester dans les normes du brevet même si on sait que l'élément Si permet d'améliorer les propriétés en oxydation ou la tenue d'un revêtement protecteur à haute température. L'alliage MC2 est d'ailleurs utilisé par les entreprises Siemens et Alstom pour des applications de turbines industrielles dans une version dopée en Si et/ou Hf (alliage MD2 et MC2+ respectivement).

| Élément | Ni | Cr | Co | Mo | W | Al | Ti | Ta |
|---|------|------|-----|------|-----|------|-----|-----|
| Composition nominale de l'alliage MC2 (%) | Base | 8 | 5 | 2 | 8 | 5 | 1,5 | 6 |
| 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 |

Table 1.1 – Composition chimique de l'alliage MC2 (% pds) et des phases γ et γ' (% at) [Caron 95] déterminée par analyse à la sonde atomique [Duval 94].

Chacun des éléments entrant dans la composition du MC2 présente un intérêt vis-à-vis du comportement mécanique du matériau :

- L'aluminium a un rôle de protection vis-à-vis de l'oxydation, par formation rapide en surface du matériau d'une couche continue d'alumine (Al_2O_3), et favorise le durcissement en étant un des éléments moteur de la précipitation de la phase $\gamma'(Ni_3Al)$.
- Le titane et le tantale sont γ' -gènes et jouent un rôle dans le durcissement de la phase γ' en se substituant à l'aluminium. De plus, ils assurent une meilleure stabilité thermique que Ni_3Al pur dans le domaine de température allant de 750°C à 1100°C.
- Les éléments tels que le molybdène et le tungstène apportent un durcissement de la solution solide : essentiellement dans la matrice γ ($NiAl$) pour le molybdène, alors que le tungstène durcit les deux phases γ et γ' .
Les éléments lourds, ainsi que le chrome, ont en revanche l'aptitude à précipiter sous forme de phases topologiquement compactes T.C.P (" *Topologically Close-Packed* ") dites σ et μ et qui peuvent s'avérer fragilisantes pour le matériau sous certaines conditions de sollicitation.
- Le chrome ségrège fortement dans la phase γ . Son rôle est d'apporter une protection vis-à-vis de la corrosion par formation en surface d'oxydes de chrome protecteurs (Cr_2O_3 par exemple) ou en favorisant la formation d'alumine Al_2O_3 .
- Le cobalt est γ' -gène. Il participe au durcissement de la solution solide. Il augmente la température du solvus du γ' [Caron 00] et ralentit la coalescence des précipités notamment observée lors de la déformation du MC2 [Dryepontdt 05].

Trois types d'échelles caractéristiques sont présentes dans ce type de matériau :

L'échelle dendritique : La présence de dendrites résulte du procédé d'élaboration par solidification dirigée. Pendant leur formation, des différences d'orientation, localisées essentiellement dans les zones interdendritiques, pouvant aller jusqu'à 7.5° peuvent être notées entre les dendrites [Husseini 08], ce qui a un très fort impact dans le cas d'échantillons de faible épaisseur. La taille caractéristique des dendrites est de l'ordre de la centaine de microns (figure 1.1). Cette figure met en évidence la répartition non-homogène des éléments chimiques au sein de l'alliage ce qui implique une inhomogénéité de taille des précipités γ' entre dendrites et espaces interdendritiques, nommés par la suite "interdendrites" par abus de langage [Reed 07b]. Cette inhomogénéité est aussi constatée entre le cœur des dendrites (γ' secondaires) et l'extrémité des bras secondaires de dendrites (γ' secondaires et γ' eutectiques matérialisés dans la figure 1.1). Les conditions de solidification influent sur la taille des dendrites, donc sur les distances entre les axes primaires des dendrites [Quested 84, Brundidge 11, Brundidge 12]. En effet, la densité de dendrites augmente et les distances interdendritiques diminuent lorsque la vitesse de tirage et la valeur du gradient thermique au niveau du front de solidification augmentent. De plus, de trop grandes distances interdendritiques conduisent à augmenter la taille des pores, sites préférentiels pour l'amorçage du dommage en fluage.

Pour diminuer ces inhomogénéités chimiques, un traitement thermique est effectué. Le matériau est traité à 1300°C pendant 3 heures et trempé à l'air afin d'éliminer les eutectiques γ/γ' formés au cours de la solidification et d'atténuer les ségrégations chimiques dendritiques (traitement dit de mise en solution). Dans les alliages récents, caractérisés par l'introduction d'éléments lourds tels que le rhénium ou le ruthénium, des inhomogénéités de composition chimique des phases γ et γ' sont encore présentes après le traitement d'homogénéisation. En effet,

les régions dendritiques ont tendance à être plus riches en Re et Ru [Caron 99, Schulze 01], ce qui introduit notamment une inhomogénéité du désaccord paramétrique au sein de l'alliage [Schulze 01]. Cette dernière affecte les évolutions microstructurales telles que la mise en radeaux. En effet, Arnoux a montré pour le MCNG, alliage de quatrième génération, que la mise en radeaux était plus rapide dans les régions dendritiques que dans les régions interdendritiques à 1050°C/140 MPa [Arnoux 09].

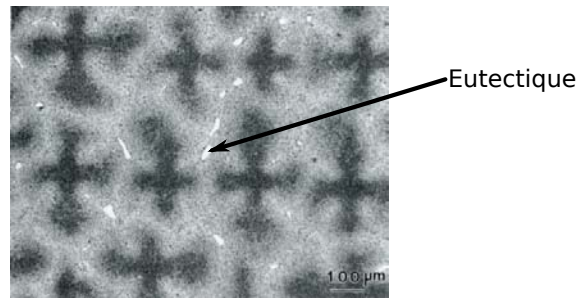


Figure 1.1 – Microstructure de l'alliage MC2 à l'état brut de coulée, d'après [Pessah-Simonetti 94].

L'échelle des précipités : Les superalliages monocristallins sont des matériaux biphasés composés d'une matrice austénitique γ et de précipités de phase intermétallique γ' . En plus du traitement thermique d'homogénéisation chimique, deux autres traitements thermiques, fonction de l'alliage, sont effectués afin d'homogénéiser la taille des précipités. Dans le cas du MC2, le premier est effectué à 1100°C pendant 5 heures et le deuxième à 870°C pendant 16 heures avec trempe à l'air dans les deux cas. Ces traitements visent à obtenir respectivement une taille de précipités secondaires homogène ainsi qu'une fraction volumique en précipités proche de 70%, évaluée comme optimale pour la résistance au fluage [Caron 95, Murakumo 04]. La microstructure obtenue permet d'avoir une taille moyenne de précipités γ' comprise entre 0.4 et 0.5 μm alors que celle des couloirs de matrice est de 50 à 100 nm (figure 1.2)

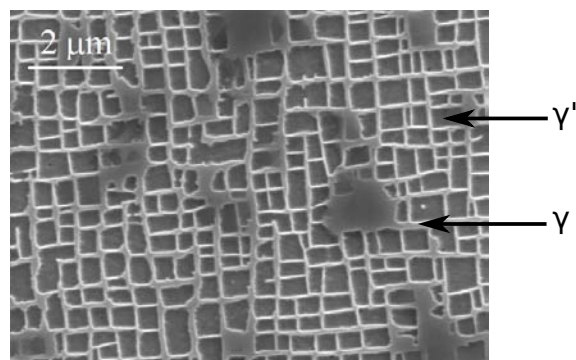


Figure 1.2 – Microstructure de précipitation du superalliage monocristallin base nickel MC2, révélée par attaque chimique sélective de la phase γ' , après traitements thermiques.

L'échelle cristallographique : La phase γ correspondant à la matrice du superalliage est une solution solide désordonnée de structure CFC. La phase γ' , de stœchiométrie $Ni_3(Ti, Al)$, possède quant à elle une structure ordonnée de type $L1_2$ (figure 1.3). On définit le désaccord paramétrique naturel (ou misfit) δ comme la différence relative des paramètres de mailles de la phase γ et γ' , respectivement a_γ et $a_{\gamma'}$:

$$\delta = 2 \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma'} + a_{\gamma}} \quad (1.1)$$

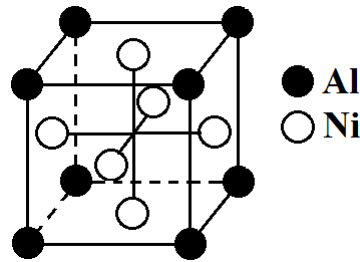


Figure 1.3 – Structure $L1_2$. Arrangement des atomes de nickel et d'aluminium dans la phase ordonnée Ni_3Al .

La valeur du misfit naturel à température ambiante est faiblement positive dans le cas du MC2 ($\approx +0.13\%$) [Brunetti 12] et décroît avec la température comme a pu le montrer Müller *et al.* sur le CMSX-2 [Müller 92b] ou Grose *et al.* [Grose 81] sur un alliage Ni-15Cr-Al-Ti-Mo. Les contraintes de cohérence qui y sont associées sont relaxées élastiquement (figure 1.4).

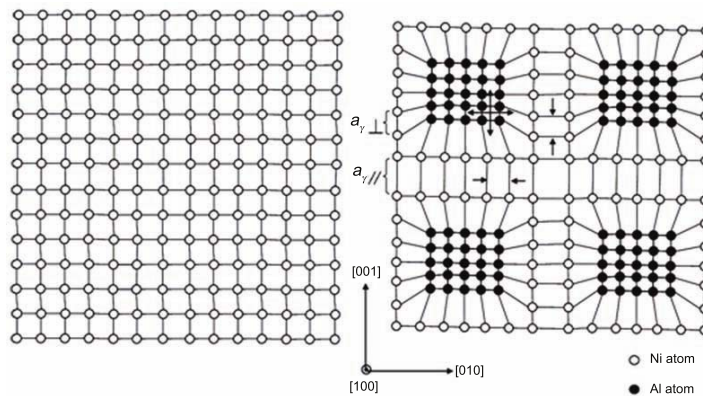


Figure 1.4 – Illustration schématique de la maille cristalline de la phase γ tétraogonalement distordue dans les couloirs verticaux et horizontaux. Les $a_{\gamma\perp}$ et $a_{\gamma\parallel}$ dénotent, respectivement, les paramètres de maille de la phase γ dans les couloirs verticaux et horizontaux. Les flèches indiquent la direction de la contrainte effective dans les phases γ et γ' , d'après [Tan 11].

1.1 Mécanismes de déformation et modes de durcissement des superalliages monocristallins

Le but de cette partie est de présenter les divers mécanismes de déformation ainsi que les modes de durcissement effectifs à haute température des phases γ et γ' . Elle sera donc focalisée sur le mode de propagation des dislocations au sein des différentes phases ainsi que de leurs interactions avec les précipités secondaires et tertiaires de γ' qui correspondent respectivement aux précipités obtenus après les divers traitements thermiques et après refroidissement lors de la dissolution des précipités secondaires.

1.1.1 Mécanismes de déformation des superalliages monocristallins

1.1.1.1 Mécanismes de déformation de la phase γ

À haute température, les dislocations se propageant dans la phase γ sont de type $a_0/2\langle 110 \rangle$ et sont dites "parfaites". La figure 1.5 illustre le glissement d'une parfaite de matrice entre deux précipités cubiques conduisant à l'apparition, sur les deux interfaces γ/γ' , de segments de dislocations \vec{u} et \vec{h} ayant un angle de 60° et contenus dans γ .

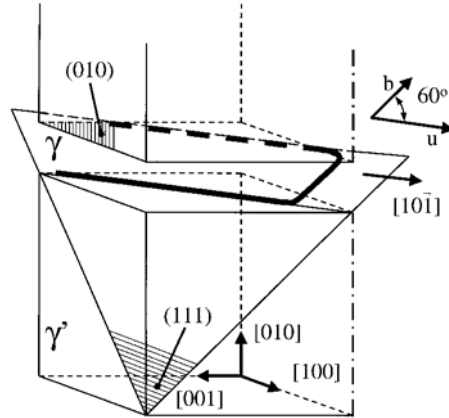
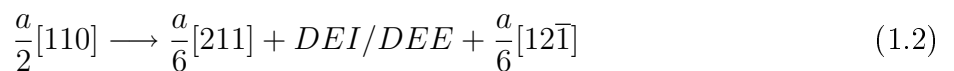


Figure 1.5 – Illustration schématique montrant comment une dislocation de type $a_0/2[01\bar{1}](111)$ dépose deux segments de dislocation à 60° l'un de l'autre sur les interface γ/γ' , d'après [Probst-Hein 99].

Ainsi, les glissements de dislocations dans la matrice dépendent de plusieurs facteurs :

- Le renforcement en solution solide de la phase γ [Nathal 85, Pettinari 01, Zhang 04],
- La largeur des couloirs de matrice ce qui implique une dépendance à la contrainte d'Orowan et éventuellement à la présence d'une précipitation de γ' tertiaire dans les cas non-isothermes. En effet, ces derniers sont cohérents et possèdent une très forte énergie de défauts ce qui implique un contournement par les dislocations [Benyoucef 93],
- Des contraintes de cohérence résultant de l'écart paramétrique entre les phases γ et γ' [Probst-Hein 01],
- De la contrainte appliquée,
- Des réseaux de dislocations présents aux interfaces γ/γ' [Legros 02].

Pour des raisons énergétiques, il arrive parfois que les parfaites de matrice se dissocient en deux partielles dite de "Shockley" avec création d'un défaut d'empilement intrinsèque (DEI) ou extrinsèque (DEE) (figure 1.6). La parfaite se dissocie alors via le mécanisme suivant [Décamps 84] :



Cependant, ceci n'est vrai que si l'énergie de faute d'empilement dans la matrice est faible, ce qui est notamment le cas pour les alliages comprenant du rhénium et/ou du ruthénium. Cela ne se produit donc pas dans l'alliage MC2 dépourvu de ces deux éléments d'alliage.

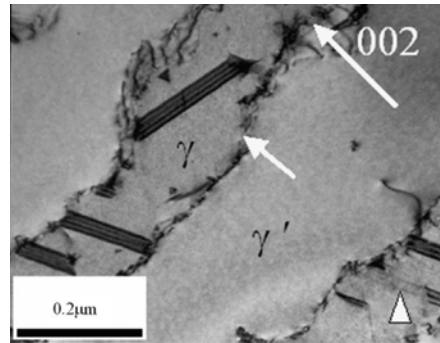
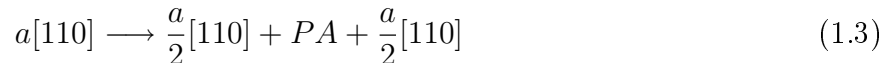


Figure 1.6 – Observation MET en champ clair de défauts d'empilement dans l'alliage monocristallin UMF32 après 1% de déformation obtenue à 950°C/260 MPa, d'après [Ma 08a].

1.1.1.2 Mécanismes de déformation de la phase γ'

La phase γ' est la phase durcissante des superalliages. Ainsi la déformation ou le cisaillement de la phase γ' est considéré par certains auteurs comme un mode d'endommagement des superalliages monocristallins [MacLachlan 01, MacLachlan 02]. Le cisaillement d'un précipité nécessite la présence de deux dislocations de matrice de type $a/2 [110]$. En effet, une première dislocation cisaille un précipité γ' et forme une paroi d'antiphase (PA) très énergétique [Pope 84]. C'est pour cette raison que l'on peut observer l'association de deux dislocations parfaites de matrice (appelées *superpartielles*). Cependant, une deuxième dislocation est nécessaire pour supprimer le défaut d'ordre. Elle s'apparie alors avec la première pour former une superdislocation [Eggeler 97] (figure 1.7) suivant la réaction ci-dessous :



En outre, comme dans la phase γ , chaque superpartielle se décompose en deux partielles de Shockley, séparées par une faute d'empilement complexe. Ainsi, une superdislocation de phase γ' se dissocie en quatre partielles de Shockley respectivement séparées par un défaut d'empilement complexe (DEC), une paroi d'antiphase et un défaut d'empilement complexe. Si aucune dislocation ne vient supprimer le défaut d'ordre, la première dislocation se retrouve bloquée. Ce mécanisme de déformation de la phase γ' est souvent observé en traction entre 20°C et 950°C [Pessah-Simonetti 94] et en fluage à haute température [Leverant 73, Kear 74].

D'autres mécanismes de cisaillement des précipités γ' ont été rapportés pour des températures proches du pic de durcissement des superalliages ($\simeq 750^\circ\text{C}$) à la fois en fluage et en traction. Dès qu'une contrainte seuil est dépassée, une forte activité de cisaillement des précipités γ' est observée. Deux types de mécanismes ont été observés :

- Le mécanisme de cisaillement de Kear [Leverant 70, Kear 74] qui correspond à une combinaison de deux parfaites de matrice à l'interface γ/γ' puis scission en super-Shockley séparées par des défauts d'empilement intrinsèque/extrinsèque (DEIS/DEES) (figure 1.8). Ces rubans de dislocations contribuent d'autant plus à la déformation qu'ils cisailent γ et γ' , qu'ils parcourent de grandes distances (environ un espace ou un espace et demi d'interdendrite) et qu'ils entrent peu en interaction avec d'autres rubans. Cela entraîne peu de durcissement d'où des niveaux de déformation atteints très importants lors du stade primaire du fluage à forte contrainte. En outre, ce mode de déformation est d'autant plus activé que la désorientation secondaire est grande. Ce mécanisme suit la réaction suivante :

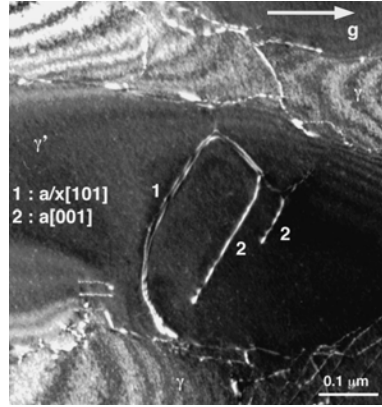
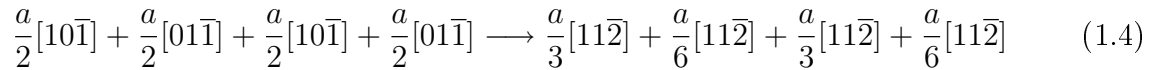


Figure 1.7 – Observation MET en champ sombre montrant deux types de dislocations au sein de la phase γ' du CMSX-4[®] après un essai de cisaillement 1020°C/80 MPa : $a/x[101]$ et $a[001]$, d'après [Srinivasan 00].



Ce mécanisme a aussi été observé par Rae *et al.* sur du CMSX-4[®] lors du fluage primaire à 750°C/750 MPa [Rae 01].

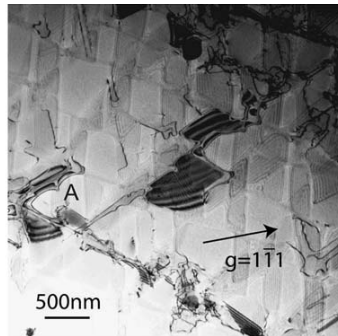
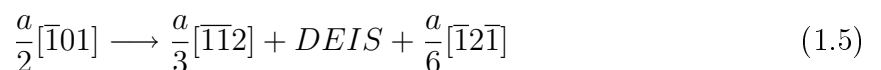


Figure 1.8 – Observation MET en champ clair d'une éprouvette déformée à 750°C/750 MPa montrant des rubans de dislocations $a\langle 112 \rangle$ se déplaçant sur deux plans colinéaires, d'après [Rae 07].

- Le mécanisme proposé par Condat et Descamps qui ne nécessite qu'une seule dislocation parfaite qui cisaille le précipité γ' [Condat 87]. Une paroi d'antiphase va alors être créée au sein de laquelle une Shockley va se développer et transformer la PA en DEIS ou DEES. Ce mécanisme suit la réaction suivante :



Parmi ces modes de déformation avec création de paroi d'antiphase, la particularité de celui-ci est de former cette paroi dans un plan de type $\{100\}$ par glissement dévié des dislocations qui la bordent. La superdislocation n'est plus planaire et devient sessile. Il s'agit d'un verrou de Kear-Wilsdorf [Sun 88]. Comme le glissement dévié nécessite la recombinaison de dislocations partielles qui bordent la PA, il est activé thermiquement. Une élévation de température favorise donc la transformation de dislocations glissiles en dislocations sessiles. Ce phénomène

explique l'origine de l'anomalie de comportement de la limite d'élasticité qui, dans le domaine des moyennes températures, augmente avec cette dernière (figure 1.9).

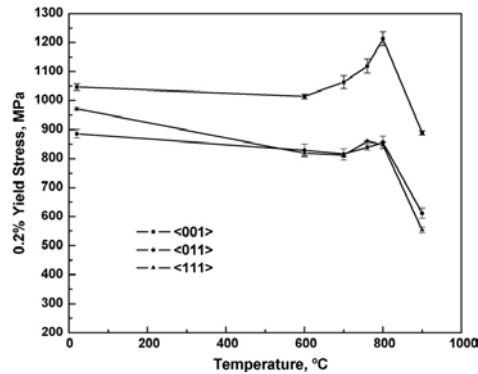


Figure 1.9 – Limite élastique à 0.2% du SRR99 pour différentes orientations en fonction de la température, d'après [Wang 09].

En plus des superdislocations de type $a\langle 110 \rangle$, des superdislocations de type $a\langle 100 \rangle$ viennent cisailer la phase γ' en fluage haute température ($T \geq 1000^\circ\text{C}$) [Zhang 03c, Link 05, Kostka 07, Sarosi 07, Touratier 11, Viguier 11, Dirand 11a]. Ces dislocations sont responsables de l'accélération du fluage secondaire en relaxant les contraintes de cohérence et les forces osmotiques. En effet, elles permettent la suppression de dislocations de type $a\langle 110 \rangle$ présentes au niveau des interfaces γ/γ' déstabilisant le réseau de dislocations ce qui permet le cisaillement des précipités γ' .

1.1.1.3 Contrôle de la surface de charge par les dislocations

Trois mécanismes de propagation des dislocations sont rencontrés à haute température :

- Le contournement d'Orowan,
- Le glissement dans les couloirs de matrice γ [Pollock 92],
- La montée le long des interfaces. Lors de leur propagation dans les couloirs de matrice γ , les dislocations peuvent laisser aux interfaces des segments orientés selon des directions de type $\langle 011 \rangle$. Ainsi, par montée de leur composante coin, ces mêmes dislocations se réorientent et se déplacent de manière à atteindre un autre couloir [Fredholm 87]. De grandes distances peuvent être parcourues par ce biais assistées par la montée de dislocations.
- Le glissement dévié répétitif entre les plans $\{111\}$ de la matrice. Dans les couloirs de matrice, les dislocations parfaites peuvent se propager sur de grandes distances en faisant des "zig-zags" entre les interfaces [Ayrault 89].

Ces mécanismes de propagation des dislocations vont participer de manières différentes à la déformation. En effet, le contournement d'Orowan va contribuer à l'érouissage alors que la montée le long des interfaces et le glissement dévié va affecter la viscosité.

Dans le cas d'un échantillon orienté suivant $\langle 001 \rangle$, ces glissements s'effectuent suivant les directions denses (i.e. qui contiennent le plus d'atomes) de type $\langle 110 \rangle$ des plans denses de type $\{111\}$, ce qui correspond aux plans octaédriques (figure 1.10(a)). Cependant, pour des échantillons orientés suivant $\langle 111 \rangle$, ces glissements semblent se produire suivant les directions de type $\langle 110 \rangle$ des plans $\{001\}$. Ces glissements sont appelés "pseudo-cubiques" car ils ne sont en

réalité que des "zig-zags" de dislocations entre deux plans octaédriques, ce qui les font paraître cubiques macroscopiquement [Vattré 09a, Vattré 09b].

Les systèmes de glissement peuvent être classés dans un cristal CFC, en suivant la notation de Schmid-Boas [Schmid 35], par la normale au plan de glissement \mathbf{n}^g et par sa direction \mathbf{m}^g du système de glissement g . La source principale de la déformation plastique est le mouvement des boucles de dislocation ce qui nécessite une contrainte de cisaillement minimale pour rendre le glissement actif. Si l'on considère le cristal de la figure 1.10(b), qui est déformé en tension par une force appliquée F le long de l'axe cylindrique du cristal, celui-ci est soumis à une contrainte parallèle à l'axe de sollicitation $\sigma = \frac{F}{S_0}$. La force a une composante $F \cos \theta^g$ dans la direction de glissement \mathbf{m}^g , ou θ^g est l'angle entre F et la direction de glissement. Cette force agit sur toute la surface de glissement dont l'aire est égale à $\frac{S_0}{\cos \chi^g}$, où χ^g est l'angle entre F et la normale au plan de glissement \mathbf{n}^g . Ainsi, le mouvement des dislocations sur le plan de glissement est déterminé par la Cission Critique Résolue (CCR) τ^g agissant sur le système g et donné par :

$$\tau^g = \mathbf{m}^g \cdot \sigma \cdot \mathbf{n}^g = \frac{F}{S_0} \cos \chi^g \cos \theta^g \quad (1.6)$$

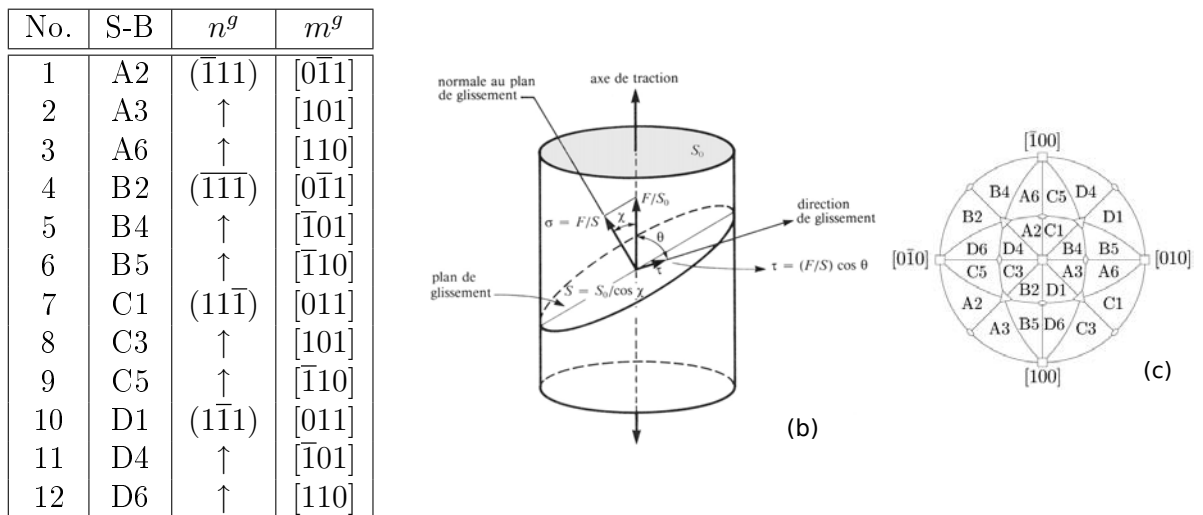
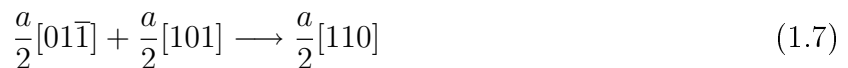


Figure 1.10 – (a) Les 12 systèmes de glissement d'un cristal CFC et leur notation Schmid-Boas (S-B), (b) Définition de la loi de Schmid : projection de l'effort appliqué sur un plan de glissement et cission résolue τ dans une direction de glissement et (c) Projection stéréographique montrant les systèmes de glissement les plus favorablement activés pendant un essai de traction. Adaptée de [Vattré 09a].

Selon l'équation 1.6, le glissement débutera sur le(s) système(s) de glissement ayant le(s) facteur(s) de Schmid le(s) plus élevé(s), i.e. $S^g = \cos \chi^g \cos \theta^g \leq 0.5$. Si, pendant l'essai en tension, la projection stéréographique de l'axe de sollicitation correspond à l'un des triangles stéréographiques de la figure 1.10(c), le système de glissement correspondant sera activé en premier car la cission critique résolue (CCR) aura la plus grande valeur. Par exemple, dans le cas le plus complexe, l'orientation $[001]$, quatre plans de glissement ayant chacun deux directions possibles seront activés ensemble (huit systèmes activés). Ce phénomène de glissement multiple a pour conséquence une forte interaction entre les dislocations sur l'ensemble des systèmes conduisant à un fort taux de durcissement.

1.1.1.4 Formation de réseaux de dislocations à l'interface γ/γ'

Le glissement des dislocations de type $a/2 \langle 110 \rangle \{111\}$ dans γ est bloqué par les précipités de phase dure γ' . La résistance des précipités entraîne la formation d'un réseau aux interfaces γ/γ' , dans le plan normal à la direction de traction $[001]$, qui relaxe les contraintes internes induites par le désaccord paramétrique [Sugui 99, Link 05]. Des dislocations de type $a/2 \langle 110 \rangle$ viennent alors en contact avec les radeaux et forment un réseau en zig-zag de segments parallèles à $[110]$ et $[1\bar{1}0]$ (intersections de plans de glissement avec (001)). Par montée, ces réseaux se réorganisent en un réseau parallèle à $[100]$ et $[010]$ (figure 1.11(a)). Le demi-plan supplémentaire dû à leur composante coin fait un angle de 45° par rapport à l'interface. Deux dislocations perpendiculaires interagissent selon, par exemple, la réaction 1.7 pour former un segment parallèle à $[1\bar{1}0]$.



Ces dislocations sont de type coin et leur demi-plan supplémentaire est perpendiculaire à (001) . Une réaction similaire dans la direction $[110]$ conduit à la création de segments $a/2[1\bar{1}0]$. Il se forme un réseau constitué d'octogones et de carrés (figure 1.11(b)). Les carrés constitués par des dislocations initiales ont tendance à se réduire pour favoriser les segments les plus efficaces et relaxer les contraintes de cohérence dues au désaccord paramétrique naturel (figure 1.11(c)). Par la suite, des réactions entre dislocations de glissement parallèle peuvent également conduire à des dislocations coin $a[100]$ (figure 1.11(d)) ou $a[010]$ (figure 1.11(e)), aptes à cisailer la phase γ' , selon, par exemple, la réaction :



1.1.2 Modes de durcissement

Les principaux modes de durcissement dans les superalliages sous sollicitations à haute température vont être présentés ici : durcissement structural, durcissement en solution solide, coalescence orientée, contraintes de cohérence et durcissement par effet d'ordre. Ainsi, les durcissements liés à l'écart des constantes élastiques entre γ et γ' ($\simeq 10\%$), à l'énergie d'interface ou encore à l'énergie de défaut d'empilement ne seront pas traités car considérés comme secondaires.

1.1.2.1 Durcissement structural : contrainte d'Orowan

L'origine des mécanismes de durcissement est complexe. En effet, une comparaison du comportement en fluage à 1000°C a été effectuée par Nathal *et al.* pour la phase γ seule, la phase γ' seule et un mélange des deux phases [Nathal 88]. Les auteurs ont trouvé que la vitesse de fluage pour le mélange des deux phases était 1000 fois plus faible que pour la phase γ' seule. Lors du glissement, les dislocations peuvent contourner ou cisailer les précipités (figure 1.13), laissant des segments de dislocations à leur interface (figure 1.12).

Ce mécanisme a été décrit par Carry *et al.* [Carry 77] et son effet sur la limite d'élasticité a été décrit par Orowan [Orowan 48] (équation 1.9).

$$\sigma_{Orowan} = \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{Gb}{w} \quad (1.9)$$

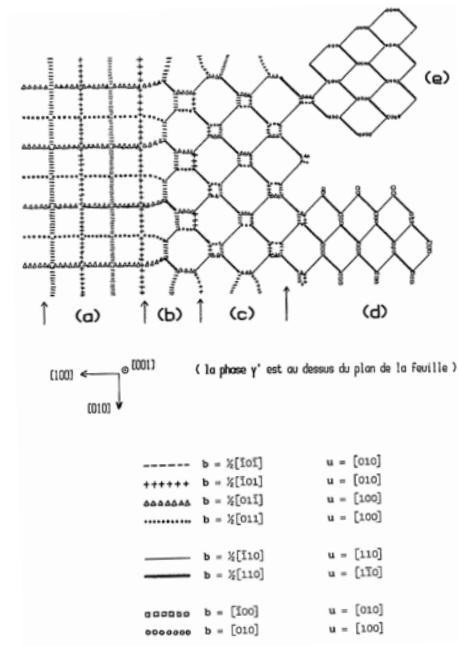


Figure 1.11 – Évolution du réseau de dislocations d’interface, d’après [Fredholm 87]. (a) Réseau carré de dislocations de glissement, ayant une composante coin hors d’interface, (b) Réseau constitué d’octogones et de carrés dû à la formation de jonctions dont le vecteur de Burgers est dans l’interface, (c) Stabilisation des dislocations les plus efficaces pour relaxer les contraintes de cohérences, (d) et (e) formation de segments de type $a[100]$ ou $a[010]$.

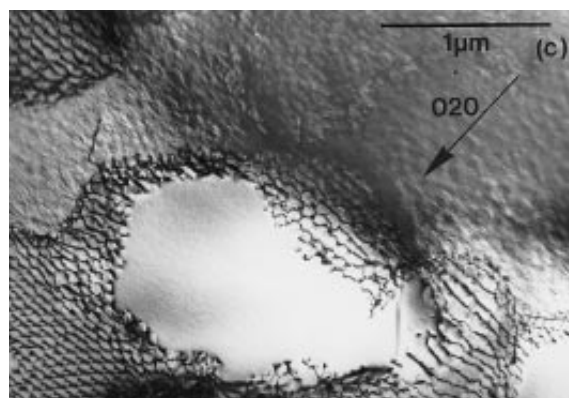


Figure 1.12 – Réseaux de dislocations formés aux interfaces γ/γ' de l’alliage CMSX-4[®] après 188 heures de fluage à 1150°C/100 MPa, d’après [Reed 99].

où b est la norme du vecteur de Burgers, G le module de cisaillement (MPa) et w la largeur des couloirs de matrice sur un plan octaédrique (μm).

Ainsi, plus le couloir est étroit, plus la contrainte seuil pour activer la plasticité sera élevée. Ce durcissement structural est accentué par la présence d'obstacles dans les couloirs de matrice. C'est le cas par exemple pour les disques de turbine où des traitements thermiques sont réalisés afin d'obtenir une fine précipitation de la phase γ' (précipitation tertiaire) dans les couloirs induisant ainsi un effet durcissant [Dubiez-Le Goff 04, Locq 04, Raujol 04, Flageolet 05a]. Cet effet est d'autant plus long dans le temps que les températures de fonctionnement de ces pièces sont assez basses (de 400 à 700°C) : l'évanescence de ces précipités ultra-fins (par coalescence avec les précipités secondaires) est alors lente et induit un durcissement de longue durée. Cependant, la taille des fins précipités de γ' , ou leur cohérence, a une influence sur le durcissement. En effet, en dessous d'une certaine taille, il n'y aura plus contournement mais cisaillement des précipités par les dislocations (figure 1.13). En outre, plus la taille des fins précipités augmente et moins leur rôle durcissant est marqué du fait de l'abaissement de la contrainte seuil (figure 1.14).

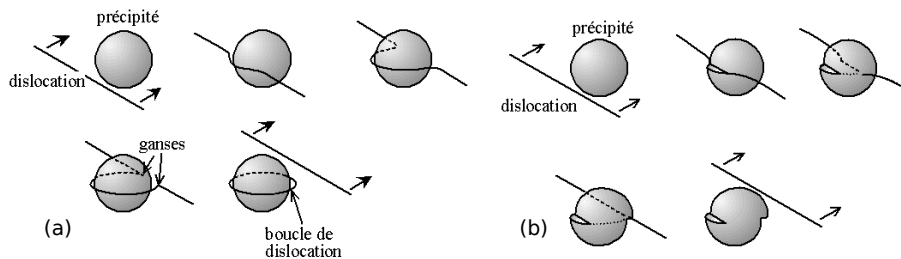


Figure 1.13 – Schémas explicatifs du contournement (a) et du cisaillement (b) des précipités par une dislocation.

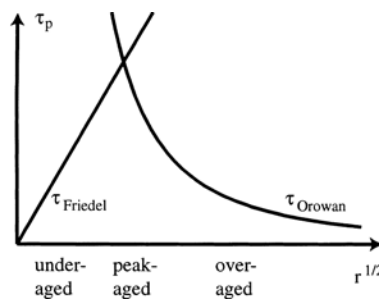


Figure 1.14 – Schéma explicatif du lien existant entre l'interaction précipité/dislocation et la taille de ces derniers, d'après [Mohles 99].

Ainsi, même si ce mode de durcissement a été étudié dans le cas des superalliages pour aubes de turbines HP [Erikson 96, Brass 02], les fins précipités tertiaires de γ' re-coalescent rapidement avec les précipités secondaires du fait des températures élevées.

1.1.2.2 Contraintes de cohérence et influence du désaccord paramétrique de mailles

Dans le cas des superalliages, la répartition des éléments d'alliage conduit à des variations des paramètres de maille des phases γ et γ' et ainsi, du désaccord paramétrique δ . Du fait de la cohérence des précipités avec la matrice, une hétérogénéité de contraintes se crée à

l'échelle du précipité et du couloir de matrice [Glatzel 89, Ganghoffer 91]. Le durcissement lié aux contraintes de cohérence est dû aux distorsions élastiques du réseau cristallin provenant des différences des paramètres de maille et des coefficients de dilatation thermique, qui, pour une température assez élevée et maintenue suffisamment longtemps, permettent de développer de la plasticité avec des GND ("Geometrically Necessary Dislocation") aux interfaces. Si en l'absence de contrainte extérieure, le désaccord paramétrique varie peu jusqu'à 700°C, il diminue ensuite en raison d'un coefficient de dilatation thermique de la matrice qui augmente plus rapidement que celui des précipités [Müller 92a, Ma 08b] (figure 1.15).

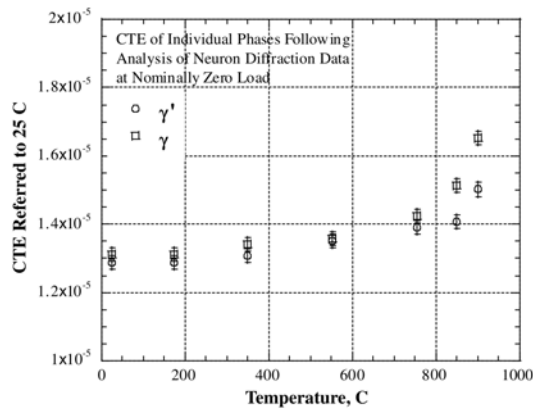


Figure 1.15 – Coefficients de dilatation thermique (CTEs) des phases γ et γ' obtenus par diffraction de neutrons *in situ* du superalliage à solidification dirigée PWA 1422 en ayant pris en compte les déformations mécaniques dues au désaccord thermique, d'après [Ma 08b].

Les modélisations par éléments finis de l'état de contraintes en élasticité isotrope [Glatzel 89, Pollock 92] ou anisotrope [Pollock 92] ainsi qu'en viscoplasticité anisotrope [Nouailhas 96] ont montré qualitativement que la superposition de la contrainte externe de traction et des contraintes de cohérence conduit à l'augmentation (respectivement la diminution) des contraintes de compression des couloirs verticaux (respectivement horizontaux) de la matrice (figure 1.16).

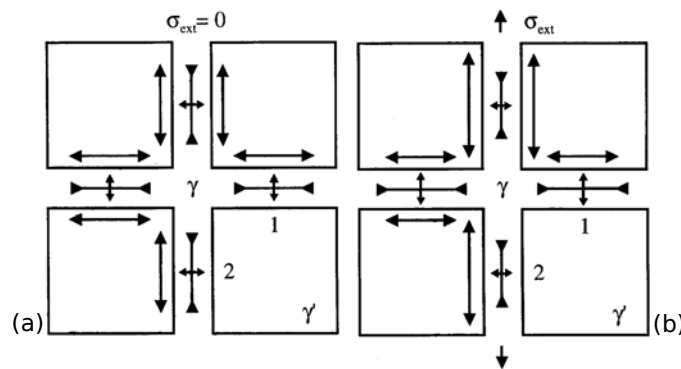


Figure 1.16 – Illustration des composantes des contraintes internes au sein de la microstructure γ/γ' dans le cas $\sigma_{ext} = 0$ (a) et $\sigma_{ext} > 0$ (b), d'après [Kamaraj 03].

Ainsi, pour une température suffisamment élevée ($T \geq 800^\circ\text{C}$), la coalescence des précipités s'en retrouve facilitée perpendiculairement à la contrainte macroscopique ce qui conduit à la structure en radeaux et à une anisotropie du misfit [Kuhn 91, Royer 97, Biermann 00] : le misfit parallèle est positif alors que le misfit perpendiculaire est négatif (figure 1.17(a)). Cette anisotropie du désaccord paramétrique semble déterminante vis-à-vis du comportement mécanique.

En effet, Diologent a montré lors d'un essai de fluage *in situ* sur MCNG à 1050°C suivi par rayonnement synchrotron que le fluage tertiaire se produit lorsque le misfit perpendiculaire devient supérieur (en valeur algébrique) au misfit parallèle [Diologent 02a] (figure 1.17(b)).

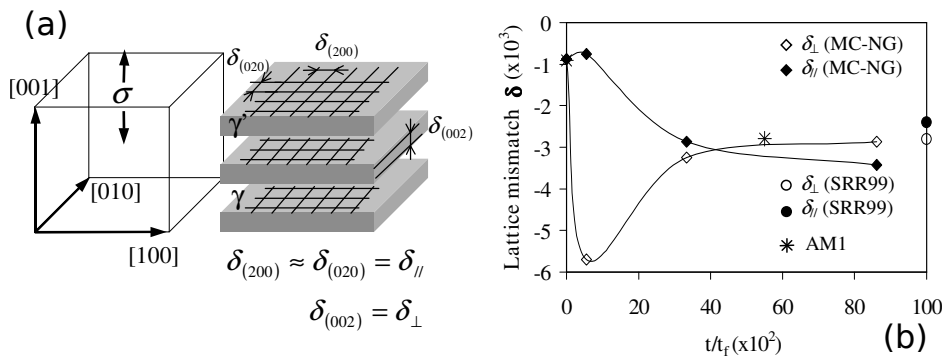


Figure 1.17 – (a) Schéma explicatif des écarts paramétriques perpendiculaires δ_{\perp} et parallèle $\delta_{//}$ dans la structure en radeaux γ/γ' et (b) Evolution des misfit $\delta_{//}$ et δ_{\perp} au cours du fluage à 1050°C/150 MPa sur MCNG, d'après [Diologent 02a]. Les valeurs d'écart paramétrique pour l'AM1 et le SRR 99 sont respectivement issues de [Royer 98] et [Biermann 95].

Cette inversion, corrélée par les auteurs à l'inversion de connexité de la phase γ' dans le cas du MCNG [Caron 08], intervient à environ 42% de la durée de vie en fluage à 1050°C alors que dans le cas de l'alliage de première génération SRR 99, cette inversion n'intervient que plus tardivement dans l'essai de fluage (90 à 95% de la durée de vie). Ainsi, la déstabilisation précoce du désaccord paramétrique, et donc de la microstructure dans le cas du MCNG à 1050°C par rapport à l'AM1 ou au SRR 99, est responsable de sa durée de vie plus courte.

1.1.2.3 Durcissement par effet d'ordre et rôle de l'énergie de paroi d'antiphase

Comme on a pu le voir précédemment, lorsqu'un précipité γ' est cisailé par une dislocation parfaite, une paroi d'antiphase se forme dans le plan de glissement du précipité. Le durcissement par effet d'ordre correspond alors à l'énergie nécessaire pour créer la paroi d'antiphase. L'énergie de paroi d'antiphase (EPA) dans la phase γ' a été déterminée dans quelques cas particuliers de superalliages en mesurant la largeur de dissociation de deux superpartielles [Dollar 88]. L'énergie de paroi d'antiphase est dépendante de la fraction volumique de phase γ' mais aussi de la largeur des couloirs de matrice γ : plus celle-ci est importante plus la phase γ' est difficile à cisailier (figure 1.18) [Rao 04, Vattré 09b]. Ainsi, l'augmentation de la concentration en Ta ou en Ti (éléments γ' -gènes) augmente l'EPA et rend donc la phase γ' plus difficile à cisailier [Veyssière 96, Brundidge 11]. Quantitativement, l'énergie de la paroi d'antiphase pour la phase Ni_3Al pure a été estimée à 170 mJ.m⁻² [Dimiduk 91] et l'addition de 1% de Ta augmente cette énergie à 250 mJ.m⁻² [Baluc 91].

Le durcissement par effet d'ordre a été étudié plus en détail dans le cadre de matrices modèles des superalliages monocristallins AM3 (γ_{AM3}) et MC2 (γ_{MC2}) [Glas 96, Pettinari 01]. La matrice modèle γ_{MC2} a, en plus, été modifiée en augmentant la teneur relative en éléments d'addition tels que Re, Ru ou W afin d'obtenir de nouvelles matrices appelées respectivement γ_{MCRe} , γ_{MCRu} et γ_{MCW} [Pettinari 01]. Il a été mis en évidence, par des essais de traction sur ces matrices modèles, que la matrice riche en W présente les meilleures caractéristiques mécaniques en température (figure 1.19).

Les auteurs attribuent ce résultat à l'augmentation de l'ordre à courte distance (OCD) et aux contraintes de friction du réseau cristallin apportées par le tungstène (tout comme le

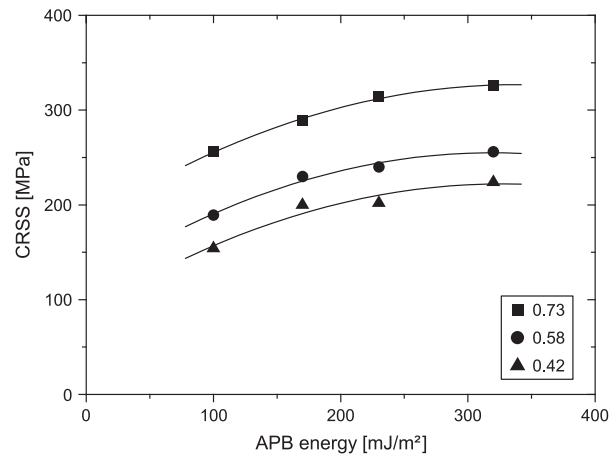


Figure 1.18 – Résultats de contrainte de cisaillement critique résolue (CRSS) à partir de simulation de dynamique des dislocations (symboles) pour une paire de dislocation $1/2\langle 110 \rangle$ en fonction de l'énergie de paroi d'antiphase (EPA) dans un superalliage avec une largeur de couloir de 65 nm et trois fractions volumiques de phase γ' différentes ($f_{v\gamma'}=0.42, 0.58, 0.73$). Les lignes correspondent à une dépendance en racine carrée du CRSS par rapport à l'EPA. D'après [Vattré 09b].

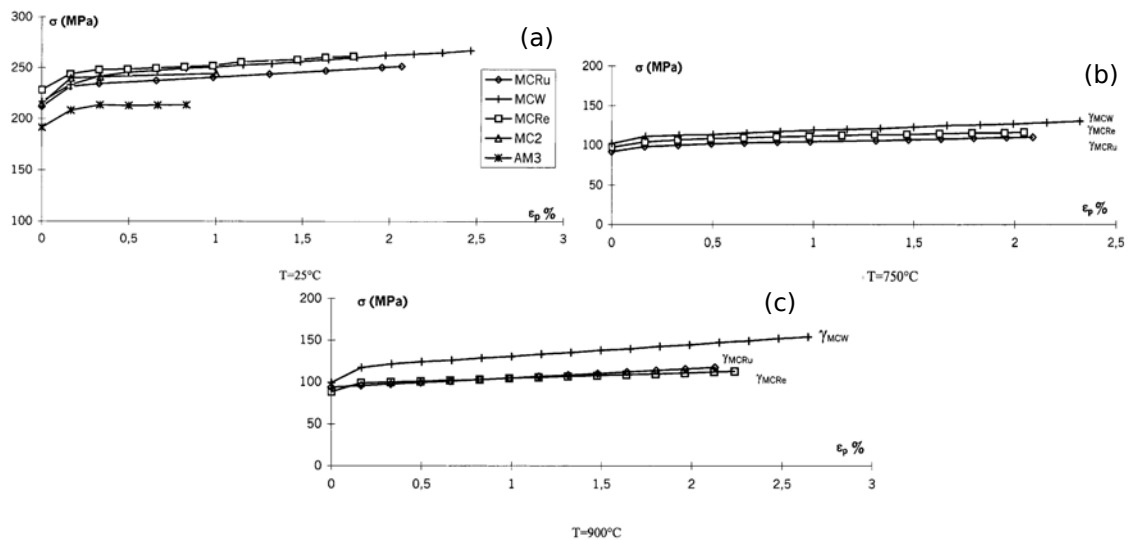


Figure 1.19 – Courbe de traction des matrices monocristallines γ_{MCRu} , γ_{MCRc} , γ_{MCW} , γ_{MC2} et γ_{AM3} orientées suivant $\langle 100 \rangle$ à (a) 25°C, (b) 750°C et (c) 900°C, d'après [Pettinari 01].

rhénium ou le ruthénium mais pour des températures plus élevées). Ainsi, les atomes mis en solution (Cr, W, Mo, Re, Ru) augmentent l'OCD. Cependant, la différence entre les matrices modèles γ_{MC2} et γ_{AM3} est due à l'ordre à longue distance (OLD) plus important dans le cas de la matrice γ_{MC2} [Glas 96].

1.1.2.4 Durcissement par écrouissage

Dans une structure en radeaux, le réseau d'interface empêche de faire pénétrer plus d'une certaine quantité de dislocations dans les couloirs de matrice γ à la fois par glissement et par montée des dislocations. En effet, Dlouhy *et al.* [Dlouhy 01] ont montré que dans le cas d'une simulation avec une contrainte de cisaillement τ égale à 85 MPa, une fraction volumique de phase γ' de 70% et un misfit δ de -0.3%, seulement 27 dislocations (figure 1.20) de type $a/2\langle 01\bar{1}\rangle$ se propageant sur les plans $\{111\}$ peuvent pénétrer dans les couloirs de matrice γ par glissement (limite différente pour le processus de montée de dislocations). Ce nombre ne semble pas dépendant du nombre de glissements possibles [Probst-Hein 99]. Ce phénomène est dû au caractère décroissant de la force de Peach et Koehler qui ne peut pas plaquer un nombre infini de dislocations le long des précipités γ' .

Un résultat équivalent a été obtenu par [Probst-Hein 01] en considérant trois types de couloirs de matrice γ différents. Les auteurs y ont explicité la raison pour laquelle lors des essais de cisaillement réalisés par Mayr *et al.* [Mayr 96], la déformation se fait majoritairement suivant les systèmes octaédriques : la contrainte externe permet à plus de dislocations d'entrer dans les couloirs de matrice γ par les systèmes octaédriques que cubiques. Ainsi, le fait qu'un nombre maximum de dislocations puissent entrer dans les couloirs de matrice γ entraîne, lorsque ce nombre est atteint, un durcissement du matériau.

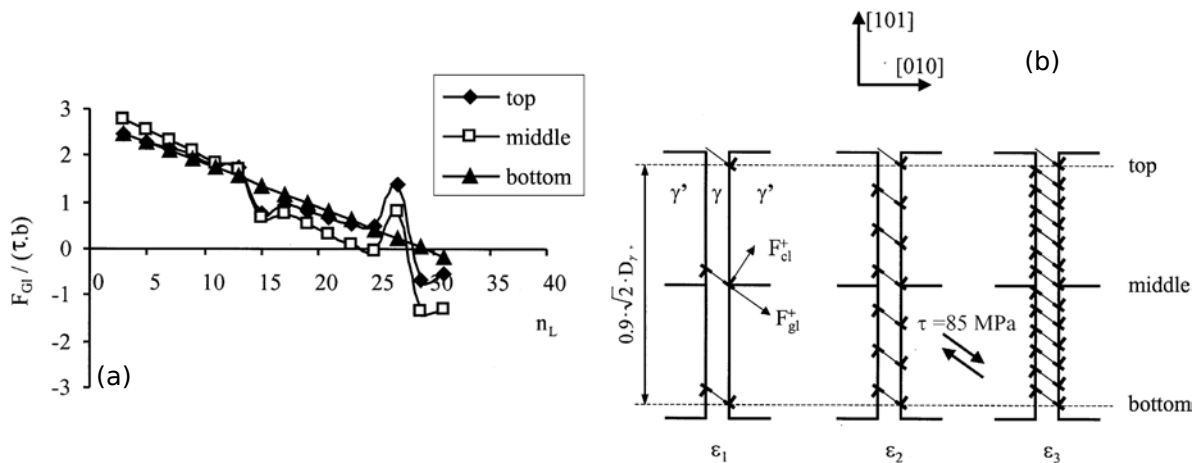


Figure 1.20 – (a) Force de glissement normalisée agissant sur une dislocation de type $\frac{a}{2}\{111\}[01\bar{1}]$ pour les trois niveaux d'interface de précipités γ' (haut, milieu et bas, définie en (b)) en fonction du nombre de dislocations déposées dans le couloir de matrice γ . Les calculs ont été réalisés avec une contrainte macroscopique de cisaillement τ de 85 MPa appliquée sur le système $\{111\}[01\bar{1}]$ avec une fraction volumique de phase γ' égale à 70% et une valeur du misfit de -0.3%, d'après [Dlouhy 01].

1.1.3 Conclusion

La déformation plastique se déroule donc, dans un premier temps, dans la matrice γ par du glissement et de la montée de dislocations, mécanismes majoritaires aux hauts niveaux

de température étudiés. En outre, des réseaux de dislocations vont se former aux interfaces γ/γ' , ce qui constitue des barrières au cisaillement des précipités γ' . Lorsqu'une déformation plastique devient suffisamment importante dans la phase γ , la déformation se propage à la phase durcissante γ' .

Les dislocations, à ce niveau de température, vont essentiellement se propager suivant des plans octaédriques dont les systèmes vont s'activer en fonction de la valeur du facteur de Schmid. Durant la propagation des dislocations, des interactions entre les dislocations et les précipités γ' vont être créées et être responsables de divers durcissements dont certains pourront être pris en compte dans les modèles, présentés ultérieurement.

1.2 Évolutions microstructurales dans les superalliages monocristallins

Grâce à la propagation des dislocations, présentée dans la partie précédente, des évolutions microstructurales sont possibles. Celles-ci sont principalement au nombre de trois : la mise en radeaux, la précipitation de phases intermétalliques, la génération/croissance de pores. Dans cette partie, ces trois évolutions possible de la microstructure seront présentées avec un intérêt particulier pour la mise en radeaux, qui est un marqueur de l'état de déformation et d'endommagement dans le cas d'essais engendrant une vitesse de déformation lente.

1.2.1 Mise en radeaux de la phase γ'

1.2.1.1 Description du mécanisme de mise en radeaux

La mise en radeaux est un phénomène qui s'observe dans les superalliages pour des températures dépassant 800°C et pour des contraintes appliquées suffisamment élevées [Tien 71b, Pollock 94, Li 07]. Ce phénomène est effectif dès qu'un certain niveau de déformation plastique ($0.10\% \pm 0.03\%$ à 950°C) est atteint à haute température [Hemmersmeier 98, Matan 99b]. Au-delà de cette valeur, le processus de mise en radeaux se poursuit même en l'absence de chargement mécanique. Au cours de la mise en radeaux, la microstructure cuboïdale, présentée à la figure 1.2), se transforme et on observe une coalescence orientée des précipités. Cette coalescence orientée conduit à des précipités γ' formant des plaquettes perpendiculaires à la sollicitation mécanique dans le cas d'une orientation cristallographique $\langle 001 \rangle$ (figure 1.21) en fluage traction unidirectionnel et pour un alliage à misfit¹ négatif. Pour une orientation $\langle 011 \rangle$ [Tian 12] ou $\langle 111 \rangle$ et pour un alliage à misfit positif, les plaquettes se forment parallèlement le longs des plans de type $\{001\}$. Cette évolution morphologique a pu également être observée sur des aubes de turbine en service par Draper *et al.* [Draper 89] sur le NASAIR 100 ou plus récemment par Sujata *et al.* [Sujata 10] sur un alliage de première génération. Les microstructures observées sur ce type de structures sont plus compliquées à interpréter du fait des chargements thermomécaniques complexes et multiaxiaux, notamment induits par la présence de canaux de refroidissement. Ces morphologies complexes ont poussé les auteurs à s'intéresser aux cas les plus simples de chargements responsables d'évolutions microstructurales comme le fluage ou la fatigue uniaxiale dans le but de réaliser des simulations numériques sur des cas réels comme ont pu le faire Dye *et al.* [Dye 08].

¹Par abus de langage, le terme misfit pourra être employé en remplacement du terme désaccord paramétrique de maille.

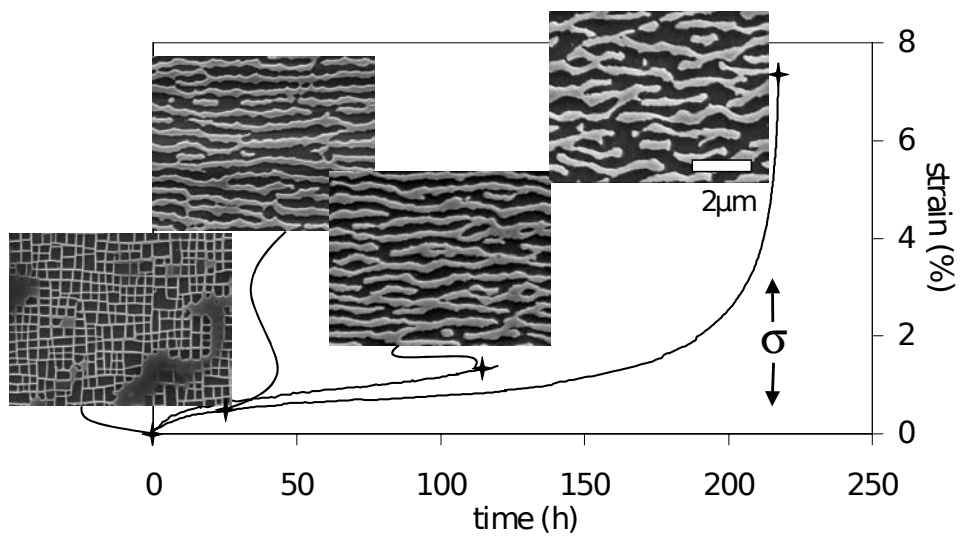


Figure 1.21 – Evolution de la microstructure γ/γ' de l'alliage AM1 pendant un essai de fluage à 1050°C/150 MPa, d'après [Diologent 02b].

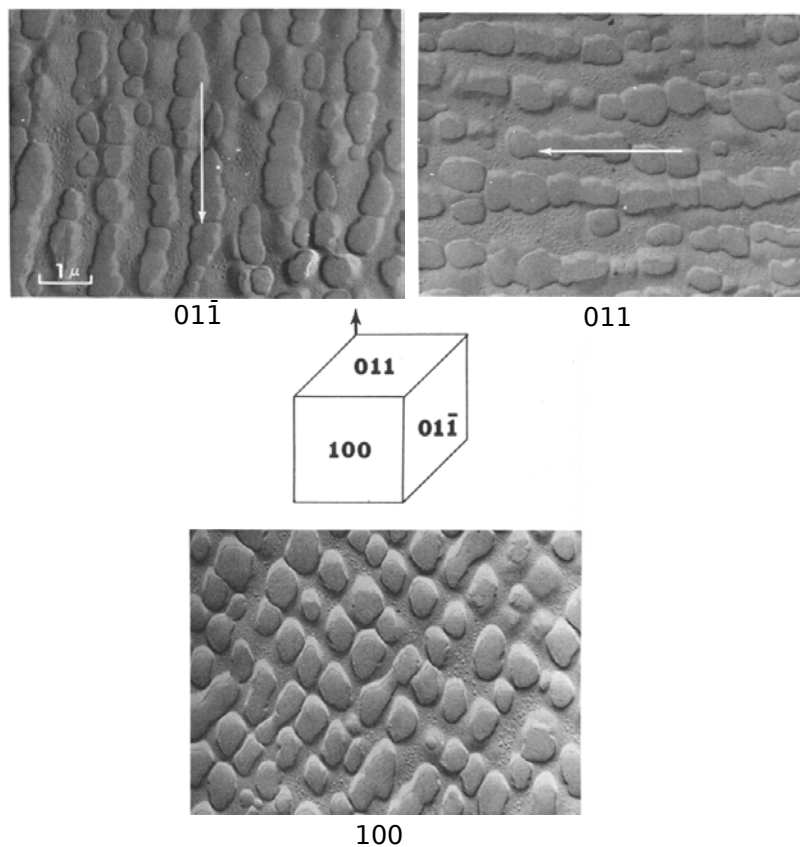


Figure 1.22 – Morphologies des précipités γ' de l'Udimet 700 à 950°C montrant ces derniers orientés à 45° pour la vue suivant (100) et perpendiculairement à l'axe de la contrainte pour les vues suivant (011) et (01 $\bar{1}$) (les flèches blanches indiquent la direction [100]), d'après [Tien 71a].

1.2.1.2 Mise en radeaux sous sollicitation de fluage

Une description approfondie de la mise en radeaux a été réalisée par Fredholm et Ayrault [Fredholm 87, Ayrault 89]. Ces derniers ont étudié les mécanismes de déformation mis en jeu pendant un essai de fluage à haute température ($T \geq 1050^\circ\text{C}$) et les ont corrélés à l'évolution de la microstructure. On peut discerner trois stades lors d'un chargement de fluage haute température dans le cas de superalliages dépourvus d'éléments lourds :

- **Le fluage primaire** entraîne une augmentation de la déformation plastique. Microscopiquement, cette augmentation correspond à un accroissement de la densité de dislocations mobiles dans les couloirs de matrice γ jusqu'à saturation [Probst-Hein 99] et un blocage de ces dislocations aux interfaces γ/γ' par création de réseaux qui relaxent les contraintes internes induites par le désaccord paramétrique de maille [Sugui 00, Link 05]. La fin du stade primaire correspond à une microstructure en radeaux bien établie, comme a pu le montrer Mackay *et al.* par analyse d'image [MacKay 85]. En effet, la formation des radeaux va empêcher le glissement des dislocations parfaites dans les couloirs de matrice verticales. Ainsi, l'amplitude de glissement et l'intensité de la montée de dislocations vont se réduire de plus en plus ce qui conduit au ralentissement de la vitesse de déformation [Pollock 92].
- **Le fluage secondaire** est caractérisé par une vitesse de déformation constante et faible (de l'ordre de 10^{-5} à 10^{-6} h^{-1} dans le cas du MC2 à 1050°C pour une contrainte allant de 140 à 200 MPa) [Cormier 06, Cormier 07b]. La durée du stade secondaire est d'autant plus grande que la mise en radeaux est rapide et que le stade d'endommagement (stade tertiaire) intervient tardivement. Du point de vue microstructural, le régime secondaire est caractérisé par une compétition entre la coalescence orientée et les cinétiques de croissance des précipités (appelée mûrissement d'Ostwald) comme l'a montré Epishin *et al.* pour le SRR99 à $980^\circ\text{C}/200$ MPa [Epishin 00] en faisant apparaître les mécanismes responsables de l'évolution de la période λ , représentant la largeur d'un précipité γ' et d'un couloir γ , suivant le plan [001] au cours d'un essai de fluage (figure 1.23).

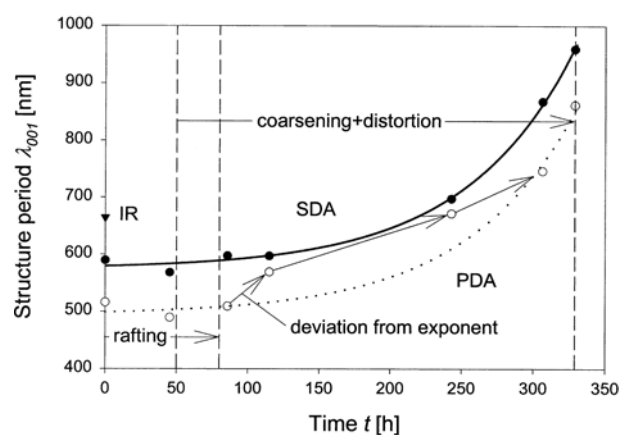


Figure 1.23 – Évolution de la période initiale λ_{001} (somme d'une largeur de couloir de matrice γ et d'une largeur de précipité γ') dans le bras principal de dendrite (PDA), dans le bras secondaire de dendrite (SDA) et dans l'interdendrite (IR) pour la condition $980^\circ\text{C}/200$ MPa, d'après [Epishin 00].

Ainsi, pour une température de 1050°C , des tailles initiales de précipités inférieures à 500 nm engendrent un épaississement des radeaux au cours d'un essai de fluage alors que

l'inverse se produit pour des tailles supérieures à 500 nm [Fredholm 87]. D'un point de vue des mécanismes de déformation, le passage primaire-secondaire correspond à l'établissement de réseaux stables de dislocations aux interfaces γ/γ' . En effet, Probst-Hein *et al.* [Probst-Hein 01, Dlouhy 01] ont montré, par un calcul de la force de Peach-Koehler, qu'un nombre limité de dislocations est admissible dans les couloirs de matrice γ . Cette dernière correspond à un cisaillement critique de 0.54% ce qui est nettement inférieur aux valeurs des déformations observées expérimentalement lors du stade secondaire du fluage dans ce type d'alliage et à ce niveau de température. Le seul moyen pour que la plasticité dépasse cette valeur est l'existence de processus de restauration dynamique qui sont assurés soit par montée de dislocations aux interfaces γ/γ' , soit par cisaillement des précipités γ' par les dislocations et annihilation de celles-ci comme l'illustre la figure 1.24 [Svoboda 97, Srinivasan 00]. Les réseaux d'interfaces sont particulièrement importants vis-à-vis de la résistance en fluage des superalliages. En effet, ces derniers créent un champ de contraintes locales qui est d'autant plus important que les réseaux sont fins ce qui protège d'autant mieux les précipités du cisaillement. Harada *et al.* [Zhang 02, Zhang 03a, Zhang 03c] ont d'ailleurs mis en relation les vitesses de déformation pendant le régime secondaire et la taille des cellules constituant les réseaux d'interfaces sur les alliages TMS (développés au "National Institute for Materials Science"), tailles qui dépendent du misfit et donc de la concentration en éléments réfractaires tels que Mo, Re ou Ru (figure 1.25). En effet, plus l'homogénéité et la finesse du réseau d'interface sont grandes, plus ce réseau d'interface protège efficacement les précipités du cisaillement de dislocations glissant dans les couloirs de matrice γ [Zhang 02].

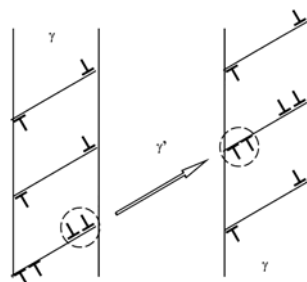


Figure 1.24 – Processus de restauration dynamique par cisaillement des précipités γ' , d'après [Srinivasan 00].

Le passage du régime secondaire au tertiaire est lié à un cisaillement massif des précipités γ' . Ce cisaillement est potentiellement dû à deux facteurs. Le premier correspond à une déstabilisation des réseaux de dislocations aux interfaces γ/γ' ce qui va permettre un cisaillement des précipités γ' [Sugui 00] et le deuxième, à une déstabilisation de la microstructure pendant laquelle la phase γ ne va plus être totalement englobante et va permettre l'apparition de nouveaux sites potentiellement cisillables (figure 1.26), comme a pu le montrer Clément *et al.* à 850°C lors d'une étude comparative *in-situ* des comportements des microstructures cuboïdales et coalescées [Clément 06]. Cette déstabilisation de la microstructure est peu marquée dans le cas du MC2 à 1050°C mais est notable dans le cas du MCNG [Caron 00].

- **Le fluage tertiaire** est caractérisé par une augmentation rapide de la vitesse de déformation qui conduit à la rupture du matériau. Cette augmentation rapide est particulièrement marquée dans le cas du MC2 à haute température/faible contrainte. Elle résulte de deux

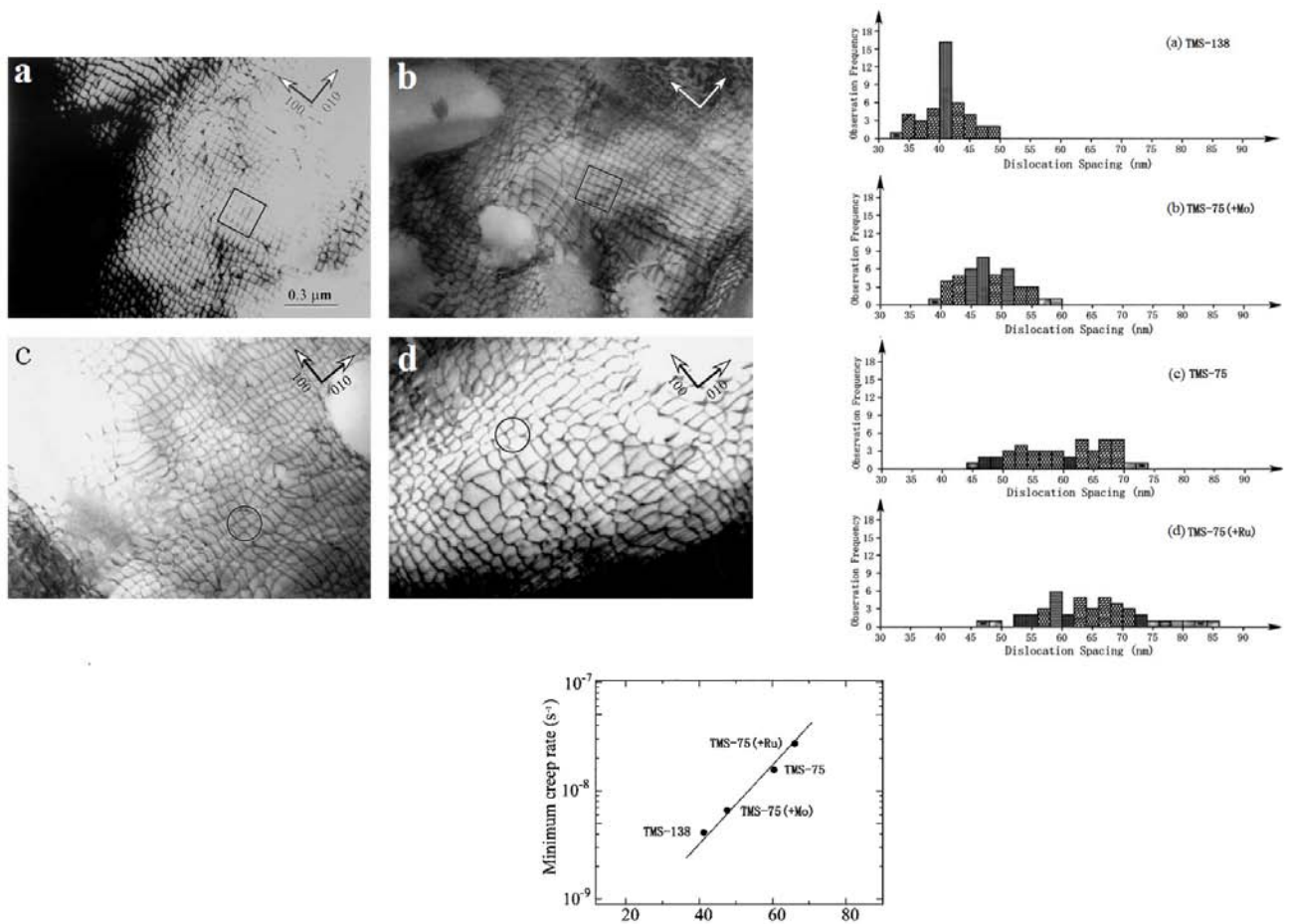


Figure 1.25 – Évolution de la vitesse de déformation pendant le régime secondaire de fluage pour les superalliages TMS 75 et TMS 138 en fonction de la taille et de l'homogénéité de distribution des réseaux interfaciaux de dislocations, d'après [Zhang 02].

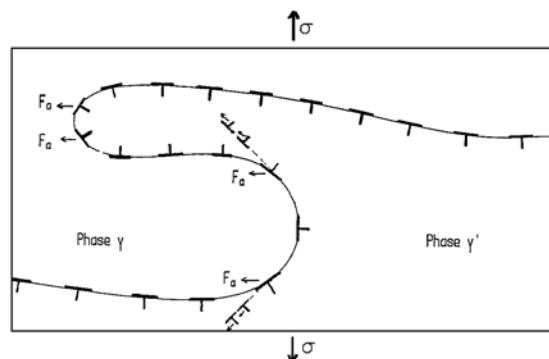


Figure 1.26 – Illustration de l'inversion de connexité (la phase γ' devient englobante) entre les phases γ et γ' pouvant donner naissance à de nouveaux sites préférentiels de cisaillement, d'après [Fredholm 87].

moteurs de l'endommagement. Le premier est lié à la détérioration de la microstructure (inversion de connexité de la phase γ' par exemple) et au cisaillement massif des précipités qui engendre une augmentation de la vitesse de déformation par multiplication des dislocations mobiles. Le second peut être lié à l'environnement (oxydation) qui modifie la section portante du matériau par détérioration de la microstructure sous la surface des échantillons [Dryepondt 05]. Cet effet est d'autant plus marqué que le rapport d'aspect des échantillons (périmètre/section) est important [Roy 97]. Le dommage peut aussi être lié à un processus de micro-fissuration puis de macro-fissuration qui apparaît au niveau des pores, que ceux-ci soient issus de l'élaboration ou de la déformation plastique. Les deux types de pores existants sont, d'après Epishin et Staroselsky [Staroselsky 08, Epishin 10] :

- Les pores initiaux présents dans les couloirs interdendritiques liés à l'élaboration des monocristaux (pores de solidification et d'homogénéisation, voir figure 1.27(a)).
- Les pores de déformation présents à la fois dans les espaces interdendritiques mais aussi dans les dendrites. Leur formation est due à la coalescence de lacunes transportées par les dislocations [Epishin 04b]. Ces pores ont une forme caractéristique puisque leur surface est facétée comme on peut le voir sur la figure 1.27(b).

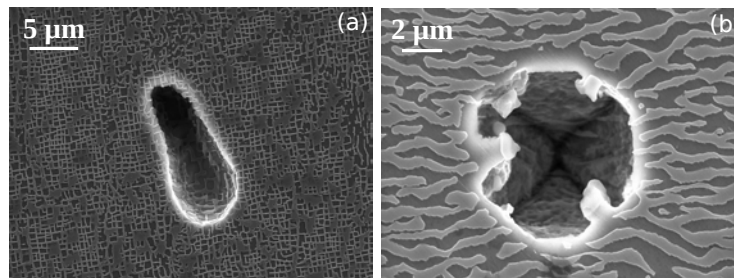


Figure 1.27 – Types de pores rencontrés au sein du matériau après sollicitation de fluage à haute température : Pore de solidification (a) et Pore de déformation (b).

Le mécanisme d'endommagement à partir des pores a été proposé par Cox *et al.* pour le CMSX-4[®] sollicité en fluage à 1150°C [Cox 99] : la cavitation à partir des pores conduit à une localisation de la déformation, ce qui implique une diminution de la section résistante. Il y a donc une augmentation de la contrainte locale ce qui active les mécanismes de cisaillement des précipités γ' , d'où l'augmentation de la vitesse de déformation.

1.2.1.3 Mise en radeaux sous sollicitation de fatigue

La mise en radeaux n'est pas seulement observée lors du fluage. En effet, celle-ci survient dès que la durée du chargement est suffisamment longue et que la température est suffisamment élevée ($T \geq 850^\circ\text{C}$). Ainsi des sollicitations de fatigue mécanique et thermique peuvent mener à de la mise en radeaux. Hanriot, Espié, Frenz ou Mughrabi ont pu observer une mise en radeaux lors d'essais de fatigue mécanique et Kraft lors d'essais de fatigue thermomécanique [Hanriot 93, Kraft 95, Espié 96, Frenz 96, Mughrabi 96]. La figure 1.28 présente l'évolution microstructurale qui a pu être observée lors d'un chargement cyclique lent ($\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) symétrique ($R_\epsilon = -1$) à 980°C sur l'alliage SRR 99. La microstructure évolue de manière à se placer à 45° de l'axe de sollicitation. Le même phénomène a pu être observé par Gaubert sur l'alliage AM1 à 950°C [Gaubert 09].

Pour des chargements cycliques plus rapides ($\dot{\epsilon} \simeq 10^{-3} \text{ s}^{-1}$), les précédents auteurs n'ont pas pu observer d'orientation préférentielle de la microstructure hormis un début d'arrondissement des coins des précipités qui est dû à une plus forte densité de dislocations à cet endroit à

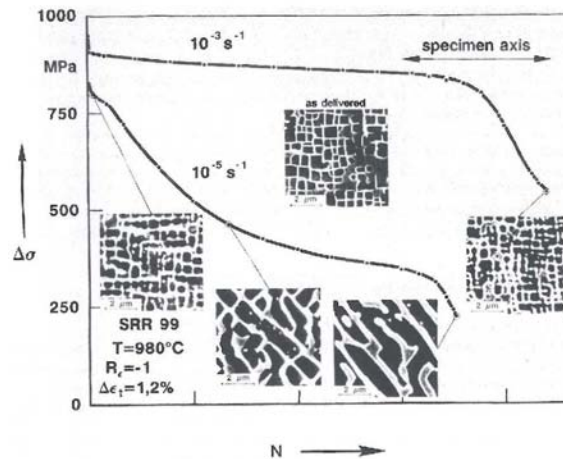


Figure 1.28 – Évolution de la microstructure au cours d'un chargement cyclique alterné ($R_\varepsilon = -1$) pour diverses amplitudes de contrainte à 980°C pour le SRR 99, d'après [Frenz 96].

cause d'une plus forte amplitude des contraintes thermoélastiques dues à la cohérence des deux phases [Glatzel 89, Ganghoffer 91, Müller 92a]. Ce résultat est en contradiction avec ce qui avait pu être noté par Brien *et al.* [Brien 96, Brien 01]. En effet, les auteurs, dans le cas de l'AM1 à 950°C pour une fréquence de 0.25 Hz ($\dot{\varepsilon} \in [10^{-3}, 10^{-2}] \text{ s}^{-1}$), ont observé par MET une coalescence normale à l'axe de sollicitation (type N) ainsi qu'une différence en terme d'évolution microstructurale entre des essais de fatigue alternée et répétée : la coalescence orientée survient plus rapidement pour un essai cyclique alterné (au bout de 113 cycles) que pour un essai répété (au bout de 200 cycles). De plus, pour une amplitude de déformation totale imposée trop élevée, le niveau de contrainte moyenne est trop élevé et la coalescence orientée ne se produit pas du fait d'un cisaillement massif des précipités γ' et de la durée d'essai trop courte.

Dans le cas de la fatigue thermomécanique, l'étude de Kraft a montré que l'orientation de la coalescence orientée dépend de la nature du chargement (traction ou compression) lors de la phase chaude du cycle thermique [Kraft 95].

1.2.1.4 Mise en radeaux sous chargement mécanique multiaxial

Vallés et Arrell ont étudié la prévision de la mise en radeaux dans des cas de chargements complexes sur le SRR 99 [Vallés 94, Arrell 94, Arrell 96]. En effet, ils ont déterminé un critère basé sur la minimisation de l'énergie aux interfaces γ/γ' qui permet de déterminer l'orientation des radeaux en fonction de la multiaxialité appliquée (figure 1.29). Cette figure permet de mettre en évidence trois résultats :

- on peut déterminer un domaine dans l'espace des contraintes principales, où l'évolution morphologique est isotrope. Cette plage existe, quelle que soit la température, mais son aire diminue avec le niveau de température appliqué,
- l'application d'une troisième composante de traction translate, en fonction du signe de celle-ci, la position où l'évolution morphologique est isotrope,
- la formation de batonnets est privilégiée à basse température (700°C) alors que c'est la formation de plaques qui est privilégiée à plus haute température (900°C). La mise en radeaux est donc bien un processus activé thermiquement.

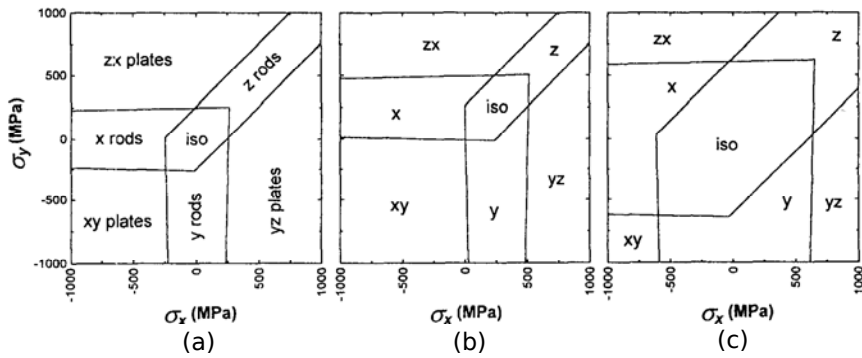


Figure 1.29 – Diagramme de prévision de la mise en radeaux pour le SRR 99 avec (a) $\sigma_z = 0\text{MPa}$ à 1173K, (b) $\sigma_z = +250\text{MPa}$ à 1173K et (c) $\sigma_z = 0\text{MPa}$ à 973K, d'après [Arrell 96].

Yue *et al.* [Yue 99] ont amélioré ce modèle pour qu'il prenne en compte les contraintes de cisaillement ceci afin de rendre compte, lors d'essais de torsion pure, de l'évolution microstructurale et de l'orientation cristalline de l'éprouvette (figure 1.30).

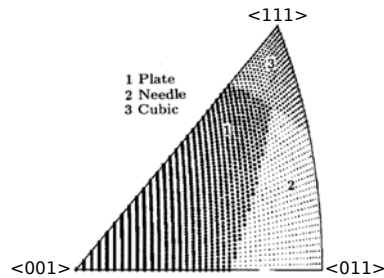


Figure 1.30 – Diagramme de prévision de la mise en radeaux en fonction de l'orientation pour un superalliage à misfit négatif lors d'une sollicitation de fluage traction, d'après [Yue 99].

L'impact de la multiaxialité des contraintes sur la coalescence orientée de la phase γ' a également été étudiée par l'emploi d'éprouvettes entaillées qui permettent de créer, localement en fond d'entaille, un champ mécanique multiaxial. Basoalto *et al.* [Basoalto 00] ont réalisé un essai de fluage sur une éprouvette en CMSX-4[®] ayant deux entailles à 850°C et des contraintes comprises entre 600 et 850 MPa au niveau de la section minimale. Les auteurs ont pu noter par une analyse EBSD ("*Electron BackScattered Diffraction*") que, du fait de la forte déformation, le cristal, initialement orienté suivant $\langle 001 \rangle$, avait subi une rotation pouvant aller jusqu'à 20 degrés ce qui a pu être aussi observé par MacLachlan *et al.* [MacLachlan 00b] (figure 1.31). L'étude de la multiaxialité sur la coalescence orientée est aussi possible par l'étude de l'évolution de la microstructure au voisinage de pores. En effet, ces trous génèrent localement un champ mécanique multiaxial ce qui modifie la formation et l'orientation locale des radeaux, comme ont pu le montrer Cormier *et al.* dans le cas de l'alliage MC2 flué à 1050°C/140 MPa pendant 4-8 heures [Cormier 09]. Les observations de MacLachlan *et al.* sont à mettre en parallèle avec de nombreuses observations où des macles ont été observées pour des températures inférieures ou égales à 950°C [Bonnet 91, Ati 97, Ardakani 99, MacLachlan 00b] mais aussi à 1010°C [Liu 08].

En plus de ces observations, MacLachlan *et al.* [MacLachlan 00b] ont montré, par des observations MET, qu'à 950°C sur du CMSX-4[®] les systèmes de glissement qui prévalent en torsion sont des systèmes octaédriques de type II, i.e. du type $\langle 112 \rangle \{ 111 \}$ [MacLachlan 00b], contrairement à ce qui a pu être noté par Nouailhas *et al.* sur du CMSX-2[®] à 950°C [Nouailhas 93, Nouailhas 95]. D'autres auteurs ont également pu noter [Mayr 95, Mayr 96, Kolbe 97, Kolbe 98],

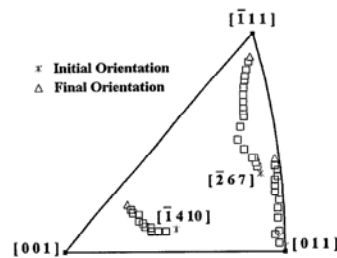


Figure 1.31 – Rotations cristallines pour trois éprouvettes différentes obtenues par mesures EBSD et tracées dans une figure de pôle standard, d'après [MacLachlan 00b].

lors d'essais de torsion pure sur du CMSX-6[®] à 1025°C/ $\tau=85$ MPa, que :

- Lors du fluage primaire, ce sont les systèmes de glissement avec un facteur de Schmid faible qui sont activés,
- Lors du fluage secondaire, un nombre plus important de systèmes de glissement sont actifs mais, de la même manière qu'en fluage primaire, ce sont les systèmes de glissement de plus faible facteur de Schmid qui sont activés,
- Peu de systèmes de glissement cubique sont actifs ce qui n'est pas le cas des systèmes de glissement octaédrique, même pour des facteurs de Schmid faibles.

De plus, MacLachlan *et al.* [MacLachlan 00b] ont noté sur l'alliage CMSX-4[®] que le fluage en traction/torsion engendre une durée de vie plus longue que le fluage en torsion, lui-même plus long que le fluage en traction, pour des essais réalisés avec une contrainte effective de 360 MPa à 950 °C. Il semblerait donc que le dommage évolue moins rapidement en torsion qu'en traction ce qui pourrait être lié à une nucléation des pores moins rapide en torsion qu'en traction, comme a pu le montrer Dyson *et al.* dans le cas de l'alliage polycristallin Nimonic 80A à 750°C [Dyson 77].

1.2.1.5 Forces motrices mises en jeu pour la mise en radeaux

La compréhension des forces motrices régissant la mise en radeaux/coalescence orientée a fait l'objet de nombreuses études numériques et expérimentales [Pineau 76, Pollock 94, Nabarro 96, Henderson 99, Kamaraj 03]. Ce phénomène est fortement contrôlé par la plasticité de la matrice γ mais dépend aussi :

- du signe de la contrainte appliquée,
- des contraintes de cohérence,
- des différences de constantes d'élasticité entre les phases γ et γ' .

En effet, comme a pu le corrélérer expérimentalement Fredholm [Fredholm 87] et le modéliser Pineau [Pineau 76], il existe une corrélation entre le signe du désaccord paramétrique et l'orientation des radeaux : pour un désaccord paramétrique négatif, les radeaux sont perpendiculaires à l'axe de traction (type N) et parallèles à l'axe de compression (type P) (figure 1.32).

Dans le cas d'un superalliage avec un désaccord paramétrique négatif (cas du MC2), Kamaraj *et al.* [Kamaraj 98] expliquent le phénomène de la manière suivante (figure 1.16) :

- En l'absence de contrainte appliquée ($\sigma_{ext} = 0$), les potentiels chimiques des phases aux

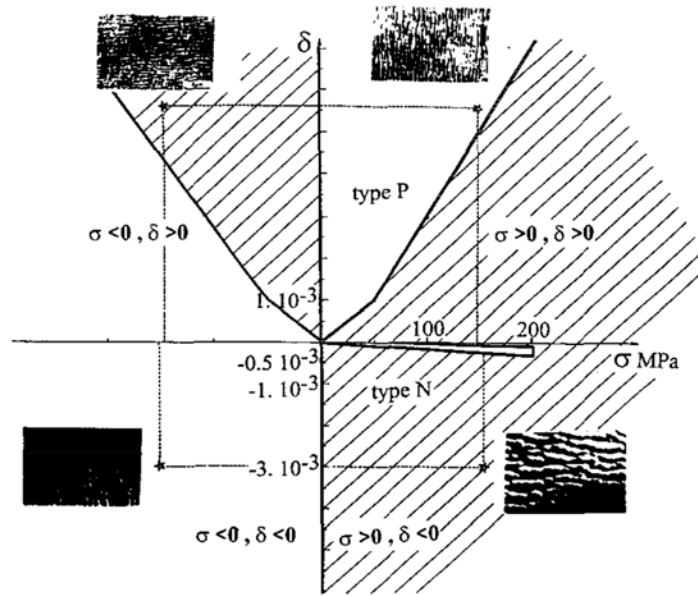


Figure 1.32 – Plan de morphologie indiquant le type de mise en radeaux attendue en fonction du misfit et de la contrainte appliquée, d'après [Véron 96]. L'axe de contrainte est ici vertical.

points 1 et 2 (particule γ' en bas à droite de la figure 1.16(a)) sont égaux et une coalescence non-directionnelle est attendue,

- Pour un chargement appliqué, la situation est caractérisée par des composantes de la contrainte qui ne sont pas égales dans les couloirs verticaux (position 2) et horizontaux (position 1), contrairement au cas sans contrainte appliquée (figure 1.16(a)). L'effet majeur de la contrainte externe appliquée est la modification des contraintes locales dans la direction de la contrainte appliquée (figure 1.16(b)). Dans la direction perpendiculaire à l'axe de la contrainte externe, les contraintes internes changent du fait de la différence de coefficient de Poisson entre la phase γ et γ' . Des phénomènes diffusifs se mettent en place du fait du gradient de contraintes internes ainsi créé [Shewmon 89] : les éléments γ -gènes migrent vers les couloirs horizontaux alors que les éléments γ' -gènes diffusent dans les canaux verticaux (ce phénomène est inversé dans le cas d'une contrainte extérieure de compression). Cette diffusion vise alors à rétablir un équilibre thermodynamique.

Cette modification des potentiels chimiques conduit à une coalescence démarrant initialement par les coins des précipités γ' cuboïdaux comme cela a pu être observé par Svetlov ou Reed [Svetlov 92, Reed 07b] (figure 1.33).

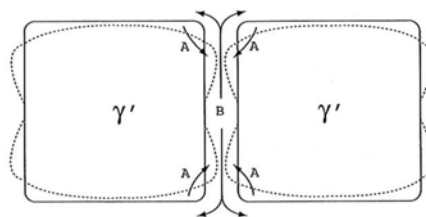


Figure 1.33 – Illustration schématique du stade initial de coalescence de la phase γ' pendant la mise en radeaux montrant que celle-ci débute dans les coins des précipités γ' , d'après [Reed 07b]. A représente le flux d'éléments de la phase γ' et B le flux d'éléments de la phase γ .

Une étude expérimentale détaillée a été effectuée par Tien *et al.* [Tien 71a] sur l'Udimet 700 à 950°C sur l'influence de l'orientation du chargement uniaxial sur la coalescence orientée. Ainsi, pour une contrainte appliquée suivant l'axe $\langle 011 \rangle$, deux familles de radeaux coexistent parallèles aux directions $\langle 010 \rangle$ et $\langle 001 \rangle$ [Tian 12] et pour un chargement suivant $\langle 111 \rangle$, la microstructure évolue de manière isotrope.

De la même manière, Kamaraj *et al.* ont effectué des essais de fluage biaxiaux à 1025°C sur du CMSX-6[®] [Kamaraj 98]. Ils ont pu déterminer qu'un état de cisaillement pur parallèle à $\langle 011 \rangle$ produit des radeaux à 45° et un état de cisaillement pur parallèle à $\langle 001 \rangle$ ne produit pas de mise en radeaux. Pour un état de cisaillement combiné à de la flexion avec une contrainte équivalente de flexion supérieure à la contrainte de cisaillement, des résultats classiques sont obtenus (radeaux perpendiculaires à l'axe de traction ou parallèles en compression).

Étant donné que la coalescence orientée a pour origine la diffusion des éléments d'alliage, la température joue un rôle majeur dans ce phénomène. On dit alors que la mise en radeaux est un phénomène activé thermiquement. En effet, Fredholm [Fredholm 87] a pu montrer sur des essais de fluage à 760°C/750 MPa sur le CMSX-2[®] (alliage de première génération, temps à rupture : 1200 heures, déformation à rupture : 18%) que la coalescence des précipités ne faisait que débiter. Par contre, il ne faut que 15 heures à 1050°C/140 MPa pour que la mise en radeaux soit terminée pour le MC2 [Cormier 10a]. Il ne faut pas oublier que la composition chimique de l'alliage va aussi avoir une forte influence sur la cinétique de mise en radeaux. En effet, avec des alliages de troisième ou quatrième génération, contenant des éléments lourds comme le rhénium ou le ruthénium, la cinétique de mise en radeaux est beaucoup plus lente. Giraud *et al.* [Giraud 12] ou Tinga *et al.* [Tinga 09b] ont montré que pour le CMSX-4[®], la mise en radeaux se termine respectivement au bout de 100 heures et 500 heures à 1050°C/140 MPa.

En outre, l'augmentation de l'anisotropie du matériau avec la température (rapport 1 en entre E_γ et $E_{\gamma'}$ à 20°C et 1.2 à 800°C [Siebörger 01, Ichitsubo 03a]), permet le développement plus rapide de la plasticité lors du chargement mécanique du fait de contraintes de cohérence plus élevées.

1.2.1.6 Plasticité et mise en radeaux

Le niveau de la contrainte appliquée a une influence sur la cinétique de coalescence orientée que ce soit lors d'essais de fluage ou d'essais cycliques. Cependant, il serait intéressant de comprendre le rôle exact du chargement mécanique et de la plasticité induite dans les couloirs de matrice γ .

Un certain nombre d'auteurs ont mis en évidence de manière expérimentale [Véron 95, Paris 97] ou numérique [Ichitsubo 03b] le rôle de la plasticité sur la mise en radeaux. Matan a montré, pour le CMSX-4[®] à 950°C, qu'une déformation plastique minimum de $0.10 \pm 0.03\%$ était nécessaire pour que le processus de mise en radeaux soit déclenché et qu'au-delà de cette déformation critique, la mise en radeaux continue, même en l'absence de contrainte externe appliquée [Matan 99b]. Véron *et al.* avaient déjà noté une influence de la déformation plastique sur la coalescence orientée de l'AM1. En effet, les auteurs avaient suivi, sans charge et à haute température ($\simeq 1075^\circ\text{C}$), le facteur de forme des précipités γ' , dans deux éprouvettes pré-déformées à 850°C jusqu'à 0.2% et 0.6% de déformation, par la technique de diffusion des neutrons aux petits angles ("*Small-Angle Neutron Scattering*") et avaient observé des différences dans l'évolution du facteur d'aspect [Véron 97] : cinétique d'évolution plus rapide dans le cas de l'éprouvette pré-fluée à 0.6% de déformation.

De plus, Prikhodko *et al.* ont montré que dans le cas du fluage compression à 640°C/150 MPa, la cinétique de mise en radeaux est diminuée de 20 à 25% sur un alliage monocristallin Ni-Al

[Prikhodko 03]. La plasticité a donc une importance capitale sur la cinétique de mise en radeaux et va favoriser, en fonction du signe du misfit, une direction privilégiée pour la coalescence entre les précipités. Par exemple, pour un alliage à misfit négatif, soumis à une contrainte de traction suivant [001], les dislocations mobiles se propagent dans les couloirs horizontaux de matrice γ et aucune activité de dislocation ne s'effectue dans les couloirs verticaux [Pollock 94]. Ainsi, les contraintes de cohérence sont diminuées sur les faces perpendiculaires à l'axe de sollicitation. Par conséquent, ces dernières sont énergétiquement plus favorables que les autres et les précipités coalescent perpendiculairement à l'axe de chargement (figure 1.34).

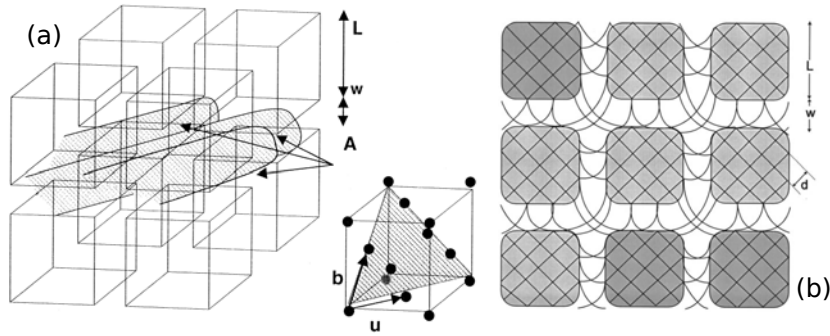


Figure 1.34 – Diagrammes schématiques (a) de l'activité d'un système de glissement $(a/2)\langle 110 \rangle \{111\}$ produisant un système de dislocations parallèles à la fois au-dessus et en dessous des interfaces (001) de γ/γ' pour un alliage au misfit négatif et (b) une vue suivant l'axe de sollicitation une fois que suffisamment de dislocations ont été générées sur les systèmes octaédriques pour relaxer les contraintes de cohérence, d'après [Matan 99b].

Ce n'est pas le seul apport des réseaux d'interface. En effet, Buffière *et al.* [Buffière 95] ont montré que les dislocations jouent un rôle majeur sur la composition chimique locale de la phase γ lors d'un essai de fluage traction comme le montre la figure 1.35. Cette modification locale de chimie par diffusion des éléments d'alliage va permettre la coalescence accélérée des précipités γ' . Le même résultat a d'ailleurs pu être observé par Blavette *et al.* dans le cas d'un fluage compression 1050°C/100 MPa sur le superalliage MC2 [Blavette 96].

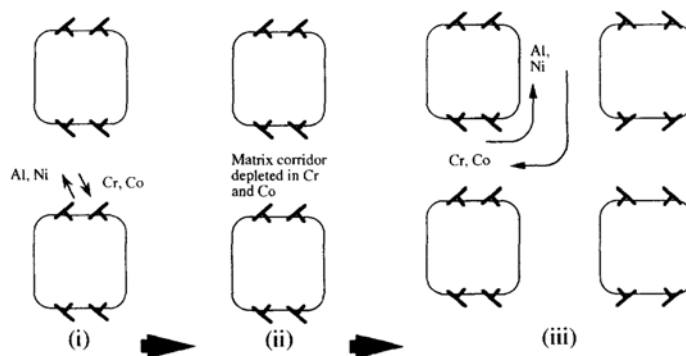


Figure 1.35 – Schéma explicatif du rôle des dislocations d'interface dans la diffusion des éléments responsables de la mise en radeaux. (i) les dislocations interagissent avec les éléments d'alliage (ii) ce qui crée des gradients de composition chimique (iii) et des flux croisés d'éléments γ -gènes, d'après [Buffière 95].

L'évolution des contraintes de cohérence pendant un essai de fluage a fait l'objet de nombreuses études. Elles ont montré que pendant la mise en radeaux, l'isotropie de la microstructure

se perdait et que des réseaux d'interface se formaient pour réduire les contraintes de cohérence aux interfaces γ/γ' [Biermann 95, Royer 98, Royer 01] (figure 1.36). Le misfit est donc le reflet des contraintes internes [Dirand 11a, Samoïlov 11]. De plus, Royer *et al.* ont montré que la différence entre les misfit contraints (δ_{\perp} et $\delta_{//}$) et le misfit naturel δ était un paramètre crucial pour calculer l'énergie stockée au niveau des interfaces [Royer 01]. Celle-ci permettrait de définir une déformation plastique maximale, atteinte pendant le fluage secondaire, et qui dépendrait de manière linéaire de la contrainte appliquée [Jacques 04].

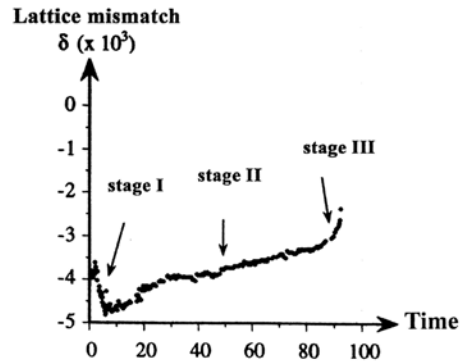


Figure 1.36 – Evolution du désaccord paramétrique parallèle (002) à l'axe de chargement pendant un essai de fluage sur AM1 à 1050°C/150 MPa, d'après [Royer 01].

1.2.2 Dissolution/précipitation de la phase γ'

Lors d'essais anisothermes à très haute température, des modifications de la fraction volumique de phase γ' ($f_{v\gamma'}$) se produisent. Il est donc primordial d'étudier ces évolutions en fonction de la température, du temps de maintien et de la charge appliquée. En effet, la fraction volumique de la phase γ' a une forte influence sur la tenue en fluage comme ont pu le montrer Murakumo *et al.* dans le cas du TMS-75 qui présente un pic de durée de vie en fluage pour 70% de phase γ' pour des températures inférieures à 950°C (figure 1.37) [Murakumo 04].

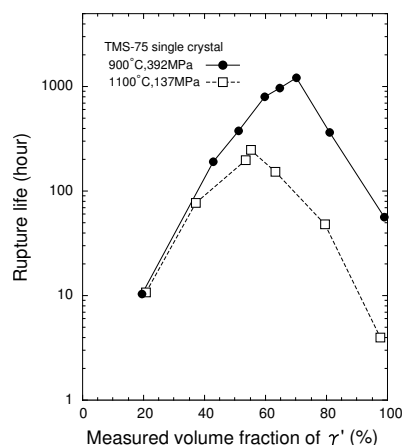


Figure 1.37 – Relation entre la fraction volumique de γ' et le temps à rupture pour des essais de fluage réalisés à 1100°C et à 900°C sur l'alliage TMS-75, d'après [Murakumo 04].

De nombreuses études ont été menées pour déterminer la fraction volumique à l'état d'équilibre thermodynamique de la phase γ' en fonction de la température via différentes techniques :

l'analyse d'image [Serin 04, Cormier 06], la diffraction de rayons X à haute énergie [Royer 98], la sonde atomique [Diologent 02a], la résistivité électrique [Roebuck 01] ou des calculs thermodynamiques [Soucaïl 96] (figure 1.38).

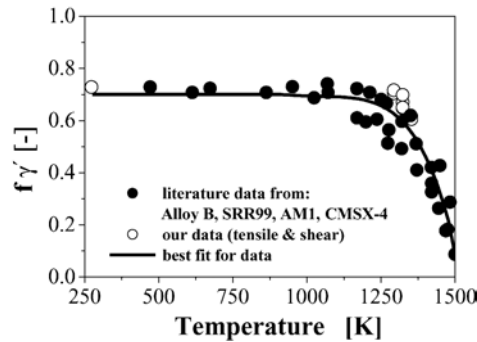


Figure 1.38 – Evolution de la fraction volumique de γ' ($f_{v\gamma'}$) pour divers alliages en fonction de la température. Une courbe de corrélation $f_{v\gamma'}(T)$ a été ajoutée en considérant que le taux de γ' à l'équilibre thermodynamique est le même quel que soit l'alliage, d'après [Serin 04].

Il est important de noter que les fractions volumiques de phases sont obtenues pour des maintiens thermiques longs i.e. lorsque l'équilibre thermodynamique est atteint contrairement aux régimes impliquant des variations rapides de température qui sont au cœur de cette thèse. En effet, ces régimes qui peuvent durer tout au plus quelques minutes, ne permettent pas à la réaction de dissolution d'atteindre l'équilibre thermodynamique. Le matériau se trouve alors dans un régime transitoire métastable.

Cormier a étudié l'évolution temporelle de la fraction volumique de la phase γ' pour une température donnée et a montré qu'une dissolution massive des précipités γ' s'effectue pour de courts temps de maintien et pour des températures supérieures à 1050°C (figure 1.39(a)) [Cormier 06]. Ce dernier a aussi montré que plus le chargement mécanique est élevé, plus la cinétique de dissolution est importante. Ce phénomène serait dû à une modification de l'état énergétique du système γ/γ' qui modifierait l'état d'équilibre thermodynamique et par conséquent la cinétique de dissolution. Cette observation est à mettre en parallèle du mécanisme de précipitation assisté par les dislocations et développé par Embury *et al.*, plus connu sous le nom de "pipe-line diffusion" [Embury 03]. En effet, lorsque les dislocations se déplacent dans les couloirs de matrice γ , ces dernières entraînent derrière elles un nuage atomique et favorisent leur diffusion. Giraud *et al.* ont montré le même phénomène dans le cas du CMSX-4® [Giraud 13]. Ces auteurs ont aussi montré une différence de cinétique de dissolution entre dendrites et interdendrites du fait de l'inhomogénéité de la microstructure. Cette différence ne serait cependant pas liée aux écarts de coefficient de diffusion entre les deux zones (figure 1.39(b)).

Suite à une surchauffe, une fine précipitation de précipités γ' se forme dans les couloirs de matrice γ . Cette fine précipitation peut jouer un rôle important vis-à-vis des mécanismes de déformation puisque, en diminuant la largeur des couloirs de matrice, elle contrarie, par exemple, les systèmes de glissement de type $\{111\}\langle 112 \rangle$ à 700°C dans le RENÉ 95 [Takehi 99, Takehi 00]. Cependant, lors du maintien thermique, les précipités tertiaires de γ' coalescent entre eux et peuvent être absorbés par des précipités secondaires de γ' plus volumineux [Boussinot 07]. Lors de la coalescence des fins précipités entre eux, leur croissance se fera selon une loi de type Lifshitz-Slyosov-Walter (LSW) (équation 1.10).

$$R^n(t) - R_0^n(t) = kt \text{ avec } n = 3 \quad (1.10)$$

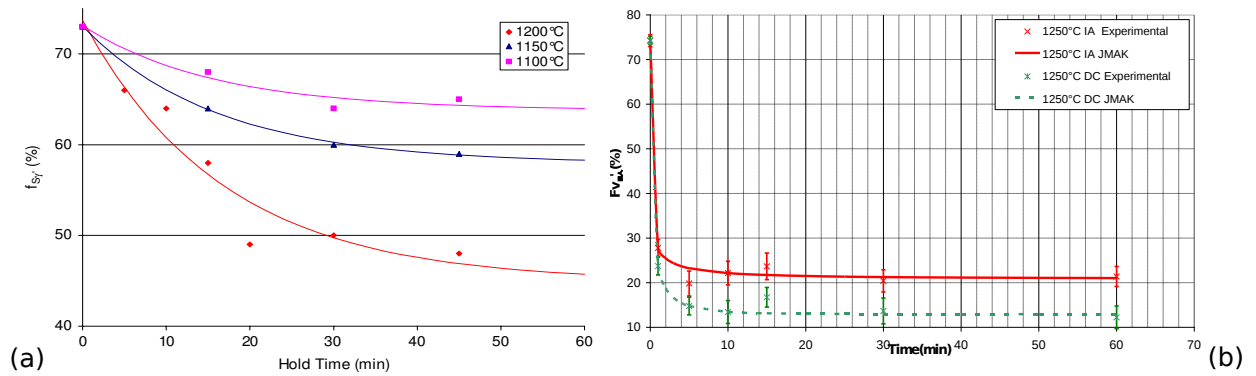


Figure 1.39 – Evolution de la fraction volumique de γ' ($f_{v\gamma'}$) en fonction du temps de maintien pour trois niveaux de températures (1100, 1150 et 1200°C) pour le MC2, d'après [Cormier 07a] (a) et pour deux régions de la microstructure (dendrites (DC) et interdendrites (IA)) à 1250°C pour le CMSX-4[®], d'après [Giraud 13].

où R est le rayon de la particule à l'instant t , R_0 le rayon de la particule à l'instant initial et k un facteur de croissance de la particule qui dépend de la température suivant une loi d'Arrhenius.

Cette loi, contrôlée par la diffusion, est vérifiée lorsque la fraction volumique de précipités est faible. Elle a en outre été développée pour un système binaire où les particules sont sphériques (influence de la forme sur la valeur de l'exposant) ce qui n'est pas le cas des superalliages [Lifshitz 61]. Cependant, Ardell *et al.* ont montré que le contrôle de la coalescence par diffusion restait valable [Ardell 66] et Brailsford *et al.* que ce type de coalescence entraîne un exposant n égal à 3 dans la theory LSW [Brailsford 79]. Ce résultat a été validé par Fan *et al.* [Fan 02] par des simulations par *champs de phases* avec de fortes fractions volumiques de précipités.

1.2.3 Précipitation de phases intermétalliques

L'amélioration des propriétés mécaniques des superalliages monocristallins, en fluage en particulier, est souvent obtenue par une augmentation de la teneur en éléments réfractaires. Néanmoins, une trop forte concentration de ces éléments (W, Mo, Re, etc.), visant à ralentir les cinétiques de déformation des monocristaux, peut conduire à la formation de phases intermétalliques (σ , μ , P et R) dites phases TCP (Topologically Close-Packed phases) observées dans les quatre générations de superalliages [Caron 00, Epishin 10]. Les phases TCP précipitent préférentiellement aux cœurs des dendrites en raison de la ségrégation résiduelle d'éléments comme Re, W, Mo ou Co [Rae 00, Volek 04, Rae 05] qui ne peut pas être totalement supprimée par les traitements thermiques [Karunaratne 00, Wilson 03]. À partir de la composition chimique de l'alliage, il est possible de prévoir la formation d'une phase TCP grâce à un calcul *PHACOMP* [Murphy 68] ou *newPHACOMP* [Morinaga 84], basé sur la solubilité des atomes de par leur structure électronique et plus précisément de la nature de l'orbitale atomique d de ces derniers. Ces calculs unidimensionnels sont néanmoins mis en défaut dans le cas des superalliages de nouvelle génération. C'est pour cette raison que des calculs 2D ont été développés pour mieux prévoir la formation de ces phases [Seiser 11].

Dans le cas du MC2, dépourvu de rhénium et de ruthénium, la phase TCP qui précipite de manière préférentielle à haute température ($950^\circ\text{C} < T < 1150^\circ\text{C}$) est la phase μ (structure cristalline rhomboédrique, $4.75 \leq a \leq 4.80$ Å et $\alpha = 31^\circ$, voir figure 1.40(a)) qui est riche en W, Mo, Co et Cr [Duval 94, Pessah-Simonetti 98]. Cette phase précipite suivant l'orientation $\langle 110 \rangle$ sur les plans de type $\{111\}$ et possède trois types de morphologie (aiguille, plaquette et sphère).

La phase μ précipite de manière semi-cohérente avec la matrice, ce qui peut expliquer sa forte influence sur la microstructure environnante. De plus, la précipitation de la phase μ est rapide puisqu'elle apparaît seulement après 20 à 50 heures à 1050°C sans chargement pour l'alliage de seconde génération RR2071 (dont la composition est voisine de l'alliage CMSX-4[®] [Rae 00]) et est favorisée par une contrainte de traction (défavorisée en compression) dans le cas du CMSX-4[®] et d'un alliage voisin dénommé R0 à 1050 et 950°C [Cheng 11b]. Il est à noter que le nez de précipitation de la phase μ est souvent voisin de 1050°C pour les alliages de première génération, comme le montre la figure 1.40(b) pour l'alliage RR2071.

Cependant, ces phases semblent être à l'origine de trois modes d'endommagement :

- Une perte de ductibilité due à leur nature fragile qui favorise l'amorçage et la propagation de fissures, et de ce fait, accélère la rupture finale [Moverare 09, Sugui 10],
- Un adoucissement de la matrice γ du fait de la diminution des éléments réfractaires, contenus dans la matrice, au voisinage de la précipitation de phases TCP [Mackay 84, Rae 05],
- La distorsion locale de la microstructure en radeaux γ/γ' développée pendant le fluage à haute température [Pessah-Simonetti 98, Pyczak 00].

En outre, Cox *et al.* [Cox 99, Reed 07a] ont montré que les phases TCP sont souvent accompagnées par de la nucléation de pores dans leur voisinage ce qui favorise la cavitation. De nombreuses études ont montré que leur influence sur les propriétés mécaniques était notable à partir d'une certaine fraction volumique critique [Pessah-Simonetti 94, Rae 01]. Dans le cas du MC2, où la phase μ est la phase qui précipite majoritairement, ce taux volumique est estimé à 0.85%.

Les phases TCP sont toujours considérées comme fragiles dans le cadre des études conduites autour de 900°C [Pigrova 05, Volek 06]. Cependant, comme ont pu le montrer Von Keitz *et al.* [Von Keitz 02] dans le cas de phases Laves (phases TCP tout comme les phases μ et σ) à des températures supérieures à 1050°C, ces phases se déforment plastiquement. Par conséquent, un calcul de la température de transition ductile/fragile (TTDF) est nécessaire pour déterminer à partir de quel niveau de température ces phases sont ductiles.

Les auteurs précédents ont montré que la TTDF de ces phases est de l'ordre de $0.65T_m$ (T_m étant la température de fusion qui peut être déterminée grâce au diagramme d'équilibre d'une phase). Grâce à celui de la phase Co_7W_6 , isomorphe de la phase μ dont la température de fusion est comprise entre 1471°C et 1689°C [Thoma 01], il est possible d'en déduire que la TTDF de la phase μ est d'environ 1030°C. Il a de plus été démontré par Machon *et al.* [Machon 96] que la TTDF est dépendante de la vitesse de déformation : plus la vitesse est faible, plus la température de transition sera faible (un alliage ayant une TTDF de 1400°C pour une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} aura une TTDF égale à 980°C pour une vitesse de 10^{-7} s^{-1}).

Ces phases μ introduisent une déstabilisation de la microstructure comme cela a pu être observé après un essai de fluage à 1050°C réalisé sur une éprouvette en MC2 orientée suivant $\langle 001 \rangle$ et recouverte d'une barrière de diffusion de type NiCoCrAlYTa déposée par voie électrolytique [Cormier 06, Raffaitin 06]. En effet, de larges bandes ($\approx 1-4 \mu\text{m}$ d'épais), s'initiant à partir des phases TCP et se propageant parallèlement au plan des phases μ sur toute l'épaisseur de l'éprouvette, au sein desquelles, des radeaux de γ' réorientés à 45° de l'axe de sollicitation, ont été observés (figure 1.41).

Malgré plusieurs études réalisées, aucun consensus n'a pu être obtenu sur le fait que la déstabilisation de la microstructure locale, induite par les phases TCP, affecte ou non les propriétés de fluage des alliages [Volek 04, Cormier 06, Wang 10].

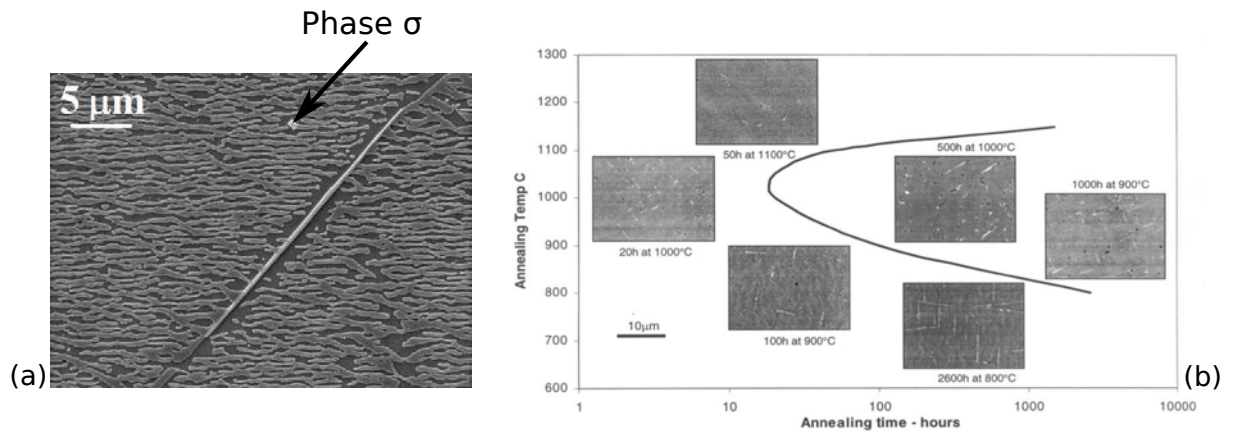


Figure 1.40 – (a) Exemple de deux phases intermétalliques contenues dans l’alliage MC2 : la phase μ en forme d’aiguille et la phase σ en forme de losange, (b) Diagramme Temps-Température-Transformation de la phase μ dans l’alliage RR2071, d’après [Rae 00].

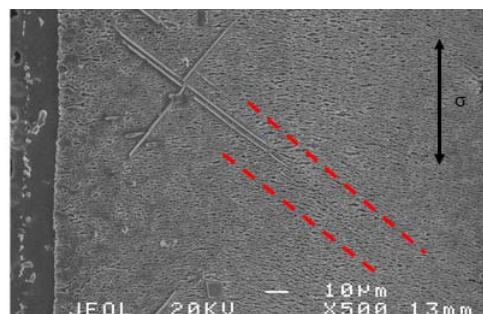


Figure 1.41 – Coupe longitudinale proche du revêtement en NiCoCrAlYTa d’une éprouvette de MC2 fluée à 1050°C/140 MPa, les pointillés rouges mettent en évidence des bandes issues des pointes des phases TCP et où la microstructure γ/γ' est déstabilisée/désorientée, d’après [Cormier 06].

1.2.4 Formation de pores dans les superalliages

Les pores sont des discontinuités de la matière et par conséquent représentent l'endommagement, au sens du mécanicien. Il était d'autant plus important de comprendre les mécanismes de nucléation et de croissance des différentes populations de pores présentes dans les superalliages monocristallins à haute température.

Trois types de pores sont présents dans les superalliages monocristallins [Epishin 02] :

- Les pores de solidification (S-pores),
- Les pores d'homogénéisation (H-pores),
- Les pores de déformation (D-pores).

Les S-pores sont créés lors de la croissance des dendrites du fait des macroségrégations des éléments chimiques et des différences de contraction thermique (de coefficient de dilatation thermique) entre dendrites et espaces interdendritiques (figure 1.42). L'apparition de ces pores est fortement dépendante de la vitesse de croissance des dendrites, comme a pu le montrer Whitesell *et al.* dans le cas du MAR-M247 [Whitesell 01] ou Wilson *et al.* dans le cas du CMSX-10[®] [Wilson 08b] : plus la vitesse est importante, plus l'espacement entre les dendrites est faible ce qui entraîne une formation de pores plus nombreux mais avec des tailles plus petites [Brundidge 11].

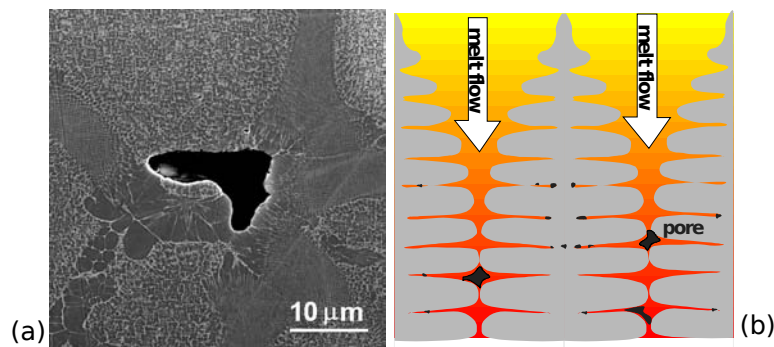


Figure 1.42 – (a) Pore de solidification dans l'alliage CMSX-10[®] et (b) Schéma explicatif de la formation des pores de solidification lors de la croissance des dendrites, d'après [Epishin 02].

Les H-pores sont dus aux ségrégations dendritiques. En effet, lors du traitement thermique, du fait de coefficients de diffusion différents pour les éléments d'alliages, des pores d'homogénéisation vont se créer à cause de l'effet Kirkendall : flux de lacunes donnant naissance à des cavités (figure 1.43).

La formation du dernier type de pores, les pores de déformation, est fortement dépendante de la plasticité. En effet, Epishin *et al.* [Epishin 04a] expliquent leur formation de la manière suivante : lorsque le matériau est soumis à un chargement uniaxial à haute température/faible contrainte, le mécanisme de montée, dû à la contrainte appliquée, entraîne la croissance du demi-plan supplémentaire des dislocations coins $a[001]$ et une augmentation de la déformation plastique dans le sens de la traction. Pour générer ce mouvement de montée de dislocations par déplacement d'atomes, des lacunes sont consommées et la concentration locale diminue ("*G-climb*"), ce qui se traduit par une force osmotique qui s'oppose à la force élastique. Pour que le demi-plan supplémentaire puisse se développer, un deuxième système de dislocations montantes ("*S-climb*") est alors créé avec un vecteur de Burgers perpendiculaire à la contrainte et subissant une force élastique nulle. La montée fait disparaître leur demi-plan supplémentaire

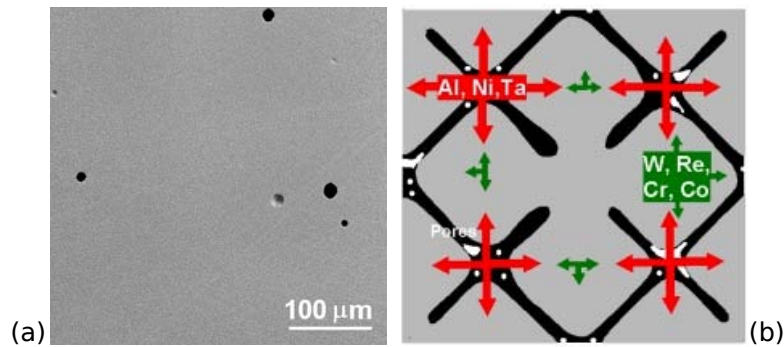


Figure 1.43 – (a) Pore d’homogénéisation dans l’alliage CMSX-10® et (b) Schéma explicatif de la formation des pores d’homogénéisation lors du traitement thermique par diffusion des éléments d’alliages, d’après [Bokstein 07].

(déformation horizontale négative) en consommant les lacunes produites par le premier système [Fischer 11].

Deux systèmes de dislocations coins sont ainsi en présence :

- Le “*G-climb*” (en bas de la figure 1.44(a), vecteur de Burgers parallèle à la direction de la contrainte),
- Le “*S-climb*” (en haut de la figure 1.44(a), vecteur de Burgers perpendiculaire à la direction de la contrainte) qui a un effet de restauration sur le processus de fluage. En effet, ce système induit une contraction plastique transverse qui relaxe localement la contrainte et permet d’autres glissements de dislocations dans la matrice.

Grâce à l’association des forces élastique et osmotique, les dislocations d’interface se déplacent transversalement à la contrainte appliquée par une combinaison de glissement et de montée “*G-climb*”, ce qui produit à la fois une déformation plastique longitudinale et des lacunes [Carry 78]. Comme cela a été indiqué précédemment, l’évacuation de lacunes dans le cadre de la montée de type “*G-climb*” est nécessaire. Dans les superalliages, cette évacuation se fait à la surface de l’éprouvette (évacuation externe) et au niveau des pores localisés dans les régions interdendritiques (évacuation interne). Etant donné que la distance caractéristique de montée de dislocations vers la surface de l’éprouvette est beaucoup plus grande que vers les pores, les lacunes y diffusent préférentiellement ce qui provoque une augmentation de la fraction volumique de pores spécifiquement sur les sous-joints de grain localisés majoritairement dans les espaces interdendritiques. Ce processus est favorisé par la mise en radeaux qui permet des chemins rapides d’évacuation de lacunes par “*pipe-diffusion*” [Komenda 97]. Le chemin emprunté par les lacunes (des réseaux d’interface aux pores) est mis en évidence dans la figure 1.44(b).

Les trois types de pores (H, D et S-pores) ont des tailles de l’ordre de 5 à 15 μm (H et D-pore) et 15 à 50 μm (S-pore) [Epishin 02]. De plus, ils ont une forme de polyèdre, contrairement au H ou S-pores (figure 1.45(a)), ce qui est dû au mécanisme de leur formation par nucléation de lacunes suivant les plans de glissement (figure 1.45(b)).

La fraction volumique de pores dépend de la composition chimique de l’alliage. En effet, plus la concentration en éléments réfractaires est importante, plus la fraction volumique ainsi que la taille des pores, à l’état initial, vont augmenter (figure 1.46).

Il est toutefois possible de supprimer, en partie, les pores formés pendant les divers étapes de l’élaboration et la vie de l’alliage par une compaction isostatique à chaud (CIC) [Atkinson 00].

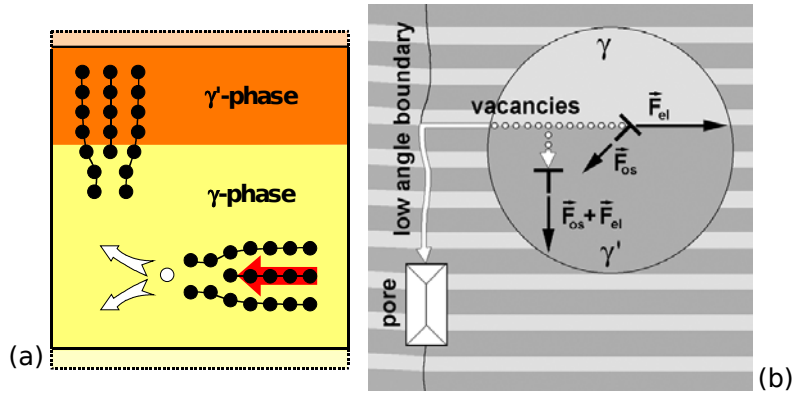


Figure 1.44 – (a) Montée de dislocations coin dans la phase γ . La "*G-climb*" produit des lacunes alors que la "*S-climb*" les annihile. Les pointillés extérieurs mettent en évidence la modification de forme de l'élément de volume étudié qui en découle. (b) Montée de dislocations dans la microstructure γ/γ' du superalliage. Les lacunes favorisent la "*S-climb*" et la génération de pores. Le cercle correspond à un agrandissement du phénomène. D'après [Epishin 04a].

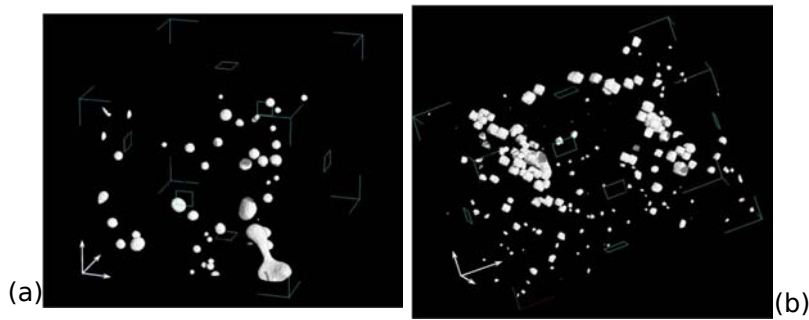


Figure 1.45 – Reconstruction 3D après tomographie aux rayons X au synchrotron de H-pores et de S-pores sur du CMSX-4[®] (a) non déformé et (b) de D-pores après 392 h à 1100°C/117 MPa, d'après [Link 06].

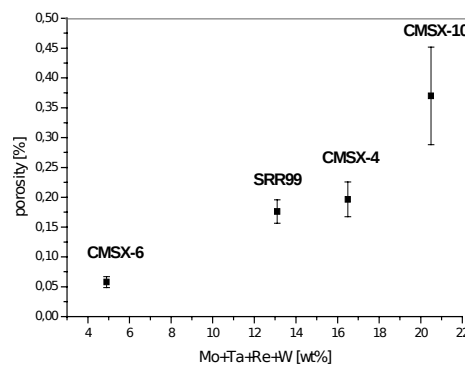


Figure 1.46 – Corrélation entre la concentration en éléments réfractaires et la fraction volumique de pores à l'état initial pour quatre alliages différents : CMSX-6[®], SRR99, CMSX-4[®] et CMSX-10[®], d'après [Epishin 04a].

Ce processus améliore la durée de vie de l'alliage en retardant l'apparition de l'endommagement dans le cas du fluage et de la fatigue (amélioration de la durée de vie à l'amorçage) du CMSX-2[®] et CMSX-4[®] à 950°C [Khan 86, Chang 03], mais n'apporte aucune amélioration lors d'essais de fluage à 1150°C/100 MPa [Reed 07a] ou de traction à température ambiante dans le cas du PWA 1480 orienté suivant $\langle 001 \rangle$ [Walston 91] ce qui n'est pas le cas pour des orientations proches de $\langle 111 \rangle$ de l'alliage étudié par Ebrahimi *et al.* [Ebrahimi 08]. En outre, lors de la compaction isostatique, plus la température et la durée appliquées sont importantes, plus la diminution de la porosité est grande, ce qui a pour conséquence d'augmenter la fraction volumique de phase γ' [Lopez-Galilea 12].

1.2.5 Conclusion

De nombreuses évolutions microstructurales se déroulent sous chargement thermomécanique à haute température dans les superalliages monocristallins. La principale évolution, pour le niveau de température étudié, est la mise en radeaux qui intervient après un certain niveau de déformation plastique et pour une durée d'essai suffisamment longue. Toutefois, trois autres évolutions microstructurales ont été identifiées comme jouant un rôle majeur, à divers échelles, sur le comportement et l'endommagement du matériau. Tout d'abord, la précipitation tertiaire de γ' , lors des essais anisothermes, bloquent l'avancée des dislocations présentes dans la matrice γ . Ensuite, les particules de phase intermétalliques μ modifient localement la chimie de l'alliage ce qui induit des modifications locales de l'état de contrainte/déformation et donc de la microstructure. Enfin, la nucléation/croissance de pores diminuent la section portante ce qui mène à la rupture de l'échantillon.

1.3 Influence de la microstructure sur le comportement mécanique

Comme on a pu le voir dans la partie précédente, de nombreuses évolutions microstructurales sont effectives à haute température dans les superalliages monocristallins. Il a donc été choisi d'aborder l'influence de la microstructure, plus spécifiquement celle de la mise en radeaux et de l'orientation cristalline, sur le comportement mécanique des superalliages monocristallins. Celles-ci ont une forte influence en modifiant les mécanismes de déformation et/ou en favorisant, ou non, l'amorçage et la propagation de fissures. Pour mieux appréhender le rôle joué par la microstructure sur le comportement mécanique, trois types d'essais ont été considérés dont le fluage, la fatigue LCF et la traction.

1.3.1 Influence de la mise en radeaux

Nous traiterons tout d'abord de l'influence d'une pré-déformation en fluage traction ou compression sur le comportement et la durée de vie en fluage isotherme et anisotherme. La même étude sera aussi effectuée pour la fatigue oligocyclique ainsi que pour d'autres types d'essais monotones et cycliques.

1.3.1.1 Influence sur le comportement en fluage

Fluage isotherme

L'influence d'une pré-déformation en fluage traction ou compression sur le comportement et la durée de vie en fluage isotherme en traction a notamment été respectivement étudiée par [Nathal 87] et [Ayrault 89, Tetzlaff 00, Shui 06, Li 07].

Une pré-déformation en compression (0.52% et 1.46%), qui amène à la formation de radeaux de type P, se révèle néfaste quant aux propriétés en fluage traction à 1050°C/170 MPa de l'alliage AM1, comme on peut le voir sur la figure 1.47. Par exemple, la pré-déformation en compression de 0.52% entraîne un abattement de durée de vie d'un facteur 2 (100 heures dans le cas sans pré-déformation et 43 heures dans le cas pré-déformé). Cet abattement de durée de vie est d'autant plus grand que la pré-déformation est importante (43 heures pour le cas pré-déformé à 0.52% contre 26 heures pour le cas pré-déformé à 1.46%). La figure 1.47 met aussi en évidence, qu'une pré-déformation en fluage compression entraîne une diminution de la vitesse de déformation lors du primaire (figure 1.47(b)). L'auteur attribue ce phénomène à une réduction du libre parcours moyen des dislocations lorsque la microstructure se présente sous forme de plaquettes parallèles à l'axe de sollicitation. Une telle microstructure réduirait la déformation par glissement et limiterait les mécanismes de montée. D'autre part, la durée du fluage secondaire est réduite après une pré-déformation en compression.

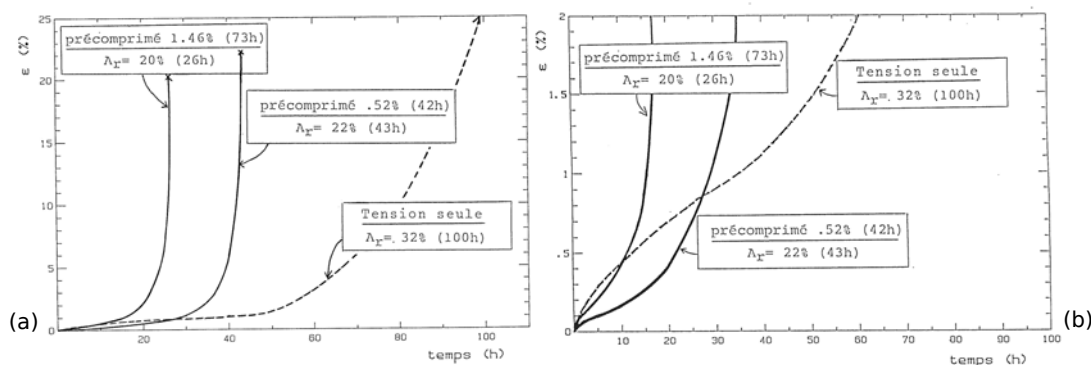


Figure 1.47 – Effet d'une pré-déformation de compression sur le comportement en fluage traction de l'alliage AM1 à 1050°C/170 MPa. (a) Comportement global et (b) Début du fluage, d'après [Ayrault 89].

L'évolution microstructurale typique lors de ce type d'essai a été présentée par Shui et Xingfu pour des alliages de première génération [Shui 06, Xingfu 09]. Les auteurs montrent que les précipités, initialement sous forme de radeaux parallèles à l'axe de sollicitation vont progressivement se fragmenter et passer par un état "patadoïdal" avant de recalescer perpendiculairement au chargement mécanique (figure 1.48).

Les mêmes résultats ont été obtenus par Li *et al.* [Li 07] lors d'une pré-déformation en compression sur le fluage traction. Cependant, les auteurs ont noté qu'à 1000°C/200 MPa, le superalliage pré-fluë à 0.32% montre une durée de vie plus longue que le matériau non pré-fluë ce qui semble contradictoire avec les résultats de Ayrault. Ce phénomène serait dû soit à un ralentissement de la montée des dislocations aux interfaces γ/γ' , mécanisme préférentiel à ce niveau de température mais qui dépend principalement du temps passé en fluage [Ott 99a], soit au niveau de pré-déformation atteint [Ayrault 89].

De la même manière, Nathal a étudié l'influence d'une pré-déformation en traction sur le fluage compression [Nathal 87]. Les auteurs trouvent le même résultat que dans le cas de pré-

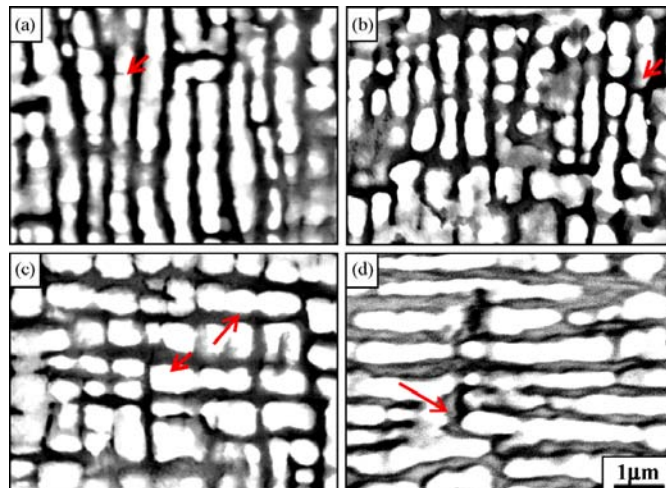


Figure 1.48 – Evolution de la morphologie de la structure en radeaux de type P sous chargement 1040°C/140 MPa après (a) 6h, (b) 10h, (c) 16h et (d) 25h, d’après [Xingfu 09].

fluage compression/fluage traction, à savoir des cinétiques de fluage plus rapides et des durées de vie plus courtes que dans le cas d’un matériau non-vieilli (figure 1.49).

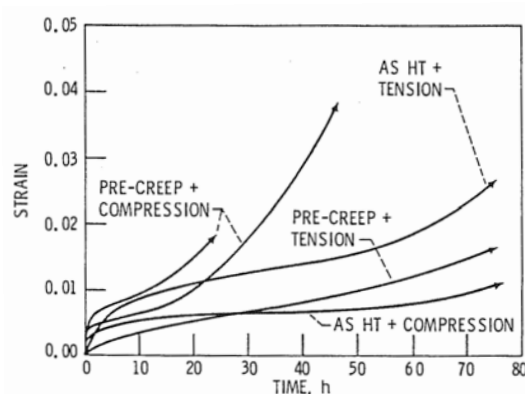


Figure 1.49 – Effet d’une pré-déformation en traction sur le fluage compression du NASAIR 100 à 1000°C/207 MPa, d’après [Nathal 87].

Fluage anisotherme

Si la mise en radeaux a une influence sur le fluage isotherme, il en est de même pour le fluage anisotherme. En effet, Cormier [Cormier 06] a montré que l’introduction d’une surchauffe de 30 secondes à 1200°C pour divers temps de pré-fluage à 1050°C/140 MPa sur l’alliage MC2 entraîne des durées de vie résiduelles fortement non-linéaires : les durées de vie résiduelles sont bien meilleures lorsque les surchauffes sont introduites lors du fluage primaire, i.e. lorsque la mise en radeaux de type N n’est pas encore établie [Cormier 10b]. Des essais cyclés thermiquement ont aussi été effectués sur du CMSX-4[®] pour une condition nominale de 1050°C/120 MPa [Giraud 12] (figure 1.50(b)). Les auteurs ont pu noter que la mise en radeaux de type N a un effet préjudiciable sur le comportement en fluage cyclé thermiquement (figure 1.50(a)). En effet, dans le cas des essais avec une mise en radeaux de type N, il est presque impossible de définir un stade où la vitesse de déformation est constante puisque il y a accélération de la

vitesse de déformation dès le début de l'essai. Ceci n'est pas le cas pour les essais ayant une mise en radeaux initiale de type P. En effet, ceux-ci présentent des vitesses de fluage secondaire inférieures à celles obtenues pour essais réalisés sur une microstructure ayant des précipités γ' cuboïdaux : vitesse 2.5 fois plus faible que la morphologie de γ' cuboïdale et 6.5 fois plus faible que dans le cas des essais avec une mise en radeaux initiale de type N. Ici aussi, les auteurs proposent des mécanismes de montée de dislocations ralentis pour expliquer ces observations. Cet effet bénéfique de la mise en radeaux de type P en termes de vitesse de déformation n'apporte néanmoins aucune amélioration de la durée de vie, suggérant que la fragmentation des radeaux de type P contrôle la durée de vie.

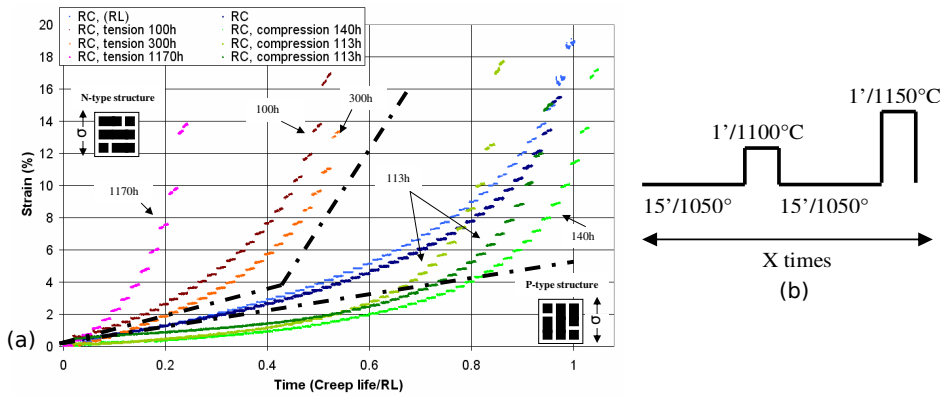


Figure 1.50 – (a) Effet de la morphologie des précipités γ' sur le comportement en fluage cyclé thermiquement en utilisant le cycle présenté en (b) avec une contrainte appliquée de 120 MPa. L'orientation des radeaux de γ' au début du cyclage thermique par rapport à l'axe de sollicitation apparaît en inserts. Le temps est normalisé par le temps à rupture pour un essai réalisé dans les mêmes conditions de cyclages mais sans pré-déformation, d'après [Giraud 12].

1.3.1.2 Influence sur le comportement monotone et cyclique

Mackay *et al.* ont été les premières à s'intéresser à l'influence de la mise en radeaux sur la limite d'élasticité [MacKay 85]. Elles ont pu déterminer qu'une microstructure en radeaux entraîne une diminution de la limite d'élasticité à 0.2% et de la contrainte à rupture de l'ordre de 100 MPa, lors d'essais de traction rapide, pour un domaine de température compris entre 930°C et 1040°C dans le cas d'un superalliage monocristallin Ni-Al-Mo-Ta. Ceci est dû au fait que, dans ce domaine de température, le cisaillement des précipités γ' est le mécanisme de déformation principal pour les essais de traction et que ce phénomène est favorisé par une microstructure en radeaux dans laquelle les couloirs de matrice γ sont plus larges. Pessah-Simonetti *et al.* ont observé le même résultat pour l'alliage MC2 à température ambiante, 650 °C et 950°C [Pessah-Simonetti 92].

Espié a étudié plus en détails l'influence des évolutions microstructurales sur le comportement mécanique monotone et cyclique [Espié 96]. En effet, cet auteur a étudié différents types de vieillissements sur l'AM1 à 1100°C (fluage traction/compression, cyclique traction/compression) et, dans le cas du vieillissement cyclique, deux amplitudes de déformation ($\Delta\varepsilon = 1.8\%$ et 2.0%) ont permis d'obtenir des microstructures plus ou moins fines.

Le comportement monotone et cyclique des différentes microstructures a ensuite été évalué à 650°C et 950°C. Si aucun effet n'a pu être noté à 650°C, du fait d'un cisaillement des précipités indépendamment de leurs forme, ce n'est pas le cas à 950°C. En traction monotone, les microstructures de type P ou N, obtenues par fluage et par vieillissement cyclique ($\Delta\varepsilon = 2.0\%$), sont

toutes moins résistantes d'environ 125 MPa et 185 MPa que la microstructure initiale en cubes à la fois pour les radeaux de types P et N, respectivement. Aucun effet de la mise en radeaux sur la viscosité n'a de plus pu être observé pour des vitesses de sollicitations de 9.10^{-4} s^{-1} et 9.10^{-3} s^{-1} . Ces phénomènes d'adoucissement ont aussi été notés par Gaubert pour un même niveau de température sur le même alliage (figure 1.51(a)) [Gaubert 09].

L'influence de l'orientation des précipités obtenus après vieillissement est observée pour les essais de traction/compression dans les premiers stades de plasticité lors de la décharge : les radeaux de type N se plastifiant avant les radeaux de type P. Il en est de même pour les essais d'érouissage cyclique à déformation imposée croissante avec des niveaux de déformation inférieurs à 0.8%. En effet, cette influence s'estompe pour des niveaux de déformation plus importants pour lesquels la microstructure est relayée au second plan par rapport à la déformation. Espié explique l'adoucissement plus important des radeaux formés par érouissage cyclique par une densité de dislocations plus importante dans les couloirs de matrice γ en plus des réseaux d'interfaces aussi présents lors du fluage [Espié 96]. De la même manière, Gaubert a montré que les radeaux formés par érouissage cyclique entraînent un adoucissement plus important mais ont aussi une forte influence sur la viscosité (figure 1.51(b)) [Gaubert 09].

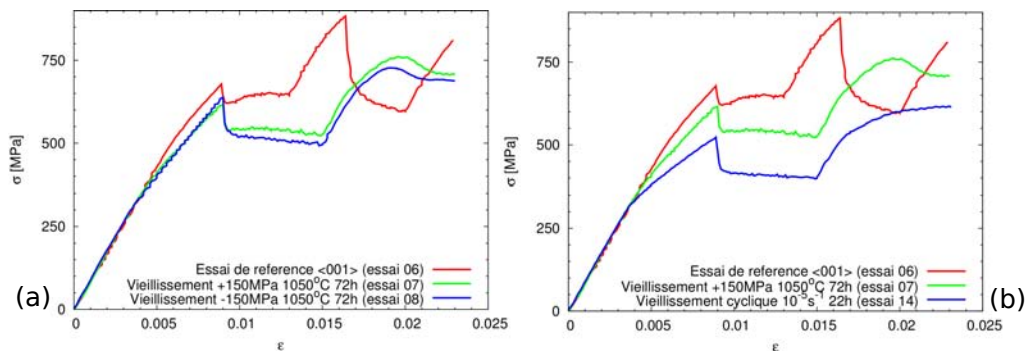


Figure 1.51 – Influence d'un vieillissement de fluage traction et compression (a) et d'un vieillissement cyclique et de fluage traction (b) sur le comportement mécanique de l'AM1 à 950°C, d'après [Gaubert 09].

Espié a aussi étudié l'influence de la taille des radeaux de types N et P en modifiant la déformation imposée au cours du vieillissement cyclique [Espié 96]. Il a pu montrer qu'une microstructure fine de type P a un comportement très proche de la microstructure initiale.

1.3.1.3 Influence de la microstructure sur la résistance en fatigue

Ott *et al.* ont étudié l'influence de la microstructure sur le comportement en fatigue des alliages CMSX-4[®] et CMSX-6[®] à 950°C et 1050°C [Ott 99a]. Ils ont montré, en considérant que la durée de vie est contrôlée par la phase de micropropagation des fissures, que la microstructure de type N entraînait une diminution de la durée de vie contrairement à la microstructure de type P par rapport à la durée de vie de rupture obtenue sur la microstructure en cube (figures 1.52(a) et (b)). Ce phénomène est dû au fait que les fissures se propagent préférentiellement le long des couloirs de matrice γ ou des interfaces γ/γ' en ne cisillant pas les précipités γ' (figure 1.52(c)). Ainsi, leur propagation est facilitée dans une microstructure de type N et ralentie dans une microstructure de type P.

De plus, la réponse mécanique des trois types de microstructure est légèrement différente pendant toute la durée de vie où le matériau n'est pas endommagé car la microstructure semble avoir une influence sur la contrainte moyenne au cycle stabilisé (figure 1.52(a)). Des

résultats identiques ont d'ailleurs été montrés dans le cas de la fatigue thermomécanique [Engler-Pinto 96].

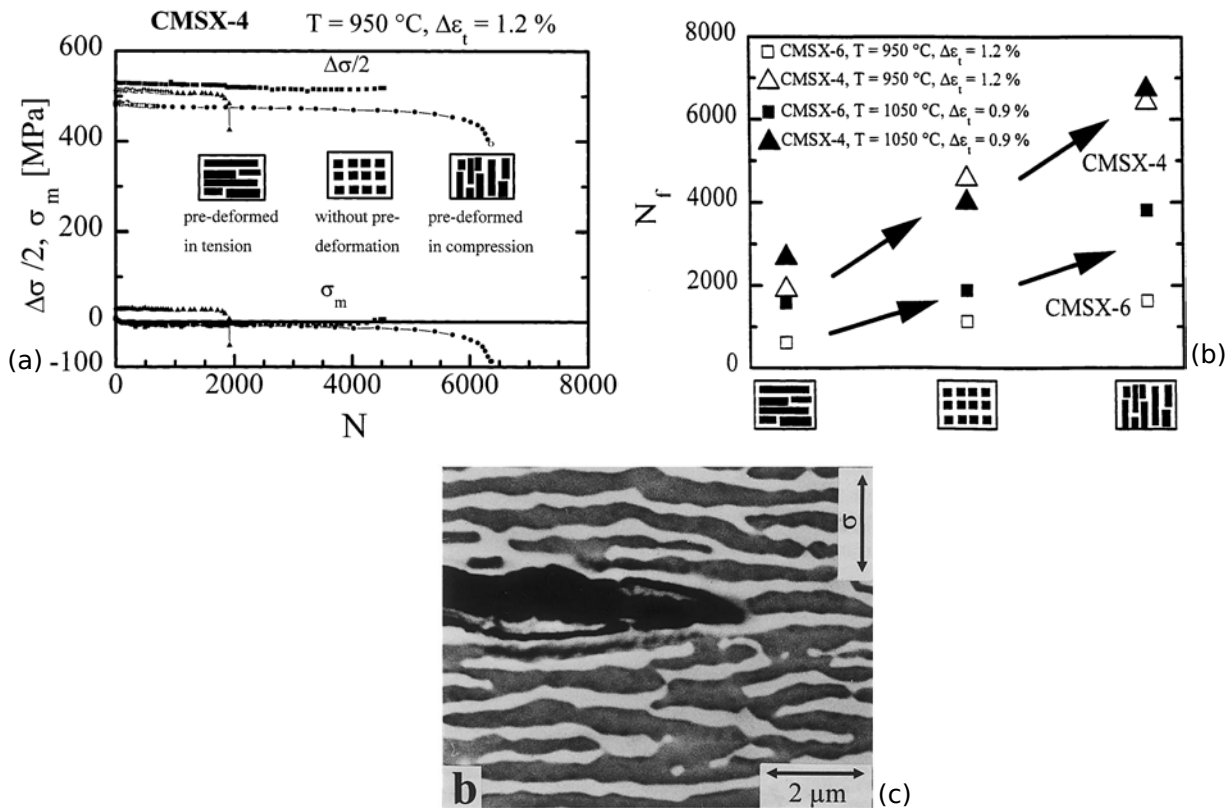


Figure 1.52 – (a) Évolutions de l'amplitude de contrainte ($\Delta\sigma/2$) et de la contrainte moyenne (σ_m) en fatigue à déformation totale imposée de $\Delta\varepsilon_t = 1.2\%$ à 950°C de l'alliage CMSX-4[®] pour trois microstructures γ/γ' différentes (cubes, radeaux de type P et radeaux de type N), (b) Comparaison schématique de la durée de vie du CMSX-4[®] à celle du CMSX-6[®] pour deux conditions expérimentales différentes effectuées sur trois microstructures γ/γ' différentes et (c) Microstructure révélant une pointe de fissure se propageant le long des interfaces γ/γ' lors d'une sollicitation de fatigue à 1050°C , $\Delta\varepsilon_t = 0.9\%$ suivant $[001]$, d'après [Ott 99a].

1.3.2 Influence de l'orientation cristalline sur le comportement et la durée de vie

1.3.2.1 Influence sur les propriétés en traction

La dépendance de la limite d'élasticité à 0.2% en traction a été observée par de nombreux auteurs [Shah 84, Miner 86a, Miner 86b, Wang 09] (figure 1.9). Shah *et al.* ont étudié ce phénomène plus en détails puisqu'ils ont couplé la dépendance à l'orientation de la limite d'élasticité et la dissymétrie traction/compression dans le cas du superalliage monocristallin PWA 1480 à 593°C (figure 1.53) [Shah 84].

Une forte dissymétrie traction/compression est présente à ce niveau de température. Par exemple, la limite d'élasticité en traction est supérieure de $166\ \text{MPa}$ à celle obtenue en compression pour l'orientation $\langle 001 \rangle$. Ce rapport s'inverse et est plus faible dans le cas des autres orientations : $83\ \text{MPa}$ pour l'orientation $\langle 011 \rangle$ et environ $40\ \text{MPa}$ pour l'orientation $\langle \bar{1}11 \rangle$. Ce

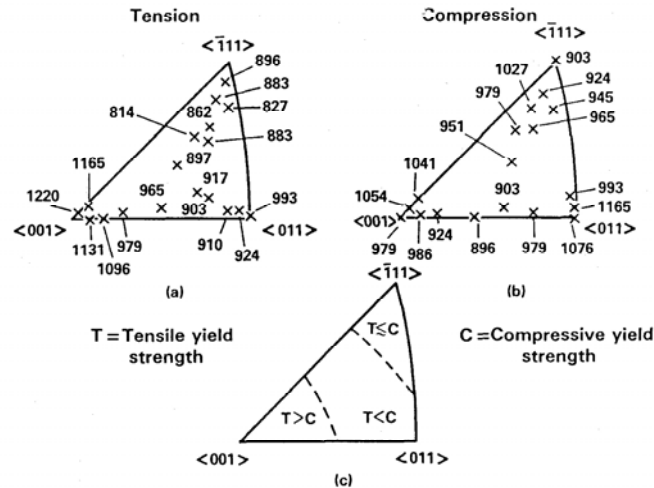


Figure 1.53 – Dépendance de la limite d'élasticité (MPa) à l'orientation à 593°C pour le PWA 1480 (a) en traction, (b) en compression et (c) diagramme schématisant la dissymétrie traction/compression, d'après [Shah 84].

phénomène serait lié à une différence entre la cission critique en traction et en compression sur les systèmes octaédriques [Heredia 86, Heredia 91].

De plus, les auteurs ont pu mettre en évidence l'influence de la taille des précipités γ' sur la limite d'élasticité, aussi bien suivant $\langle 001 \rangle$ que suivant $\langle 111 \rangle$. On observe que des précipités γ' ayant une taille caractéristique de l'ordre de $0.3 \mu m$ permettent d'obtenir une forte amélioration de la limite d'élasticité pour l'orientation $\langle 111 \rangle$. Ce résultat est cohérent avec celui obtenu par Caron *et al.* dans le cas du fluage. Ces derniers avaient relevé, pour l'alliage CMSX-2[®] orienté suivant $\langle 001 \rangle$, que la résistance en fluage à $760^\circ C / 750 \text{ MPa}$ était supérieure pour des précipités γ' ayant une taille de l'ordre de $0.45 \mu m$ par rapport à ceux de $0.3 \mu m$ (rapport inversé dans le cas d'une orientation suivant $\langle 111 \rangle$) [Caron 88]. La dissymétrie traction/compression présente à ce niveau de température devient plus faible pour des températures plus élevées (10 MPa pour l'orientation $\langle 001 \rangle$ et 30 MPa pour l'orientation $\langle 111 \rangle$ à $950^\circ C$) [Hanriot 93]. Ainsi, à $950^\circ C$ avec une vitesse de sollicitation de $1.1 \times 10^{-4} s^{-1}$, les essais de traction sur AM1 suivant différentes orientations donnent le résultat mis en évidence dans la figure 1.54 révélant un très fort effet de l'anisotropie sur la réponse en traction du matériau, l'orientation $\langle 001 \rangle$ exhibant une bien meilleure résistance dans le domaine plastique.

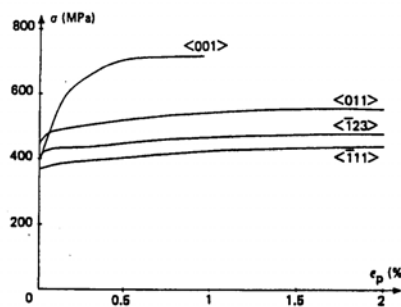


Figure 1.54 – Comparaison d'essais de traction à $950^\circ C / 1.1 \times 10^{-4} s^{-1}$ suivant différentes orientations, d'après [Poubanne 90].

1.3.2.2 Influence sur les propriétés en fluage pur

Quelques études ont été réalisées sur l'influence de l'orientation cristalline sur le comportement et la durée de vie en fluage haute température du fait des fortes disparités de comportement entre les orientations (figure 1.55).

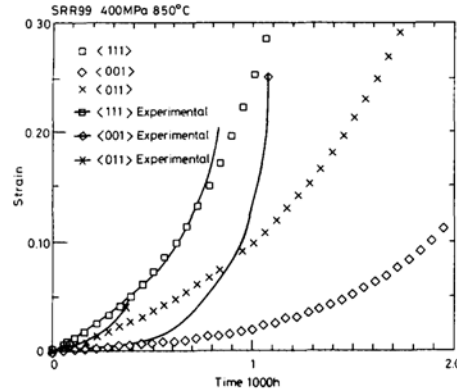


Figure 1.55 – Comparaison des courbes simulées et expérimentales pour les orientations $\langle 001 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ et $\langle 011 \rangle$ pour l'alliage de première génération SRR99 à 850°C/400 MPa, d'après [Ghosh 89].

Lukáš *et al.* ont réalisé une étude sur l'influence de l'orientation en fluage traction et compression à 950°C sur du CMSX-4[®] [Lukáš 96]. Les auteurs ont obtenu que la résistance en fluage traction diminue suivant l'ordre $\langle 111 \rangle$, $\langle 001 \rangle$ et $\langle 011 \rangle$. Cet ordre est différent lors du fluage compression, l'orientation $\langle 001 \rangle$ étant supérieure à $\langle 111 \rangle$, elle même supérieure à $\langle 011 \rangle$. Le même résultat avait été obtenu par Mackay *et al.* pour du MAR-M247 et MAR-M200 à $T \approx 765^\circ\text{C}$ [MacKay 82]. Cependant, la dépendance à l'orientation cristalline énoncée ci-dessus semble hautement dépendante de la taille des précipités γ' et de l'orientation cristalline exacte. En effet, Caron *et al.* [Caron 86], dans le cas du CMSX-2[®] à 760°C, trouve que c'est l'orientation $\langle 001 \rangle$ qui est la plus résistante en fluage traction. Cependant, les auteurs ont montré plus tard [Caron 88] que la taille des précipités γ' jouent un rôle primordial en fonction de l'orientation (figure 1.56).

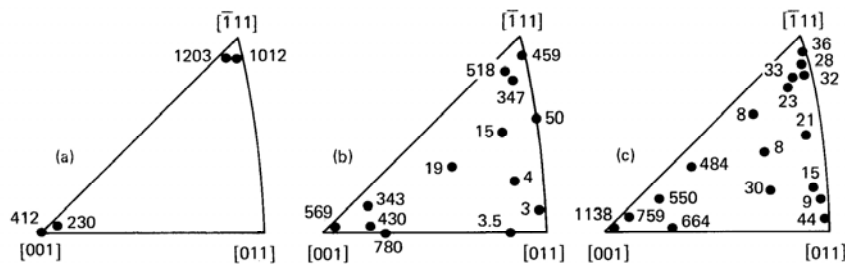


Figure 1.56 – Dépendance de la durée de vie (heures) en fluage (760°C/750 MPa) à l'orientation cristalline du CMSX-2[®] pour trois tailles de précipités γ' (a) $0,23 \mu\text{m}$, (b) $0,3 \mu\text{m}$ et (c) $0,45 \mu\text{m}$, d'après [Caron 88].

Sass *et al.* [Sass 94] ont montré, dans le cas du même alliage sollicité à 800°C/767 MPa, qu'une désorientation primaire de l'orientation $\langle 001 \rangle$ suivant un axe permet d'améliorer nettement la durée de vie en fluage et cela bien plus qu'une désorientation secondaire qui permet de se rapprocher de la frontière $[001]-[\bar{1}11]$. Le même phénomène a été observé par Zhang *et al.* [Zhang 12] pour un niveau température/contrainte identique. La même dépendance de la

durée de vie en fluage à l'orientation cristallographique pour des températures plus élevées a été vérifiée par de nombreux auteurs comme Han *et al.* dans le cas du SRR 99 à 1040°C/165 MPa, Chatterjee *et al.* dans le cas du DMS4-type à 1100°C/90 MPa ou encore Gallerneau dans le cas de l'AM1 à 950 et 1100°C (figure 1.57) [Gallerneau 95, Han 10, Chatterjee 10]. Cependant, l'effet de l'anisotropie sur la durée de vie semble bien plus marqué à basse température (750-850°C) qu'à haute température (> 900°C) [Matan 99a, Han 11].

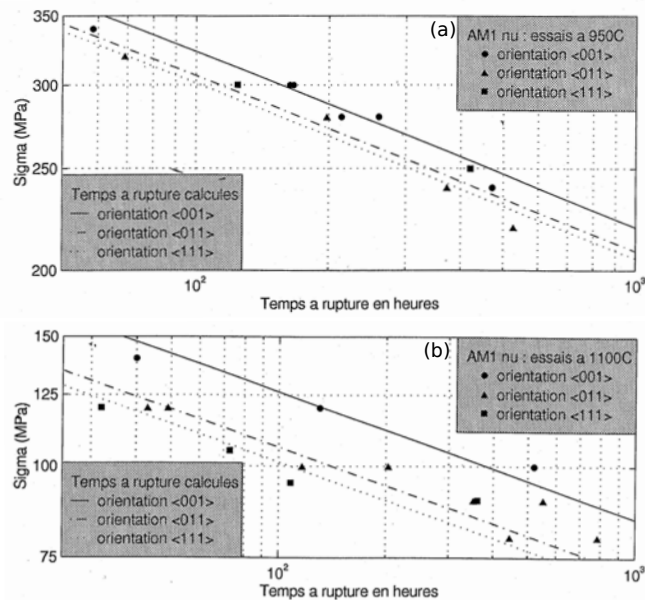


Figure 1.57 – Temps à rupture en fluage suivant les orientations $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ à (a) 950°C et à (b) 1100°C, d'après [Gallerneau 95].

Par ailleurs, il est intéressant de noter que des modifications de l'anisotropie, plus connues sous le nom de "rotation de Taylor", sont effectives pendant les essais de fluage [Taylor 27]. Ce phénomène correspond à la rotation de la maille cristallographique en cours d'essai : évolution longitudinale de l'orientation [563], loin de la zone de rupture, vers l'orientation [111] au niveau de la zone de rupture après un essai de fluage à 1050°C de l'alliage MC2 (figure 1.58). Ces mêmes constatations ont été faites pour d'autres superalliages comme par exemple le SRR99 [Ghosh 90, Ardakani 98, Kakehi 99, Gunturi 00, Inoue 09].

1.3.2.3 Influence sur les propriétés en fatigue et en fatigue/temps de maintien

L'influence de l'anisotropie cristalline sur les durées de vie a été étudié par Defresnes [Defresnes 89] à 650°C et par Fleury [Fleury 92] à 950°C en fatigue oligocyclique, à déformation imposée et pour une fréquence de sollicitation de 0.05 Hz. Le digramme de la figure 1.59(a), qui donne les durées de vie en fonction du niveau de déformation totale imposée, montre que l'orientation cristallographique [001] résiste beaucoup mieux à la fatigue que l'orientation [111], les orientations [101] et [213] ayant un comportement intermédiaire. Ceci avait d'ailleurs déjà pu être observé par Gabb *et al.* sur le René N4 [Gabb 86]. Cependant, ces effets d'anisotropie disparaissent si on utilise une représentation en amplitude de contrainte (figure 1.59(b)) ou de déformation inélastique, les écarts étant essentiellement dûs au module d'élasticité du matériau qui varie fortement avec l'orientation cristallographique [Yue 98].

Un étude similaire a aussi été menée par Gallerneau sur l'AM1 revêtu C1A à 950°C mais avec une gamme de fréquence plus large (0.5, 5 et 50 Hz) [Gallerneau 95, Gallerneau 99] ou par

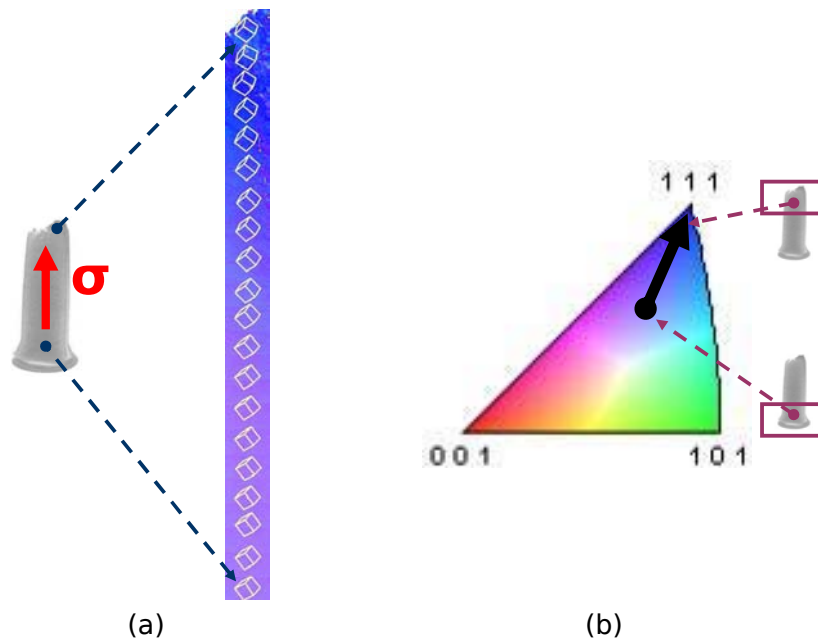


Figure 1.58 – (a) Rotation cristalline le long de l’axe de sollicitation et obtenu par mesure EBSD après un essai de fluage à rupture sur une éprouvette initialement orientée suivant $[563]$ et (b) rotation cristalline correspondante entre la tête de l’éprouvette et la zone de rupture visualisée dans un triangle standard stéréographique, d’après [Ghighi 12].

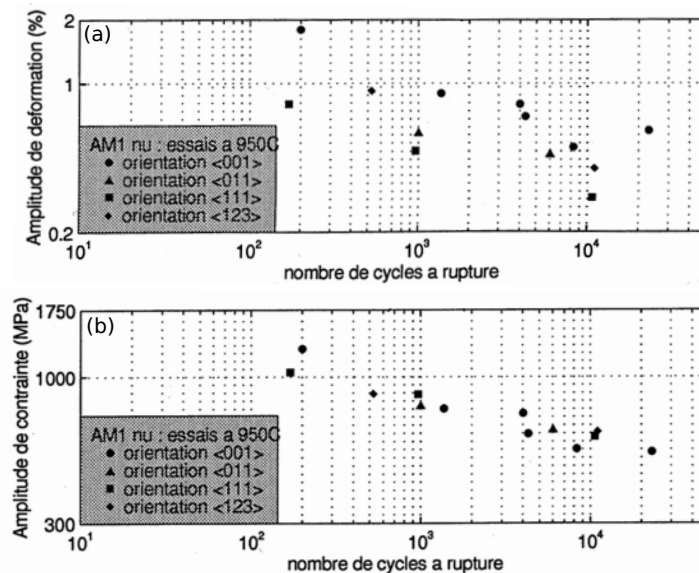


Figure 1.59 – Influence de l’orientation cristallographique sur les durées de vie en fatigue LCF à 950°C. Diagramme (a) $\Delta\varepsilon(N_r)$ et (b) $\Delta\sigma(N_r)$, d’après [Fleury 92].

tel-00834830, version 1 - 17 Jun 2013

Kaminski pour une fréquence plus importante (50 Hz) [Kaminski 07]. Les auteurs ont montré qu'il n'y avait pas d'influence de l'anisotropie sur la durée de vie et ce, quelle que soit la fréquence de sollicitation (figure 1.60(a)). Cependant, Gallerneau a noté que, dans le cas des essais de fatigue/temps de maintien, plus le temps de maintien est long, plus l'effet d'anisotropie est marqué ce qui est dû à l'anisotropie induite par la sollicitation de fluage qui prend une part plus importante avec l'augmentation de la durée du temps de maintien (figure 1.60(b)).

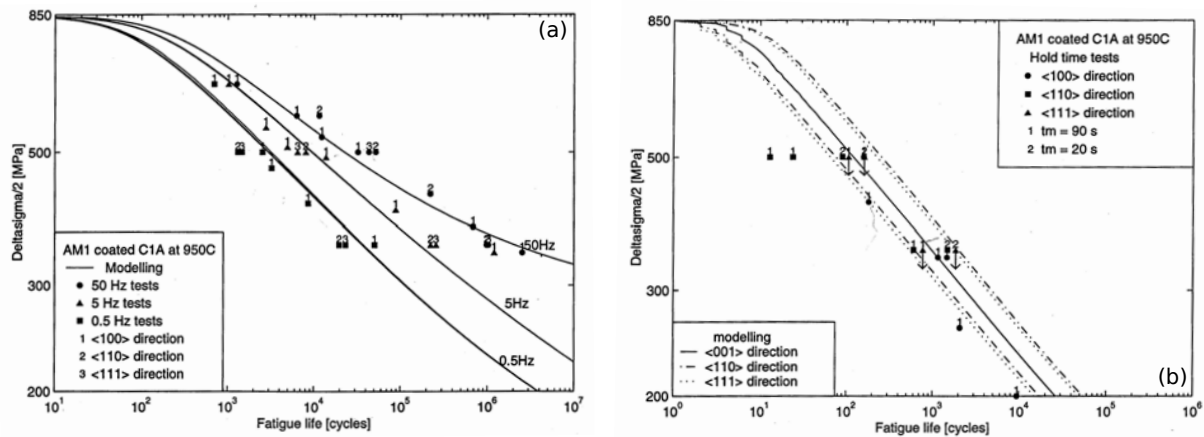


Figure 1.60 – Effets de l'anisotropie cristalline à 950°C sur l'alliage AM1 revêtu C1A (a) en fatigue alternée ($R_\sigma = -1$) à 0.5, 5 et 50 Hz et (b) en fatigue/temps de maitien ($R_\sigma = -1, 10-90-10$) de 20 et 90 secondes, d'après [Gallerneau 99].

Si l'anisotropie ne semble pas avoir d'effet sur la durée de vie en fatigue, dans un diagramme en contrainte ou en déformation inélastique/durée de vie, ce n'est pas du tout le cas sous chargement viscoplastique cyclique comme le montrent les courbes d'écrouissage cycliques de la figure 1.61. En effet, Poubanne *et al.* ont montré, dans le cas de l'alliage AM1 à 950°C, qu'il y a un effet très important de l'anisotropie cristalline en termes de seuil de plasticité et d'écrouissage cyclique du matériau (figure 1.61) [Poubanne 90].

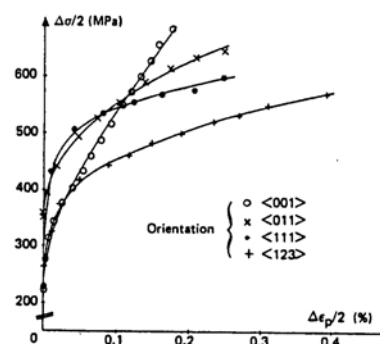


Figure 1.61 – Comparaison des courbes de durcissement cyclique pour des essais réalisés à déformation imposée sur AM1 à 950°C/0.33 Hz suivant différentes orientations, d'après [Poubanne 90].

1.3.3 Conclusion

La morphologie des précipités γ' et/ou l'orientation cristalline modifient toutes deux la réponse du superalliage monocristallin en traction, en fatigue LCF et en fluage sous chargement

isotherme comme sous chargement thermomécanique. Si un abattement de la durée de vie est noté en fluage quelle que soit la pré-déformation appliquée (de compression ou de traction), une pré-déformation de compression est bénéfique et une pré-déformation de traction est néfaste sous chargement cyclique LCF. Par ailleurs, une pré-déformation (de fluage ou de fatigue) induit un durcissement du matériau en traction monotone.

De la même manière, l'anisotropie cristalline joue différents rôles en fonction du type d'essai mécanique. Si l'orientation cristalline ne semble pas avoir d'effet sur la durée de vie en fatigue dans un diagramme en contrainte ou en déformation inélastique, ce n'est pas le cas du comportement viscoplastique monotone et cyclique qui est quant à lui très fortement anisotrope. Ainsi, les aubes sont orientées suivant $\langle 001 \rangle$ afin de minimiser les contraintes d'origine thermique liées au faible module d'élasticité dans cette direction et d'obtenir la meilleure durée de vie en fluage à très haute température.

1.4 Modèles de comportement et d'endommagement pour les superalliages monocristallins

Cette partie est consacrée à l'étude et à la modélisation macroscopique du comportement mécanique à haute température de l'alliage MC2. Le but est de décrire, en priorité, le comportement viscoplastique tout en prenant en compte les interactions fatigue/fluage.

Pour ce type d'alliage, dans la gamme de température étudiée ($T \geq 1050^\circ\text{C}$), le fluage comprend trois stades :

- Le fluage primaire présentant une forte vitesse de déformation initiale et qui est le siège des modifications microstructurales (passage d'une microstructure où les γ' sont sous forme cuboïdale à une microstructure où ces derniers sont sous forme de plaquettes),
- Le fluage secondaire à vitesse constante où la microstructure évolue très peu,
- Le fluage tertiaire à forte vitesse de déformation accompagné d'une désorganisation des radeaux et à l'endommagement du matériau. Cette phase amène à la rupture finale de l'éprouvette.

Les monocristaux étant anisotropes et les aubes de turbines étant soumises à de forts gradients thermiques, il est nécessaire d'analyser les dépendances des modèles à l'orientation cristalline, à la température et aux évolutions de microstructure.

1.4.1 Modélisation : quelle voie suivre ?

Deux grandes catégories de modèles peuvent être distinguées pour rendre compte de l'anisotropie du comportement des monocristaux :

- les modèles macroscopiques [Swanson 87, Choi 89, Nouailhas 89, Desmorat 11],
- les modèles de plasticité cristalline [Cailletaud 88, Jordan 88, Méric 91].

Les premiers traduisent l'anisotropie cubique du matériau par un critère quadratique de type Hill, pour les versions les plus simples, dans le cadre d'une approche thermodynamique utilisant la notion de variables internes. L'anisotropie initiale est prise en compte dans l'équation de la surface de charge et l'anisotropie de l'écoulement plastique est décrite par une loi à durcissement anisotrope, cinématique, non-linéaire. Si ce type de modèle est suffisant pour décrire des essais

de traction-compression, il est insuffisant pour décrire des sollicitations multiaxiales de type traction-torsion. En effet, il est dans l'impossibilité de rendre compte du fait que la normale de surface $\langle 110 \rangle$ se déforme plus que celle suivant $\langle 100 \rangle$ dans le cas d'un tube orienté suivant $\langle 001 \rangle$ soumis à un chargement de torsion [Bonnand 06]. Ce résultat est prédit par la loi de Schmid mais n'est pas retranscrit par un critère quadratique qui ne différencie pas les deux zones en termes de contrainte d'écoulement. Des critères plus complexes ont été développés pour pallier cette incohérence [Nouailhas 91].

Dans le cas des modèles de plasticité cristalline, la description de la déformation plastique est plus physique puisque les relations de comportement sont écrites au niveau des systèmes de glissement dépendants de la structure cristallographique du matériau. En effet, les "micro-glissements" sont localisés sur les directions atomiques des plans denses. La déformation macroscopique correspond alors à la somme de ces micro-glissements. Si l'utilisation du critère de Schmid permet de modéliser l'anisotropie de comportement plastique, ces modèles restent par nature macroscopique puisqu'ils considèrent le comportement d'un élément de volume homogène sans tenir compte des hétérogénéités de microstructure. Il faut donc enrichir les modèles de variables internes rendant compte des évolutions de microstructure/endommagement comme celles qui sont montrées à la figure 1.62.

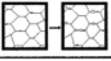
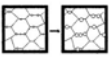
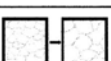





| CREEP DAMAGE CATEGORY | DAMAGE MECHANISM | DAMAGE PARAMETER | DAMAGE RATE | CREEP RATE |
|-------------------------|---|---|--|---|
| Strain-Induced | Cavity Nucleation Control; Growth Constrained |  $D_N = \frac{\pi d^2 N}{4} = \omega$ | $\dot{\omega} = \frac{k_N}{\varepsilon_N} \dot{\varepsilon}$ | $\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \sinh \left[\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0(1-\omega)} \right]$ |
| | Cavity Growth Controlled by Creep-Constraint |  $D_N = \frac{\pi d^2 N}{4} = \omega$ $D_O = \left(\frac{r}{\ell} \right)^2$ | $\dot{\omega} = 0$ $\dot{D}_O = \frac{d}{2\ell D_O} \dot{\varepsilon}$ | $\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \sinh \left[\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0(1-\omega)} \right]$ |
| | 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 |  $D_s = 1 - \frac{\bar{c}_s}{c_0}$ | $\dot{D}_s = K_s D_s^{1/3} (1 - D_s)$ | $\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\varepsilon}_0}{(1 - D_s)} \sinh \left[\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0} \right]$ |
| Environmentally-Induced | Fracture of Surface Corrosion Product |  $D_{cor} = \frac{2x}{R}$ | $\dot{D}_{cor} = \frac{1}{R} \left(\frac{K_{cor} \dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}^0} \right)^{1/2}$ | $\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \sinh \left[\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0(1-D_{cor})} \right]$ |
| | Internal Oxidation |  $D_{ox} = \frac{2x}{R}$ | $\dot{D}_{ox} = \frac{K_{ox}}{R^2 D_{ox}}$ | $\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \sinh \left[\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0(1-D_{ox})} \right]$ |

Figure 1.62 – Tableau récapitulatif des évolutions microstructurales et du dommage qui en découle, ainsi que leur prise en compte dans les équations d'un modèle de fluage, d'après [McLean 00].

1.4.2 Base de la plasticité cristalline

Les modèles de type plasticité cristalline, développés par de nombreux auteurs [Peirce 82, Peirce 83, Asaro 83, Cailletaud 87, Méric 91], sont basés sur la loi de Schmid qui justifie du caractère plastique localisé sur les systèmes de glissement s'activant lorsque la cission résolue sur le système s atteint une valeur critique τ_c^s .

La cission résolue s'écrit :

$$\tau^s = \sigma : \underset{\sim}{m}^s \quad (1.11)$$

où $\underline{m}^s = \frac{1}{2}(\underline{l}^s \otimes \underline{n}^s + \underline{n}^s \otimes \underline{l}^s)$ est le tenseur d'orientation du système s avec \underline{n}^s la normale au plan de glissement et \underline{l}^s la direction de glissement.

La loi d'écoulement est écrite au niveau des systèmes de glissement. Elle peut faire appel à une formulation de type Norton avec seuil :

$$\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{|\tau^s - x^s| - r^s}{k} \right\rangle^n \text{sign}(\tau^s - x^s) \quad (1.12)$$

$\dot{\gamma}^s$ est la vitesse de glissement sur le système s , n et k sont les coefficients de la loi de Norton et r^s et x^s désignent respectivement les variables d'écrouissage isotrope et d'écrouissage cinématique.

L'écrouissage isotrope est le plus souvent défini de la manière suivante :

$$r^s = r_0 + Q \sum_r H_{rs} (1 - \exp(-b\nu^r)) \text{ avec } \nu^r = |\gamma^r| \quad (1.13)$$

où ν^r est la déformation plastique cumulée sur le système de glissement s , r_0 désigne la limite d'élasticité initiale sur la famille de systèmes de glissement considérée.

Les coefficients Q et b caractérisent respectivement la valeur asymptotique correspondant au régime cyclique stabilisé et la rapidité de l'écrouissage. La matrice d'interaction H_{rs} permet de tenir compte des interactions entre systèmes de glissement. Habituellement, elle est prise égale à l'identité dans les superalliages monocristallins ce qui correspond à négliger l'écrouissage latent [Hanriot 93].

L'écrouissage cinématique x^s est souvent considéré sous une forme non-linéaire [Armstrong 66] :

$$x^s = c\alpha^s \text{ avec } \dot{\alpha}^s = \dot{\gamma}^s - d\alpha^s \dot{\nu}^s \quad (1.14)$$

Finalement, l'approche microscopique peut se résumer de la manière suivante :

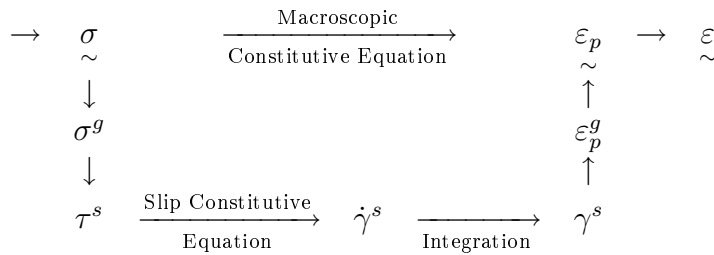


Figure 1.63 – Schéma explicatif du fonctionnement du modèle de viscoplasticité cristalline

Un terme constant, noté x_0^s , peut être ajouté dans la formulation de l'écrouissage cinématique non-linéaire permettant ainsi de traduire un décalage initial du domaine élastique i.e. de modéliser la dissymétrie de la limite d'écoulement traction/compression à basse température [Hanriot 93] ou de modéliser les effets de Rochet [Bonnand 06].

$$x^s = c\alpha^s \text{ avec } \dot{\alpha}^s = \dot{\gamma}^s - d\dot{\nu}^s \left(\alpha^s - \frac{x_0^s}{c} \right) \quad (1.15)$$

La vitesse de déformation macroscopique $\dot{\epsilon}^p$ est obtenue en sommant les vitesses de glissement sur l'ensemble des systèmes :

$$\dot{\varepsilon}^p = \sum_{s=1}^{12} \tilde{m}^s \dot{\gamma}_{oct}^s + \sum_{s=1}^6 \tilde{m}^s \dot{\gamma}_{cub}^s \quad (1.16)$$

Il est à noter que l'activation des systèmes de glissement cubique est encore soumise à discussion. En effet, dans [Volkl 94, Bettge 99, Levkovitch 06, Vattré 10], ces modes de déformation ont été interprétés comme résultant de l'alternance du glissement de dislocations vis sur deux plans octaédriques entre deux interfaces γ/γ' opposées et mis en mouvement par des boucles de dislocations mobiles. Cependant, ils permettent du point de vue macroscopique de rendre compte tout à fait correctement du comportement fortement anisotrope du monocristal [Poubanne 90, Nouailhas 93, Nouailhas 96].

Pour une meilleure description de la relaxation et du fluage, Boubidi [Boubidi 00] pour le SC16 et Marchal [Marchal 06] pour le PWA 1483 ont ajouté un terme de restauration statique. La loi d'évolution de la variable α^s s'écrit alors :

$$\dot{\alpha}^s = \dot{\gamma}^s - d\dot{v}^s \alpha^s - w(\alpha^s) \quad (1.17)$$

La variable $w(\alpha^s)$ permet de rendre compte des phénomènes de restauration de la microstructure qui surviennent lors de maintiens à haute température, tels que des réarrangements et annihilations de dislocations. Elle s'exprime de la manière suivante [Lemaître 85] :

$$w(\alpha^s) = \left(\frac{c |\alpha^s|}{M} \right)^m \text{sign}(\alpha^s) \quad (1.18)$$

Le modèle de plasticité cristalline classique, présenté précédemment, a de nombreuses variantes. Levkovitch *et al.* ont par exemple modifié la loi d'écoulement afin de tenir compte de la dépendance de l'adoucissement à la vitesse de déformation [Levkovitch 06] (équation 1.19 et figure 1.64)

$$\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{|\tau^s - x^s| - r_0}{k + r^s} \right\rangle^n \text{sign}(\tau^s - x^s) \quad (1.19)$$

avec $r^s = Q(1 - e^{-b\nu})$,

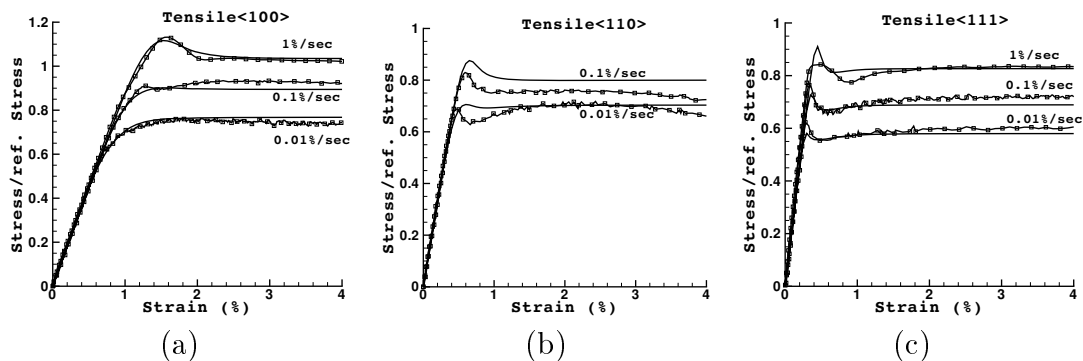


Figure 1.64 – Comparaisons expérience/simulation en traction monotone à 950°C pour différentes orientations cristallographiques : (a) $\langle 100 \rangle$, (b) $\langle 110 \rangle$ et (c) $\langle 111 \rangle$, d'après [Levkovitch 06].

MachLachlan *et al.* [Gunturi 00, MacLachlan 01, MacLachlan 02, Knowles 04] ont modifié, quant à eux, la loi d'évolution du dommage qui est alors pilotée par la vitesse de déformation plutôt que par la contrainte, ce qui permet de combiner les effets du chargement à ceux de

l'orientation cristallographique du matériau. Ils ont de plus modifié le module d'érouissage, généralement pris comme une fonction du cisaillement, et l'ont pris fonction de la densité de dislocations mobiles [Brehm 99].

Ma *et al.* [Ma 08a] ont pour leur part préservé les bases de la plasticité cristalline mais ont attribué une loi de plasticité cristalline pour chaque phase du matériau conduisant à deux lois tenant compte de la structure CFC de la matrice et de la structure $L1_2$ des précipités (systèmes de glissement $\langle 112 \rangle \{111\}$ pour la structure $L1_2$ et $\langle 110 \rangle \{111\}$ pour la structure CFC).

1.4.3 Modèles de plasticité cristalline prenant en compte les évolutions microstructurales

Contrairement au modèle de plasticité cristalline classique et aux variantes présentées précédemment, les modèles physiquement justifiés rendent compte du comportement/endommagement des matériaux en intégrant des paramètres matériau représentatifs des évolutions microstructurales qui se produisent lors des essais. Les quatre modèles présentés ci-dessous prennent en compte directement (Fedelich, Tinga, Cormier) ou indirectement (Staroselsky) les évolutions morphologiques de la phase γ' dans leur modèle ce qui fera aussi l'objet du chapitre 4 avec le développement d'un modèle spécifique.

1.4.3.1 Modèle de Cassenti et Staroselsky

Le modèle de Cassenti et Staroselsky [Staroselsky 08, Staroselsky 10, Staroselsky 11] possède les caractéristiques suivantes :

1. C'est un modèle de plasticité cristalline, couplé comportement/endommagement, construit pour décrire le comportement mécanique d'alliages monocristallins à durcissement structural et présentant une maille cristalline CFC. Il permet de décrire la réponse du monocristal à la fois dans le cadre de la viscoplasticité (fluage) et dans le cadre de la plasticité indépendante du temps (traction, fatigue), ainsi que leurs interactions,
2. Dans le cadre de la viscoplasticité, deux modes de déformation sont considérés : les systèmes de glissement octaédriques de type $\langle 011 \rangle \{111\}$ et les systèmes de glissement cubiques de type $\langle 011 \rangle \{001\}$. De plus, le taux de déformation plastique est la somme d'une partie "primaire" et d'une partie "secondaire" chacune étant pilotée par une densité de dislocations (mobile ou bloquée).

L'équation régissant la vitesse de déformation plastique dans la partie "primaire" fait intervenir un seuil sur chaque système de glissement de type Orowan et correspond à l'équation suivante :

$$\dot{\gamma}_{primaire}^s = \dot{\gamma}_0 \left\langle \frac{(\tau_s - w_p^s) - K \sqrt{\rho_p^s}}{s^s} \right\rangle^n \text{sign} \left(\frac{\tau^s - w_p^s}{s^s} \right) \exp \left(-\frac{Q}{RT} \right) \quad (1.20)$$

$\dot{\gamma}_0$ est une constante de temps dépendante de la température, s^s est la résistance au glissement telle que l'a formulé Asaro [Asaro 83], w^s est l'érouissage cinématique de type Krempl [Krempl 87], Nissley [Nissley 91] ou encore Stouffer [Stouffer 96], ρ_p^s représente la densité de dislocations bloquées, τ_s est la scission résolue et K est un paramètre d'ajustement dépendant de la température.

L'équation régissant la vitesse de fluage secondaire est, quant à elle, dépendante de la densité de dislocations mobiles. Les équations régissant les évolutions des densités de dislocations

mobiles et bloquées sont dépendantes d'une fonction de nucléation et de grossissement des pores et des valeurs, à saturation, de chacune des densités.

3. 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 des pores. Cette multiplication permet, d'un point de vue microstructural, l'initiation de vides qui grossissent et coalescent jusqu'à générer des microfissures.
4. Ce modèle est l'un des seuls (avec le modèle de MacLachlan [MacLachlan 01]) à prendre en compte la rotation cristalline au cours de la déformation plastique, et ainsi, la variation du module d'élasticité.

Ce modèle est compatible avec les mécanismes de plasticité indépendante du temps (essentiellement LCF) et permet de simuler des trajets de chargement thermomécaniques complexes. Cependant, l'identification des 33 paramètres du modèle semble complexe et celui-ci ne permet néanmoins pas de prendre en compte des aspects transitoires de comportement mécanique tels que ceux rencontrés lors d'une surchauffe de courte durée. Le lecteur pourra se référer aux articles suivants pour plus de détails sur les équations du modèle, la stratégie d'identification et les performances de celui-ci [Staroselsky 08, Staroselsky 10, Staroselsky 11].

1.4.3.2 Modèle de Fedelich

Le modèle proposé par Fedelich a subi diverses évolutions et reprend une modélisation de viscoplasticité cristalline de type Cailletaud en la modifiant sur la base d'observations métallurgiques. Il est alors considéré comme un modèle physiquement justifié puisqu'il y incorpore des paramètres plus physiques comme les interactions entre dislocations, permettant ainsi de retranscrire l'état des dislocations qui pilote la déformation, ou la contrainte d'Orowan [Fedelich 99]. Il comprend trois mécanismes de déformation potentiellement activés, tous liés aux mouvements de dislocations :

- **Remplissage des couloirs de matrice** : les boucles de dislocations se déplacent à travers les couloirs en avançant dans les précipités γ quand la contrainte de cisaillement d'Orowan est atteinte,
- **Cisaillement de la matrice et des précipités** par de longs segments de dislocations,
- **Montée des boucles le long de l'interface γ/γ'** . Ce processus de restauration par relaxation des contraintes internes, aussi considéré par Svoboda [Svoboda 97], est énergétiquement plus favorable dès lors qu'il fait décroître la longueur de la ligne de dislocation. Cependant, il requiert le remplissage de tous les couloirs de matrice γ par les dislocations pour rendre la formation de boucles possible, ce qui constitue une limite du modèle pour des contraintes de fluage faibles.

Aucune évolution microstructurale concernant la précipitation n'est toutefois prise en compte dans ce modèle. C'est pour cette raison qu'il est utilisable dans un domaine de températures comprises entre 700 et 900°C ou alors pour de faibles niveaux de contrainte. La loi d'écoulement n'est pas une loi de Norton et s'exprime de la manière suivante :

$$\dot{\gamma}_s^o = \rho_s^o \left(\frac{1}{\alpha} \left\{ \frac{\hat{\tau}_s^o}{\tau_{Orowan}} - 1 \right\} \right)^n \text{sign}(\tau_s^o - x_s^o) \quad (1.21)$$

où $\hat{\tau}_s^o = |\tau_s^o - x_s^o|$, $\tau^{Orowan} = \frac{\alpha G b}{w}$ la contrainte d'Orowan (G est une constante dépendante des coefficients élastiques et de l'orientation, b : le vecteur de Burgers, w : la largeur des couloirs de matrice γ indépendante du temps ou de la température, α : la constante numérique qui permet de retranscrire l'incertitude sur la valeur exacte de la contrainte d'Orowan), ρ_s la densité de dislocations sur le système s .

La variation de densité de dislocations sur les systèmes octaédriques est décrite par l'équation 1.22.

$$\rho_s^o = \rho_0^o + (\rho_\infty^o - \rho_0^o) \left(1 - \exp\left(-\frac{\nu_s^o}{b^o}\right) \right) \quad (1.22)$$

où ν_s^i est le glissement octaédrique cumulé, ρ_0^o et ρ_∞^o correspondent respectivement à la densité de dislocations initiale et finale.

Une amélioration a été apportée au niveau de la vitesse de glissement des dislocations ainsi qu'au niveau de la prise en compte des systèmes cubiques ce qui implique un quatrième mécanisme de déformation [Fedelich 02] :

- **Glissement** le long des systèmes cubiques dans les couloirs de matrice γ .

La figure 1.65 permet alors de mieux comprendre les quatre mécanismes de déformation potentiellement activés liés aux mouvements de dislocations et qui sont pris en compte par [Fedelich 02].

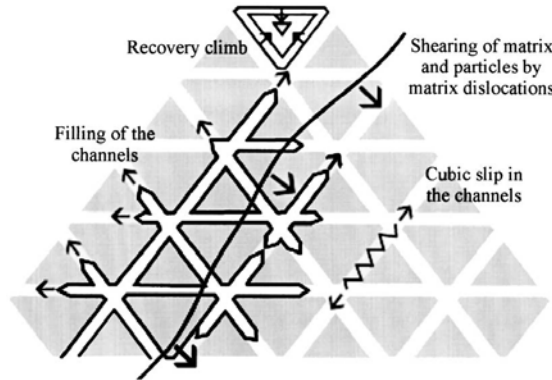


Figure 1.65 – Mécanismes de déformation actifs dans un plan $\{111\}$, d'après [Fedelich 02].

La loi d'écoulement est cette fois thermiquement activée et fait appel à un sinus hyperbolique (équation 1.23). De plus une formulation différente est utilisée pour les systèmes cubiques comme le montre l'équation 1.24. En effet, dans ce modèle, le glissement cubique est engendré par le glissement octaédrique. A l'opposé, Cailletaud [Méric 91] postule qu'une loi de Schmid fictive peut être écrite pour ces systèmes cubiques ce qui s'avère valide puisque une identification suivant $\langle 001 \rangle$ pour les systèmes octaédriques et suivant $\langle 111 \rangle$ pour les systèmes cubiques permet de simuler correctement le comportement suivant $\langle 011 \rangle$.

$$\dot{\gamma}_s^o = \rho_s^o \sinh \left[\frac{V_f^o}{kT} \hat{\tau}_s^o \left\{ 1 - \left[1 + \left(\frac{\hat{\tau}_s^o}{\tau^{Orowan}} \right)^n \right]^{-1/n} \right\} \right] \text{sign}(\tau_s^o - x_s^o) \quad (1.23)$$

$$\dot{\gamma}_s^c = \rho_s^c \sinh \left[\frac{V_f^c \langle |\tau_s^c - x_g^c| - r_0^c \rangle}{kT} \right] \text{sign}(\tau_s^c - x_s^c) \quad (1.24)$$

où k est la constante de Boltzmann, T la température absolue, V_f^i le volume d'activation associé à la famille de système i et x_g^i la variable scalaire associée à l'érouissage cinématique.

La densité de dislocations sur les systèmes cubiques dépend du glissement octaédrique cumulé ν_i^o (equation 1.25).

$$\rho_s^c = \rho_0^c + (\rho_\infty^c - \rho_0^c) \sum_{i=1}^{12} \epsilon_{si} \left(1 - \exp\left(-\frac{\nu_s^o}{b^o}\right) \right) \quad (1.25)$$

où $\epsilon_{si} = \delta_{si}$ est un terme qui permet de tenir compte uniquement des systèmes qui ont le même vecteur de Burgers.

La même description a été adoptée pour l'érouissage cinématique avec la dissociation en deux variables tensorielles \tilde{X}^o et \tilde{X}^c décrivant respectivement l'érouissage suivant les systèmes de glissement octaédrique et cubique. La composante de l'érouissage cinématique sur le système s est alors obtenue par projections de ces variables.

Un des atouts majeurs de ce modèle est la corrélation entre glissements cubiques et octaédriques qui permet de réduire le nombre de paramètres. Il est possible de diminuer encore le nombre de paramètres en ne considérant plus les systèmes de glissement cubiques, comme Tinga ou Vattré [Tinga 08, Vattré 10] ont pu le faire. Ainsi, Vattré *et al.* [Vattré 11] utilisent 24 systèmes de glissement octaédrique dans le but de distinguer le signe du vecteur de Burgers des segments de dislocations déposés sur les interfaces γ/γ' , car la polarité de ceux-ci joue un rôle important dans le durcissement des échantillons orientés suivant $\langle 111 \rangle$. Une dernière modification apportée par Fedelich [Fedelich 09] est de considérer la mise en radeaux. Il distingue deux phénomènes physiques responsables des évolutions microstructurales [Epishin 09] :

- Le grossissement isotrope, grossissement homothétique de chaque précipité γ' qui ne modifie pas l'état de contraintes internes. Il est piloté par la réduction de l'énergie interfaciale,
- La mise en radeaux, processus anisotrope activé par un chargement extérieur et qui implique une relaxation significative des contraintes internes.

Ce dernier phénomène est décrit en utilisant la variable λ_{001} (figure 1.66) correspondant à la périodicité de la microstructure et retranscrivant le phénomène de grossissement isotrope.

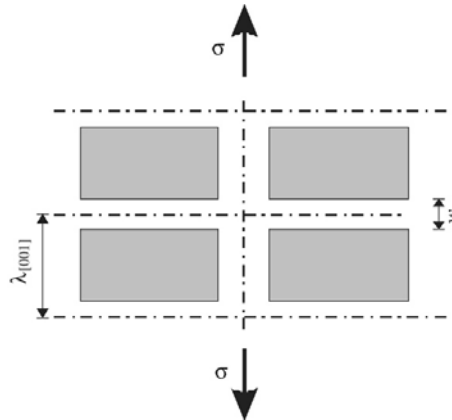


Figure 1.66 – Schéma explicatif de la périodicité λ_{001} utilisée comme paramètre de la mise en radeaux dans le modèle de Fedelich, d'après [Fedelich 09].

Ainsi, l'évolution de la largeur des couloirs due à la coalescence des précipités w_{cube} s'exprime en fonction de λ_{001} :

$$w_{cube}(t) = (1 - \sqrt[3]{f_{\gamma'}(T)})\lambda_{001}(t) \quad (1.26)$$

où $f_{\gamma'}$ représente la fraction volumique de précipités de γ' .

La mise en radeaux modifie quant à elle la microstructure par un élargissement de certains canaux de matrice au profit de la disparition d'autres. La largeur des couloirs de matrice perpendiculaires à la contrainte w_{raft} dans la microstructure en radeaux est également fonction de la périodicité :

$$w_{raft}(t) = (1 - f_{\gamma'}(T))\lambda_{001}(t) \quad (1.27)$$

Le degré de mise en radeaux est alors défini comme un degré d'avancement au travers de l'évolution de la variable ξ :

$$\xi(t) = \frac{w(t) - w_{cube}(t)}{w_{raft}(t) - w_{cube}(t)} \quad (1.28)$$

Deux variables internes sont donc nécessaires pour décrire l'évolution de la mise en radeaux : λ_{001} et ξ décrivant respectivement la coalescence isotrope et le degré de mise en radeaux de la microstructure. La coalescence isotrope ne dépend que du temps et est indépendante de l'état de contrainte/déformation du matériau (équation 1.29).

$$\lambda_{001}(t) = \lambda_{001}^0 \sqrt{1 + \beta t} \quad (1.29)$$

où λ_{001}^0 représente la périodicité de la microstructure à l'état initial et β une constante dépendante du matériau et correspondant à l'inverse d'un temps.

La force motrice de la mise en radeaux s'exprime de la manière suivante :

$$X = \frac{1}{2} c_0^o c_1^o \alpha_{\sim}^o : \alpha_{\sim}^o \quad (1.30)$$

avec c_0^o et c_1^o deux paramètres matériau correspondant respectivement au taux de durcissement initial et à la relaxation des contraintes internes dus à la mise en radeaux.

Cette variable dépend donc de l'écroissage cinématique ce qui permet alors de coupler la mise en radeaux avec le comportement mécanique. En effet, la variable interne ξ évolue de la manière suivante :

$$\dot{\xi} = (1 - \xi) f_{raft} X^n \quad (1.31)$$

où f_{raft} et n sont deux paramètres du modèle. La prise en compte de la mise en radeaux affecte la contrainte d'Orowan ce qui a une répercussion directe sur le seuil de plasticité et donc sur le comportement.

La vitesse de déformation en fluage est relativement bien décrite par ce modèle sauf pour les plus faibles contraintes où l'inversion topologique de phase intervient :

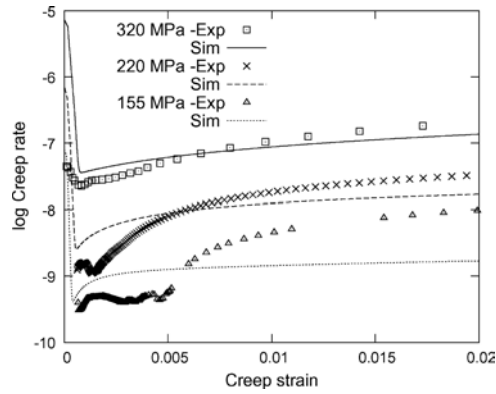


Figure 1.67 – Simulation d'essais de fluage sur le CMSX-4 à 950°C [Fedelich 09].

1.4.3.3 Modèle de Tinga

Le modèle proposé par Tinga [Tinga 09c] est basé sur les mêmes considérations physiques que celui de Fedelich. En effet, il distingue coalescence isotrope et mise en radeaux. L'évolution de la largeur des couloirs horizontaux durant un chargement de traction vertical est dérivée du modèle d'Epishin [Epishin 09] valable entre 850°C et 1050°C pour des niveaux de contraintes allant de 50 à 350 MPa :

$$\dot{h}(T, \sigma) = A \exp\left(-\frac{Q - \sigma U(T)}{RT}\right) \quad (1.32)$$

où $U(T) = U_T(T - T_0)^n$: l'exposant n , la température de référence T_0 et le pré-facteur U_T sont des paramètres matériau tout comme le pré-facteur exponentiel A et l'énergie d'activation Q , R est la constante des gaz parfait et T la température en Kelvin. T_0 représente la température à partir de laquelle le processus de mise en radeaux est effectif.

Contrairement à Fedelich, Tinga considère une évolution possible pour les trois largeurs de couloirs correspondant aux directions x , y et z . L'évolution de ces largeurs est reliée à la contrainte de Von Mises σ_{VM} et aux composantes diagonales du déviateur des contraintes σ_{ii}^d par la relation suivante :

$$\dot{L}_i = -\frac{3}{2} L_i \left(\frac{\sigma_{ii}^d}{\sigma_{VM} + \zeta} \right) \frac{A^*}{L} \exp\left(-\frac{Q - \sigma_{VM} U(T)}{RT}\right) \quad (1.33)$$

avec L la taille des couloirs à l'état initial, ζ et A^* sont des constantes.

Il est à noter que la contrainte uniaxiale a été changée en contrainte équivalente de Von Mises, étant donné que les travaux expérimentaux de Fedelich [Fedelich 08] ont montré la forte dépendance entre la contrainte équivalente et le degré de mise en radeaux. De plus, tout comme le modèle précédent, ce modèle prend en compte l'augmentation de la taille de la cellule γ/γ' élémentaire due à la coalescence isotrope des précipités. L'utilisation d'une homogénéisation par partie permet non seulement de modifier la largeur des couloirs et donc le seuil de plasticité par l'intermédiaire de la contrainte d'Orowan, mais aussi de prendre en compte la montée aux interfaces par la plasticité dans la phase γ . Cependant la prise en compte de la mise en radeaux via la contrainte équivalente de Von Mises ne va pas permettre de rendre compte des évolutions de microstructure pour des essais à vitesse de déformation imposée.

1.4.3.4 Modèle de Cormier et Cailletaud

Le modèle de Cormier *et al.* est un modèle de plasticité cristalline couplé comportement et endommagement à variables internes représentatives d'évolutions microstructurales rapides telles les processus de dissolution/reprécipitation de la phase γ' et les processus de restauration rencontrés à très haute température. Il est efficace pour simuler des essais non-isothermes puisqu'il prend en compte la fraction volumique des deux familles de précipités γ' : celle des précipités γ' secondaires et celle des fins précipités qui émergent dans les couloirs de matrice γ lors des refroidissements (figure 1.68). De plus, ce modèle prend en compte les phénomènes de durcissement/adoucissement effectif à haute température dans l'écroissage isotrope (équation 1.34).

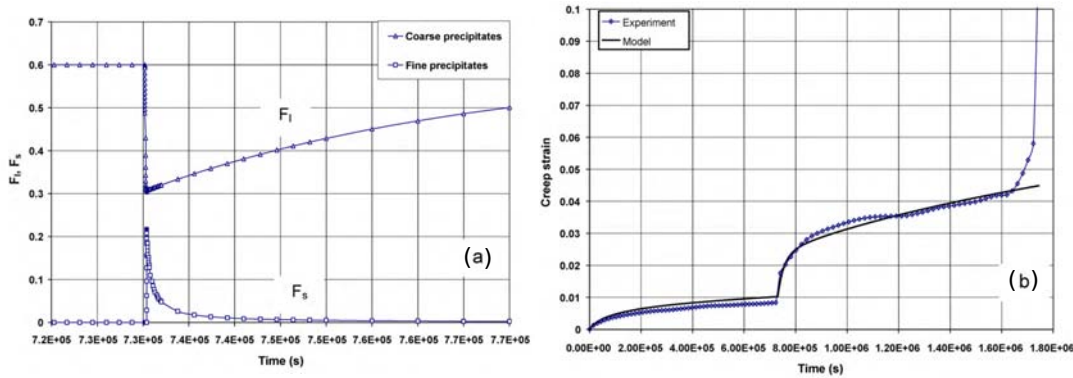


Figure 1.68 – (a) Simulation numérique de l'évolution de la fraction volumique des précipités initiaux et de fins précipités γ' et (b) comparaison expérience/simulation pour un essai de fluage à 1050°C/140 MPa avec une surchauffe de 150 s (i.e. un passage de 1050°C à 1200°C en 4 à 5 secondes), d'après [Cormier 10a].

$$r^s = r_0 + b(Q + Q^*) \times \sum_{j=1}^{12} h_{sj} \rho^j + \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{Gb}{w} \quad (1.34)$$

Q et Q^* sont des paramètres matériau dépendant de la température et représentent un durcissement lié aux dislocations.

Plus spécifiquement, Q représente la quantité de dislocations bloquées aux interfaces γ/γ' alors que Q^* représente une partie restaurable de la densité de dislocations, phénomène effectif à haute température par des mécanismes de montées/annihilations. Q^* est directement dépendante de la vitesse de chauffe/refroidissement ainsi que de la durée des surchauffes via l'évolution de a^* (équation 1.35).

$$Q^* = a^* Q_{s0} \text{ avec } \dot{a}^* = -\frac{a^*}{\alpha^*} \dot{T} - \frac{a^*}{\beta^*} \quad (1.35)$$

α^* et β^* sont des paramètres matériau dépendant de la température et Q_{s0} représente le potentiel de restauration lors des surchauffes à très haute température ($T > 1100^\circ\text{C}$).

Le premier terme de l'équation d'évolution de a^* correspond aux processus de restauration pendant les variations de température alors que le deuxième terme correspond à l'établissement ou au ré-établissement de la structure de dislocations après la surchauffe.

De plus, l'écroissage isotrope dépend explicitement de la microstructure par le terme d'Orowan et sa dépendance à la largeur des couloirs de matrice γ : w . La largeur des couloirs dépend de la fraction volumique de précipités initiaux et de fins précipités par la relation suivante :

$$w = \frac{a_0}{\delta} \times (f_l^{ml} - d_{tp} \times f_s) \quad (1.36)$$

Ainsi, une surchauffe entraîne une augmentation de w ce qui implique un adoucissement du comportement via la diminution de l'écroissage isotrope. Récemment, des modifications ont été apportées par Ghighi *et al.* qui ont permis, par exemple, de prendre en compte le niveau de plasticité sur la cinétique de dissolution/précipitation des précipités γ' [Ghighi 12]. En effet, l'équation 1.37 permet de rendre compte du fait que la cinétique de dissolution/précipitation est améliorée lorsqu'une densité de dislocations est plus importante au niveau des interfaces γ/γ' via des mécanismes de *pipe-diffusion* comme l'a montré Embury *et al.* [Embury 03] pour la précipitation et Giraud *et al.* [Giraud 12] pour la dissolution :

$$\dot{f}_l = \left[1 - \delta \times \exp\left(\frac{-\nu}{e_{cfl}}\right) \right] \left(\frac{f_{eq} - f_l}{\alpha_l} \right) \quad (1.37)$$

ν correspond à la déformation plastique cumulée, δ et α_l sont des paramètres matériau qui dépendent de la température et e_{cfl} est équivalente à une déformation de fluage rendant compte de la saturation de la densité de dislocations dans la matrice pendant le fluage.

En effet, Probst-Hein *et al.* ont montré que la densité de dislocations augmente aux interfaces γ/γ' jusqu'à ce qu'un certain niveau de densité de dislocations soit atteint [Probst-Hein 01]. Ainsi, dès que cette limite est atteinte et que les contraintes de cohérence sont relaxées, les cinétiques de dissolution/précipitation sont fortement améliorées.

Le dommage est quant à lui porté par une loi de type Rabotnov-Kachanov (équation 1.38) qui a la particularité d'être obtenu grâce à l'écroissage cinématique qui n'intervient pas dans le calcul de la surface de charge.

$$\dot{d}_c^s = \left(\frac{|x^s|}{K_x(1 - d_c^s)} \right)^{mx} \quad (1.38)$$

où K_x et mx sont des paramètres matériau indépendants de la température. La prise en compte du dommage permet alors d'obtenir les résultats montrés à la figure 1.69 dans le cas d'essais de fluage anisothermes avec surchauffe unique à 1200°C.

1.4.4 Conclusion

Le modèle de plasticité cristalline est indispensable afin de rendre compte de l'anisotropie des superalliages monocristallins. Cependant, il est primordial de prendre en compte les évolutions microstructurales décrites par l'évolution de variables internes représentatives. Les modèles ayant ce type de variables sont dits physiquement justifiés. Tout l'enjeu consiste donc à déterminer quels sont les phénomènes physiques pertinents à prendre en compte. Cette partie a montré que la mise en radeaux et la dissolution/précipitation de la phase γ' sont deux évolutions microstructurales qu'il convient d'introduire dans les modèles.

Synthèse

Si les mécanismes de déformation, les évolutions microstructurales et leurs influences sur le comportement mécanique semblent être bien compris et bien modélisés dans le cas des essais

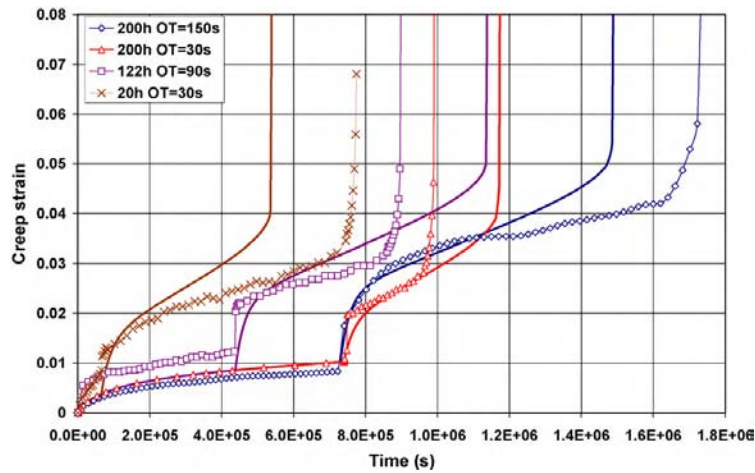


Figure 1.69 – Comparaisons entre modèle (ligne en gras) et expérience (ligne pointillée) lors de la prise en compte du dommage pour divers essais de fluage anisothermes, d'après [Cormier 10a].

isothermes, ce n'est pas le cas pour les essais anisothermes.

L'amélioration de nombreux domaines en anisotherme est donc nécessaire et passe par la compréhension de l'évolution du désaccord paramétrique afin de déterminer les mécanismes de restauration des propriétés mécaniques, les évolutions microstructurales qui modifient le comportement et l'endommagement des superalliages monocristallins, le rôle du mode de chargement, la prise en compte des trajets thermomécaniques complexes ou encore la détermination de nouvelles variables internes représentatives de ces phénomènes et qui permettront d'obtenir des modèles physiquement justifiés rendant compte explicitement de l'état microstructural.

Ce sont ces voies de recherche que l'on se propose d'aborder dans la suite de ce mémoire de thèse.

Étude expérimentale de l'impact de surchauffes à des températures
proches du solvus sur le comportement et l'endommagement en fluage
et en fatigue/fluage

Sommaire

| | |
|---|-----------|
| Introduction | 69 |
| 2.1 Évolution des paramètres de maille au cours d'un essai de fluage anisotherme | 69 |
| 2.1.1 Présentation des essais mécaniques | 69 |
| 2.1.2 Méthodologie de dépouillement | 72 |
| 2.1.3 Résultats expérimentaux | 74 |
| 2.1.4 Validation de la cinétique de dissolution de la phase γ' | 76 |
| 2.1.5 Discussion | 76 |
| 2.1.6 Conclusion | 80 |
| 2.2 Essais de fluage anisothermes | 80 |
| 2.2.1 Techniques expérimentales de réalisation d'essais de fluage anisothermes | 81 |
| 2.2.1.1 Bancs de fluage avec four à lampes | 81 |
| 2.2.1.2 Banc <i>THALIE</i> | 81 |
| 2.2.1.3 Procédures d'essais | 83 |
| 2.2.2 Résultats expérimentaux | 84 |
| 2.2.2.1 Essais de fluage à contrainte constante avec une surchauffe de courte durée | 84 |
| 2.2.2.2 Essais complexes : double surchauffe et chargement variable . | 89 |
| 2.2.3 Lien entre microstructure et DDV | 90 |
| 2.2.4 Discussion | 92 |
| 2.2.5 Conclusion | 95 |
| 2.3 Essais complexes avec surchauffe de fatigue/fluage et de traction-cyclage-relaxation | 95 |
| 2.3.1 Techniques expérimentales de conduite d'essais anisothermes complexes de fatigue/fluage et de traction-cyclage-relaxation | 95 |
| 2.3.1.1 Mesures de la température | 96 |
| 2.3.1.2 Mesures de la déformation | 98 |

| | | |
|-----------------|---|------------|
| 2.3.2 | Résultats expérimentaux | 98 |
| 2.3.2.1 | Essais de fatigue/fluage | 98 |
| 2.3.2.2 | Essais complexes de traction-cyclage-relaxation | 106 |
| 2.3.3 | Lien entre microstructure et DDV | 109 |
| 2.3.4 | Discussion | 110 |
| 2.3.5 | Conclusion | 117 |
| Synthèse | | 118 |

Introduction

On étudie dans ce chapitre l'effet des surchauffes de courte durée, représentatives des régimes O.E.I., sur le comportement et l'endommagement au cours d'essais de fluage et de fatigue/fluage. Dans un premier temps, des essais de fluage anisothermes à 120 MPa sous rayonnement synchrotron ont été menés sur le superalliage de première génération AM1. Ces derniers ont permis de déterminer en continu, pendant des surchauffes réalisées à divers niveaux de température, les évolutions des fractions volumiques, des densités de dislocations et des paramètres de maille des phases en présence. Par ailleurs, des essais de fluage et de fatigue/fluage ont été menés principalement à 1050°C/160 MPa sur l'alliage MC2. Ces essais ont permis de caractériser, en fonction de la durée de pré-chargement, le comportement et la durée de vie résiduelle après une surchauffe de courte durée à 1200°C. Ils ont aussi permis d'obtenir une corrélation entre durée de vie résiduelle et microstructure, à la fois en fluage et en fatigue/fluage.

2.1 Évolution des paramètres de maille au cours d'un essai de fluage anisotherme

Les paramètres de maille, et par conséquent les contraintes de cohérence, évoluent pendant un essai de fluage isotherme à contrainte constante [Diologent 03] et leurs valeurs sont modifiées selon le niveau de contrainte appliqué [Jacques 04]. Afin de relever les évolutions des fractions volumiques, des densités de dislocations et des paramètres de maille des phases γ et γ' au cours d'un essai de fluage anisotherme à contrainte constante, des mesures *in situ* par diffraction de rayons X de haute énergie en rayonnement synchrotron ont été réalisées sur le superalliage monocristallin de première génération AM1. Les pics de diffraction des phases γ et γ' , dont la position et la forme évoluent avec les caractéristiques microstructurales et les contraintes locales, ont permis d'analyser, en fonction du niveau de température de la surchauffe, les mécanismes de restauration des propriétés mécaniques opérants à haute température et qui avaient déjà pu être observés lors du retour à température ambiante [Cormier 07b, Cormier 08c].

2.1.1 Présentation des essais mécaniques

La forme et l'orientation des précipités γ' , immergés dans une solution solide de matrice γ , ainsi que la distribution des contraintes internes au sein du matériau non déformé, dépendent du signe et de l'amplitude du désaccord paramétrique de maille entre les deux phases. Celui-ci est nommé désaccord paramétrique naturel (équation 1.1). Dans un matériau ayant une microstructure en radeaux, le signe et l'amplitude des contraintes internes correspondent à la différence relative entre le désaccord paramétrique naturel et le désaccord paramétrique effectif (équation 2.1).

$$\delta_{\perp} = 2 \frac{a_{\gamma'200} - a_{\gamma200}}{a_{\gamma'200} + a_{\gamma200}} \quad (2.1)$$

La valeur des paramètres de maille au sein du matériau peut être déterminée en analysant les profils de diffraction des réflexions (200) ou (020) par un diffractomètre à trois cristaux (TCD) en utilisant des rayons X ou des neutrons (voir Annexe A).

Les dernières générations de synchrotron à rayons X, pouvant produire des faisceaux de forte intensité à haute énergie (i.e. jusqu'à 150 keV), permettent l'enregistrement rapide (environ 5 minutes sont nécessaires) de profils de diffraction à haute résolution (généralement

150 pas espacés de 1 seconde d'arc) en transmission à travers une éprouvette de 4 mm de diamètre. Utilisée avec un dispositif expérimental autorisant des essais mécaniques à haute température [Feiereisen 03], cette technique permet de suivre *in situ* les évolutions du désaccord paramétrique et de la densité de dislocations dans chaque phase pendant un essai de fluage [Jacques 04] ou, dans le cas présent, pendant un essai thermomécanique complexe (figure 2.1). Les incertitudes dans la représentativité des mesures *post-mortem* des échantillons, relatives au déchargement (relaxation de contrainte) ou au refroidissement (modification de la fraction volumique des phases) des éprouvettes, sont ainsi évitées.

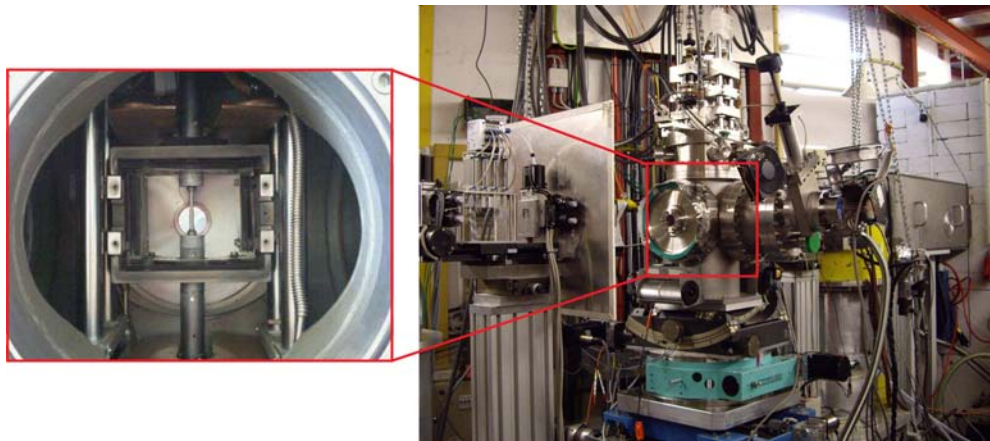


Figure 2.1 – Montage expérimental permettant de réaliser des essais de fluage à haute température sous rayons X de haute énergie en rayonnement synchrotron grâce à un four sous vide à résistor, d'après [Dirand 11a].

Le matériau utilisé ici est l'AM1, superalliage monocristallin de première génération, dont la composition chimique est donnée dans la table 2.1. Chaque éprouvette a subi le traitement thermique standard de cet alliage (3h/1300°C/trempe à l'air + 5h/1100°C/trempe à l'air + 16h/870°C/ trempe à l'air) menant à une taille de précipités secondaires de γ' de l'ordre de 0.45 μm et à une fraction volumique d'environ 70%.

| Élément | Ni | Cr | Co | Mo | W | Al | Ti | Ta |
|---------------------------------------|------|----|-----|----|---|----|----|----|
| Composition nominale de l'alliage AM1 | Base | 8 | 6.5 | 2 | 6 | 5 | 1 | 8 |

Table 2.1 – Composition chimique de l'alliage AM1 (% pds).

Trois éprouvettes cylindriques (3.5 mm de diamètre et 29 mm de longueur utile) ont été usinées dans des barreaux orientés suivant une orientation cristalline $\langle 001 \rangle$. La désorientation cristallographique primaire des éprouvettes est inférieure à 3°. De plus, ces dernières ont été polies soigneusement afin d'éviter toute rupture prématurée pendant les séquences anisothermes des essais.

Il a été choisi d'effectuer ces mesures sur une microstructure en radeaux bien établie afin d'atteindre une valeur du désaccord paramétrique effectif proche de -0.33% qui correspond à la valeur de début du stage secondaire du fluage [Dirand 11a]. Cette valeur évolue peu pendant le stade secondaire du fluage à température et contrainte constante (figure 2.22) ce qui permet d'attribuer les évolutions des paramètres de maille uniquement aux surchauffes qui ont été introduites au cours des essais. Afin de générer cette microstructure, les éprouvettes ont été pré-fluées sous vide à 1050°C/150 MPa pendant 24h (déformation plastique de l'ordre de 0.6%-

0.7%) et refroidies sous charge avant les essais de fluage anisothermes *in situ* sous rayonnement synchrotron (figure 2.2).

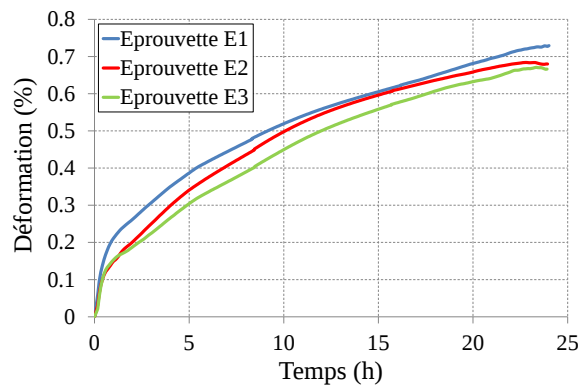


Figure 2.2 – Pré-déformations en fluage réalisées à 1050°C/150 MPa pendant 24 heures afin de développer une microstructure γ/γ' avec des radeaux bien établis préalablement aux essais de fluage anisothermes sous rayons X de haute énergie en rayonnement synchrotron.

Afin de faciliter l'analyse des résultats des phases d'essais *in situ*, la déformation de pré-fluage isotherme a été retranchée de l'élongation totale. Les trois essais se sont déroulés de la manière suivante, avec des vitesses de chauffe et de refroidissement d'environ 1°C/s :

- *Expérience 1* (E1) (figure 2.3(a)) : elle a été réalisée à la température nominale de 1010°C. Deux surchauffes ont été introduites : 5 minutes à 1180°C et 8.5 minutes à 1110°C, respectivement après 1.6 heures et 3.9 heures de fluage *in situ*,
- *Expérience 2* (E2) (figure 2.3(b)) : elle a été réalisée à la température nominale de 1050°C. Cinq surchauffes ont été introduites : 16 minutes à 1100°C, 8.1 minutes à 1155°C, 6.7 minutes à 1100°C, 4.6 minutes à 1150°C et 3.1 minutes à 1150°C, respectivement après 1.7 heures, 3.1 heures, 5.4 heures, 6.1 heures et 6.8 heures de fluage *in situ*,
- *Expérience 3* (E3) (figure 2.3(c)) : elle a été réalisée à la température nominale de 1040°C. Quatre surchauffes ont été introduites : 21 minutes à 1070°C, 15 minutes à 1130°C, 7 minutes à 1130°C et 5 minutes à 1200°C, respectivement après 3.1 heures, 4.2 heures, 5.7 heures et 6.7 heures de fluage *in situ*.

La mesure extensométrique de l'élongation des éprouvettes au cours des essais de fluage est déportée afin de ne pas perturber le faisceau de rayons X. L'évolution de l'élongation totale lors des surchauffes (variations des déformations élastiques et thermiques) n'est donc pas représentative des variations d'élongation des éprouvettes mais de celles des lignes entières (amarrage et éprouvette). Ainsi, ce sont les sauts de déformation entre les états stabilisés avant et après les surchauffes qui sont représentatifs de l'élongation plastique des éprouvettes (figure 2.3). Il a alors été noté une importante augmentation de la déformation de fluage ($\approx 1.85\%$ pour E1, $\approx 1.45\%$ pour E2 et $\approx 1.5\%$ pour E3) pendant les surchauffes aux hautes températures 1180°C, 1150°C et 1200°C. Par contre, le saut de déformation plastique pour des surchauffes à plus faible température (1070°C, 1100°C ou 1130°C) reste limité ($\approx 0.2\%$ au maximum).

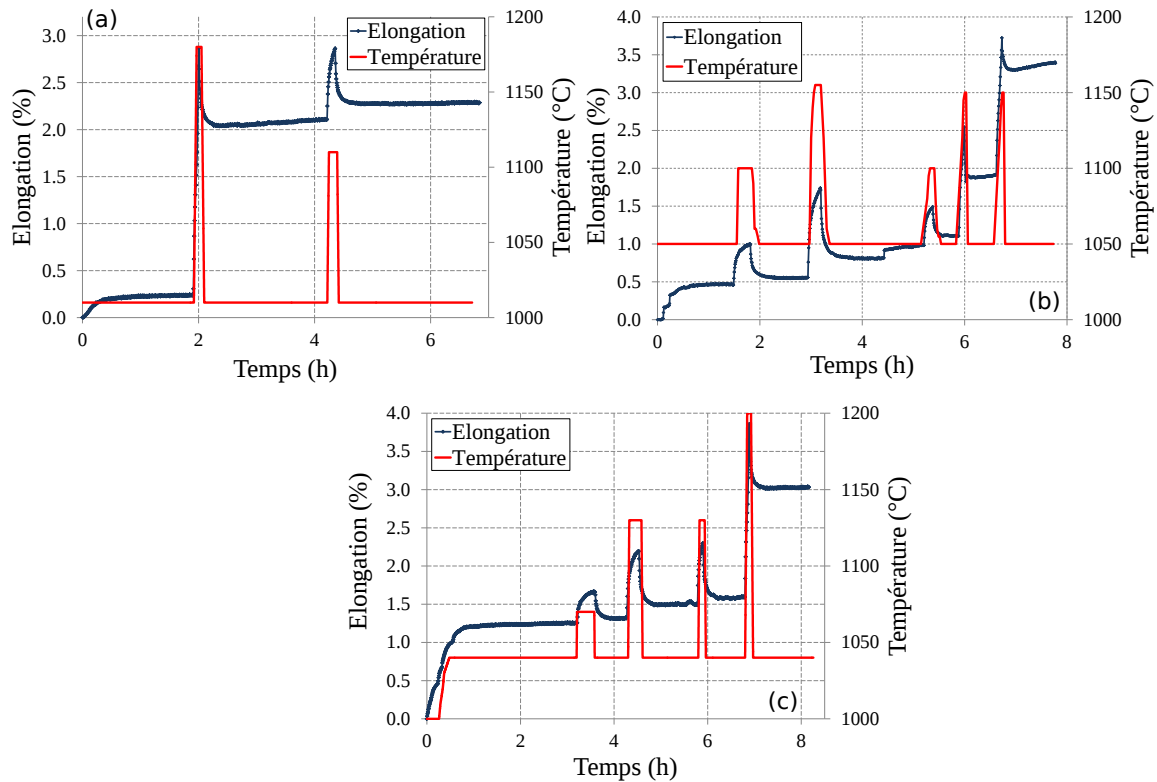


Figure 2.3 – Évolutions de la déformation pour les essais de fluage anisothermes sous 120 MPa dont l'évolution de température est présentée sous forme de courbes continues rouges (a) *Expérience 1*, (b) *Expérience 2* et (c) *Expérience 3* (Pré-déformations présentées dans la figure 2.2).

2.1.2 Méthodologie de dépouillement

Pendant les expériences, les profils de diffraction (200) ont été enregistrés, i.e. les paramètres de maille $a_{\gamma_{200}}$ et $a_{\gamma'_{200}}$ dans la direction [100] (dans le plan des précipités γ' en radeaux). Afin d'obtenir de bonnes mesures des paramètres de maille au cours des surchauffes, lors desquelles la déformation plastique évolue rapidement, un compromis a été trouvé afin d'avoir un nombre suffisant de profils de diffraction décrivant temporellement la surchauffe ainsi qu'une bonne description de chaque pic (plus la description est bonne, plus la durée du scan est importante). Il a donc été choisi de réaliser des enregistrements "ultra-rapides" (90 secondes) des profils de diffraction avec des résolutions de 0.5 seconde d'arc. Les spectres obtenus *in situ* permettent d'accéder à la distribution des paramètres de maille dans chacune des phases au cours d'un essai de fluage à haute température. Les spectres de diffraction des plans (200) des deux phases γ et γ' , tels que ceux présentés à la figure 2.4, ont été obtenus par diffractométrie trois axes pour différents temps d'essai à haute température ($T \geq 1000^\circ\text{C}$).

Durant les essais, les positions et les formes des pics γ et γ' évoluent avec les caractéristiques microstructurales. Les mesures précises de leur position peuvent donner accès, par application de la loi de Bragg (équation A.1), aux évolutions des paramètres de maille dans le plan perpendiculaire à l'axe de traction, ce qui permet d'en déduire la déformation plastique et la vitesse de déformation plastique pour chacune des deux phases [Dirand 11a]. Ces évolutions n'ont cependant pas été établies étant donné qu'un tel raffinement dans la modélisation du comportement n'était pas adapté à l'étude en cours.

$$2.d_{hkl}.\sin\theta = \lambda \quad (2.2)$$

L'analyse de la forme des pics conduit à l'estimation :

- du paramètre de maille statistique moyen correspondant à la position du centre des pics,
- de la dispersion du paramètre de maille due à la présence de défauts cristallins qui, quant à elle, est donnée par la largeur des pics.

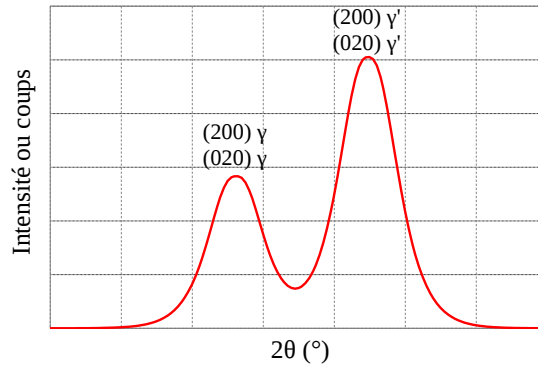


Figure 2.4 – Spectre de diffraction (200)/(020) correspondant respectivement à δ_{\perp} et $\delta_{//}$.

Habituellement, les fonctions utilisées pour ajuster la forme des pics sont des fonctions analytiques de types Gaussiennes, Lorentziennes, Voigt ou pseudo-Voigt [McCusker 99]. Cependant, en traçant l'intensité des spectres obtenus en échelle logarithmique, une linéarité est observée sur plusieurs ordres de grandeur (figure 2.5).

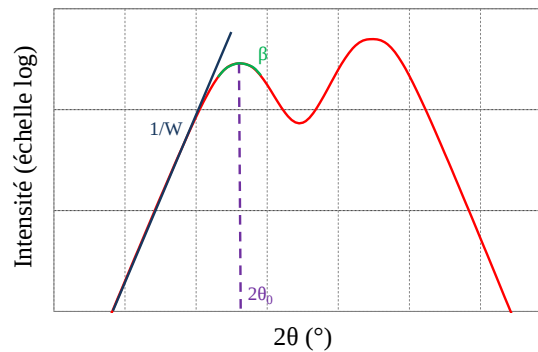


Figure 2.5 – Détermination des paramètres $2\theta_0$ (le centre des pics), W (l'inverse de la pente) et β (la courbure au sommet) pour ajuster la courbe d'intensité en échelle logarithmique.

Les pics ont donc été ajustés empiriquement par une fonction exponentielle de la forme suivante [Jacques 03, Dirand 11b] :

$$P(2\theta) = A \exp \left[1 + \left[1 - \left(\frac{|2\theta - 2\theta_0|}{W} \right)^\beta \right]^{1/\beta} \right] \quad (2.3)$$

où A représente l'intensité maximale atteinte par le pic et proportionnelle au nombre de coups, $2\theta_0$ le paramètre de maille statistique moyen, W l'inverse de la pente et β la courbure au sommet du pic, comme illustré sur la figure 2.5.

Lors de l'ajustement des pics principaux, une symétrie a été observée quel que soit l'instant d'acquisition au cours des essais anisothermes, lors des paliers à la température nominale ou lors des surchauffes. Chaque pic est ainsi défini par quatre paramètres (A , $2\theta_0$, W et β) au lieu de cinq dans le cas d'une combinaison d'une fonction Gaussienne avec une fonction Lorentzienne. Jacques *et al.* [Jacques 03] ont montré que tous les diffractogrammes sont définis par deux ou trois pics P_j . Le maximum du troisième pic se situe entre les deux autres pics principaux. Gnäupel-Herold *et al.* [Gnäupel-Herold 95, Jacques 03] ont suggéré que le pic nommé γ_I (pic de la figure 2.5) correspond à la contribution des couloirs γ perpendiculaires à l'axe de traction, et celui nommé γ_{II} (pic central non visible sur la figure 2.5) est dû majoritairement aux couloirs résiduels de γ , parallèles à l'axe de traction. Comme la déviation standard du nombre de coups $I(2\theta_i)$ mesurée à la position $2\theta_i$ est proportionnelle à $[I(2\theta_i)]^{1/2}$, les pics ont été ajustés pour minimiser l'erreur E :

$$E = \left[\frac{1}{n} \sum_i \frac{\left(I(2\theta_i) - \sum_j P_j(2\theta_j) \right)^2}{I(2\theta_i)} \right]^{1/2} \quad (2.4)$$

n correspond au nombre de points mesurés pour s'assurer que les extrémités des courbes sont bien décrites par le procédé d'ajustement.

Lors des divers traitements, la valeur de E est voisine de 2 pour tous les ajustements effectués une fois la mise en radeaux achevée dans le superalliage monocristallin. L'angle $2\theta_0$ donne accès aux valeurs des paramètres de maille dans chacune des phases par la relation de Bragg (équation A.1) ce qui permet alors d'obtenir en continu lors des essais le désaccord paramétrique perpendiculaire à l'axe de traction δ_{\perp} .

L'évolution de la largeur des pics au cours de l'essai peut être suivie par le paramètre inverse de la pente W : l'élargissement des pics augmente avec ce paramètre, qui peut donc caractériser l'évolution de la concentration de défauts (densité de dislocations) dans les deux phases. De plus, l'aire d'un pic de diffraction relatif à une phase est proportionnelle à sa fraction volumique [Dirand 11a]. En effet, à haute énergie, la longueur d'extinction (longueur à partir de laquelle un plan cristallographique ne diffracte plus, voir la loi de Beer-Lambert) est grande (typiquement la centaine de μm) et supérieure à la taille des précipités. Étant donné que le cristal n'est pas parfait (zones dendritiques et interdendritiques), la probabilité de retrouver des plans ayant exactement la même direction sur une distance supérieure à la longueur d'extinction est très faible. Il est alors possible de considérer que l'intensité intégrée d'une réflexion est directement proportionnelle au volume diffractant du matériau [Bellet 91]. Ainsi, à partir de l'ajustement du spectre de diffraction, la fraction volumique de chaque phase peut être déterminée avec précision lors d'une stabilisation thermique suffisamment longue.

2.1.3 Résultats expérimentaux

L'évolution du désaccord paramétrique effectif δ_{\perp} ("misfit") au cours des essais est présentée dans la figure 2.6. Cette dernière met en évidence une augmentation, en valeur absolue, du désaccord paramétrique effectif entre la valeur pré et post-surchauffe à l'état stabilisé pour des températures de surchauffe allant jusqu'à 1130°C.

Cependant, le résultat le plus surprenant est que dans tous les cas (i.e. quelle que soit l'histoire thermomécanique), une surchauffe à une température supérieure ou égale à 1180°C entraîne, lors du retour à la température nominale, une diminution du désaccord paramétrique

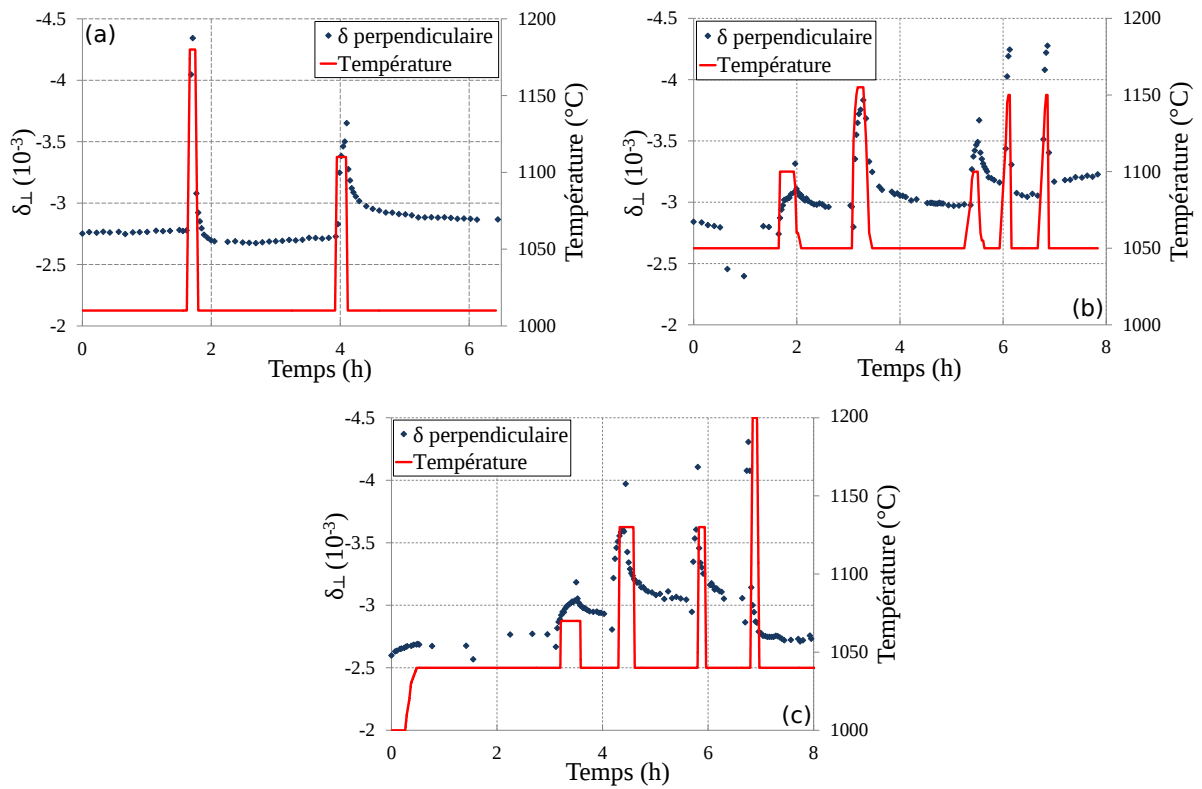


Figure 2.6 – Courbes donnant l'évolution du désaccord paramétrique effectif δ_{\perp} en fonction du chargement thermomécanique, sous une contrainte de fluage de 120 MPa dénommées (a) *Expérience 1*, (b) *Expérience 2* et (c) *Expérience 3* dans la figure 2.2.

δ_{\perp} (voir les différences observées sur les pics de diffractions pour les surchauffes à 1130°C et à 1200°C à la figure 2.7).

Ces évolutions du désaccord paramétrique s'accompagnent de modifications de la concentration de défauts (i.e. de la densité de dislocations) pendant les essais (figure 2.8). Il a pu en effet être observé qu'une surchauffe à 1180°C (voir l'agrandissement de la figure 2.8(a)) ou à 1200°C (voir l'agrandissement de la figure 2.8(c)) entraîne à la fois une augmentation de W_{γ} et de $W_{\gamma'}$, l'augmentation de $W_{\gamma'}$ étant plus importante que celle de W_{γ} . Pour des températures inférieures, il semblerait que W_{γ} évolue peu alors que $W_{\gamma'}$ augmente et ne retrouve jamais sa valeur initiale (figure 2.8).

2.1.4 Validation de la cinétique de dissolution de la phase γ'

Nous avons pu, grâce aux expériences E1 et E3 présentant la plus grande diversité de surchauffes, valider l'équation décrivant la cinétique d'évolution du taux de phase γ' [Ghighi 12], implantée dans le code *Polystar* (présenté en détail au chapitre 4), fonction de la température et de la déformation plastique cumulée (équation 2.5). Ce couplage entre la déformation plastique cumulée ν et la cinétique d'évolution du taux de phase γ' a été récemment étudiée de manière extensive par Giraud et *al.* pour l'alliage CMSX-4[®] [Giraud 13].

$$\dot{f}_{\gamma'} = \left[1 - \beta \times \exp\left(-\frac{\nu}{e_{cfl}}\right) \right] \times \left(\frac{f_{\gamma'eq} - f_{\gamma'}}{\alpha_l} \right) \quad (2.5)$$

où β , e_{cfl} (déformation de fluage rendant compte de la saturation des dislocations dans la matrice) et α_l (temps caractéristique de dissolution/coalescence) sont des paramètres matériau dépendants de la température. $f_{\gamma'eq}$ est la fraction volumique à l'équilibre thermodynamique de l'alliage AM1 [Diologent 02a, Dirand 11a].

Les simulations ont été réalisées avec le code *Polystar*¹ en utilisant les cinétiques de dissolution mesurées pour l'alliage MC2 (β , α_l et c_{cfl}) ne connaissant pas celles de l'AM1 [Cormier 07a, Cormier 10a]. On peut noter une très bonne correspondance entre les résultats expérimentaux et les simulations pour l'expérience E3 (figure 2.9)(b)) et dans une moindre mesure en ce qui concerne les cinétiques et l'amplitude de précipitation de la phase γ' relatives à l'expérience E1 (figure 2.9)(a)). Ainsi, l'AM1 et le MC2 ont des cinétiques de dissolution/précipitation voisines pour les essais de fluage anisothermes à haute température et il est raisonnable de penser que ces cinétiques, dépendantes de la composition chimique, sont voisines pour les superalliages monocristallins de première génération.

2.1.5 Discussion

Nous avons établi lors de cette étude qu'une surchauffe, réalisée pour une température supérieure à 1130°C, entraîne une diminution en valeur absolue du désaccord paramétrique effectif. Il est classique d'observer une augmentation de δ_{\perp} après de telles surchauffes. En effet, le désaccord paramétrique naturel augmente et l'élargissement des couloirs de matrice γ (dû à la dissolution de la phase γ') diminue la contrainte d'Orowan. Cela induit une forte augmentation de l'écoulement plastique dans les couloirs de matrice γ et donc une augmentation de la densité de dislocations aux interfaces γ/γ' ce qui se traduit par une augmentation du désaccord paramétrique effectif.

¹Une présentation du code *Polystar* et de ses améliorations sera réalisée au chapitre 4

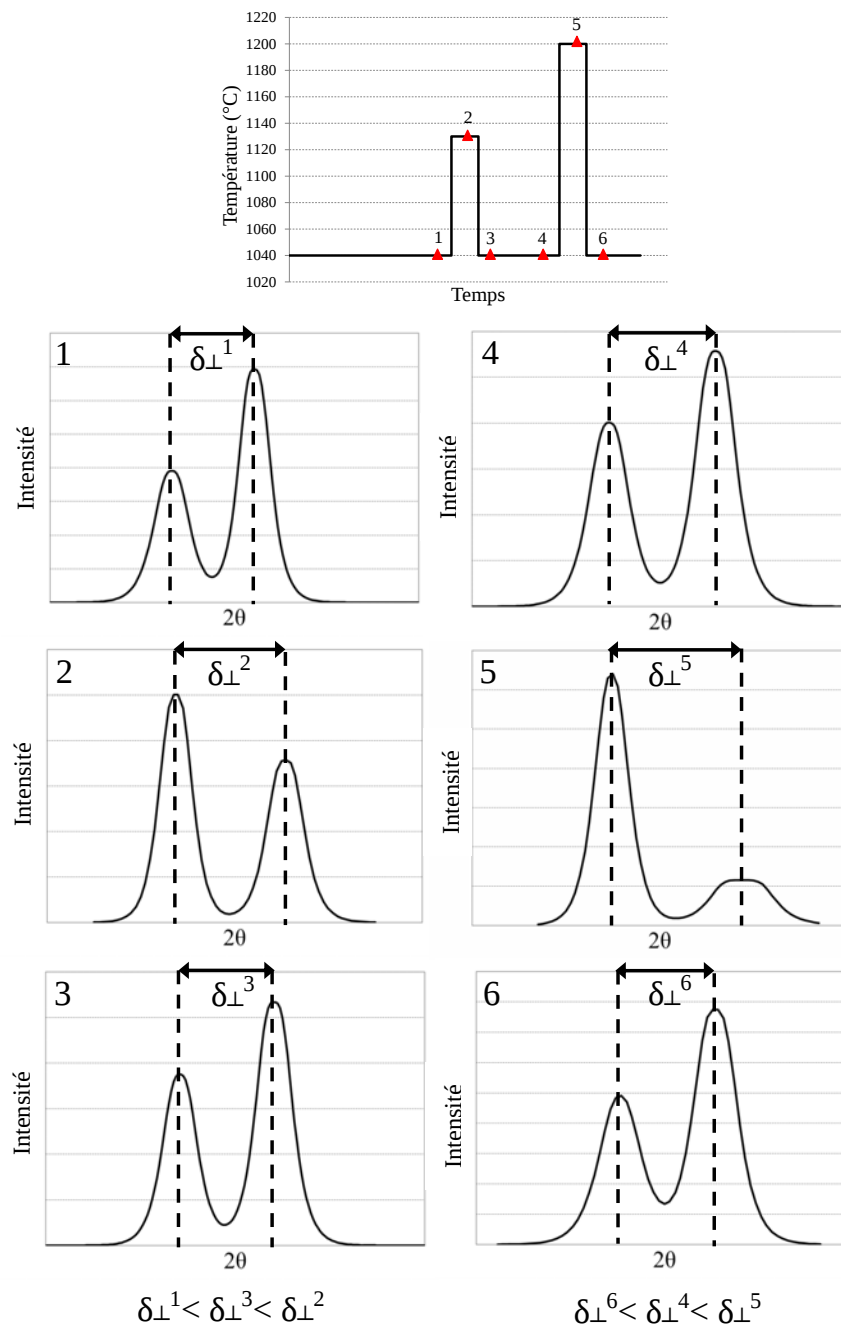


Figure 2.7 – Évolutions relatives des pics de diffraction pendant les deux dernières surchauffes à 1130°C et 1200°C de E3. Une augmentation de l'amplitude du désaccord paramétrique effectif (δ_{\perp}) est observée après une surchauffe à 1130°C alors qu'une diminution est observée après une surchauffe à 1200°C.

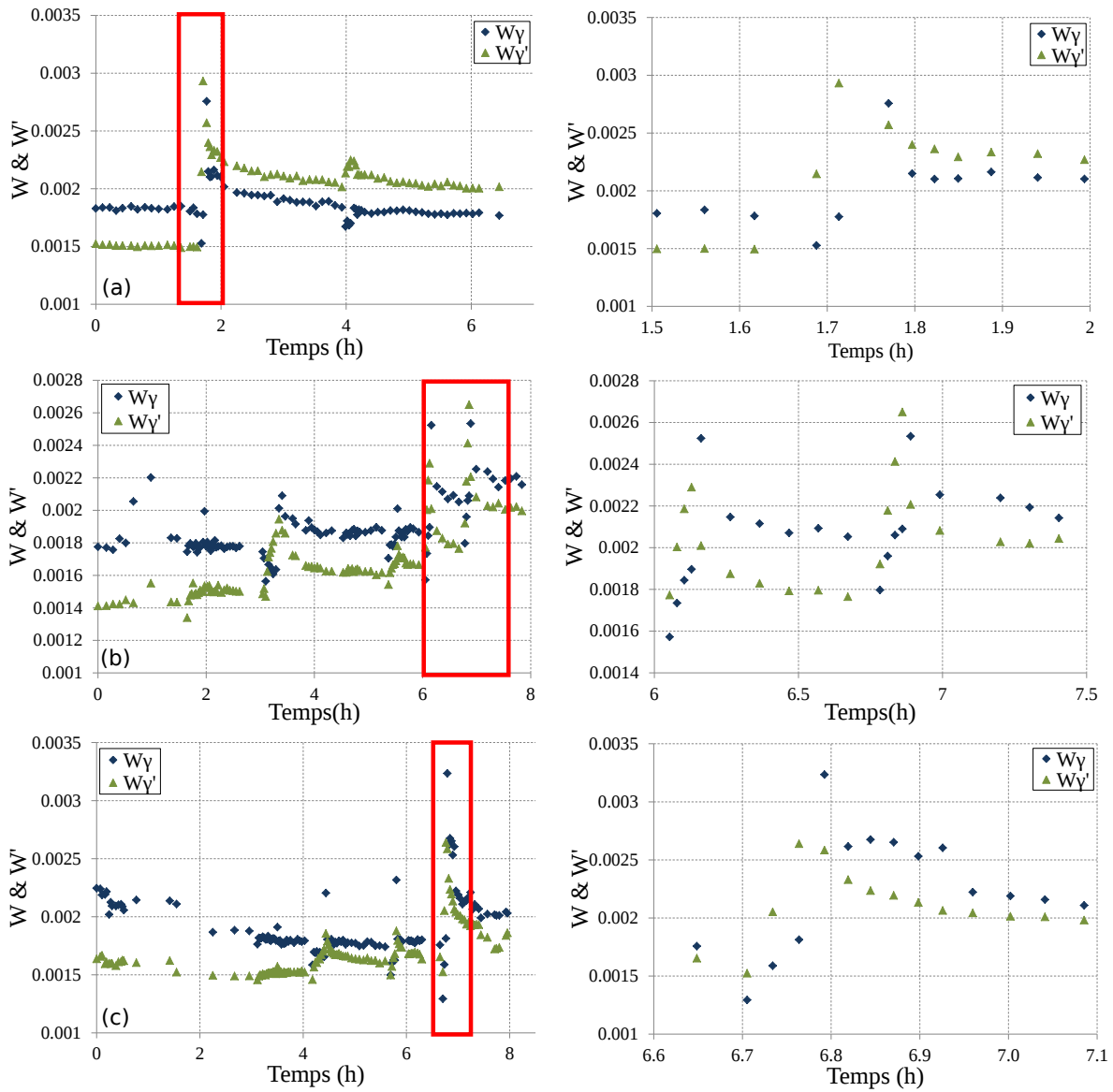


Figure 2.8 – Évolutions des paramètres W_γ et $W_{\gamma'}$ caractérisant les densités de dislocations dans chaque phase pendant l'Expérience 1 (a), l'Expérience 2 (b) et l'Expérience 3 (c). Les courbes à droite correspondent à l'agrandissement des rectangles rouges des graphiques associés.

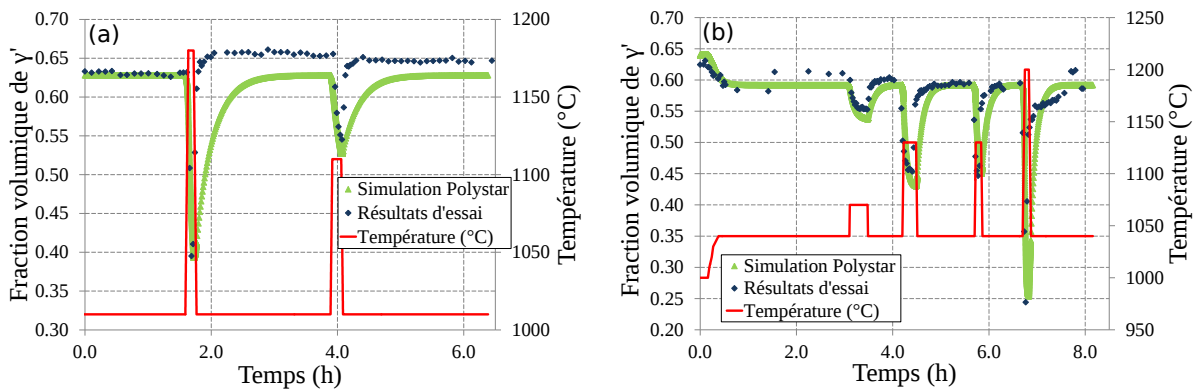


Figure 2.9 – Évolution de la fraction volumique de la phase γ' obtenue expérimentalement et par simulation pendant (a) l'Expérience 1 et (b) l'Expérience 3. Les évolutions de la température en cours d'essai sont tracées en rouge.

Cependant, cette étude expérimentale a révélé que la valeur absolue du désaccord paramétrique diminue à la suite de surchauffes réalisées à des températures supérieures ou égales à 1180°C, quelle que soit l'histoire thermomécanique. Cette constatation est inattendue et semble liée à des processus de restauration rapides des propriétés mécaniques, processus déjà relevés dans la littérature en régime isotherme et occasionnés par du cisaillement, de l'annihilation et de la montée de dislocations le long des radeaux de γ' , spécifiquement au niveau des terminaisons, là où la densité de dislocations est la plus importante [Srinivasan 00, Carroll 04]. Ces processus de restauration paraissent justifiés par la figure 2.8 où les densités de dislocations dans la phase γ' deviennent, lors de ces surchauffes, supérieures aux densités de dislocations dans la phase γ . Ceci est vraisemblablement dû au fait que, pendant les surchauffes à des températures supérieures ou égales à 1130°C, les dislocations ne seraient plus bloquées par les interfaces γ/γ' , de par la dissolution massive de la phase γ' , ce qui permettrait aux dislocations nouvellement libérées de pénétrer dans les particules de γ' . Puis, lors du refroidissement (passage de la température de surchauffe à la température nominale), les dislocations présentes dans la phase γ' resteraient alors piégées ce qui justifierait le processus de restauration plus lent de cette phase par rapport à la phase γ . En outre, il semble exister une température limite à ces processus de restauration, comprise entre 1130°C et 1180°C, au-dessus de laquelle le phénomène est observé. En effet, l'amplitude de la diminution de δ_{\perp} varie en fonction de la température de surchauffe : elle est beaucoup plus faible pour une surchauffe réalisée à 1180°C (expérience E1) qu'à 1200°C (expérience E3).

L'existence de cette température seuil est probablement assujettie à la chute rapide de la fraction volumique de γ' dans l'intervalle de température [1130°C-1200°C] (figure 1.38). Une diminution importante de la fraction volumique de γ' rendrait alors possible la dissolution totale de certains radeaux de γ' menant ainsi à un processus prépondérant d'annihilation des dislocations par leur libération dans les couloirs de matrice γ comparativement à leur percolation sur les interfaces γ/γ' restantes. Pendant le refroidissement, l'augmentation de la densité de dislocations au sein de la matrice γ est sûrement liée à la précipitation de fins précipités tertiaires de γ' qui bloquent le mouvement des dislocations pour une contrainte appliquée suffisamment faible (typiquement de l'ordre de 150 MPa à 1050°C pour un superalliage monocristallin de première génération orienté suivant $\langle 001 \rangle$, résultat présenté au paragraphe 3.4 de ce chapitre).

Les résultats obtenus sont cohérents avec les observations de Cormier *et al.*, réalisées sur le MC2 en microscopie électronique en transmission, selon lesquelles la taille moyenne des cellules de dislocations aux interfaces γ/γ' avait diminué après diverses surchauffes [Cormier 07b, Cormier 08c]. Cependant, le résultat est en désaccord avec celui de Hantcherli *et al.* qui ont trouvé que, malgré la dissolution/précipitation des précipités γ' dans le MC2, la morphologie des réseaux de dislocations d'interface et leur stabilité ne sont pas affectées lors d'essais de fluage cyclés thermiquement [Hantcherli 12].

Ceci peut s'expliquer de la façon suivante :

- Le chargement thermomécanique au cours des deux types d'expérience est différent puisque Hantcherli *et al.* ont soumis leurs échantillons à des refroidissements cycliques jusqu'à température ambiante au cours d'essais de fluage à 1150°C/80 MPa [Viguié 11]. Pour ce type de cyclage thermique, il a récemment été observé par Link *et al.* que la densité de dislocations dans les réseaux d'interface n'évolue quasiment pas au cours du refroidissement, quelle que soit la vitesse de refroidissement [Link 11].
- La technique d'observation : l'observation MET est particulièrement locale ce qui n'est pas le cas des données obtenues par rayonnement synchrotron qui sont moyennées sur

l'ensemble du volume scanné. Les deux techniques sont complémentaires et donnent globalement les mêmes évolutions mais l'une est volumique alors que l'autre est locale [Dirand 12].

Cependant, Jacques *et al.* ont montré dernièrement sur l'alliage AM1 qu'une diminution de la température par paliers de 1200°C à 1050°C ne permet pas la diminution du désaccord paramétrique effectif [Jacques 12]. Il semblerait donc que la cinétique de refroidissement ou la valeur du déséquilibre thermodynamique, défini par la différence entre la valeur à l'équilibre et la valeur instantanée de δ_{\perp} , a une importance capitale à ce niveau de température. Ce phénomène pourrait être lié à la diminution du taux de précipitation tertiaire de la phase γ' dans les couloirs de matrice γ . En effet, plus le refroidissement est lent, moins la précipitation des précipités tertiaires de γ' va être importante dans la matrice γ [Kakehi 00, Wilson 08a]. Lors de leur apparition, les fins précipités γ' , en cohérence avec la matrice γ , vont agir comme des obstacles à l'avancée des dislocations et capturer ces dernières, anciennement fixées aux interfaces γ/γ' et libérées lors de la dissolution massive des radeaux de γ' . Au final, il va donc y avoir moins de dislocations aux interfaces et le désaccord paramétrique va diminuer. Lors de la dissolution progressive des fins précipités γ' , des dislocations sont libérées et vont se fixer à nouveau sur les interfaces, ré-augmentant ainsi les contraintes de cohérence.

2.1.6 Conclusion

Par un suivi *in situ* des fractions volumiques, des densités de dislocations et des paramètres de maille des phases γ et γ' lors d'essais de fluage anisothermes par diffraction de rayons X de haute énergie sous rayonnement synchrotron, nous avons montré que l'activation et la cinétique des phénomènes de restauration des propriétés mécaniques sont liées au niveau de température atteint lors des surchauffes ainsi qu'à l'amplitude thermique du refroidissement. Ces phénomènes correspondent à des modifications de densités de dislocations des phases γ et γ' et donc de l'érouissage. Ainsi, l'érouissage semble dépendre de variables internes représentatives des évolutions de température et donc de l'état microstructural. Cette constatation permettra de mettre en place, dans le chapitre 4, un cadre de modélisation enrichi de variables internes et de lois d'évolution de celles-ci (et de leurs paramètres) représentatives des évolutions microstructurales observées.

2.2 Essais de fluage anisothermes

Les données recueillies lors des essais au synchrotron ont montré que des surchauffes supérieures ou égales à 1180°C entraînent une diminution du désaccord paramétrique effectif. Il était donc important de déterminer l'impact de ces surchauffes sur l'évolution microstructurale ainsi que sur le comportement et l'endommagement en fluage à haute température. Le comportement et la durée de vie résiduelle en fluage pur du superalliage monocristallin MC2, en régime représentatif du fonctionnement des aubes, a pour cela été étudié. Le champ d'études investigué par Cormier [Cormier 06] à 1050°C/140 MPa a alors été étendu en examinant d'autres niveaux de contraintes (120 et 160 MPa) et en analysant plus en détails le lien entre la durée de vie résiduelle et la durée de pré-endommagement. Cette analyse a entre autres été effectuée en déterminant le couplage existant entre l'état microstructural, lors de la surchauffe, et la durée de vie résiduelle.

2.2.1 Techniques expérimentales de réalisation d'essais de fluage anisothermes

Deux types d'essais de fluage ont été réalisés à l'ENSMA : des essais isothermes (1000, 1050, 1100°C) et des essais anisothermes (variation de la température de 1050°C à 1200°C). Ces derniers étaient destinés à simuler les conditions rencontrées lors des régimes d'urgence sur un turbomoteur d'hélicoptère (régimes O.E.I.) et se décomposent en trois parties :

- le pré-fluage à 1050°C sous une charge σ_0 ,
- le régime de surchauffe : passage de 1050°C à 1200°C en 5 secondes puis maintien à 1200°C pendant 30 secondes ou 150 secondes sous une charge σ_0 ,
- le fluage résiduel (fluage jusqu'à rupture) à 1050°C sous une charge σ_0 .

Les périodes de pré-fluage et de surchauffe sont suivies d'un refroidissement complet des échantillons jusqu'à la température ambiante. Le banc à choc thermomécanique *THALIE*, dont le fonctionnement est expliqué ci-dessous, a été utilisé par Cormier [Cormier 08a] afin de réaliser les essais de fluage O.E.I. qui requièrent des temps de montée et de descente en température très courts, ce qui ne peut pas être reproduit par les bancs avec four à résistances et sont mal contrôlés avec des bancs équipés de fours à lampes.

2.2.1.1 Bancs de fluage avec four à lampes

Deux bancs de fluage avec four à lampes sont disponibles à l'ENSMA et ont été utilisés pour réaliser les essais à température constante (figure 2.10). Les deux bancs utilisés sont à ligne simple et possèdent tous deux un suivi de la déformation par LVDT (précision $\pm 1 \mu m$), acquisition numérique et papier. Cependant, le second banc est plus précis dans les mesures d'allongement car il possède un micromètre laser Keyence LS-7070T permettant un suivi de l'allongement directement sur l'éprouvette par le biais de fentes usinées dans le châssis du four (précision intrinsèque de mesure de $\pm 0.1 \mu m$) et un capteur d'effort (permet de déterminer précisément le moment d'application de la charge) (figure 2.10(a)).

Le chauffage se fait par rayonnement au moyen de quatre lampes qui font toute la longueur du four (280 mm/lampes de 2kW chacune). Le refroidissement est assuré par une circulation d'eau. Ainsi, une grande partie de la ligne est elle-même chauffée ce qui diminue le gradient thermique au niveau de la zone utile. La régulation thermique des essais est assurée par un thermocouple S (Pt/10% Rh) gainé en inconel directement placé dans la tête de l'éprouvette au moyen d'un alésage de 1 mm de profondeur en fond de premier filet. Un thermocouple de contrôle est aussi placé au même endroit dans la seconde tête. La régulation se fait donc à cœur et évite ainsi des soudures en surface qui pourraient induire des modifications locales de la microstructure. Le gradient thermique obtenu pour une température de contrôle de 1050°C est de 4°C à ± 3 mm et environ 20°C entre le centre et les têtes.

2.2.1.2 Banc *THALIE*

Le banc *THALIE* (*THermique et Aérodynamique de LIners Expérimentaux*) est un moyen expérimental originellement dédié à l'étude des écoulements gazeux autour de parois multi-perforées représentatives du tube à flamme des chambres de combustion des turbomachines (figure 2.11). Le chauffage est donc assuré par la combustion de kérosène en amont de la veine d'essai avec un débit d'air chaud de 250 g/s. La température du flux d'air est mesurée par un

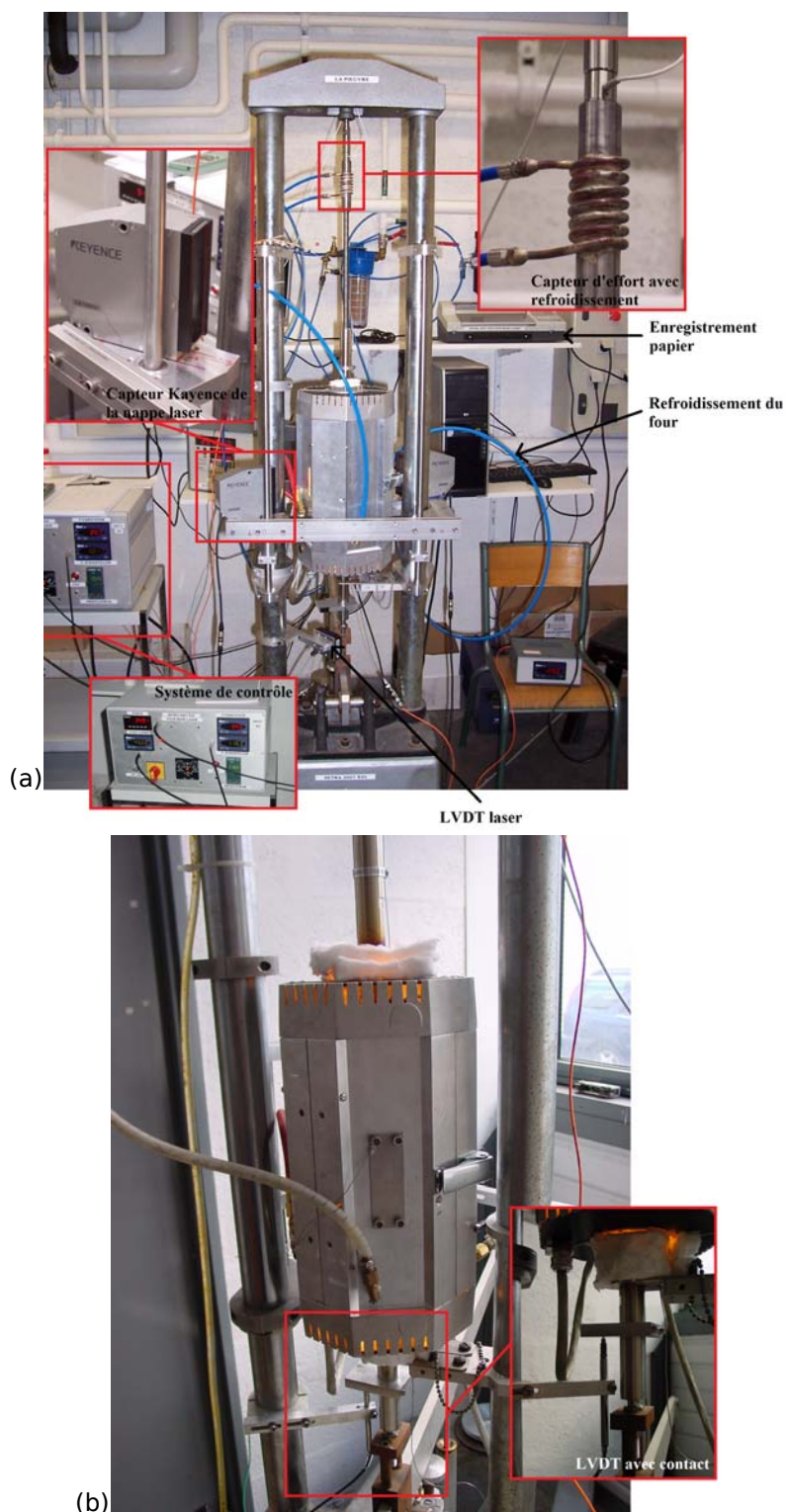


Figure 2.10 – Photographies des machines de fluage (a) avec extensométrie laser et (b) sans extensométrie laser.

thermocouple immergé dans le flux d'air sur un support en amont de la veine d'essai. Celle-ci est réglée par le débit des injecteurs de kérosène qui est contrôlé par l'opérateur. Lors de la surchauffe, un léger gradient transverse apparaît au niveau de l'éprouvette lié à la direction du flux d'air chaud. L'application de la charge se fait par libération d'un vérin hydraulique retenant la charge suspendue sur le bras de levier.

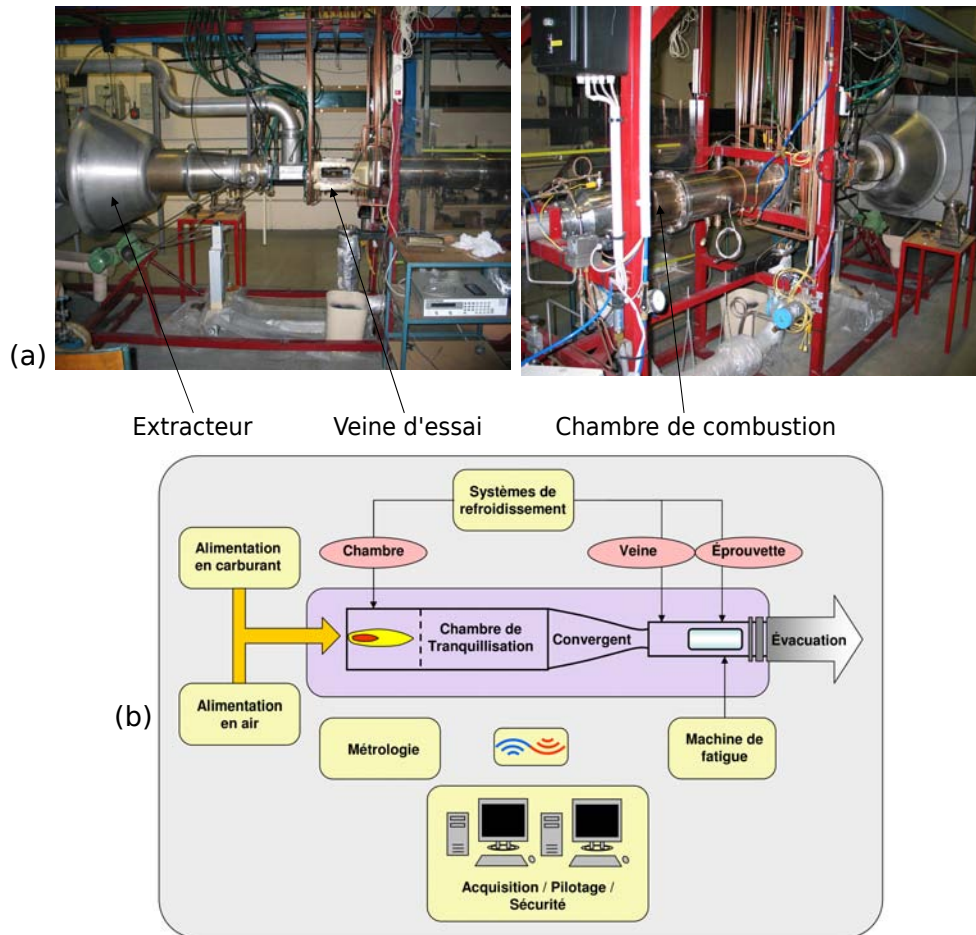


Figure 2.11 – (a) Photographies du banc à choc thermomécanique *THALIE* et (b) Schéma de principe de ce banc, d'après [Cormier 08a].

2.2.1.3 Procédures d'essais

Les procédures d'essais isothermes et non-isothermes sont les suivantes :

Procédure d'essai isotherme :

- Saut de l'ambiante à 650°C (montée en moins d'une minute),
- Rampe de 650°C à 1050°C à une vitesse de 50°C/min,
- Stabilisation thermique d'une heure avant la mise en charge mécanique.

Procédure d'essai non-isotherme :

- Allumage de la veine à 750°C puis montée en quelques secondes à 1050°C,
- Stabilisation thermique d'une minute avant la mise en charge mécanique de l'éprouvette,
- Montée à 1200°C en 3 à 4 secondes,

- Maintien de 30 ou 150 secondes à 1200°C sous charge,
- Redescende en 3 à 4 secondes à 950°C sous charge,
- Maintien isotherme à 950°C pendant une minute,
- Redescende en 10 à 15 secondes à 750°C sous charge,
- Maintien isotherme à 750°C pendant une minute,
- Arrêt de la combustion et redescende de la température de 750°C à 80°C à une vitesse de 60°C/s puis de 80°C à température ambiante en 10 minutes.

L'éprouvette est alors remontée sur un banc de fluage avec four à lampes avec la même procédure d'essai que dans le cas isotherme. Toutefois, la durée de stabilisation thermique avant la mise en charge est modifiée (15 minutes au lieu d'une heure) afin de limiter la restauration des structures de déformation mises en place lors des sollicitations préalables. Tous les essais de fluage (isothermes ou anisothermes) ont été réalisés sur des éprouvettes en MC2 nues et d'orientation proche de $\langle 001 \rangle$. La géométrie de l'éprouvette est présentée en Annexe B. Il sera considéré dans la suite de ce manuscrit que les effets d'environnements sont négligeables par rapport aux effets volumiques pour nos géométries d'éprouvettes (1.5 mm), comme a pu le montrer Raffaitin *et al.* lors d'essais de cyclages thermiques à 1150°C/80 MPa sur l'alliage MC2 [Raffaitin 07].

2.2.2 Résultats expérimentaux

Notations utilisées

| | | |
|-----------------------------|---|--|
| t_{pre} | → | Durée du fluage à 1050°C/ σ_0 avant la surchauffe |
| t_{res} | → | Durée du fluage à 1050°C/ σ_0 après la surchauffe jusqu'à rupture |
| t_{pre}/t_{iso} | → | Ratio du temps de pré-fluage par rapport au fluage isotherme réalisé au même niveau de température et de contrainte |
| t_{res}/t_{iso} | → | Ratio du temps de fluage résiduel par rapport au fluage isotherme réalisé au même niveau de température et de contrainte |
| $\dot{\epsilon}_{II\ pre}$ | → | Vitesse du fluage secondaire avant la surchauffe |
| $\dot{\epsilon}_{II\ post}$ | → | Vitesse du fluage secondaire après la surchauffe |
| DDV | → | Durée de vie correspondant à la somme de t_{pre} et de t_{res} |
| $\epsilon_{avt\ OEI}$ | → | Déformation atteinte lors de l'application de la surchauffe |

2.2.2.1 Essais de fluage à contrainte constante avec une surchauffe de courte durée

Plusieurs essais de fluage anisothermes avec passage à 1200°C sur le banc *THALIE* ont été réalisés. Ces essais ont été essentiellement conduits avec des surchauffes de 30 secondes dont les caractéristiques post-surchauffe ont déjà été établies pour 140 MPa [Cormier 06] (figure 2.12) :

- Apparition d'un nouveau fluage primaire suite à la surchauffe,
- Augmentation de la déformation menant au déclenchement du fluage tertiaire.

Cependant, l'augmentation de la vitesse de fluage secondaire post-surchauffe n'a pas été observée pour les essais réalisés sous 160 MPa dans le cadre de cette étude, contrairement à ce qu'avait pu noter Cormier [Cormier 06]. Cette augmentation de la vitesse a été observée uniquement pour les essais réalisés sous 120 MPa (table 2.2).

| t_{pre} (h) | t_{pre}/t_{iso} | $\dot{\epsilon}_{II\ pre}$ (h^{-1}) | t_{res} (h) | t_{res}/t_{iso} | $\dot{\epsilon}_{II\ post}$ (h^{-1}) | DDV (h) | $\epsilon_{avt\ OEI}$ (%) |
|---------------|-------------------|---|---------------|-------------------|--|---------|---------------------------|
| 143.0 | 0.092 | 1.28×10^{-6} | 746.3 | 0.48 | 8.20×10^{-6} | 889.3 | 0.17 |
| 1266.0 | 0.81 | 3.62×10^{-6} | 385.4 | 0.25 | 1.41×10^{-5} | 1651.4 | 1.11 |
| 0.0 | 0.0 | | 119.0 | 0.54 | 5.60×10^{-5} | 119.02 | 0.0 |
| 1.9 | 0.019 | | 236.1 | 1.08 | 1.30×10^{-5} | 237.98 | 0.25 |
| 4.7 | 0.021 | 5.44×10^{-4} | 243.3 | 1.57 | 1.68×10^{-5} | 347.93 | 0.58 |
| 18.6 | 0.085 | 1.23×10^{-4} | 63.5 | 0.29 | 9.21×10^{-5} | 82.16 | 0.64 |
| 46.6 | 0.213 | 7.80×10^{-5} | 284.2 | 1.30 | 8.46×10^{-6} | 330.86 | 0.90 |
| 70.0 | 0.320 | 3.10×10^{-5} | 71.6 | 0.33 | 3.68×10^{-5} | 141.61 | 0.87 |
| 129.2 | 0.590 | 1.80×10^{-5} | 27.0 | 0.12 | 4.43×10^{-5} | 156.18 | 0.71 |

Table 2.2 – Caractéristiques des essais de fluage anisothermes réalisés à 1050°C sous 120 (première partie du tableau) et 160 MPa (deuxième partie du tableau) avec des surchauffes de 30 secondes à 1200°C.

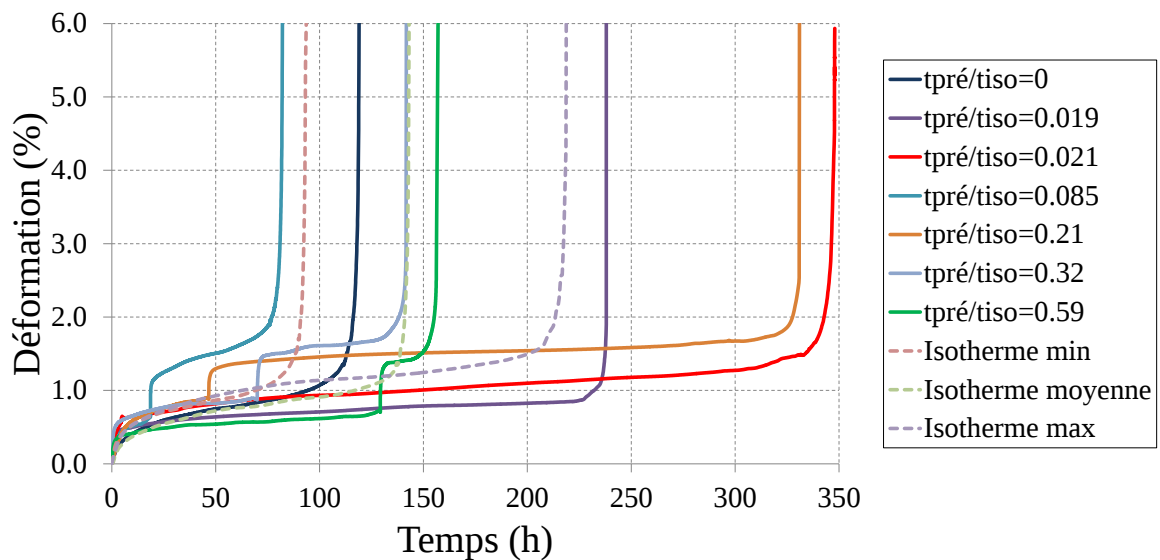


Figure 2.12 – Courbes de fluage pour une température nominale de 1050°C et une contrainte de 160 MPa avec une surchauffe de 30 secondes à 1200°C appliquée après divers temps de pré-fluage.

Le but de ces essais est de déterminer l'évolution de la durée de vie résiduelle après surchauffe (t_{res}) en fonction du temps de pré-endommagement (t_{pre}). Pour comparer les essais entre eux, les temps t_{pre} et t_{res} ont été normalisés par le temps de fluage isotherme à rupture obtenu dans les mêmes conditions de température/contrainte et dénommé t_{iso} (voir les figures 2.14 et 2.13 ainsi que la table 2.2).

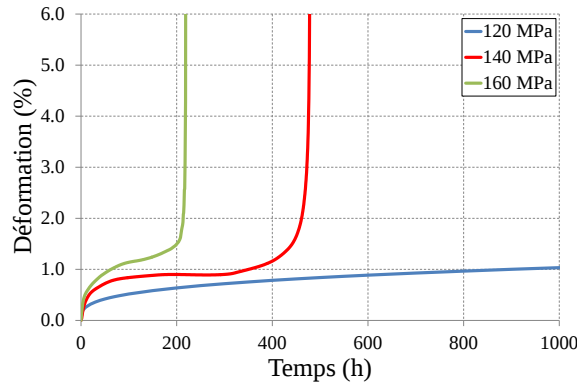


Figure 2.13 – Courbes de fluage isotherme à 120, 140 et 160 MPa à 1050°C. La condition 1050°C/120 MPa ne présente que la partie comportement.

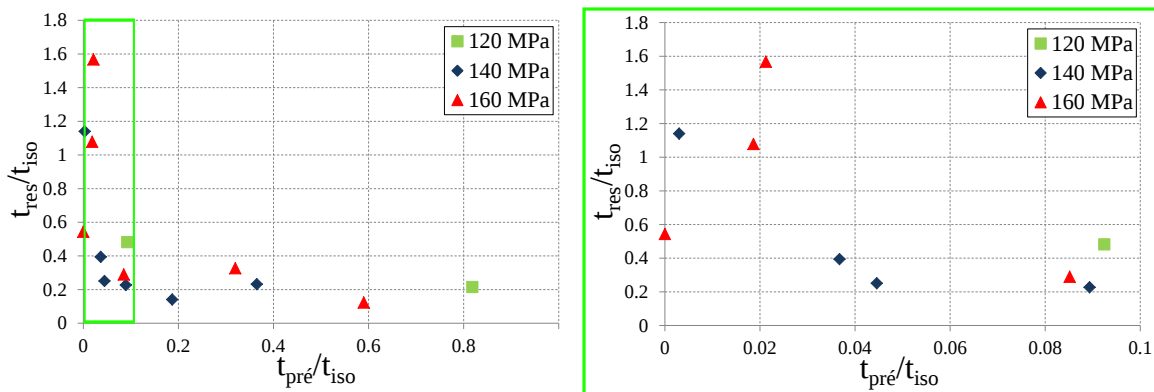


Figure 2.14 – Diagramme de cumul de dommage où la durée de vie résiduelle (t_{res}) est représentée en fonction de la durée de pré-fluage (t_{pre}) toutes deux normalisées par la durée de vie en fluage isotherme dans les mêmes conditions température/contrainte (t_{iso}). Les données pour une contrainte de 140 MPa sont extraites des résultats obtenus par Cormier [Cormier 06]. Dans le cas des données à 160 MPa, t_{iso} correspond à 218 heures, temps maximal du fluage isotherme à 1050°C et présenté à la figure 2.12. Dans le cas des données à 120 MPa, t_{iso} correspond à 1557 heures, temps théorique à rupture obtenu par la formule $t_c = \frac{1}{1+k} \left(\frac{\sigma}{A}\right)^{-r}$ (intégration de la loi de Rabotnov-Kachanov) dont les paramètres (k , A et r) ont été calibrés grâce aux essais expérimentaux réalisés sur les mêmes bancs d'essais (comme il sera vu au chapitre 3).

La figure 2.14 met en évidence l'évolution du cumul du dommage liée à la surchauffe en fonction de la durée de pré-endommagement. Cette évolution semble être fortement non-linéaire puisqu'une surchauffe réalisée après une durée de pré-fluage (t_{pre}) de 4.65 heures permet d'obtenir une durée de vie résiduelle (t_{res}) supérieure à la durée de vie maximale obtenue dans le cas isotherme ($t_{res} > t_{iso}$), contrairement aux surchauffes appliquées après des durées de pré-fluage plus courtes ou plus longues ($t_{res} < t_{iso}$). Ce phénomène n'avait pas pu être observé sur le même alliage par Cormier [Cormier 06] du fait d'un nombre d'essais réalisés moins important pour les

courts temps de pré-endommagement. Il a en revanche été observé par Arnoux sur le MCNG [Arnoux 09]. De la même manière, un lien a aussi été établi entre les caractéristiques du fluage primaire post-O.E.I. (vitesse et durée) et la durée de vie post-surchauffe (t_{res}) (figure 2.15). On peut constater que plus la vitesse initiale du fluage primaire post-O.E.I. est faible et sa durée grande, plus la durée résiduelle en fluage est longue. Ceci est dû au fait que le fluage primaire, qu'il soit pré ou post-surchauffe, est un indicateur de la saturation des densités de dislocations aux interfaces γ/γ' sous ces conditions de chargement.

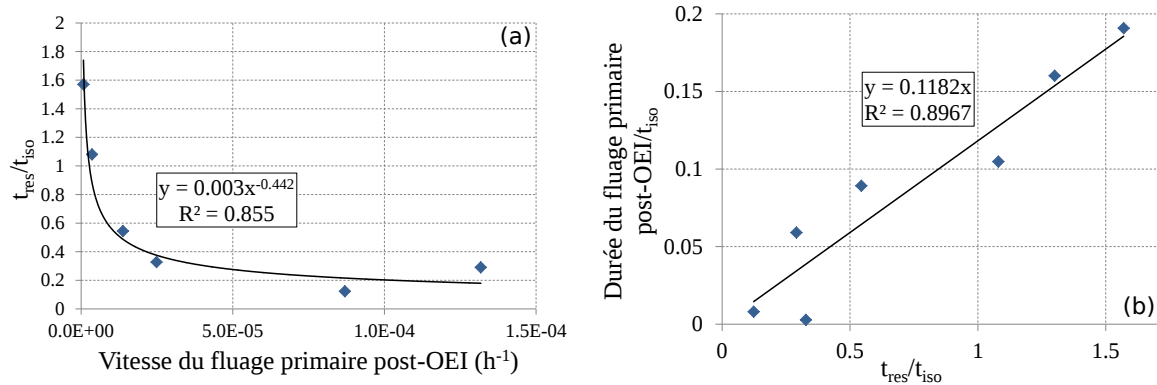


Figure 2.15 – (a) Évolution de la durée de vie résiduelle en fonction de la vitesse de déformation du fluage primaire post-O.E.I. mesurée aux premiers instants de la mise en charge du post-fluage (corrélacion par une fonction puissance) et (b) Évolution de la durée de vie résiduelle en fonction de la durée du fluage primaire post-O.E.I. (corrélacion par une fonction linéaire).

Des essais à 120 et 160 MPa avec une surchauffe de 150 secondes à 1200°C ont également été effectués et comparés aux essais comprenant une surchauffe de 30 secondes de manière à vérifier le résultat obtenu par Cormier *et al.* [Cormier 06, Cormier 07b] : *plus la durée de la surchauffe est longue, plus la durée de vie résiduelle est importante*. Le même résultat a pu être obtenu pour les niveaux de contrainte de 120 et 160 MPa mais dans des proportions moins importantes que dans le cas de la contrainte de 140 MPa (figure 2.16). En effet, Cormier avait noté une augmentation de la durée de vie résiduelle de l'ordre de 270% après une surchauffe de 150 secondes réalisée après 200 heures de fluage à 140 MPa (75.9 heures et 280.9 heures de post-fluage suite aux surchauffes de 30 et 150 secondes, respectivement). Dans notre cas, des augmentations de l'ordre de 63% et de 11% ont été enregistrées pour une surchauffe de 150 secondes réalisée respectivement à 120 et 160 MPa (385 heures de post-fluage contre 630 heures sous 120 MPa et 72 heures de post-fluage contre 80 heures sous 160 MPa, respectivement pour une surchauffe de 30 et 150 secondes). Plusieurs facteurs peuvent être à l'origine de ce résultat en demi-teinte :

- l'influence du niveau de contrainte sur les mécanismes d'endommagement activés (ou désactivés) par la surchauffe et qui est mal comprise,
- la dispersion, classiquement observée en fluage, liée aux différences entre les lots matière (sujet traité dans le chapitre suivant).

Malgré ces constatations, les vitesses de fluage secondaire pré-surchauffe des deux essais sont équivalentes : $3.03 \times 10^{-5} \text{ h}^{-1}$ et $3.10 \times 10^{-5} \text{ h}^{-1}$ respectivement pour l'essai comprenant 150 secondes et 30 secondes de surchauffe. Cependant, contrairement à ce qui a pu être observé par Cormier [Cormier 06], la surchauffe plus longue ne conduit pas à une vitesse de fluage secondaire post-surchauffe plus faible. Il a en effet été relevé des vitesses de $5.08 \times 10^{-5} \text{ h}^{-1}$ et

$3.68 \times 10^{-5} \text{ h}^{-1}$ respectivement pour l'essai comprenant 150 secondes et 30 secondes de surchauffe (table 2.3).

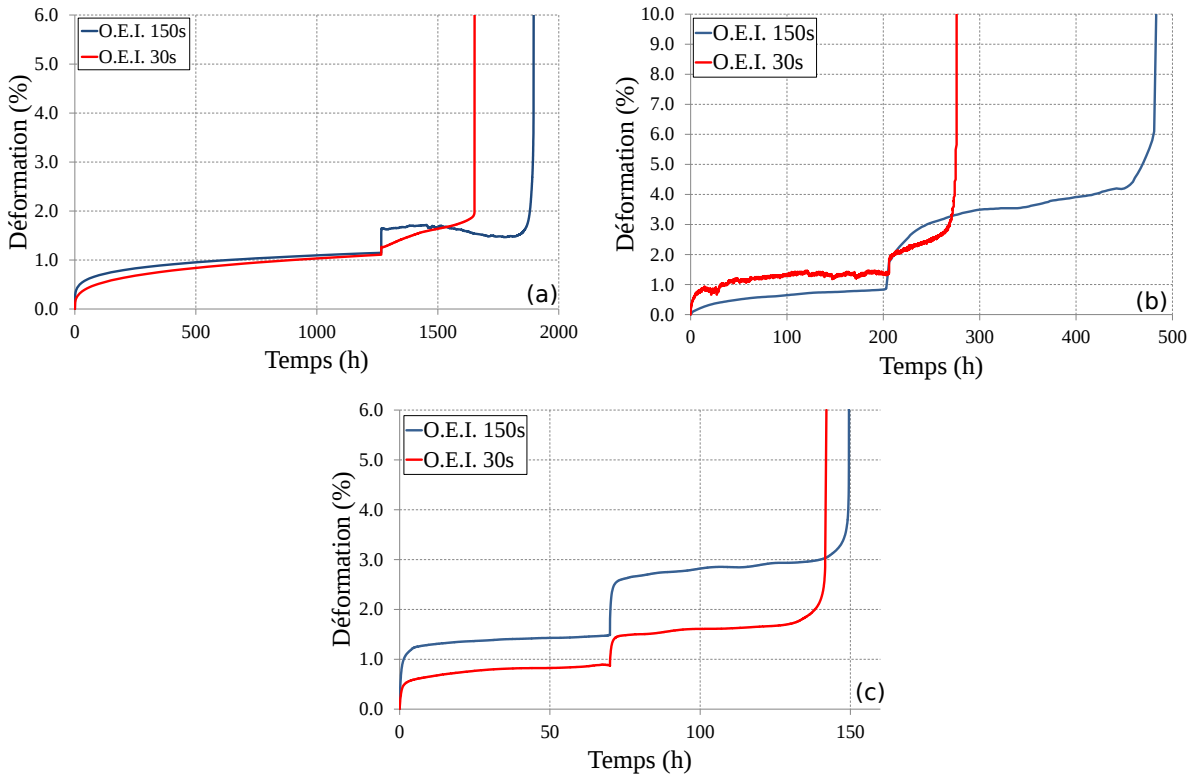


Figure 2.16 – Courbes de déformation pour des surchauffes de 30 et de 150 secondes réalisées après (a) 1266 heures de pré-endommagement à 1050°C/120 MPa, (b) 200 heures de pré-endommagement à 1050°C/140 MPa et (c) 70 heures de pré-endommagement à 1050°C/160 MPa.

| σ (MPa)/O.E.I. (s) | $\dot{\epsilon}_{II\ pre}$ (h^{-1}) | t_{res} (h) | t_{res}/t_{iso} | $\dot{\epsilon}_{II\ post}$ (h^{-1}) | DDV (h) | $\epsilon_{avt\ OEI}$ (%) |
|---------------------------|--|---------------|-------------------|---|---------|---------------------------|
| 120/30 | 3.62×10^{-6} | 385.4 | 0.25 | 1.41×10^{-5} | 1651.4 | 1.11 |
| 120/150 | 2.63×10^{-6} | 629.7 | 0.40 | 5.02×10^{-5} | 1895.7 | 1.15 |
| 160/30 | 3.10×10^{-5} | 71.6 | 0.33 | 3.68×10^{-5} | 141.6 | 0.87 |
| 160/150 | 3.03×10^{-5} | 79.5 | 0.36 | 5.08×10^{-5} | 149.5 | 1.49 |

Table 2.3 – Caractéristiques des essais de fluage anisothermes pour deux durées de surchauffe (30 et 150 secondes) réalisées après 1266 heures sous une charge de 120 MPa ($t_{pre}/t_{iso} = 0.813$) et après 70 heures sous une charge de 160 MPa ($t_{pre}/t_{iso} = 0.320$) à 1050°C.

En revanche, les essais à 160 MPa ont révélé qu'un O.E.I. plus long induit un déclenchement moins rapide du régime tertiaire², i.e. une accélération du fluage secondaire à un niveau de déformation plus élevé : le tertiaire pour l'essai comprenant une surchauffe de 30 secondes se déclenche pour 1.8% de déformation alors que celui pour l'essai comprenant une surchauffe de 150 secondes se déclenche pour 3.0% de déformation. Ceci est cohérent avec les observations faites par Cormier pour la même configuration et par Raffaitin *et al.* lors d'essais de fluage cyclés thermiquement [Cormier 06, Raffaitin 07]. Ces derniers, en conduisant des essais cyclés thermiquement à une température nominale de 1150°C/80 MPa sur l'alliage MC2 avec retour à

²On ne commentera pas l'essai à 120 MPa qui présente une variation négative de la déformation entre 1500 et 1800 heures pour l'essai avec une surchauffe de 150 secondes

température ambiante, avaient pu noter que plus la fréquence de cyclage augmentait, plus la vitesse de fluage apparente était grande et plus la déformation critique (déformation de transition stade secondaire/tertiaire), conduisant à la rupture, augmentait. Ces observations expérimentales indiquent donc très clairement une modification des mécanismes d'endommagement qu'il conviendra de mieux caractériser expérimentalement (chapitre 3) et prendre en compte dans les modèles.

2.2.2.2 Essais complexes : double surchauffe et chargement variable

Des essais complexes ont aussi été réalisés afin de caractériser :

- l'effet de deux O.E.I. successifs sur la résistance en fluage du matériau à la température nominale (un après 9.3 heures et le second après 185.9 heures à 1050°C/160 MPa),
- l'effet d'une modification du niveau de contrainte en cours d'essai après avoir réalisé une surchauffe initiale à 1200°C (O.E.I. initial suivi de fluage à 1050°C/140 MPa pendant 59 heures puis de fluage à 160 MPa jusqu'à rupture).

Le premier type d'essai vise à évaluer l'impact de plusieurs surchauffes sur le comportement et la durée de vie de l'alliage. Ce dernier a permis de mettre en évidence que l'insertion d'un O.E.I. supplémentaire dans l'histoire de chargement entraîne une nouvelle augmentation de la déformation critique conduisant au stade tertiaire (figure 2.17(b)). De plus, dans cette configuration précise, les deux surchauffes ont permis d'obtenir une durée de vie totale supérieure à la durée de vie en fluage isotherme ($t_{res}/t_{iso} = 1.25$ si on somme les durées de fluage). Ce résultat peut être lié au fait que le post-fluage consécutif à la première surchauffe a entraîné du fluage "négatif", i.e. une vitesse de déformation négative, d'environ 20 heures et un gain total de 0.2% de déformation pour 175 heures de fluage (figure 2.17(b)). Cette particularité correspondrait à un phénomène de restauration dynamique des propriétés mécaniques qui a déjà été évoqué dans la partie précédente et mis en évidence par la diffraction de rayons X sous faisceau synchrotron.

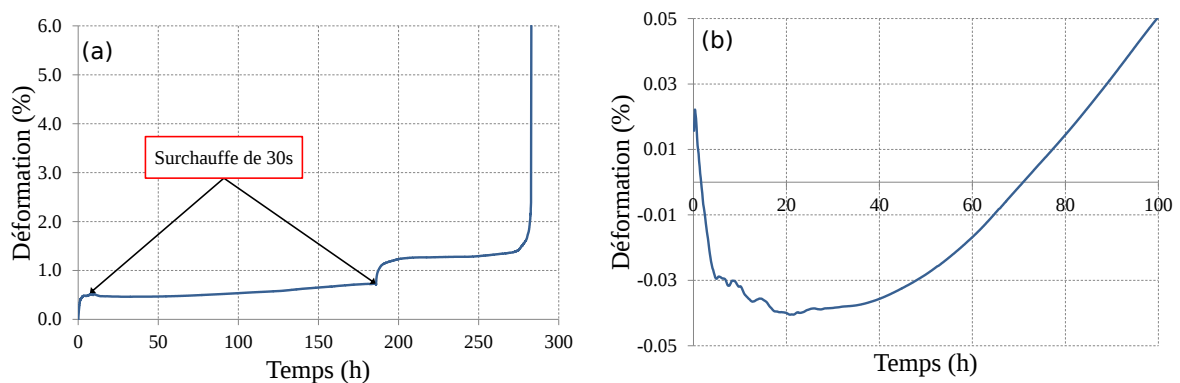


Figure 2.17 – (a) Courbe de déformation d'un essai de fluage non-isotherme avec deux surchauffes de 30 secondes réalisées après 9.3 heures et 185.9 heures de pré-endommagement à 1050°C/160 MPa et (b) Courbe de déformation pour les cent premières heures de fluage à la suite de la première surchauffe.

Le deuxième type d'essai consiste à étudier l'influence d'une modification de la contrainte en cours d'essai (passage de 140 à 160 MPa) après une surchauffe initiale qui permettrait de relever une modification possible des mécanismes de déformation (contournement et cisaillement des précipités γ') ou de leurs cinétiques (figure 2.18). Lors de cet essai, la vitesse de déformation du fluage secondaire dans la deuxième partie (1050°C/160 MPa) est de l'ordre de 1.19×10^{-4}

h^{-1} . Pour les essais isothermes à contrainte constante, cette vitesse varie entre $3.10 \times 10^{-5} \text{ h}^{-1}$ et $6.60 \times 10^{-5} \text{ h}^{-1}$, alors que dans le cas avec une surchauffe initiale à contrainte constante cette vitesse est égale à $5.60 \times 10^{-5} \text{ h}^{-1}$. Ainsi, la modification de la contrainte en cours d'essai (passage de 140 MPa à 160 MPa) n'est pas anodine car elle engendre une accélération de la vitesse de déformation dont la valeur est multipliée par deux par rapport à l'essai à 160 MPa avec une surchauffe initiale de 30 secondes à 1200°C.

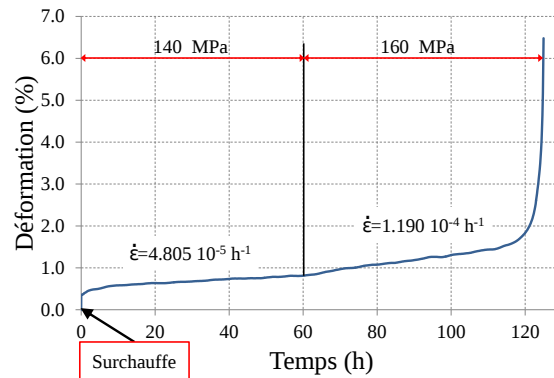


Figure 2.18 – Courbe de déformation obtenue sous fluage anisotherme (surchauffe initiale de 30 secondes) avec une charge non constante (passage de 140 MPa à 160 MPa après 59 heures d'essai).

2.2.3 Lien entre microstructure et DDV

Afin de tenter d'expliquer l'origine des différences de durée de vie observées consécutivement à une surchauffe à 1200°C, un essai de fluage isotherme multi-interrompu a été réalisé à 1050°C/160 MPa. L'objectif était de déterminer l'état microstructural (morphologie de la phase γ') après différentes durées d'essai. Ces observations ont été faites à des temps correspondants aux périodes de pré-fluage où ont été appliquées les surchauffes. La figure 2.19 présente l'évolution de la morphologie des précipités γ' au cours d'un essai de fluage pur à 1050°C/160 MPa. Ces derniers, sous forme de cubes à l'état initial (image n°1), coalescent entre eux pendant le stade de fluage primaire entraînant leur sphéroïdisation (image n°2) et une mise en radeaux établie à la fin de ce stade (image n°3). Cette morphologie n'évolue plus pendant le stade secondaire (image n°4) et connaît une déstabilisation lors du stade tertiaire qui se manifeste par un début de rotation des interfaces γ/γ' des radeaux par rapport à l'axe de sollicitation (image n°5).

En analysant à la fois la figure 2.14 et la figure 2.19, on peut en conclure que la mise en radeaux est néfaste pour la durée de vie en fluage anisotherme. Cet effet néfaste de la mise en radeaux sur les propriétés en fluage anisotherme sous 160 MPa avait déjà été observé sous 140 MPa sur MC2 [Milhet 10]. De plus, la mise en radeaux est aussi connue pour induire un abattement de la durée de vie en fatigue oligocyclique [Ott 99a, Ott 99b] et sur les propriétés en traction [Gaubert 09]. Il conviendra donc d'intégrer cette évolution morphologique dans l'extension du modèle *Polystar* [Cormier 10a] présenté au chapitre 4.

L'étude montre également que la durée de vie résiduelle la plus importante, après application d'une surchauffe de 30 secondes à 1200°C, correspond à une microstructure dont la forme des précipités γ' n'est plus cuboïdale, mais n'est pas encore totalement en radeaux non plus (microstructure encadrée en vert et numérotée 2 dans la figure 2.19). Cette microstructure est dite *optimale* car elle permet de régénérer les propriétés mécaniques initiales de l'alliage par l'application de la surchauffe.

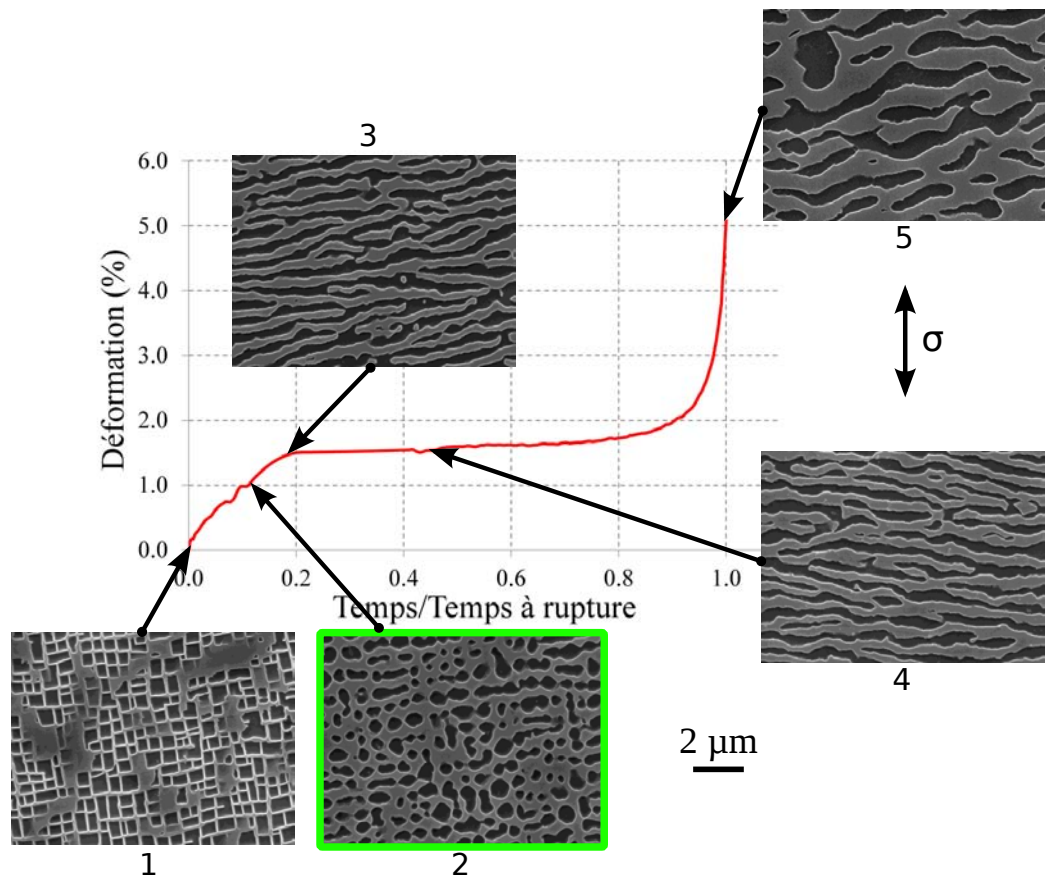


Figure 2.19 – Évolution de la microstructure γ' au cours d'un essai de fluage isotherme 1050°C/160 MPa multi-interrompu. La microstructure encadrée en vert correspond à la microstructure dite *optimale* i.e. à la microstructure pour laquelle une surchauffe de 30 secondes a entraîné une augmentation significative de la durée de vie post-O.E.I. Les microstructures ont été observées en mode électrons secondaires après à une attaque chimique préférentielle de la phase γ' .

Une étude similaire a été menée par Van Sluytman *et al.* [Van Sluytman 12] afin de rendre compte d'une éventuelle morphologie initiale optimale des précipités γ' sur la résistance en fluage à haute température des superalliages monocristallins. Les auteurs ont pu mettre en évidence une corrélation de type parabolique entre le désaccord paramétrique naturel δ et le paramètre de forme η (défini dans la figure 2.20(b)). Ils ont par exemple pu mettre en évidence que les propriétés mécaniques du matériau en fluage à haute température sont améliorées pour un désaccord paramétrique en valeur absolue d'environ 0.4 % et un paramètre de forme de 0.77.

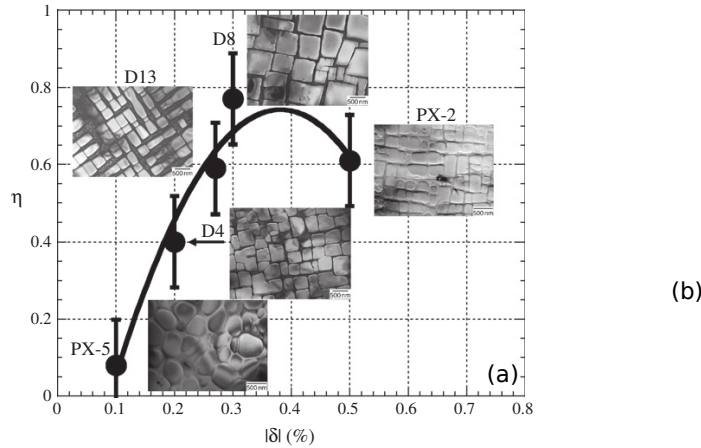


Figure 2.20 – (a) Paramètre de forme des précipités γ' en fonction du désaccord paramétrique à haute température (1000°C) pour divers alliages dont la composition chimique varie et (b) définition du paramètre de forme η , adapté de [Van Sluytman 12].

Cependant, ce paramètre de forme, déterminé sur une microstructure à l'état initial, ne semble plus être pertinent si on le calcule sur les diverses morphologies de précipités observées après différents temps de fluage multi-interrompu (figure 2.19). En effet, à l'état initial, une analyse de la morphologie des précipités γ' de l'image n°1 donne η environ égal à 0.70 alors que ce paramètre prend la valeur de 0.2 au temps correspondant à l'image n°2. Ainsi, si l'on s'en tient à l'étude de la morphologie des précipités γ' , celle correspondant au temps et à l'image n°2 devrait conduire à des propriétés en fluage à haute température moins bonnes que dans le cas de la microstructure initiale. Une relation plus complexe entre morphologie et désaccord paramétrique semble donc exister.

2.2.4 Discussion

L'évolution non-linéaire de la durée de vie résiduelle en fluage pur du MC2 en fonction de la durée de pré-fluage, et donc de la morphologie de la phase γ' (figure 2.19) a déjà été relevée par Arnoux [Arnoux 09] pour le MCNG, superalliage monocristallin de 4ème génération. Cependant, le "pic" de durée de vie résiduelle pour cet alliage ne se situe pas à la même abscisse et ne présente ni la même forme, ni la même hauteur : le pic est centré sur un ratio $t_{pre}/t_{iso} = 0.2$ et le t_{res}/t_{iso} maximal est égal à 1. Les évolutions du cumul de dommage pour les deux alliages (MC2 et MCNG) en fonction du temps de pré-endommagement ont pu être ajustées par une fonction Gaussienne (équation 2.6 et figure 2.21).

$$t_{res}/t_{iso} = y_0 + \frac{A}{w \times \sqrt{\frac{\pi}{2}}} \exp \left[-2 \left(\frac{t_{pre}/t_{iso} - x_0}{w} \right)^2 \right] \quad (2.6)$$

où y_0 , w , A et x_0 sont des paramètres d'ajustement spécifiques à chacun des matériaux.

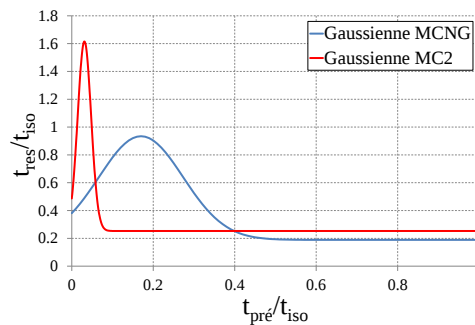


Figure 2.21 – Simulation par une fonction Gaussienne de l'évolution de la durée de vie résiduelle après surchauffe en fonction de la durée de pré-fluage, dans le cas du MC2 et du MCNG.

L'amplitude, la largeur et la position du pic peuvent vraisemblablement être liées à la composition chimique des alliages étudiés. En effet, la largeur du pic (w) est à mettre en correspondance avec l'inhomogénéité du matériau étudié. Le MC2 est un matériau très homogène avec peu de différences entre dendrites et interdendrites, ce qui n'est pas le cas du MCNG. Ainsi, plus le matériau est inhomogène, plus le pic semble être large (w grand). La position du pic (x_0) pourrait, quant à elle, être liée à la valeur du désaccord paramétrique effectif. Afin d'étayer cette hypothèse, nous considérerons dans un premier temps que l'évolution du désaccord paramétrique du MC2 est équivalente à celle de l'AM1 étant donné que tous deux sont de première génération avec une composition chimique voisine. Nous disposons par ailleurs d'une comparaison des évolutions des désaccords paramétriques effectifs de l'AM1 et du MCNG au cours d'un essai de fluage à 1100°C/150 MPa. Celle-ci montre que les deux alliages exhibent des évolutions similaires de ce paramètre (figure 2.22) avec :

- Une diminution du désaccord paramétrique pendant le fluage primaire jusqu'à un minimum (-0.38% pour l'AM1 et -0.53% pour le MCNG),
- Une reprise de l'augmentation du désaccord paramétrique pendant le fluage secondaire.

Les valeurs atteintes au cours du fluage sont cependant différentes. Le désaccord paramétrique de l'AM1 passe de -0.28% à -0.38% au cours du fluage primaire puis augmente linéairement jusqu'à atteindre -0.25% à la rupture. Le désaccord paramétrique du MCNG diminue, quant à lui, de -0.39% à -0.53% au cours du fluage primaire, ré-augmente rapidement jusqu'à -0.35%, puis évolue linéairement jusqu'à atteindre -0.28% à la rupture.

Si on se réfère aux études menées par Zhang *et al.* [Zhang 02, Zhang 03b, Zhang 03a, Zhang 05], c'est pour un désaccord paramétrique maximal en valeur absolue que la résistance en fluage à haute température est la meilleure, du fait d'une protection accrue des précipités γ' vis-à-vis du cisaillement. La valeur maximale du désaccord paramétrique correspond à $t_{pre}/t_{iso} = 0.06$ dans le cas de l'AM1 et à $t_{pre}/t_{iso} = 0.17$ dans le cas du MCNG. On retrouve les différences relatives de positionnement des pics de durée de vie résiduelle dans le cas du MC2 et du MCNG. On observe donc très clairement que les durées de vie en fluage anisotherme de type surchauffe unique sont optimisées lorsqu'une surchauffe intervient sur une microstructure présentant un désaccord paramétrique le plus fort (en valeur absolue). La surchauffe va donc restaurer les propriétés mécaniques en générant des précipités γ' ayant un désaccord paramé-

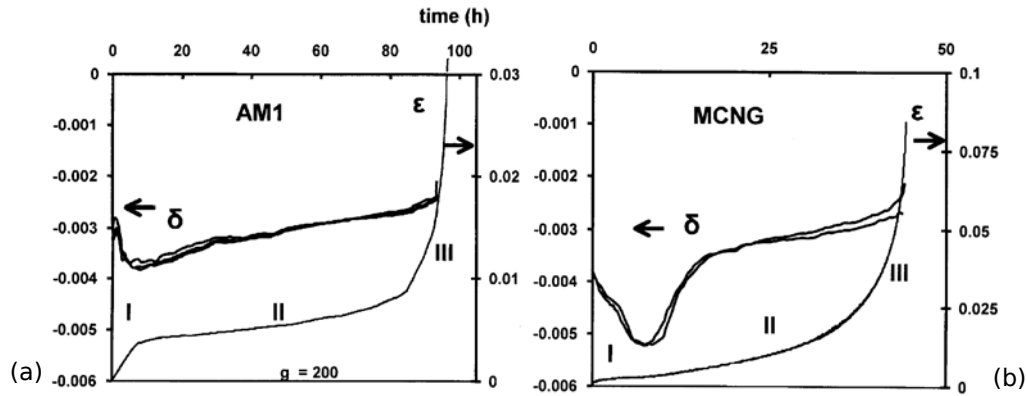


Figure 2.22 – Évolution du désaccord paramétrique effectif au cours d'un essai de fluage à 1100°C/150 MPa conduit sur l'AM1 (a) et le MCNG (b), d'après [Diologent 03].

trique effectif ou un paramètre de forme permettant une meilleure résistance au fluage.

Comme on vient de le voir, la valeur du désaccord paramétrique effectif, lors de la surchauffe, a une forte influence sur la durée de vie résiduelle. Ce dernier évolue au cours du fluage avec la morphologie de la microstructure γ/γ' qui semble être primordiale dans l'estimation de l'impact d'une surchauffe de courte durée. Le pic de durée de vie résiduelle intervenant sur une microstructure intermédiaire cubes-radeaux (figures 2.19 et 2.21) ne peut pas être expliqué simplement au travers des seules évolutions des réseaux de dislocations aux interfaces γ/γ' . En effet, ceux-ci ne sont stables et bien développés que lorsque le stade secondaire a été atteint [Sugui 00]. L'effet durcissant qui a pu être observé implique donc que les évolutions morphologiques des précipités γ' sont probablement responsables d'un ralentissement de la montée et du glissement des dislocations dans la matrice γ , principaux mécanismes de déformation opérants à ce niveau de température. L'analyse de la microstructure *optimale* permet de mettre en évidence cet apport. Cette dernière présente des jonctions entre particules de précipités γ' adjacentes. Ces jonctions sont des zones fines qui sont probablement dissoutes lors des surchauffes (figure 2.23(a)). Ce processus est favorisé par des empilements de dislocations ("pile-up") proches de ces jonctions de γ' [Epishin 01]. Ainsi, des couloirs verticaux de matrice γ vont être re-crésés lors des surchauffes (figure 2.23(b)). Les couloirs verticaux sont connus pour être favorables à la résistance aux montées de dislocations [Mughrabi 96]. C'est pour une raison similaire que les alliages qui conservent plus longtemps une microstructure cuboïdale au cours du fluage vont se déformer moins vite (exemples du CMSX-4[®] et du MCNG comparativement au MC2 pour 1000 et 1050°C). De plus, la précipitation de fins précipités γ' tertiaires dans les couloirs de matrice γ , lors du refroidissement de la température de surchauffe (1200°C) à la température nominale (1050°C), peut impliquer un durcissement de l'alliage aussi longtemps qu'ils sont présents ou que leur taille ne leur permette pas d'être cisailés.

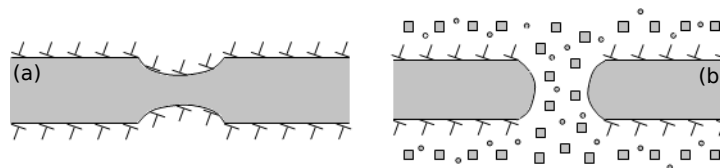


Figure 2.23 – (a) Vue schématique d'une microstructure *optimale* avant surchauffe et (b) de celle-ci après surchauffe où il y a reformation d'un couloir vertical de matrice γ et précipitation de précipités tertiaires de γ' dans la matrice.

En résumé, il convient de prendre en compte à la fois le rôle de la fine précipitation γ' tertiaire, des structures de déformation et de la morphologie des γ' secondaires dans l'analyse de l'évolution non-linéaire de la durée de vie résiduelle en fonction de la durée de pré-fluage pour t_{pre}/t_{iso} dans l'intervalle [0.03-0.07], ainsi que leurs divers couplages. En effet, il est désormais clairement établi que les cinétiques de dissolution à très haute température dans les superalliages monocristallins sont très dépendantes de l'état de relaxation des contraintes de cohérence [Giraud 13].

2.2.5 Conclusion

L'étude d'une surchauffe de courte durée sur le comportement et l'endommagement en fluage pur à haute température a mis en évidence qu'il existe une microstructure optimale s'établissant dans le stade primaire du fluage. Cette dernière permet d'améliorer les propriétés mécaniques en fluage à haute température si une surchauffe y est appliquée. Cet accroissement de résistance semble être lié à une modification du désaccord paramétrique de maille γ/γ' et/ou de la morphologie des précipités secondaires de γ' qui permet(tent) une protection des précipités contre le cisaillement des dislocations et/ou une modification des mécanismes de déformation opérant à ce niveau de température. Notons également qu'il est à nouveau mis en évidence dans les conditions présentes le rôle néfaste de la mise en radeaux sur la durée de vie en conditions anisothermes.

2.3 Essais complexes avec surchauffe de fatigue/fluage et de traction-cyclage-relaxation

Les essais de fluage pur ont mis en évidence l'importance de l'état microstructural (morphologie et contraintes de cohérence) sur la durée de vie résiduelle du superalliage consécutivement à l'application d'une surchauffe de courte durée. Ainsi, ces mêmes surchauffes ont été introduites lors d'essais de fatigue/temps de maintien³ afin d'étudier leur influence sur la réponse mécanique du matériau soumis à un chargement de type charge/décharge. Une étude microstructurale systématique a aussi été réalisée afin de déterminer si, de la même manière qu'en fluage pur, une corrélation existait entre durée de vie résiduelle et état microstructural. Ces essais révèlent l'importance de la présence des précipités tertiaires de γ' sur le comportement mécanique.

2.3.1 Techniques expérimentales de conduite d'essais anisothermes complexes de fatigue/fluage et de traction-cyclage-relaxation

Les essais de traction/compression ont été réalisés à l'ONERA sur une machine hydraulique Schenck dotée d'un moyen de chauffage par induction (voir Annexe C). Ainsi, les essais non-isothermes se déroulent sans démontage de l'éprouvette car le générateur utilisé (3kW) possède la puissance nécessaire pour chauffer rapidement le matériau de 1050°C à 1200°C, en 5 secondes. La machine, d'une capacité de ± 40 kN (figure 2.24(a)), possède un vérin hydraulique en série linéaire à paliers hydrostatiques (grande précision) permettant d'appliquer des chargements complexes de traction-compression. L'inducteur est ouvert (figure 2.24(b)) ce qui permet un

³Nous parlerons dans la suite de ce mémoire de fatigue/fluage mais il s'agit de fatigue/temps de maintien ou fatigue trapézoïdale

accès facilité à l'éprouvette dont la géométrie, choisie pour être représentative des éprouvettes de fluage et permettant un chauffage rapide par induction, est présentée en Annexe B.

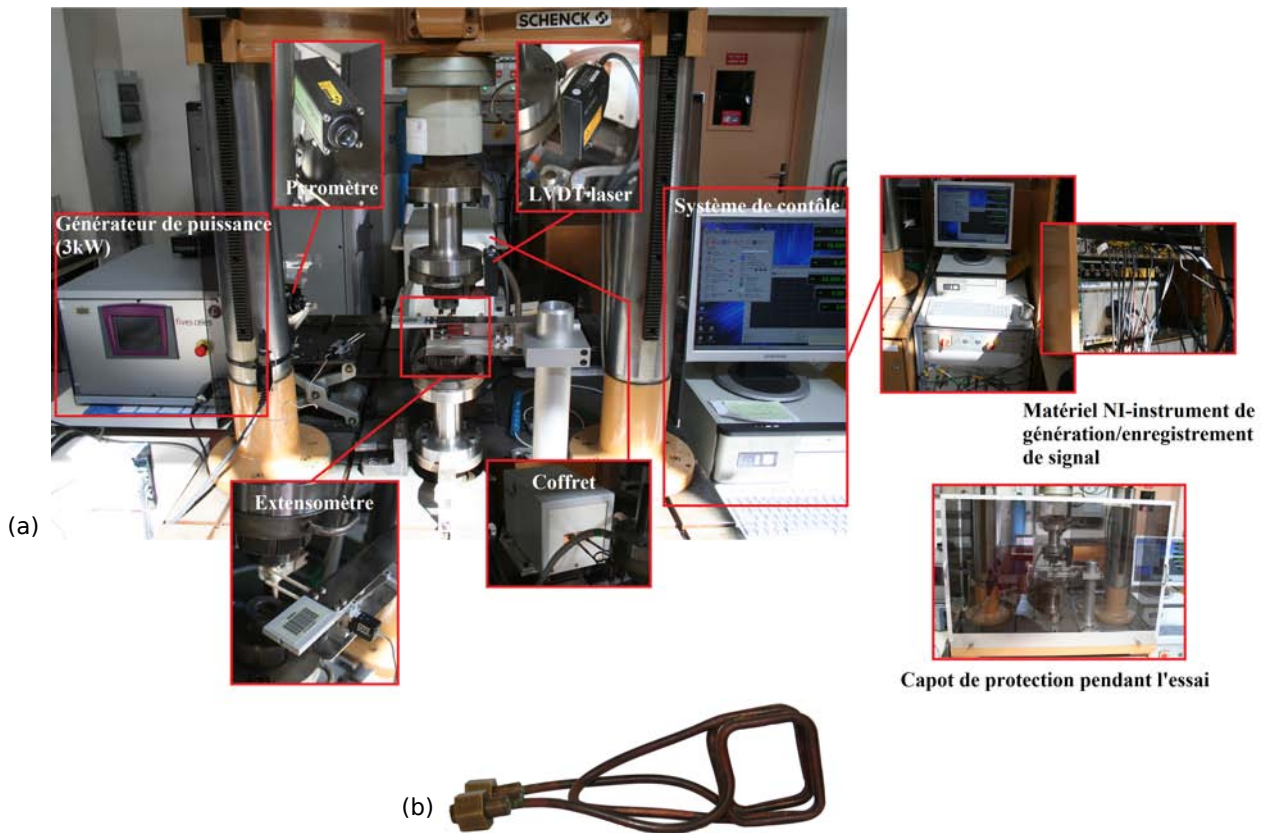


Figure 2.24 – Montage expérimental utilisé pour réaliser les essais uniaxiaux (a) et l'inducteur ouvert utilisé pour le chauffage (b).

Un programme Labview[®] a été mis au point afin de contrôler, par un système électronique *National Instrument*, à la fois l'effort imposé et la température. Par l'intermédiaire de ce programme spécifique, de nombreuses données sont enregistrées : le signal de commande, la force imposée, le déplacement machine, le déplacement mesuré par le capteur LVDT laser, la déformation mesurée par un extensomètre de contact et la température mesurée au centre de l'éprouvette par un pyromètre et aux têtes de l'éprouvette par des thermocouples de type K (chromel/alumel).

Le contrôle mécanique des essais de traction complexes uniaxiaux a été assuré, quant à lui, via l'électronique *Tema Concept* et le contrôle thermique par un programme Labview[®], version simplifiée du programme développé pour les essais de fatigue/fluage.

2.3.1.1 Mesures de la température

Deux moyens différents de mesure et de contrôle de la température ont été adjoints à l'installation :

- Des thermocouples, largement employés pour la précision reconnue de leur mesure de température. Ils ont été utilisés pour l'étalonnage en statique et dynamique du champ de température dans la zone utile de l'éprouvette et pour le suivi en température tout le long d'un essai par l'intermédiaire de thermocouples de référence. Afin d'obtenir la plage de

température visée, des thermocouples de type K (chromel/alumel) d'un diamètre de 0.3 mm ont été utilisés. Leur gamme de mesure est donnée pour un domaine de température allant de -270°C à 1372°C . Cependant, la plage de température est réellement de 0°C - 1100°C , avec, lors de mesures en continu au-delà de 900°C , une dérive du signal de mesure. Par ailleurs, afin de minimiser les perturbations sur la mesure dues à l'important champ magnétique environnant généré par le chauffage par induction, les thermocouples sont pourvus d'une gaine protectrice blindée. L'influence du champ magnétique n'excède pas 1% sur la mesure de température, comme a pu le montrer Bonnand en réalisant des coupures brutales du chauffage lors d'un essai de cyclage thermique (à force imposée nulle) [Bonnand 06].

- Un pyromètre, pour le suivi de la température en cours d'essai, focalisé au centre de la zone utile de l'éprouvette et assurant une mesure sans contact, moins préjudiciable vis-à-vis de l'amorçage de fissures lors des essais de fatigue et pour la microstructure de la zone utile (modification de la microstructure du matériau proche de la soudure). Nous rappelons ici qu'un pyromètre optique ne mesure qu'une luminance (ou flux lumineux) et que l'on ne peut en déduire la température qu'en effectuant, dans l'hypothèse d'une émissivité constante (i.e. lorsque la couche d'oxyde s'est formée et est stable à haute température), un étalonnage préalable avec un autre instrument de mesure, comme par exemple un thermocouple. Le pyromètre utilisé est un pyromètre monochromatique Impac - Lumasense IGA 140 dont les caractéristiques sont les suivantes :

- Gamme de température : de 250°C à 2500°C ,
- Bande spectrale : de $1.45\ \mu\text{m}$ à $1.8\ \mu\text{m}$,
- Précision d'étalonnage : 1% de la pleine échelle de température.

La calibration en température a été effectuée à l'aide de thermocouples soudés dans la zone utile d'une éprouvette d'étalonnage (figure 2.25(a)), permettant ainsi une mesure du gradient longitudinal. Les résultats de l'étalonnage en température, en isotherme et pendant la surchauffe, sont présentés dans la figure 2.25(b).

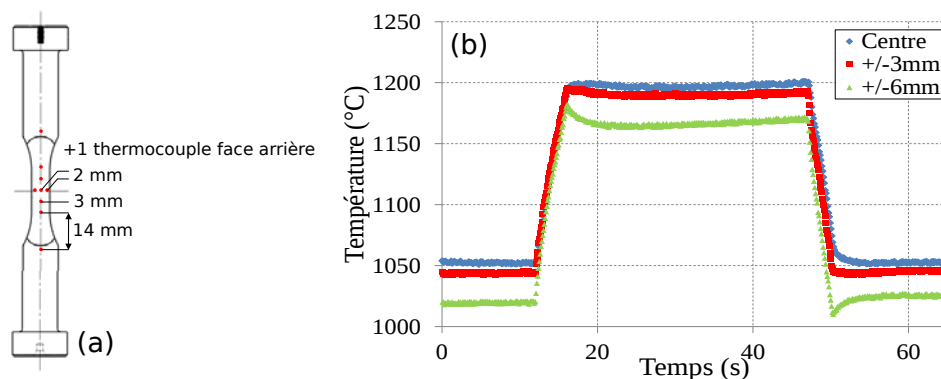


Figure 2.25 – (a) Positionnement des thermocouples de type K dans la zone utile de l'éprouvette et aux têtes pour l'étalonnage en température, (b) Profils de température relevés lors d'une surchauffe par pyrométrie au centre, à ± 3 mm et à ± 6 mm de celui-ci.

2.3.1.2 Mesures de la déformation

Les essais uniaxiaux ont été instrumentés par un extensomètre MTS (*Mechanical Testing and Sensing Solutions*) à contact de traction (High Temperature axial extensometer MTS 632.53). Ce dernier possède les caractéristiques suivantes :

- Contact par tiges en zirconite à bouts coniques de 120° d'angle au sommet,
- Base de mesure (ou longueur de jauge) : 12 mm,
- Course maximale en traction : ± 1.0 mm (traction),
- Température maximale d'utilisation : 1200°C .

Un capteur de déplacement LVDT laser Keyence LK-G32 (précision $\pm 1\mu\text{m}$) a de plus été adjoint à l'essai afin de suivre le déplacement des mors de l'éprouvette pour se prémunir d'une perte de mesure par l'extensomètre de contact lors d'un éventuel glissement de celui-ci.

2.3.2 Résultats expérimentaux

2.3.2.1 Essais de fatigue/fluage

Des essais alternés de fatigue/fluage ($R_\sigma = -1$) avec un temps de maintien en traction de 90 secondes (2.5-90-5-2.5) pour une contrainte maximale allant de 120 à 160 MPa ont été réalisés sur des éprouvettes ayant une orientation proche de $\langle 001 \rangle$ (figure 2.26(a)). L'orientation exacte de chaque éprouvette est reportée en Annexe B. Un essai similaire, mais avec l'application du temps de maintien en compression et une charge maximale de 160 MPa, a complété les essais alternés. Par ailleurs, des essais répétés de fatigue/fluage ($R_\sigma = 0$, $\sigma_{max} = 230\text{MPa}$) avec temps de maintien en traction de 90 secondes ont aussi été effectués sur des éprouvettes orientées suivant $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ (figure 2.26(b)).

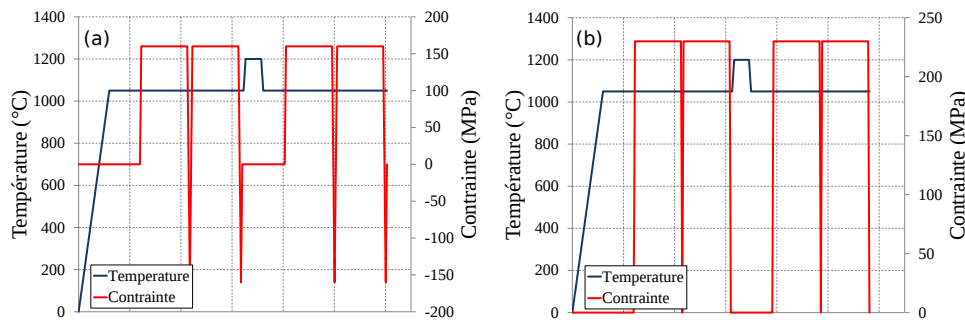


Figure 2.26 – Cycles mécanique et thermique étudiés : (a) essai alterné de fatigue/fluage ($R_\sigma = -1$, $\sigma_{max} = 160$ MPa, temps de maintien en traction) et (b) essai de fatigue/fluage répété ($R_\sigma = 0$, $\sigma_{max} = 230$ MPa).

Contrairement aux essais de fluage pur avec surchauffe conduits sur le banc *THALIE*, les surchauffes réalisées ici l'on été à zéro de charge. Ce choix a été fait car, lors des tous premiers essais, les éprouvettes ont rompu lors de l'application de la surchauffe sous charge de 160 MPa (figure 2.27(a)). Une étude métallographique a été menée sur une éprouvette pour déterminer la cause de ces ruptures. Cette étude a révélé, au niveau du rectangle rouge sur le faciès de rupture (figure 2.27(b)), la présence probable d'une brûlure, ou fusion partielle, entraînant une perte locale de la résistance mécanique ce qui constitue l'amorçage instantané d'une fissure. On observe d'ailleurs clairement que la rupture se produit dans une section de l'éprouvette

différente de celle où la striction est maximale. Cette brûlure pourrait être due aux champs magnétiques qui se concentrent au niveau des coins de l'éprouvette lors du chauffage brusque de 1050 à 1200°C ce qui surchauffe localement le matériau au delà du solvus. Afin de diminuer la concentration possible des champs magnétiques au niveau des arêtes, le temps de montée en température a été rallongé de quelques secondes (3 secondes).

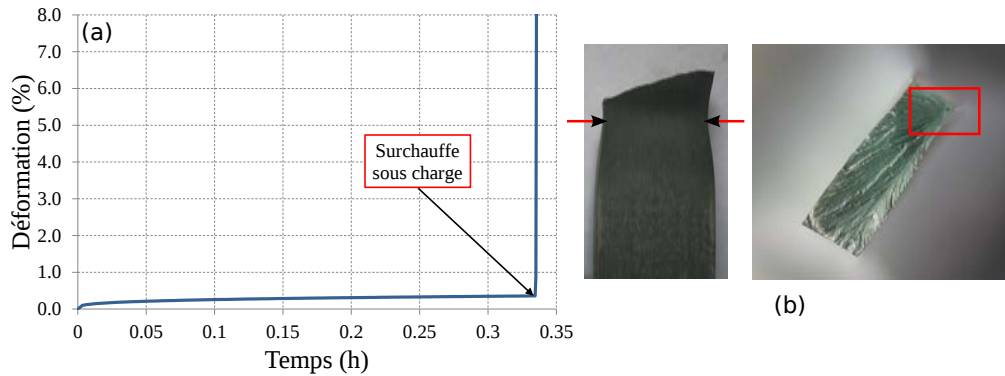


Figure 2.27 – (a) Évolution de la déformation au cours du temps pour un tout premier essai de fatigue/fluage à 1050°C avec surchauffe sur une éprouvette d'orientation cristalline $\langle 001 \rangle$. La surchauffe sous charge a été appliquée après 12 cycles, ce qui a entraîné la rupture instantanée de l'éprouvette dont l'image du faciès de rupture est donnée en (b).

Analysons tout d'abord les essais de fatigue/fluage isothermes. Ces essais révèlent un fort abattement de la durée de vie par comparaison aux essais de fluage pur obtenus dans des conditions de température (1050°C) et de contraintes équivalentes (120 MPa ou 160 MPa, voir figure 2.28). Comme nous le verrons au chapitre 3, la durée de vie en fluage isotherme est comprise entre 96 heures et 218 heures alors qu'en fatigue/fluage, la durée de vie n'est que de 15,7 heures pour la condition 1050°C/160 MPa. Ainsi, la durée de vie en fatigue/fluage dans le cas du MC2 ne peut pas être prédite correctement pour ce type de chargement par les modèles avec interaction de fatigue/fluage *FatFlu*, ou interaction fatigue/fluage/oxydation *FatOxFlu* [Lemaître 75, Gallerneau 95, Chaboche 01], qui prévoient que la durée de vie est bornée par les durées de vie en fluage pur (temps de maintien infini) et en fatigue pure (durée de vie quasi-infinie pour ce faible niveau de chargement) (figure 2.29). Ceci n'est pas le cas de l'AM1 [Gallerneau 95] où la durée de vie obtenue pour ce type d'essai à long temps de maintien (en traction ou en compression) est correctement prédite par le fluage pur à 950°C comme à 1100°C. Les interactions de fatigue/fluage restent donc mal comprises, notamment les effets des passages successifs en compression [Frenz 96] qui entraînent un rochet important même sous chargement alterné.

Cette forte interaction se traduit notamment dans l'aspect général de la courbe de cumul de la déformation en traction sous chargement de fatigue/fluage comparativement à celui obtenu en fluage pur pour le même niveau de température et de contrainte (figures 2.28(a) et (b)). Il est tout de même possible de dissocier les stades primaire, secondaire et tertiaire pour l'essai de fatigue/fluage en traçant la variation de la vitesse de déformation en cours d'essai (figure 2.28(c)). Cette figure met en évidence :

- Une diminution de la vitesse jusqu'à un minimum qui correspond à la fin du stade primaire,
- Une plage de déformation où la vitesse est constante mais qui semble être très réduite dans le cas de l'essai de fatigue/fluage contrairement à l'essai de fluage pur,

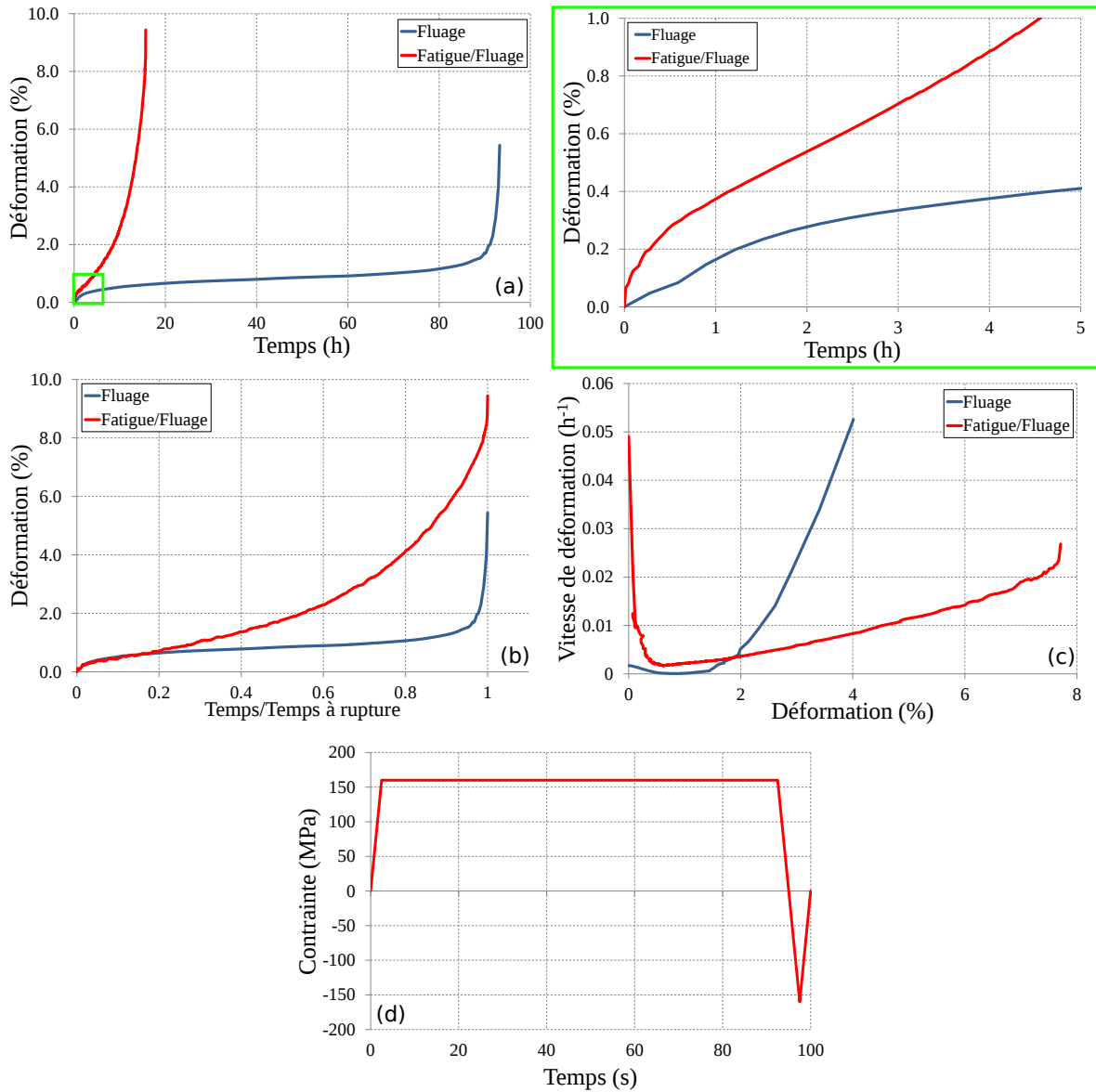


Figure 2.28 – (a) Courbes d'évolution de la déformation cumulée en traction en fonction du temps pour l'essai de fluage pur 1050°C/160 MPa et l'essai de fatigue/fluage alterné ($R_\sigma = -1$, $\sigma_{max} = 160$ MPa, temps de maintien en traction) réalisés sur des éprouvettes d'orientation cristalline $\langle 001 \rangle$, (b) Courbes de déformation en fonction du temps normalisé par le temps à rupture pour les deux essais de la figure (a), (c) Évolution de la vitesse de déformation en fonction de la déformation pour les deux essais et (d) Cycle élémentaire pour l'essai de fatigue/fluage alterné. N.B. Pour des raisons de lisibilité, la courbe de fluage isotherme utilisée est celle présentant la plus faible durée de vie à 1050°C/160 MPa.

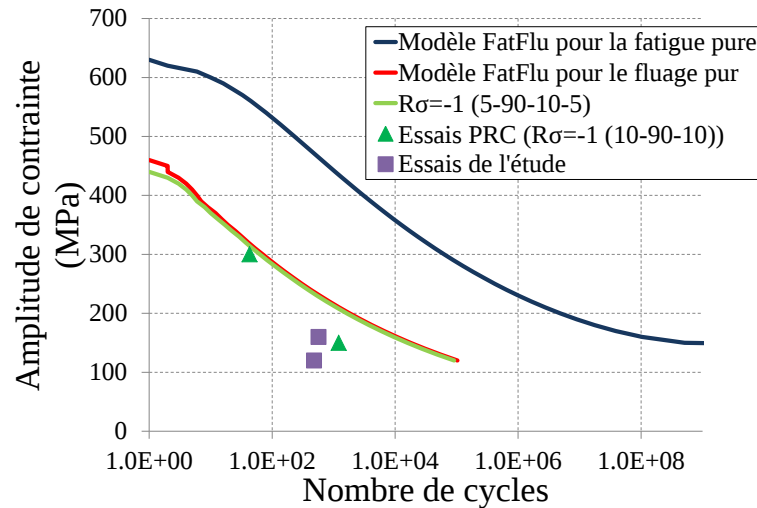


Figure 2.29 – Courbes de prévision à 1050°C du nombre de cycles à rupture par le modèle *FatFlu* en fluage pur, en fatigue pure et en interaction fatigue/fluage en fonction de l’amplitude de contrainte appliquée en regard des données expérimentales obtenues lors de cette étude et dans le cadre du *PRC Structures Chaudes* sur l’alliage MC2 sollicité sous chargement alterné ($R_\sigma = -1$, 5-90-10-5) sur des éprouvettes d’orientation cristalline $\langle 001 \rangle$.

- Une augmentation de la vitesse de déformation qui correspond au stade tertiaire.

L’essai de fatigue/fluage est donc majoritairement situé dans un stade tertiaire, au regard d’un essai de fluage pur. Des mécanismes complexes couplés déformation/endommagement sont donc probablement activés en fonction du type de sollicitation et du niveau de chargement, notamment sous chargement alterné par les passages successifs en compression. L’essai alterné à 120 MPa a d’ailleurs montré que la rupture de l’éprouvette, soumise alors à un chargement de plus faible amplitude, intervient prématurément même si la vitesse de déformation est moins importante que pour 160 MPa (figure 2.30(a)). Cependant, dans cette gamme de durée de vie courte, l’endommagement est précoce et peut être sujet à une forte dispersion due aux différences de lot matière et de la zone d’extraction des éprouvettes (variation de la porosité, position relative de la surface de l’éprouvette vis-à-vis des zones interdendritiques, etc.).

Afin d’étudier la résistance du matériau en fluage compression, un essai avec un temps de maintien en compression a également été réalisé sous la même charge de 160 MPa (figure 2.30(b)). En dépit d’un flambage après $\simeq 5$ à 6% de cumul de déformation négative, l’essai a révélé une vitesse de déformation quasiment égale à celle mesurée dans le cas de l’essai de maintien en traction (table 2.4). Déjà sur l’AM1, une résistance équivalente de l’alliage en fluage compression a été observée vis-à-vis du fluage traction (temps d’essais équivalents en $R_{\sigma} = 0$ et $R_{\sigma} = -1$ avec un temps de maintien de 90 secondes respectivement à charge maximale et aux charges maximale et minimale), contrairement à ce qui a pu être identifié et quantifié dans le cas des superalliages polycristallins tels que l’IN 100 [Lesne 87]. Dans le cas du MC2, nous ne sommes donc pas en mesure de conclure en termes d’endommagement en compression comparativement aux essais avec un temps de maintien en traction compte tenu du flambage et de la fin prématurée de l’essai.

Trois essais anisothermes de fatigue/fluage alternés ($R_\sigma = -1$, temps de maintien en traction) avec surchauffe ont été effectués sur des éprouvettes d’orientation proche de $\langle 001 \rangle$. Les temps d’essais pré-surchauffe ont été choisis pour rendre compte de l’impact du pré-cyclage et de l’évolution de la microstructure sur la réponse mécanique et la durée de vie résiduelle du

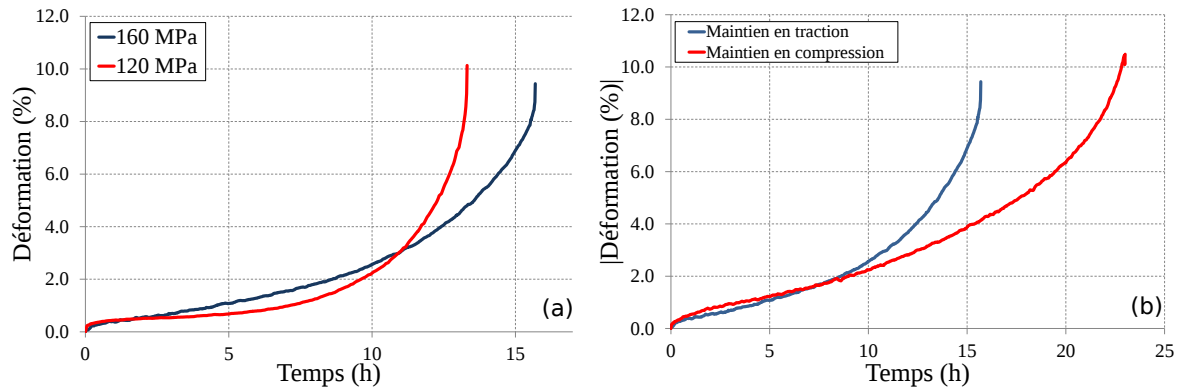


Figure 2.30 – Évolution de la déformation au cours d'essais alternés ($R_\sigma = -1$) de fatigue/fluage à 1050°C sur des éprouvettes d'orientation cristalline $\langle 001 \rangle$ avec (a) un temps de maintien en traction à $\sigma_{max} = 160\text{MPa}$ et à $\sigma_{max} = 120\text{MPa}$ ainsi qu'avec (b) un temps de maintien en traction ou compression à $\sigma_{max} = 160\text{MPa}$.

| $\sigma_{maintien}$ (MPa) | DDV (h)/Nb cycles | $\dot{\epsilon}_{II}$ (h^{-1}) |
|---------------------------|-------------------|---|
| +160 | 15.69/566 | $2.08e^{-3}$ |
| -160 | 23.0/830 | $1.85e^{-3}$ |
| +120 | 13.31/480 | $6.84e^{-4}$ |

Table 2.4 – Caractéristiques des essais de fatigue/fluage isothermes réalisés à 1050°C sous divers chargements mécaniques.

matériau après une surchauffe de 30 secondes sans charge (figure 2.31 et table 2.5). Ces trois temps de pré-cyclage correspondent à :

- une durée de pré-cyclage de 0.33 heure ($t_{pre}/t_{iso} = 0.021$, 12 cycles) qui correspond au même ratio t_{pre}/t_{iso} en fatigue/fluage et en fluage pur optimisant la durée de vie résiduelle en fluage pur (figure 2.14),
- une durée de pré-cyclage de 4.5 heures ($t_{pre}/t_{iso} = 0.29$, 162 cycles) qui correspond à la durée de vie résiduelle maximale en fluage pur (table 2.2),
- une durée de pré-cyclage intermédiaire, i.e. 2.4 heures ($t_{pre}/t_{iso} = 0.15$, 87 cycles).

| t_{pre} (h)/Nb cycles | t_{res}/t_{iso} | $\dot{\epsilon}_{II\ pre}$ (h^{-1}) | t_{res} (h)/Nb cycles | t_{res}/t_{iso} | $\dot{\epsilon}_{II\ post}$ (h^{-1}) | DDV (h) | $\epsilon_{avt\ OEI}$ (%) |
|-------------------------|-------------------|--|-------------------------|-------------------|---|---------|---------------------------|
| 0.33/12 | 0.021 | | 5.71/206 | 0.36 | $6.86e^{-3}$ | 6.04 | 0.59 |
| 2.42/87 | 0.15 | $5.47e^{-3}$ | 5.67/205 | 0.36 | $2.69e^{-3}$ | 8.09 | 1.71 |
| 4.5/162 | 0.29 | $1.72e^{-3}$ | 9.54/344 | 0.61 | $2.07e^{-3}$ | 14.04 | 1.28 |

Table 2.5 – Caractéristiques des essais alternés de fatigue/fluage ($R_\sigma = -1$, $\sigma_{max} = 160\text{MPa}$, temps de maintien en traction) anisothermes réalisés à une température nominale de 1050°C et avec des surchauffes de 30 secondes à 1200°C .

On peut noter que la surchauffe réalisée à un temps de pré-cyclage de 4.5 heures est moins endommageante que les deux autres surchauffes appliquées plus tôt puisque le nombre de cycles post-surchauffe est plus important. Ainsi, il semblerait que la durée de vie après surchauffe soit principalement contrôlée par le temps de pré-cyclage et non par le temps relatif t_{pre}/t_{iso} . Ceci tendrait à prouver que la forme des précipités γ' contrôle la durée de vie, comme cela a été

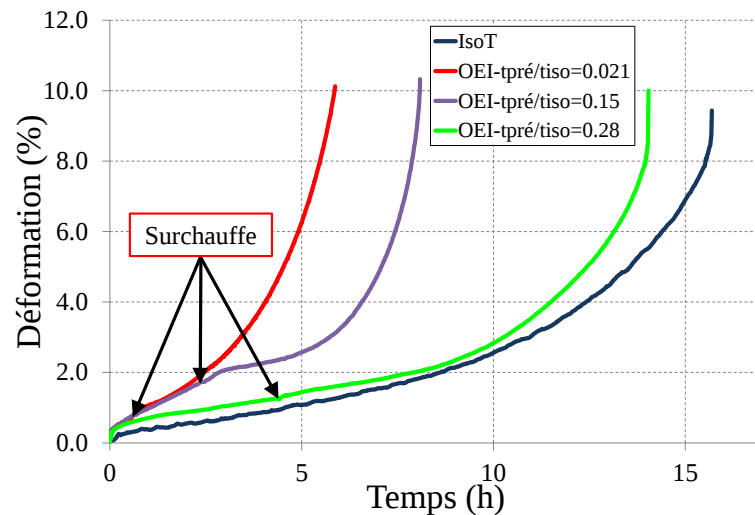


Figure 2.31 – Essais de fatigue/fluage sur des éprouvettes d'orientation cristalline $\langle 001 \rangle$, avec surchauffe, de chargement nominal alterné ($R_\sigma = -1$, $\sigma_{max} = 160\text{MPa}$, temps de maintien en traction) à 1050°C . Les surchauffes sans charge à 1200°C durent 30 secondes et leurs positions sont indiquées par des flèches noires.

suggéré au paragraphe 2.2 et que leur évolution est principalement pilotée par le temps passé à haute température.

En outre, le tracé des boucles contrainte-déformation montre qu'une non-linéarité plastique est observée lors de la décharge en compression tout comme en traction pendant le maintien de la charge (figure 2.32(a)). Il y a donc un décalage de la surface seuil qui justifie de considérer un écrouissage cinématique dans la modélisation, comme nous le verrons dans le chapitre 4. Cependant, cette plastification en compression disparaît après la surchauffe consécutivement à une extension vraisemblable de la surface de charge ce qui signifie que l'écrouissage isotrope et éventuellement l'écrouissage cinématique peuvent dépendre de variables internes représentatives de l'histoire thermomécanique (figure 2.32(b)).

Par ailleurs, il a été observé une diminution de l'amplitude de déformation plastique des boucles post-surchauffe liée à une consolidation transitoire du matériau (figures 2.32(a), (b) et (c)). En effet, cette diminution n'est effective que pendant un certain nombre de cycles et semble dépendre du niveau de déformation plastique atteint avant l'application de la surchauffe (figure 2.32(d)). Le même phénomène de ralentissement de la vitesse de déformation post-surchauffe a été relevé lors du tracé de la déformation en fonction du temps pour les temps de pré-cyclage 2.4 heures et 0.33 heure (figure 2.33). Ce ralentissement s'estompe au bout d'environ 1000 secondes sur les courbes déformation-temps alors qu'il s'estompe au bout de 47 cycles (8930 secondes) pour les boucles contrainte-déformation.

Des essais répétés de fatigue/fluage ($R_\sigma = 0$, $\sigma_{max} = 230\text{MPa}$, temps de maintien en traction) ont également été réalisés sur des éprouvettes orientées suivant $\langle 111 \rangle$ et $\langle 001 \rangle$. Les deux éprouvettes orientées suivant $\langle 111 \rangle$ ont subi respectivement une et deux surchauffe(s) après 43 cycles (1.1 heure) et 97 cycles (2.6 heures) (figure 2.34). De la même manière que pour les essais alternés de fatigue/fluage, ces surchauffes entraînent une diminution transitoire de la vitesse de déformation aussi bien pour la première surchauffe que pour la deuxième (figure 2.34(a)). À la suite de la diminution de la vitesse de déformation, cette dernière recouvre progressivement sa valeur après un certain temps (table 2.6). Les vitesses de déformation avant et après chaque surchauffe sont regroupées dans la table 2.7 dans laquelle on peut noter que la vitesse établie (aux temps t_1 et t_1') après la première surchauffe est plus grande qu'avant la surchauffe (au

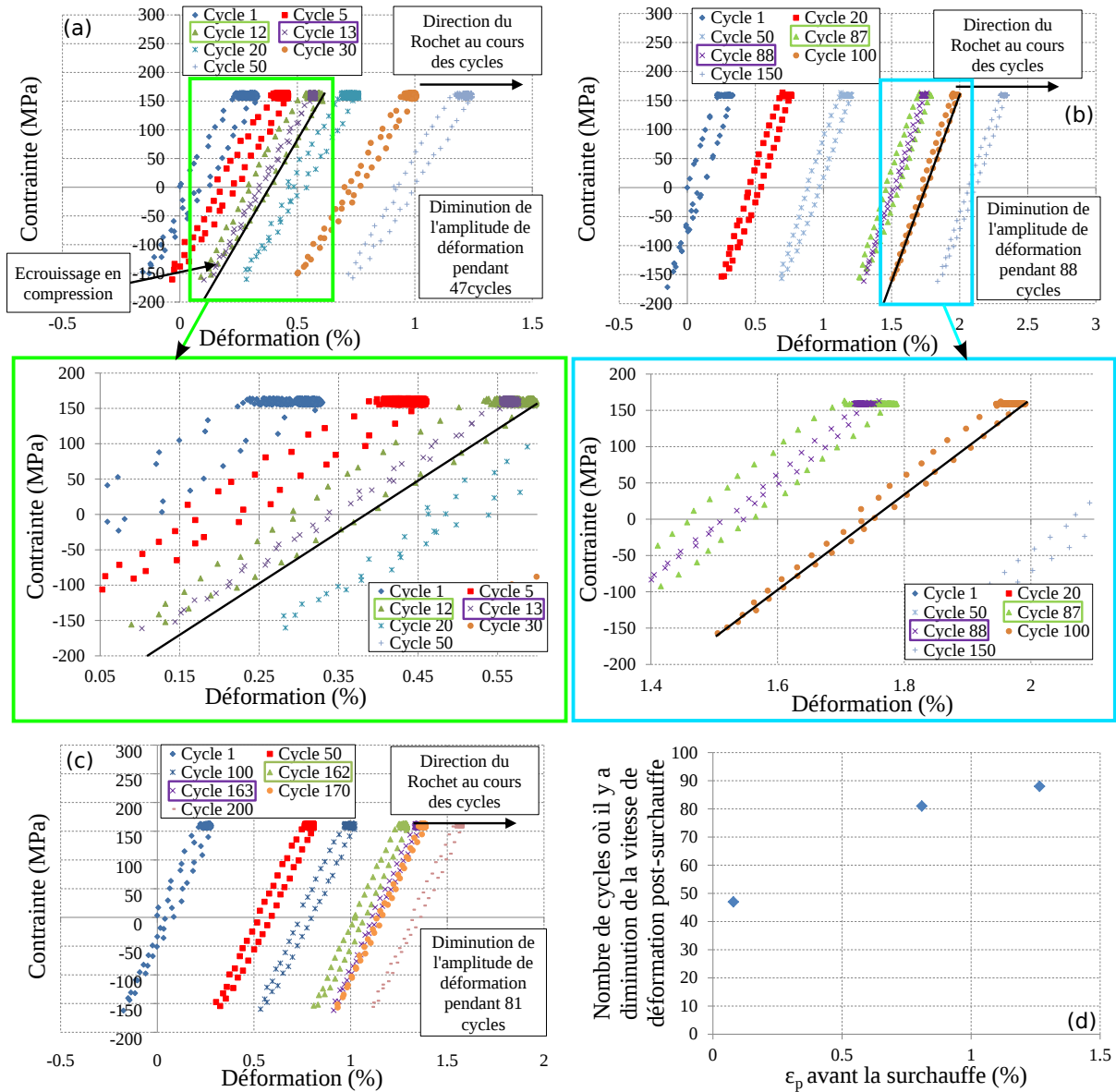


Figure 2.32 – Boucles σ - ϵ des essais de fatigue/fluage sur des éprouvettes d'orientation cristalline (001) comprenant une surchauffe de 30 secondes à 1200°C à charge nulle après (a) 12 cycles, (b) 87 cycles et (c) 162 cycles. Les numéros de cycles encadrés en vert et en violet correspondent respectivement aux cycles avant et après la surchauffe. La figure (d) met en évidence la diminution de l'amplitude de déformation plastique lors du cyclage post-surchauffe. Elle correspond au nombre de cycles post-surchauffe pendant lesquels l'amplitude de déformation plastique à chaque cycle est diminuée comparativement à celle mesurée avant surchauffe.

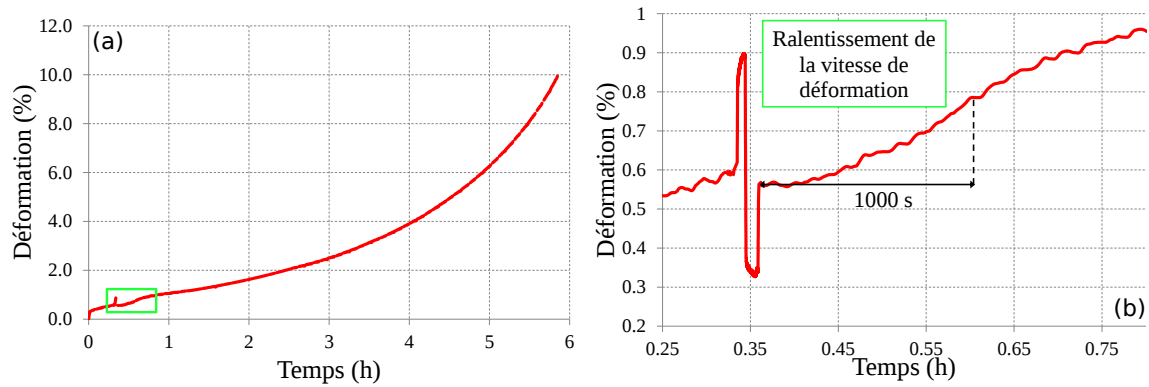


Figure 2.33 – Évolution de la déformation au cours d'un essai de fatigue/fluage alterné ($R_\sigma = -1$, $\sigma_{max} = 160$ MPa, temps de maintien en traction) à 1050°C sur des éprouvettes d'orientation cristalline $\langle 001 \rangle$ avec un pré-cyclage mécanique de 0.33 heure (a). La figure (b) correspond à un agrandissement de l'évolution de la déformation en fonction du temps suite à la surchauffe de 30 secondes à 1200°C .

temps t_0), ce qui n'est pas le cas pour la deuxième surchauffe appliquée à un niveau de déformation plastique plus important (au temps t_2). A contrario, une surchauffe appliquée sur une éprouvette orientée suivant $\langle 001 \rangle$, soumise à la même amplitude de chargement, n'entraîne pas de diminution de la vitesse de déformation (figure 2.34(b)).

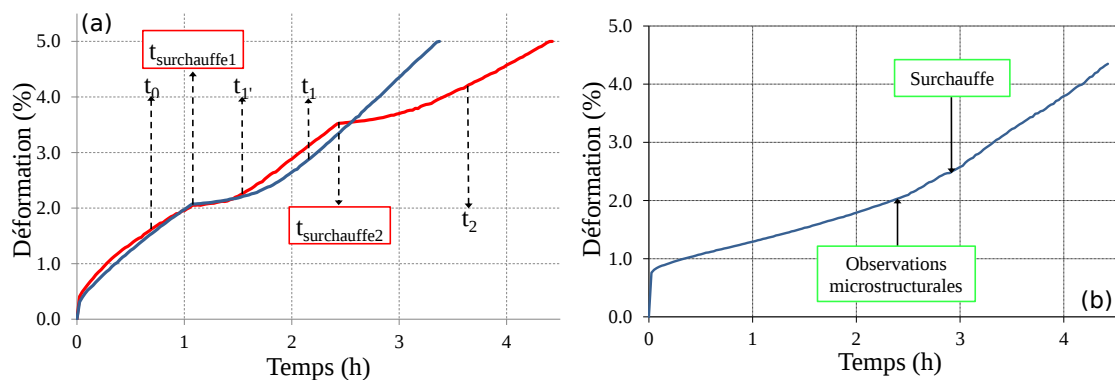


Figure 2.34 – Évolution de la déformation cumulée au cours des essais répétés de fatigue/fluage ($R_\sigma = 0$, $\sigma_{max} = 230$ MPa, temps de maintien en traction) à 1050°C réalisés sur deux éprouvettes orientées suivant $\langle 111 \rangle$ subissant respectivement une surchauffe et deux surchauffes de 30 secondes (a) et sur une éprouvette orientée suivant $\langle 001 \rangle$ subissant une surchauffe de 30 secondes (b). t_0 est le temps utilisé comme référence pour la mesure de la vitesse de déformation avant la première surchauffe, t_1 et t_1' sont les temps où les vitesses de déformations ont été mesurées après la première surchauffe respectivement pour l'essai avec une surchauffe et l'essai avec deux surchauffes. Enfin, t_2 est le temps où la vitesse de déformation a été mesurée après la deuxième surchauffe.

Dans le but d'étudier les évolutions microstructurales complexes qui peuvent se produire au cours d'un essai répété, un essai multi-interrompu sur une éprouvette orientée suivant $\langle 001 \rangle$ a été réalisé dans un premier temps. Pour cette orientation, la microstructure évolue de manière à former des radeaux perpendiculaires à l'axe de sollicitation, comme on peut le voir à la figure 2.35(a). Par conséquent, la surchauffe introduite au 113^{eme} cycle est réalisée sur une microstructure en radeaux. Après 177 cycles, la microstructure est toujours en radeaux mais des précipités tertiaires de γ' sont présents, suite à la surchauffe, dans les couloirs de matrice γ . Ils ont coalescé entre eux, pendant les 64 cycles réalisés après la surchauffe, pour former des

| Essai | Temps (s) |
|------------------|---|
| Une surchauffe | 3800 |
| Deux surchauffes | Première surchauffe : 2000 Deuxième surchauffe : 3800 |

Table 2.6 – Durées pendant lesquelles la vitesse de déformation post-surchauffe est plus faible pour les essais sur éprouvettes orientées suivant $\langle 111 \rangle$ lors d'un chargement mécanique répété ($R_\sigma = 0$, $\sigma_{max} = 230$ MPa, temps de maintien en traction) à 1050°C .

| Expérience | à t_0 | à t_1 et t_1' | t_2 |
|------------------|----------|-------------------|----------|
| Une surchauffe | 1.44e-02 | 1.80e-02 | |
| Deux surchauffes | 1.24e-02 | 1.47e-02 | 1.04e-02 |

Table 2.7 – Vitesse de déformation en h^{-1} mesurée en régime stationnaire au cours des essais répétés de fatigue/fluage ($R_\sigma = 0$, $\sigma_{max} = 230$ MPa, temps de maintien en traction) à 1050°C pour les éprouvettes orientées suivant $\langle 111 \rangle$.

"*micro-radeaux*" (figure 2.35(b)). Les microstructures des éprouvettes orientées suivant $\langle 111 \rangle$ ont évolué de la même manière en formant des "*micro-radeaux*", comme on peut le voir sur les figures 2.36(b) et (c) qui montrent la présence de fins précipités γ' . Les résultats quantitatifs de ces essais (fraction volumique et paramètre de forme des fins précipités γ'), regroupés dans la table 2.8, ont été obtenus par analyse d'image.

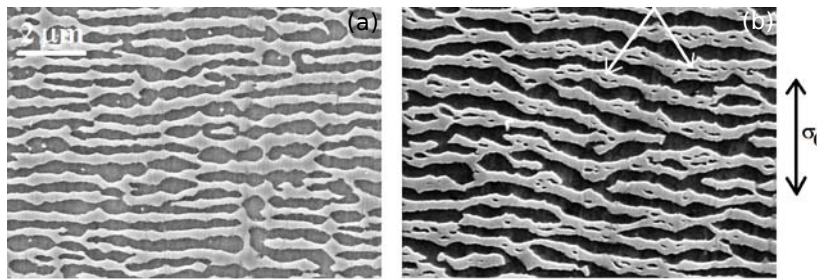


Figure 2.35 – Microstructures sur une coupe longitudinale de l'éprouvette orientée suivant $\langle 001 \rangle$ obtenues par microscopie électronique à balayage en mode électrons secondaires et révélées par attaque sélective de la phase γ' après 100 cycles sous chargement de fatigue/fluage répété ($R_\sigma = 0$, $\sigma_{max} = 230$ MPa, temps de maintien en traction) à 1050°C (a) et après 177 cycles (la surchauffe ayant eu lieu après 113 cycles) (b). Les flèches blanches marquent la présence de fins précipités γ' dans les couloirs de matrice γ qui ont coalescé entre eux et dénommés "*micro-radeaux*".

2.3.2.2 Essais complexes de traction-cyclage-relaxation

Des essais complexes de traction-cyclage-relaxation ont été conduits afin de rendre compte de l'impact d'une surchauffe (précipités tertiaires de γ') sur le comportement viscoplastique et cyclique ainsi que sur l'évolution des contraintes internes. Ces mêmes essais avaient également été effectués par Gaubert [Gaubert 09] sur des microstructures ayant préalablement subi un vieillissement de fluage ou de fatigue/fluage (table 2.9 et figure 2.37(a)).

Les surchauffes ont aussi été réalisées sans charge. Deux durées de surchauffe ont été étudiées : 30 et 150 secondes. Les deux durées de surchauffe entraînent, lors de l'application de la première charge (figure 2.37(a)), un durcissement équivalent du matériau d'environ 200 MPa (figure 2.37(b)). La durée de la surchauffe ne semble pas avoir d'impact supplémentaire sur la réponse mécanique du matériau. Ainsi, l'effet durcissant, lorsque la surchauffe est réalisée sans

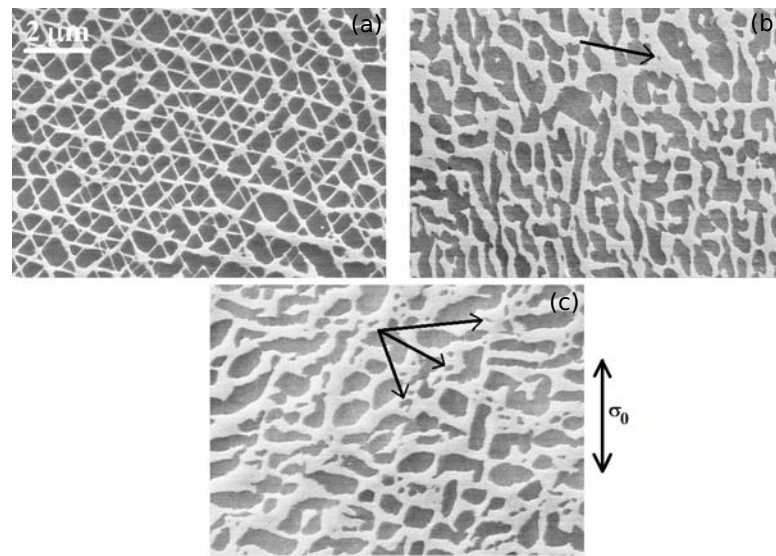


Figure 2.36 – Microstructures sur une coupe longitudinale des éprouvettes orientées suivant $\langle 111 \rangle$ obtenues par microscopie électronique à balayage en mode électrons secondaires et révélées par attaque sélective de la phase γ' et n'ayant subi aucun chargement mécanique (a), à la fin de l'essai de fatigue/fluage répété ($R_\sigma = 0$, $\sigma_{max} = 230$ MPa, temps de maintien en traction) à 1050°C avec une surchauffe (b) et avec deux surchauffes (c). Les flèches noires marquent la présence de fins précipités γ' dans les couloirs de matrice γ qui ont coalescé entre eux.

| Paramètre | Essai de référence | un O.E.I. $\langle 001 \rangle$ | un O.E.I. $\langle 111 \rangle$ | deux O.E.I. $\langle 111 \rangle$ |
|-------------------------------------|--------------------|---------------------------------|---------------------------------|-----------------------------------|
| $F_{v\gamma'}$ (%) | 5.6 | 3.0 | 0.2 | 2.2 |
| Facteur de forme (longueur/largeur) | 1.73 | 2.55 | 2.04 | 1.97 |

Table 2.8 – Fraction volumique et paramètre de forme des fins précipités γ' à la fin des essais de fatigue/fluage $R_\sigma = 0$ à 1050°C pour les deux orientations étudiées. L'essai de référence correspond à un O.E.I. sans charge réalisé sur une éprouvette orientée suivant $\langle 001 \rangle$ et n'ayant subi au préalable aucun chargement thermomécanique.

| Type d'essais | PLage/Amplitude de déformation (%) | Vitesse $\dot{\epsilon}$ (s^{-1}) |
|---------------------|------------------------------------|---------------------------------------|
| Traction | 0.0-2.0 | $1.0e^{-3}$ - $1.0e^{-5}$ |
| ↓ | ↓ | ↓ |
| Cyclage (50 cycles) | 2.0-1.0 | $1.0e^{-3}$ |
| ↓ | ↓ | ↓ |
| Relaxation | 2.0 | variable |

Table 2.9 – Tableau descriptif de l'essai complexe de traction-cyclage-relaxation réalisé à déformation imposée et à la température nominale de 1050°C .

charge, semble être saturant dès 30 secondes de surchauffe. Ce résultat est similaire aux observations de Cormier [Cormier 06] qui avait noté que la microdureté Vickers, mesurée à température ambiante pour trois états différents (état vierge et après surchauffe de 90 et 150 secondes sous charge), connaissait une saturation pour des surchauffes de durée supérieure à 90 secondes. De plus, les courbes avec surchauffe (σ - ε) présentent, lors de la première charge, un durcissement très rapide, et donc un écrouissage très important du matériau, à partir de 0.3% de déformation, pour atteindre un plateau dès 0.6% de déformation qui s'apparente à de la plasticité parfaite (figure 2.37(b)). Ainsi, de la même manière que pour les boucles de fatigue/fluage, on peut observer qu'une surchauffe modifie le comportement à l'écrouissage du matériau. Par ailleurs, cette dernière modifie peu sa viscosité puisque les variations de contrainte lors du changement de vitesse (i.e. de 10^{-3} s^{-1} à 10^{-5} s^{-1} à 1% de déformation) sont similaires dans les trois cas (passage de 430 MPa à 275 MPa). Ces modifications de comportement ne sont plus décelables lors de la seconde charge (figure 2.37(b)) ce qui semblerait signifier que la fine précipitation ne joue plus son effet durcissant du fait de sa re-dissolution ou de son interaction différente avec les dislocations. Nous reviendrons sur ce point sous forme de discussion à la fin de ce chapitre.

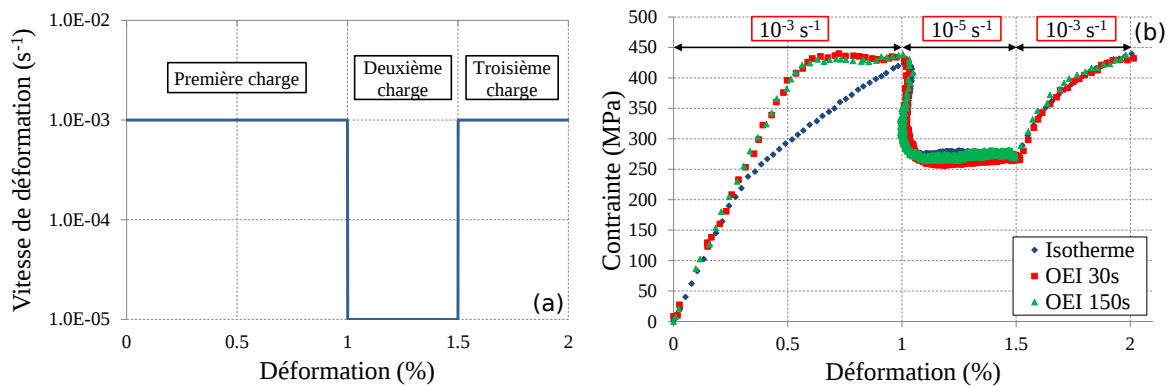


Figure 2.37 – (a) Schéma explicatif de l'essai de traction complexe et (b) Évolution de la contrainte en fonction de la déformation à 1050°C pour les essais de traction à vitesse de déformation imposée variable sans surchauffe initiale, après des surchauffes initiales de 30 et 150 secondes.

À la suite de la traction monotone à vitesse variable, le comportement cyclique est différent au premier cycle entre la réponse du matériau ayant subi une surchauffe et celle du matériau n'ayant pas vu de surchauffe. En effet, si la taille du domaine d'élasticité (mesuré à la décharge) est apparemment invariante, les non-linéarités plastiques semblent différentes entre l'essai sans surchauffe et les essais avec surchauffe. Une surchauffe augmenterait transitoirement la résistance à l'écrouissage du matériau. Cela se traduit alors par une résistance à la déformation plus importante pour les échantillons ayant subi une surchauffe initiale (voir la figure 2.38(a) où l'amplitude de déformation plastique est plus faible). Ce phénomène est transitoire puisque ce n'est plus le cas au cycle 50, le matériau ayant recouvré un comportement similaire à celui n'ayant pas subi la surchauffe (figure 2.38(b)). En effet, il a été noté précédemment qu'il n'existait plus aucune différence entre les trois cas à la fin de l'essai de traction monotone à vitesse variable (même niveau de contrainte à 2% de déformation totale). Ainsi, le durcissement cyclique observé serait plus vraisemblablement lié à une évanescence de l'écrouissage, comme a pu le noter Nouailhas [Nouailhas 88] pour l'acier 316 SS à 20°C . Les auteurs ont en effet montré que, lors d'essais cycliques décroissants en niveau de déformation, il peut y avoir mémorisation de la déformation antérieure mais cette mémoire est partiellement évanescence ce qui se manifeste par un lent adoucissement lorsque l'on poursuit le cyclage. D'un point de vue de la modélisation, la prise en compte de cette évanescence de l'écrouissage cinématique

s'effectue en introduisant une évolution non-linéaire de la variable d'érouissage. Cette modification a d'abord été proposée par Armstrong *et al.* [Armstrong 66] puis par d'autres auteurs [Burllet 86, Chaboche 86, Ohno 93] et consiste à introduire un effet de contrainte mémoire évanescente.

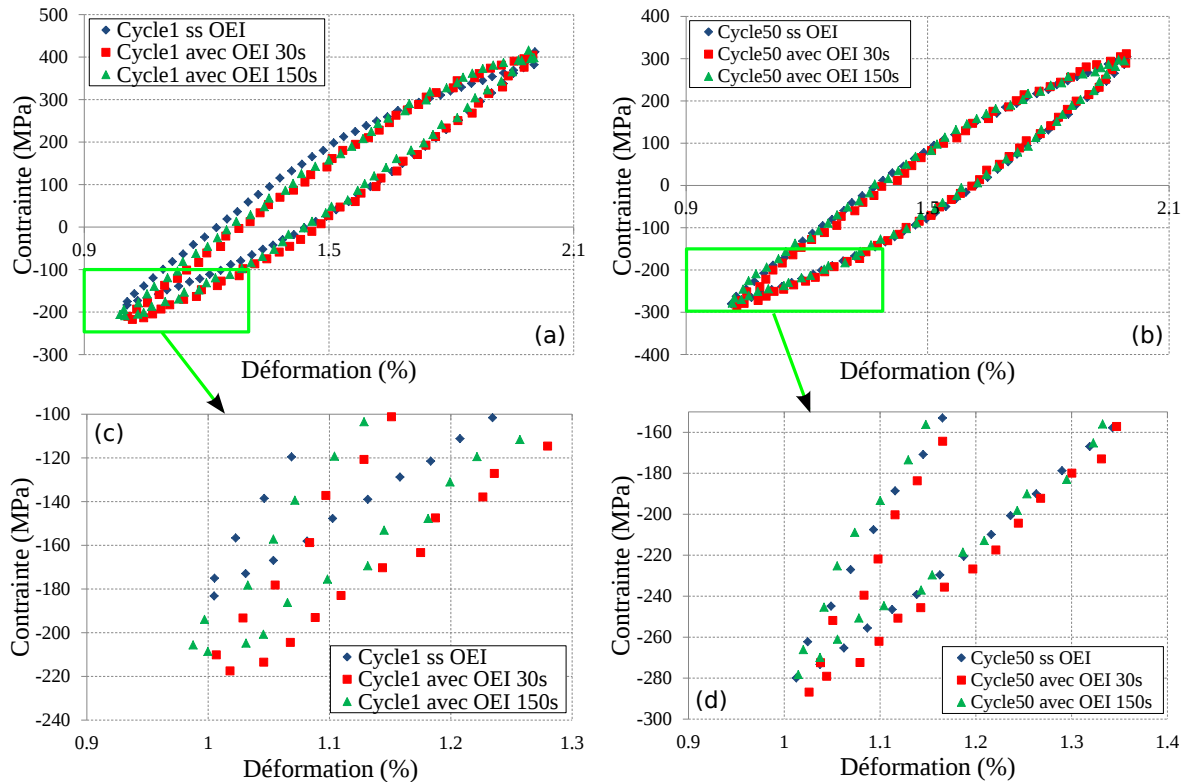


Figure 2.38 – Évolution de la contrainte en fonction de la déformation totale à 1050°C pour les essais cycliques à déformation imposée d'amplitude $\Delta\varepsilon = 1.0\%$ avec une vitesse de 10^{-3} s^{-1} sans surchauffe initiale et après des surchauffes initiales de 30 et 150 secondes (a) pour le cycle 1 et (b) pour le cycle 50. Les figures (c) et (d) sont des agrandissements, respectivement, des parties encadrées en vert dans les figures (a) et (b).

L'essai complexe se termine par un essai de relaxation dont le but est d'étudier le comportement visqueux du matériau dans un régime de faibles vitesses de déformation plastique et aussi de déterminer la contrainte interne à l'issue d'un long temps de maintien de la déformation à haute température. Comme on peut le voir sur la figure 2.39, aucune différence n'est visible entre les réponses du matériau dans les trois cas (même cinétique de relaxation au début de l'essai et même valeur asymptotique de la contrainte en fin d'essai).

2.3.3 Lien entre microstructure et DDV

La figure 2.40 compare l'état microstructural à rupture dans le cas d'essais de fatigue/fluage (figure 2.40(a)) et de fluage pur (figure 2.40(b)). Les microstructures obtenues semblent être identiques pour des conditions d'essai (niveaux de température et de contrainte) similaires (figure 2.40). Cependant, dans le cas de la fatigue/fluage, les couloirs de matrice γ semblent plus petits que dans le cas du fluage pur et la microstructure au niveau de la zone de rupture est beaucoup plus régulière (la rotation de la microstructure est moins marquée). Pour mieux quantifier les différences d'évolutions de microstructure, un essai de fatigue/fluage multi-interrompu

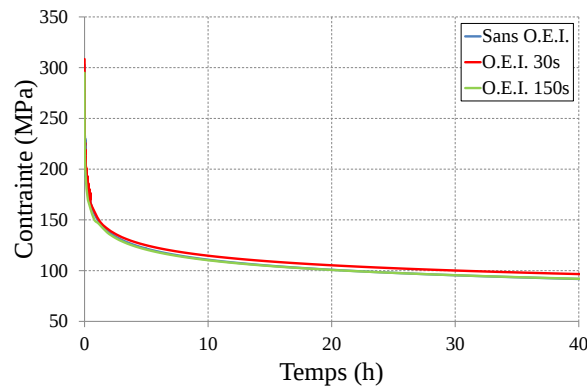


Figure 2.39 – Évolution de la contrainte en fonction du temps à 1050°C pour une déformation imposée de 2.0% dans le cas sans surchauffe et après des surchauffes initiales de 30 et 150 secondes.

alterné ($R_\sigma = -1$, $\sigma_{max} = 160$ MPa, temps de maintien en traction) à 1050°C a été effectué (figure 2.41). Les arrêts correspondent aux temps de pré-cyclage où ont été effectuées les surchauffes lors de l'essai équivalent anisotherme. On peut d'ors et déjà noter que la microstructure correspondante à $t_{pre}/t_{iso} = 0.021$ semble avoir les mêmes caractéristiques que celle obtenue pour le même rapport t_{pre}/t_{iso} en fluage pur (voir les figures 2.19 et 2.41-image n°2). La microstructure obtenue en fatigue/fluage, pour la condition 1050°C/160 MPa, est elle aussi intermédiaire cubes-radeaux avec des débuts de coalescence. Le trajet de chargement qui comporte des décharges et des passages en compression est probablement à l'origine d'un cumul d'endommagement en fatigue/fluage différent de celui observé en fluage pur.

2.3.4 Discussion

Endommagement du matériau en fatigue/fluage

Peu d'études ont été menées sur le couplage entre les sollicitations de fatigue et de fluage lors d'essais à contrainte imposée. Contrairement à l'alliage EI 698 VD [Zrník 01] sous chargement répété à 650°C ou à l'AM1 [Gallerneau 95] sous chargement alterné à 950 et 1100°C, la durée de vie des essais de fatigue/temps de maintien dans le cas du MC2 sous chargement alterné ne se situe pas entre les durées de vie relevées en fluage pur et en fatigue pure. Un résultat similaire à celui de l'étude présente a été obtenu, dans le cas de certains alliages polycristallins, par Flageolet [Flageolet 05b] pour le N18 et par Billot *et al.* pour l'Udimet 720 à 700°C lors d'essais alternés ($R_\sigma = -1$, $R_{max} = 800$ MPa) [Billot 10] mais aussi par Perruchaut [Perruchaut 97] dans le cas de l'alliage monocristallin AM1 à 950°C sous chargement alterné et répété. Les auteurs ont montré qu'un temps de maintien mène à une durée de vie plus faible que celle obtenue en fluage pur (figure 2.42). Ils attribuent ce phénomène à une modification des mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations : transition progressive du cisaillement (dans le cas de la fatigue pure) vers le contournement (dans le cas du fluage pur) en augmentant le temps de maintien.

De plus, un facteur aggravant concernant l'endommagement est le passage en compression comme a pu le montrer Chen *et al.* dans le cas du superalliage polycristallin GH4049 à 850°C lors d'essais de fatigue/fluage à déformation imposée [Chen 98] ou Flageolet *et al.* dans le cas du N18 [Flageolet 05b]. Cette constatation peut en partie être due à une valeur de la limite d'élasticité en compression plus faible qu'en traction (effet Bauschinger) pour la plupart des superalliages monocristallins [Yamashita 06]. Ceci implique une augmentation de la déformation

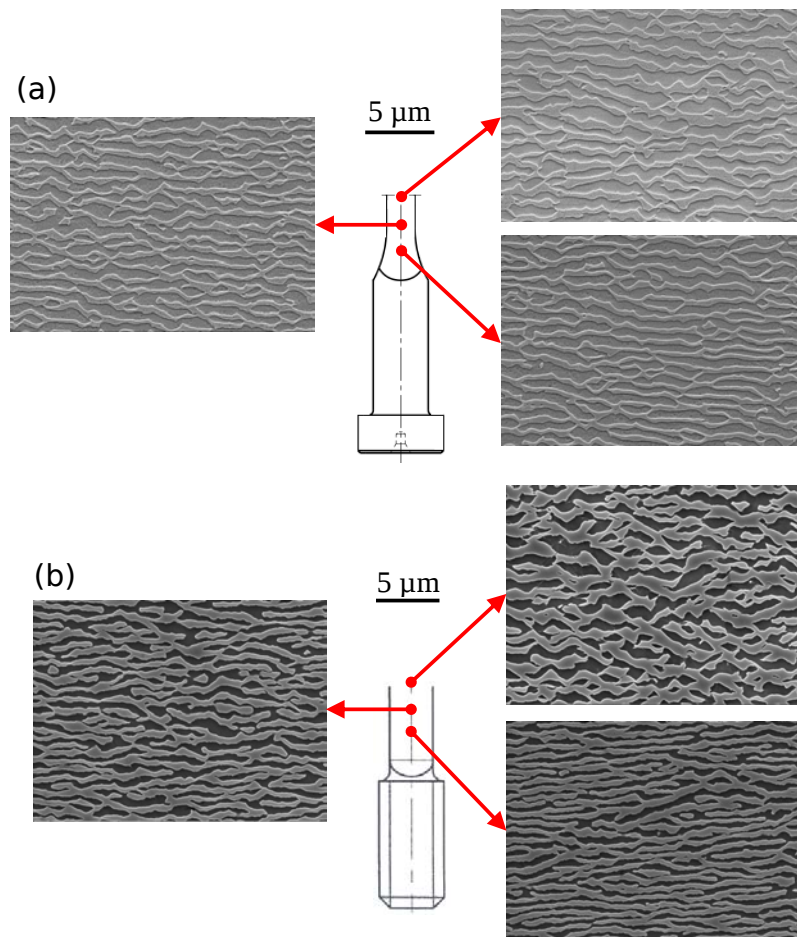


Figure 2.40 – Microstructures post-mortem sur une coupe longitudinale (tous les 2 mm à partir de la surface) des éprouvettes sollicitées sous chargement (a) de fatigue/fluage isotherme alterné ($R_\sigma = -1$, $\sigma_{max} = 160$ MPa, temps de maintien en traction) à 1050°C et (b) de fluage pur à 1050°C/160 MPa/DDV=218 heures. Les microstructures ont été obtenues en mode électrons secondaires et révélées par une attaque chimique préférentielle de la phase γ' .

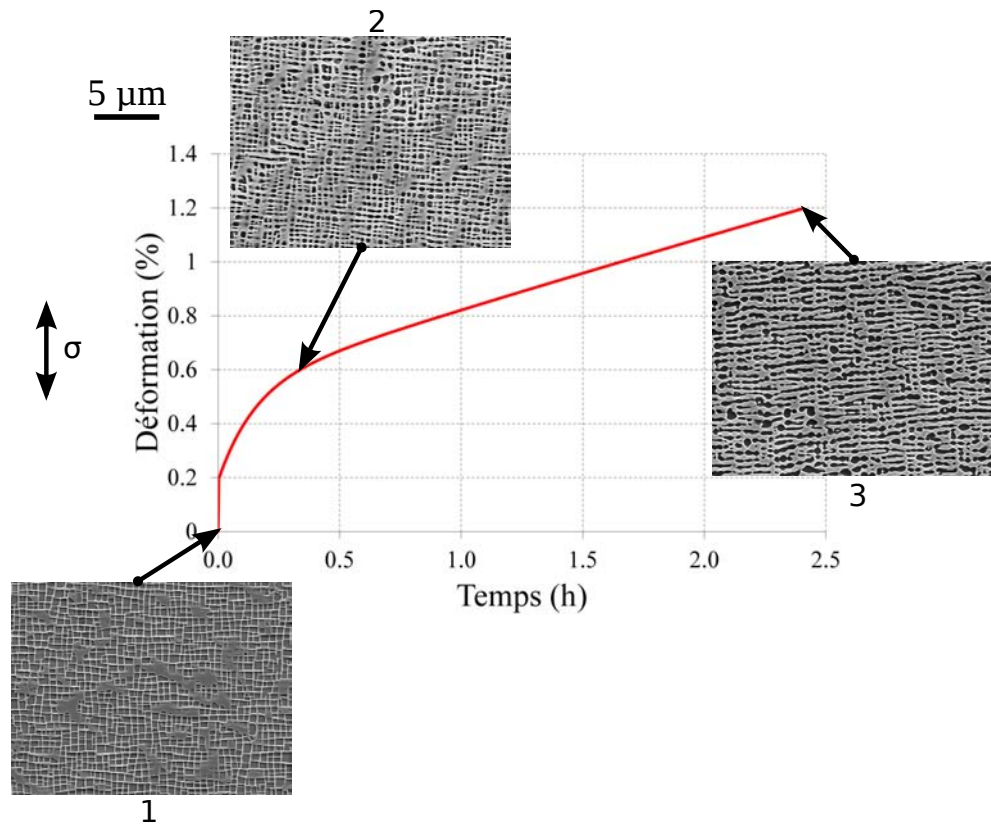


Figure 2.41 – Évolution de la microstructure γ/γ' au cours d'un essai de fatigue/fluage alterné ($R_\sigma = -1$, $\sigma_{max} = 160$ MPa, temps de maintien en traction) à 1050°C multi-interrompu. Les observations ont été faites aux nombres de cycles auxquels ont été appliquées les surchauffes lors de l'essai équivalent anisotherme. Les microstructures ont été obtenues en mode électrons secondaires et révélées par une attaque chimique préférentielle de la phase γ' .

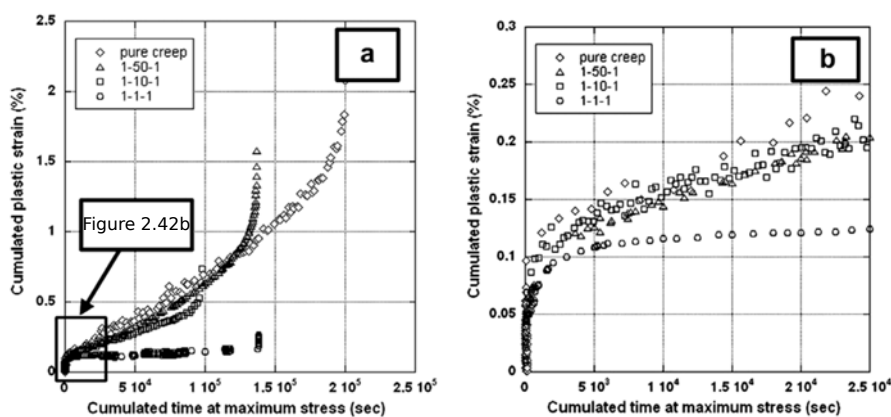


Figure 2.42 – Évolution de la déformation plastique en fonction du temps à chargement maximum lors d'un essai de fatigue/temps de maintien alterné ($R_\sigma = -1$, $\sigma_{max} = 800$ MPa) à 700°C pour différents temps de maintien (a) et l'agrandissement associé au premier instant de la déformation (b), d'après [Billot 10].

plastique plus importante en compression qu'en traction pour un même niveau de contrainte imposée. Plus cet effet est marqué, plus cela signifie que l'écroutissement a une forte composante cinématique et que les passages en compression impliquent un fort cumul de déformation plastique. Cependant, ce n'est pas la seule conséquence du passage en compression. Cela va aussi permettre aux dislocations bloquées de se déplacer à nouveau, comme a pu le montrer Carroll *et al.* dans le cas du CMSX-4[®] entre 950°C et 1020°C lors d'un essai de fluage avec inversion de la charge (passage d'un chargement de traction à un chargement de compression) [Carroll 04]. Ce phénomène peut être mis en évidence par la différence de temps nécessaire à la reprise de la vitesse de déformation à la suite d'une surchauffe en comparant les essais répétés et alternés (respectivement $\simeq 3000$ secondes contre 1000 secondes) : plus le temps de reprise de la déformation est court, plus le cisaillement des précipités tertiaires de γ' est facilité. Un chargement de fatigue/fluage modifie donc les mécanismes de déformation (cisaillement, contournement, etc.) et cause un cumul de déformation plastique plus important avec le passage en compression.

Surchauffe et essais de fatigue/fluage

Contrairement à ce qui a pu être observé en fluage pur, une surchauffe lors des essais de fatigue/fluage ne conduit pas une augmentation de la durée de vie totale, même pour une position relative (à la durée de vie) qui le permettait en fluage. En outre, deux différences sont notables entre les essais de fluage pur et de fatigue/fluage avec surchauffe :

- Les surchauffes sont réalisées sous charge dans le cas du fluage et pas dans l'autre cas,
- Il y a retour à la température ambiante avant et après surchauffe dans le cas du fluage pur alors que l'essai de fatigue/fluage est réalisé en continu.

Ces différences sont sûrement responsables, en partie, des écarts entre les courbes de fluage pur et de fatigue/fluage. Par exemple, comme a pu le montrer Cormier [Cormier 06], un retour à température ambiante post-surchauffe entraîne l'apparition des trois stades du fluage lors du post-fluage et notamment le stade primaire du fluage, ce qui n'est pas le cas lors des essais de fatigue/fluage. Malgré tout, il apparaît qu'une surchauffe réalisée après 4.5 heures de pré-cyclage semble moins endommageante que les autres, ce qui semble cohérent avec ce qui a pu être noté en fluage. En plus d'être dépendant du niveau de température, comme nous avons pu le voir au début de ce chapitre, les phénomènes de restauration dynamique des propriétés mécaniques à haute température activés par une surchauffe sont donc liés à la fois à la forme des précipités γ' et à la densité de dislocations dans le matériau.

L'amplitude maximale du t_{res}/t_{iso} relevée en fatigue/fluage (égale à 0.61) est nettement inférieure à celle du fluage pur (égale à 1.55) ce qui est probablement lié soit à un temps de pré-cyclage insuffisamment grand, soit à l'absence de chargement lors de la surchauffe (figure 2.43). En effet, une charge non nulle, appliquée au cours de la surchauffe, peut permettre à la fois de générer de nouvelles dislocations et autoriser le mouvement de celles-ci permettant ainsi le phénomène de restauration par annihilation et montée.

Il est surprenant de constater que plus la surchauffe est réalisée après un temps de pré-cyclage long, moins il est possible de distinguer, sur les courbes déformation-temps des essais de fatigue/fluage, une diminution de la vitesse de déformation après surchauffe malgré la différence de déformation plastique atteinte (0.3% pour $t_{res}/t_{iso} = 0.021$ et 0.96% pour $t_{res}/t_{iso} = 0.28$). Cependant, ce n'est pas le cas pour les courbes contrainte-déformation qui affichent une diminution de l'amplitude de la déformation plastique dépendante du niveau de déformation plastique atteint à l'application de la surchauffe (figure 2.32(d)). Cette dépendance semble atteindre une

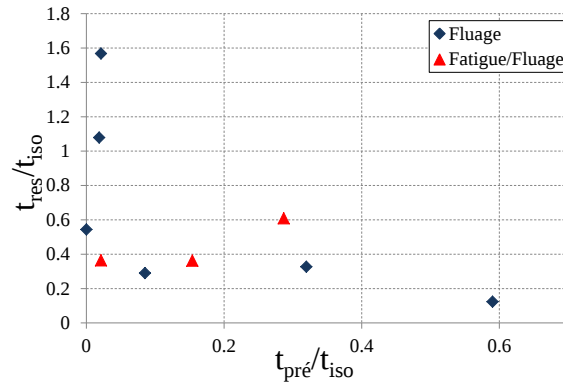


Figure 2.43 – Diagramme de cumul de dommage où la durée de vie résiduelle est représentée en fonction de la durée de pré-fluage toutes les deux normalisées soit par la durée de vie en fluage isotherme (pour le fluage pur) soit par la durée de vie en fatigue/fluage isotherme (pour la fatigue/fluage). Dans le cas du fluage, les durées de vie sont normalisées par la durée de vie maximum (218 heures) présentée à la figure 2.12(a).

saturation en cohérence avec ce qui a pu être obtenu par Giraud *et al.* [Giraud 13] sur l'alliage CMSX-4[®] lors d'une étude sur la cinétique de précipitation. Cette étude a montré qu'au-dessus de 0.33% de déformation plastique, le réseau de dislocations aux interfaces γ/γ' est stabilisé et il n'y aurait plus d'effet de la déformation plastique sur la précipitation, ce qui ne semble pas être le cas pour l'alliage MC2.

Ces réseaux d'interface favorisent la dissolution de la phase γ' et les dislocations présentes dans la matrice γ sont des sites préférentiels de précipitation. La différence entre les nombres de cycle où un ralentissement de la vitesse de déformation a été observé après la surchauffe (47 cycles contre 81 et 87 cycles) est donc probablement due à la stabilisation des réseaux d'interface qui favorisent la dissolution des précipités γ' , différente en fatigue/fluage comparativement au fluage. Il y a donc un fort couplage entre le phénomène de précipitation et le niveau de déformation plastique. Ainsi, une surchauffe n'aura pas le même impact sur le comportement et l'endommagement en fonction du niveau de déformation plastique lors de l'application de celle-ci. Il est donc important de déterminer le rôle joué par les précipités γ' tertiaires sur le comportement et l'endommagement du matériau ce qui fait l'objet de la discussion suivante.

Rôle des fins précipités tertiaires de γ'

Dans de nombreux essais, les fins précipités γ' qui précipitent dans les couloirs de matrice γ lors du refroidissement [Soucail 96, Babu 01, Brass 02] (figure 2.44) ont un rôle important vis-à-vis du comportement mécanique post-précipitation.

En effet, les essais répétés ont montré que l'influence de ces fins précipités tertiaires de γ' dépend de l'orientation cristalline de l'éprouvette à travers la valeur de la cission critique résolue sur les systèmes de glissement actifs. Leur impact avait déjà été étudié par Kakehi [Kakehi 00] lors de l'étude de l'influence de la taille des précipités γ' . L'auteur avait conclu que les précipités tertiaires de γ' jouaient un rôle plus important que les précipités initiaux (secondaires) pour renforcer la résistance du matériau en fluage à 700°C/820 MPa en homogénéisant la déformation et en évitant la création de rubans de dislocations cisailant γ et γ' par glissement simple de type $\langle 112 \rangle \{111\}$. En homogénéisant ainsi la déformation, il y a plus d'interactions entre les systèmes de glissement et donc plus de durcissement. Par ailleurs, les précipités tertiaires de γ' sont supposés modifier le mode de dissociation des dislocations dans la matrice en partielles de

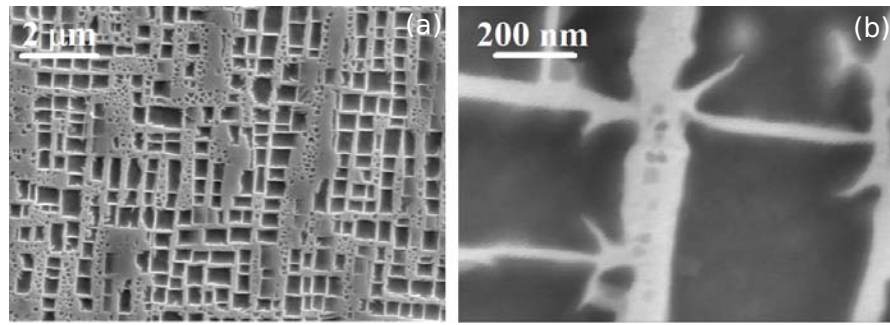


Figure 2.44 – Microstructures sur une coupe longitudinale obtenues par microscopie électronique à balayage en mode électrons secondaires après attaque chimique sélective de la phase γ' après une surchauffe de courte durée à 1200°C pendant 180 secondes à charge nulle suivie d'une trempe à l'air.

Shockley, i.e. ils influent directement sur les mécanismes de déformation de la phase γ (comme vu au chapitre 1).

Une structure bimodale de précipités est par ailleurs souvent considérée comme renforçante dans les superalliages aussi longtemps qu'elle n'a pas été dissoute et qu'elle réduit la taille des couloirs de matrice γ ou qu'elle n'est pas cisailée [Cailletaud 79, MacLachlan 00b, Cormier 07b, Cormier 08b]. Dans nos essais, un durcissement transitoire (diminution de la vitesse de déformation plastique) a été observé pour les éprouvettes orientées suivant $\langle 111 \rangle$ au cours des essais répétés et aussi pour les éprouvettes orientées suivant $\langle 001 \rangle$ sollicitées sous chargements alternés. Cependant, les caractérisations microstructurales pour les essais répétés ont révélé que la fine précipitation de γ' était encore présente à la fin des essais (voir les figures 2.36(b) et (c)). Ceci était aussi le cas pour l'orientation $\langle 001 \rangle$ où des "micro-radeaux" ont été observés à la fin de l'essai (figure 2.35(b) sans qu'aucun ralentissement de la vitesse de déformation n'est pu être noté (figure 2.34(b)). Cette constatation est d'autant plus surprenante que la fraction volumique de fins précipités présents en fin d'essai était plus importante pour l'essai suivant l'orientation $\langle 001 \rangle$ que pour les deux essais suivant $\langle 111 \rangle$ (table 2.8). Des mécanismes de déformation différents en fonction de la taille ou de l'orientation des précipités tertiaires de γ' sont probablement à l'origine de ces observations.

A des fins de compréhension, les cissions critiques résolues sur les systèmes de glissement actifs ont été estimées pour les orientations $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ (table 2.10 et Annexe H pour plus de détails).

| Orientation | Facteur de Schmid pour les systèmes octaédriques | Facteur de Schmid pour les systèmes cubiques | CCR pour les systèmes octaédriques (MPa) | CCR pour les systèmes cubiques (MPa) |
|-----------------------|--|--|--|--------------------------------------|
| $\langle 001 \rangle$ | 0.41 | 0 | 94 | 0 |
| $\langle 111 \rangle$ | 0.27 | 0.47 | 67 | 108 |

Table 2.10 – Récapitulatif des facteurs de Schmid maximaux pour les systèmes octaédriques et cubiques pour les orientations $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ ainsi que les Cissions Critiques Résolues (CCR) associées à chaque système pour la contrainte appliquée de 230 MPa.

La table 2.10 révèle que la cission critique résolue pour l'orientation $\langle 111 \rangle$ est plus faible pour les systèmes de glissement octaédriques. Nos expériences montrent donc que les systèmes octaédriques semblent être les seuls systèmes actifs à ce niveau de température [MacLachlan 01, Knowles 04, Vattré 10] pour les orientations $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ en permettant le cisaillement des

précipités pour la cission critique résolue la plus élevée (94 MPa) et le contournement pour la cission la plus faible (67 MPa).

En outre, il semble exister une contrainte limite nécessaire pour initier le cisaillement des précipités γ' ($\sigma \simeq 160$ MPa) dont l'existence a déjà été évoquée par Kear *et al.* [Kear 68]. Ceci est corroboré par le ralentissement de la vitesse de déformation post-surchauffe observé lors de nos essais de fatigue/fluage alternés à 160 MPa ainsi que lors d'un essai de fluage cyclé thermiquement (15 min à 1050°C/1 min à 1100°C/15 min à °C/1 min à 1150°C) à plus faible contrainte sous 120 MPa (CCR égal 49 MPa) (figure 2.45) [Cormier 10b]. Du fait de la fine précipitation de γ' , les auteurs ont pu observer une diminution de l'amplitude des sauts de déformation lors des surchauffes à 1100°C et 1150°C.

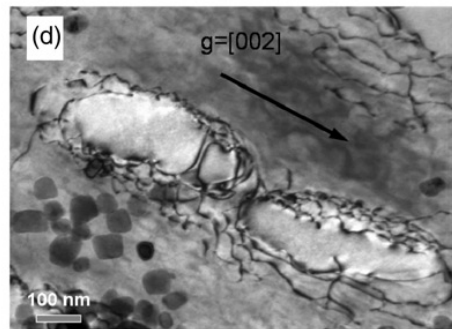


Figure 2.45 – Microstructure obtenue par MET en champ clair après 40 secondes à 1100°C au cours du 21^{ème} cycle. On peut y voir l'établissement d'un réseau de dislocations autour d'un micro-radeau, d'après [Cormier 10b].

Au-delà des considérations mécaniques de l'impact des précipités tertiaires de γ' sur le comportement, des considérations chimiques peuvent être évoquées. Comme il a déjà été mentionné pour les essais de fatigue/fluage alternés, la fraction volumique de précipités tertiaires de γ' est d'autant plus importante que la déformation plastique l'est. La différence de fraction volumique des fins précipités γ' à la fin des essais répétés pour les éprouvettes orientées suivant $\langle 111 \rangle$ avec une et deux surchauffe(s) permet de mettre en évidence cette dépendance à la déformation plastique (table 2.8). Cette dernière n'est pas due au temps de maintien thermique post-surchauffe qui sont proches dans les deux cas (8835 secondes après la surchauffe de l'essai avec une surchauffe et 7600 secondes après la dernière surchauffe de l'essai avec deux surchauffes) et qui auraient donc dissout les fins précipités dans les mêmes proportions. C'est donc le niveau de déformation plastique atteint lors de la seconde surchauffe (3.2% comparée à 1.75%) qui permet d'expliquer les différences de durée de ralentissement de la vitesse de déformation observées.

Il a été possible de déterminer le temps nécessaire à la reprise de la vitesse de déformation (table 2.6) par des calculs de temps caractéristiques de diffusion, sans prise en compte du niveau de déformation plastique. Ces derniers ont été effectués afin d'estimer le temps nécessaire à ce que les fins précipités tertiaires de γ' soient totalement dissouts par coalescence avec les précipités secondaires de γ' . La seconde loi de Fick, obtenue grâce à la modélisation du mouvement brownien, a été appliquée sous sa forme unidimensionnelle pour des raisons de simplicité. Le temps caractéristique de diffusion τ a pour expression typique :

$$\tau = \frac{d^2}{2D_i(T)} \quad (2.7)$$

où d représente la distance caractéristique de diffusion en mètre, $D_i(T)$ le coefficient de diffusion

de l'espèce i en $m^2.s^{-1}$.

Le coefficient de diffusion de l'élément i dans la solution solide de nickel a une forme de type Arrhenius (équation 2.8) :

$$D_i^{Ni}(T) = \exp\left(\frac{\Delta G_i^{Ni}(T)}{RT}\right) \quad (2.8)$$

où $D_i^{Ni}(T)$ est le coefficient de diffusion de l'élément i dans le nickel pur, $\Delta G_i^{Ni}(T)$ est la variation de l'enthalpie libre de l'élément i dans le nickel pur ($J.mol^{-1}$) et R la constante des gaz parfaits.

Les $D_i^{Ni}(T)$ pour les éléments d'alliage γ' -gènes sont donnés par [Karunaratne 00] :

$$\begin{aligned} \Delta G_{Al}^{Ni}(T) &= -14200 + RT \times \ln(1.71 \times 10^{-4}) \\ \Delta G_{Al}^{Ti}(T) &= -269267.07 - 68.81 \times T \\ \Delta G_{Al}^{Ta}(T) &= -226313 - 109.20 \times T \end{aligned} \quad (2.9)$$

Le calcul du temps caractéristique τ est basé sur l'élément γ' -gène ayant le coefficient de diffusion le plus faible ce qui correspond au tantale pour la température étudiée ($D_{Ta}^{Ni}(1050^\circ C) = 2.3 \times 10^{-15} m^2.s^{-1}$). La fraction volumique de γ' est supposée constante au cours du processus de diffusion. De plus, de manière à maximiser le temps obtenu, c'est le couloir le plus large observé à $1050^\circ C$ qui a été utilisé et dont la valeur est $5.6 \times 10^{-7} m$ (déterminée après l'essai de fatigue/fluage sur l'éprouvette orientée suivant $\langle 001 \rangle$). Ainsi, l'élément d'alliage γ' -gène doit parcourir la moitié de la largeur du couloir de matrice γ ce qui donne τ égal à 17.0 secondes. Cette valeur est deux ordres de grandeur inférieure au durcissement transitoire observé lors des essais de fatigue/fluage (figure 2.34), durcissement que nous attribuons aux fins précipités γ' tertiaires. Ainsi, des corrections du coefficient de diffusion doivent être considérées, comme Matan *et al.* l'ont déjà proposé [Matan 98]. Au lieu de n'envisager que la diffusion de l'élément γ' -gène dans une solution de nickel pur, les auteurs ont estimé la diffusion dans une structure complexe telle que celle des superalliages γ/γ' . Ainsi, le coefficient du nickel dans la phase γ' est donné par :

$$D_{Ni}'(T) = 1.9 \times 10^{-4} \exp\left(-\frac{295 \times 10^3}{RT}\right) \quad (2.10)$$

Le coefficient de diffusion d'un élément comme le titane ou l'aluminium, obtenu par des traceurs isotopes radioactifs, est trente fois plus faible et est donné par la relation :

$$D_{Al}'(T) = D_{Ti}'(T) = \frac{D_{Ni}'(T)}{30} \quad (2.11)$$

Le temps caractéristique de diffusion est alors égal à 2741 secondes ce qui est plus en accord avec les résultats obtenus (table 2.6). Ce temps est en adéquation avec le temps correspondant à la reprise de la vitesse de déformation qui coïncide alors avec la dissolution partielle des fins précipités γ' lors du maintien thermique à $1050^\circ C$. Une meilleure approximation du temps caractéristique de diffusion pourrait être obtenue en prenant en compte le niveau de plasticité dans le cas d'une modélisation de la diffusion assistée par les dislocations. Une approche par champs de phase couplée avec la déformation plastique pourrait alors être suivie.

2.3.5 Conclusion

Les essais de fatigue/fluage ont montré que les interactions entre sollicitations de fluage et de fatigue sont encore mal comprises dans le cas des superalliages monocristallins. L'étude a

en effet révélé, dans le cas de l'alliage MC2, que les essais de fatigue/fluage avec un long temps de maintien ont des durées de vie notablement plus faibles que la durée de vie de référence en fluage pur. Par ailleurs, l'importance de la microstructure fine sur le comportement mécanique et la durée de vie résiduelle de l'alliage post-surchauffé a aussi été mis en évidence tout comme en fluage pur. La présence de précipités γ' tertiaires a notamment un fort impact sur la réponse mécanique post-surchauffé du matériau. Ceux-ci conduisent à un ralentissement de la vitesse de déformation en interagissant avec les dislocations présentes dans la matrice γ en fonction de leur taille et de la valeur de la cission résolue sur les systèmes de glissement octaédriques. L'étude expérimentale sous chargement cyclique de fatigue et de fatigue/temps de maintien a montré qu'écoulements cinématique et isotrope doivent être considérés pour modéliser respectivement le déplacement et la variation d'amplitude de la surface seuil qui ont pu être observés. Ces écoulements devront dépendre de variables internes représentatives de la microstructure car une surchauffe semble influencer sur leurs évolutions.

Synthèse

La complexité du comportement mécanique des superalliages monocristallins vis-à-vis d'un chargement thermomécanique, tel qu'un trajet de chargement de fluage ou de fatigue/temps de maintien anisotherme avec une surchauffe proche de la température du solvus, a été mis en évidence.

L'étude expérimentale a notamment montré qu'une surchauffe de courte durée sous chargement de fluage à 1050°C peut avoir un effet bénéfique sur le comportement résiduel du superalliage de première génération MC2. Cet effet serait lié à la morphologie des précipités γ' , et donc au temps de pré-fluage, ainsi qu'à la valeur du désaccord paramétrique entre les deux phases γ et γ' à l'application de la surchauffe à 1200°C. En effet, une surchauffe rapide va conduire à une restauration des propriétés mécaniques par la diminution du désaccord paramétrique, effectif pour des surchauffes au delà de 1180°C. Un fort couplage existe entre la forme des précipités γ' , la température de surchauffe et le désaccord paramétrique. Ceci est également mis en évidence sous chargement de fatigue/fluage. Ces derniers apportent une nouvelle perception sur l'effet néfaste de l'interaction fatigue/fluage : contrairement à d'autres alliages monocristallins comme l'AM1, un chargement avec interaction de fatigue/temps de maintien est plus endommageant que le fluage pur dans le cas de l'alliage MC2 (abattement de la durée de vie environ égal à 6).

Concernant la réponse non-linéaire du matériau à une sollicitation mécanique à haute température, le phénomène de dissolution/précipitation des précipités γ' tertiaires dans les couloirs de matrice γ , induit par les surchauffes, a le même effet quel que soit le type d'essai : ces derniers jouent le rôle d'obstacle au mouvement des dislocations. Néanmoins, leur apport sur la résistance mécanique du superalliage, dépend de leur taille et de l'orientation cristallographique du monocristal vis-à-vis de la direction de la sollicitation qui va dicter le type de mécanisme de déformation en présence : contournement ou cisaillement.

Les essais de fluage et cycliques complexes ont mis en évidence la nécessité de coupler un écoulement cinématique à un écoulement isotrope, tous deux dépendant de variables internes représentatives de l'état microstructural, pour décrire le comportement mécanique non-linéaire des superalliages monocristallins sous chargement complexe avec et sans surchauffe de type O.E.I. Ces nouvelles modélisations seront développées au chapitre 4.

Évolutions microstructurales et modes endommagement en fluage à
haute température

Sommaire

| | |
|---|------------|
| Introduction | 121 |
| 3.1 Étude de l'influence de la phase intermétallique μ sur la micro- structure de l'alliage sous chargement de fluage | 121 |
| 3.1.1 Modélisations Éléments Finis | 123 |
| 3.1.2 Choix d'une loi de comportement pour la phase μ | 125 |
| 3.1.3 Exploitation du modèle numérique et comparaison avec l'expérience | 126 |
| 3.1.3.1 Microstructures γ/γ' en interaction avec des particules de phase μ | 126 |
| 3.1.3.2 Cas d'une aiguille isolée de phase μ | 127 |
| 3.1.3.3 Cas de deux particules μ parallèles | 131 |
| 3.1.3.4 Cas de trois particules μ présentant un angle de 112° entre elles | 133 |
| 3.1.3.5 Interactions complexes entre une particule de phase μ et deux pores | 133 |
| 3.1.3.6 Discussion | 133 |
| 3.1.4 Conclusion | 137 |
| 3.2 Endommagement phénoménologique par les pores sous charge- ment de fluage | 138 |
| 3.2.1 Présentation des essais | 138 |
| 3.2.2 Méthode de dépouillement | 139 |
| 3.2.3 Analyses tomographiques et endommagement mécanique | 140 |
| 3.2.3.1 Nucléation/croissance des pores en fluage à haute température | 144 |
| 3.2.3.2 Étude du phénomène de striction par des mesures tomogra- phiques à haute résolution | 147 |
| 3.2.3.3 Modèle d'endommagement en lien avec l'évolution de la po- rosité obtenue par tomographie X | 150 |
| Cumul linéaire du dommage de fluage | 151 |
| Cumul non-linéaire du dommage de fluage | 155 |
| 3.2.4 Conclusion | 156 |

| | | |
|------------|---|------------|
| 3.3 | Analyse de l'endommagement et de la dispersion à rupture en fluage isotherme | 157 |
| 3.3.1 | Dépouillement des essais et observations microstructurales | 158 |
| 3.3.2 | Résultats quantitatifs des analyses d'images | 159 |
| 3.3.3 | Discussion | 159 |
| 3.3.4 | Conclusion | 164 |
| | Synthèse | 166 |

Introduction

Le chapitre précédent a mis en évidence l'importance des évolutions microstructurales (morphologie des précipités γ' , précipitation tertiaire de γ' , désaccord paramétrique) sur le comportement et la durée de vie des superalliages monocristallins. Forts de ces observations, on se propose d'analyser l'endommagement des superalliages monocristallins qui ne serait pas seulement vu comme une discontinuité de la matière mais qui intégrerait également les évolutions microstructurales qui conduisent à un abaissement de la résistance du matériau au voisinage de certaines hétérogénéités. McLean *et al.* avaient déjà recensé trois classes d'endommagement toutes conduisant à une diminution de la section portante ou de la résistance du matériau [McLean 00] :

- Les endommagements induits par la déformation plastique, comme la nucléation/croissance de pores,
- Les endommagements induits par le vieillissement physique dû à la température, comme la coalescence de particules,
- Les endommagements induits par l'environnement, comme la rupture de la couche d'oxyde(s).

Ce chapitre ne traitera que des deux premières classes d'endommagement. L'influence de la précipitation de la phase intermétallique μ sur l'évolution microstructurale locale des précipités γ' sera d'abord étudiée par simulation éléments finis. L'évolution de la porosité en fluage à haute température, obtenue par analyse tomographique, sera ensuite reliée au dommage, au sens du mécanicien. La contribution de chaque mode d'endommagement précédemment étudiée sera alors proposée pour décrire la dispersion en fluage à haute température en prenant en compte la porosité, les phases intermétalliques ainsi que la zone dont la microstructure est modifiée par leur présence.

3.1 Étude de l'influence de la phase intermétallique μ sur la microstructure de l'alliage sous chargement de fluage

Dans le but d'optimiser sa résistance au fluage, le superalliage MC2 contient une proportion élevée de tungstène (W) et de molybdène (Mo) ce qui, en contrepartie, favorise la précipitation de la phase μ riche en tungstène [Pessah-Simonetti 94], phase dite "topologiquement compacte" ("*Topologically Close-Packed*"). Cette phase peut apparaître pour des durées d'exposition prolongées à haute température. Ainsi, nous l'avons observée sur les échantillons qui ont été sollicités en fluage jusqu'à rupture (figure 3.1).

Cette phase est souvent considérée comme endommageante (site d'amorçage de fissures) pour des températures inférieures ou égales à 950°C. Très peu d'études ont porté sur leur présence à des températures supérieures. Afin de caractériser localement l'impact des particules de phases μ sur la microstructure γ/γ' à haute température, le comportement de la phase μ a été identifiée par méthode inverse à l'aide de simulations par Éléments Finis (EF) destinées à corréler les modifications locales de microstructure (morphologie et orientation) aux variations des champs locaux de contrainte/déformation autour de la phase μ . Cette approche avait déjà été appliquée par Ohe *et al.* ou Kartal *et al.* dans le cas des carbures MC de l'Inconel 713C (figure 3.2) [Ohe 84, Kartal 12].

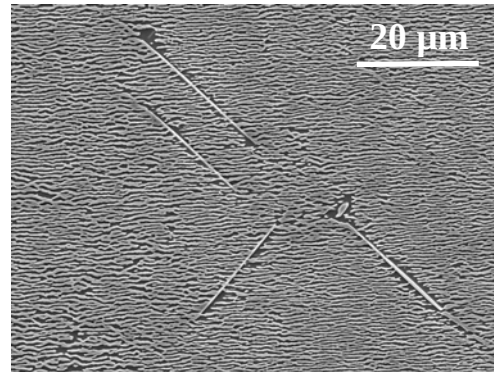


Figure 3.1 – Exemple de particules de phase μ observées par microscopie électronique à balayage en électrons secondaires et révélée par attaque sélective de la phase γ' après un essai de fluage isotherme à 1050°C/160 MPa de durée 218.6 heures.

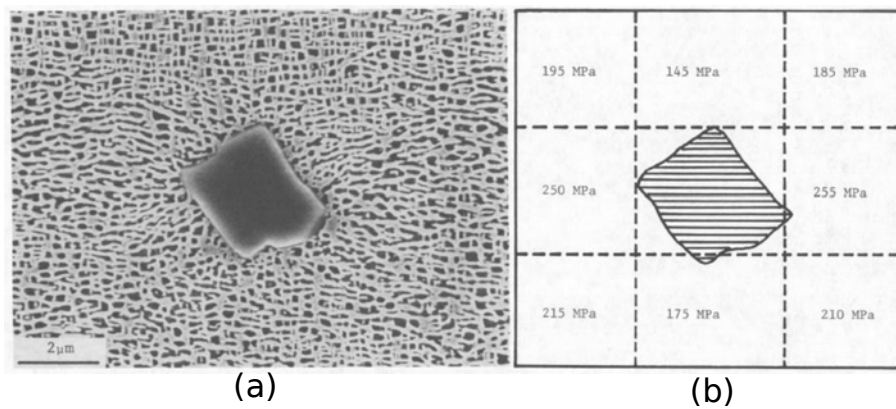


Figure 3.2 – (a) Exemple de microstructure γ/γ' inhomogène au voisinage d'un carbure MC après un essai de fluage isotherme à 850°C/205 MPa pendant 100 heures dans l'Inconel 713C et révélée par attaque sélective de la phase γ' , (b) estimation de la distribution de la contrainte locale autour du carbure MC obtenue par le facteur de forme du γ' , d'après [Ohe 84].

3.1.1 Modélisations Éléments Finis

Quatre configurations représentatives incluant une ou plusieurs particule(s) μ en aiguille ont été choisies à la suite d'observations microstructurales post-mortem conduites sur une éprouvette ayant subi un essai de fluage anisotherme à 160 MPa correspondant à $t_{pre}/t_{iso} = 0.021$ (surchauffe de 30 secondes à 1200°C après 4.65 heures de fluage à 1050°C) pour une durée de vie totale de 348 heures. Ces géométries ont été maillées par des éléments triangulaires quadratiques (15 nœuds par élément) afin d'obtenir une meilleure discrétisation du maillage au niveau des "pointes" des particules μ (voir l'insert de la figure 3.3(a)). La taille de maille a été ajustée en réalisant plusieurs calculs EF afin d'obtenir un résultat asymptotique vis-à-vis des contraintes principales dans les zones les plus déformées. Un modèle cristallin, présenté en détail dans la section suivante, a été utilisé pour les calculs éléments finis 3D qui ont été effectués en utilisant le programme *Z-Set*[®] développé par l'ONERA, Mines ParisTech et NW Numerics. Le logiciel *Paraview*[®] a été utilisé pour visualiser et tracer les résultats.

On supposera dans les analyses qui vont suivre que la durée de la surchauffe n'était pas suffisamment longue pour modifier la structure en radeaux γ/γ' observée en fin d'essai. En effet, les modifications microstructurales induites par une surchauffe de 30 secondes à 1200°C (dissolution de la phase γ' , restauration des structures de dislocations, etc.) disparaissent en moins de 10 heures pendant la période de post-fluage, i.e. bien avant la rupture finale [Cormier 07b, Cormier 10a]. De plus, les aiguilles de phase μ seront considérées présentes dès le début de l'essai puisque Rae *et al.* ont montré que sans charge appliquée, dans l'alliage RR2071, la phase μ précipite en 2 heures seulement à 1050°C, durée qui est bien inférieure à celle lors de nos essais [Rae 00]. Cette période de précipitation de la phase μ est sans doute encore plus courte étant donné que l'application d'une contrainte en fluage augmente la cinétique de précipitation [Embury 03] et de dissolution [Giraud 13].

Les quatre configurations étudiées au sein de l'alliage γ/γ' sont les suivantes :

- *Configuration 1* : une unique aiguille de particule μ' (voir la figure 3.3(a) comprenant 26460 éléments),
- *Configuration 2* : deux aiguilles de particules μ parallèles (voir la figure 3.3(b) comprenant 23640 éléments),
- *Configuration 3* : trois aiguilles de particules μ faisant un angle de 112° entre elles (voir la figure 3.3(c) comprenant 30498 éléments),
- *Configuration 4* : une aiguille de particule μ proche des deux pores (interaction TCP/pore) (voir la figure 3.3(d) comprenant 27051 éléments).

Un chargement uniaxial de 160 MPa a été appliqué au niveau de la partie supérieure des géométries considérées, alors que des conditions en déplacement ont été appliquées aux nœuds sur la partie opposée, afin d'éviter notamment les mouvements de corps rigide (figure 3.4). En dépit d'une légère désorientation de l'axe de chargement par rapport à l'orientation $\langle 001 \rangle$ de l'éprouvette testée (moins de 5°), un chargement uniaxial suivant l'axe vertical a été appliqué, axe correspondant à l'orientation cristallographique $\langle 001 \rangle$ de la structure γ/γ' dont les constantes d'élasticité à 1050°C ont été prises égales à $C_{11} = 170 \text{ GPa}$, $C_{12} = 111.7 \text{ GPa}$ et $C_{44} = G = 97.4 \text{ GPa}$ [Cormier 09]. Finalement, les particules de phase μ ont été introduites loin des conditions limites afin de satisfaire le principe de S^t Venant.

Dans la suite, σ_I dénotera la contrainte principale maximale dans le plan, σ_{II} la seconde contrainte principale dans le plan. σ_{III} (composante hors plan) ne sera pas prise en compte étant égale à zéro.

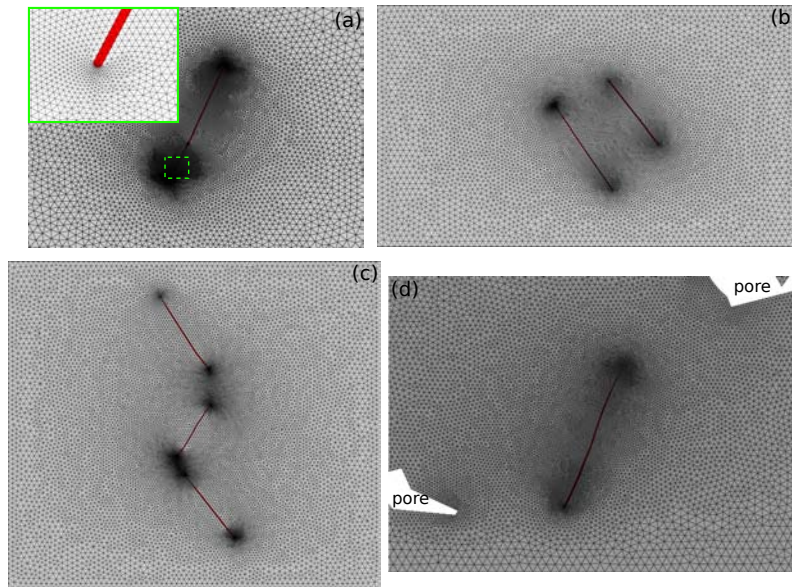


Figure 3.3 – Géométries et maillages utilisés lors des simulations EF : (a) aiguille isolée (*Configuration 1*), (b) aiguilles parallèles (*Configuration 2*), (c) aiguilles perpendiculaires faisant un angle de 112° entre elles (*Configuration 3*) et (d) une aiguille en interaction avec deux pores (*Configuration 4*).

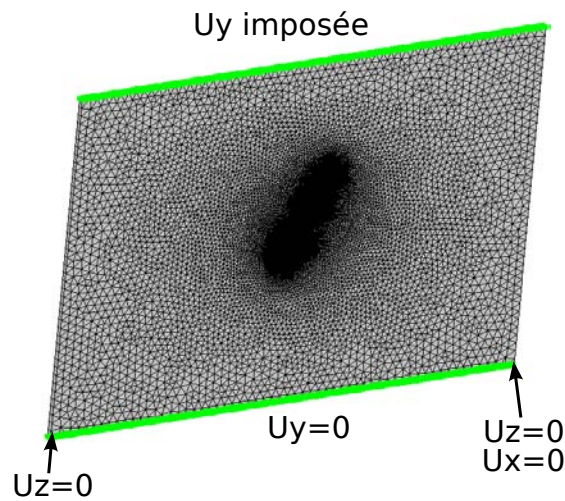


Figure 3.4 – Conditions limites utilisées pour les simulations éléments finis.

3.1.2 Choix d'une loi de comportement pour la phase μ

Une des principales difficultés a été de déterminer une loi représentative du comportement de la phase μ , essentiellement fragile pour des températures inférieures à 950°C et possédant le comportement d'un matériau céramique [Pessah-Simonetti 98, Sugui 10]. Très peu d'études ont été consacrées à ces phases appartenant à la classe des phases de Laves [Singh 72, Takeyama 91, Nie 08]. Il a donc fallu faire des hypothèses sur la valeur de certaines grandeurs caractéristiques. Le module d'élasticité de la phase μ à 1050°C a notamment été pris deux fois plus important que celui du MC2 car, à température ambiante, le module d'Young de la plupart des phases σ , qui sont similaires aux phases μ , est environ égal à 320-360 GPa [Thoma 01] alors que le module d'Young du superalliage MC2 est égal à 130 GPa [Cormier 06].

Concernant le comportement inélastique, Von Keitz *et al.* ont montré que pour des températures supérieures à 1000°C, les phases de Laves se déforment plastiquement [Von Keitz 02]. Yang *et al.* ont aussi observé que la phase μ produisait à son voisinage une déformation plastique élevée de la microstructure γ/γ' du superalliage monocristallin base nickel K465 au cours d'un essai de fluage à 1050°C [Yang 07]. Cette déformation dépend de la valeur de la température d'essai et de la valeur de la *Température de Transition Ductile Fragile* (TTDF). Ainsi, le modèle de comportement viscoplastique anisotrope choisi pour les calculs et susceptible de rendre compte de la structure cristalline rhomboédrique à laquelle appartient la phase μ est le modèle cristallin (équivalent à celui utilisé pour le MC2) et une loi d'écoulement de type Norton.

Pour l'alliage MC2, deux potentiels viscoplastiques sont considérés pour les systèmes de glissement octaédrique et cubique :

- Le premier potentiel est caractérisé par une loi d'écoulement de type Norton (équation 3.1), un écrouissage isotrope non-linéaire (équation 3.2) et deux écrouissages cinématiques non-linéaires (équation 4.22),
- Le second potentiel ne correspond pour sa part qu'à une loi de Norton sans écrouissage.

$$\dot{\gamma}^s = \left(\frac{|\tau^s - x_1^s - x_2^s| - r^s}{K} \right)^n \times \text{signe}(\tau^s - x^s) \quad (3.1)$$

$$\dot{r}^s = b \times (Q - r^s) \times \dot{\nu}^s \quad (3.2)$$

$$x^s = C\alpha^s \text{ avec } \dot{\alpha}^s = (\text{sign}(\tau^s - x^s) - D\alpha^s)\dot{\nu}^s \quad (3.3)$$

La phase μ possède quant à elle une structure cristallographique rhomboédrique dont les modes de déformation (systèmes de glissement, maclage, structure de cœur de dislocation,...) sont mal connus. Ainsi, un comportement isotrope a été considéré en premier lieu, par souci de simplicité. Néanmoins, une comparaison a été effectuée avec une loi anisotrope prenant en compte les mécanismes de déformation spécifiques de la phase μ [Carvalho 01] afin de déterminer quel est le paramètre prépondérant vis-à-vis des modifications locales de la microstructure γ/γ' : la loi de comportement choisie ou bien la configuration géométrique de la particule (figure 3.5). Cette loi considère le maclage et les systèmes pyramidaux comme des systèmes de glissement de la phase μ , comme l'ont montré Carvalho *et al.* dans le cas du Co_7W_6 , isomorphe à la phase μ [Carvalho 01]. Contrairement à la loi choisie pour le MC2, un unique potentiel a été utilisé sur chaque mode de déformation comprenant une loi d'écoulement de type Norton et un écrouissage isotrope constant.

Le choix de l'exposant n de la loi de Norton pour la phase μ a été dicté par les observations de Anton *et al.* sur les phases TCP à 1200°C qui ont conduit à un exposant n compris entre

2 et 4 [Anton 92]. Le paramètre de résistance K a quant à lui été choisi afin d'avoir une vitesse de déformation de la phase μ plus faible que celle du MC2. Ce paramètre a été ajusté dans le but d'obtenir numériquement une extension de la zone de concentration de contraintes similaire à celle observée expérimentalement autour d'une particule μ isolée (figure 3.6(a)). Cette extension est déterminée expérimentalement par la modification de la morphologie de la microstructure γ/γ' (épaississement, rotation des interfaces γ/γ') au voisinage des phases TCP comparativement aux zones où la microstructure de précipitation est homogène (table 3.1).

| Paramètres octaédriques γ/γ' | | Paramètres cubiques γ/γ' | | Paramètres de la phase μ | |
|--|-------------|--------------------------------------|-------------|------------------------------|-------------|
| Potentiel 1 | Potentiel 2 | Potentiel 1 | Potentiel 2 | Potentiel 1 | Potentiel 2 |
| n | 2n | n | 2n | n | n |
| K (MPa. h^{-1}) | 0.85K | 0.65K | 0.65K | 0.13K | 0.25K |
| C_1 (MPa) | | 0.11 C_1 | | | |
| D_1 | | 0.43 D_1 | | | |
| C_2 (MPa) | | 0.11 C_2 | | | |
| D_2 | | 0.43 D_2 | | | |
| R_0 (MPa) | | R_0 | | 0.25 R_0 | 0.25 R_0 |
| b | | 0.03b | | | |
| Q (MPa) | | 0.11Q | | | |

Table 3.1 – Valeurs des paramètres du modèle cristallin pour le MC2 (γ/γ') et des modèles viscoplastiques de la phase μ . Concernant la phase μ , le premier potentiel a été utilisé pour la loi viscoplastique isotrope et la contribution viscoplastique des systèmes de glissement pyramidaux, le second potentiel a été considéré pour la contribution viscoplastique liée au maillage.

Les simulations considérant une loi cristalline et isotrope pour la phase μ donnent des résultats similaires en ce qui concerne la forme globale de l'évolution de la contrainte de Von Mises le long du chemin tracé en blanc et traversant les particules de phase μ sur la figure 3.5(d). Ce n'est pas le cas avec la loi de comportement purement élastique pour laquelle l'évolution de la contrainte de Von Mises ne permet pas de rendre compte des modifications de microstructure γ/γ' observées sur la figure 3.6(b), contrairement aux deux autres simulations. Ainsi, une loi élasto-viscoplastique pour la phase μ semble pertinente et c'est la géométrie qui paraît être le paramètre prépondérant pour expliquer les modifications du champ local de contrainte/déformation autour de la particule de phase μ et donc les modifications de la microstructure. Par la suite, seule la loi isotrope sera considérée dans un souci de simplification.

3.1.3 Exploitation du modèle numérique et comparaison avec l'expérience

3.1.3.1 Microstructures γ/γ' en interaction avec des particules de phase μ

Toutes les simulations ont été comparées aux observations microstructurales afin de rendre compte de la pertinence des choix faits à la fois d'un point de vue qualitatif et quantitatif (figure 3.6). Les trois premières configurations ont été étudiées dans la section utile de l'éprouvette, loin de la zone de striction, alors que la dernière configuration a été étudiée au voisinage de la surface de rupture ($\simeq 0.5$ mm). Dans la figure 3.6, les triangles numérotés correspondent à des aires où l'épaisseur moyenne des radeaux de γ' a été déterminée par analyse d'image et dont les résultats sont présentés dans la table 3.2. Des segments numérotés ont aussi été introduits dans la figure 3.6. Ces segments correspondent aux directions où il y a, soit une variation importante

3.1. Étude de l'influence de la phase intermétallique μ sur la microstructure de l'alliage sous chargement de fluage

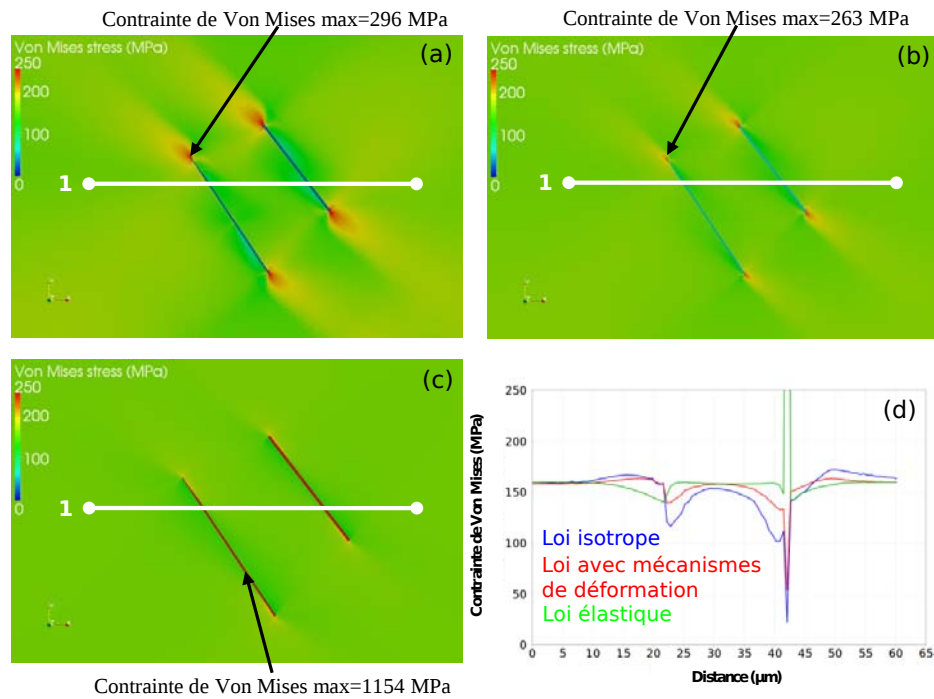


Figure 3.5 – Contraintes de Von Mises (MPa) obtenues en fin de simulation de fluage à 1050°C/160 MPa pendant 348 heures pour la loi isotrope (a), la loi cristalline avec prise en compte des mécanismes de déformation (maclage et systèmes pyramidaux) (b) et la loi élastique (c). Le graphique (d) représente l'évolution de la contrainte de Von Mises le long des chemins blancs numérotés 1 sur les figures (a), (b) et (c).

de l'épaisseur des radeaux γ ou des couloirs de γ' , soit une forte différence de la microstructure avec celle observée loin des phases μ . Les longueurs correspondent donc à l'extension de la zone présentant une microstructure modifiée. Ces segments ont été introduits de la même manière dans les simulations numériques afin de comparer simulations et expériences (table 3.3).

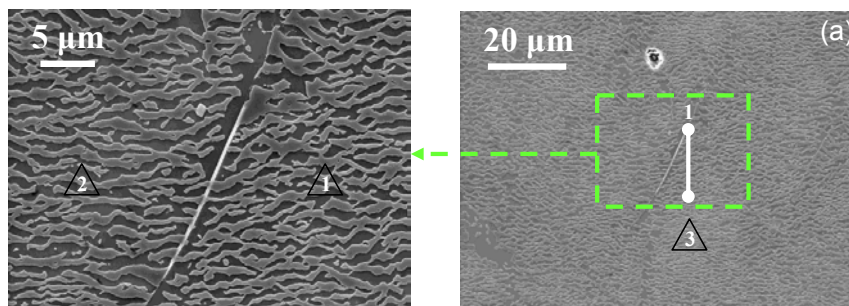
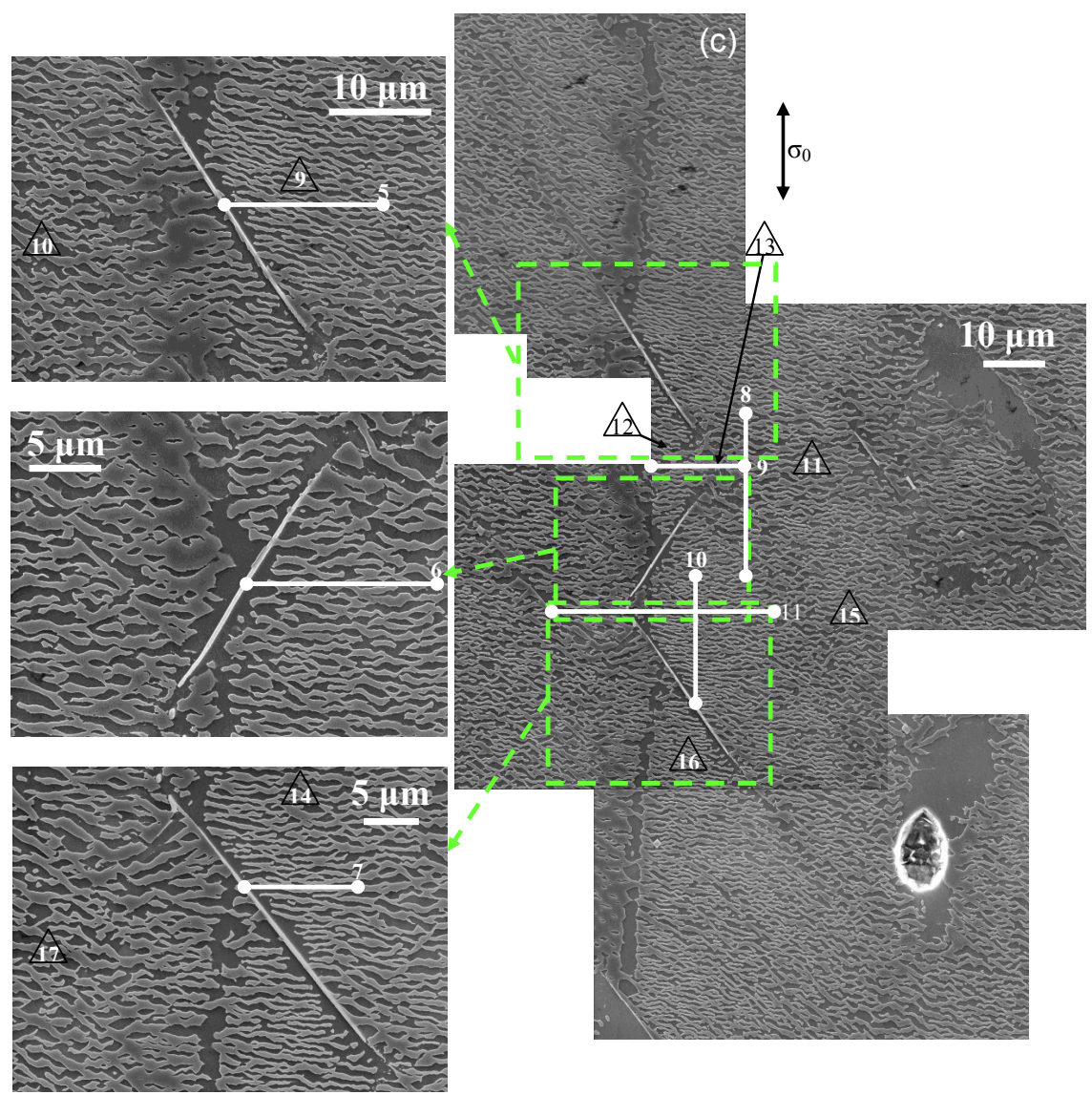
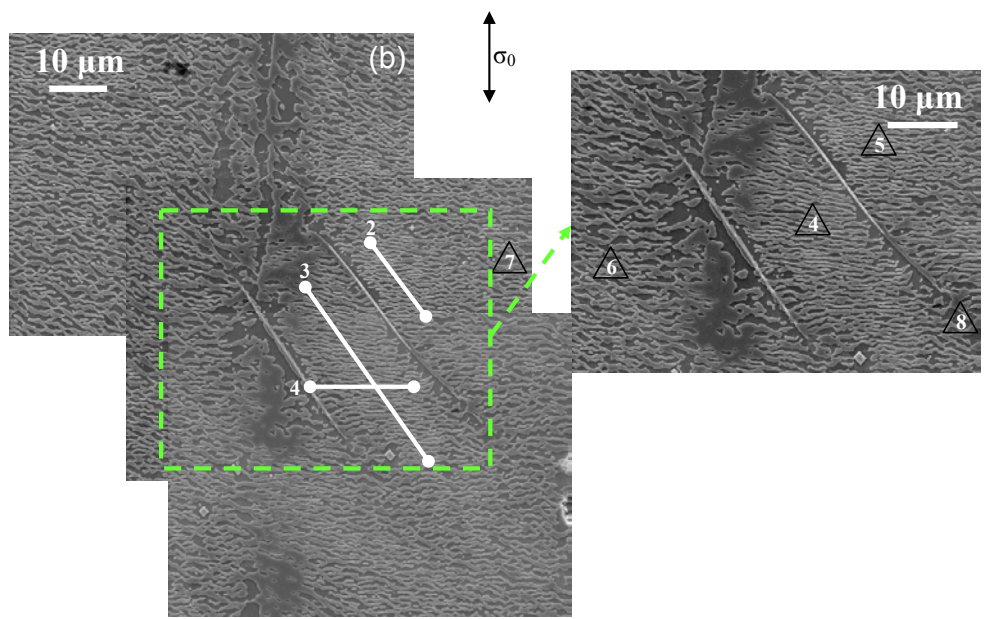


Figure 3.6 – Images (a).

3.1.3.2 Cas d'une aiguille isolée de phase μ

Pyczak *et al.* ont étudié deux alliages et ont caractérisé, par des mesures EBSD (" *Electron BackScatter Diffraction*"), la distorsion de la maille cristalline γ/γ' induite par la précipitation de la phase TCP μ [Pyczak 00]. Les auteurs ont montré que sur l'alliage ne comportant pas de rhénium, la distorsion de cisaillement induite par la phase μ disparaissait à une distance de 0.8 à 1.0 μm de la particule. Cette faible valeur est due au fait que, dans leur expériences,



tel-00834830, version 1 - 17 Jun 2013

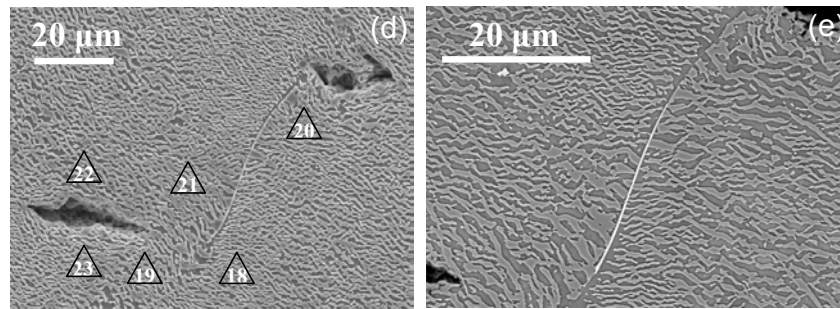


Figure 3.6 – Différentes observations microstructurales obtenues par microscopie électronique à balayage en électrons secondaires pour les images (a), (b), (c) et (d) et en rétrodiffusés pour l'image (e) après un essai de fluage de 348 heures à 1050°C/160 MPa. Quatre cas sont ici considérés : l'aiguille isolée (a), les aiguilles parallèles (b), les aiguilles perpendiculaires ayant un angle de 112° entre elles (c) et une aiguille seule en interaction avec deux pores (d) et (e). Les triangles numérotés correspondent aux zones analysées où l'épaisseur moyenne des radeaux de γ' a été mesurée. Les segments blancs mettent en évidence les gradients d'épaisseur de la microstructure γ/γ' .

| | | | | | | | | | |
|---|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Zone analysée | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
| Épaisseur moyenne des radeaux γ' (μm) | 1.25 | 1.26 | 1.12 | 0.68 | 0.65 | 0.92 | 0.96 | 1.03 | 0.84 |

| | | | | | | | | | |
|---|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Zone analysée | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 |
| Épaisseur moyenne des radeaux γ' (μm) | 1.10 | 1.11 | 0.94 | 1.22 | 0.79 | 1.04 | 0.73 | 1.16 | 0.97 |

| | | | | | |
|---|------|------|------|------|------|
| Zone analysée | 19 | 20 | 21 | 22 | 23 |
| Épaisseur moyenne des radeaux γ' (μm) | 1.21 | 1.26 | 1.25 | 1.19 | 1.10 |

Table 3.2 – Épaisseur moyenne des radeaux γ' dans les différentes zones analysées, numérotées et repérées par des triangles dans la figure 3.6.

| | | | | | | | | | | | |
|---------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Numéro de ligne | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| Expérimentale (μm) | 20.9 | 15.4 | 37.3 | 18.9 | 15.5 | 13.4 | 10.2 | 22.6 | 14.3 | 21.1 | 35.6 |
| Numérique (μm) | 15.5 | 12.3 | 31.2 | 19.2 | 12.5 | 14.7 | 12.1 | 18.1 | 13.5 | 23.1 | 35.0 |

Table 3.3 – Longueurs expérimentales des segments numérotés dans la figure 3.6 comparées aux longueurs numériques obtenues par les évolutions des contraintes de Von Mises déterminées par simulation EF sur des chemins identiques aux segments expérimentaux.

la phase μ est obtenue par un vieillissement purement thermique en l'absence de chargement mécanique du matériau dans lequel des déformations plastiques sont générées pour accommoder les contraintes de cohérence locales. Dans le cas d'un essai de fluage, les contraintes de cohérence sont totalement relaxées à la fin du fluage primaire (10 heures dans les conditions expérimentales 1050°C/160 MPa) ce qui est négligeable comparativement au temps total considéré lors de la simulation numérique. Cela pourrait ainsi expliquer que les contraintes de cisaillement soient plus élevées dans notre simulation (figure 3.7(d)).

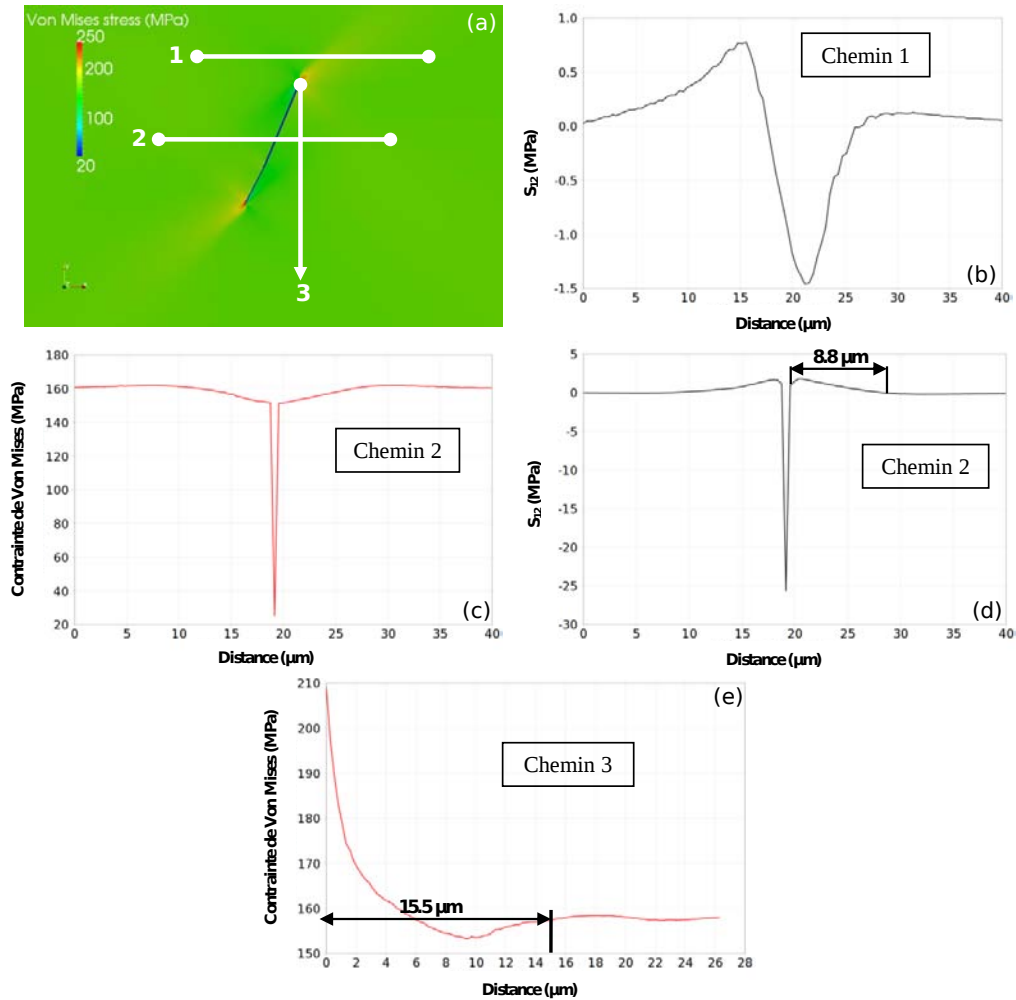


Figure 3.7 – Analyses de la simulation numérique réalisée pour le cas de la particule μ isolée : (a) Champ de contrainte de Von Mises (MPa) obtenu en fin de simulation et (b)-(e) Évolutions des contraintes de cisaillement et de Von Mises le long des chemins définis en (a). Les distances caractéristiques inscrites sur les courbes sont reportées dans la table 3.3.

La microstructure γ/γ' , obtenue par MEB (figure 3.6(a)), montre que la taille de la zone perturbée, correspondant à des radeaux γ' plus épais le long du chemin 1, est d'environ 21 μm alors que le calcul prévoit une forte variation du champ de contrainte sur une distance de 16 μm (table 3.3), donc plus faible que celle obtenue expérimentalement. On peut aussi noter que l'amplitude numérique de la surcontrainte est équivalente de part et d'autre de la particule μ (figure 3.7(c)), ce qui correspond à une épaisseur équivalente de la microstructure γ/γ' (figure 3.6(a) et les numéros de zone 1 et 2 de la table 3.2). Ce résultat est cohérent avec le fait qu'une corrélation existe entre un niveau de contrainte et une épaisseur de radeaux γ' .

L'orientation des radeaux, dont la modification est connue pour être un marqueur de l'endommagement, peut aussi être obtenue par analyse des directions et des amplitudes des vecteurs des contraintes principales [Cormier 09]. La figure 3.8 montre que la contrainte principale maximale est dirigée suivant l'axe de sollicitation et est beaucoup plus importante que la seconde contrainte principale. L'orientation des radeaux va donc être perpendiculaire à la contrainte principale maximale. On peut aussi noter que, même si l'extrémité de l'aiguille de phase μ est tortueuse et difficile à modéliser numériquement, celle-ci ne semble pas avoir influencé l'évolution de la microstructure à son voisinage. En conséquence, le champ de contrainte local prévoit que les radeaux vont être perpendiculaires à l'axe de sollicitation ce qui est bien observé expérimentalement (figure 3.6(a)). Ainsi, une aiguille de phase μ isolée ne semble pas déstabiliser la microstructure à son voisinage ce qui conduit à adoucir le comportement en fluage [Epishin 01, Caron 08, Arnoux 09]. Dans ce cas, il n'y aurait donc pas de répercussion notable de la présence d'une aiguille μ isolée sur le comportement global du matériau à haute température.

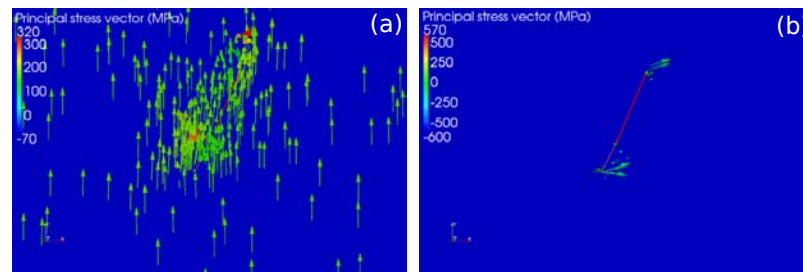


Figure 3.8 – (a) Contrainte principale maximale et (b) Contrainte principale secondaire pour le cas de la particule μ isolée.

3.1.3.3 Cas de deux particules μ parallèles

L'analyse des champs de contrainte de Von Mises indique des perturbations de l'épaisseur des radeaux le long des chemins tracés à la figure 3.9(a).

Ces chemins mettent en évidence des distances caractéristiques de forte variation de la microstructure (figures 3.9(b), (c) et (e)). Le chemin 1 met par exemple en évidence une distance caractéristique de variation de la contrainte locale égale à $31.2 \mu\text{m}$ alors que l'observation expérimentale donne $37.3 \mu\text{m}$ (segment 3 de la table 3.3). En plus de l'obtention de ces distances caractéristiques, les augmentations/diminutions de la largeur des couloirs de matrice γ le long des chemins peuvent être déterminées. Le chemin 3 (figure 3.9(d)) montre qualitativement que les épaisseurs de radeaux sont plus faibles entre les deux particules de phase μ (contrainte de Von Mises inférieure à 160 MPa) que sur leur extérieur, ce qui a pu aussi être observé expérimentalement (zones numérotées 4 et 6 de la table 3.2).

Par ailleurs, la figure 3.10 permet d'expliquer l'orientation des radeaux au voisinage des phases μ . En effet, au niveau des pointes des aiguilles de phases μ , le champ de contrainte est quasi-uniaxial (σ_I étant beaucoup plus élevé que σ_{II}). Ainsi, les radeaux de γ' sont normaux à σ_I qui est localement incliné par rapport à l'axe vertical, ce qui implique leur désorientation. Ceci est cohérent avec l'observation expérimentale de l'orientation des radeaux (figure 3.6(b)). Cependant, les bandes de ré-orientation des radeaux, observées dans le prolongement des pointes, ne sont pas prévues par les simulations numériques.

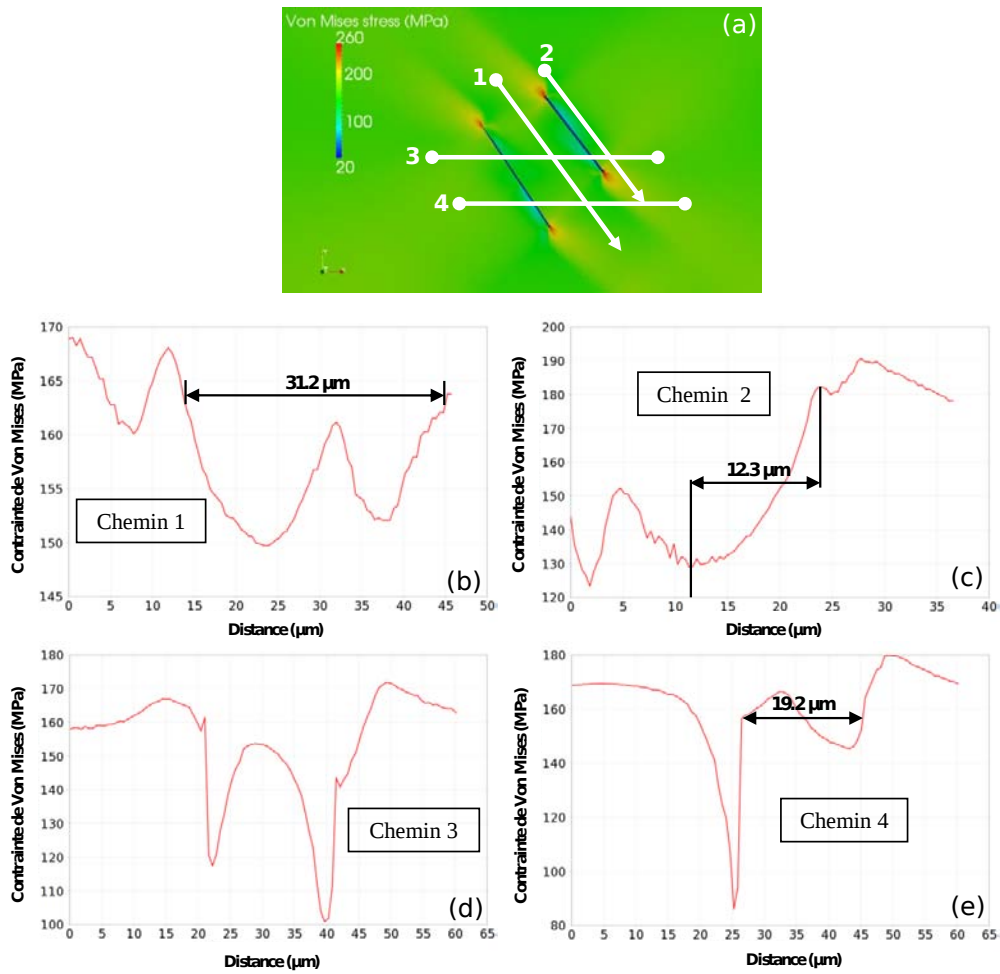


Figure 3.9 – Analyse de la simulation numérique réalisée dans le cas des deux phases μ parallèles : (a) Champ de contrainte de Von Mises (MPa) obtenu en fin de simulation, (b)-(e) Évolutions des contraintes équivalente de Von Mises le long des chemins définis en (a). Les distances relevées sur les courbes et correspondantes à des variations de la contrainte locale sont reportées dans la table 3.3.

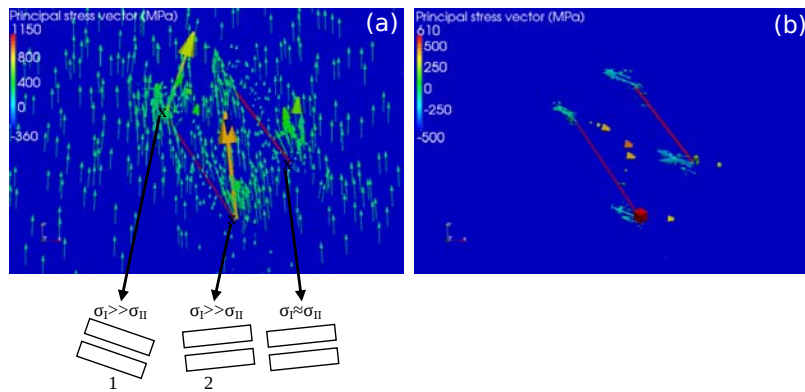


Figure 3.10 – (a) Contrainte principale maximale et (b) Contrainte principale secondaire pour la configuration de deux phases μ parallèles.

3.1.3.4 Cas de trois particules μ présentant un angle de 112° entre elles

Dans ce cas aussi, les simulations numériques sont en accord avec les observations microstructurales à la fois sur les gradients de microstructure (figure 3.11 et table 3.3) et sur l'orientation locale des radeaux induite par les gradients de contraintes (voir figure 3.12). En effet, l'orientation des radeaux prévue par l'analyse des contraintes principales correspond à ce qui a pu être observé expérimentalement, à l'exception, comme dans le cas avec les deux phases μ parallèles, des bandes de ré-orientation des radeaux observées dans le prolongement des particules de phase μ (figure 3.6(c)). L'interaction entre plusieurs particules μ vient alors perturber, dans une plus forte proportion, la microstructure γ/γ' .

3.1.3.5 Interactions complexes entre une particule de phase μ et deux pores

On se propose d'étudier un cas complexe : l'interaction entre une particule de phase μ et deux pores. Ce cas est représentatif de ce qui est observé expérimentalement dans de nombreux alliages où des phases TCP sont des sites préférentiels de nucléation de pores [Reed 07a]. L'observation MEB a été réalisée dans la zone de striction de l'éprouvette fluée (figures 3.6(d) et (e)) où la microstructure est fortement perturbée du fait d'une déformation plastique importante ($\varepsilon_p \simeq 5.9\%$). Malgré ce fort niveau de déformation, l'analyse des évolutions locales de la contrainte équivalente de Von Mises (figure 3.13 et table 3.2) permet de prévoir à nouveau correctement les évolutions microstructurales.

Une analyse plus précise de l'influence de l'extrémité de la particule de phase μ sur l'orientation locale des radeaux de γ' a été faite entre le pore de gauche de la figure 3.13(a) et la phase μ . Cette analyse montre que l'orientation de la structure en radeaux de γ' (figure 3.14) est correctement prévue lorsque celle-ci n'est pas analysée trop près du pore (troisième composante dans la figure 3.14(a)). La géométrie 3D des pores semble donc avoir une forte influence sur les champs locaux de contrainte/déformation.

3.1.3.6 Discussion

Des analyses fines des champs de contraintes locaux au voisinage de particules aiguillées de phase μ permettent d'expliquer les modifications microstructurales locales de la structure en radeaux γ/γ' , à la fois en termes d'épaisseur et d'orientation. Le long de tous les chemins étudiés dans les calculs effectués par éléments finis, réalisés avec une loi de comportement physiquement admissible pour la phase μ à 1050°C (figures 3.7, 3.9, 3.11), le minimum de la contrainte équivalente de Von Mises coïncide avec l'épaisseur minimale des radeaux de γ' . Un tel résultat est cohérent avec de précédentes études faites sur d'autres alliages [Svoboda 96, Kamaraj 98, Serin 04] et sur le MC2 [Cormier 09] et dédiées à établir l'influence de l'état de contrainte local sur l'évolution morphologique de la phase γ' . Ces études ont montré que, dans le cas d'un essai de fluage pur, plus le niveau de contrainte appliqué est important, plus la vitesse de mise en radeaux [Svoboda 96, Kamaraj 98] ou l'élargissement des couloirs de matrice γ [Serin 04] est accélérée. De ce fait, une contrainte plus élevée entraîne une densité de dislocations plus importante aux interfaces γ/γ' ce qui facilite les mécanismes de diffusion [Pollock 94, Paris 97].

Cependant, le lien entre l'élargissement des couloirs de matrice γ et la contrainte appliquée n'est pas aussi claire pour une microstructure en radeaux déjà bien établie. Mackay *et al.* [MacKay 85] ont en effet observé que l'épaisseur des radeaux γ' ne subit une modification majeure que dans le domaine du fluage tertiaire. Ce résultat est comparable à celui de Reed *et al.* [Reed 07a] qui ont observé une augmentation de l'épaisseur des radeaux γ' uniquement

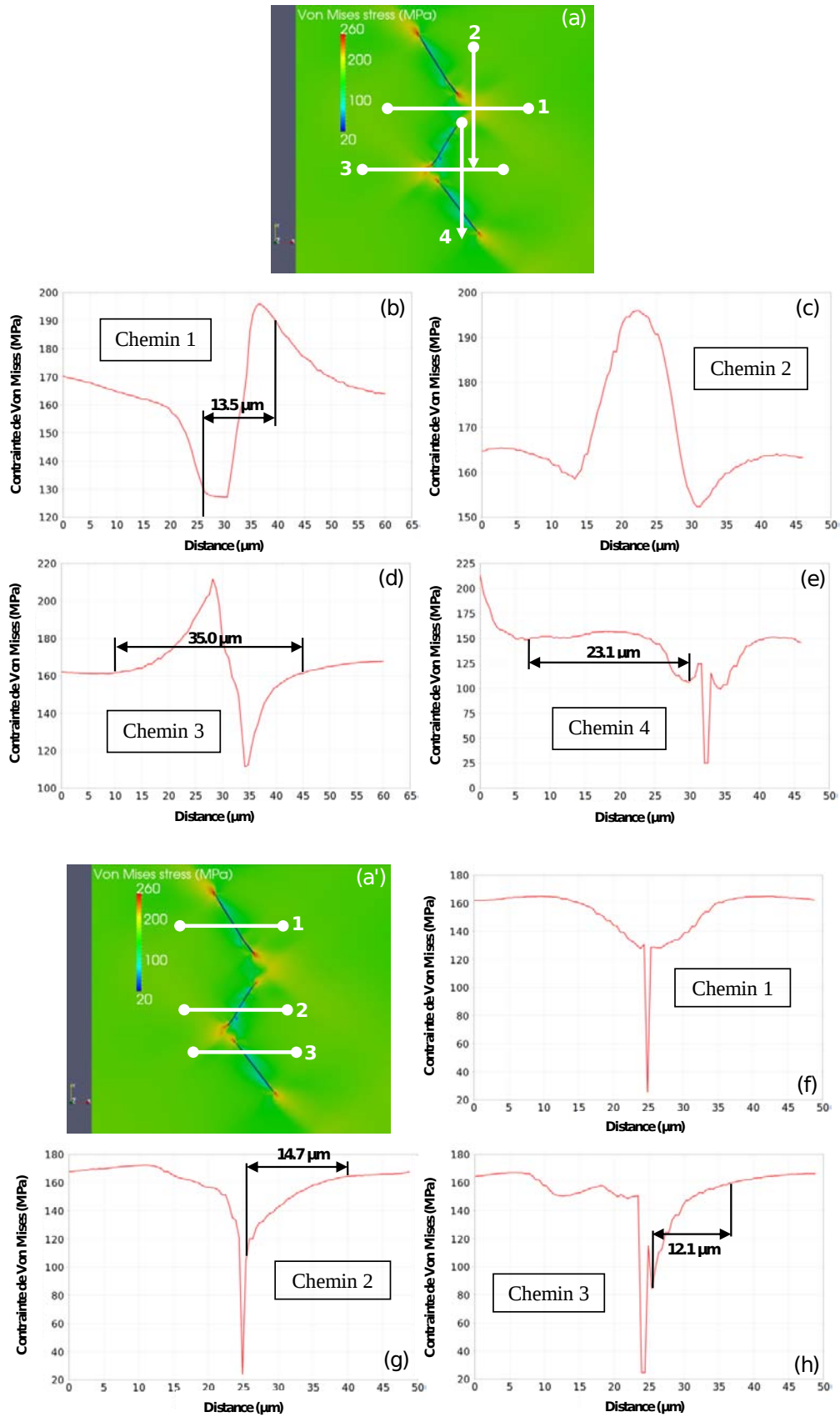


Figure 3.11 – Analyse de la simulation numérique pour le cas des trois phases μ présentant un angle de 112° entre elles : (a) et (a') Champ des contraintes de Von Mises (MPa) obtenu en fin de simulation et (b)-(e) et (f)-(h) Évolutions de la contrainte équivalente de Von Mises le long des chemins définis respectivement en (a) et (a'). Les distances caractéristiques sur les courbes sont reportées dans la table 3.3.

3.1. Étude de l'influence de la phase intermétallique μ sur la microstructure de l'alliage sous chargement de fluage

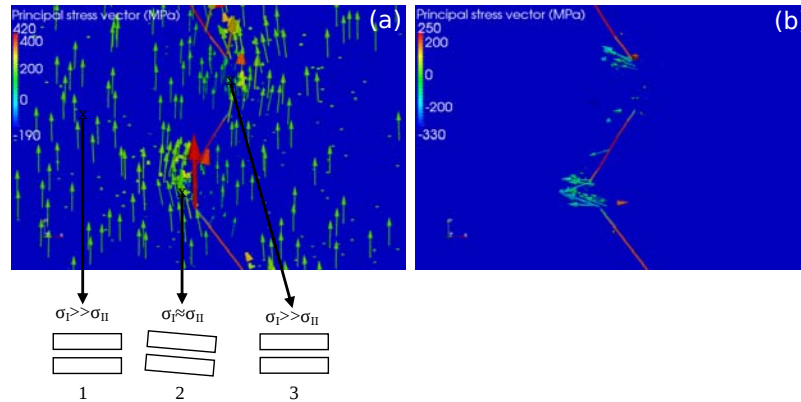


Figure 3.12 – (a) Contrainte principale maximale et (b) Contrainte principale secondaire pour la configuration de trois phases μ présentant un angle de 112° entre elles.

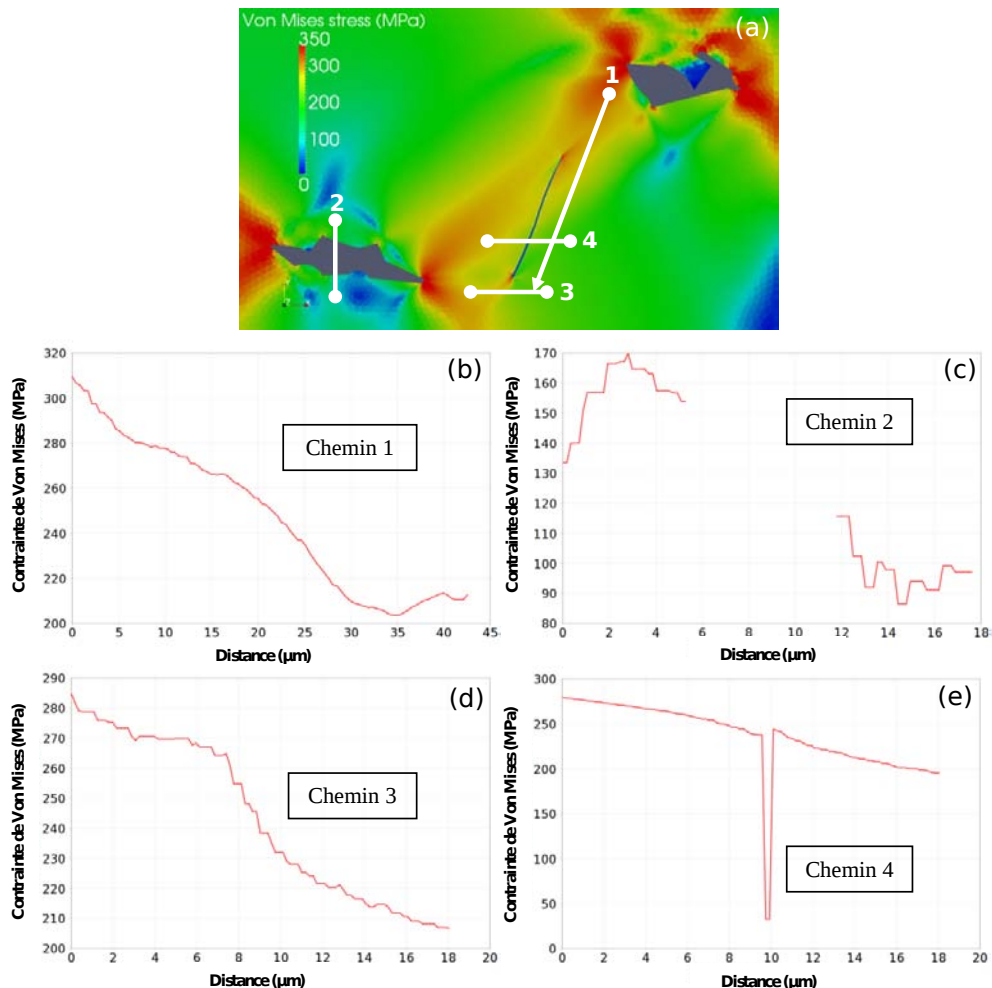


Figure 3.13 – Analyses de la simulation numérique pour le cas complexe d'une interaction entre une particule de phase μ et deux pores : (a) Champ de contrainte de Von Mises (MPa) obtenu en fin de simulation, (b)-(e) Évolutions des contraintes équivalente de Von Mises le long des chemins définis en (a).

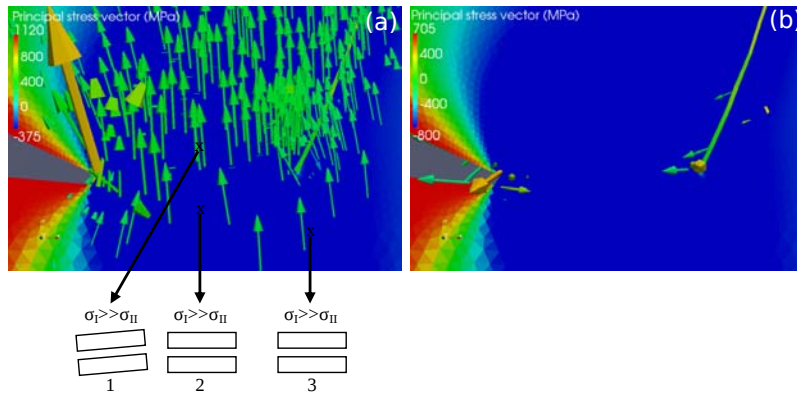


Figure 3.14 – (a) Contrainte principale maximale et (b) Contrainte principale secondaire pour la configuration où il y a interaction entre une particule de phase μ et deux pores. Les vues se situent au niveau du pore situé à gauche sur la figure 3.13(a).

dans la zone de striction de l'éprouvette. Ces auteurs concluent donc que l'épaississement de la phase γ' est assisté seulement par une forte déformation plastique, telle que celle obtenue en fluage tertiaire. C'est pour cette raison que les résultats des calculs par éléments finis ont été analysés en toute fin d'essai lorsque la déformation plastique est maximale (sans intégrer d'endommagement dans la simulation). Ces résultats nous ont permis de tracer l'évolution de l'épaisseur moyenne des radeaux de γ' obtenue par analyse d'image en fonction de la contrainte équivalente moyenne de Von Mises obtenue par calcul (figure 3.15). Comme attendu, l'épaisseur moyenne des radeaux de phase γ' augmente avec la contrainte locale.

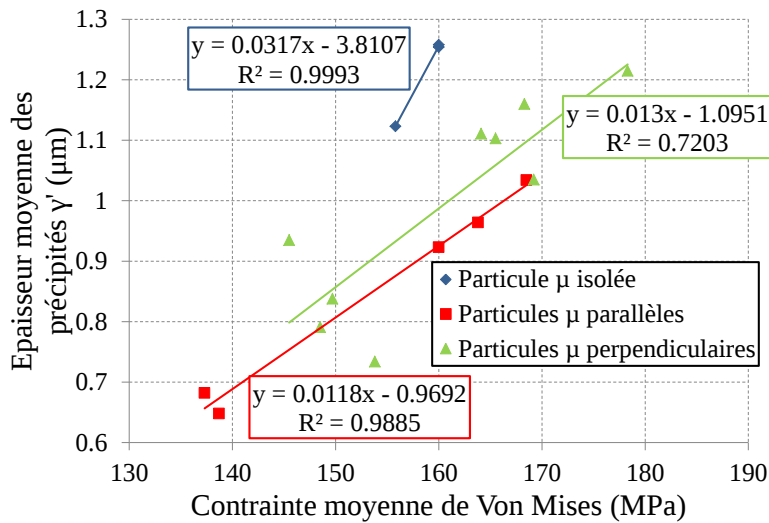


Figure 3.15 – Épaisseur locale moyennée de la structure γ' (μm) en fonction de la contrainte équivalente (MPa) calculée pour les différents cas étudiés et corrélé, dans chaque cas, par une régression linéaire.

Les cas étudiés ont montré que l'orientation locale des radeaux γ' est correctement prévue sauf pour la configuration où il y a interaction entre une phase μ et deux pores, spécifiquement au niveau des extrémités des particules μ et des pores. Ceci pourrait être dû aux facteurs suivants :

- La forme 3D des pores n'est pas considérée, ce qui pourrait avoir une influence majeure sur le calcul du champ local de contraintes [Cormier 09],

- Les observations de cette configuration ont été faites dans une zone hautement déformée de l'éprouvette où des rotations cristallines locales et des localisations modifient le champ local de contraintes appliquées en le rendant multiaxial. Qui plus est, il a été récemment établi qu'une mise en radeaux désorientée de γ' peut apparaître quand un haut niveau de déformation plastique est atteint ($\varepsilon_p > 10\%$) [Touratier 09]. Ce fort niveau de déformation plastique n'est cependant pas atteint à la fin des simulations numériques ($\varepsilon_{p\ max} = 4.1\%$). Néanmoins, le niveau de déformation plastique atteint est suffisant pour prendre en compte la rotation du cristal (et donc des radeaux) qui survient pour des niveaux de déformation proches de 2% via un effet de structure.

Les simulations échouent aussi à prévoir les bandes de cisaillement observées dans le prolongement des phases μ (figures 3.6(b) et (c)) et qui peuvent aussi être vues dans les éprouvettes ayant un revêtement MCrAlY [Cormier 06] (figure 1.41). Ce phénomène est considéré comme déclencheur du fluage tertiaire pour les éprouvettes testées à 1050°C. Le cadre de la plasticité cristalline aurait pu correctement prévoir ces bandes de réorientation puisque, par nature, la déformation plastique est limitée aux systèmes de glissement actifs. En dépit d'une loi cristalline pour la structure γ/γ' et de paramètres physiquement admissibles pour la phase μ , le champ de contrainte induit par la géométrie est trop localisé (au niveau des pointes) pour établir un lien clair entre les mécanismes de déformation et la microstructure. De plus, des processus de déformation encore plus complexes sont probablement la cause de telles bandes de déformation et nécessitent des études supplémentaires.

Néanmoins, un scénario possible pourrait être la présence d'un fort champ mécanique au niveau des extrémités des particules aiguillées de phase μ , ce qui désoriente une portion de radeau et provoque l'accumulation de dislocations, ou "*pile-ups*", aux extrémités du radeau désorienté. Ceci va entraîner la rotation du radeau suivant et ainsi de suite de proche en proche (comme prévu par les simulations par éléments finis). Epishin *et al.* [Epishin 01] ont d'ailleurs proposé ce mécanisme pour expliquer l'inversion topologique de phase pour des conditions de température où le taux de phase γ' est supérieur à 50%.

En effet, les "*pile-ups*" sont connus pour créer de nouvelles terminaisons et induire une inclinaison locale des radeaux de γ' . Ce mécanisme pourrait alors se propager de radeau en radeau pour finalement aboutir à des bandes de ré-orientation des radeaux.

3.1.4 Conclusion

Des lacunes existent encore concernant la prévision de l'orientation des radeaux, lorsque le niveau de déformation plastique atteint une valeur trop importante, ou bien concernant la prévision des bandes de ré-orientation des radeaux dans le prolongement des aiguilles de phase μ . Cependant, la prévision de l'épaississement des radeaux, souvent considéré comme un marqueur de l'endommagement microstructural via l'augmentation locale de l'intensité des champs de contrainte et de déformation, est, quant à elle, efficace. C'est pour cette raison que l'influence d'une particule de phase μ sur la microstructure sera prise en compte, en la considérant comme endommageante, dans la troisième partie de ce chapitre dédiée à la dispersion en fluage à haute température.

3.2 Endommagement phénoménologique par les pores sous chargement de fluage

On se propose dans ce paragraphe d'étudier l'évolution de la porosité au cours d'essais de fluage à haute température afin de mieux comprendre le processus d'endommagement par la nucléation/croissance de cavités. Pour ce faire, la technique de la tomographie d'absorption a été utilisée afin de déterminer l'évolution de la fraction volumique de pores à trois températures différentes et à trois niveaux de contrainte par température d'essai.

Cette technique permettra de caractériser la cinétique de croissance et de nucléation des pores ainsi que le mécanisme de localisation de la déformation en fluage menant à la striction. On s'attachera aussi à vérifier que l'évolution de la variable de dommage, initialement introduite par Kachanov [Kachanov 60] et fréquemment utilisée pour décrire le dommage lors du fluage [Leckie 77, Rees 87, Hyde 96, Zhu 12], est pertinente et cohérente avec les résultats des analyses tomographiques.

Notations utilisées

| | | |
|---------------------------------------|---|--|
| ε_t (%) | → | Déformation totale |
| ε_p (%) | → | Déformation plastique |
| F_v initiale (%) | → | Fraction volumique de pores à l'état initial i.e. avant une sollicitation de fluage |
| F_v (%) | → | Fraction volumique de pores lors du scan de tomographie |
| ΔF_v (%) | → | Variation de la fraction volumique de pores entre l'état initial et lors du scan de tomographie |
| ΔF_v (n-1) (%) | → | Variation de la fraction volumique de pores entre le scan considéré (n) et le scan précédent (n-1) |
| S | → | Paramètre de forme des pores |
| ν | → | Déformation plastique cumulée |
| Densité (mm^{-3}) | → | Densité de pores correspondante à (Nombre de pores)/(Volume étudié) |
| Δ Densité (mm^{-3}) | → | Variation de la densité de pores entre l'état initial et lors du scan de tomographie |
| ΔD_{eq} (μm) | → | Variation du diamètre équivalent des pores entre l'état initial et lors du scan de tomographie |

3.2.1 Présentation des essais

Les essais de fluage isothermes, réalisés à l'ENSMA, ont été multi-interrompus afin de conduire à l'INSA de Lyon des analyses de tomographie dont le principe et les caractéristiques sont détaillées dans l'annexe D. Ces essais ont suivi la même procédure que les essais anisothermes présentés au chapitre 2, i.e. avec des stabilisations thermiques courtes (15 minutes) à la température d'essai avant l'application du chargement mécanique. Pour un meilleur contrôle et régulation de la température, un thermocouple S (Platine-Rhodium (10 %)/Platine) a été soudé au centre de la zone utile de l'éprouvette.

Les trois températures étudiées sont 1000, 1050 et 1100°C. Pour chaque température, trois niveaux de contrainte ont été étudiés afin d'obtenir des durées d'essais qui ne soient pas trop longues (table 3.4). Les essais ont été interrompus deux à trois fois au cours du fluage.

| Température (°C) | Contraintes (MPa) |
|------------------|-------------------|
| 1000 | 180/220/300 |
| 1050 | 140/160/180 |
| 1100 | 140/160/180 |

Table 3.4 – Conditions des essais de fluage multi-interrompus étudiées pour la tomographie d'absorption chimique.

Une analyse plus fine a par ailleurs été conduite sur une éprouvette sollicitée à 1050°C sous 140 MPa et ayant présenté une striction prématurée. De ce fait, le premier des deux arrêts des analyses tomographiques se situe déjà dans la phase de striction. Chacun des arrêts a permis d'effectuer trois scans de 1.5 μm de résolution espacés de 2 mm à partir du centre de l'éprouvette et un scan de 3.5 μm de résolution au centre.

Les courbes reconstruites, pour chaque condition de fluage, sont présentées sur la figure 3.16. À 1100°C, les déformations atteintes par les éprouvettes soumises aux chargements de 160 et 180 MPa sont déjà élevées : respectivement 4.2% et 2.6% (figure 3.16(c)).

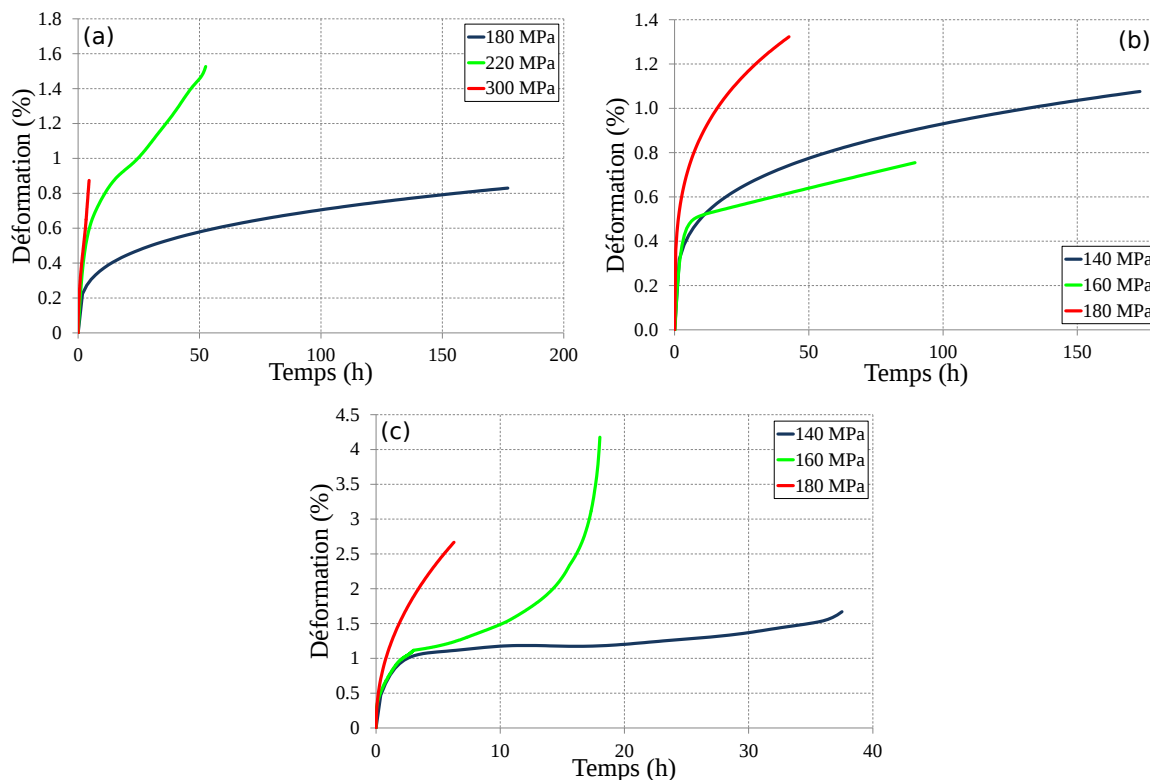


Figure 3.16 – Courbes d'évolution de la déformation totale en fonction du temps pour (a) 1000°C, (b) 1050°C et (c) 1100°C.

3.2.2 Méthode de dépouillement

Le logiciel *Fiji*[®] a été utilisé pour traiter les résultats des analyses tomographiques. Dans un premier temps, la partie utile de l'éprouvette scannée est isolée par un masque afin de supprimer soit le contour, soit la zone perturbée au niveau de l'absorption du signal par la soudure du thermocouple (figure 3.17). Cette opération est effectuée sur les 1300 images qui composent le volume de l'éprouvette analysé représentant un volume d'environ 10 mm³ de matière.

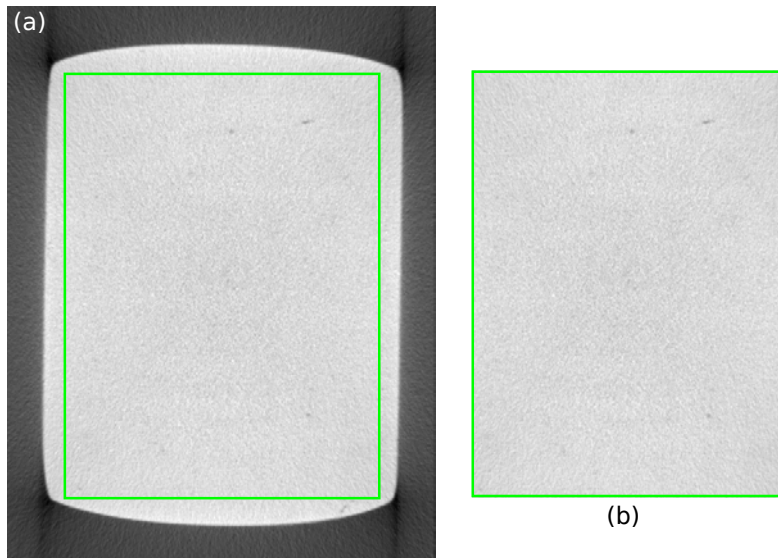


Figure 3.17 – Première phase du traitement d’images issues de la tomographie d’absorption où une partie de l’image brute est isolée. Image brute (a) et extraction d’une partie de l’image (b).

Les pores sont ensuite extraits du reste de la matière en utilisant le *plugin* “*Trainable Segmentation*” qui permet d’isoler des géométries par analyse du gradient de contraste des images.

Ce *plugin* crée un ensemble de caractéristiques pour chaque pixel d’entrée en appliquant individuellement divers filtres à l’image (par exemple le flou gaussien). L’utilisateur sélectionne ainsi dans l’image des ensembles de pixels qu’il attribue à une des deux classes : celle des pores ou celle de la matière. Le *plugin* fait alors en sorte que des valeurs statistiques (estimation, dispersion, intervalles de confiance) soient obtenues pour chaque classe. Le résultat correspond au “*classifieur*” qui est obtenu par un algorithme “*Fast Random Forest*” (FRF) [Breiman 01] et dont l’optimisation conduit au traitement des images avec une erreur inférieure au pourcent. Ce “*classifieur*” peut ensuite être utilisé pour segmenter l’image formée ainsi que les autres images empilées. On obtient alors le résultat présenté à la figure 3.18(a). Chaque particule obtenue par segmentation est ensuite labellisée en prenant soin de retirer les particules ayant un volume inférieur à $3 \times 3 \times 3$ voxels (approximativement $42.8 \mu\text{m}^3$) et résultant du bruit sur la mesure compte tenu de la résolution adoptée (figure 3.18(b)). Un algorithme de granulométrie basé sur la méthode d’érosion/dilatation [Maire 07] est ensuite appliqué de manière à déterminer différents paramètres comme le volume ou la position de chaque pore.

Suite à ces divers traitements, il est possible de mettre en évidence les bras primaires et secondaires de dendrites (figures 3.19(a) et (b)). On peut aussi remarquer sur la figure 3.19(c) que la forme des particules est mal définie puisqu’elles présentent des facettes. Ceci pourrait être dû à la résolution de $3.5 \mu\text{m}$ qui a été choisie dans le but d’avoir le meilleur compromis résolution métrologique/temps de scan/résolution spatiale et qui ne permet pas d’avoir des contours de pores correctement définis.

3.2.3 Analyses tomographiques et endommagement mécanique

Les paramètres matériau et d’essai aux différentes interruptions au cours du fluage à haute température (ε_t , ε_p , temps, fraction volumique de pores, variation de fraction volumique de pores par rapport à la fraction initiale) pour lesquelles il y a eu des analyses tomographiques,

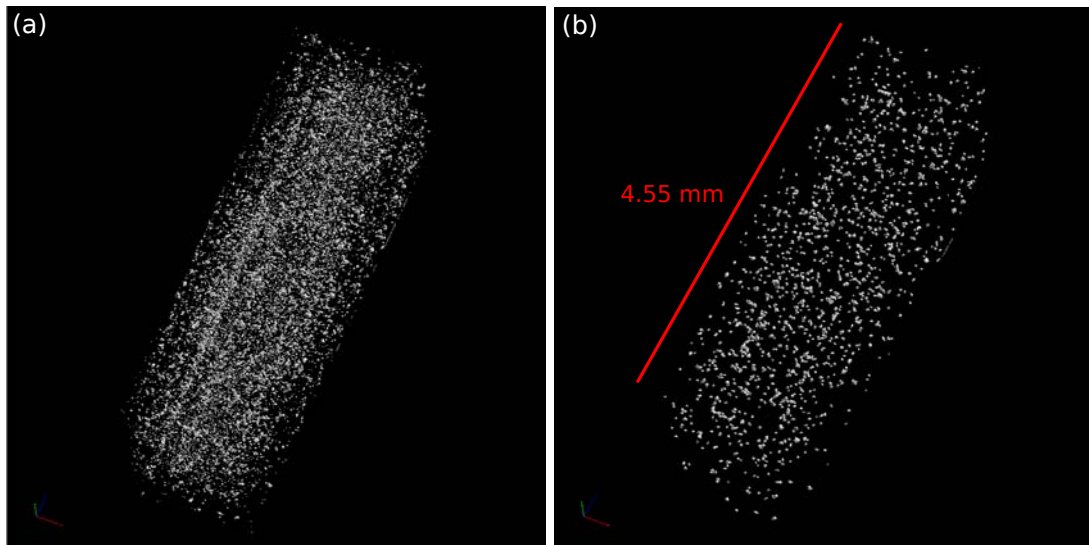


Figure 3.18 – Porosité obtenue (a) après segmentation et (b) après labellisation.

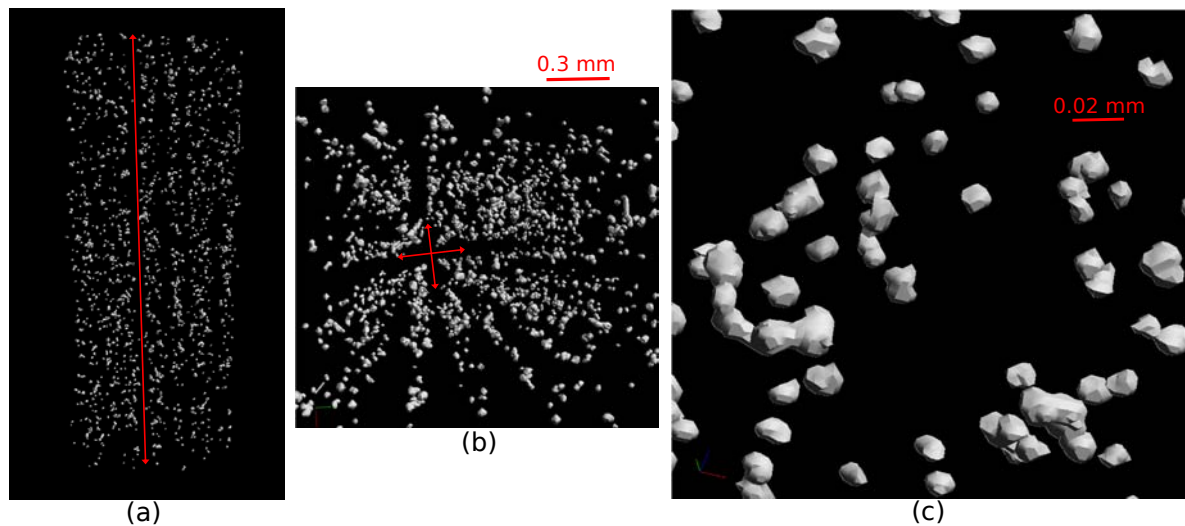


Figure 3.19 – (a) Mise en évidence après labellisation d'un bras primaire de dendrite suivant le plan (100) (flèche rouge) et (b) des bras secondaires de dendrites suivant le plan (001) pour une éprouvette ayant subi 52.2 heures de fluage à 1000°C sous 220MPa. La figure (c) correspond au grandissement d'une zone de l'éprouvette afin de mettre en évidence la forme des pores.

sont regroupés dans la table 3.5. On peut d'ores et déjà noter que les valeurs des fractions volumiques de pores sont beaucoup plus faibles que celles déduites par analyse d'image surfacique obtenue par microscopie électronique à balayage. Ceci est dû à la résolution qui a été adoptée ($3.5\mu m$) et qui ne prend donc pas en compte les pores de très petites dimensions (pores de déformation). En effet, seul les pores ayant un diamètre supérieur à $13\mu m$ peuvent être visualisés alors que le diamètre moyen des pores de déformation est d'environ $9\mu m$ à rupture après 149 heures de fluage à $1100^{\circ}C/135\text{ MPa}$ dans le cas du CMSX-4[®] [Link 06]. De plus, les mesures tomographiques sont réalisées à l'ambiante après décharge. A chaud et sous chargement, la fraction volumique de pores serait probablement plus élevée. Les mesures effectuées minorent donc la valeur réelle de la fraction volumique de pores. Cependant, le but est ici de suivre les évolutions de fractions volumiques au cours des essais de fluage à haute température par l'étude d'un Volume Élémentaire Représentatif du matériau ($1.5 \times 2 \times 4.55\text{ mm}^3$) et statistiquement fiable.

La fraction volumique n'est pas la seule information qui peut être extraite des résultats d'analyses tomographiques. À $1100^{\circ}C$ notamment, la position des pores au sein de l'échantillon analysé permet de déterminer à quel moment intervient la localisation de la déformation par une augmentation locale du volume des pores. La figure 3.20(b) met en évidence cette forte localisation du volume de pores au centre de l'échantillon pour l'arrêt 3, ce qui correspond à une déformation plastique de 3.96%. Ce phénomène n'est pas observé pour les autres conditions pour lesquelles les déformations totales sont plus faibles : 1.51% (a) et 2.37% (c). La déformation de fluage est donc homogène à cette température, au moins jusqu'à 2.37% de déformation plastique, avec une cinétique de nucléation/croissance des pores uniforme le long de l'éprouvette. La déformation se localise vraisemblablement entre 2.37% et 3.96% de déformation plastique ce qui mène à une déformation accélérée visible sur la figure 3.16(c).

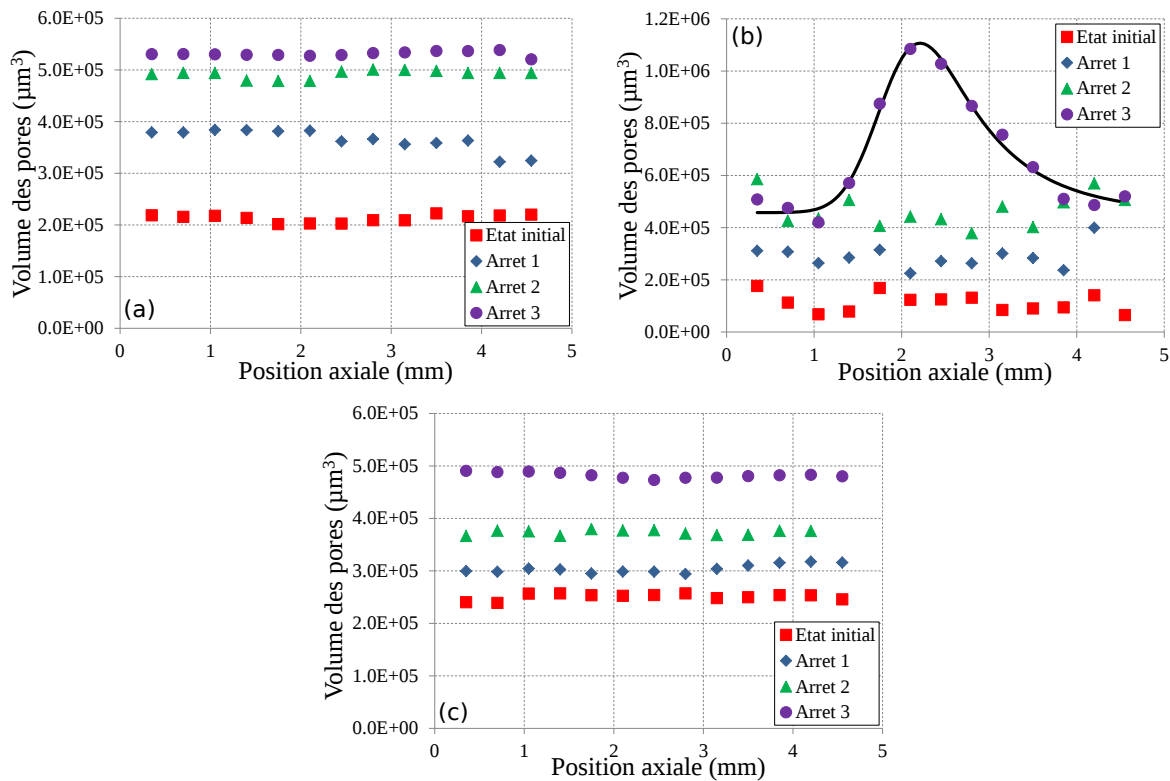


Figure 3.20 – Volume des pores par tranche de 0.35 mm (le long du fût de l'éprouvette) pour les conditions (a) $1100^{\circ}C/140\text{ MPa}$ ($\epsilon_p = 1.02\%$, 1.10% , 1.51%), (b) $1100^{\circ}C/160\text{ MPa}$ ($\epsilon_p = 0.83\%$, 1.59% , 3.96%), (c) $1100^{\circ}C/180\text{ MPa}$ ($\epsilon_p = 1.13\%$, 2.07% , 2.37%).

| Conditions initiales | | | Interruption 1 | | | | |
|----------------------|----------------|-----------------------|---------------------|---------------------|-------|-----------------------|-----------------------|
| T (°C) | σ (MPa) | F_v initial (%) | ε_t (%) | ε_p (%) | t (h) | F_v (%) | ΔF_v (%) |
| 1000 | 180 | 3.36×10^{-2} | 0.42 | 0.18 | 16.0 | 5.18×10^{-2} | 1.82×10^{-2} |
| 1000 | 220 | 2.85×10^{-2} | 0.75 | 0.46 | 8.0 | 3.26×10^{-2} | 4.06×10^{-3} |
| 1000 | 300 | 3.46×10^{-2} | 0.60 | 0.20 | 3.0 | 3.82×10^{-2} | 3.61×10^{-3} |
| 1050 | 140 | 2.37×10^{-2} | 0.65 | 0.46 | 8.0 | 5.67×10^{-2} | 3.29×10^{-2} |
| 1050 | 160 | 2.29×10^{-2} | 0.51 | 0.30 | 5.0 | 2.74×10^{-2} | 4.42×10^{-3} |
| 1050 | 180 | 3.03×10^{-2} | 0.70 | 0.46 | 2.5 | 4.81×10^{-2} | 1.78×10^{-2} |
| 1100 | 140 | 3.49×10^{-2} | 1.20 | 1.02 | 5.0 | 5.11×10^{-2} | 1.62×10^{-2} |
| 1100 | 160 | 1.71×10^{-2} | 1.04 | 0.83 | 3.0 | 3.89×10^{-2} | 2.18×10^{-2} |
| 1100 | 180 | 3.54×10^{-2} | 1.38 | 1.13 | 1.5 | 3.55×10^{-2} | 9.79×10^{-5} |

| Conditions | | Interruption 2 | | | | | |
|------------|----------------|---------------------|---------------------|-------|-----------------------|-----------------------|----------------------------|
| T (°C) | σ (MPa) | ε_t (%) | ε_p (%) | t (h) | F_v (%) | ΔF_v (%) | ΔF_v ($n-1$) (%) |
| 1000 | 180 | 0.63 | 0.39 | 64.1 | 5.77×10^{-2} | 2.41×10^{-2} | 5.90×10^{-3} |
| 1000 | 220 | 1.23 | 0.94 | 37.2 | 3.30×10^{-2} | 4.51×10^{-2} | 4.50×10^{-4} |
| 1000 | 300 | 0.87 | 0.47 | 4.5 | 7.63×10^{-2} | 4.18×10^{-2} | 3.81×10^{-2} |
| 1050 | 140 | 1.11 | 0.93 | 173.3 | 8.71×10^{-2} | 6.34×10^{-2} | 3.05×10^{-2} |
| 1050 | 160 | 0.61 | 0.40 | 38.6 | 4.19×10^{-2} | 1.89×10^{-2} | 1.45×10^{-2} |
| 1050 | 180 | 1.34 | 1.10 | 42.6 | 6.93×10^{-2} | 3.89×10^{-2} | 2.11×10^{-2} |
| 1100 | 140 | 1.29 | 1.10 | 25.0 | 7.83×10^{-2} | 4.35×10^{-2} | 2.72×10^{-2} |
| 1100 | 160 | 1.81 | 1.59 | 13.0 | 6.26×10^{-2} | 4.55×10^{-2} | 2.37×10^{-2} |
| 1100 | 180 | 2.31 | 2.07 | 4.8 | 4.51×10^{-2} | 9.66×10^{-3} | 9.56×10^{-3} |

| Conditions | | Interruption 3 | | | | | |
|------------|----------------|---------------------|---------------------|-------|-----------------------|-----------------------|----------------------------|
| T (°C) | σ (MPa) | ε_t (%) | ε_p (%) | t (h) | F_v (%) | ΔF_v (%) | ΔF_v ($n-1$) (%) |
| 1000 | 180 | 0.83 | 0.59 | 177.0 | 9.45×10^{-2} | 6.09×10^{-2} | 3.68×10^{-2} |
| 1000 | 220 | 1.51 | 1.22 | 52.6 | 4.81×10^{-2} | 1.96×10^{-2} | 1.51×10^{-2} |
| 1000 | 300 | | | | | | |
| 1050 | 140 | | | | | | |
| 1050 | 160 | 0.78 | 0.57 | 89.6 | 8.83×10^{-2} | 6.55×10^{-2} | 4.65×10^{-2} |
| 1050 | 180 | | | | | | |
| 1100 | 140 | 1.70 | 1.51 | 37.5 | 9.43×10^{-2} | 5.95×10^{-2} | 1.60×10^{-2} |
| 1100 | 160 | 4.18 | 3.96 | 18.0 | 9.64×10^{-2} | 7.93×10^{-2} | 3.38×10^{-2} |
| 1100 | 180 | 2.62 | 2.37 | 6.3 | 8.54×10^{-2} | 5.00×10^{-2} | 4.03×10^{-2} |

Table 3.5 – Tableau récapitulatif des conditions d'essai de fluage et des valeurs des paramètres matériau relevés aux différentes interruptions effectuées pendant ces essais par analyse tomographique.

En outre, il est possible d'analyser l'évolution du paramètre de forme S des pores, défini par l'équation 3.4, qui permet de rendre compte de la sphéricité d'une particule : S est égal à 1 pour une sphère parfaite et diminue lorsque la particule devient de moins en moins sphérique.

$$S = 6\sqrt{\pi} \frac{V}{\sqrt{A^3}} \quad (3.4)$$

où V représente le volume de la sphère et A la surface. Le paramètre de forme limite qui a été choisi est égal à 0.7 étant donné que le paramètre de forme d'un cube est égal à 0.72.

Lors de leur étude du CMSX-4[®] à 1100°C/120 MPa, Link *et al.* [Link 06] ont montré qu'au cours de la déformation de fluage, le paramètre de forme des pores évoluait au cours du temps de 0.96 vers 0.86. Cette évolution correspond au passage d'une forme sphérique à une forme facettée suivant des plans cristallins $\{100\}$ et $\{110\}$ (dodécaèdre) (figure 3.21).

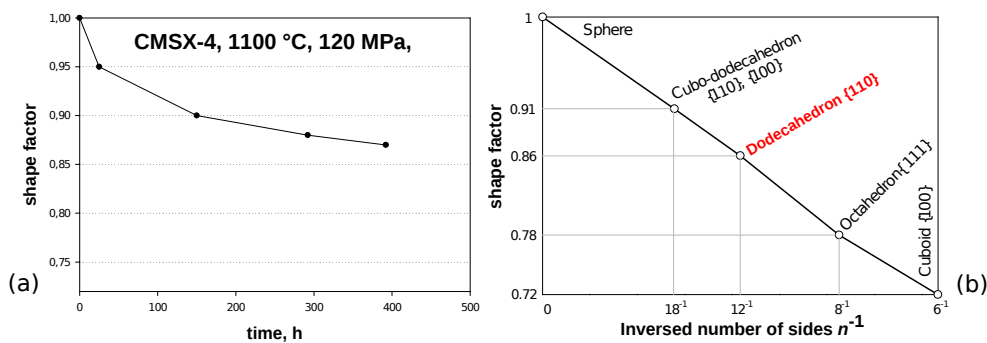


Figure 3.21 – (a) Évolution du paramètre de forme des pores au cours d'un essai de fluage à 1100°C/120 MPa sur du CMSX-4[®] et (b) Corrélation entre la valeur du paramètre de forme et le nombre de facettes qui constitue la forme associée, d'après [Link 07].

Contrairement à ce que Link *et al.* ont observé en utilisant une résolution de 0.7 μm [Link 06], l'évolution du paramètre de forme pour la plus grande population de pores en fonction de la déformation plastique cumulée semble évoluer de 0.74 (cube) vers 0.86 (dodécaèdre) (figure 3.22). Ceci est dû au fait que la résolution choisie lors de la présente étude ne permet pas de décrire correctement les formes sphériques ce qui conduit à une valeur erronée du paramètre de forme pour les faibles temps d'essai. Néanmoins, dans notre étude, les pores tendent à avoir la même forme que celle des pores de l'étude de Link *et al.* : un dodécaèdre. Ainsi, les modifications de forme des pores au cours des essais de fluage à haute température seraient correctement décrites sauf pour des temps ou des niveaux de déformation plastique faibles.

3.2.3.1 Nucléation/croissance des pores en fluage à haute température

L'évolution de la fraction volumique de pores est due à deux facteurs : la nucléation et la croissance. La description de la nucléation des pores en fluage (décelable lorsqu'ils atteignent une taille au moins égale à la résolution choisie pour les analyses de tomographie) est obtenue par la densité de pores donnée par l'équation 3.5, comme proposé par divers auteurs [Maire 08, Avramovic-Cingara 09, Landron 11].

$$N = \frac{\text{Nombre de pores}}{\text{Surface étudiée}} \quad (3.5)$$

Afin d'étudier la cinétique de croissance des pores, l'évolution au cours des essais du nombre de pores en fonction du diamètre équivalent (μm), défini comme le diamètre de la sphère de

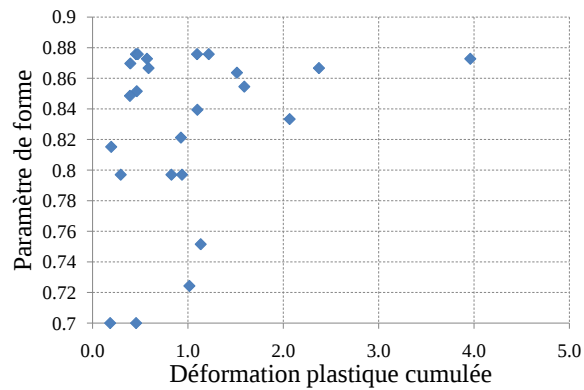


Figure 3.22 – (a) Évolution du paramètre de forme des pores pour une population maximale au cours des essais de fluage en fonction de la déformation plastique cumulée (ν).

volume équivalent, a été tracée. La figure 3.23 indique la façon dont a été extraite la variation de diamètre équivalent au cours des essais du fluage à haute température. D'une interruption à l'autre, les courbes se traduisent vers des diamètres équivalents plus élevés. À iso Valeur du nombre de pores, on estime alors la variation de diamètre équivalent qui traduit la croissance des pores. Cette technique a été utilisée afin de se départir des incertitudes liées aux traitements tomographiques qui ne permettent pas de réaliser un suivi précis du diamètre équivalent du pore le plus volumineux entre chaque interruptions. Ainsi, la méthode décrite précédemment a été appliquée pour suivre l'évolution de la croissance des pores sur l'ensemble du volume scanné. Les résultats sont regroupés dans la table 3.6.

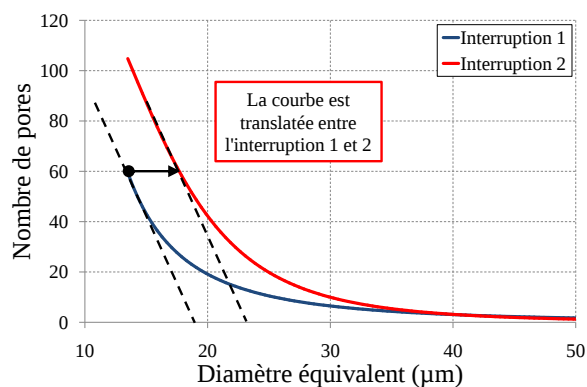


Figure 3.23 – Étude de la croissance entre les interruptions 1 et 2 pour la condition 1100°C/140 MPa par les tracés du nombre de pores en fonction de leur diamètre équivalent.

Les évolutions de la nucléation (figures 3.24(a) et (b)) et de la croissance (figures 3.24(c) et (d)) des pores ont été tracées en fonction du temps et de la déformation plastique. Comme attendu, la nucléation et la croissance de pores augmentent au cours du fluage. Par ailleurs, plus les niveaux de contrainte et/ou de température sont importants, plus la densité et le diamètre des pores augmentent rapidement. Cependant, aucune dépendance claire à la déformation plastique n'a pas pu être notée ce qui semble surprenant étant donné que cela a été observée par de nombreux auteurs [Gurson 77, Tvergaard 89, Wen 05, Weck 08]. Les courbes d'évolution 3D ont alors été tracées afin de lier les évolutions de la densité de pores et leur diamètre équivalent à la fois au temps et à la déformation plastique (figure 3.25). Cette figure met en évidence que la nucléation et la croissance de pores dépendent plus du niveau de plasticité que du temps (pour les conditions de températures et de contraintes investiguées).

| Conditions initiales | | | Interruption 1 | | |
|----------------------|----------------|------------------------------|------------------------------|---------------------------------------|-----------------------------------|
| T (°C) | σ (MPa) | Densité (mm^{-3}) | Densité (mm^{-3}) | Δ Densité (mm^{-3}) | ΔD_{eq} (μm) |
| 1000 | 180 | 2997.8 | 3929.8 | 931.4 | 1.2 |
| 1000 | 220 | 2704.8 | 3593.8 | 889.0 | 1.2 |
| 1000 | 300 | 3319.2 | 4118.3 | 799.0 | 3.2 |
| 1050 | 140 | 2445.8 | 4535.6 | 2089.9 | 4.8 |
| 1050 | 160 | 2705.0 | 2718.1 | 13.1 | 1.2 |
| 1050 | 180 | 3020.1 | 6209.3 | 3189.2 | 6.0 |
| 1100 | 140 | 4054.9 | 4276.6 | 221.7 | 1.2 |
| 1100 | 160 | 2425.0 | 4222.1 | 1797.1 | 4.0 |
| 1100 | 180 | 3400.6 | 3715.7 | 315.1 | 1.6 |

| Conditions | | Interruption 2 | | |
|------------|----------------|------------------------------|---------------------------------------|-----------------------------------|
| T (°C) | σ (MPa) | Densité (mm^{-3}) | Δ Densité (mm^{-3}) | ΔD_{eq} (μm) |
| 1000 | 180 | 3929.2 | 910.0 | 3.6 |
| 1000 | 220 | 3593.8 | 889.0 | 2.4 |
| 1000 | 300 | 6970.2 | 3651.0 | 6.8 |
| 1050 | 140 | 9643.5 | 7197.8 | 10 |
| 1050 | 160 | 3642.5 | 241.9 | 5.2 |
| 1050 | 180 | 8314.3 | 5294.2 | 10.8 |
| 1100 | 140 | 7233.8 | 3178.8 | 6.4 |
| 1100 | 160 | 6484.1 | 4059.1 | 7.6 |
| 1100 | 180 | 8314.2 | 5294.2 | 3.6 |

| Conditions | | Interruption 3 | | |
|------------|----------------|------------------------------|---------------------------------------|-----------------------------------|
| T (°C) | σ (MPa) | Densité (mm^{-3}) | Δ Densité (mm^{-3}) | ΔD_{eq} (μm) |
| 1000 | 180 | 9440.9 | 6443.1 | 6.4 |
| 1000 | 220 | 5349.0 | 2644.2 | 4.8 |
| 1000 | 300 | | | |
| 1050 | 140 | | | |
| 1050 | 160 | 9047.7 | 6342.7 | 9.6 |
| 1050 | 180 | | | |
| 1100 | 140 | 11291.6 | 7236.7 | 10 |
| 1100 | 160 | 61080.0 | 8383.0 | 11.6 |
| 1100 | 180 | 8423.1 | 5022.5 | 7.2 |

Table 3.6 – Tableau récapitulatif des évolutions de la densité (mm^{-3}) et du diamètre équivalent (μm) obtenues par analyses tomographiques pour les diverses conditions de fluage.

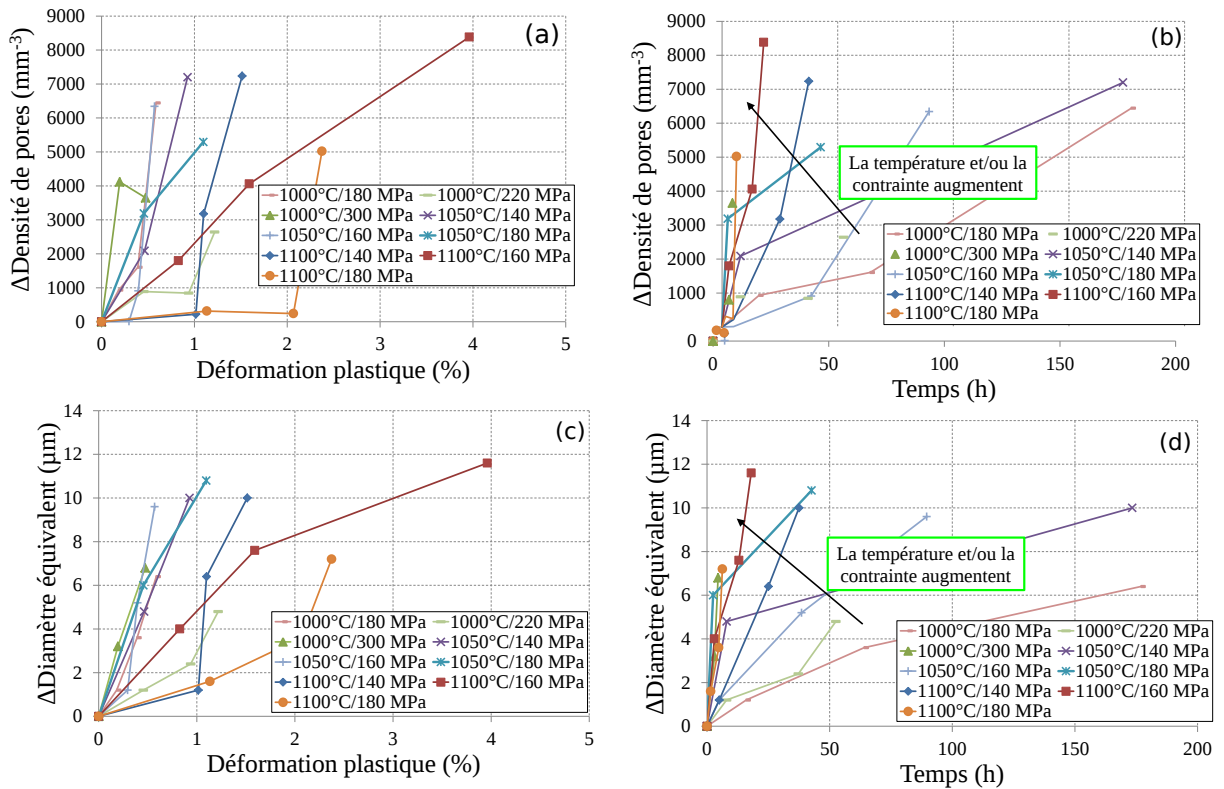


Figure 3.24 – Évolution de la variation de la densité de pores (mm^{-3}) et du diamètre équivalent (μm) en fonction de la déformation plastique (a) et (c) et du temps (b) et (d).

Aussi définissons-nous un nouveau paramètre ψ dépendant du temps, de la déformation plastique cumulée et de la température (équation 3.6).

$$\psi = vt \times K \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (3.6)$$

où Q représente une énergie d'activation ($\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$) prise égale à 221780 car l'on considère en tout premier lieu que la croissance/nucléation de pores est contrôlée par la plasticité étant donné que le transport de lacunes s'effectue par les dislocations [Epishin 04b, Epishin 04c], R la constante des gaz parfait et K une constante prise égale à $1.0 \times 10^8 \text{ h}^{-1}$.

Les figures 3.26(a) et (b) donnent les évolutions de la densité de pores et leur diamètre équivalent en fonction du paramètre ψ . Une fonction de corrélation en puissance a été tracée dans les deux cas. La cinétique d'évolution de celles-ci laisserait supposer que l'évolution de la porosité débiterait majoritairement par la croissance des pores, comme Hammi *et al.* l'ont suggéré dans le cas des alliages d'aluminium [Hammi 07].

3.2.3.2 Étude du phénomène de striction par des mesures tomographiques à haute résolution

On se propose ici d'étudier le phénomène de striction survenant après 8 heures de fluage à 1050°C sous 140 MPa. Pour ce faire, des analyses tomographiques à $1.5 \mu\text{m}$ et $3.5 \mu\text{m}$ de résolution ont été effectuées afin de suivre plus précisément l'évolution de la localisation de la porosité lors de la striction (table 3.7).

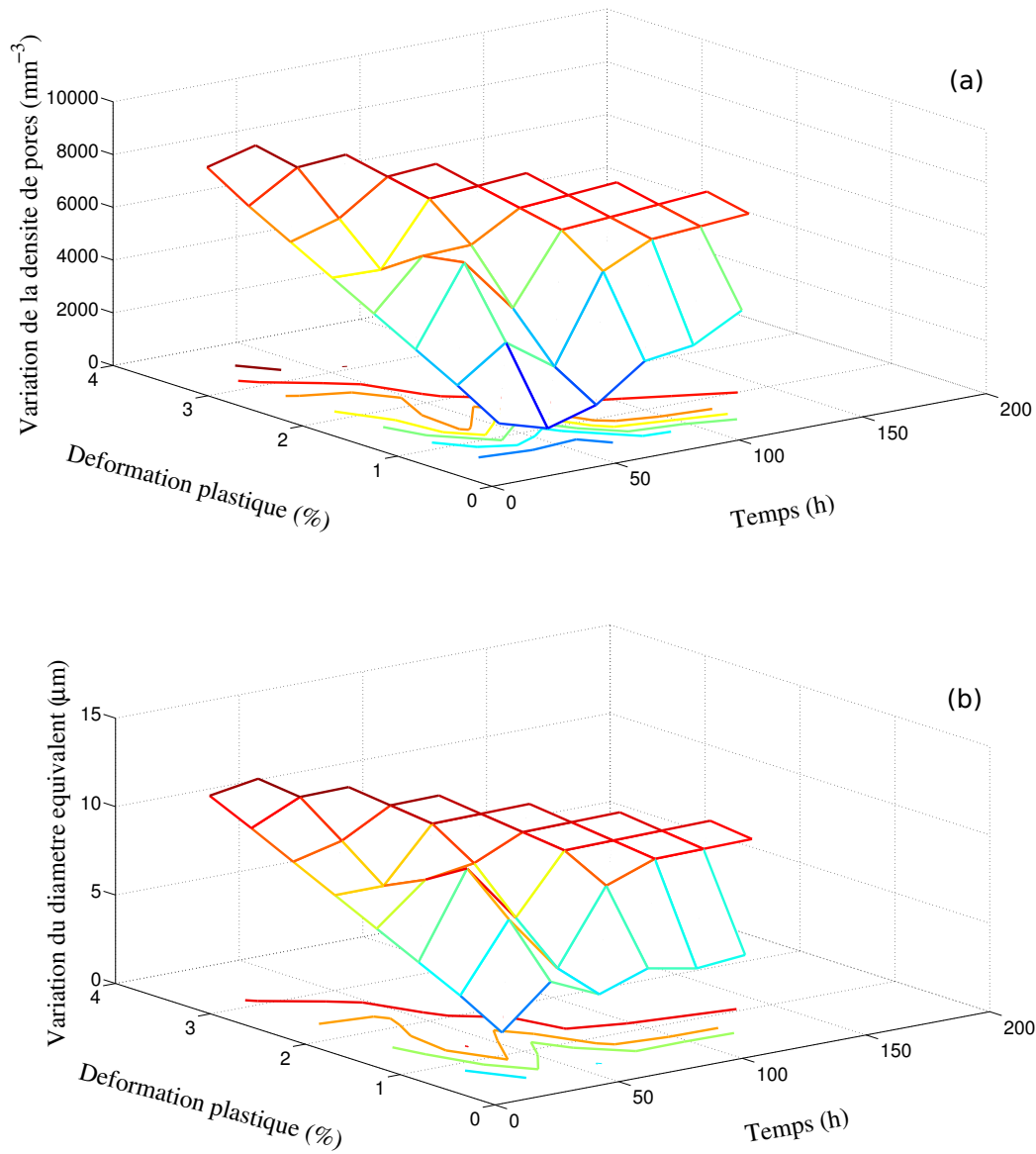


Figure 3.25 – Courbes 3D d'évolution de la variation de la densité de pores (mm^{-3}) (a) et leur diamètre équivalent (μm) (b) en fonction de la déformation plastique et du temps.

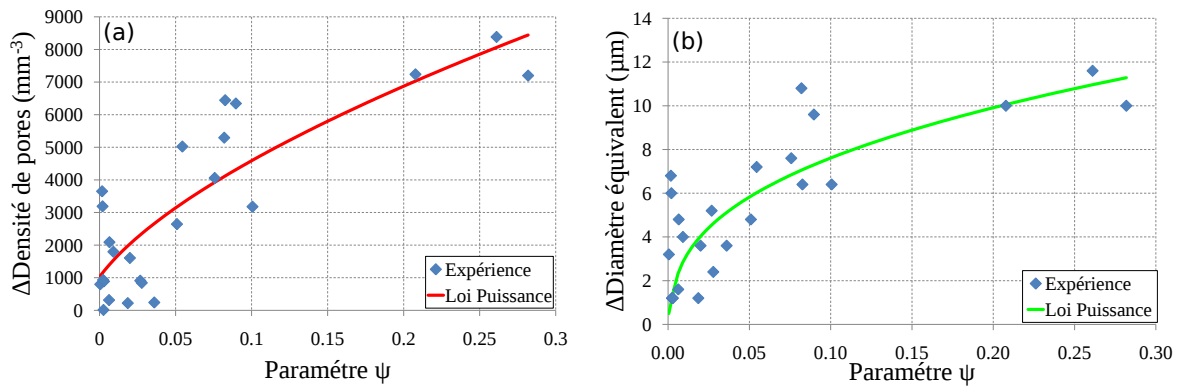


Figure 3.26 – Évolution de la variation de la densité de pores (mm^{-3}) (a) et du diamètre équivalent de ces derniers (μm) (b) en fonction du paramètre ψ . Une fonction puissance a été tracée pour chaque jeu de données ($R^2_{\text{nucléation}}=0.71$ et $R^2_{\text{croissance}}=0.80$ sont les facteurs de corrélation loi puissance/expérience correspondants).

| Condition | | | | 3.5 μm | | |
|---------------------|---------------------|-------|--------|-------------------|------------------|---|
| ε_t (%) | ε_p (%) | t (h) | ψ | F_v (%) | ΔF_v (%) | Diamètre _{max} (μm) |
| 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | $3.85e^{-2}$ | | 44.4 |
| 11.7 | 11.5 | 8.0 | 0.16 | $9.04e^{-2}$ | $5.19e^{-2}$ | 59.9 |
| 13.9 | 13.7 | 13.9 | 0.33 | $1.46e^{-1}$ | $1.07e^{-1}$ | 68.7 |

| 1.5 μm | | | | | |
|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Centre | | Centre + 2mm | | Centre + 4mm | |
| F_v (%) | ΔF_v (%) | F_v (%) | ΔF_v (%) | F_v (%) | ΔF_v (%) |
| 1.33×10^{-1} | 7.63×10^{-2} | 7.62×10^{-2} | 4.37×10^{-2} | 6.80×10^{-2} | 3.90×10^{-2} |
| 1.76×10^{-1} | 1.30×10^{-1} | 1.04×10^{-1} | 7.66×10^{-2} | 4.63×10^{-2} | 3.41×10^{-2} |

Table 3.7 – Tableau récapitulatif des données obtenues lors de l'essai de fluage conduit jusqu'à striction après 8 heures à $1050^\circ\text{C}/140$ MPa. Deux arrêts ont été effectués afin de réaliser des analyses tomographiques. Les ΔF_v pour la résolution de $1.5\mu\text{m}$ ont été calculés en appliquant la formule suivante : $\Delta F_v = F_v 1.5 \mu\text{m} \times (1 - \frac{F_v \text{ initiale}}{F_v 3.5 \mu\text{m}})$.

La courbe donnant l'évolution de la variation de ΔF_v fonction de la position de l'analyse le long du fût de l'éprouvette met en évidence la répartition et l'augmentation de la fraction volumique de pores menant à la rupture (figure 3.27(a)). Cette figure montre ainsi que l'évolution de la fraction volumique augmente principalement au centre de l'éprouvette, ce qui est corroboré par la figure 3.27(b). De plus, plus la déformation plastique de fluage est importante, plus la cinétique de croissance des pores est rapide et plus un volume important de l'éprouvette contient une forte porosité.

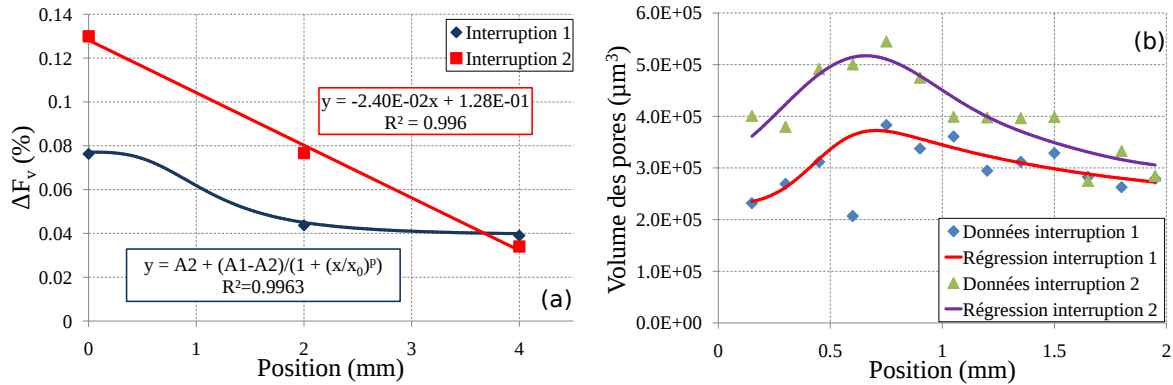


Figure 3.27 – (a) Évolution de la variation de la fraction volumique de pores en fonction de la position de la zone d'analyse sur le fût de l'éprouvette (centre, centre+2mm et centre+4mm). Des courbes de régression y ont été ajoutées. (b) Évolution du volume de pores le long de la partie utile de l'éprouvette (résolution de $1.5\mu m$).

Nous avons également réalisé une analyse du paramètre de forme entre les deux interruptions au centre de l'éprouvette pour $1.5\mu m$ de résolution (voir figure 3.28(a)). Le centre de la gaussienne dans les deux cas est situé au voisinage de la valeur 0.78 ce qui correspond à l'octaèdre (facette dans les plans $\{111\}$). La forme des pores n'évolue plus mais leur nombre augmente, il y a donc des processus de génération/croissance qui sont encore effectifs à ce niveau de déformation.

Il est surprenant de ne pas trouver ici une valeur du paramètre de forme proche de 0.86, comme vu précédemment. D'autant plus que le figure 3.28(b) montre que plus l'analyse tomographique est faite près du centre, plus le paramètre de forme se rapproche de 0.78 (0.75 pour la position centre+4mm et 0.78 pour la position centre). Cette différence est due soit au fait que les analyses de tomographie à ce niveau de résolution ne permettent pas une détermination suffisamment précise du paramètre de forme, soit que le résultat trouvé par Link *et al.* [Link 06] n'est pas représentatif de la distribution des paramètres de forme des pores vu le faible volume scanné dans leur étude, volume non représentatif du volume élémentaire dendritique du matériau ($0.5mm \times 0.5mm \times 1.0mm$) [Brundidge 11]. On trouverait alors que les facettes des pores suivent les plans $\{111\}$ ce qui serait alors cohérent avec le fait que ce sont les dislocations se propageant sur les plans octaédriques qui transportent les lacunes responsables de la génération/croissance de pores par des mécanismes de glissement/montée (principaux mécanismes actifs dans ces conditions de fluage).

3.2.3.3 Modèle d'endommagement en lien avec l'évolution de la porosité obtenue par tomographie X

Les deux sections précédentes ont traité de la nucléation/croissance des pores au cours d'essais de fluage à haute température. On se propose ici d'étudier le lien entre l'endommagement

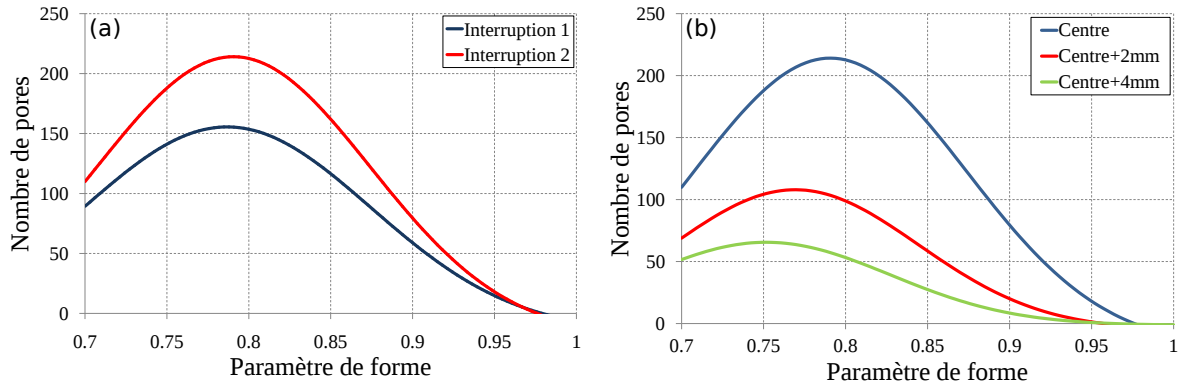


Figure 3.28 – Paramètre de forme avec une résolution de $1.5\mu\text{m}$ (a) au centre de l'éprouvette pour les interruptions 1 et 2 et (b) pour l'interruption 2 au centre, centre+2mm et centre+4mm.

au sens du mécanicien, matérialisé par une discontinuité de la matière responsable du fluage tertiaire, et l'endommagement issu des analyses tomographiques, matérialisé par l'évolution de la fraction volumique de pores. De nombreux modèles d'endommagement ont été proposés pour prévoir la durée de vie sous chargement de fluage, de fatigue et de fatigue/fluage. Le modèle le plus largement utilisé et issu des premiers développements de la Mécanique de l'Endommagement Continu est celui proposé par Kachanov [Kachanov 60] pour la description du dommage de fluage. D'autres modèles ont été développés pour décrire les interactions fatigue/fluage mais ils ne seront pas discutés ici [Chrzanowski 76, Kim 07]. La répartition homogène des pores observée au cours du fluage (tout du moins jusqu'à la striction), lors de l'analyse tomographique, justifie le fait de considérer un endommagement isotrope du matériau et donc l'introduction d'un paramètre de dommage scalaire.

Cumul linéaire du dommage de fluage

Nous considérerons dans un premier temps que le cumul de l'endommagement de fluage ne dépend pas du niveau de contrainte appliqué (cumul linéaire du dommage), i.e. $k(\sigma) = k = cste$. Nous supposons de plus que le paramètre de dommage D varie entre 0, pour un matériau non-endommagé, et 1 pour la rupture de l'élément de volume. La théorie de Kachanov [Kachanov 60], généralisée par Rabotnov [Rabotnov 69], se propose de décrire l'évolution du dommage de fluage et s'exprime de la manière suivante dans le cas d'un essai de fluage pur en traction uniaxiale :

$$\dot{D} = \left(\frac{\sigma}{A}\right)^r (1 - D)^{-k} \quad (3.7)$$

où r , k et A (MPa) sont des paramètres matériau dépendants de la température déterminés par les essais de fluage à rupture conduits à contrainte constante.

L'intégration entre 0 et 1 de l'équation 3.7 donne le temps à rupture :

$$t_c = \frac{1}{k+1} \left(\frac{\sigma}{A}\right)^{-r} \quad (3.8)$$

La représentation, à une température donnée, dans un digramme bi-logarithmique des temps à rupture, en fonction des contraintes appliquées, permet d'identifier la pente r de la droite de régression linéaire passant par les points d'essais (figure 3.29).

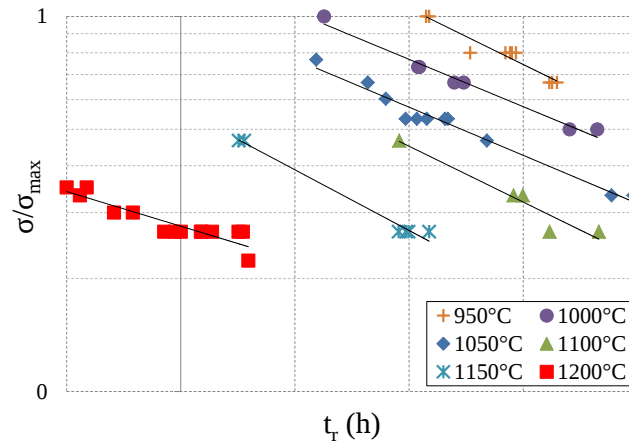


Figure 3.29 – Essais de fluage pur à rupture de l’alliage MC2 de 950°C à 1200°C.

La séparation des coefficients A et k nécessite de connaître la valeur de k qui donne la non-linéarité du dommage de fluage en fonction du temps. Cela requiert une mesure du dommage que l’on peut déduire d’une analyse des courbes de fluage par l’obtention de la vitesse de déformation au cours du fluage tertiaire. En effet, l’évolution du dommage en fonction de la fraction de durée de vie $\frac{t}{t_c}$ est alors donnée par :

$$D_c = 1 - \left(1 - \frac{t}{t_c}\right)^{\frac{1}{k+1}} \quad (3.9)$$

Rabotnov [Rabotnov 69] introduisit quant à lui le concept de contrainte effective dans le cadre de la loi d’écoulement de type Norton ce qui permet une description assez précise des courbes de fluage tertiaire et donc de la ductilité en fluage pour de nombreux matériaux (équation 3.10).

$$\dot{\varepsilon}_p = \left(\frac{\sigma}{K(1-D)}\right)^n \quad (3.10)$$

Il est alors possible d’exprimer (et donc d’estimer) le dommage en fonction des vitesses de fluage secondaire et tertiaire déduites de la courbe $\varepsilon(t)$. De l’équation 3.10 et de la loi de Norton, on en déduit que le dommage de fluage est donné à chaque instant par :

$$D = 1 - \frac{1 + \varepsilon}{1 + \varepsilon^*} \left(\frac{\dot{\varepsilon}_p^*}{\dot{\varepsilon}_p}\right)^{\frac{1}{n}} \quad (3.11)$$

où ε^* est la déformation totale au début du fluage secondaire, ε la déformation totale à l’instant t , $\dot{\varepsilon}_p^*$ la vitesse de déformation plastique relevée en fluage secondaire et $\dot{\varepsilon}_p$ la vitesse de déformation plastique à l’instant t .

Il est alors possible d’estimer la valeur de k en mettant la courbe $D = f\left(\frac{t}{t_r}\right)$ en regard de la courbe $D_c = f\left(\frac{t}{t_c}\right)$ du modèle. C’est ce qui a été fait dans un premier temps aux températures de 1050°C et 1200°C sur l’ensemble des données disponibles issues de cette étude et de celle de Cormier [Cormier 06] (figure 3.30). La figure 3.30 montre que la courbe de dommage, fonction de la fraction de durée de vie n’est pas unique mais dépend du niveau de contrainte. Ainsi, une non-linéarité du cumul du dommage est mise en évidence. Cela justifiera l’introduction dans la section suivante d’un paramètre k dépendant du niveau de contrainte.

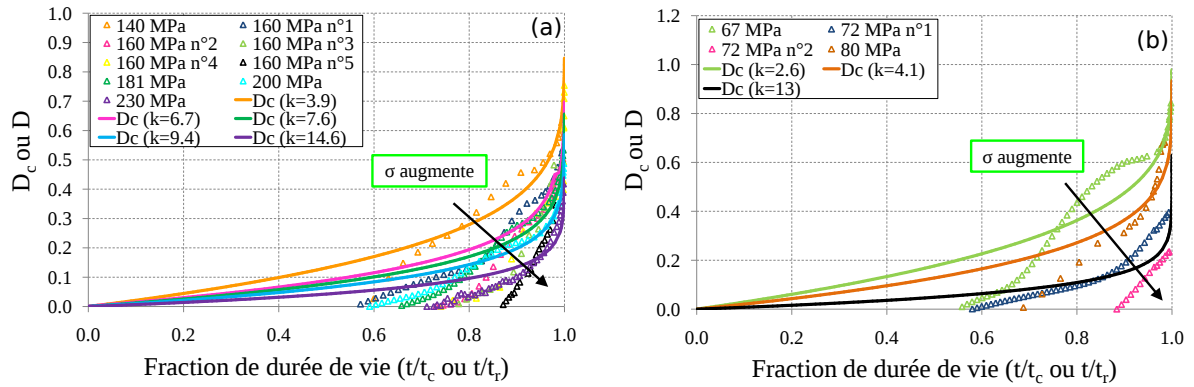


Figure 3.30 – Identification du paramètre k à 1050°C et à 1200°C .

Afin de lier le dommage "mécanique" (D) à celui déduit des analyses tomographiques (Ω), nous nous sommes appuyés sur les travaux de Murakami *et al.* [Murakami 81b] qui définissent le dommage de la manière suivante :

$$\Omega = 1 - \frac{S^*}{S} \quad (3.12)$$

où S^* représente la section réellement portante du matériau en cours d'essai et S la section initiale de l'éprouvette.

De l'évolution de la fraction volumique de pores issue des analyses tomographiques, il est possible de définir le même type de dommage. En effet, en intégrant l'équation 3.12 suivant l'axe de l'éprouvette z (équation 3.13) et en supposant une déformation uniforme de l'éprouvette dans la zone utile, bien avant la striction se produisant en fin de fluage tertiaire, on montre que le paramètre Ω se déduit du rapport entre la fraction volumique de pores mesurée à l'instant t et le volume du matériau vierge en début d'essai.

$$\int_z \Omega dz = \int_z dz - \int_z \frac{S^*}{S} dz \longrightarrow \Omega L = L - \frac{S^* L}{S} \longrightarrow \Omega = 1 - \frac{V^*}{V} \quad (3.13)$$

On relie donc le dommage D issu de l'analyse "mécanique" au dommage Ω tel que défini précédemment. La relation liant D et Ω (équation 3.14), donnée par Chaboche [Chaboche 84] par la comparaison de l'évolution de ces deux dommages et identifiée uniquement sur la base des résultats d'essais des analyses de tomographie, est représentée par la courbe rouge dans la figure 3.31. Néanmoins, cette calibration est faite dans un domaine de faibles valeurs de ΔF_v étant donné que la majorité des analyses tomographiques ont été réalisées dans le domaine de fluage secondaire. En outre, la fraction volumique de pores (ΔF_v) resterait faible même dans le domaine du fluage tertiaire ce qui semblerait signifier que le dommage ne serait pas uniquement lié à la porosité. Nous reviendrons sur ce point dans le paragraphe suivant.

Comme on peut le constater, le résultat obtenu par la technique d'Archimède sur l'alliage CMSX-4[®] à $1100^\circ\text{C}/105\text{ MPa}$ [Link 07] ne corrèle pas du tout la fraction volumique de pores obtenue par nos résultats. Ceci serait dû à la technique utilisée qui donnerait une estimation de ΔF_v fortement différente (un ordre de grandeur) par rapport à ce que donne l'analyse tomographique.

$$D = 1 - (1 - \Omega)^{\frac{r+1}{k+1}} \quad (3.14)$$

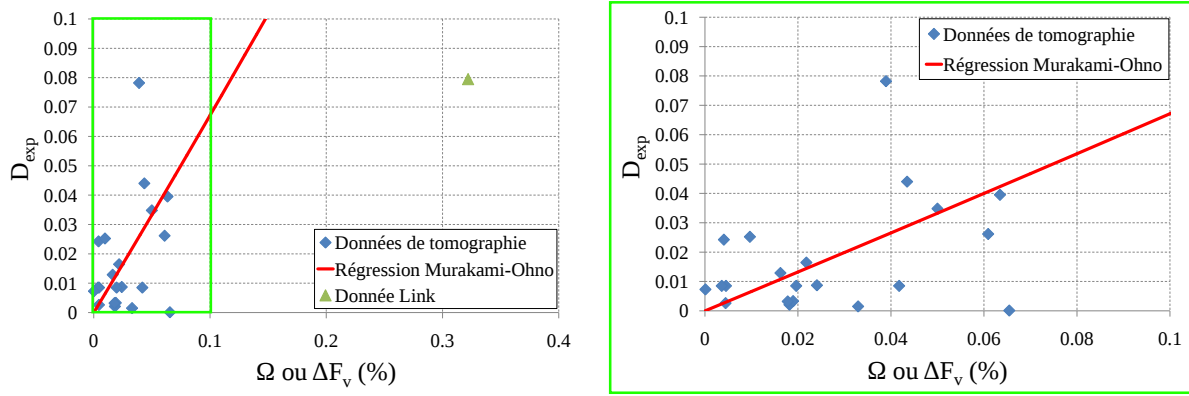


Figure 3.31 – Dommages “mécaniques” D en fonction du dommage Ω représentant $\Delta F_v(\%)$. La régression liant D et Ω définie par l’équation 3.14. Il a en outre été ajouté un résultat, obtenu par la technique d’Archimède, sur l’alliage CMSX-4[®] à 1100°C/105 MPa, d’après [Link 07].

Le coefficient $\frac{r+1}{k+1}$ de l’équation 3.14, mesuré expérimentalement par Murakami *et al.* dans le cas d’une plaque présentant des trous circulaires, est égal à 0.6 et égal à 0.33, dans le cas de fissures parallèles [Murakami 81a]. Dans le cas présent, ce paramètre a été trouvé égal à 0.66. Plus le dommage est considéré sous sa forme 3D, plus le dommage Ω est proche du dommage “mécanique” D , ce qui semble cohérent. De cette relation, on peut construire la figure 3.32 qui compare la courbe d’évolution du dommage, donnée par le modèle de Rabotnov-Kachanov, et le dommage déduit de l’équation 3.14, avec $\frac{r+1}{k+1}$ égal à 0.66.

Comme on peut le constater, les mesures issues des analyses tomographiques, obtenues dans les tout premiers instants d’évolution du dommage en fluage, se révèlent être complémentaires de celles issues de l’analyse mécanique, quant à elles plutôt pertinentes en fin d’essai.

L’exploitation de l’ensemble des points expérimentaux issus des analyses tomographiques réalisées, comme vu précédemment, au cours d’essais de fluage à divers niveaux de contrainte et de température appliqués conduit à identifier, dans un premier temps, une valeur moyenne du paramètre k égale à 16.2, supposant ainsi un cumul linéaire du dommage de fluage et une non-dépendance de ce paramètre à la température.

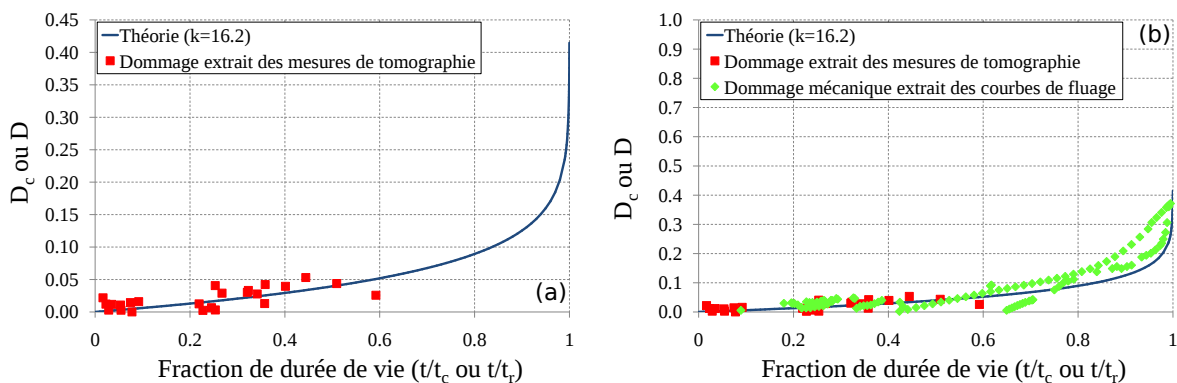


Figure 3.32 – Courbes d’évolution du dommage (fonction de t/t_c et de t/t_r) construites par les mesures issues de l’analyse mécanique et de celles extraites de la tomographie.

Cumul non-linéaire du dommage de fluage

► Cumul non-linéaire du dommage lié à la contrainte

Comme nous venons de le voir sur la figure 3.30, le cumul non-linéaire du dommage en fluage peut être décrit en considérant une dépendance de l'exposant k à la contrainte appliquée et donc en considérant une évolution du dommage avec la fraction de durée de vie fonction du niveau de charge appliqué [Lemaître 75]. Nous avons en effet constaté que plus la contrainte est importante et plus la courbe de cumul de dommage est non-linéaire. L'exposant k semble donc dépendre du niveau de contrainte : les deux variables σ et D ne sont donc plus séparables. Même si aucune justification théorique ne vient étayer l'introduction d'une fonction $k(\sigma)$, il semble que cela soit le moyen le plus simple pour rendre compte de la non-linéarité du cumul de dommage. Les expressions du dommage en fonction de la fraction de durée de vie et du temps à rupture pour une contrainte donnée sont alors les suivantes :

$$D = 1 - \left(1 - \frac{t}{t_c}\right)^{\frac{1}{k(\sigma)+1}} \longrightarrow t_c = \frac{1}{k(\sigma)+1} \left(\frac{\sigma}{A}\right)^{-r} \quad (3.15)$$

La fonction $k(\sigma)$ est croissante car les évolutions de dommage sont plus rapides pour les niveaux de contrainte faibles (figure 3.30). La loi traduit bien l'effet de cumul non-linéaire pour un essai de fluage à deux niveaux : en intégrant le dommage au premier niveau (σ_1) entre 0 et D_1 , puis au second (σ_2) entre D_1 et 1, on trouve l'expression de la fraction de durée de vie au second niveau t_2/t_{c2} fonction de celle au premier niveau t_1/t_{c1} (équation 3.16). Il y aura donc une évolution plus rapide du dommage au second niveau et donc une rupture prématurée dans le cas où $\sigma_2 > \sigma_1$ et inversement dans le cas $\sigma_2 < \sigma_1$.

$$\frac{t_2}{t_{c2}} = \left(1 - \frac{t_1}{t_{c1}}\right)^{\frac{k(\sigma_2)+1}{k(\sigma_1)+1}} \quad (3.16)$$

A titre d'exemple, appliquons ce type de modèle à un essai de fluage à deux niveaux de contrainte avec une surchauffe de courte durée à 1200°C à l'état initial, essai décrit au chapitre 2. Après la surchauffe à 1200°C, l'échantillon est soumis à 1050°C pendant 59 heures de fluage à 1050°C sous 140 MPa puis à 66 heures de fluage sous 160 MPa, jusqu'à rupture. Pour rappel, la durée de vie résiduelle rapportée au temps à rupture sans O.E.I. (t_{res}/t_{iso}) pour un essai de fluage à contrainte constante avec surchauffe initiale est égale à 0.54. Déterminons le temps à rupture restant (t_2) après la modification de la charge. Pour un k constant, le temps à rupture restant est de 74 heures ($t_c^{iso}(140 \text{ MPa})=484$ heures et $t_c^{iso}(160 \text{ MPa})=176$ heures ramenés respectivement à 261.3 heures et 95.0 heures compte tenu de la valeur de t_{res}/t_{iso} égale à 0.54). Dans le cas d'un k dépendant du niveau de contrainte appliqué ($k(\sigma)$) et supposé obéir à un polynôme d'ordre 2 (équation 3.17 issue de l'identification à 1050°C sur le MC2, voir la figure 3.33), comme ce qui a également pu être fait par Chaboche sur l'IN 100 à 1000°C [Chaboche 78], le temps à rupture restant est égal à 64 heures.

$$k(\sigma) = 6.71 \times 10^{-4} \sigma^2 - 1.31 \times 10^{-1} \sigma + 9.94 \quad (3.17)$$

Pour cet essai, l'éprouvette a rompu au bout de 66 heures à 1050°C/160 MPa. On a donc 12% d'erreur en utilisant un k constant, ramenée à 3% si le k est considéré dépendant de la charge appliquée. En dépit des phénomènes de dispersion en fluage, il semble donc que la prise

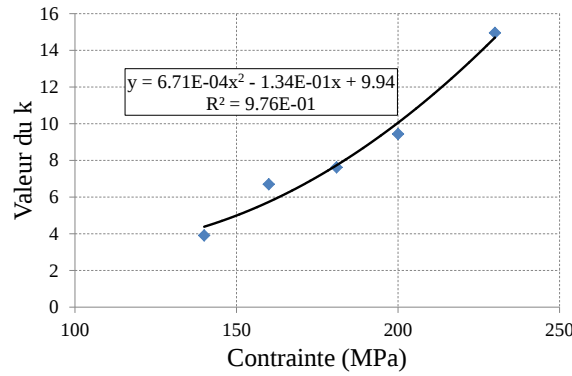


Figure 3.33 – Évolution du paramètre k de la loi de dommage de type Kachanov en fonction de la contrainte appliquée lors des essais de fluage pur à 1050°C. Les valeurs de k ont été obtenues par la méthode des moindres carrés sur les courbes présentées à la figure 3.30(a). Une régression polynomiale d'ordre 2 a été ajoutée, comme Chaboche l'avait fait pour l'alliage polycristallin IN 100 à 1000°C [Chaboche 78].

en compte d'un cumul non-linéaire du dommage lié à la contrainte améliore la prévision de durée de vie d'un essai avec modification au cours du temps du niveau de charge appliquée.

► Cumul non-linéaire du dommage en fluage lié à une surchauffe

Le cumul non-linéaire du dommage en fluage ne semble pas être uniquement lié à la charge appliquée. En effet, les expériences ont montré, qu'après une surchauffe de courte durée, la transition entre le fluage secondaire et le fluage tertiaire est plus progressive et se produit à des niveaux de déformation plus élevés. Il semblerait donc que la valeur du paramètre k de la loi d'évolution du dommage doit être diminuée pour rendre compte des effets d'histoire de la température. L'expression donnant l'évolution du paramètre k pourrait alors être reformulée en introduisant une dépendance à des variables internes représentatives de l'histoire thermo-mécanique, comme les fractions volumiques de précipités γ' secondaires et tertiaires.

Ainsi, la valeur du paramètre k serait diminuée après surchauffe ce qui rendrait compte du comportement plus progressif de l'endommagement. Cependant, on pourrait aussi imaginer que la surchauffe ne modifie pas le dommage mais directement la contrainte visqueuse au travers d'une variable H , comme McLean *et al.* l'ont proposé [McLean 00].

$$\dot{\gamma} = \left\langle \frac{f}{K(1-D)} \right\rangle^n \text{sign}(\tau - X) \longrightarrow \left\langle \frac{f}{K(1-D)(1-H)} \right\rangle^n \text{sign}(\tau - X) \quad (3.18)$$

Néanmoins, ce type de modèle ne peut prévoir l'augmentation de durée de vie consécutive à une surchauffe de plus longue durée (150 secondes au lieu de 30 secondes). En outre, le fait qu'il y ait pour certaines durées de fluage pré-surchauffe une augmentation de la durée de vie résiduelle signifie qu'une surchauffe, en plus de diminuer la valeur du paramètre k , augmenterait le temps à rupture. La loi d'évolution du dommage serait alors dépendante d'une variable interne telle que la déformation plastique cumulée ou la valeur du désaccord paramétrique.

3.2.4 Conclusion

Les analyses de l'évolution de la microstructure par tomographie X, et plus précisément de l'évolution importante au cours du fluage de la fraction volumique de pores, ont permis de

mettre en évidence deux résultats. D'une part, la nucléation et la croissance des pores peuvent être corrélées à un paramètre ψ dépendant de la température, du temps et de la déformation plastique. D'autre part, la rupture finale de l'éprouvette est due à une forte localisation de la fraction volumique de pores.

En outre, il a été montré que le dommage expérimental, issu d'analyses tomographiques et correspondant à la variation de la fraction volumique de pores, peut être lié au dommage mécanique, défini par la théorie de Rabotnov-Kachanov et décrit par la vitesse de déformation plastique. Ceci a permis de comparer en fluage l'évolution du dommage de la Mécanique de l'Endommagement Continu à celui issu des observations microstructurales par tomographie X. Ces analyses montrent que le dommage de fluage est au premier ordre diffus, ce qui justifie de considérer un dommage isotrope décrit par une variable D_c scalaire. La loi de fluage a pu être identifiée et validée pour de faibles valeurs de fraction de durée de vie t/t_c , inférieures à 0.5, domaine pour lequel l'analyse classique des courbes de déformation $\varepsilon(t)$ ne permettent pas d'accéder à une estimation du dommage et à son évolution.

Les deux méthodes d'analyse et d'estimation du dommage de fluage en cours d'essai sont donc complémentaires. Le modèle de fluage identifié dans le cadre d'une analyse couplée comportement/endommagement sera exploité au chapitre 4.

3.3 Analyse de l'endommagement et de la dispersion à rupture en fluage isotherme

Comme nous venons de le voir au paragraphe précédent, le début du fluage tertiaire n'est pas forcément associé à la présence d'un fort taux de pores (taux de 0.03% après 1.4% de déformation plastique à 1000°C/220 MPa et 0.1% après 4% de déformation plastique à 1100°C/160 MPa). On observe d'ailleurs que l'augmentation de la porosité se manifeste principalement au cours du fluage tertiaire dès que de fortes déformations sont atteintes. On se propose donc, dans la suite, de formuler un dommage prenant en compte à la fois le dommage du mécanicien (pores, fissures,...) et une notion du dommage du physicien des matériaux qui intégrerait les processus contribuant à l'abaissement de la résistance à la rupture et donc à l'augmentation de la densité de dislocations mobiles. En ce sens, cette tentative de formulation d'un dommage a pour vocation de coupler le dommage induisant une perte de section portante et les évolutions de microstructures induites. Pour cela, des analyses stéréologiques à la fois des pores et des particules de phase TCP ont été réalisées à rupture pour une condition d'essai spécifique où il y a à la fois une rupture très localisée des éprouvettes et une forte dispersion sur les durées de vie obtenues.

Notations utilisées

| | | |
|--|---|---|
| $\varepsilon_{rupture}$ (%) | → | Déformation à rupture |
| $\dot{\varepsilon}_{II}$ (h^{-1}) | → | Vitesse de déformation pendant le stade secondaire du fluage |
| $\dot{\varepsilon}_I$ (h^{-1}) | → | Vitesse de déformation pour les tous premiers instants du stade primaire de fluage |
| $F_{S\ pore}$ (%) | → | Fraction surfacique de pores |
| $F_{S\ TCP}$ (%) | → | Fraction surfacique de phase μ |
| $\frac{DDV}{DDV_{max}}$ | → | Fraction de durée de vie par rapport à la durée de vie maximale relevée à 1050°C/160 MPa (218 heures) |

3.3.1 Dépouillement des essais et observations microstructurales

Les essais considérés ici ont été conduits à l'ENSMA pour une température de 1050°C et sous une charge constante qui correspond à une contrainte initiale appliquée σ_0 de 160 MPa. Cinq essais de fluage ont été réalisés en respectant scrupuleusement la même procédure expérimentale (banc d'essai, régulation thermique,...) et en utilisant un même lot matière (même barreau). On observe à la figure 3.34 des durées de vie à rupture très dispersées et comprises entre 93 et 218 heures (facteur de dispersion supérieur à 2) malgré des réponses mécaniques du matériau très reproductibles en termes de déformation (fluage primaire et secondaire très proches). Les caractéristiques de ces essais sont reportés à la table 3.8.

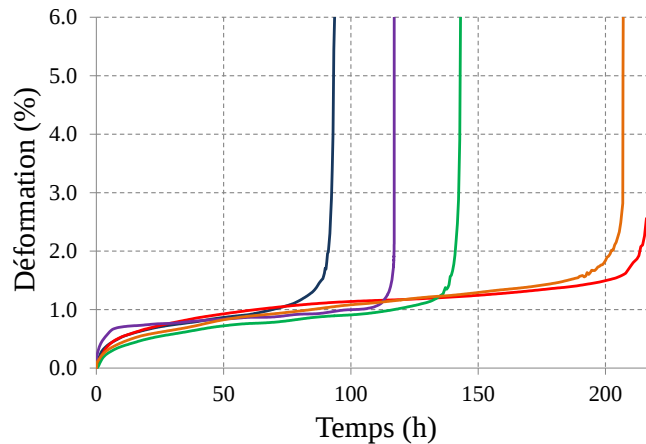


Figure 3.34 – Évolution de la déformation (%) en fonction du temps (h) pour les cinq essais de fluage réalisés à 1050°C/160 MPa.

| DDV (h) | $\dot{\epsilon}_{II}$ (h^{-1}) | $\dot{\epsilon}_I$ (h^{-1}) | $\epsilon_{rupture}$ (%) |
|---------|---|--|--------------------------|
| 93.26 | 6.60×10^{-5} | 1.59×10^{-3} | 5.44 |
| 117.00 | 3.10×10^{-5} | 4.81×10^{-3} | 5.04 |
| 143.07 | 4.62×10^{-5} | 5.42×10^{-4} | 6.03 |
| 206.81 | 5.05×10^{-5} | 3.14×10^{-3} | 6.34 |
| 218.61 | 3.42×10^{-5} | 1.03×10^{-3} | 4.29 |

Table 3.8 – Caractéristiques des essais de fluage isothermes à 1050°C/160 MPa.

Chaque éprouvette, orientée suivant $\langle 001 \rangle$, a été coupée après essai dans le sens longitudinal, i.e. dans le sens de l'axe de chargement. Il a été choisi de ne considérer qu'une seule coupe étant donné que l'étude de tomographie a révélé que la distribution des pores était isotrope ce qui signifie donc que toutes les coupes sont équivalentes entre elles. La microstructure a ensuite été révélée par attaque sélective de la phase γ' . Des analyses stéréologiques des pores et des particules de phase μ ont été réalisées grâce au programme *Visilog*[®] couplé à un algorithme spécialement adapté pour améliorer l'analyse d'image. Cela conduit ainsi à une meilleure quantification, à la fois des fractions surfaciques, des épaisseurs et des longueurs des particules de phase μ et de pores [Cormier 07a, Vaunois 10].

Pour ce faire, environ 30 images ont été analysées (surface totale de $1.5 \times 1.0 \text{ mm}^2$) par éprouvette ce qui correspond à une moyenne de 200 particules de phase TCP et 150 pores analysés par éprouvette. Ces images ont été obtenues dans une zone la plus proche possible

de la zone de rupture (jusqu'à 1 mm de la surface de rupture), i.e. dans la zone de striction de l'éprouvette, là où la déformation plastique est la plus importante (figure 3.35). Ainsi, les fractions surfaciques et les densités (nombre de particules par unité de surface) ont été déterminées à la fois pour les pores et les particules de phase TCP. Il a été choisi de n'étudier qu'une seule coupe longitudinale étant donné qu'à ce niveau de déformation, les pores et les phases TCP, initialement présents respectivement dans les régions interdendritiques et dendritiques, sont aussi présents dans l'ensemble du volume [Link 06].

Le fait de caractériser les particules de phase μ pour expliquer les phénomènes de dispersion est validé par la première partie de ce chapitre qui a montré qu'elles introduisaient des modifications locales de la morphologie de la microstructure γ/γ' en épaisseur et en orientation. Cette prise en compte est aussi justifiée par le temps caractéristique de précipitation de cette phase qui est nettement inférieur à la durée des essais (moins de 2 heures à 1050°C alors que l'essai le plus court est de 93 heures) et la précipitation abondante observée aussi bien dans que hors de la zone de striction (figure 3.35). On constate aussi que la porosité constituée à la fois de pores de déformation (figure 3.36(b)) et de solidification/homogénéisation (figure 3.36(a)) est importante et initiatrice de fissures dans la zone de striction. Ces pores ont souvent été observés en interaction avec des particules de phase μ et plus particulièrement dans les zones hautement déformées, i.e. jusqu'à 0.2 mm de la surface de rupture (figures 3.36(a) et (b)). L'ensemble de ces constatations semble justifier la prise en compte des particules de phase μ dans une formulation du dommage microstructuralement sensible.

3.3.2 Résultats quantitatifs des analyses d'images

Les analyses d'images ont permis d'obtenir à la fois la surface moyenne et la densité des particules de phase μ et des pores. Ces résultats, présentés dans la figure 3.37, ont été obtenus par analyses stéréologiques *post-mortem* sur chaque éprouvette dont le comportement en fluage a été présenté figure 3.34.

La figure 3.37(a) montre que la durée de vie en fluage est dépendante de la surface moyenne des pores au-delà d'une surface spécifique d'environ $60 \mu m^2$. En effet, au-delà de cette valeur, plus la surface moyenne des pores est importante, plus la durée de vie en fluage est courte. La présence d'une plus grande taille de pores dans l'échantillon représente une probabilité plus importante de localisation du dommage et donc d'amorçage de fissure macroscopique conduisant à la rupture. Cependant, ceci ne peut pas expliquer l'ensemble des résultats obtenus puisque la durée de vie la plus courte correspond à la fois à une fraction de pores la plus faible mais à une densité de pores plus importante (figure 3.37(c)).

Concernant les particules de phase μ , aucune tendance claire ne peut être tirée des résultats obtenus afin de justifier les variations de durée de vie (figures 3.37 (b) et (d)). Ces particules ne semblent donc pas contrôler directement la durée de vie en fluage dans les conditions expérimentales étudiées. Ainsi, les variations de la durée de vie en fluage ne peuvent être directement justifiées par les paramètres qui ont été présentés dans la figure 3.37, ni même par les fractions surfaciques des particules de phase TCP ou de pores (table 3.9).

3.3.3 Discussion

Les résultats issus de la figure 3.37 semblent montrer que la surface moyenne des pores peut contrôler la durée de vie en fluage. Cependant, la durée de vie la plus faible correspond à la surface moyenne de pores la plus faible, environ égal à $8 \mu m$ (figure 3.37(a)). Dans ce cas particulier, la petite taille des pores est contrebalancée par une densité de pores qui est la plus

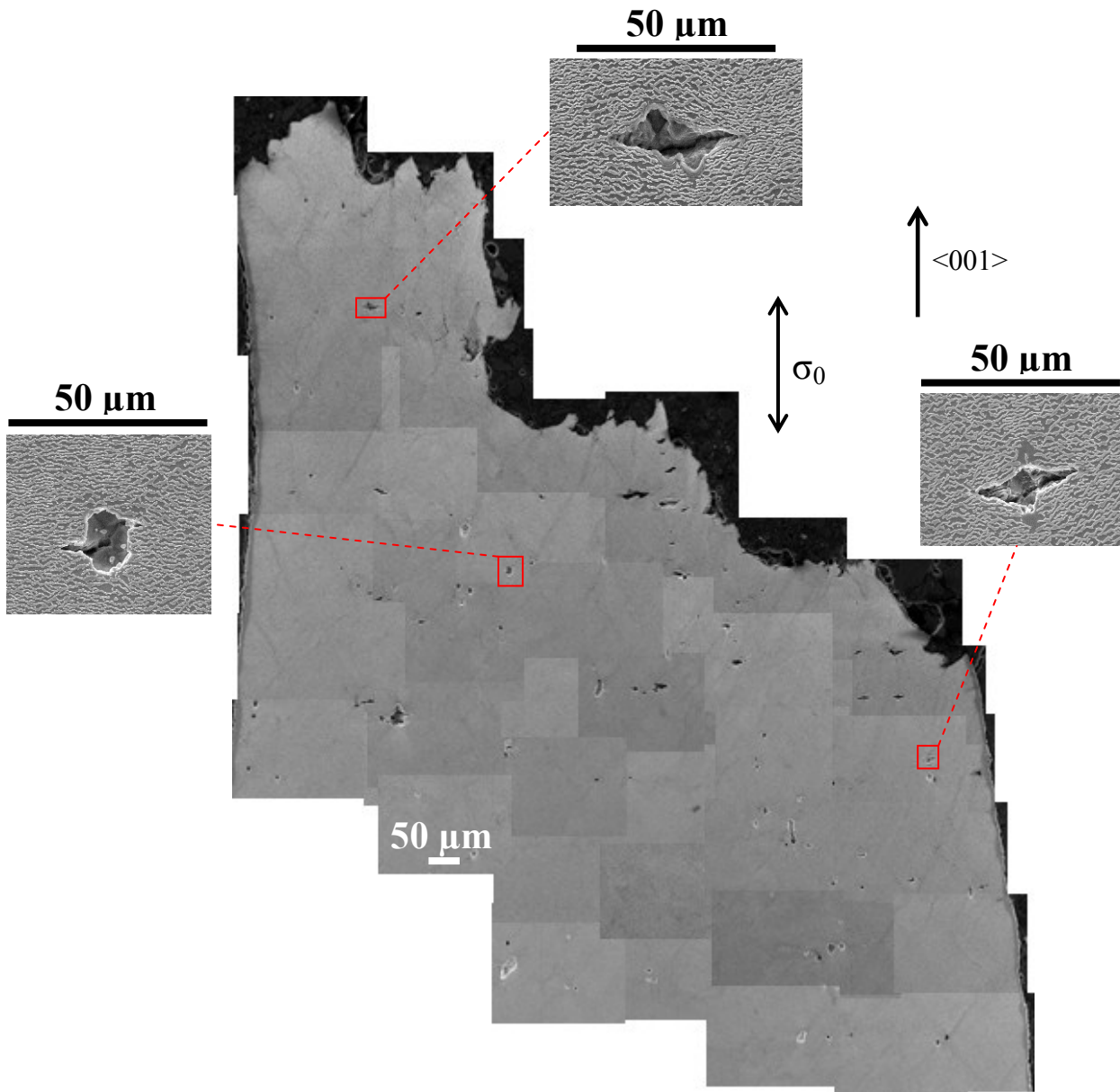


Figure 3.35 – Exemple de reconstitution d’une coupe longitudinale d’une éprouvette fluée à 1050°C/160 MPa (DDV=218 heures). Les inserts correspondent aux agrandissements de pores sur lesquels s’amorçent des fissures conduisant à la rupture.

| $\frac{DDV}{DDV_{max}}$ | 0.43 | 0.53 | 0.65 | 0.95 | 1.0 |
|-------------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| $F_{S\ pores}$ (%) | 0.32±0.05 | 1.25±0.19 | 1.24±0.19 | 1.05±0.16 | 0.59±0.09 |
| $F_{S\ TCP}$ (%) | 0.027±0.001 | 0.012±0.001 | 0.018±0.001 | 0.011±0.001 | 0.046±0.002 |

Table 3.9 – Fractions surfaciques des particules de phase μ et de la porosité pour les divers essais de fluage isothermes réalisés à 1050°C/160 MPa. Les pourcentages d’erreur correspondent à 15% pour les pores et 5% pour la phase μ .

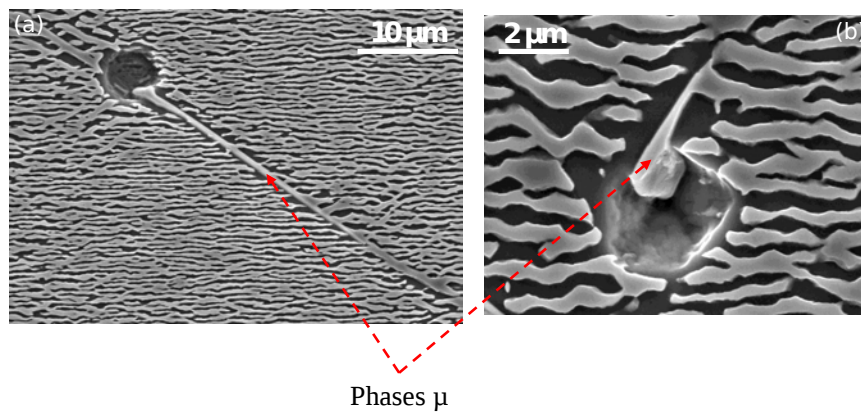


Figure 3.36 – Observations de particules μ en interaction directe avec un pore de solidification (a) et de déformation (b) obtenues par microscopie électronique à balayage en électrons secondaires en fin des essais de fluage à 1050°C/160 MPa.

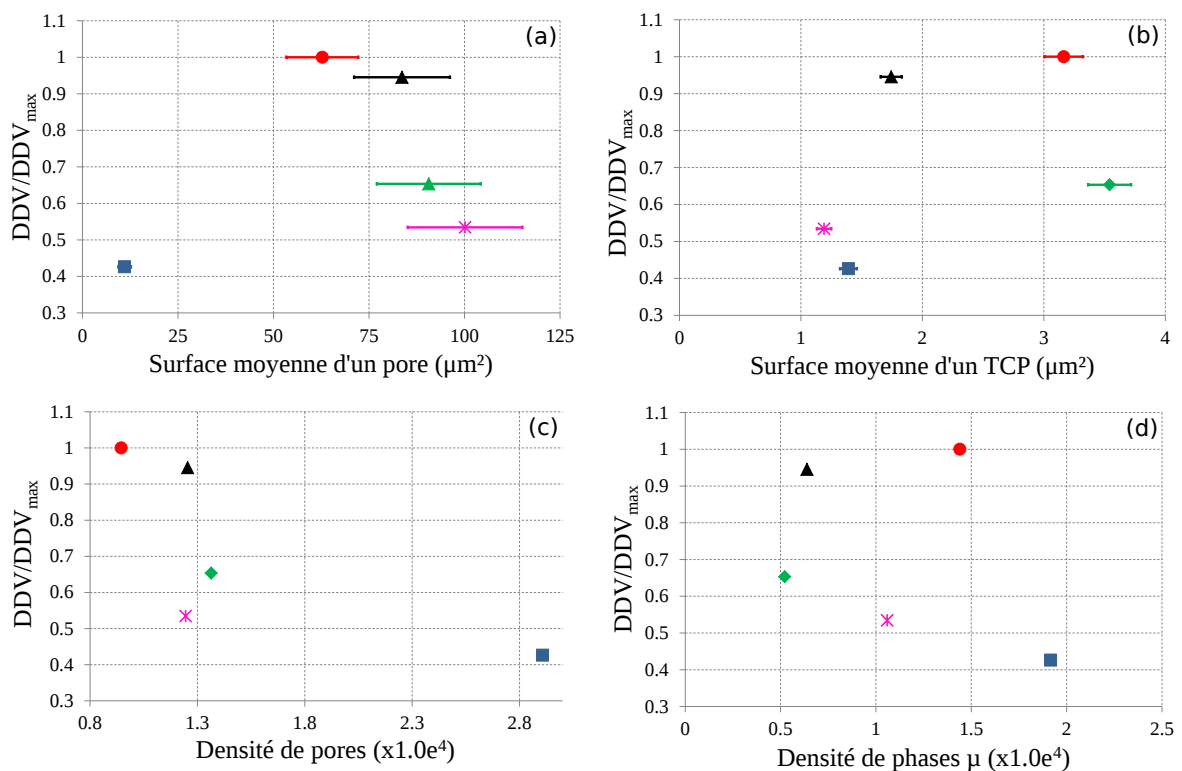


Figure 3.37 – Résultats des analyses d'images réalisées sur les cinq éprouvettes fluées à 1050°C/160 MPa. Les quatre figures représentent l'évolution de la durée de vie normalisée par la durée de vie maximale (218 heures) en fonction (a) de la surface moyenne d'un pore, (b) de la surface moyenne d'une particule de phase TCP, (c) de la densité de pores et (d) de la densité de particules de phase μ .

tel-00834830, version 1 - 17 Jun 2013

importante de tous les échantillons étudiés (figure 3.37(c)). Ce résultat suggère donc que la taille et la densité des pores contrôlent toutes deux la durée de vie en fluage.

Étant donné qu'il n'est pas possible d'identifier un unique paramètre contrôlant la durée de vie en fluage, une méthode d'homogénéisation a été proposée pour capter non seulement la présence des pores mais aussi leur rôle induit sur la microstructure γ/γ' environnante. Les modifications locales des champs de contrainte/déformation autour des particules endommageantes (i.e. pores et particules de phase TCP) induisent des modifications de la microstructure γ/γ' et plus spécifiquement de l'épaisseur des couloirs de matrice γ . En effet, dans les conditions de température et de contrainte des essais, l'écoulement plastique est majoritairement limité aux couloirs de matrice γ , menant à une densité de dislocations plus élevée, spécifiquement aux interfaces de γ/γ' . Ces dislocations d'interfaces permettent une accélération de la cinétique de diffusion [Embury 03, Giraud 13] ce qui permet, entre autres choses, d'assister la nucléation de lacunes (formation de pores) par diffusion croisée des éléments d'alliages, connue sous le nom d'effet Kirkendall [Bokstein 07].

Dans le but de construire un scalaire prenant en compte l'impact des pores et des phases TCP, nous allons considérer les pores et les particules de phase TCP comme des inclusions qui ont une influence sur la microstructure γ/γ' à leur voisinage. Nous considérerons que :

- les pores sont des sphères dont le diamètre équivalent a été calculé à partir de surface moyenne des pores et qui est approximativement égal à $8 \mu m$, diamètre moyen des pores de déformation d'après les observations ce qui est cohérent avec les observations faites par Link *et al.* [Link 06] au synchrotron sur du CMSX-4[®] flué à $1100^\circ C/135$ MPa pendant 149 heures et au cours de notre étude par tomographie,
- les pores perturbent rapidement la microstructure locale γ/γ' sur une distance équivalente à leur diamètre, i.e. un désalignement de la microstructure γ/γ' bien établie en radeaux est induit par les pores.

En effet, il a été établi par Cormier *et al.* [Cormier 09] que l'étendue de la microstructure modifiée autour du pore sphérique, ayant un rayon de $9 \mu m$, est proche de $8 \mu m$ après 4 heures de fluage à $1050^\circ C$. Étant donné que les éprouvettes de cette étude ont subi un temps de fluage à $1050^\circ C$ bien supérieur à 4 heures, il a d'abord été décidé de déterminer comment les champs locaux de contrainte/déformation viscoplastique évoluent en fonction du temps de fluage au voisinage d'un pore observé hors de la zone de striction (i.e. sans aucune modification de la triaxialité des contraintes induite par la striction). Une simulation EF en 3D a été réalisée en utilisant le code de calcul *Polystar* développé par Cormier *et al.* [Cormier 10a] dans le cadre de la plasticité cristalline, décrit en détail dans les chapitres 1 et 4. Une simulation EF de 150 heures à $1050^\circ C/160$ MPa a été réalisée pour déterminer l'impact d'un pore sur la microstructure environnante (figure 3.38).

On observe dans la figure 3.38(c) que la redistribution de contrainte autour du pore est très rapide (en moins de 10 heures). Une fois que la relaxation de contrainte est atteinte, les pores modifient la microstructure γ/γ' sur une distance correspondant à deux fois leur diamètre mais évolue peu après $12 \mu m$. De plus, la microstructure autour du pore n'est pas affectée de la même manière étant donné la répartition du champ de contrainte en "aile de papillon" (figure 3.38(a)). Ainsi, pour homogénéiser les modifications du champ de contrainte autour d'un tel défaut, on considère que le pore n'influence les évolutions microstructurales locales que sur une distance correspondant à son diamètre (figure 3.39(b)). On considérera dans la suite une extension de $8 \mu m$ pour la zone γ/γ' modifiée par le champ mécanique induit par les pores.

Les particules de phase μ modifient elles aussi la microstructure à leur voisinage sur $8 \mu m$

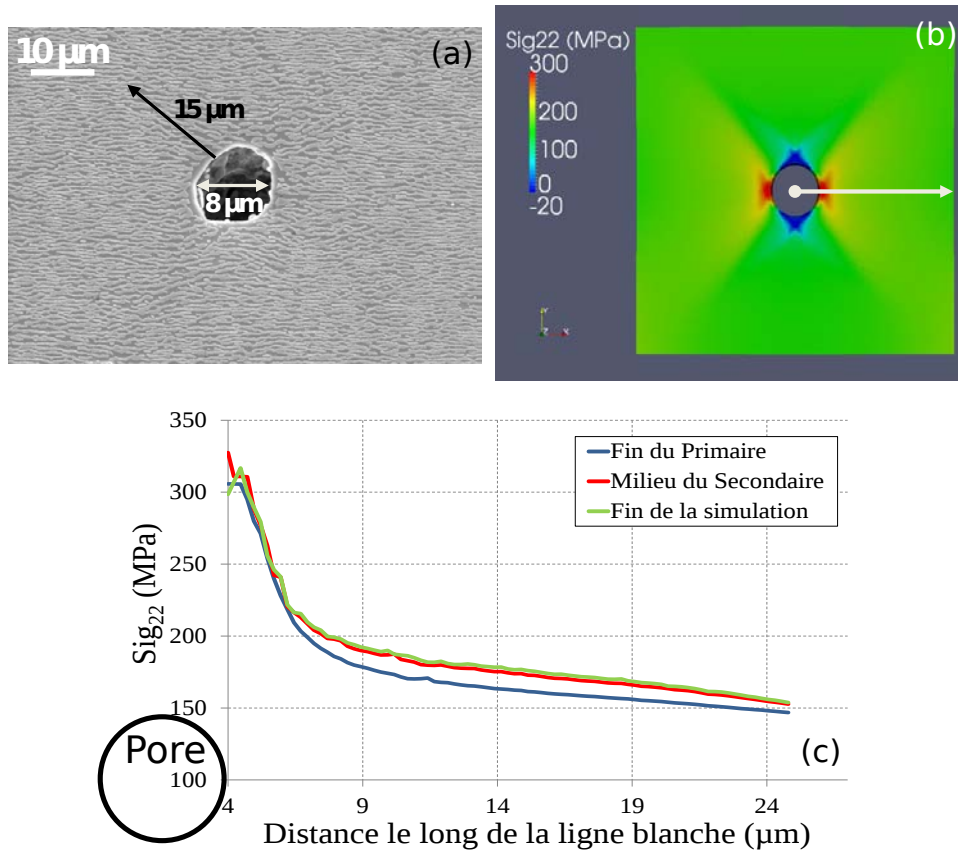


Figure 3.38 – (a) Pore hors de la zone de striction à la fin du fluage à 1050°C/160 MPa. La flèche noire représente la distance de la zone où la microstructure γ/γ' est perturbée par le pore. (b) Simulation numérique de l'impact du pore sur la microstructure environnante en fin de simulation et (c) évolution de la contrainte longitudinale (σ_{yy} le long du chemin défini par la flèche blanche) en (b) à la fin du fluage primaire, au milieu du fluage secondaire et à la fin de la simulation numérique.

dans le cas d'un chargement uniaxial au niveau des pointes des aiguilles de phase μ , dans le cas d'une particule μ isolée, ou sur une étendue encore plus large dans le cas d'interaction entre plusieurs particules μ (voir la première partie de ce chapitre). Cependant, par souci de simplicité, l'influence des interactions entre les différentes particules de phase TCP sur la microstructure γ/γ' a été négligée et les particules de phase μ ont été modélisées comme des rectangles d'épaisseur $1 \mu m$, épaisseur qui est la plus communément observée expérimentalement. La distance sur laquelle la microstructure γ/γ' est localement perturbée a été choisie égale à $4 \mu m$ à partir de la frontière TCP/microstructure (figure 3.39(a)).

À partir de ces hypothèses, une surface endommagée γ/γ' homogénéisée a été calculée et la durée de vie en fluage a été tracée en fonction de ce nouveau paramètre (figure 3.39(b)). Celui-ci est donné par :

$$\omega = \frac{Surface_{pores} + Surface_{\gamma/\gamma'} \text{ endommagée par les pores} + Surface_{\gamma/\gamma'} \text{ endommagée par les TCP}}{Surface_{etudiee}} \quad (3.19)$$

La figure 3.39(b) met en évidence une évolution de la durée de vie en fonction du paramètre ω par une loi puissance (coefficient de corrélation $R^2 = 0.84$). Ce résultat est en bon accord avec celui obtenu par Cox sur le CMSX-4[®] [Cox 00]. En effet, en réduisant le niveau de porosité initiale par une compaction isostatique à chaud, l'auteur observe une diminution de la vitesse de fluage.

Concernant le rôle joué par les particules de phase TCP, il est possible d'observer qu'elles ont une influence sur la génération/croissance des pores (figure 3.36) et plus spécifiquement au niveau des pointes. En effet, comme il a déjà été mentionné, la modification des champs locaux de contrainte/déformation entraîne la génération de lacunes. Une contrainte plus élevée mène plus rapidement à une densité de dislocations plus grande ce qui produit des lacunes dans une plus large proportion, accélérant ainsi la formation des pores [Brinkman 55, Schlipf 73]. Par conséquent, les particules de phase TCP sont des sites préférentiels de nucléation de pores de déformation du fait de leur large influence sur la microstructure [Pessah-Simonetti 98, Reed 99, Reed 07a, Cheng 11a]. Les analyses stéréologiques dans la zone de striction ont d'ailleurs révélé que plus le nombre de particules de phase TCP était élevé, plus le nombre de pores l'était (figure 3.40) : une dépendance linéaire avec un coefficient $R^2 = 0.81$ peut être observée. Reed *et al.* [Reed 07a] avaient constaté le même phénomène, lors de leur étude à haute température (1150°C) de l'évolution du dommage de l'alliage CMSX-4[®] dans lequel des pores étaient associés à des particules de phase TCP proches de la zone de rupture.

3.3.4 Conclusion

Il semble nécessaire de considérer les discontinuités de microstructures (i.e. les pores) ainsi que les modifications (épaisseur et orientation) de microstructure γ/γ' au voisinage de ces dernières mais aussi au voisinage des particules de phase μ , afin d'expliquer l'origine de la dispersion lors des essais de fluage à haute température. En effet, les évolutions microstructurales, comme les modifications de la largeur des couloirs de matrice γ autour des pores, ont une influence sur la durée de vie. Par ailleurs, les particules de phase TCP, en plus d'avoir une influence sur la microstructure, peuvent jouer un rôle indirect sur l'endommagement en favorisant la formation de pores de déformation.

Toutes les analyses ont été conduites sur des microstructures observées après rupture, sur une surface spécifique menant à une formulation d'un paramètre formulé en 2D. Néanmoins,

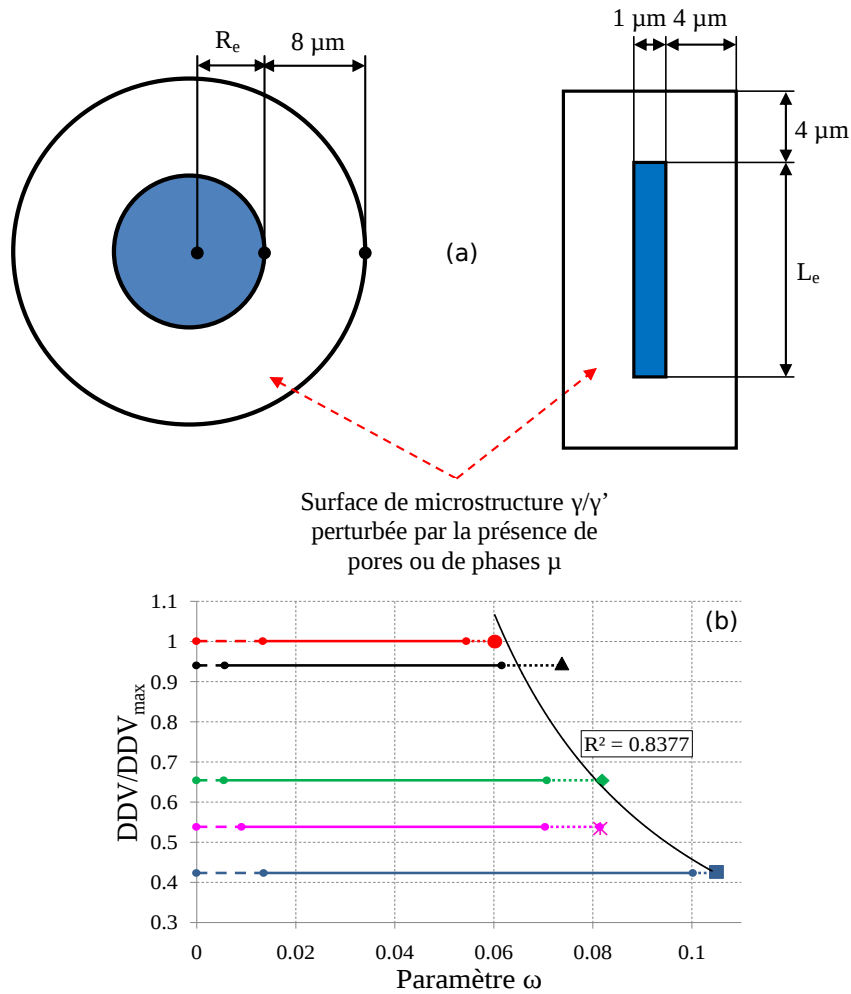


Figure 3.39 – (a) Évolution de la durée de vie en fluage en fonction du paramètre ω établi à l'équation 3.19 (b) avec le schéma explicatif des choix qui ont été utilisés pour tracer cette évolution où R_e correspond au rayon équivalent du pore, $4 \mu\text{m}$ dans notre cas, et L_e correspond à la longueur équivalente de la particule de phase TCP, entre $1.2 \mu\text{m}$ et $3.5 \mu\text{m}$ dans notre cas. Les lignes de tirets, continues et pointillées correspondent respectivement à la part de la microstructure endommagée par les particules de phase μ , à la part de la microstructure endommagée par les pores et à la part des pores dans le paramètre ω .

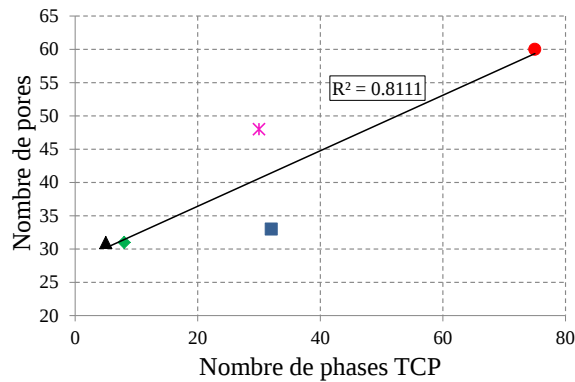


Figure 3.40 – Nombre de pores en fonction du nombre de phase TCP pour une zone d'analyse comprise entre la surface de rupture et 0.2 mm de celle-ci.

ce nouveau paramètre de dommage, prenant en compte explicitement les modifications de microstructure, est en bon accord avec l'évolution de la durée de vie pour expliquer les raisons de la dispersion en fluage à haute température. Grâce à l'étude précédente portant sur l'évolution de la porosité au cours du fluage à haute température, le paramètre ω , développé dans cette partie, pourrait être intégré comme variable interne physiquement justifiée représentative du dommage. La surface des pores et la surface de la microstructure, endommagée par leur présence, évolueraient au cours du temps et serait directement dépendante du temps, de la température et de la déformation plastique cumulée.

Synthèse

Ce chapitre a permis de donner une nouvelle définition de l'endommagement opérant à haute température pour un superalliage monocristallin de première génération. Celle-ci se trouve à mi-chemin entre l'endommagement vu par le mécanicien, qui ne le conçoit que comme une discontinuité de matière, et l'endommagement vu par le métallurgiste, qui le conçoit comme une modification de l'état initial du matériau (mise en radeaux, augmentation de la densité de dislocations mobiles,...).

L'étude a montré, grâce aux analyses de tomographie, que l'endommagement est essentiellement dû à la nucléation/croissance des cavités. Cependant, un autre type d'endommagement que l'on nommera "endommagement morphologique" existe autour des pores ou des particules considérées comme endommageantes (les phases TCP par exemple) qui peuvent aussi être des sites préférentiels de nucléation de pores. En effet, ces derniers génèrent des champs locaux de contrainte/déformation qui modifient la morphologie (épaisseur et orientation) de la microstructure γ/γ' . Ceci permet alors soit un écoulement plastique plus important par augmentation de la largeur des couloirs de matrice γ , soit un cisaillement massif des précipités γ' , considérés comme durcissant, par inversion de connexité. Il est donc important de concevoir l'endommagement comme à la fois une diminution de la section portante et un adoucissement de la microstructure.

L'estimation du dommage en fluage et de son évolution en cours d'essai, issue des analyses microstructurales de tomographie X et de l'exploitation des courbes de fluage macroscopique $\varepsilon(t)$, deux méthodes distinctes d'exploitation des données qui se sont révélées complémentaires, ont conduit à identifier le modèle de dommage en fluage de Rabotnov-Kachanov. Ce modèle considère le dommage comme diffus et donc isotrope et sera exploité au chapitre 4 dans le cadre d'analyses couplées comportement/endommagement de fluage.

Développement d'un modèle couplé comportement/endommagement
viscoplastique avec effet d'histoire de la température

Sommaire

| | |
|--|------------|
| Introduction | 170 |
| 4.1 Développement du modèle | 170 |
| 4.1.1 Bases du modèle couplé comportement/endommagement viscoplastique | 171 |
| 4.1.2 Écrouissage isotrope en lien avec les évolutions microstructurales . . . | 172 |
| 4.1.2.1 Description de la coalescence isotrope des précipités γ' secondaires | 173 |
| 4.1.2.2 Description de la coalescence orientée des précipités γ' secondaires | 174 |
| 4.1.3 Écrouissage cinématique et effet d'histoire de la température | 176 |
| 4.1.4 Synthèse des équations du modèle et des paramètres matériau | 176 |
| 4.2 Identification du modèle | 178 |
| 4.2.1 Essais rapides sans effet du temps à 1050°C | 179 |
| 4.2.2 Essais lents avec effet du temps à 1050°C | 182 |
| 4.2.2.1 Viscosité-Loi de Norton | 182 |
| 4.2.2.2 Simulation de l'évolution de la largeur des couloirs de matrice γ sous chargement de fluage | 184 |
| 4.2.2.3 Simulation de l'évolution de la largeur des couloirs de matrice γ sous chargement cyclique | 184 |
| 4.2.2.4 Essais de fluage et de relaxation | 186 |
| 4.2.3 Identification du modèle à 1200°C | 189 |
| 4.2.4 Valeurs des paramètres identifiés à 1050°C et à 1200°C | 191 |
| 4.3 Simulations d'essais isothermes complexes à 1050°C | 191 |
| 4.3.1 Essais cycliques | 191 |
| 4.3.2 Cas de l'orientation cristalline $\langle 111 \rangle$ | 192 |
| 4.4 Simulations d'essais anisothermes avec effet d'histoire de la température | 196 |
| 4.4.1 Retour sur l'identification des paramètres | 196 |
| 4.4.2 Simulations d'essais complexes de fluage et de fatigue/fluage avec O.E.I.200 | |
| 4.4.2.1 Essais de fluage pur | 200 |

| | | |
|------------|---|------------|
| 4.4.2.2 | Essais de fatigue/temps de maintien | 202 |
| 4.4.3 | Essais de fluage cyclés thermiquement | 204 |
| 4.5 | Application du modèle à un essai avec surchauffe sur une éprou- | |
| | vette bi-entallée | 205 |
| 4.5.1 | Motivation et conditions d'essai | 205 |
| 4.5.2 | Observations microstructurales et analyses d'images | 207 |
| 4.5.3 | Analyses EBSD | 210 |
| 4.5.4 | Discussion et calcul EF | 212 |
| 4.5.4.1 | Maillage et conditions limites | 212 |
| 4.5.4.2 | Validation de la formulation du $f_{thermique}$ | 214 |
| 4.5.4.3 | Simulations et microstructures | 216 |
| 4.5.5 | Conclusion | 219 |
| 4.6 | Retour sur la modélisation de la viscosité et de l'endommagement | 219 |
| | Synthèse | 219 |

Nomenclature

| | | |
|-------------------------|---|---|
| $\Delta\sigma$ | → | Amplitude de contrainte (MPa) |
| $\Delta\varepsilon$ | → | Amplitude de déformation totale |
| σ | → | Tenseur des contraintes appliquées |
| $\tilde{\varepsilon}_p$ | → | Tenseur des déformations viscoplastiques |
| \tilde{T} | → | Température (°C) |
| \dot{T} | → | Vitesse de chauffage ou de refroidissement (°C.s ⁻¹) |
| r^s | → | Variable d'écrouissage isotrope sur le système de glissement s (MPa) |
| h_{sj} | → | Composantes de la matrice d'interaction entre les systèmes de glissement (sans dimension) |
| ρ^s | → | Variable d'état de l'écrouissage isotrope représentative de la densité de dislocations |
| w_{001} | → | Largeur des couloirs de matrice γ suivant l'orientation $\langle 001 \rangle$ (nm) |
| f_l | → | Fraction volumique des précipités secondaires de la phase γ' |
| f_s | → | Fraction volumique des précipités tertiaires de la phase γ' |
| $f_{thermique}$ | → | Composante de la largeur des couloirs de matrice γ liée aux modifications de température |
| $f_{isotrope}$ | → | Composante de la largeur des couloirs de matrice γ liée à la coalescence isotrope |
| $f_{mecanique}$ | → | Composante de la largeur des couloirs de matrice γ liée à la mise en radeaux |
| ξ | → | Variable caractérisant la vitesse de sollicitation |
| $\tau_{diffusion}$ | → | Temps caractéristique de diffusion (s) |
| D_X^Y | → | Coefficient de diffusion de l'espèce X dans la phase Y (m ² .s ⁻¹) |
| a^* | → | Variable de restauration dépendante de la température |
| γ^s | → | Déformation viscoplastique de cisaillement sur le système de glissement s |
| ν^s | → | Déformation plastique cumulée sur le système de glissement s |
| ν | → | Déformation plastique cumulée |
| α^s | → | Variable d'écrouissage cinématique sur le système de glissement s |
| D_c | → | Variable de dommage de fluage isotrope |
| τ^s | → | Cission critique résolue sur le système de glissement s (MPa) |
| \underline{l}^s | → | Direction du glissement sur le système de glissement |
| \underline{n}^s | → | Normale au plan de glissement |
| \tilde{m}^s | → | Tenseur d'orientation |

Introduction

Nous avons montré dans les chapitres précédents la grande influence de la microstructure et plus particulièrement de la mise en radeaux des précipités γ' sur l'évolution du comportement et de l'endommagement du superalliage monocristallin MC2. En effet, en fonction de la durée de pré-fluage et donc de l'état d'avancement de la mise en radeaux (figure 2.19), une surchauffe à 1200°C n'a pas le même effet sur le comportement mécanique post-surchauffe et la durée de vie résiduelle en fluage à 1050°C. Par ailleurs, les essais cycliques complexes de fatigue et fatigue/temps de maintien avec surchauffe ont montré qu'il était indispensable de considérer dans la modélisation des écrouissages isotrope et cinématique et de prendre compte les évolutions microstructurales et les effets d'histoire thermomécanique sur l'évolution des variables internes associées aux écrouissages.

Un nouveau modèle de comportement viscoplastique considérant écrouissages isotrope et cinématique a été développé. Le modèle doit traduire explicitement les effets induits par la précipitation/dissolution des précipités γ' tertiaires et l'épaississement des radeaux de γ' secondaires, consécutifs aux surchauffes de courte durée de type O.E.I. Il doit en outre rendre compte des chargements de longue durée post-surchauffe sous chargement de fluage et de fatigue/temps de maintien, sur le comportement non-linéaire du matériau à haute température.

Dans un premier temps nous présenterons le modèle, nous décrirons ensuite la démarche suivie pour l'identification des paramètres puis nous simulerons l'ensemble des essais isothermes et des essais avec effet d'histoire thermique en les comparant aux résultats expérimentaux. Enfin, le modèle sera appliqué à un cas complexe d'essai de fluage avec surchauffe sur une éprouvette bi-entaillée engendrant des gradients de contrainte et de microstructure dans la zone de concentration de contrainte.

Notons que le modèle a été développé sur la base de résultats d'essais principalement obtenus en traction sur des éprouvettes orientées suivant $\langle 001 \rangle$, direction d'orientation principale des aubes de turbine. Comme nous le verrons, l'application de ce modèle à d'autres orientations cristallines demandera des développements ultérieurs. Par ailleurs, les résultats d'essais exploités dans ce chapitre sont extraits de diverses campagnes expérimentales sur le matériau MC2 et par conséquent qui est issu de diverses coulées (Essais Metcut, Thèse Cormier [Cormier 06], Programme européen BRITTE EURAM (1992), PRC Structure Chaude, etc. - voir Annexe E) et qui présente donc des microstructures initiales, non nécessairement identiques, qui génèrent des dispersions importantes. Aussi nous sommes nous attachés à reproduire au premier ordre qualitativement l'ensemble des essais avec et sans effet d'histoire thermique.

4.1 Développement du modèle

Le modèle *Polystar*, initialement développé par Cormier *et al.* [Cormier 10a], est un modèle de plasticité cristalline couplé comportement/endommagement à variables internes représentatives des évolutions microstructurales (voir Annexe G). Il permet de décrire l'impact des effets d'histoire de la température sur le comportement en fluage. Nous présenterons les modifications qui ont été apportées à ce modèle afin de rendre compte des effets d'histoire thermique sur le comportement cyclique en fatigue/fluage du matériau en considérant des variables d'écrouissages isotrope et cinématique et en introduisant explicitement dans leurs lois d'évolution des variables internes ou des paramètres représentatifs des états microstructuraux. Comme nous l'avons vu aux chapitres précédents, le modèle se doit de décrire les non-linéarités du comportement, l'adoucissement du matériau observé lors de maintiens de longue durée à haute tempé-

rature et le durcissement lié aux phénomènes de dissolution/précipitation post-surchauffe des précipités γ' secondaires et tertiaires. Plus précisément, conformément à l'analyse des essais complexes réalisée aux chapitres 2 et 3, le modèle doit pouvoir décrire :

- la réduction de la taille du domaine d'élasticité lors de maintiens à haute température due à la mise en radeaux des précipités γ' secondaires,
- le durcissement consécutif à la surchauffe par l'augmentation de la taille du domaine et/ou par une vitesse de l'écroutissage plus rapide post-surchauffe dû à la précipitation de fins γ' tertiaires,
- les effets d'histoire de la température sur la vitesse de fluage post-surchauffe,
- le fluage tertiaire par couplage des lois de viscoplasticité à l'endommagement.

4.1.1 Bases du modèle couplé comportement/endommagement viscoplastique

Ce modèle phénoménologique de comportement couplé à l'endommagement de fluage combine élasto-viscoplasticité, écroutissage isotrope et écroutissage cinématique non-linéaire. On se place dans le cadre de l'hypothèse des petites déformations, avec une décomposition additive de la déformation en :

$$\varepsilon_t = \varepsilon_e + \varepsilon_p + \varepsilon_\theta \quad (4.1)$$

où ε_t , ε_e , ε_p et ε_θ sont respectivement les déformations totale, élastique, viscoplastique et thermique. Notons que la déformation plastique, dans une théorie dite unifiée, regroupe toutes les déformations inélastiques (plastique, viscoplastique,...). La dilatation thermique est supposée sous la forme $\varepsilon_\theta = \alpha(T)(T - T_0)$ avec α le coefficient de dilatation thermique dont l'évolution en température est donné dans l'Annexe F.

On suppose l'existence d'un domaine d'élasticité décrit par une surface seuil $f = 0$ à l'intérieur de laquelle le comportement reste élastique. La surface de charge sur chaque système de glissement dans le cas des superalliages monocristallins, par nature anisotropes et obéissant à l'holoédrie cubique, s'exprime par le critère de Schmid.

$$f^s = |\tau^s - x^s| - r^s \leq 0 \quad (4.2)$$

où τ^s est la cission résolue sur le plan de glissement s , r^s l'écroutissage isotrope sur le plan de glissement s délimitant le domaine d'élasticité de la surface de charge, x^s l'écroutissage cinématique situant le centre du domaine d'élasticité.

La loi d'écoulement viscoplastique de type Norton est donnée par l'équation 4.3 et s'applique à l'échelle des systèmes de glissement, couplant ainsi viscoplasticité et endommagement de fluage.

$$\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{|\tau^s - x^s| - r^s}{K} \right\rangle^n \text{sign}(\tau^s - x^s) \quad (4.3)$$

où K et n sont les paramètres de la loi de Norton (dépendant de la température) et τ^s correspond à la cission critique donnée par :

$$\tau^s = \sigma_{eff} : m^s \text{ avec } \sigma_{eff} = \frac{\sigma}{(1 - D_c)} \quad (4.4)$$

où D_c est une variable de dommage isotrope, comme vu au chapitre 3, et obéissant à une évolution de type Rabotnov-Kachanov donnée par l'équation 4.5.

$$\dot{D}_C = \left(\frac{\chi(\sigma)}{A} \right)^r (1 - D_c)^{-k} \quad (4.5)$$

où A et k sont des paramètres dépendants de la température et identifiés au chapitre 3 à 1050°C et 1200°C, en supposant ici un cumul linéaire du dommage et $\chi(\sigma)$ la contrainte équivalente de Hayhurst [Hayhurst 72], rendant compte de la multiaxialité du chargement en fluage à haute température, et validée sur de nombreux matériaux métalliques :

$$\chi(\sigma) = \alpha J_0(\sigma) + \beta J_1(\sigma) + (1 - \alpha - \beta) J_2(\sigma) \quad (4.6)$$

où $J_0(\sigma)$ désigne la contrainte principale maximale, $J_1(\sigma) = 3\sigma_H$ avec σ_H la pression hydrostatique et $J_2(\sigma) = \sigma_{eq}$ la contrainte équivalente de Von Mises. Dans le cas des superalliages base nickel [Lesne 87], α est pris égal à zéro, β permet quant à lui de rendre compte d'un dommage de fluage moindre en compression ($\chi(\sigma) = \sigma$ en traction uniaxiale et $\chi(\sigma) = (1 - 2\beta)\sigma$ en compression uniaxiale) et peut dépendre de la température.

Comme discuté au chapitre 1, seuls 12 systèmes de glissement octaédriques de type $\{111\}\langle 011\rangle$ sont considérés. La vitesse de déformation plastique macroscopique correspond alors à la somme des contributions sur les 12 systèmes.

$$\dot{\varepsilon}_p = \sum_{j=1}^{12} \dot{\gamma}^s \tilde{m}^s \quad (4.7)$$

\tilde{m}^s est le tenseur d'orientation.

4.1.2 Écrouissage isotrope en lien avec les évolutions microstructurales

L'écrouissage isotrope décrit la taille du domaine d'élasticité et se décompose en trois termes : la cission résolue critique r_0 , l'augmentation de la taille du domaine d'élasticité r_Q traduisant l'accroissement de la densité de dislocations et la contrainte d'Orowan correspondant au dernier terme de l'équation 4.8 où G est le module de cisaillement (C_{44}), B la norme du vecteur de Burgers et w_{001} la taille des couloirs de matrice γ suivant $\langle 001 \rangle$:

$$r^s = \underbrace{r_0}_{\text{Cission critique}} + bQ \overbrace{\sum_{j=1}^{12} h_{sj} \rho^j}^{r_Q} + \underbrace{\sqrt{\frac{2}{3}} \frac{GB}{w_{001}}}_{\text{Contrainte d'Orowan}} \quad (4.8)$$

$$\dot{\rho}^s = (1 - b\rho^s) \dot{\nu}^s \quad (4.9)$$

où ρ^s est une variable scalaire représentant l'effet de l'augmentation de la densité de dislocations sur le système s et dont l'évolution est donnée par l'équation 4.9, h_{ij} la matrice d'interaction entre les systèmes de glissement prise égale à la matrice unité mais pouvant avoir des coefficients spécifiques comme suggéré par Tabourot *et al.* [Tabourot 97], ν^s la déformation plastique cumulée sur le système de glissement s et b un paramètre matériau traduisant la rapidité de l'écrouissage isotrope liée à l'augmentation de la densité de dislocations.

On se propose de rendre compte de la dégradation de la microstructure opérante à haute température. Comme proposé par Fedelich *et al.* [Fedelich 09], deux contributions vont être

considérées : un grossissement homothétique des précipités γ' secondaires, dû au mûrissement d'Ostwald, et une coalescence directionnelle de ces derniers (i.e. une mise en radeaux) sous l'action d'une contrainte mécanique appliquée. Les effets des deux mécanismes sont supposés s'additionner. Ainsi, l'évolution de la largeur des couloirs de matrice γ le long de la direction $\langle 001 \rangle$ (w_{001}) s'exprime par :

$$w_{001} = w_0 \times f_{thermique} \times (1 + f_{mecanique} + f_{isotrope}) \quad (4.10)$$

où w_0 est un paramètre donnant la largeur initiale des couloirs de matrice γ . $f_{thermique}$ est une variable adimensionnelle qui traduit la variation relative des fractions volumiques des précipités γ' secondaires et tertiaires sur l'épaisseur des couloirs au travers de la relation suivante :

$$f_{thermique} = f_l^{ml} - dtp \times f_s^{msp} \quad (4.11)$$

où f_l et f_s représentent respectivement les fractions volumiques des précipités γ' secondaires et tertiaires. Leurs évolutions, induites par les changements de température, sont respectivement données par les équations 4.12 et 4.13. m_l , dtp et msp sont des paramètres matériau indépendants de la température.

$$\dot{f}_l = \left[1 - \delta \times \exp\left(\frac{-\nu}{e_{cfl}}\right) \right] \left(\frac{f_{eq} - f_l}{\alpha_l} \right) \quad (4.12)$$

$$\begin{aligned} (f_{eq} - f_l) \leq 0 \quad \dot{f}_s &= -\frac{f_s}{\alpha_s} \\ \left[(f_{eq} - f_l) \leq 0 \ \&\ \dot{T} < 0 \right] \dot{f}_s &= -\frac{f_{eq} - f_l - f_s}{\alpha_s} \dot{T} - \left(\frac{f_s}{K_{s1}} \right)^{m_s} \\ \left[(f_{eq} - f_l) \leq 0 \ \&\ \dot{T} \geq 0 \right] \dot{f}_s &= -\left(\frac{f_s}{K_{s2}} \right)^{m_s} \end{aligned} \quad (4.13)$$

où e_{cfl} est une déformation plastique rendant compte de la saturation de la matrice γ en dislocations, δ un paramètre matériau, f_{eq} la fraction volumique de γ' à l'équilibre thermodynamique, α_l et α_s des paramètres matériau dépendant de la température et décrivant la cinétique d'évolution des précipités γ' secondaires et tertiaires respectivement, K_{s1} , K_{s2} et m_s des paramètres indépendants de la température et jouant sur la cinétique de dissolution/précipitation des précipités γ' tertiaires.

Les variables adimensionnelles $f_{isotrope}$ et $f_{mecanique}$ traduisent l'évolution de la taille des couloirs de matrice γ liée respectivement au grossissement homothétique et à l'effet mécanique de l'écroutissage du matériau, mécanismes tous deux actifs à haute température, et dont les lois d'évolution sont décrites au paragraphe suivant.

4.1.2.1 Description de la coalescence isotrope des précipités γ' secondaires

La force motrice du mécanisme de coalescence isotrope est la minimisation de l'énergie d'interface γ/γ' . Ainsi, la variable $f_{isotrope}$ dépend uniquement du temps et de la température et non de l'état d'écroutissage du matériau.

Nous considérons une évolution en racine cubique avec un préfacteur dépendant de la température (équation 4.14). La loi d'évolution de la variable $f_{isotrope}$ s'exprime par :

$$\dot{f}_{isotrope} = \frac{f_{isotrope}^3(t_0) \chi_0 e^{-\frac{Ut}{RT}}}{3f_{isotrope}^2} \quad (4.14)$$

où T est la température (K), Ut une énergie d'activation ($J.mol^{-1}$), R la constante des gaz parfaits, χ_0 un paramètre indépendant de la température (s^{-1}) et $f_{isotrope}(t_0)$ la valeur de $f_{isotrope}$ à l'état initial. Cela conduit à la forme intégrée suivante :

$$f_{isotrope} = f_{isotrope}(t_0) \sqrt[3]{1 + \chi_0 e^{-\frac{U_t}{RT} t}} \quad (4.15)$$

En effet, conformément à la théorie de Lifschitz-Slyosov-Walter (théorie LSW) [Lifshitz 61, Wagner 61], la coalescence des particules, contrôlée par des processus diffusionnels, suit une loi en racine cubique du temps lorsque la fraction volumique de précipités est faible (équation 4.16).

$$R^3(t) - R^3(t_0) = kt \quad (4.16)$$

où k est un paramètre dépendant de la température.

Or, dans le cas des superalliages monocristallins base nickel, la fraction volumique de γ' varie de 70%, pour des températures inférieures à 950°C, à 35% à 1200°C, en fonction de leur composition (voir Annexe F). La fraction volumique de précipités est donc importante alors que la théorie LSW suppose une fraction volumique faible. De plus, cette théorie a été développée pour un système binaire, notamment Ni-Al, et en considérant des particules de forme sphérique ce qui n'est pas le cas pour des superalliages monocristallins aussi bien à l'état initial (précipités sous forme de cube) que lors de la mise en radeaux (précipités coalescés sous forme de plaquette). Néanmoins, Ardell *et al.* [Ardell 66] ont montré que l'hypothèse d'un grossissement des particules contrôlé par un mécanisme diffusionnel reste valable dans le cas des superalliages monocristallins base nickel, matériaux à forte fraction volumique de γ' et présentant une forme non sphériques. Les résultats expérimentaux de Brailsford *et al.* sur ces types de matériau suggèrent par ailleurs qu'il est encore possible d'utiliser un exposant égal à 3 dans la fonction puissance de la théorie LSW qui donne le rayon moyen des précipités à une température et à un temps donnés [Brailsford 79]. Récemment, Fedelich *et al.* [Fedelich 12] ont modifié leur loi de coalescence isotrope des précipités qui prend alors une forme équivalente à l'équation 4.14 mais avec un exposant de la fonction puissance égal à 0.0745. Ces auteurs justifient la valeur de l'exposant inférieure à 1 par la prise en compte de la forme des précipités γ' dans le processus de coalescence. Nous choisissons, dans notre cas, de ne pas prendre en compte explicitement la forme des précipités car celle-ci est évolutive tout au long du processus de mise en radeaux, mais plutôt de rendre compte des conséquences de la dégradation microstructurale en considérant une variable interne représentative des effets d'épaississement des couloirs de matrice γ . En effet, il faudrait donc un exposant lui aussi évolutif pour prendre continûment en considération le facteur de forme des précipités. La loi isotrope choisie traduit les évolutions de largeur des couloirs de matrice γ telle que présentées dans la figure 4.1. Pour des températures inférieures ou égales à 900°C, l'évolution de ce paramètre microstructural sera considérée comme négligeable.

4.1.2.2 Description de la coalescence orientée des précipités γ' secondaires

Matan *et al.* [Matan 99b] suggèrent qu'un seuil de déformation plastique doit être dépassé afin que le processus de coalescence orientée des précipités devienne significatif et puisse se poursuivre en l'absence de contrainte appliquée. D'après ces auteurs, cette limite est égale à $0.10 \pm 0.03\%$ à 950°C pour le CMSX-4[®]. Ainsi, une fois la densité de dislocations aux interfaces γ/γ' suffisante (correspondant à la relaxation des contraintes de cohérence γ/γ'), le processus de mise en radeaux se produit et peut même être qualifié d'auto-entretenu.

Ainsi, nous proposons une modélisation permettant de rendre compte de la dépendance à la déformation plastique cumulée du mécanisme de mise en radeaux. En utilisant la déformation plastique cumulée comme variable interne et force motrice du mécanisme de coalescence

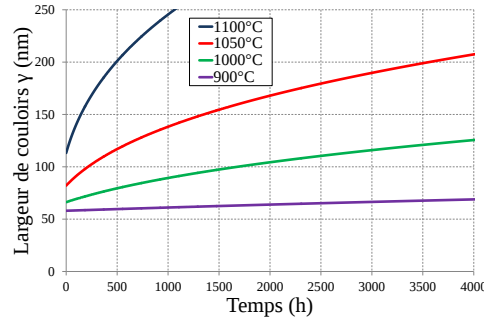


Figure 4.1 – Prédiction de l'évolution de la largeur des couloirs de matrice γ en considérant un grossissement homothétique en fonction du temps à diverses températures : 900, 1000, 1050 et 1100°C.

orientée, celui-ci peut se poursuivre à haute température sans chargement externe appliqué (équation 4.17).

De plus, pour des conditions d'essai générant des vitesses de déformation plastique variables ou bien dans le cas de brusques sollicitations thermomécaniques transitoires, il est nécessaire de considérer une dépendance à la vitesse de déformation afin de reproduire correctement les effets combinés de vitesse de déformation plastique et de déformation plastique cumulée induits lors de différents types d'essais (traction, relaxation et chargement cyclique à vitesse variable). Le terme $f_{mecanique}$ est alors décrit par l'expression 4.17 fonction d'une nouvelle variable interne (ξ) dont l'évolution est liée à la vitesse de déformation plastique (équation 4.18).

$$f_{mecanique} = \frac{f_{diffusion} \sqrt[3]{\dot{\nu}}}{1 + \sinh^{-1}(\xi \times \nu_0)} \quad (4.17)$$

$$\dot{\xi} = \left(\frac{\dot{\nu}^2}{\xi_0} - \xi \right) \times \dot{\nu} - \left(\frac{\xi}{M} \right)^m \quad (4.18)$$

où M ($s^{\frac{1}{m}}$), m , ξ_0 (s^{-2}) et ν_0 sont des paramètres matériau dépendant de la température. Le premier terme de l'équation 4.18 permet d'adoucir les effets d'évolution de l'épaisseur des couloirs de matrice γ dans le cas de chargements cycliques rapides. En effet, plus la vitesse de déformation est importante, plus la valeur de ξ va être grande ce qui abaisse la valeur de $f_{mecanique}$ dans la cinétique de mise en radeaux. Le second terme décrit la possible restauration par le temps de la variable ξ .

On rend compte des mécanismes diffusionnels thermiquement activés au travers de la loi d'évolution de la variable $f_{diffusion}$ donnée par :

$$\dot{f}_{diffusion} = \frac{1}{\tau_{diffusion}} (K_0 - f_{diffusion}) \quad (4.19)$$

où $\tau_{diffusion}$ correspond à un temps caractéristique de diffusion et K_0 est un paramètre dépendant de la température. Soit $f_{diffusion}(t_0)=0$, on obtient la forme intégrée suivante :

$$f_{diffusion} = K_0 (1 - e^{-\frac{t}{\tau_{diffusion}}}) \quad (4.20)$$

Le temps caractéristique de diffusion $\tau_{diffusion}$ est quant à lui dépendant de la température au travers de l'équation 4.21 :

$$\tau_{diffusion} = \frac{d^2}{2 \times D_{Al}^{\gamma'}(T)} \quad (4.21)$$

Cette expression du temps caractéristique de la diffusion, discutée au chapitre 2, rend compte du temps nécessaire à l'activation du processus de diffusion à une température donnée.

4.1.3 Écrouissage cinématique et effet d'histoire de la température

Afin de simuler correctement les essais cycliques et les effets d'histoire de la température, un écrouissage cinématique non-linéaire est considéré dans le modèle. Une loi d'évolution de type Armstrong-Frederick [Armstrong 66], donnée par l'équation 4.22, est utilisée. Cependant, les paramètres D^* (rapidité) et C^*/D^* (valeur asymptotique) ne sont plus des constantes (à température fixée). En effet, l'emploi de f_s , f_l et \dot{T} dans les évolutions de C^* et D^* permettent de prendre en compte les effets d'histoire de la température et la cinétique d'évolution de la microstructure au travers des équations 4.12 et 4.13.

$$x^s = C^* \alpha^s \text{ avec } \dot{\alpha}^s = (\text{sign}(\tau^s - x^s) - D^* \alpha^s) \dot{\nu}^s \quad (4.22)$$

Les lois d'évolutions des variables C^* et D^* sont données par :

$$C^* = a^* C \text{ avec } \dot{a}^* = \frac{a^* \dot{T}}{\alpha^*} - \left(\frac{a^* - 1}{\beta^*} \right) \quad (4.23)$$

$$D^* = D \left(1 + \frac{f_s}{f_l} K_f \right) \quad (4.24)$$

où C , D , α^* et β^* sont des paramètres matériau dépendant de la température. K_f est une constante.

Cette formulation permet de rendre compte des effets de surchauffe (amplitude et temps de surchauffe) en traduisant l'augmentation de la vitesse et la diminution de l'amplitude (ce point sera discuté au paragraphe identification) de l'écrouissage cinématique induites par une surchauffe de courte durée, comme vu au chapitre 2, et relevée après surchauffe sous chargement de traction-cyclique-relaxation complexe. Cette évolution est cohérente avec les observations faites lors des essais anisothermes au synchrotron et qui ont révélé une diminution de l'écrouissage lors de surchauffes réalisées à des températures supérieures à 1180°C.

4.1.4 Synthèse des équations du modèle et des paramètres matériau

| | |
|-------------------------------|---|
| <i>Plasticité cristalline</i> | $f^s(\tau^s, x^s, r^s) = \tilde{\tau}^s - x^s - r^s$ $\tau^s = \sigma_{eff} : \tilde{m}^s \text{ avec } \sigma_{eff} = \frac{\tilde{\sigma}}{(1-D_c)}$ $\tilde{m}^s = \frac{1}{2}(\tilde{l}^s \otimes \tilde{n}^s + \tilde{n}^s \otimes \tilde{l}^s)$ $\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{f^s}{K} \right\rangle^n \text{sign}(\tau^s - x^s)$ $\tilde{\dot{\epsilon}}^p = \sum_s \dot{\gamma}^s \tilde{m}^s \text{sign}(\tau^s - x^s)$ $\dot{\nu} = \sqrt{\frac{2}{3} \tilde{\dot{\epsilon}}^p : \tilde{\dot{\epsilon}}^p}$ |
| | Paramètres matériau : n : exposant de viscosité de la loi de Norton, K : coefficient de résistance de la loi de Norton. |

| | |
|---|---|
| | $\dot{f}_l = \left[1 - \delta \times \exp\left(\frac{-\nu}{e_{cfl}}\right) \right] \frac{f_{eq} - f_l}{\alpha_l}$ $(f_{eq} - f_l) \leq 0 \quad \dot{f}_s = -\frac{\dot{f}_s}{\alpha_s}$ $\left[(f_{eq} - f_l) > 0 \ \& \ \dot{T} < 0 \right] \dot{f}_s = -\frac{f_{eq} - f_l - f_s \dot{T}}{\alpha_s} - \left(\frac{f_s}{K_{s1}}\right)^{m_s}$ $\left[(f_{eq} - f_l) > 0 \ \& \ \dot{T} \geq 0 \right] \dot{f}_s = -\left(\frac{f_s}{K_{s2}}\right)^{m_s}$ |
| <i>Lois d'évolution du γ'</i> | <p>Paramètres matériau :</p> <p>e_{cfl} : déformation plastique rendant compte de la saturation en dislocations de la matrice γ,</p> <p>δ : paramètre matériau rendant compte du couplage avec la plasticité pour l'évolution de f_l,</p> <p>f_{eq} : fraction volumique de la phase γ' à l'équilibre thermodynamique,</p> <p>α_l : paramètre rendant compte de la cinétique d'évolution des précipités γ' secondaires (s),</p> <p>α_s : paramètre rendant compte de la cinétique d'évolution des précipités γ' tertiaires (s),</p> <p>K_{s1}, K_{s2} et m_s : paramètres influençant la cinétique de dissolution/précipitation des précipités γ' tertiaires.</p> |

| | |
|-----------------------------|--|
| | $r^s = r_0 + bQ \sum_{j=1}^{12} h_{sj} \rho^j + \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{GB}{w_{001}}$ $\dot{\rho}^s = (1 - b\rho^s) \dot{\nu}^s$ $x^s = C^* \alpha^s$ $\dot{\alpha}^s = (\text{sign}(\tau^s - x^s) - D^* \alpha^s) \dot{\nu}^s$ $C^* = a^* C \text{ avec } \dot{a}^* = \frac{a^* \dot{T}}{\alpha^*} - \left(\frac{a^* - 1}{\beta^*}\right)$ $D^* = D \left(1 + \frac{\dot{f}_s}{f_l} K_f\right)$ |
| <i>Contraintes internes</i> | <p>Paramètres matériau :</p> <p>r_0 : cission résolue seuil,</p> <p>b : rapidité de l'écroissage isotrope,</p> <p>G (C_{44}) : module de cisaillement,</p> <p>B : norme du vecteur de Burgers (m),</p> <p>w_{001} : largeur des couloirs de matrice γ suivant [001] (nm),</p> <p>Q : amplitude de l'écroissage isotrope non restaurable par les surchauffes (MPa),</p> <p>C : amplitude de l'écroissage cinématique (MPa),</p> <p>α^* : amplitude de a^* lors des variations de température,</p> <p>β^* : paramètre rendant compte de la cinétique de décroissance de a^* lors de maintien en température,</p> <p>D : rapidité de l'écroissage cinématique non-linéaire</p> <p>K_f : amplitude de variation de la variable D induite par une surchauffe.</p> |

| | |
|------------------------|--|
| <p>Mise en radeaux</p> | $w_{001} = w_0 \times f_{thermique} \times (1 + f_{mecanique} + f_{isotrope})$ $\dot{f}_{isotrope} = \frac{f_{isotrope}^3(t_0) \chi_0 e^{-\frac{U_t}{RT}}}{3f_{isotrope}^2}$ $f_{thermique} = f_l^{ml} - dtp \times f_s^{msp}$ $\dot{f}_{diffusion} = \frac{1}{\tau_{diffusion}} (K_0 - f_{diffusion})$ $f_{mecanique} = \frac{f_{diffusion} \sqrt[3]{\dot{\nu}}}{1 + \sinh^{-1}(\xi \times \nu_0)}$ $\dot{\xi} = \left(\frac{\dot{\nu}^2}{\xi_0} - \xi \right) \times \dot{\nu} - \left(\frac{\xi}{M} \right)^m$ $\tau_{diffusion} = \frac{d^2}{2 \times D_{Al}^{\gamma'}(T)}$ |
| | <p>Paramètres matériau :</p> <p>χ_0 : amplitude de la coalescence isotrope, U_t : énergie d'activation, ml, dtp et msp : paramètres liant les modifications des fractions volumiques f_s et f_l à la valeur de w_{001}, K_0 : amplitude de l'activation diffusionnelle, ν_0 : vitesse seuil de déformation plastique, m et M : paramètres de restauration de la variable ξ, d : somme des largeurs d'un demi-couloir et d'un demi-précipité cuboïdal.</p> |
| <p>Domage</p> | $\dot{D}_C = \left(\frac{\chi(\sigma)}{A} \right)^r (1 - D_C)^{-k}$ $\chi(\sigma) = \alpha J_0(\sigma) + \beta J_1(\sigma) + (1 - \alpha - \beta) J_2(\sigma)$ $J_0(\sigma) = \sigma_I, J_1(\sigma) = 3\sigma_H \text{ et } J_2(\sigma) = \sigma_{eq}$ |
| | <p>Paramètres matériau :</p> <p>A, r et k : paramètres de la loi de Rabotnov-Kachanov, α et β : paramètres du critère de domage multiaxial de Hayhurst.</p> |

Table 4.1 – Récapitulatif des équations du modèle et des paramètres matériau.

4.2 Identification du modèle

Une méthode de calibration de ce modèle est proposée en considérant d'une part les paramètres relatifs à la microstructure et des mécanismes de micro-plasticité, justifiés par la physique et mesurables à l'échelle microscopique, et d'autre part, ceux qui dépendent de la réponse mécanique macroscopique du matériau à une sollicitation donnée. Pour ce faire, nous utiliserons tout d'abord les essais sans effet du temps qui nous permettront de déterminer les paramètres intrinsèques d'écrouissages cinématique et isotrope puis les essais avec effet du temps qui donneront accès aux paramètres de viscosité et de description des mécanismes de mise en radeaux. Enfin, les essais complexes de traction-cyclique-relaxation avec effet d'histoire

de la température nous permettront de déterminer les paramètres de l'écroissage cinématique rendant compte des effets induits par la dissolution/précipitation de la phase γ' .

4.2.1 Essais rapides sans effet du temps à 1050°C

Nous allons tout d'abord exploiter les essais conduits à une vitesse de déformation élevée : essais de traction et essais cycliques à vitesse de déformation imposée de l'ordre de 10^{-3} s^{-1} . Ces essais vous nous permettre de déterminer à une température donnée, les paramètres intrinsèques d'écroissages isotrope et cinématique. En effet, pour un essai de traction uniaxiale à déformation imposée, la réponse en contrainte du matériau s'écrit de la manière suivante :

$$\sigma = \underbrace{K \dot{\epsilon}_p^{1/n} + r_0}_{R^* \simeq \text{Constante}} + \underbrace{\sqrt{\frac{2}{3}} \frac{GB}{w_{001}}}_{\tau_{Orowan}} + \underbrace{bQ \sum_{s=1}^{12} \sum_{j=1}^{12} h_{sj} \rho^j}_{r_Q} + \underbrace{\frac{C}{D} (1 - \exp(-D\nu))}_{\text{Ecroissage cinématique}} \quad (4.25)$$

$$\Downarrow$$

$$\sigma = \sigma_v + R_{isotrope} + X \text{ avec } R_{isotrope} = r_0 + r_Q + \tau_{Orowan} \longrightarrow \sigma = \sigma_v + \sigma_{interne}$$

où r_0 est la cission résolue critique, seuil de plasticité vrai, τ_{Orowan} la contrainte d'Orowan donnée par la mesure et l'estimation du module de cisaillement G (C_{44}), du vecteur de Burgers (B) et de la largeur w_{001} des couloirs de matrice γ suivant $\langle 001 \rangle$ à la température d'essai. La contrainte est donc la somme de la contrainte visqueuse et de la contrainte interne, celle-ci se décomposant en écroissages isotrope $R_{isotrope}$ et cinématique X .

Dans un régime de forte vitesse de déformation totale imposée, lorsque la contrainte atteint un plateau après écroissage (figure 4.2(a)), la vitesse de déformation plastique $\dot{\epsilon}_p = \dot{\epsilon}_t - \frac{\dot{\sigma}}{E} \simeq \dot{\epsilon}_t$ est constante. Ainsi, la contrainte visqueuse σ_v est constante. Les effets du temps sur l'évolution de la microstructure sont quant à eux négligeables et la contrainte d'Orowan est alors également constante. Il apparaît ainsi un seuil de plasticité apparent R^* évalué à 350 MPa pour une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} . Seuls les essais cycliques permettent de dissocier les amplitudes relatives des écroissages isotrope et cinématique C/D .

Nous avons reporté sur la courbe de traction à 10^{-3} s^{-1} les deux seuls points d'essais exploitables ($R_\epsilon = -1$) de la courbe d'écroissage cyclique obtenue à cette vitesse de déformation (essais du programme européen BRITTE EURAM) (amplitudes de contrainte $\Delta\sigma/2$ mesurées aux cycles stabilisés d'amplitudes de déformation $\Delta\epsilon_t/2$ égales à 0.8% et 1.2% - figure 4.2(b)). Cette dernière montre que le matériau s'est durci cycliquement d'environ 30 MPa comparativement à la courbe de traction ce qui permet d'estimer la valeur du paramètre Q fixant la valeur asymptotique du durcissement cyclique. La vitesse d'écroissage isotrope est supposée relativement lente et sa valeur atteinte, à la charge maximal sur la courbe de traction, faible et négligeable. Ainsi, suivant cette hypothèse, la valeur asymptotique de l'écroissage cinématique C/D est alors fixée à 130 MPa.

Cette valeur est cohérente avec les branches non-linéaires du cycle stabilisé obtenues sous chargement cyclique ($R_\epsilon = -1$) à 10^{-5} s^{-1} (figure 4.3(b)). En effet, à cette vitesse de déformation, très lente, la taille du domaine d'élasticité au cycle stabilisé (R_Q atteint alors sa valeur asymptotique), mesurable à la décharge, est égale à $(R_{isotrope} + \sigma_v)$ (valeur sensiblement réduite par rapport à sa taille initiale estimée à la première traction-figure 4.3(a) ce qui conduit à un adoucissement du matériau qui sera décrit par la diminution de la contrainte d'Orowan). Cela conduit alors à considérer un écroissage cinématique saturé au point de charge décharge

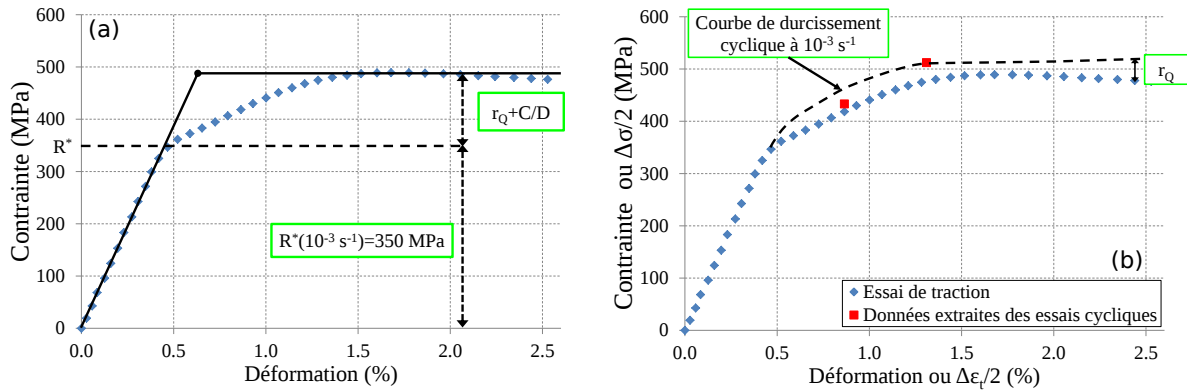


Figure 4.2 – (a) Estimation sur la courbe de traction à vitesse de déformation imposée à 10^{-3} s^{-1} de la contrainte seuil apparente $R^*(10^{-3} \text{ s}^{-1})$ et de la somme des l'écroissements isotrope et cinématique. (b) Courbe d'écroissage cyclique à 10^{-3} s^{-1} de déformation imposée mise en regard de la courbe de traction et révélant l'amplitude du durcissement cyclique à 1050°C .

d'amplitude équivalente à celle estimée précédemment. Ainsi, seules les vitesses d'écroissements isotrope b et cinématique D sont à identifier sur la base de simulations numériques de l'ensemble des essais réalisés à cette vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} (traction et essais cycliques).

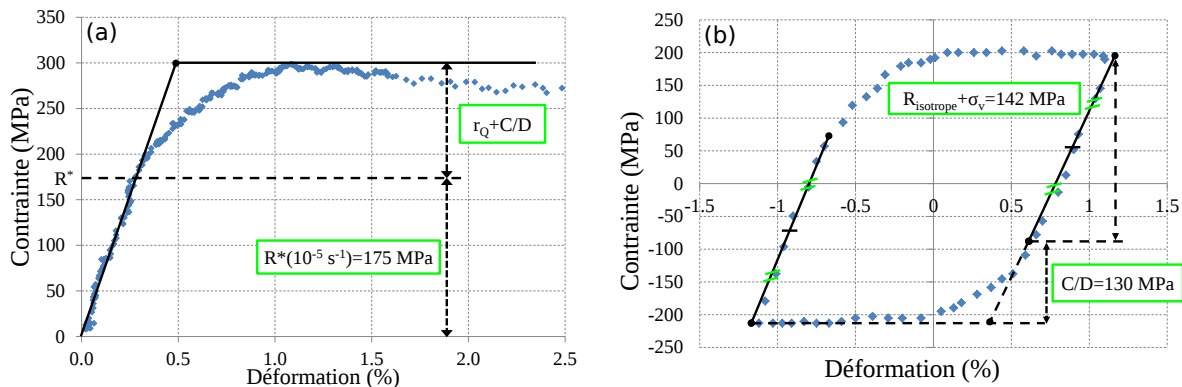


Figure 4.3 – (a) Courbe de traction à une vitesse de déformation imposée de 10^{-5} s^{-1} mettant en évidence le seuil de plasticité apparent $R^*(10^{-5} \text{ s}^{-1})$. (b) Cycle stabilisé d'un essai à vitesse de déformation imposée de 10^{-5} s^{-1} ($R_\epsilon = -1$). Estimation de la taille du domaine d'élasticité et de l'amplitude de l'écroissage cinématique $C/D=130 \text{ MPa}$. La comparaison des valeurs $R_{isotrope} + \sigma_v$ au cycle stabilisé et de $R^*(10^{-5} \text{ s}^{-1})$ à la première charge révèle un fort adoucissement du matériau au travers de la diminution de la taille du domaine d'élasticité au cours du temps.

Comme on peut le constater sur les figures 4.4 et 4.5 un compromis a dû être fait sur la valeur du D afin de reproduire correctement les essais monotones et cycliques. Nous nous sommes attachés à mieux décrire la traction en vue d'une bonne description des essais de fluage dans le régime primaire. Une meilleure description de la forme des boucles nécessiterait de considérer plusieurs variables d'écroissage cinématique mais au prix d'une plus grande complexité du modèle.

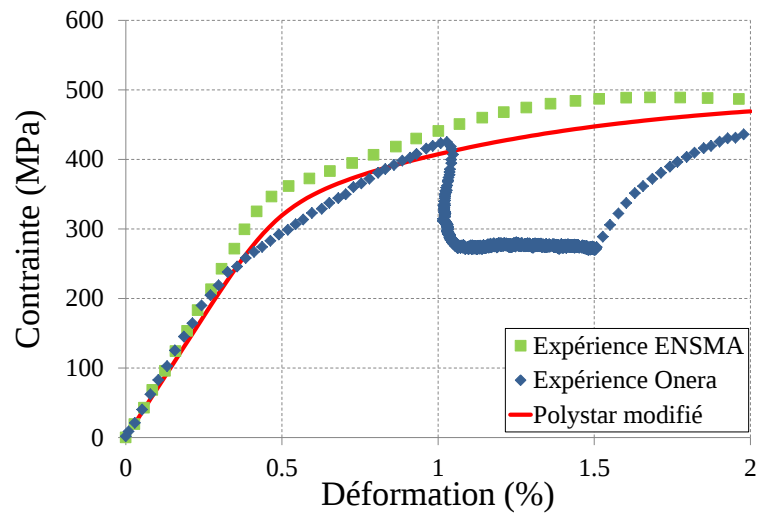


Figure 4.4 – Simulation de l’essai de traction à la vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} mise en regard des courbes expérimentales de traction monotone et de traction complexe (10^{-3} s^{-1} - 10^{-5} s^{-1} - 10^{-3} s^{-1}).

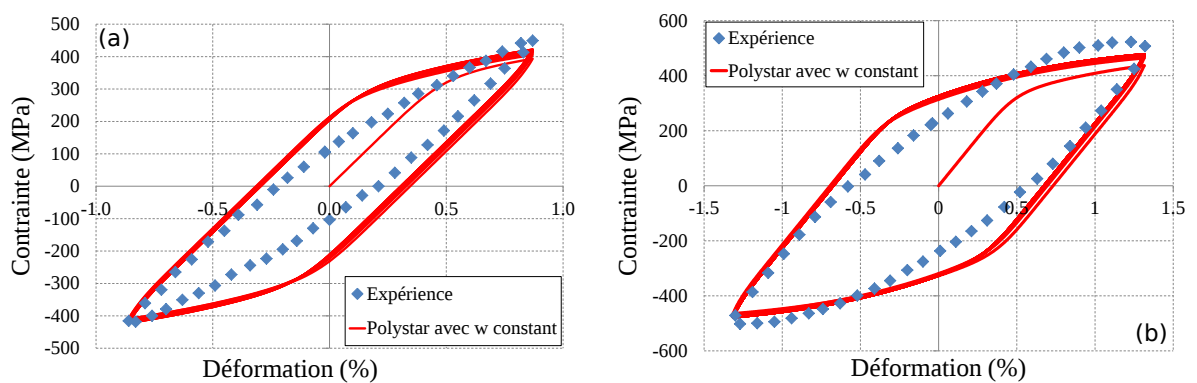


Figure 4.5 – Simulations d’essais cycliques à 10^{-3} s^{-1} pour deux amplitudes de déformation totale imposée $\Delta\varepsilon_t/2=0.8\%$ (a) et 1.2% aux cycles stabilisés.

4.2.2 Essais lents avec effet du temps à 1050°C

4.2.2.1 Viscosité-Loi de Norton

Les essais de fluage et de relaxation sont exploités pour déterminer la valeur des paramètres de viscosité n et K . Comme vu au paragraphe précédent, en traction uniaxiale, la contrainte est la somme de la contrainte visqueuse et de la contrainte interne ($\sigma = \sigma_{interne} + \sigma_v$) qui correspond à la somme des écrouissages isotrope et cinématique ($\sigma_{interne} = R_{isotrope} + X$) atteints pour une déformation plastique donnée à la charge maximale de traction. On poursuit alors l'essai, soit à contrainte constante, c'est l'essai de fluage, soit à déformation totale constante, c'est l'essai de relaxation. La loi de viscosité relie, à haute température, la vitesse de déformation plastique à la contrainte à laquelle on a soustrait la contrainte interne $\sigma_v = (\sigma - \sigma_{interne}) = K \dot{\epsilon}_p^{1/n}$. Elle permet le calcul, sous chargement de fluage à contrainte imposée, de la vitesse de déformation plastique en régime secondaire ou, sous chargement de type relaxation, à déformation totale imposée constante, de la vitesse et de l'amplitude de la relaxation de la contrainte. La déformation totale se décompose en déformations élastique et plastique ($\epsilon_t = \epsilon_e + \epsilon_p$). Pour un essai de relaxation ($\dot{\epsilon}_t = 0$), soit :

$$\dot{\epsilon}_p = -\frac{\dot{\sigma}}{E} \quad (4.26)$$

Ainsi, à chaque instant de la courbe de relaxation $\sigma(t)$, la pente de la courbe donne accès à la vitesse de déformation viscoplastique. Les expériences montrent que l'on peut ainsi atteindre des vitesses de déformation viscoplastiques très faibles ($\dot{\epsilon}_p \simeq 10^{-8}$ à 10^{-10} s⁻¹) en des temps relativement courts (24 heures). Les vitesses de fluage secondaires relevées sur les courbes de fluage $\epsilon(t)$ sont reportées dans le même diagramme bilogarithmique ($\sigma - \sigma_i$) fonction de $\dot{\epsilon}_p$, comme on peut le voir sur la figure 4.6(a), dans laquelle on a tracé les points d'essais pour différentes valeurs de σ_i constante. Comme on peut le constater, les valeurs expérimentales s'alignent sur une droite dont la pente est de plus en plus importante (n de plus en plus petit) lorsque la contrainte interne augmente (figure 4.6(b)).

Comme observé à haute température pour la plupart des superalliages, plus la valeur de la vitesse de déformation est faible, plus les points expérimentaux s'écartent de la droite et donc de la fonction puissance. Le pente n dépendrait donc du domaine de vitesse considéré : valeurs généralement grandes aux fortes vitesses et plus faibles dans le régime des faibles vitesses. Ce changement de pente est parfois décrit par un modèle en puissance, à deux pentes, ou en considérant un second potentiel viscoplastique, ou bien encore par une loi de viscosité de type sinus hyperbolique qui reproduit intrinsèquement une évolution de la pente avec la vitesse de déformation plastique (saturation de la contrainte visqueuse aux grandes vitesses et pente de 1 aux très faibles vitesses). Nous considérerons quant à nous une restauration par le temps de la contrainte interne, et plus précisément de l'écrouissage isotrope, induite par l'évolution microstructurale du matériau (diminution en accord avec la taille du domaine d'élasticité relevée sous chargement cyclique à faible vitesse de déformation imposée de 10^{-5} s⁻¹) pour rendre compte de l'écart à la loi de Norton observé aux très faibles vitesses de déformation.

Il y a ainsi une indétermination du paramètre n calculé qui dépend directement de la contrainte interne et donc de la valeur de l'écrouissage atteint à la charge maximale, avant le début de la relaxation. La valeur de cet écrouissage est quant à lui dépendant, comme vu au paragraphe précédemment, du seuil de plasticité apparent choisi et donc de l'amplitude de la contrainte visqueuse. Aussi, une optimisation de l'identification des paramètres s'effectue par comparaison calcul/expérience (amplitudes relatives à saturation de l'écrouissage cinématique C/D et de la contrainte visqueuse), notamment de l'essai de traction complexe à vitesse variable

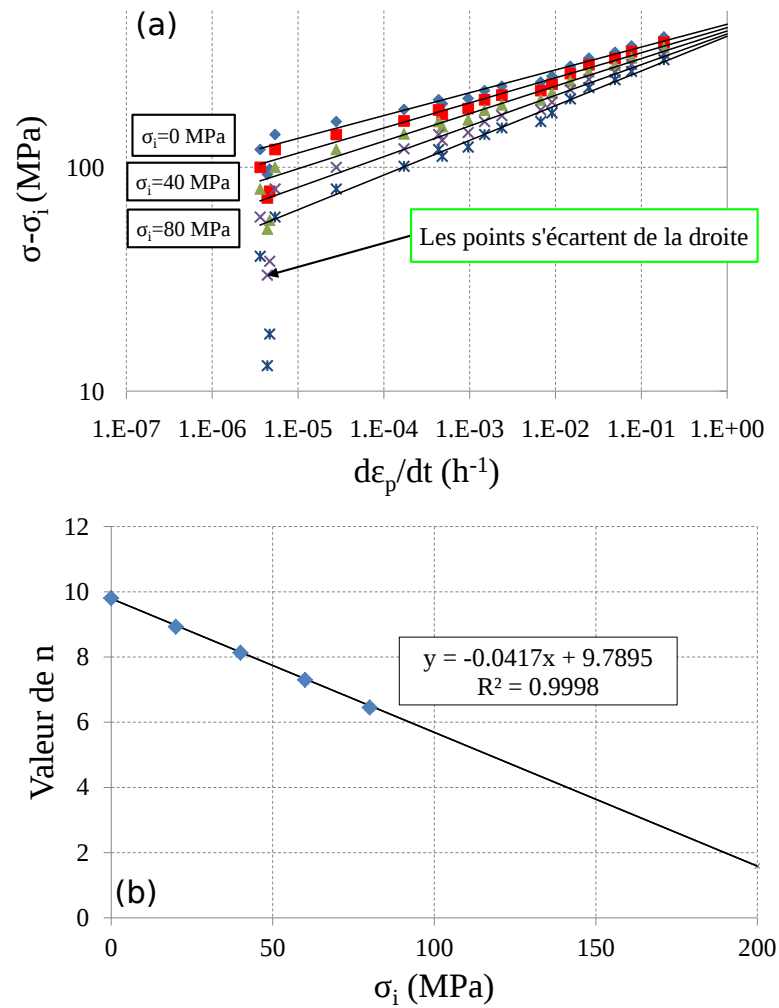


Figure 4.6 – (a) Diagramme bilogarithmique d'évolution de la contrainte visqueuse σ_v pour diverses valeurs de contrainte interne σ_i (allant de 0 à 80 MPa) en fonction de la vitesse de déformation plastique $\dot{\varepsilon}_p$. (b) Évolution avec la contrainte interne du paramètre n déduit de la mesure de la pente de chaque droite à la figure (a).

comme on peut le voir sur la figure 4.7(a). Les effets de vitesse et la relaxation intermédiaire sont bien reproduits, tout comme la réponse du matériau à l'écroissage. Ainsi, avons nous pu affiner l'identification des paramètres C , D , n (et donc K). La figure 4.7(b) permet de comparer en traction les amplitudes relatives de la contrainte visqueuse et des écroissages cinématique X et isotrope $R_{isotrope}$ (somme de r_0 , τ_{Orowan} et r_Q). Comme on peut le voir, la contrainte d'Orowan n'a pas été modifiée par la relaxation et le changement de vitesse à 10^{-5} s^{-1} (l'évolution de la variable w_{001} est alors négligeable).

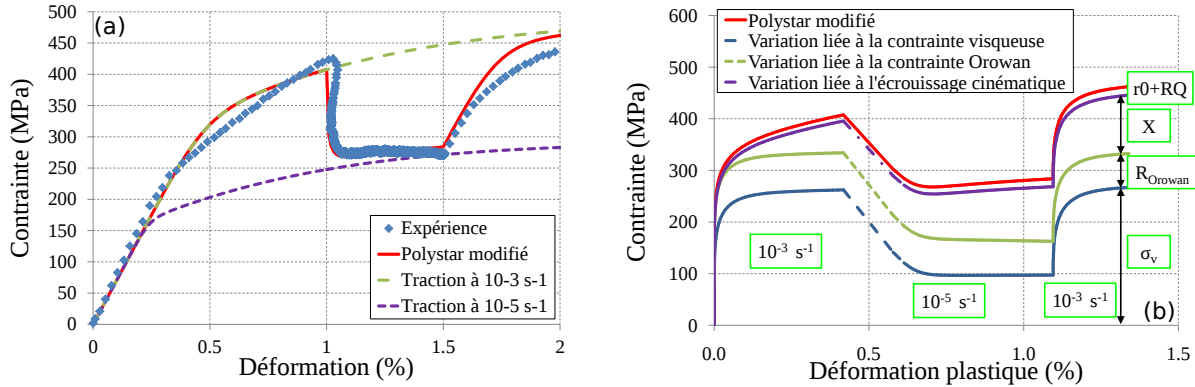


Figure 4.7 – (a) Comparaison calcul/expérience dans le cas de l'essai de traction complexe à vitesse variable et simulations de tractions aux vitesses de déformation de 10^{-3} s^{-1} et 10^{-5} s^{-1} . (b) Décomposition de la contrainte dans le cas de la traction complexe à vitesse de déformation variable.

4.2.2.2 Simulation de l'évolution de la largeur des couloirs de matrice γ sous chargement de fluage

Les paramètres des lois d'évolution de la largeur des couloirs de matrice γ , termes $f_{isotrope}$ (équation 4.14) et $f_{mecanique}$ (équation 4.17), ont été identifiés en exploitant des essais de fluage interrompus et les analyses d'images associées. Pour ces essais, les vitesses de déformation plastique sont suffisamment faibles pour que la variable ξ solution de l'équation 4.18 soit proche de zéro ainsi que le terme $\sinh^{-1}(\xi\nu_0)$ de l'équation 4.17. Les valeurs des paramètres χ_0 (coalescence isotrope) et ν_0 (coalescence orientée) sont alors ajustés sur la base des mesures expérimentales de largeur des couloirs de matrice γ à différents temps d'essais de fluage mesurés pour deux niveaux de températures et trois niveaux de contraintes. La figure 4.8 permet de comparer les évolutions de la largeur des couloirs de matrice γ simulées et expérimentales. Une bonne correspondance apparaît entre expériences et calculs malgré la dispersion relativement importante des résultats expérimentaux (figure 4.8).

Le modèle identifié précédemment sous chargement de fluage est alors appliqué à la simulation d'essais sensibilisant le modèle à la vitesse de déformation plastique en traction et/ou en fatigue oligocyclique afin d'identifier le paramètre ξ_0 de l'équation 4.18.

4.2.2.3 Simulation de l'évolution de la largeur des couloirs de matrice γ sous chargement cyclique

La figure 4.9(a) montre comment varient au cours des essais cycliques à 10^{-5} s^{-1} d'une part le paramètre ξ avec le temps et d'autre part la largeur des couloirs de matrice γ . L'évolution simulée de la largeur des couloirs de matrice γ semble cohérente avec les observations

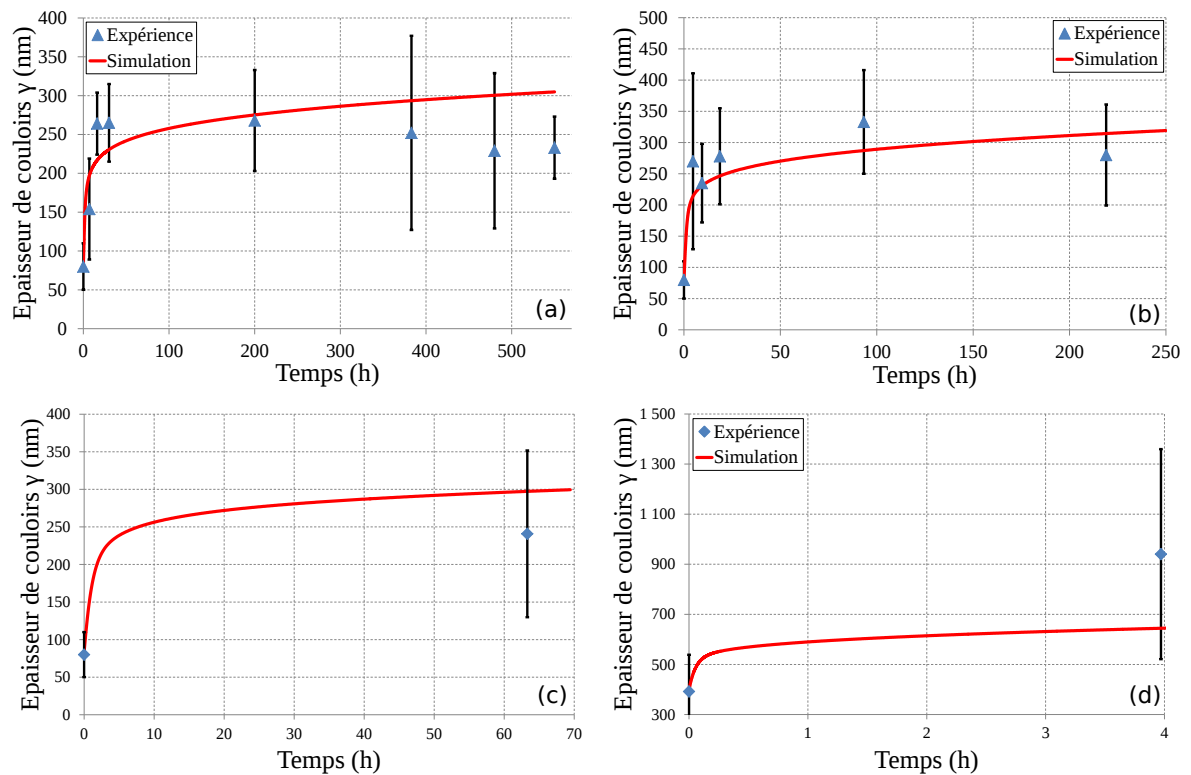


Figure 4.8 – Comparaison entre les largeurs des couloirs de matrice γ simulées et mesurées dans le cas d'essais de fluage isothermes pour divers niveaux de températures et de contraintes étudiées : (a) 1050°C/140 MPa, 1050°C/160 MPa, 1050°C/181 MPa et 1200°C/67 MPa.

expérimentales sur l'AM1 faites par Gaubert [Gaubert 09] qui avait pu noter, suite à un essai de vieillissement cyclique alterné ($R_\varepsilon = -1$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) à 1050°C pendant 24 heures sur une éprouvette orientée suivant $\langle 001 \rangle$, que la microstructure avait coalescé à 45° de l'axe de sollicitation et présentait une largeur moyenne de couloir de l'ordre de 200 nm (figure 4.9(a)-courbe rouge).

Ainsi, la description du mécanisme de mise en radeaux, se développant sous chargement de fatigue au travers de l'évolution de la composante $f_{m\acute{e}canique}$, prévoit une évolution microstructurale bien plus lente que sous chargement de fluage pur et ceci par l'introduction de la variable ξ dont l'évolution est donnée sur la figure 4.9(a) (courbe bleue).

La figure 4.9 donne la prévision du modèle dans le cas des essais cycliques à vitesse de déformation imposée de 10^{-5} s^{-1} , pour deux amplitudes de déformation totale imposée $\Delta\varepsilon_t/2 = 0.8\%$ et $\Delta\varepsilon_t/2 = 1.1\%$. Comme on peut le constater, le modèle rend correctement compte de l'adoucissement du matériau par une diminution de la contrainte d'Orowan au cours du cyclage (figures 4.9(b) et (c)). Nous avons reporté respectivement sur les figures 4.9(c) et (d), les simulations de l'essai à $\Delta\varepsilon_t/2 = 1.1\%$ de déformation totale imposée données par le modèle *Polystar* initial, et par le modèle modifié avec et sans effet du temps. Les apports de la présente modélisation sont très significatifs, tant par l'introduction de l'écroissage cinématique que par la restauration par le temps de l'écroissage isotrope.

4.2.2.4 Essais de fluage et de relaxation

Les essais de fluage à 1050°C ont été simulés avec le modèle couplé comportement et endommagement, avec les paramètres de la loi de Rabotnov-Kachanov identifiés au chapitre précédent (en supposant un cumul linéaire du dommage). Le stade de fluage tertiaire est correctement prédit quelque soit le niveau de chargement. La figure 4.10 regroupe expériences et simulations pour différents niveaux de contrainte appliquée et montre que plus la durée de l'essai est importante, plus le phénomène de restauration de l'écroissage isotrope traduit par la diminution de la contrainte d'Orowan opère, et plus le modèle développé est pertinent, par comparaison avec les simulations du modèle *Polystar* initial.

Comme on peut le voir sur la figure 4.10(f), la contrainte d'Orowan diminue d'autant plus rapidement avec la déformation plastique que le niveau de contrainte appliquée est faible car la durée de l'essai est alors d'autant plus longue. Le mécanisme de mise en radeaux étant un phénomène majoritairement contrôlé par la diffusion, il est donc principalement dépendant du temps, comme Fedelich *et al.* ont pu l'observer [Fedelich 09]. Cependant, le modèle prévoit ici que la diminution de la contrainte d'Orowan est beaucoup plus rapide, un palier étant presque atteint pour 1% de déformation plastique. Ceci n'était pas observé pour le CMSX-4[®], alliage qui comprend du rhénium et a donc une cinétique de mise en radeaux beaucoup plus lente que le MC2, à niveau de déformation plastique équivalent [Epishin 08, Fedelich 09].

En outre, la prévision du niveau de contrainte atteint en fin d'essai de relaxation (figure 4.11) est tout à fait conforme à l'expérience ce qui montre que le modèle décrit bien la viscosité du matériau et la forte décroissance de la contrainte en début d'essai d'une part la restauration de la contrainte interne d'autre part : asymptote de 110 MPa contre 175 MPa pour le *Polystar* initial.

Étant donné qu'essais de fluage et essais cycliques ont été simulés et que ces deux types d'essais entraînent une évolution différente de la variable w_{001} , l'évolution de celle-ci avec le temps est tracée et comparée dans les deux cas dans la figure 4.12. Cette dernière met en évidence la sensibilité du modèle à la vitesse de déformation plastique sur la prévision de la largeur des couloirs de matrice γ (figure 4.12). Cette figure montre que l'évolution de w_{001} est

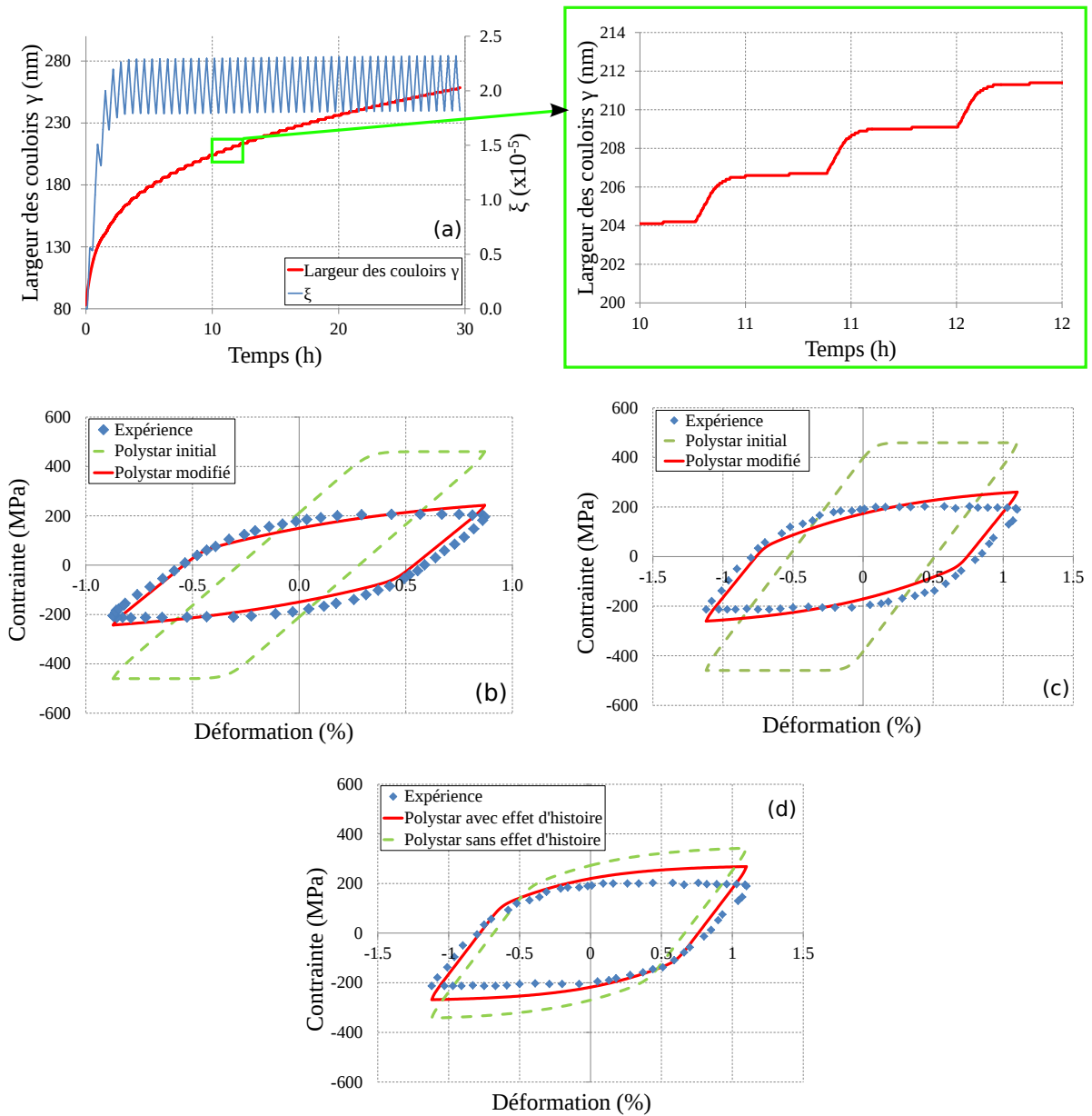


Figure 4.9 – (a) Permet de juger de l'apport de la restauration par le temps de l'écroutissage isotrope lié aux évolutions des variables ξ et w_{001} lors de la simulation de l'essai cyclique ($R_\varepsilon = -1$) tracé en (c) à une vitesse de déformation plastique de 10^{-5} s^{-1} à 1050°C . (b) et (c) correspondent respectivement aux cycles stabilisés pour $\Delta\varepsilon_t/2=0.8\%$ et 1.1% issus du programme européen BRITE EURAM. La courbe (d) correspond à la simulation de l'essai cyclique tracé en (c) par le *Polystar* modifié avec et sans effet du temps.

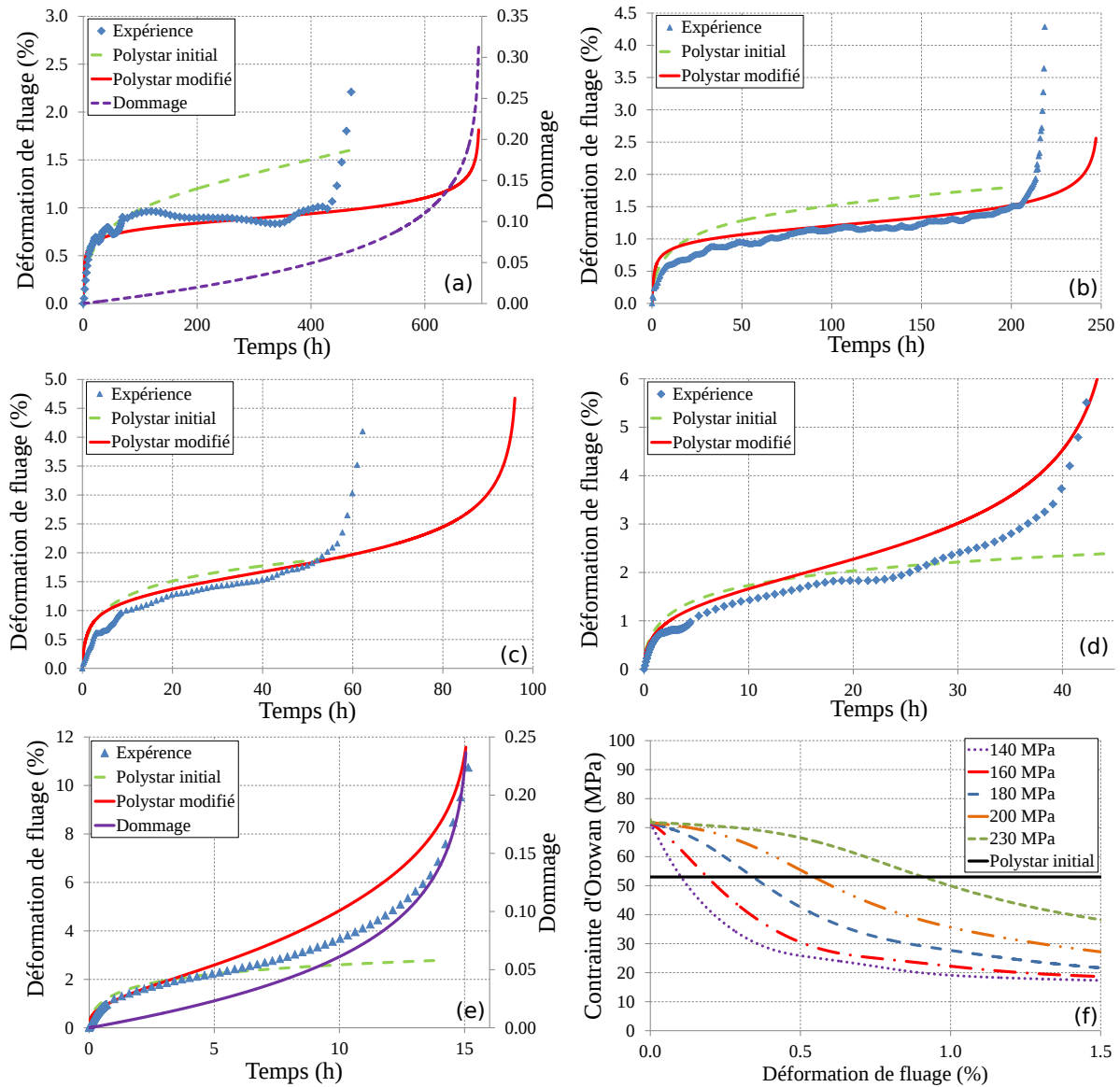


Figure 4.10 – Comparaison entre expériences et simulations à 1050°C en fluage pur à divers niveaux de contraintes : (a) 140 MPa, (b) 160 MPa, (c) 180 MPa, (d) 200 MPa et (e) 230 MPa). Les essais à 140, 180, 200 et 230 MPa sont extraits de [Cormier 06]. (f) Évolutions de la contrainte d'Orowan au cours du temps sous chargement de fluage présenté aux figures (a) à (e).

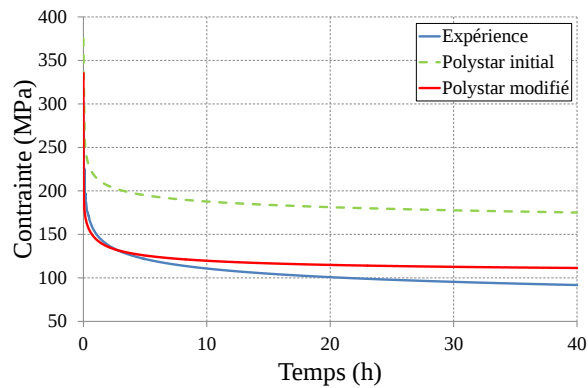


Figure 4.11 – Comparaison entre expérience et simulations de l’essai de relaxation à déformation totale imposée de 2% suite à l’essai de traction complexe à vitesse variable suivi de 50 cycles à vitesse de déformation imposée ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $\Delta\epsilon = 1\%$).

plus rapide pour l’essai de fluage en début d’essai mais que les deux courbes se rejoignent au bout de 30 heures. Expérimentalement, la microstructure est à 45° de la direction du chargement de traction en ce qui concerne l’essai cyclique alterné et est perpendiculaire à l’axe de traction pour ce qui est du fluage pur. Il est énergétiquement plus difficile de former des radeaux à 45° , il est en effet donc vraisemblable que la vitesse d’évolution microstructurale soit dans ce cas moins rapide que dans le cas de l’essai de fluage traction.

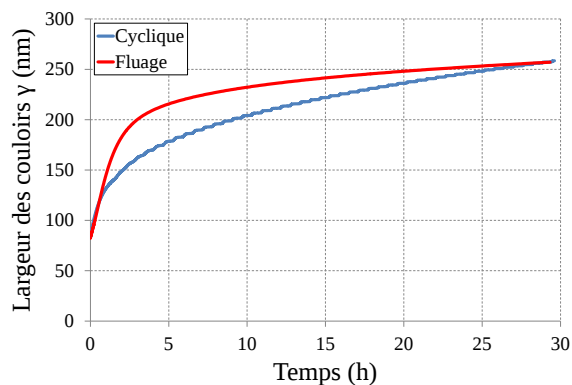


Figure 4.12 – Simulation de l’évolution de la largeur des couloirs de matrice γ (w_{001}) au cours d’un essai de fluage à $1050^\circ\text{C}/160 \text{ MPa}$ et au cours d’un essai cyclique à vitesse de déformation imposée de 10^{-5} s^{-1} .

4.2.3 Identification du modèle à 1200°C

Les deux essais de traction monotone conduits sur des éprouvettes orientées suivant $\langle 001 \rangle$ aux vitesses de déformation totale imposée de 10^{-3} s^{-1} et 10^{-5} s^{-1} ont permis d’identifier les paramètres du modèle à cette température très élevée.

Les figures 4.13(a) et (b) mettent en évidence une prévision très correcte de l’écroutissement du matériau. Par ailleurs, la prévision de l’évolution de la largeur des couloirs de matrice γ , notamment à faible vitesse de déformation imposée, est vraisemblable.

Les comparaisons calcul/expérience dans la simulation couplée des essais de traction monotones et des essais de fluage ont permis d’identifier les paramètres n et K de la loi de viscosité ainsi que l’amplitude de l’écroutissement cinématique avec une rapidité D plus rapide que celle à

1050°C, comme on peut le voir sur la figure 4.14. Les essais de fluage sont correctement prédits au niveau de la vitesse de déformation plastique au stade secondaire et de prévision du stade tertiaire par le modèle couplé à l'endommagement.

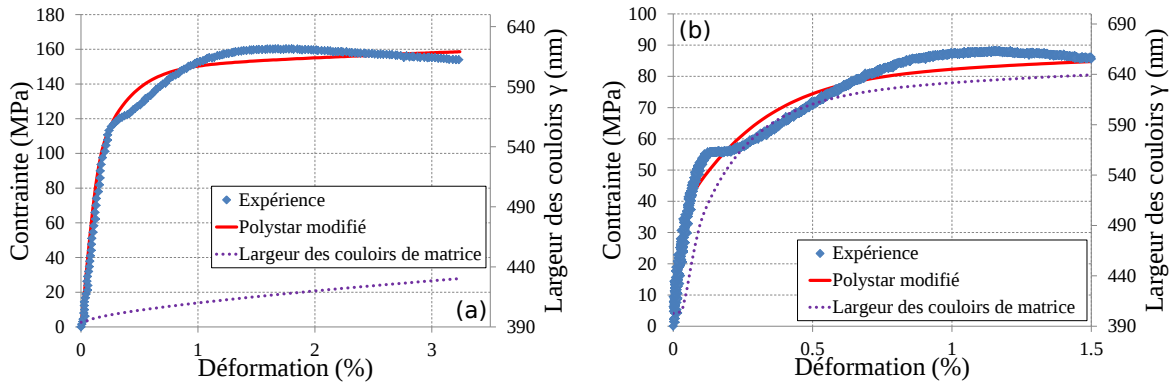


Figure 4.13 – Comparaison entre expériences et simulations des essais de traction à vitesse de déformation imposée de (a) $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et (b) $\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Les courbes violettes correspondent aux évolutions de la largeur des couloirs de matrice γ avec le temps et la déformation plastique.

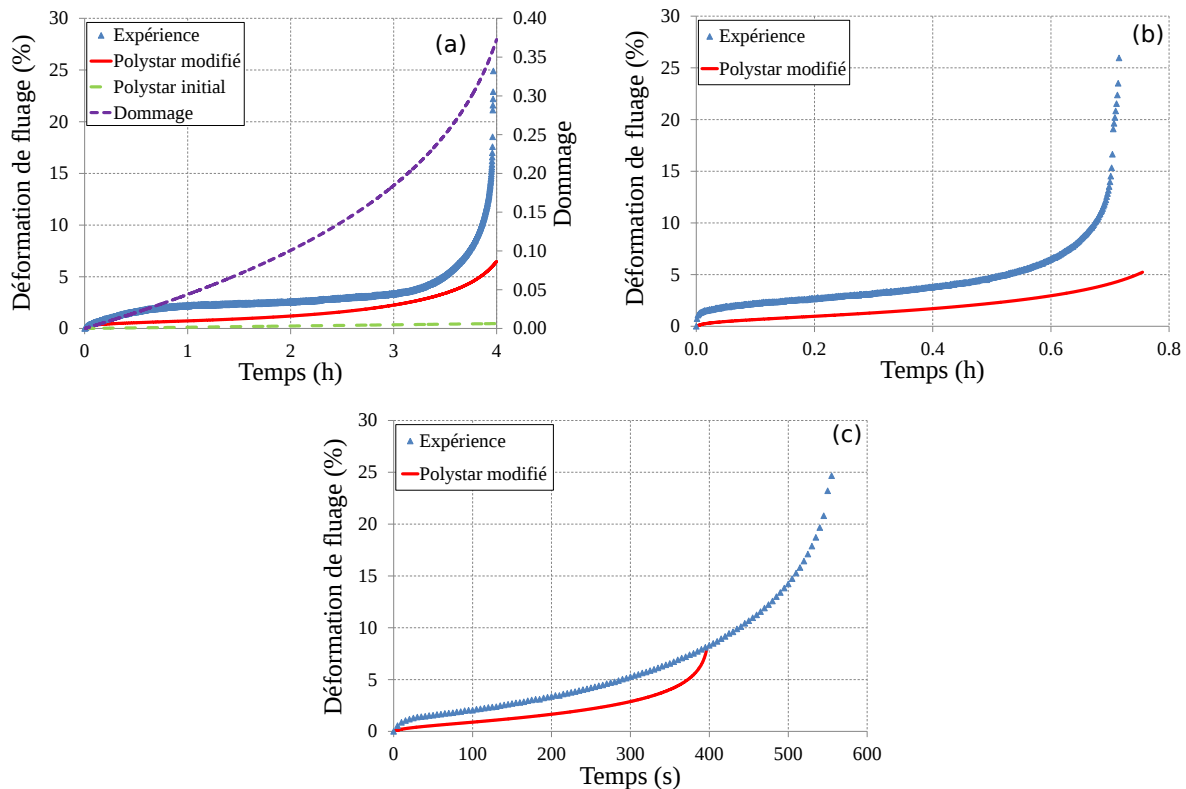


Figure 4.14 – Comparaison entre expériences et simulations à 1200°C pour des essais de fluage à divers niveaux de contraintes : (a) 67 MPa, (b) 80 MPa et (c) 100 MPa. Ces essais sont extraits de [Cormier 06].

4.2.4 Valeurs des paramètres identifiés à 1050°C et à 1200°C

Les tableaux suivants rassemblent les valeurs des paramètres du modèle à 1050°C et 1200°C (voir Annexe H pour la correspondance entre les paramètres identifiés à l'échelle cristalline et à l'échelle macroscopique).

Paramètres physiques non (ou peu) ajustables

| | |
|--------------------|--|
| r_0 | 10 MPa |
| b | 21 |
| G | 69 GPa |
| U_t | 2.6810^5 J.mol ⁻¹ |
| R | 8.314 J.mol ⁻¹ .K ⁻¹ |
| d | 2.810^{-7} m |
| $D_{Al}^{\gamma'}$ | $\frac{1.9e-4}{30} \exp\left(\frac{-295.0 \times 10^3}{RT}\right)$ |
| m_l | -2.25 |
| e_{cfl} | 5.e-3 |
| δ | 0.8 |
| α_s | 360 |
| α_l | 36726 |
| K_{s1} | 500 |
| K_{s2} | 10 |
| m_s | 3.5 |

| | Température (°C) | Q (MPa) | b | C (MPa) | D |
|------------------------|------------------|-----------------------------|---------------------|----------------------------|-------|
| <i>Écrouissage</i> | 1050 | 3.4 | 68 | 19890 | 153 |
| | 1200 | 2.9 | 68 | 18000 | 460 |
| | Température (°C) | n | | K | |
| <i>Viscosité</i> | 1050 | 4.5 | | 1262 | |
| | 1200 | 3.0 | | 990 | |
| | Température (°C) | χ_0 (s ⁻¹) | ν_0 | ξ_0 (s ⁻²) | K_0 |
| <i>Mise en radeaux</i> | 1050 | 80 | $1.0 \cdot 10^{-6}$ | $1.0 \cdot 10^{-7}$ | 10 |
| | 1200 | 80 | $1.0 \cdot 10^{-6}$ | $1.0 \cdot 10^{-7}$ | 4.0 |

Table 4.2 – Valeurs des paramètres du modèle *Polystar* modifié à 1050°C et à 1200°C.

4.3 Simulations d'essais isothermes complexes à 1050°C

La validité du modèle va ici être testée sur des trajets de chargement complexes tels que des essais cycliques avec relaxation et des essais à amplitude de déformation totale croissante et à vitesse de déformation imposée décroissante par niveau.

4.3.1 Essais cycliques

Afin de déterminer si le modèle est apte à prévoir la réponse mécanique non-linéaire du matériau à une sollicitation cyclique complexe, deux types d'essais ont été simulés :

- des essais cycliques alternés pilotés en déformation ($R_\epsilon = -1$) à la vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} comprenant un temps de maintien à la déformation maximale soit en traction, soit en compression, ou encore à la fois en traction et en compression (essais du programme européen BRITE EURAM),
- un essai cyclique à déformation imposée à amplitude de déformation croissante décrit par la table 4.3 (essai Metcut).

| $\Delta\epsilon/2$ (%) | Vitesse $\dot{\epsilon}$ (s^{-1}) |
|------------------------|--|
| 0.2 | 10^{-3} |
| | 10^{-4} |
| | 10^{-5} |
| ↓ | ↓ |
| 0.4 | 10^{-3} |
| | 10^{-4} |
| | 10^{-5} |
| ↓ | ↓ |
| 0.6 | 10^{-3} |
| | 10^{-4} |
| | 10^{-5} |
| ↓ | ↓ |
| 0.8 | 10^{-3} |
| | 10^{-4} |
| | 10^{-5} |

Table 4.3 – Description de l'essai cyclique complexe à amplitude de déformation imposée et vitesse de déformation croissante (essai Metcut).

Les figures 4.15 et 4.16 permettent de comparer au 24^{ème} cycle les simulations aux expériences, notamment la forme des boucles et les niveaux atteints en contrainte sous sollicitation cyclique et en fin de relaxation. Le modèle modifié est nettement plus prédictif que le modèle initial notamment pour les essais avec un temps de maintien en traction ou en compression.

L'essai complexe Metcut à niveau croissant de déformation totale imposée et à vitesse de déformation décroissante par niveau est quant à lui très bien décrit par le nouveau modèle, en termes d'amplitude de déformation plastique et de contrainte, et ceci quelle que soit la vitesse de déformation imposée (figure 4.17). Les ouvertures de boucle et donc les amplitudes de déformation plastique aux cycles stabilisés sont donc beaucoup mieux estimées et ceci quel que soit l'essai (figures 4.15 et 4.17).

4.3.2 Cas de l'orientation cristalline $\langle 111 \rangle$

Il faut ici rappeler que le code *Polystar* initial a été développé en considérant uniquement les 12 systèmes octaédriques, et donc sans considérer les 6 systèmes cubiques permettant classiquement de modéliser la réponse en contrainte à la déformation plastique observée en traction dans le cas d'éprouvettes orientées suivant $\langle 111 \rangle$ [Nouailhas 95, Fedelich 02, Preußner 09]. Néanmoins, comme indiqué au chapitre 1, ces systèmes de glissement n'ont pas de justification phy-

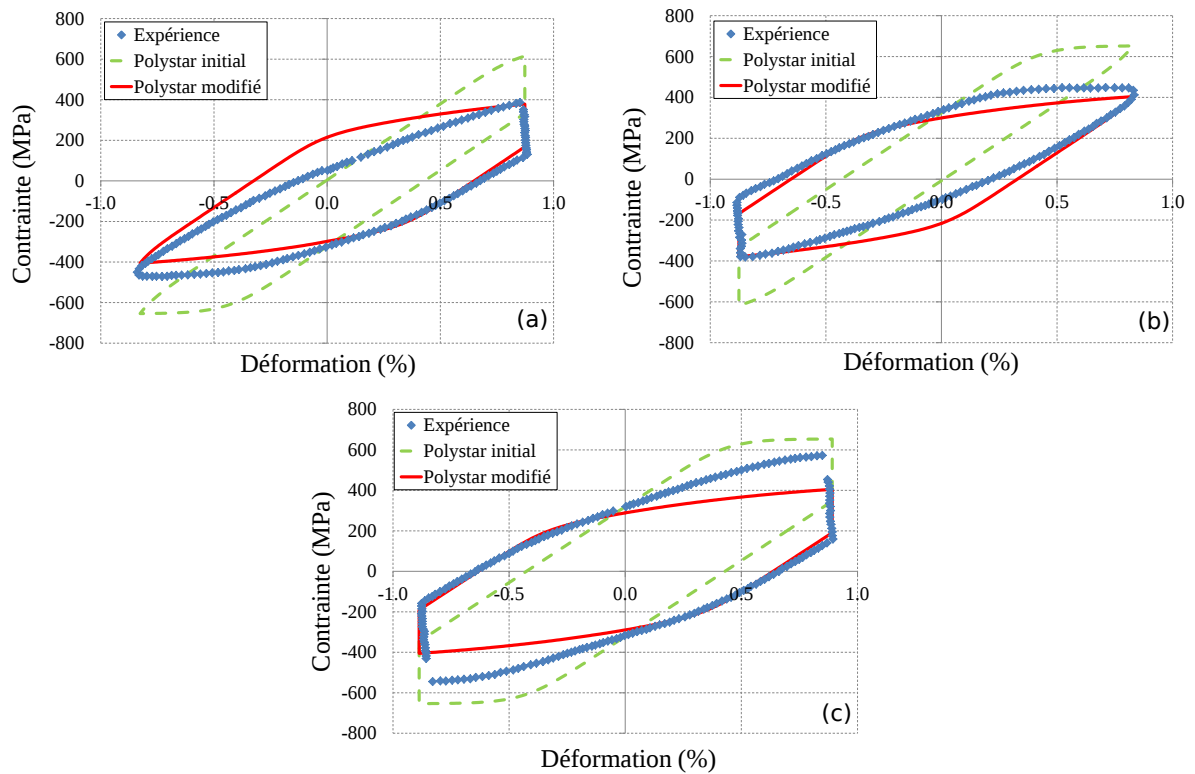


Figure 4.15 – Comparaison entre expériences (programme européen BRITE EURAM) et simulations au 24^{eme} cycle d'essais de fatigue/relaxation réalisés à une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} . Les figures correspondent respectivement à des essais avec (a) un temps de maintien à déformation maximale en traction, (b) un temps de maintien à déformation minimale en compression et (c) un temps de maintien à la fois à la déformation maximale en traction et minimale en compression.

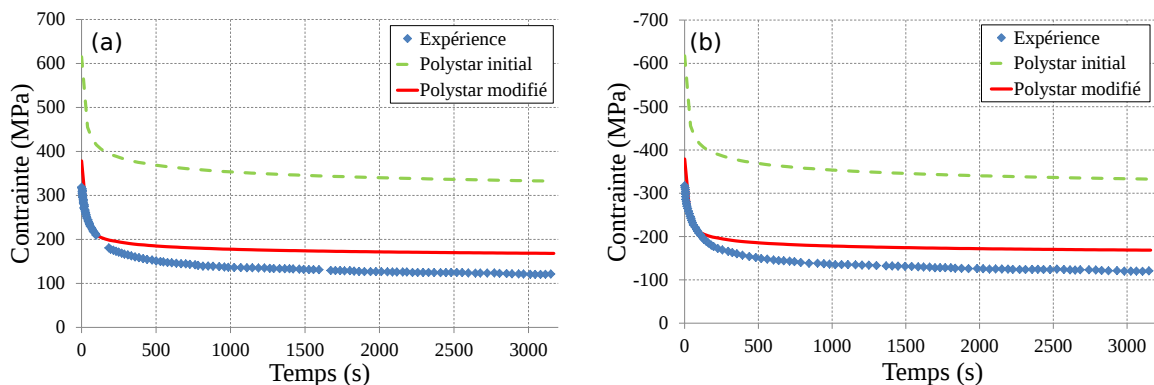


Figure 4.16 – Comparaison des relaxations expérimentales (programme européen BRITE EURAM) et simulées au 24^{eme} cycle des essais de fatigue/relaxation présenté à la figure 4.15 aux déformations maximale en traction (a) et minimale en compression (b).

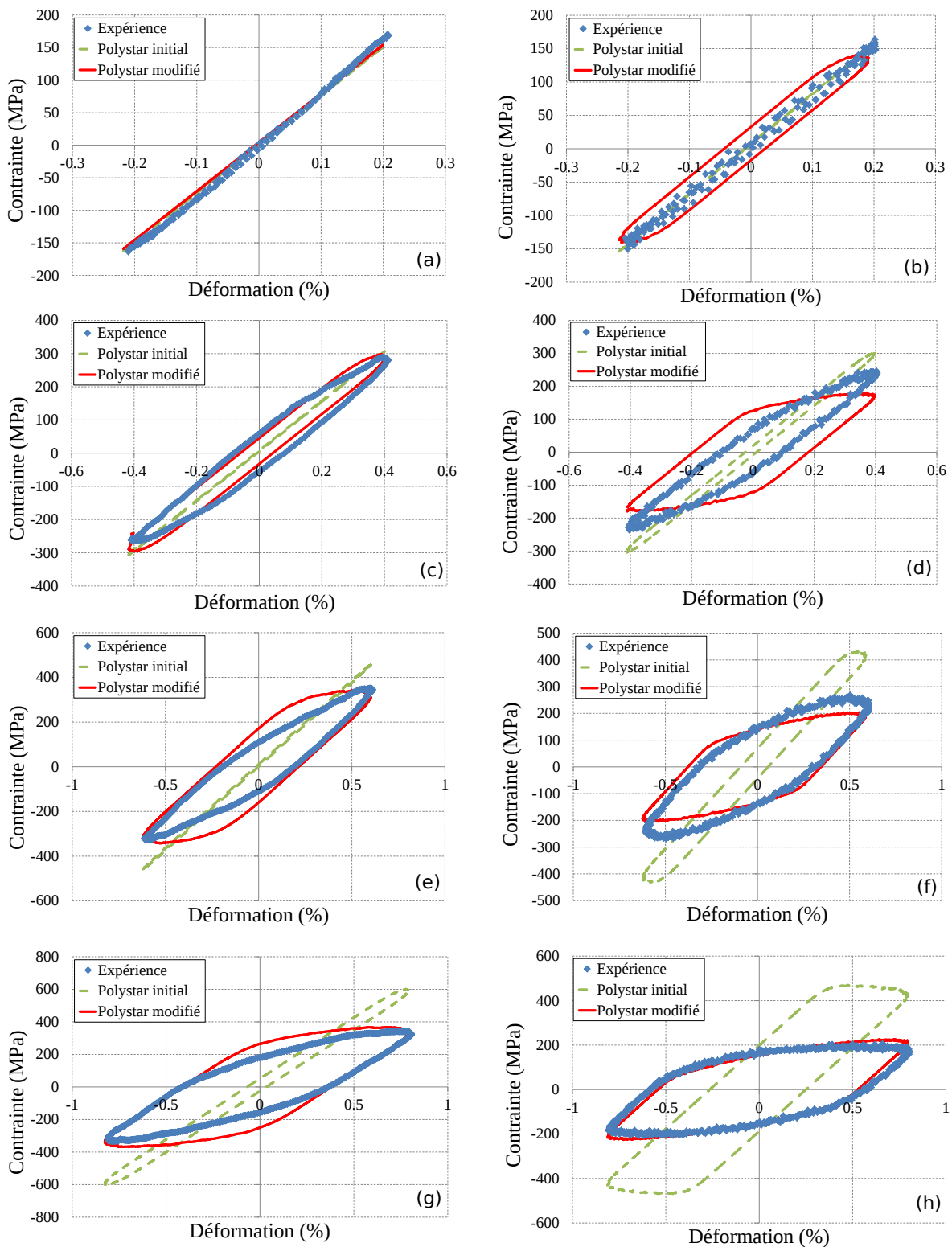


Figure 4.17 – Comparaison entre expériences (essai Metcut) et simulations d'un essai cyclique à amplitude de déformation croissante avec pour chaque niveau de déformation, vitesse de sollicitation en déformation décroissante (10^{-3} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} puis 10^{-5} s^{-1}). Les figures (a), (c), (e) et (g) correspondent à la vitesse de sollicitation de 10^{-3} s^{-1} respectivement pour les amplitudes de déformation de $\Delta\varepsilon_t/2 = 2.0 \cdot 10^{-3}$, $\Delta\varepsilon_t/2 = 4.0 \cdot 10^{-3}$, $\Delta\varepsilon_t/2 = 6.0 \cdot 10^{-3}$, $\Delta\varepsilon_t/2 = 8.0 \cdot 10^{-3}$. Les figures (b), (d), (f) et (h) correspondent respectivement aux mêmes amplitudes de déformation mais pour une vitesse de sollicitation de 10^{-5} s^{-1} .

sique [Shah 83, Miner 86a, Wang 09], ils n'ont pas été détectés en micro-plasticité expérimentale, mais observés uniquement à l'échelle macroscopique. Vattré *et al.* [Vattré 09a, Vattré 10] ont montré que la polarité des segments de dislocations déposées aux interfaces γ/γ' joue un rôle important sur le durcissement dans le cas des éprouvettes orientées suivant $\langle 111 \rangle$. Ainsi, 24 systèmes octaédriques peuvent ainsi être considérés afin de distinguer le signe (positif ou négatif) des segments d'interfaces. Les systèmes de glissement g et \bar{g} sont définis dans la table 4.4. Ces "zig-zags" de dislocations peuvent s'apparenter alors à des systèmes cubiques à l'échelle macroscopique.

| No. | Notation | n^g | m^g | No. | Notation | n^g | m^g |
|-----|----------|---------------------|---------------|-----|------------|---------------------|---------------------|
| 1 | A2 | $(\bar{1}11)$ | $[0\bar{1}1]$ | 13 | $\bar{A}2$ | $(\bar{1}11)$ | $[01\bar{1}]$ |
| 2 | A3 | \uparrow | $[101]$ | 14 | $\bar{A}3$ | \uparrow | $[\bar{1}0\bar{1}]$ |
| 3 | A6 | \uparrow | $[110]$ | 15 | $\bar{A}6$ | \uparrow | $[\bar{1}\bar{1}0]$ |
| 4 | B2 | $(\bar{1}\bar{1}1)$ | $[0\bar{1}1]$ | 16 | $\bar{B}2$ | $(\bar{1}\bar{1}1)$ | $[01\bar{1}]$ |
| 5 | B4 | \uparrow | $[\bar{1}01]$ | 17 | $\bar{B}4$ | \uparrow | $[10\bar{1}]$ |
| 6 | B5 | \uparrow | $[\bar{1}10]$ | 18 | $\bar{B}5$ | \uparrow | $[1\bar{1}0]$ |
| 7 | C1 | $(11\bar{1})$ | $[011]$ | 19 | $\bar{C}1$ | $(11\bar{1})$ | $[0\bar{1}\bar{1}]$ |
| 8 | C3 | \uparrow | $[101]$ | 20 | $\bar{C}3$ | \uparrow | $[\bar{1}0\bar{1}]$ |
| 9 | C5 | \uparrow | $[\bar{1}10]$ | 21 | $\bar{C}5$ | \uparrow | $[\bar{1}\bar{1}0]$ |
| 10 | D1 | $(1\bar{1}\bar{1})$ | $[011]$ | 22 | $\bar{D}1$ | $(1\bar{1}\bar{1})$ | $[0\bar{1}\bar{1}]$ |
| 11 | D4 | \uparrow | $[\bar{1}01]$ | 23 | $\bar{D}4$ | \uparrow | $[10\bar{1}]$ |
| 11 | D6 | \uparrow | $[110]$ | 24 | $\bar{D}6$ | \uparrow | $[\bar{1}\bar{1}0]$ |

Table 4.4 – Les 24 systèmes de glissement octaédriques considérés dans le cas d'un superalliage monocristallin CFC.

Comme on peut le voir sur la figure 4.18, la simulation de la courbe de traction par les deux modèles *Polystar* initial et *Polystar* modifié conduisent à surestimer très fortement la résistance du matériau à la déformation plastique. Ceci est dû à une surestimation à la fois du seuil de plasticité mais aussi de la réponse du matériau à l'écroutissage (isotrope et/ou cinématique) et/ou à la vitesse de déformation plastique (viscosité). Plusieurs voies d'amélioration sont possibles en considérant soit des systèmes de glissement cubiques, soit 24 systèmes de glissement octaédriques avec des interactions complexes entre ces systèmes afin de reproduire correctement le comportement macroscopique du monocristal, comme proposé par Vattré *et al.* [Vattré 11].

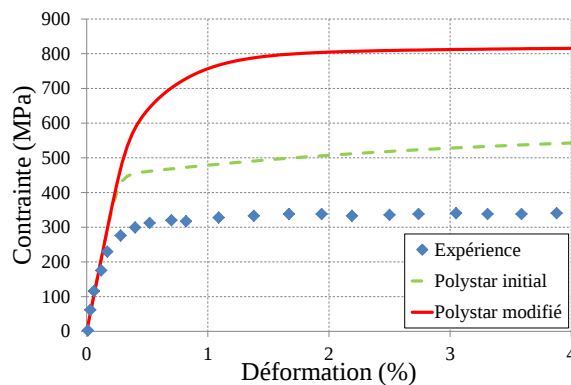


Figure 4.18 – Comparaison entre expérience et simulations d'un essai de traction à vitesse de déformation imposée de 10^{-3} s^{-1} et pour une éprouvette d'orientation cristalline $\langle 111 \rangle$.

Le comportement cyclique suivant $\langle 111 \rangle$ est très mal prévu quels que soient le niveau de déformation totale et la vitesse de déformation imposée, comme le montre la figure 4.19. Le modèle *Polystar* surestimant fortement la résistance du matériau monocristallin suivant cette orientation cristalline. Le modèle nécessite donc des développements ultérieurs afin de rendre compte du comportement viscoplastique fortement anisotrope du superalliage monocristallin.

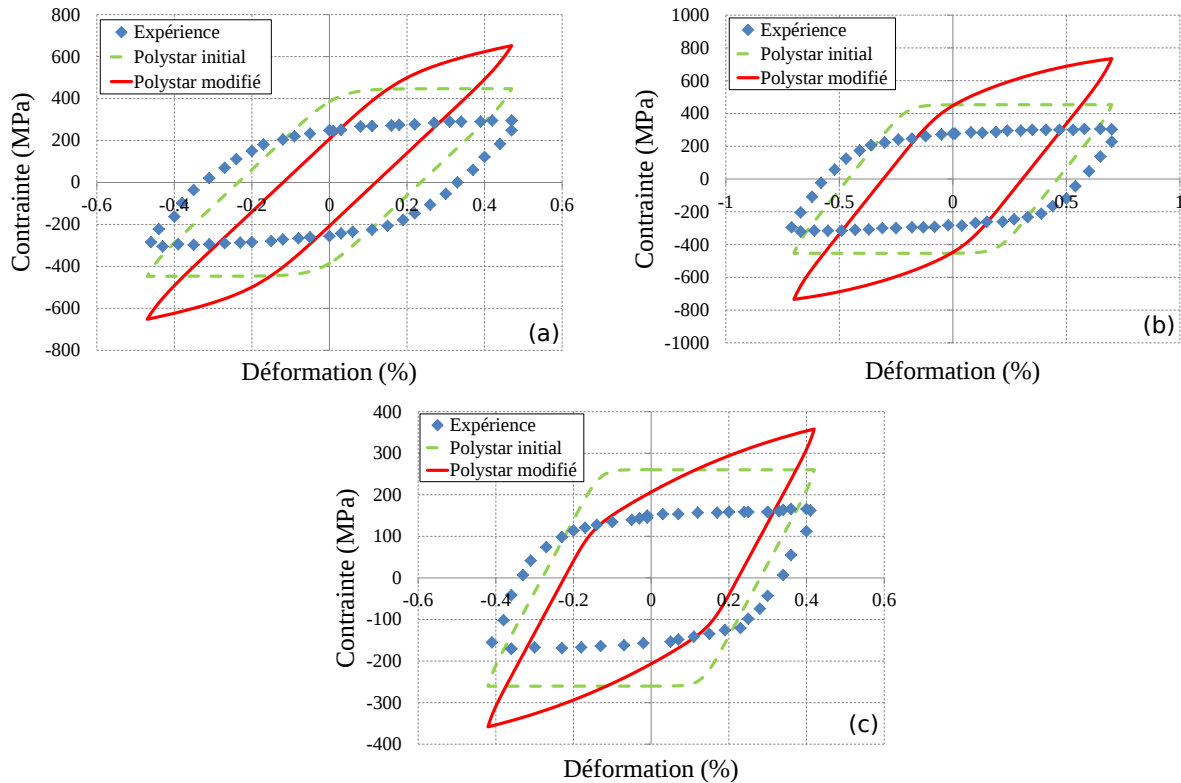


Figure 4.19 – Comparaison entre expériences (programme européen BRITTE EURAM) et simulations d'essais cyclique suivant l'orientation $\langle 111 \rangle$ pour deux vitesses de déformation imposée différentes : 10^{-3} s^{-1} et 10^{-5} s^{-1} . (a) et (b) reportent respectivement les cycles stabilisés pour $\Delta\epsilon_t/2=0.5\%$ et 0.7% à la vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} . (c) correspond au cycle stabilisé pour $\Delta\epsilon_t/2=0.4\%$ à la vitesse de déformation de 10^{-5} s^{-1} .

4.4 Simulations d'essais anisothermes avec effet d'histoire de la température

4.4.1 Retour sur l'identification des paramètres

L'essai de traction-cyclage-relaxation à 1050°C avec surchauffe de 30 secondes ou 150 secondes à 1200°C va permettre d'identifier les paramètres des fonctions du modèle traduisant les effets d'histoire thermique du matériau à l'érouissage. Comme le montre la figure 4.20, une surchauffe de 30 secondes à 1200°C induit à 1050°C une augmentation de la contrainte seuil apparente R^* de 160 MPa par rapport à l'essai de référence sans surchauffe initiale de type O.E.I. Ceci est dû à une diminution du libre parcours moyen des dislocations et donc de la largeur apparente des couloirs de matrice γ par précipitation des γ' tertiaires au refroidissement qui ont pour conséquence d'augmenter la contrainte d'Orowan. Étant donné que le niveau atteint

par la contrainte à 1% de déformation est la même dans les deux cas, nous identifions alors en écrouissage cinématique de plus faible amplitude, d'autant que l'écrouissage isotrope augmente, mais plus rapide (la valeur de D est alors plus grande - équation 4.24) générant en conséquence une forte non-linéarité de la réponse du matériau, de type parfaitement plastique.

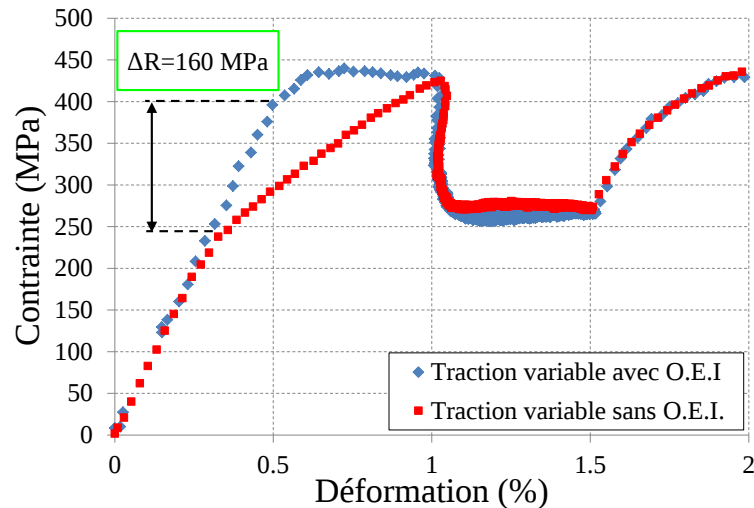


Figure 4.20 – Courbes expérimentales de traction complexe à vitesse de déformation variable obtenues à 1050°C sur un matériau ayant subi ou non une surchauffe de 30 secondes à 1200°C avant l'essai.

Nous avons confronté sur la figure 4.21 expériences et simulations par le modèle de ces essais, et également reporté les évolutions avec le temps des variables w_{001} , C^* , D^* , du rapport C^*/D^* et de la valeur de l'écrouissage isotrope ($r_0 + r_Q + \tau_{Orowan}$). L'écrouissage isotrope passe de 80 MPa, avant surchauffe, à 130 MPa après surchauffe (figure 4.21(d)). Comme on peut le voir sur la figure 4.21(b), ceci est dû à la diminution de la largeur des couloirs de matrice γ qui passe de 82 nm à 50 nm du fait de la formation, au refroidissement, de précipités γ' tertiaires (figure 4.21(e)). En outre, après avoir atteint le plateau, l'évolution de la variable D^* est cohérente avec ce qui est observé au changement de vitesse (10^{-3} s^{-1} à 10^{-5} s^{-1}), à savoir une diminution très rapide pour recouvrir sa valeur à l'équilibre (figure 4.21(c)-courbe rouge). La relaxation de la contrainte au changement de vitesse est alors correctement décrite (figure 4.22) et on retrouve, juste après le plateau, très rapidement un comportement viscoplastique similaire à celui du matériau n'ayant pas subi de surchauffe.

Les essais répétés de fatigue/fluage ($R_\sigma = 0$, $R_{max}=230 \text{ MPa}$), présentés au chapitre 2, conduits sur des éprouvettes d'orientation cristallographique $\langle 111 \rangle$ ont été simulés afin de rendre compte du rôle joué par les précipités γ' tertiaires sur la largeur des couloirs γ et par conséquent sur le comportement post-surchauffe (figure 4.23). Comme attendu, le modèle surestime la résistance du matériau comme sous chargement monotone et cyclique. Néanmoins, ces essais présentent l'intérêt de mettre clairement en évidence l'impact des fins précipités de γ' sur le comportement du matériau en ralentissant la vitesse de déformation post-surchauffe ce que le modèle est apte à retranscrire.

En effet, comme on peut le voir sur les figures 4.23(a) et (b), le terme ($dtp \times f_s^{msp}$) contenu dans la fonction $f_{thermique}$ conduit à une diminution de la vitesse de déformation plastique consécutivement à la surchauffe de 180 secondes sans charge. Qualitativement les prévisions du comportement en fatigue/fluage répété avec effet d'histoire de la température sont donc satisfaisantes.

La table 4.5 regroupe les valeurs des paramètres identifiés pour rendre compte des effets

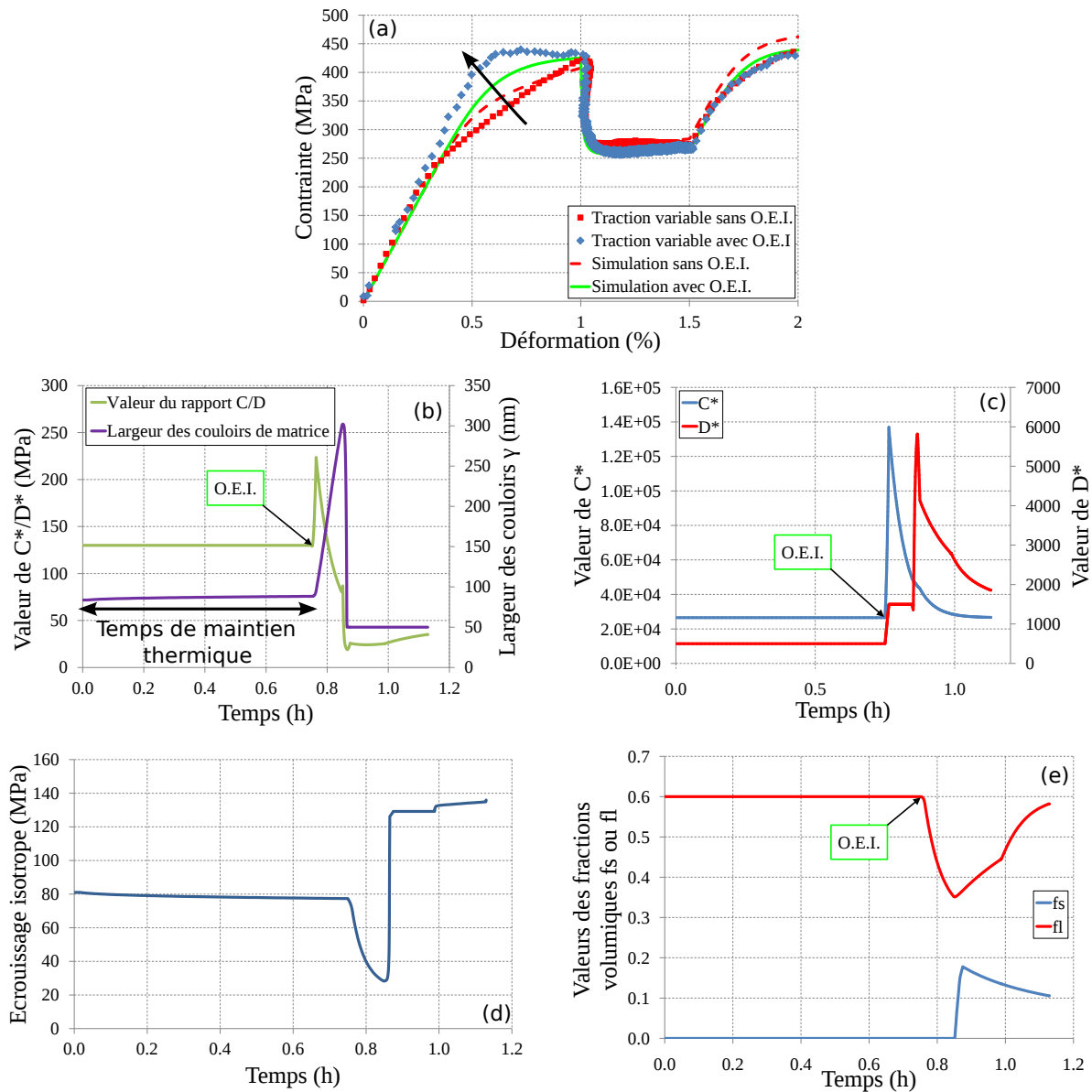


Figure 4.21 – (a) Courbes expérimentales et simulées à 1050°C de traction complexe à vitesse variable avec et sans surchauffe initiale de 30 secondes à 1200°C. Évolution en fonction du temps des variables (b) C^*/D^* et w , (c) C^* et D^* , (d) de l'écrouissage isotrope et de (e) f_s et f_l .

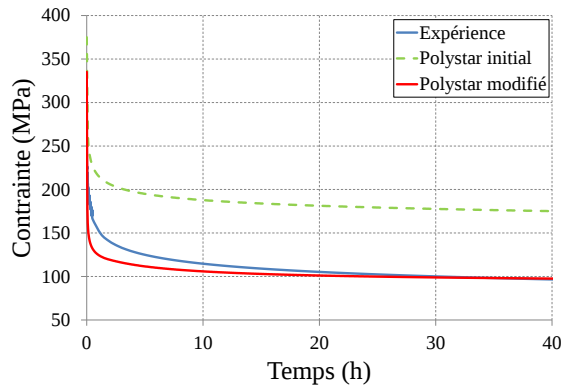


Figure 4.22 – Comparaison entre expérience et simulations de la relaxation de contrainte réalisée suite à l'essai complexe de traction à vitesse variable et cyclage sur un matériau ayant subi initialement une surchauffe de 30 secondes à 1200°C.

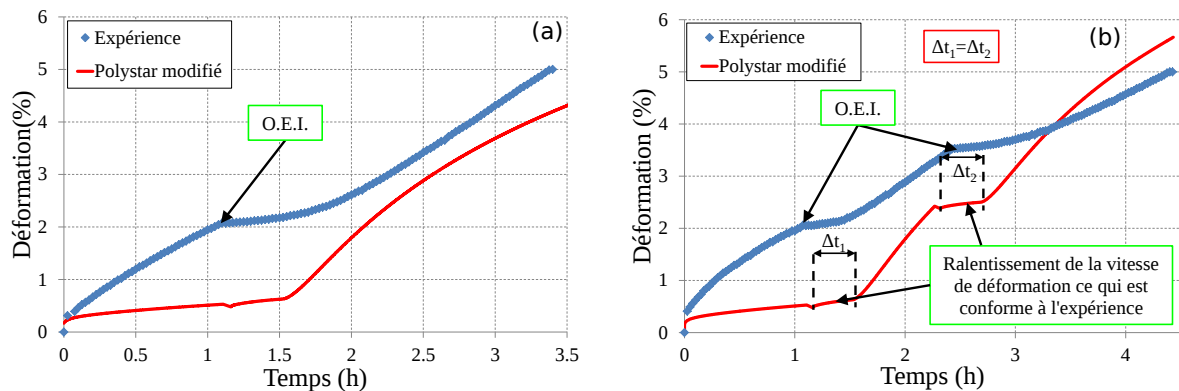


Figure 4.23 – Courbes de fatigue/fluage répétés en traction ($R_\sigma=0$, $\sigma_{max}=230$ MPa) expérimentales et calculées à 1050°C pour des éprouvettes d'orientation cristalline $\langle 111 \rangle$ et ayant subi en cours d'essai (a) une surchauffe ou (b) deux surchauffes à 1200°C. Les lignes noires pointillées sur la figure (b) mettent en évidence les durées post-surchauffe durant lesquelles un ralentissement de la vitesse de déformation est observée.

d'histoire thermique sur le comportement à l'érouissage.

| | α^* (MPa) | β^* | K_f (MPa) | dtp | m_{sp} |
|-------------------------------|------------------|-----------|-------------|------------------|----------|
| <i>Érouissage cinématique</i> | 80 | 200 | 15. | $2.0 \cdot 10^5$ | 5 |

Table 4.5 – Valeurs des paramètres d'érouissage cinématique du modèle *Polystar* avec prise en compte des effets d'histoire thermique.

4.4.2 Simulations d'essais complexes de fluage et de fatigue/fluage avec O.E.I.

4.4.2.1 Essais de fluage pur

Pour une contrainte appliquée de 140 MPa, les figures 4.24(a), (b) et (c) montrent que le nouveau modèle ne prévoit pas d'augmentation de la vitesse de fluage secondaire post-surchauffe, comme observé expérimentalement, mais les sauts de déformation plastique consécutifs aux incursions à 1200°C sont en moyenne correctement simulés.

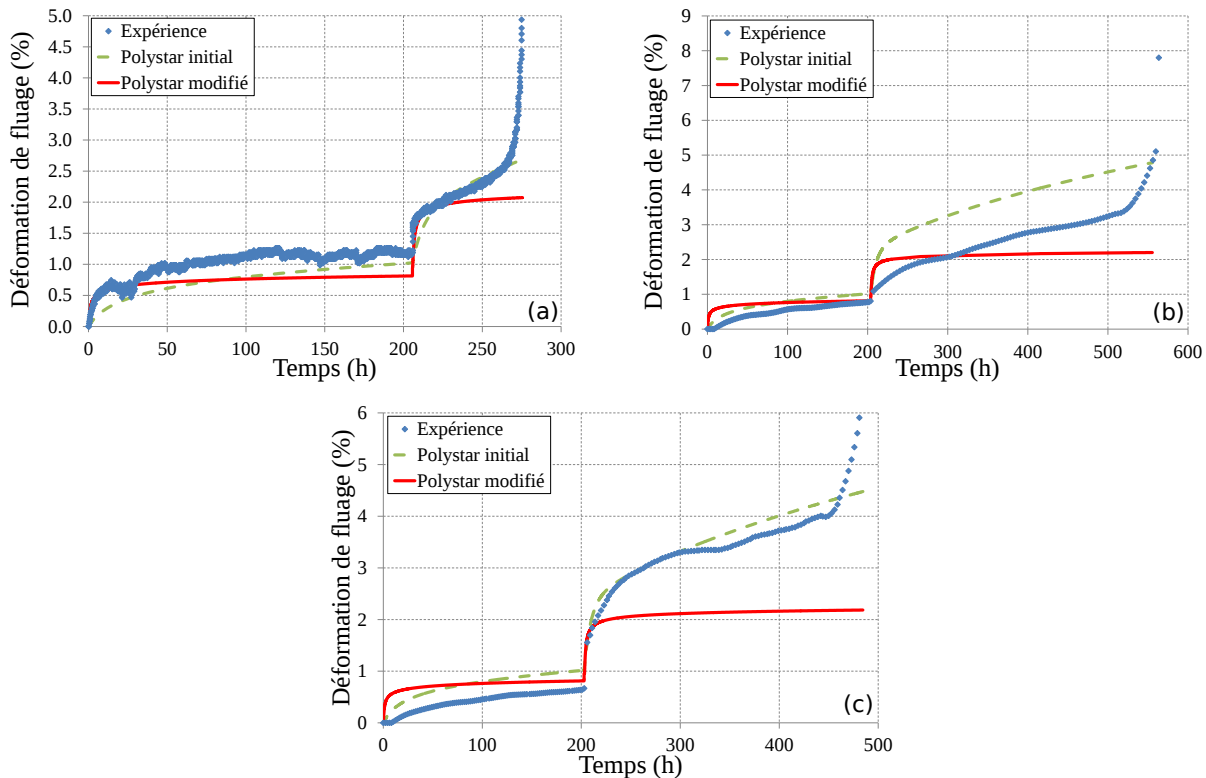


Figure 4.24 – Courbes de fluage avec une surchauffe de (a) 30 secondes, (b) 90 secondes et (c) 150 secondes réalisée après 200 heures de fluage à 1050°C/140 MPa. Les expériences sont extraites de [Cormier 06].

Les simulations des essais anisothermes à plus forte charge, à 1050°C/160 MPa, ont aussi été effectuées et reportées sur la figure 4.25. Comme on peut le constater, les prévisions du modèle sont bien moins bonnes que précédemment, même si le nouveau modèle permet d'obtenir des résultats qui sont plus satisfaisants que le modèle *Polystar* initial, avec une surestimation très importante et systématique du saut de déformation plastique à 1200°C.

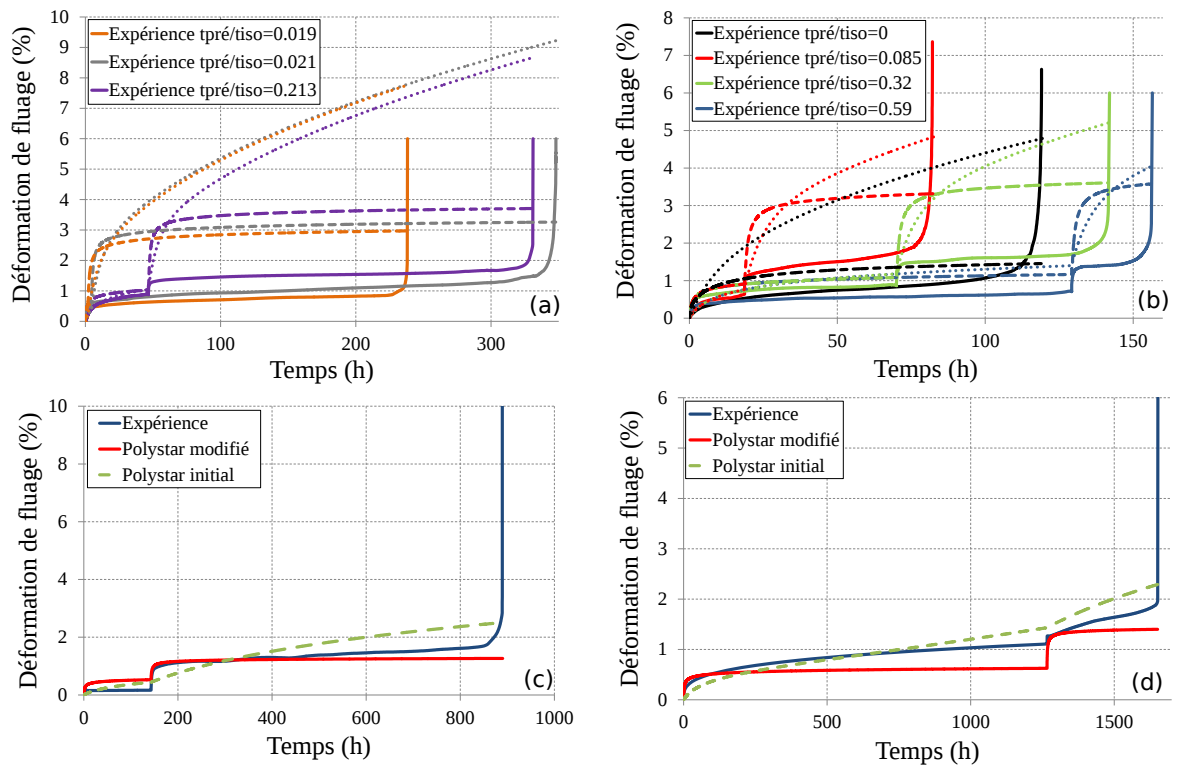


Figure 4.25 – Comparaison entre expériences et simulations d'essais de fluage anisothermes avec surchauffe de 30 secondes à 1200°C pour des conditions d'essais à 1050°C/160 MPa (a,b) et à 1050°C/120 MPa (c,d). Les courbes en pointillées gros de (a,b) représentent les simulations avec la version modifiée de *Polystar* alors que les pointillées fins sont les simulations avec la version originelle du modèle.

Par contre, à plus faible charge, à 1050°C/120 MPa, les courbes de fluage anisotherme sont à nouveau correctement prédites (figures 4.25(c) et (d)). Cela semble donc plus liée à une prévision erronée du fluage à 1200°C sous forte charge qu'à une mauvaise description des effets complexes d'histoire de la température.

Les simulations des deux essais de fluage complexes avec O.E.I. sont quant à elles satisfaisantes. Notamment, comme le montre la figure 4.26(a), pour le premier essai, la courbe simulée concorde parfaitement avec l'expérience. Par contre, pour le second essai où deux O.E.I. ont été simulés successivement, le modèle surévalue le saut de déformation plastique à chaque incursion à 1200°C (figure 4.26(b)). Numériquement, plus la surchauffe est appliquée après un niveau de déformation plastique atteint important, plus l'amplitude du saut de déformation plastique à 1200°C est surévaluée, ce qui n'a pas été observé expérimentalement. Ceci est dû au fait qu'au delà d'une déformation plastique, supérieure à 1%, le modèle prévoit un effet de la surchauffe trop important. C'est la valeur du paramètre e_{cfl} qui fixe ce seuil indépendamment de l'histoire thermomécanique vue par le matériau.

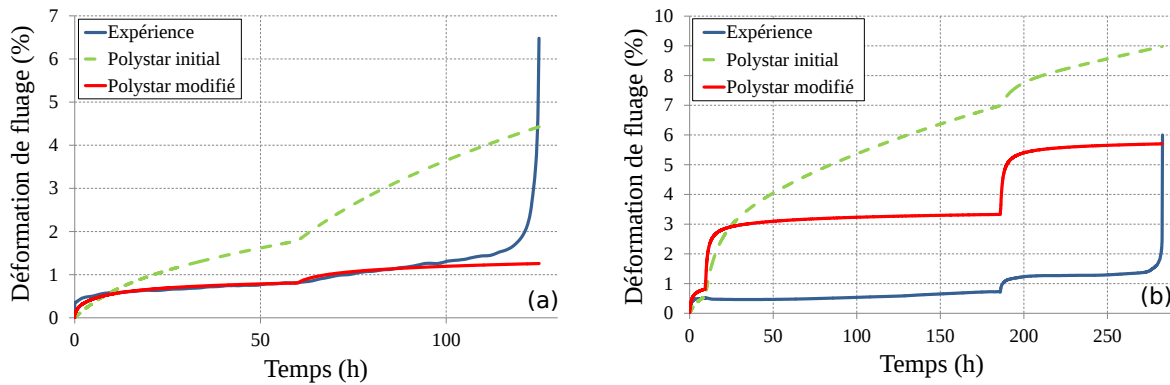


Figure 4.26 – Courbes d’essais de fluage avec (a) surchauffe initiale de 30 secondes et une augmentation de la contrainte appliquée de 140 à 160 MPa au bout de 63 heures et avec (b) deux surchauffes de 30 secondes après 9.3 heures et 185.9 heures d’essai.

4.4.2.2 Essais de fatigue/temps de maintien

Les essais alternés de fatigue/temps de maintien ($R_\sigma = -1$) ont été simulés et les résultats sur donnés par les figures 4.27 à 4.29. Comme on peut le constater, la version modifiée de *Polystar* permet de mieux rendre compte de l’ouverture des boucles et de la déformation plastique cumulée en compression et en traction, comme observé expérimentalement, même si cette dernière reste trop faible (figure 4.27(b)). Néanmoins, quelle que soient les conditions d’essais (temps de maintien en traction ou compression, O.E.I. réalisé après différents temps d’essai), le modèle prévoit très correctement l’évolution globale de la déformation totale de l’éprouvette.

En outre, la diminution de l’ouverture des boucles après une surchauffe de 30 secondes à 1200°C, comparée à celle juste avant la surchauffe, est correctement prédite par le modèle (figure 4.28(b)). En effet, numériquement et expérimentalement, la surchauffe génère une précipitation de γ' tertiaire dans les couloirs de matrice γ ce qui diminue leur taille et augmente ainsi la taille du domaine d’élasticité au travers d’une augmentation de la contrainte d’Orowan. Néanmoins, la figure 4.28(c) met en évidence que, lors de la surchauffe, l’évolution de la déformation totale prévue par le nouveau modèle est contraire à celle observée expérimentalement : elle diminue faiblement au lieu de croître. Ceci est dû à une diminution de la déformation plastique comme

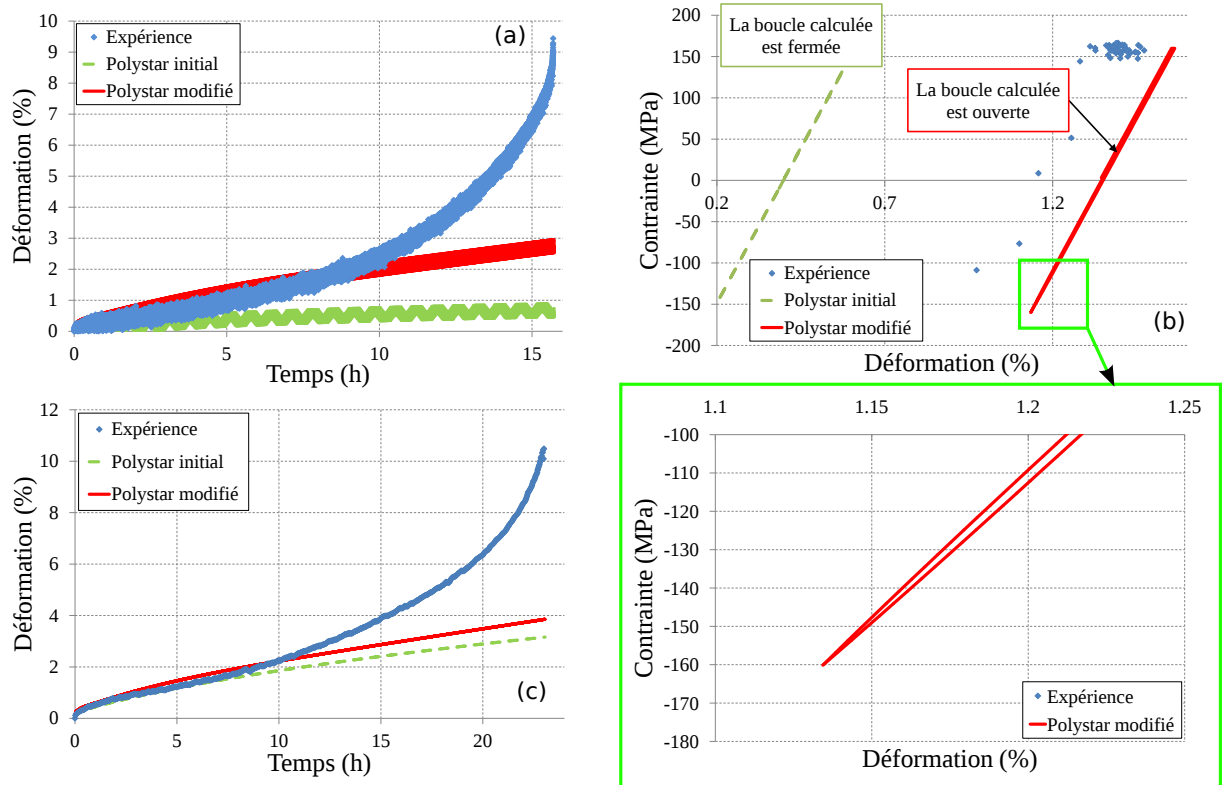


Figure 4.27 – Comparaison entre expériences et simulations des essais de fatigue/temps de maintien alternés ($R_\sigma = -1$) à 1050°C présentés au chapitre 2. (a) Essai isotherme ($\sigma_{max} = 160$ MPa, temps de maintien en traction), tracé de la déformation totale fonction du temps, (b) Comparaison entre les modèles *Polystar* initial et *Polystar* modifié à la 200^{ème} boucle de l'essai présenté en (a), (c) Essai isotherme ($\sigma_{max} = 160$ MPa, temps de maintien en compression), tracé de la déformation mesurée à la charge maximale.

le montre la figure (figure 4.28(d)). Le modèle prévoirait alors une restauration de l'écroûissage i.e. une diminution des contraintes internes à très haute température ce qui a été observé pendant l'étude synchrotron lors de surchauffes à des températures supérieures à 1180°C qui induisaient une diminution des contraintes de cohérence au refroidissement. On remarque aussi expérimentalement que la déformation totale post-surchauffe a diminué par rapport à sa valeur avant surchauffe. Ce phénomène est retranscrit par le modèle mais dans une moindre mesure.

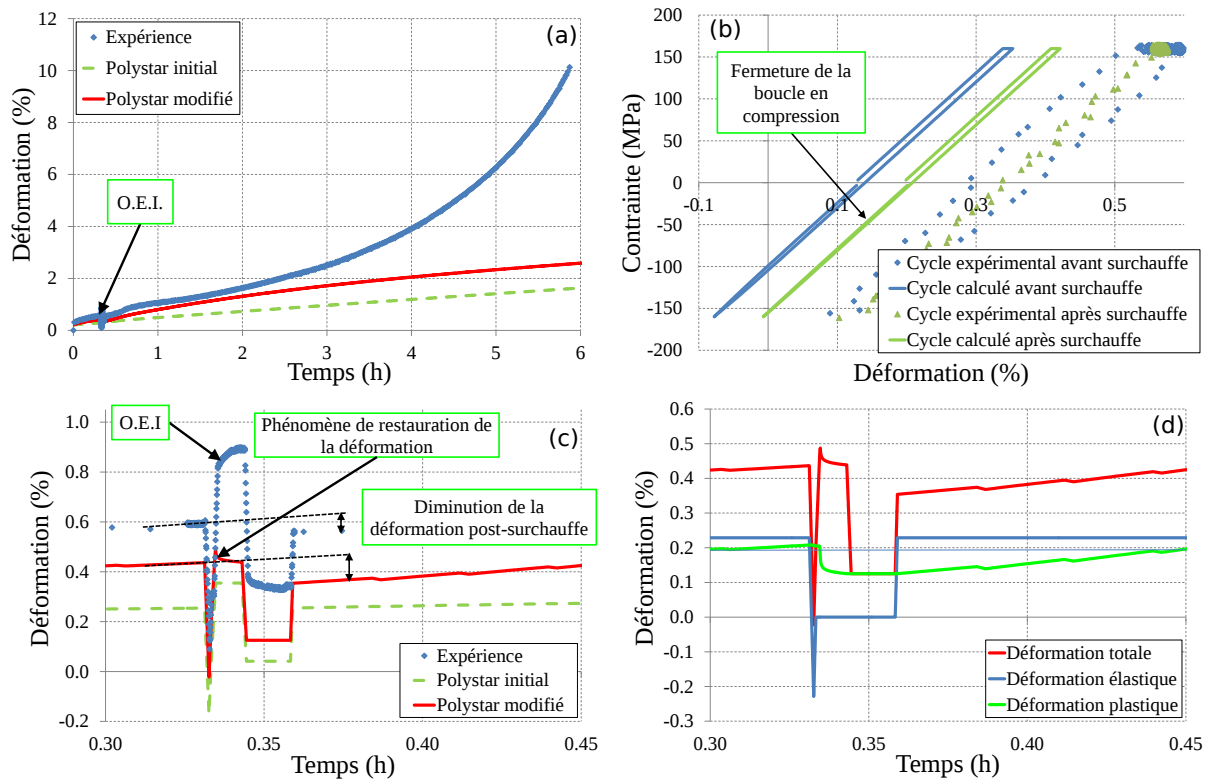


Figure 4.28 – Comparaison entre expériences et simulations de l'essai de fatigue/temps de maintien alternés ($R_\sigma = -1$, $\sigma_{max}=160$ MPa, temps de maintien en traction) à 1050°C, comprenant une surchauffe de 30 secondes à 1200°C au bout de 12 cycles. Le graphique en (b) présente les boucles simulées et expérimentales avant et après surchauffe. Zoom des évolutions de la déformation totale pendant la surchauffe de 30 secondes (c) et présentation des évolutions au cours de celle-ci des déformations totale, élastique et plastique pour le modèle *Polystar* modifié (d).

4.4.3 Essais de fluage cyclés thermiquement

L'objet de ces essais est de déterminer si le modèle développé est apte à rendre compte des évolutions de la déformation plastique lors d'essais de fluage sous charge maintenue constante mais cyclés thermiquement. Le principe du cyclage thermique a été présenté au chapitre 1 et le schéma de base est le suivant : 15 minutes à 1050°C - 1 minute à 1100°C - 15 minutes à 1050°C - 1 minute à 1150°C avec des vitesses de chauffage/refroidissement de l'ordre de 1 et 10°C.s⁻¹, respectivement. Deux types d'essais ont été étudiés : avec et sans pré-fluage afin de juger de l'effet d'une dégradation préalable de microstructure sur le comportement lors du cyclage thermique (figure 4.30). Deux remarques peuvent être émises à la vue des simulations. Dans le cas d'un cyclage thermique sans pré-fluage, l'évolution de la contrainte d'Orowan entraîne un adoucissement au cours des cycles de chargement thermique ce qui conduit à une meilleure modélisation de l'essai (figure 4.30(c)). Concernant la simulation d'un cyclage thermique avec

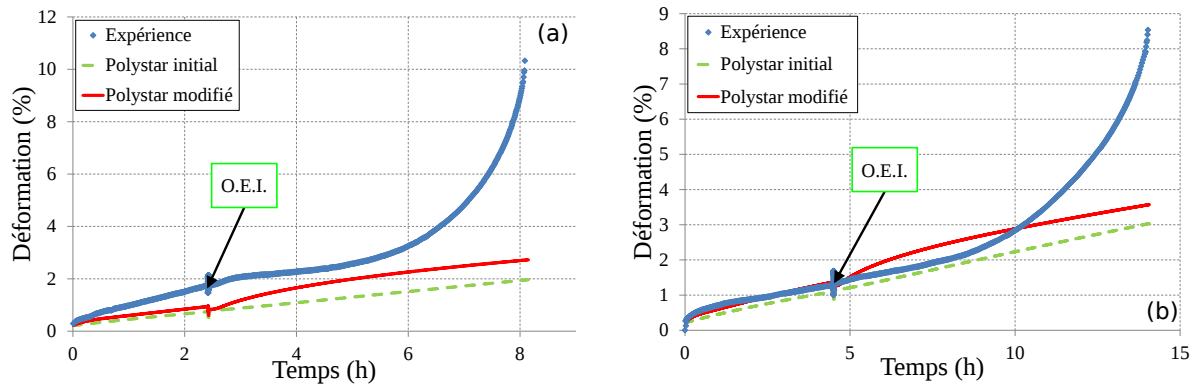


Figure 4.29 – Comparaison entre expériences et simulations des essais de fatigue/temps de maintien alternés ($R_\sigma = -1$, $\sigma_{max}=160$ MPa, temps de maintien en traction) à 1050°C comprenant une surchauffe de 30 secondes à 1200°C après (a) 87 cycles et (b) 162 cycles.

pré-fluage, de par l'évolution de la largeur de couloirs de matrice γ pendant le pré-fluage de 24 heures, la contrainte d'Orowan au début du cyclage thermique est plus faible ce qui crée un adoucissement en cours d'essai par rapport au modèle initial (figures 4.30(a) et (b)). On peut aussi remarquer l'influence du niveau de plasticité sur la précipitation. En effet, plus le niveau de déformation plastique augmente, plus l'écart entre les simulations avec le modèle modifié (prenant en compte, ou pas, la fine précipitation de γ') augmente. Néanmoins, les niveaux de déformations atteints par les simulations avec mise en radeaux sont plus en correspondance avec la réalité expérimentale que le modèle initial.

4.5 Application du modèle à un essai avec surchauffe sur une éprouvette bi-entallée

4.5.1 Motivation et conditions d'essai

La géométrie de l'éprouvette a été conçue afin de générer un champ mécanique complexe non-uniforme et multiaxial par la présence de deux entailles dissymétriques (figure 4.31). Ainsi, sous sollicitation de fluage à 1050°C et une force constante de 410 N, la microstructure devrait évoluer le long du gradient de contrainte en fond d'entaille pour les épaisseurs de radeaux. Une surchauffe de 20 secondes à 1200°C sous charge a aussi été réalisée après 24 heures de fluage afin de déterminer l'influence du niveau de déformation plastique sur la cinétique de dissolution/précipitation ainsi que sur la cinétique de mise en radeaux. Le chauffage et la surchauffe ont été appliqués avec le banc présenté auparavant. La montée rapide en température, de la température nominale de 1050°C à 1200°C , s'est effectuée en 70 secondes alors que le retour à la température nominale a duré 10 secondes.

En cours d'essai, le déplacement global de l'éprouvette est enregistré par une nappe laser, la courbe obtenue est donnée dans la figure 4.32. La vitesse de déformation post-surchauffe est significativement supérieure à celle avant surchauffe, respectivement égale à $4.31 \times 10^{-2} \text{ mm} \cdot \text{h}^{-1}$ et $2.57 \times 10^{-3} \text{ mm} \cdot \text{h}^{-1}$ (facteur 17).

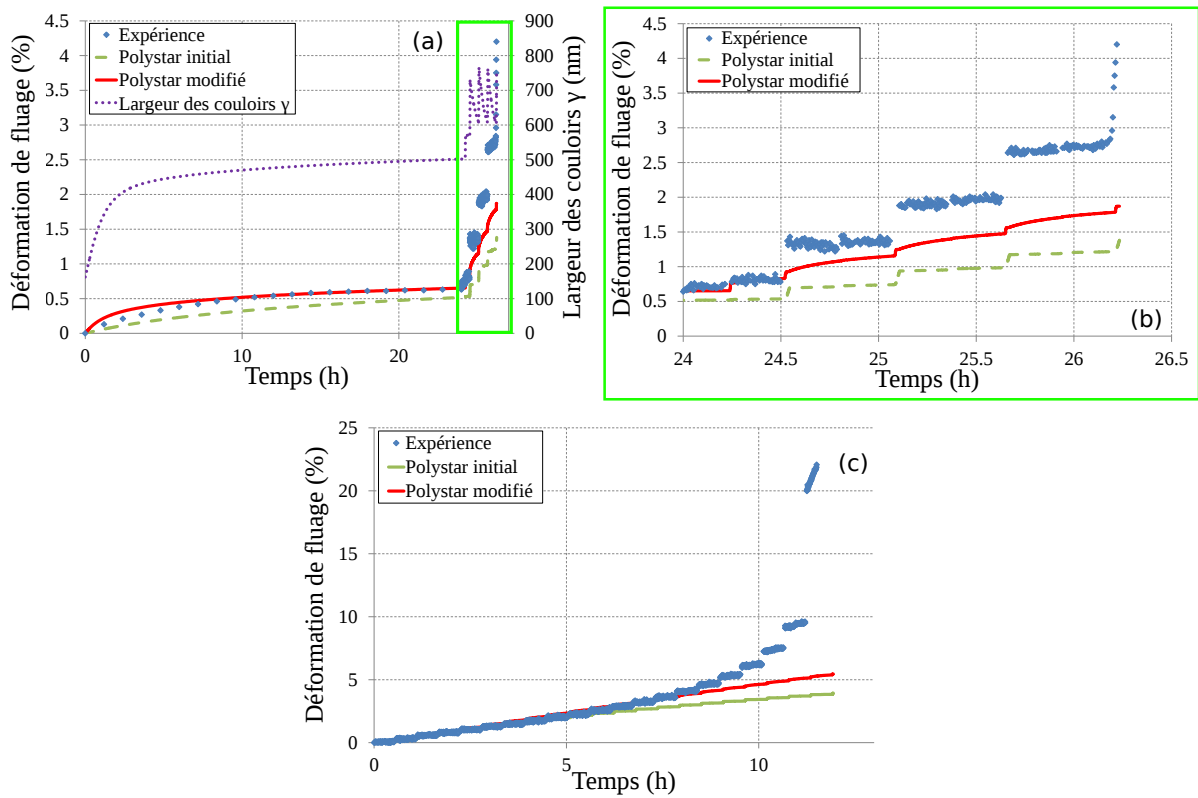


Figure 4.30 – Comparaison entre expériences et simulations des essais de fluage cyclés thermiquement sous 120 MPa avec (a) ou sans (b) pré-fluage préalable au cyclage thermique. Le pré-fluage isotherme effectué en (a) est de 24 heures à 1050°C/120 MPa. Le cyclage thermique est le suivant : 15 minutes à 1050°C-1minute à 1100°C-15 minutes à 1050°C et 1 minute à 1150°C avec des vitesses de chauffage/refroidissement de 1°C et 10°C, respectivement. (c) est un zoom de la partie cyclage en (a).

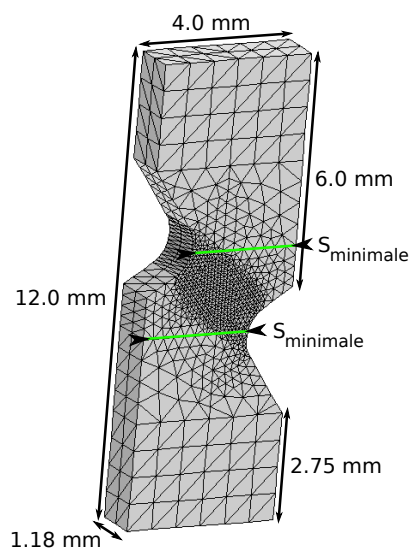


Figure 4.31 – Géométrie de l'éprouvette entaillée.

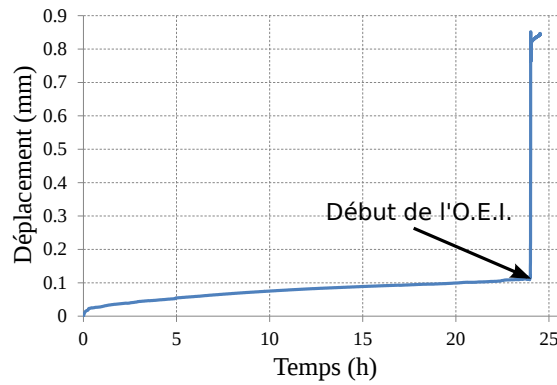


Figure 4.32 – Allongement de l'éprouvette bi-entallée lors de l'essai de fluage à 1050°C comprenant une surchauffe de 20 secondes à 1200°C après 24 heures sous une force constante de 410 N.

4.5.2 Observations microstructurales et analyses d'images

Des observations microstructurales ont été réalisées sur une coupe longitudinale de l'éprouvette afin de déterminer les gradients de microstructure générés par les entailles et la surchauffe (voir Annexe I pour d'autres observations). Des analyses microstructurales quantitatives ont été effectuées grâce au logiciel Visilog[®] et aux méthodes d'analyse spécifiquement développées à l'Institut Pprime [Cormier 06, Vaunois 10]. Comme il est possible de le voir sur la figure 4.33, les radeaux au centre de l'éprouvette, là où le champ de contrainte a le plus fort taux de triaxialité, présentent une forte désorientation par rapport à l'axe de sollicitation macroscopique et ce phénomène s'atténue en s'éloignant du centre. Le traitement d'images a révélé que la désorientation des interfaces γ/γ' par rapport à une orientation initiale (figure 4.33) est de l'ordre de 18° au centre de l'éprouvette (figure 4.34(b)). À une distance de 3 mm du centre de l'éprouvette, cette désorientation est nulle.

Les figures 4.34(c) et (d) mettent en évidence que la fraction volumique de précipités γ' secondaires et tertiaires est liée au niveau de déformation plastique. En effet, au centre de l'éprouvette, là où le niveau de déformation est le plus important, la fraction volumique de fins précipités tertiaires γ' est la plus importante ce qui réduit d'autant plus la largeur des couloirs de matrice γ (figure 4.34(a)). Cela résulte d'un plus fort taux de déformation locale dans la bande cisailée qui a induit une cinétique de dissolution des γ' secondaires accélérée lors de la surchauffe. D'ailleurs, on observe bien, après essai, un plus faible taux de γ' secondaires. Le modèle *Polystar* prend en compte explicitement la dépendance du taux de γ' secondaires à la déformation plastique (équation 4.12) ce qui n'est pas le cas pour le calcul de la fraction volumique de précipités γ' tertiaires même si les fractions volumiques des deux types de précipités sont liées (équation 4.13). Comme Embury *et al.* [Embury 03] l'ont montré, les dislocations favorisent la précipitation en tant que sites préférentiels de nucléation. De la même manière, la dissolution est, elle aussi, assistée par les dislocations [Giraud 12]. La question est donc de savoir si le niveau de plasticité a un effet direct ou indirect sur la précipitation des précipités tertiaires de γ' , sachant que la plasticité favorise déjà une dissolution plus importante des précipités secondaires.

Des analyses qualitatives et quantitatives de la microstructure ont été faites pour un chemin transverse à partir du fond d'entaille (figure 4.35). Comme on peut le constater, la désorientation de la normale aux interfaces γ/γ' (par rapport à la normale à l'axe de l'éprouvette) augmente du fond d'entaille vers le centre de l'éprouvette (figure 4.35(b)). Cette modification d'orientation

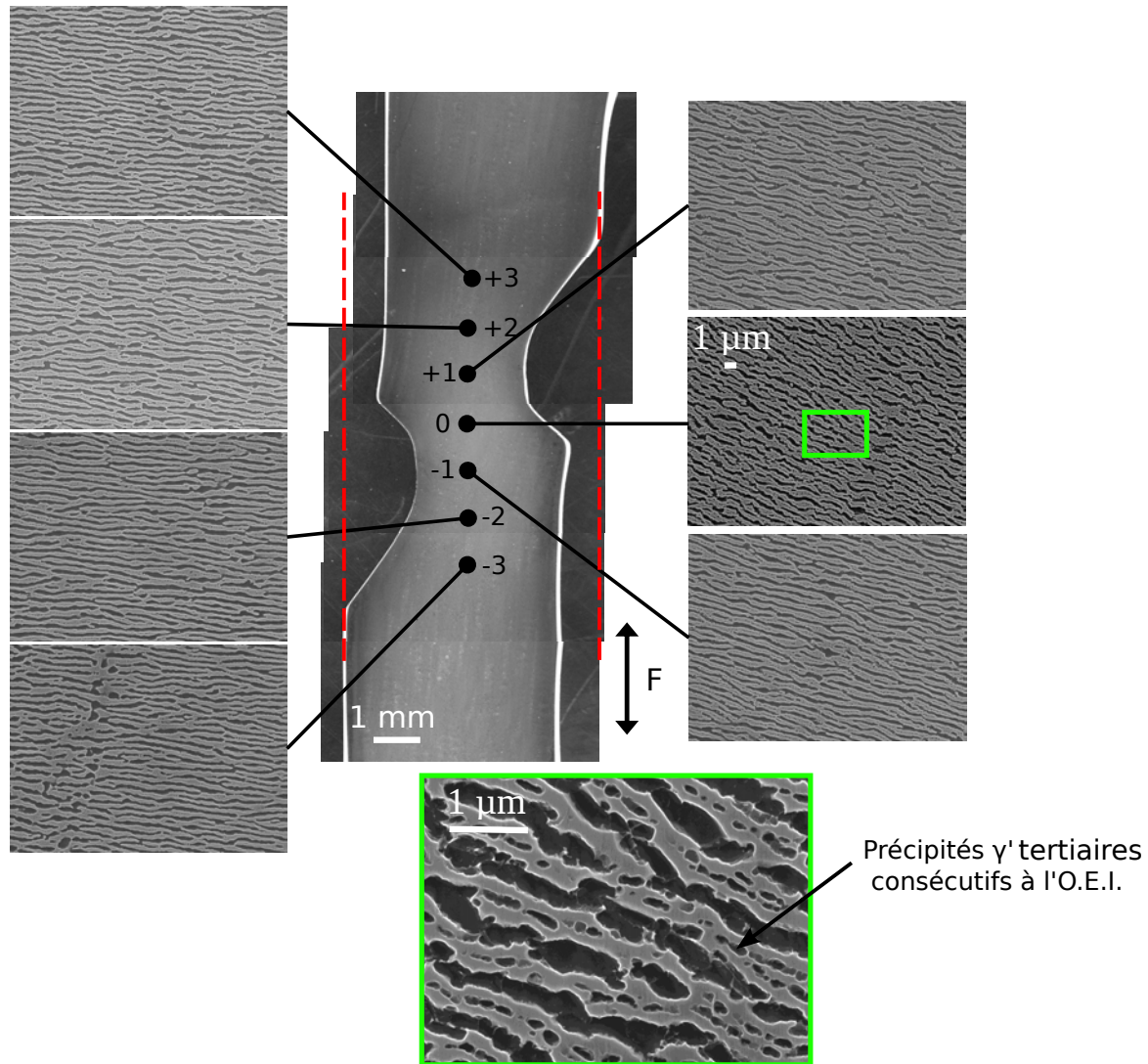


Figure 4.33 – Observations longitudinales espacées de 1mm de la microstructure en radeaux γ/γ' par microscopie à balayage en électrons secondaires et révélée par attaque chimique sélective de la phase γ' . Ces observations ont révélé la présence de précipités γ' tertiaires coalescés consécutivement à l'O.E.I.

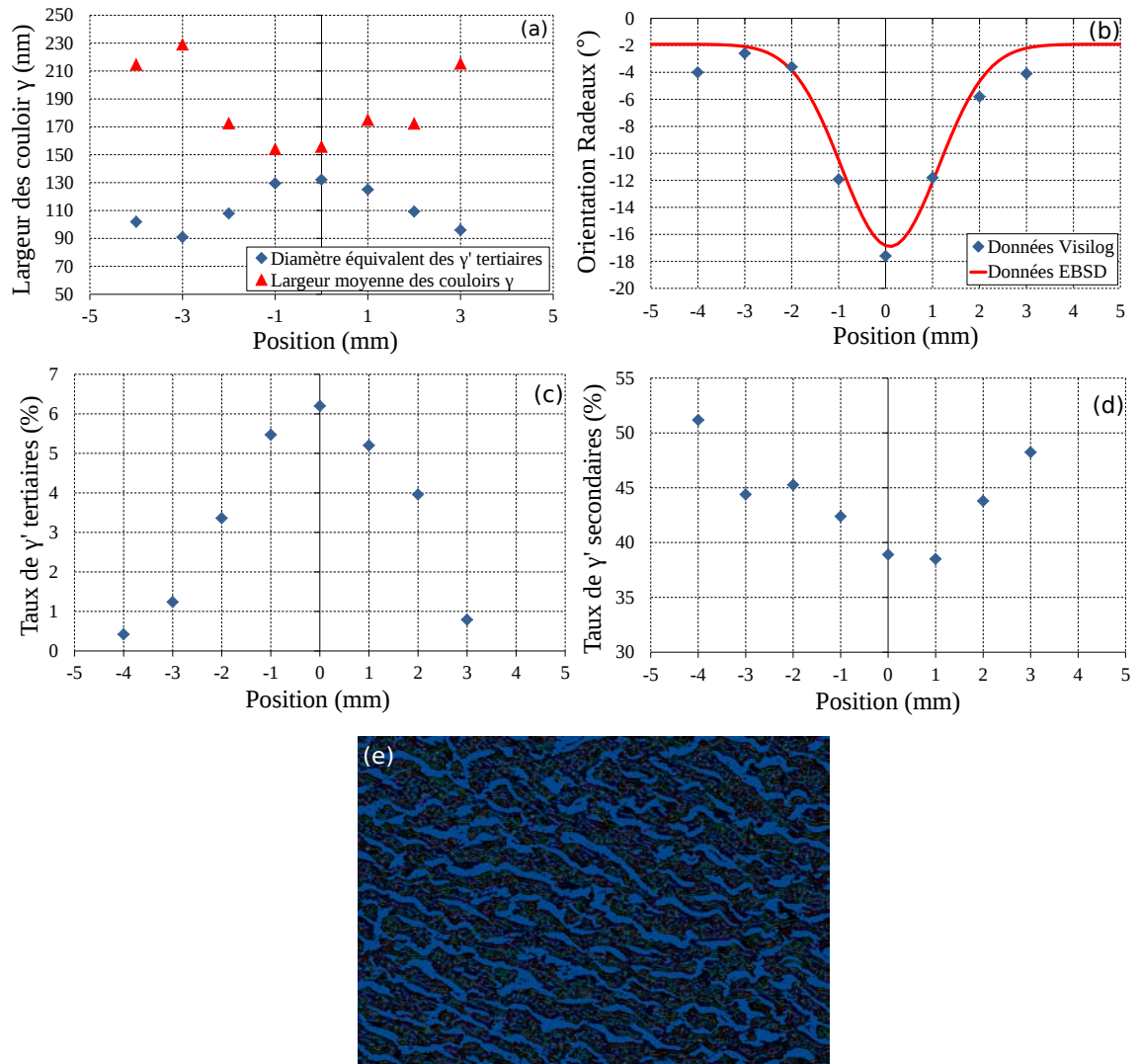


Figure 4.34 – Analyses stéréologiques des observations longitudinales de la figure 4.33. Les figures sont toutes fonction de la position où a été faite l’observation et correspondent à (a) l’ évolution du diamètre équivalent des γ' tertiaires et de la largeur moyenne des couloirs γ (nm), à (b) l’orientation des radeaux de γ' par analyses d’images et analyses EBSD (degrés) par rapport à l’orientation [001], au taux de γ' (c) tertiaires et (d) secondaires (%). La figure (e) représente, à titre d’exemple, une des images obtenues par microscopie à balayage, qui a été binarisée et segmentée pour déterminer la largeur des couloirs γ par analyse d’image.

est liée à la multiaxialité du champ de contrainte d'autant plus importante que l'on tend vers le centre de l'éprouvette.

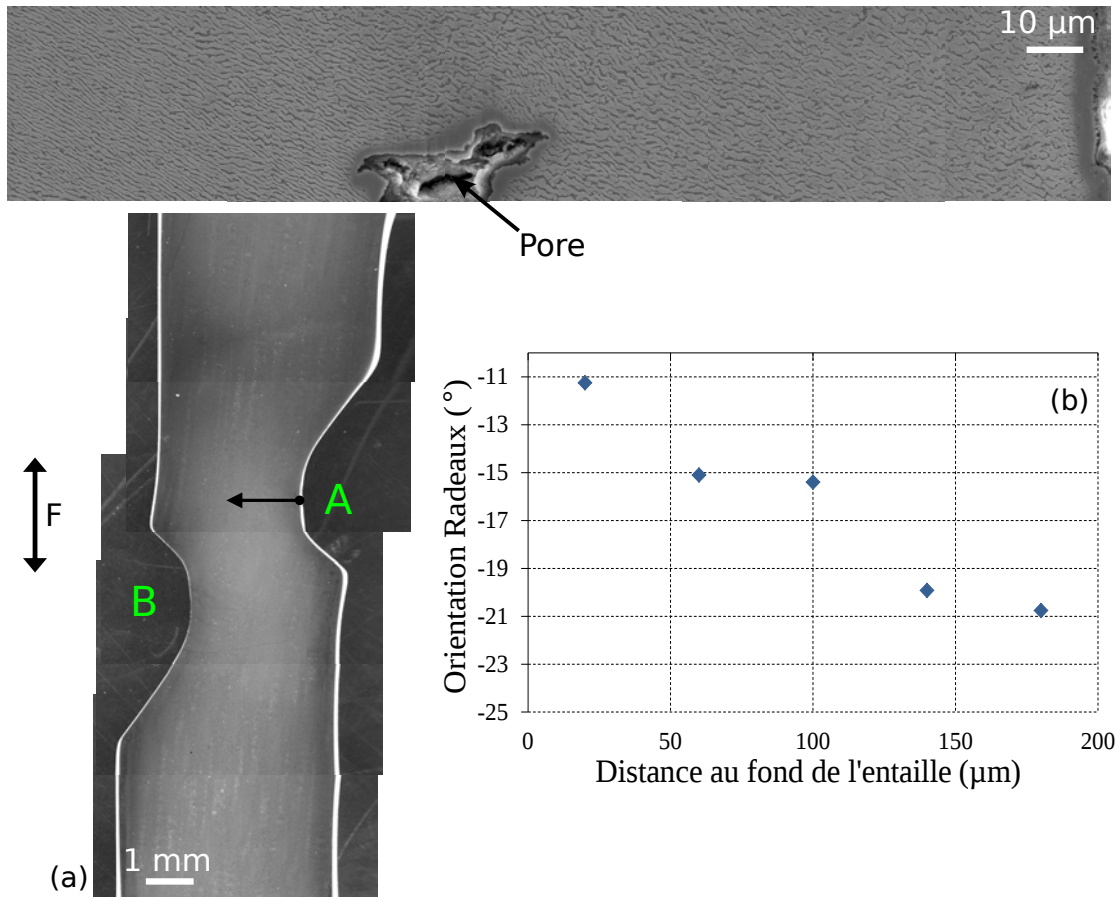


Figure 4.35 – (a) Analyse microstructurale sur un chemin transverse à partir du fond d'entaille droite (A) réalisée par microscopie électronique à balayage en électrons secondaires et révélée par attaque chimique sélective de la phase γ' et par (b) le logiciel Visilog[®] de l'orientation des radeaux à partir du fond d'entaille supérieure A.

La figure 4.36 montre quant à elle qu'il existe, au sein d'une même zone, une microstructure où le processus de mise en radeaux s'est mis en place progressivement le long d'un chemin à 45° de l'axe de l'éprouvette en s'éloignant du fond d'entaille révélant ainsi un gradient de contrainte le long de ce chemin. L'agrandissement d'une des zones le long de l'entaille droite montre une microstructure à $\pm 45^\circ$. De forts gradients de microstructure γ/γ' existent donc au sein de l'éprouvette témoins de la non-uniformité du champ mécanique.

L'observation la plus surprenante est celle de la figure 4.37 où il peut être observé une microstructure γ/γ' encore cuboïdale au dessus de l'entaille gauche (B). Une telle microstructure s'explique par une déformation plastique, force motrice de la mise en radeaux [Pollock 94, Paris 97], localement très faible. La simulation numérique de l'essai permettra d'expliquer cette absence de modification microstructurale en analysant le champ mécanique local en termes de contrainte équivalente de Von Mises.

4.5.3 Analyses EBSD

Des analyses EBSD ont été conduites en retirant le minimum possible de matière au polissage. Comme on peut le voir sur la figure 4.38, en se déplaçant le long de l'axe, on se déplace le

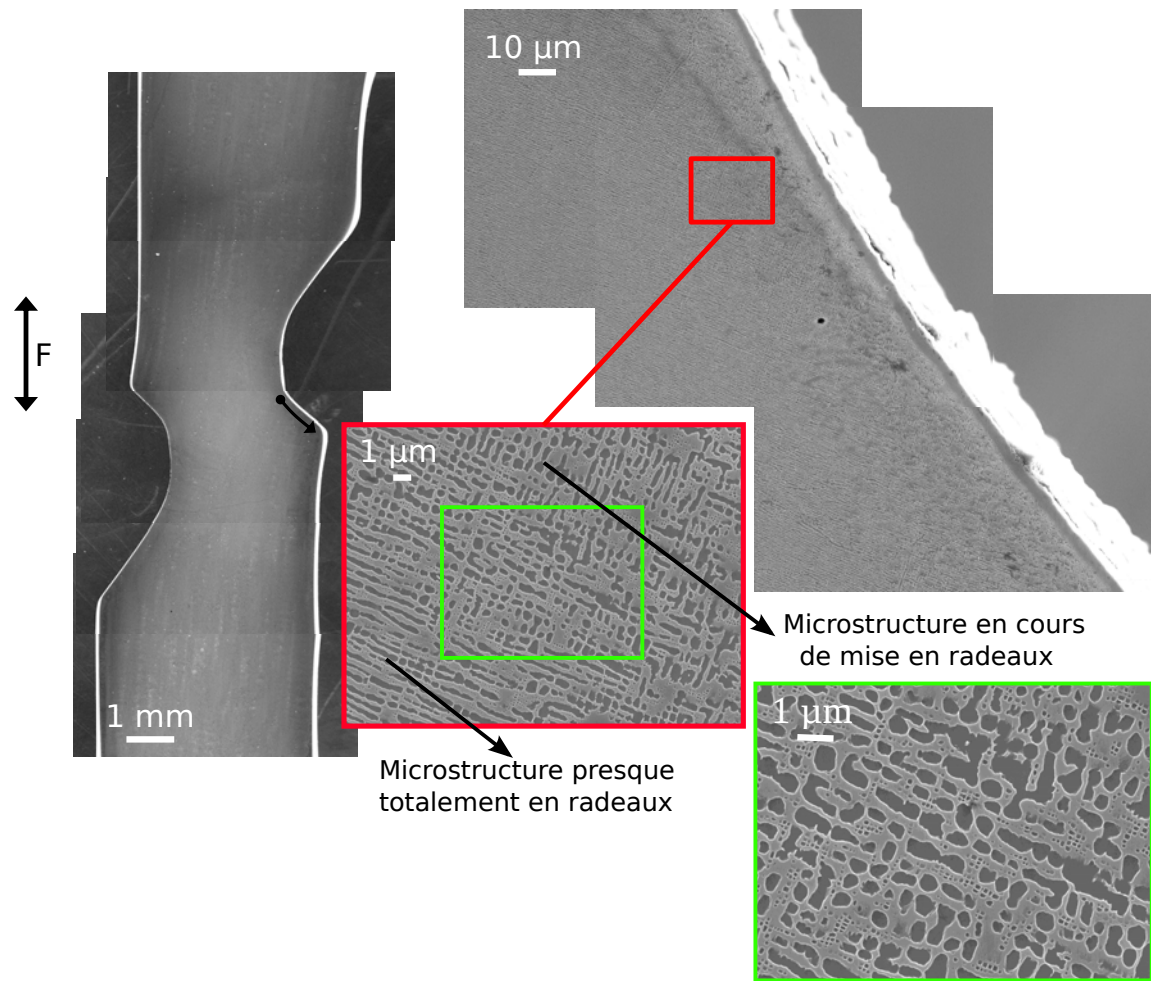


Figure 4.36 – Observations le long de l'entaille droite de la microstructure en radeaux γ/γ' par microscopie électronique à balayage en électrons secondaires et révélée par attaque chimique sélective de la phase γ' .

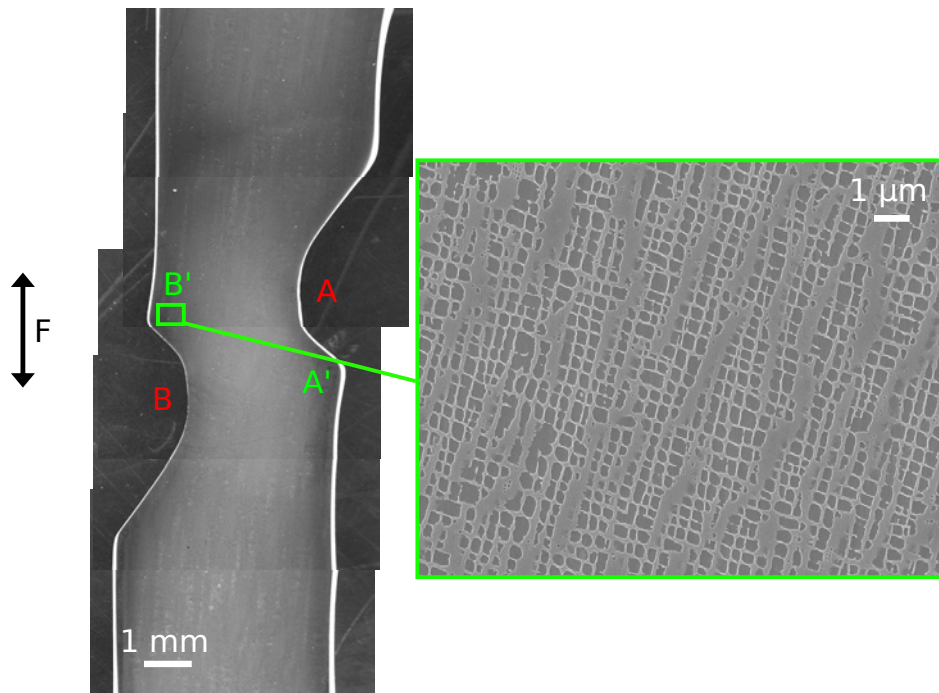


Figure 4.37 – Observations le long de l’entaille gauche de l’éprouvette (B) de la microstructure γ/γ' par microscopie électronique à balayage en électrons secondaires et révélée par attaque chimique sélective de la phase γ' . Des zones à microstructure γ/γ' cuboïdale sont observées dans les zones dénommées A' et B'.

long de la frontière [001]-[111] (rose-fuchsia) du triangle stéréographique (voir le code de couleur). En se déformant plastiquement, cette éprouvette subit également des rotations principales et secondaires du cristal, rotations d’autant plus fortes que l’on se situe près des fonds d’entailles comme on peut le voir figures 4.38(b), (c) et (d). Le niveau de déformation est tellement important qu’il y a eu affaissement d’une partie des entailles ce qui se traduit par des zones qui n’ont pas pu être analysées car hors du plan d’analyse. On peut même constater que les parties haute et basse de l’éprouvette ne sont plus alignées ce qui est dû à une rotation globale de l’éprouvette dans le volume cisillé entre les entailles (les bords physiques de l’éprouvette sont représentés notamment à la figure 4.38 par des pointillés.

La figure 4.39(a) montre que plus l’analyse EBSD est effectuée près des entailles, plus la désorientation relevée est importante (environ 22° pour un profil proche d’une entaille contre environ 17° pour le profil central.) Ceci est dû au niveau de déformation qui augmente lorsque l’on se rapproche des entailles où les champs de déformation/contrainte sont les plus importants et multiaxiaux. Il est ici important de noter que la rotation des radeaux est corrélée à la rotation cristalline. Cette rotation du réseau cristallin, pour des niveaux de déformation importants, a déjà été observée sur les superalliages monocristallins [Ghighi 12, Sabnis 12]. Cependant, c’est la première fois que les modifications d’orientation des radeaux de γ' sont mises en relation avec une rotation du réseau cristallin.

4.5.4 Discussion et calcul EF

4.5.4.1 Maillage et conditions limites

Le maillage de l’éprouvette utilisé (table 4.6) pour les simulations E.F. est représenté dans la figure 4.40. Des éléments tétraogonaux linéaires ont été utilisés pour l’intégration complète

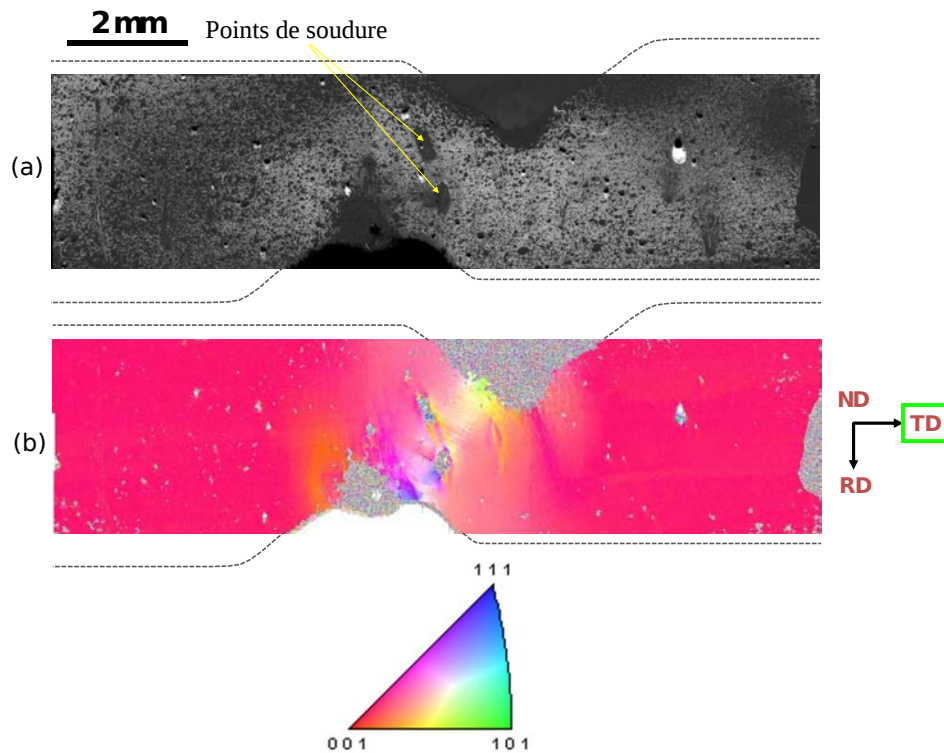


Figure 4.38 – Analyses EBSD de l'éprouvette entaillée en mode électrons retrodiffusés. (a) Image en facteur de qualité et (b) orientation cristalline suivant la direction de sollicitation (TD).

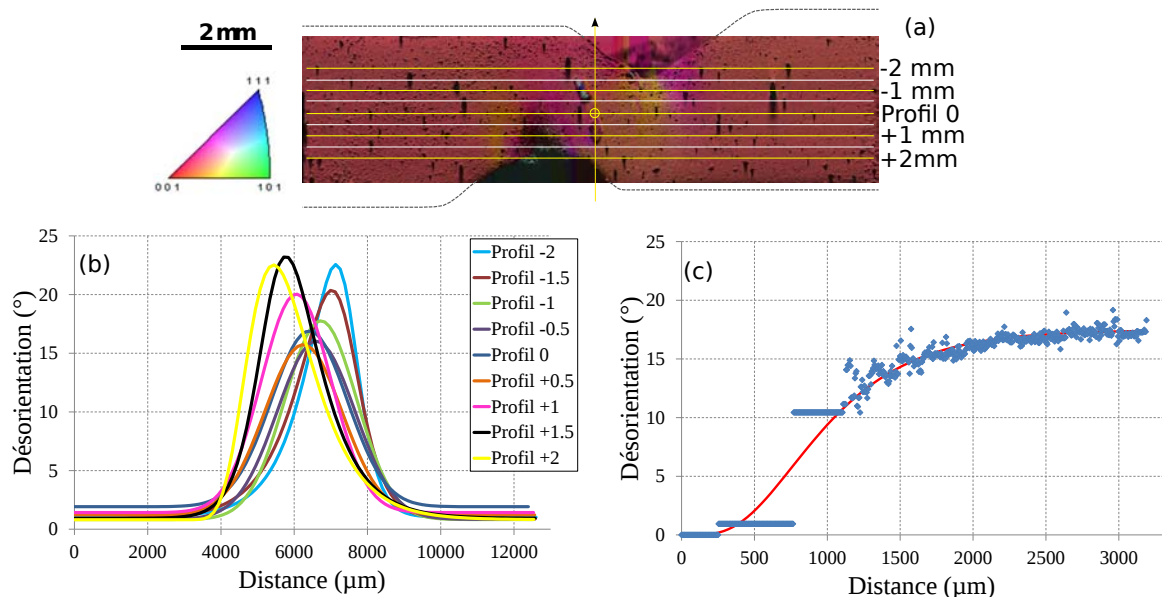


Figure 4.39 – Analyses EBSD de l'éprouvette entaillée. (b) Profils de désorientation le long de la direction longitudinale de l'éprouvette pour différentes positions relatives présentées en (a) et (c) pour la désorientation cristalline transverse depuis le fond de l'entaille B.

et le maillage a été raffiné dans la zone de forte multiaxialité, correspondant au chemin entre les deux entailles (table 4.6). Les conditions limites appliquées sont celles qui sont mises en évidence dans la figure 4.40 et permettent de ne pas avoir de mouvement de solide rigide. L'éprouvette est orientée suivant $\langle 001 \rangle$ et les orientations $\langle 100 \rangle$ et $\langle 010 \rangle$ sont parallèles aux faces et tranches de l'éprouvette, conformément à l'essai présenté auparavant (N.B. la légère désorientation primaire de 2° a ici été négligée).

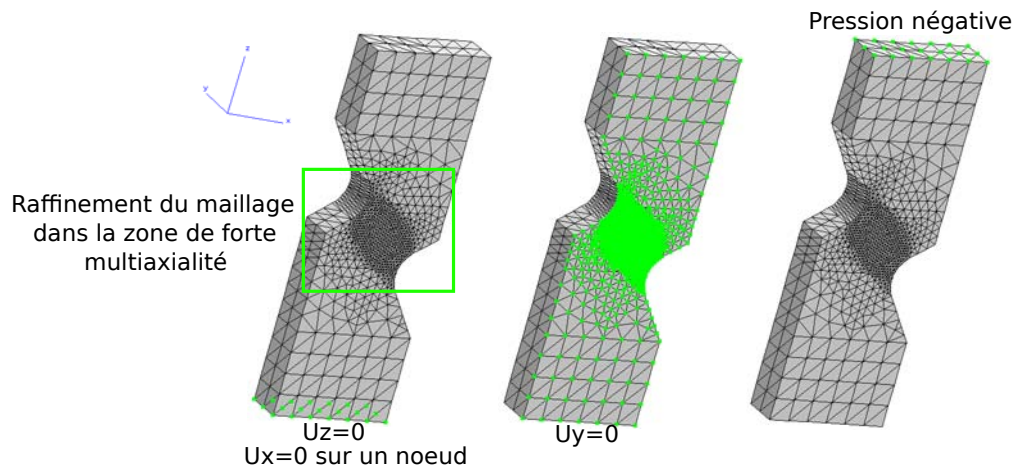


Figure 4.40 – Maillage avec des éléments tétraogonaux C3D4 et conditions limites appliquées pour les simulations E.F. de l'éprouvette entaillée soumise à un chargement de fluage à $1050^\circ\text{C}/F=410\text{ N}$ pendant 24 heures, une surchauffe à 1200°C sous charge pendant 20 secondes et un fluage résiduel de 30 minutes à 1050°C . Essai sous force constante de 410 N.

| Nombre d'éléments tétraogonaux | Nombre de cœurs | Temps de calcul (h) |
|--------------------------------|-----------------|---------------------|
| 16851 | 32 | 7.3 |

Table 4.6 – Caractéristiques du calcul éléments finis réalisé sur l'éprouvette bi-entaillée.

4.5.4.2 Validation de la formulation du $f_{thermique}$

Trois calculs différents ont été effectués pour étudier l'impact de la précipitation des γ' tertiaires sur la largeur des couloirs γ (figure 4.41). En effet, les trois résultats des figures 4.41(a), (b) et (c) qui présentent les isovaleurs de largeur de couloir γ ont été obtenus par le modèle *Polystar* modifié en considérant soit une dépendance linéaire de la largeur des couloirs aux précipités tertiaires (figures 4.41(a) et (b) correspondantes à dtp égale à 0 et dtp égal à 30), soit une dépendance en puissance (figures 4.41(c)). Les deux formulations sont écrites dans l'équation 4.27.

$$\underbrace{f_{thermique} = f_l^{ml} - dtp \times f_s}_{\text{Dépendance linéaire utilisée dans Polystar initial}} \longrightarrow \underbrace{f_{thermique} = f_l^{ml} - dtp \times f_s^{msp}}_{\text{Dépendance en puissance utilisée dans Polystar modifiée}} \quad (4.27)$$

où msp est un paramètre matériau indépendant de la température.

La figure 4.41(d) permet de comparer en fin d'essai le calcul et l'expérience dans chaque cas en termes d'évolution de la largeur des couloirs de matrice γ le long de l'axe de l'éprouvette. L'évolution de la largeur des couloirs de matrice γ le long du chemin défini sur la figure 4.41(a)

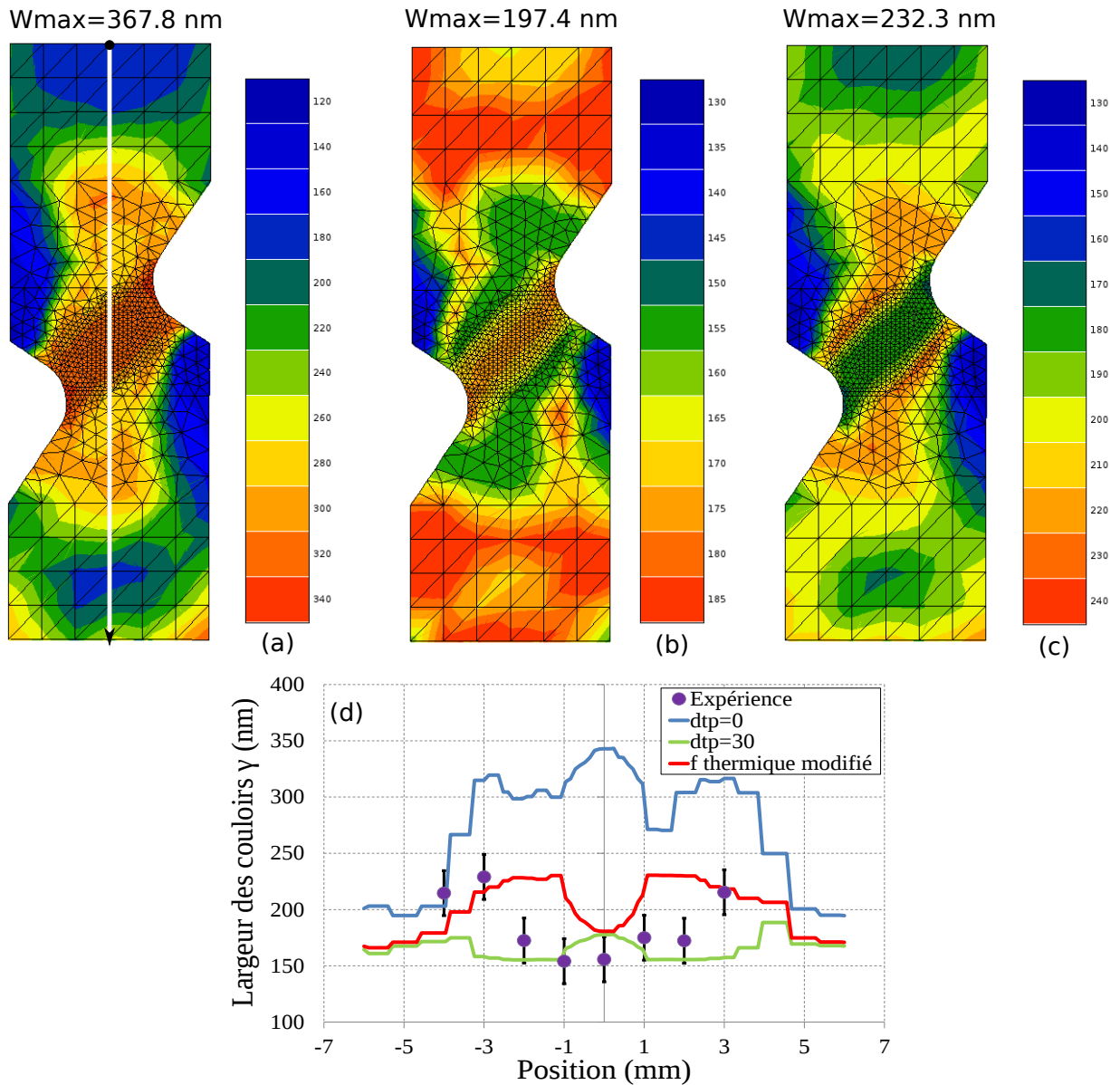


Figure 4.41 – Comparaison calcul/expérience pour trois conditions de calcul différentes vis-à-vis de l'impact de la précipitation des γ' tertiaires sur la largeur des couloirs de matrice γ . Simulations numériques avec (a) $dtp=0.0$ et (b) $dtp=30.0$ pour la dépendance linéaire de la largeur des couloirs de matrice γ avec la précipitations et avec (c) $dtp=1.0 \cdot 10^5$ pour la formulation puissance. Le graphique (d) représente les évolutions de la largeur des couloirs de matrice γ le long de l'axe de l'éprouvette défini sur la figure (a) et comparées aux données expérimentales présentées à la figure 4.33.

n'est pas en accord avec l'expérience pour les cas où d_{tp} est égal à 0 et à 30. En effet, ces deux simulations prévoient une augmentation de la largeur des couloirs au centre de l'éprouvette là où, expérimentalement, la largeur est la plus faible.

La nouvelle formulation proposée pour le $f_{thermique}$ permet d'obtenir un profil plus conforme à l'expérience de l'évolution de la largeur des couloirs γ , même si les valeurs maximales atteintes ne sont pas en parfaite concordance. Une formulation plus complexe de $f_{thermique}$ serait donc nécessaire. En effet, cette étude a permis de montrer que pour être à même de simuler plus précisément les évolutions de la largeur de couloirs dans un cas complexe, comme celui de l'éprouvette bi-entaillée, une formulation non-linéaire de l'influence des fins précipités tertiaires de γ' est nécessaire, voire un couplage explicite de la cinétique d'évolution de f_s avec la plasticité (comme pour f_l dans l'équation 4.12).

4.5.4.3 Simulations et microstructures

Les figures 4.42(d), (e) et (f) donnent respectivement l'évolution de l'allongement global de l'éprouvette en cours d'essai, les fractions volumiques de précipités γ' secondaires et tertiaires calculées à la fin de l'essai. On observe relativement une bonne concordance entre les fractions volumiques simulées et mesurées expérimentalement pour chaque classe de précipités. La sous-estimation de l'allongement de l'éprouvette pourrait être due à la non prise en compte de la rotation du cristal et/ou du couplage avec l'endommagement qui n'a pas été considéré ici.

Même si la fraction volumique de précipités γ' tertiaires est légèrement surestimée au centre de l'éprouvette, les prévisions de celle-ci le long de l'axe longitudinal sont satisfaisantes (figure 4.42(f)). De plus, le gradient spatial de fraction volumique de fins précipités tertiaires de part et d'autre du centre de l'éprouvette est conforme à l'expérience. Ceci est également vrai pour le gradient spatial de précipités γ' secondaires (figure 4.42(e)). En ce qui concerne la fraction volumique de précipités γ' secondaires, le modèle la surestime le long de l'axe longitudinal mais dans une moins forte proportion que pour les précipités tertiaires. Ceci est dû au fait qu'il est plus facile de simuler la cinétique de dissolution/précipitation des précipités secondaires que tertiaires, ces derniers représentant la fraction de précipités minoritaires. Les cinétiques et les temps caractéristiques simulés sont donc globalement prédictifs par rapport à l'expérience.

La figure 4.42(a) met en évidence les forts gradients de plasticité cumulée dans l'éprouvette qui permettent d'expliquer les gradients de microstructure observés à la figure 4.35. En effet, si l'on considère le même chemin que celui considéré dans la figure 4.35, la plasticité augmente rapidement. Cette augmentation de plasticité, conjuguée à une multiaxialité croissante, permet d'expliquer les modifications progressives d'orientation des radeaux comme le montre l'analyse EBSD.

Afin d'expliquer la microstructure cuboïdale γ/γ' observée en fin d'essai de la figure 4.37 localisée à l'opposé d'un fond d'entaille (zone B' dans la figure 4.37), nous avons tracé les isovaleurs de la contrainte équivalente de Von Mises (figure 4.43) et l'évolution de la déformation plastique cumulée. On observe au noeud 1018 une très faible valeur de la contrainte de Von Mises (environ égale à 50 MPa en fin d'essai) ainsi qu'une déformation plastique faible (inférieure à 0.4% dans la figure 4.43(b)), en bonne cohérence avec l'absence de mise en radeaux et conduisant donc à des cinétiques d'évolution du γ' plus lentes.

Le modèle surestime cependant la largeur des couloirs γ (figure 4.41(c)) de 25 nm par rapport la valeur expérimentale de 150 nm mesurée au centre de l'éprouvette, tout en restant en accord avec les observations et remarques faites au paragraphe précédent à-propos de la surestimation systématique de cette grandeur.

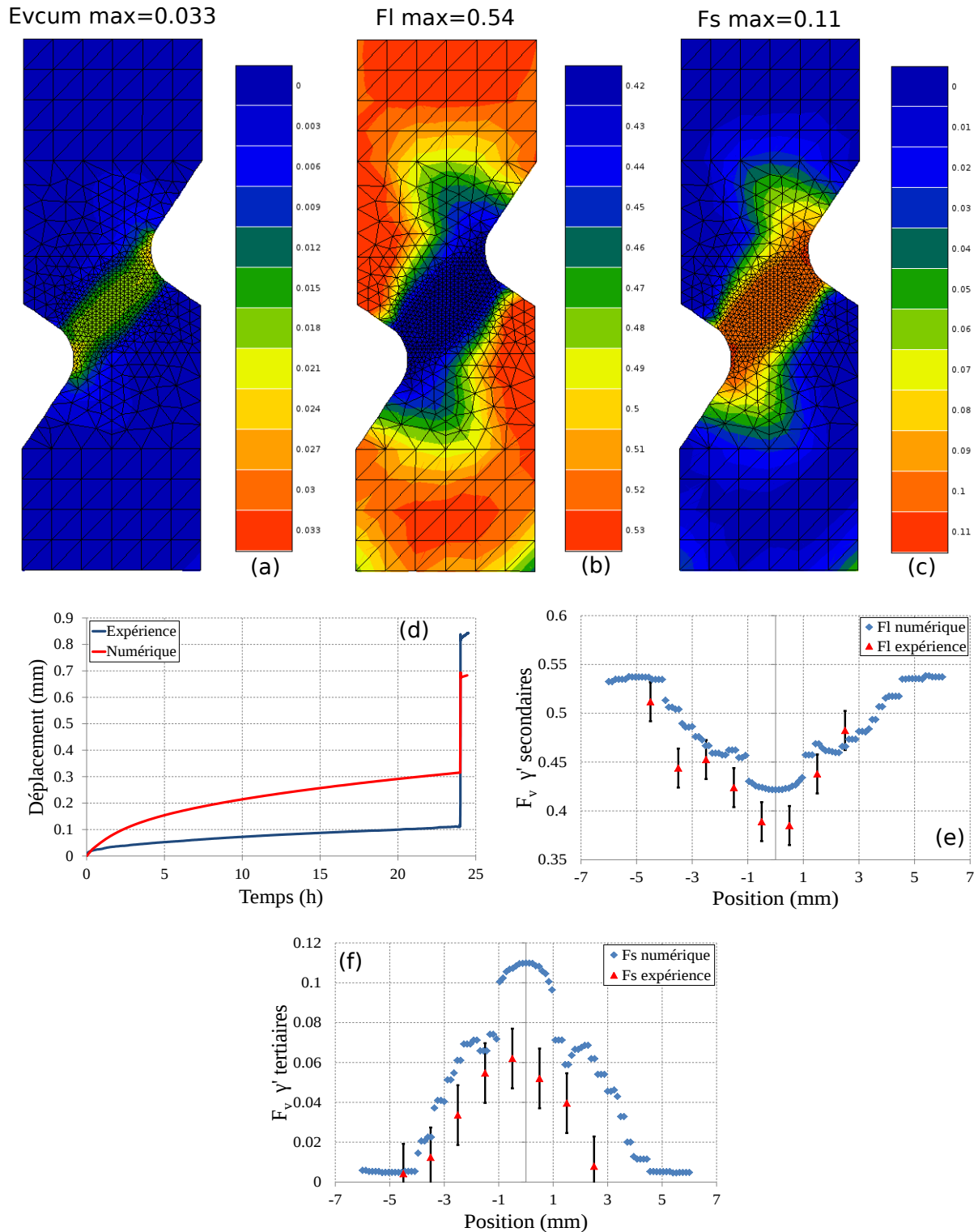


Figure 4.42 – Prédiction par le calcul avec la formulation en puissance du $f_{thermique}$ de (a) la déformation plastique cumulée (evcum ou ν), (b) la fraction volumique de γ' secondaires (f_l) et (c) la fraction volumique de γ' tertiaires (f_s). Le graphique en (d) donne les évolutions du déplacement global de l'éprouvette expérimental et calculé. Les graphiques (e) et (f) représentent respectivement l'évolution des fractions volumiques de précipités γ' secondaires et tertiaires le long du chemin défini dans la figure 4.41.

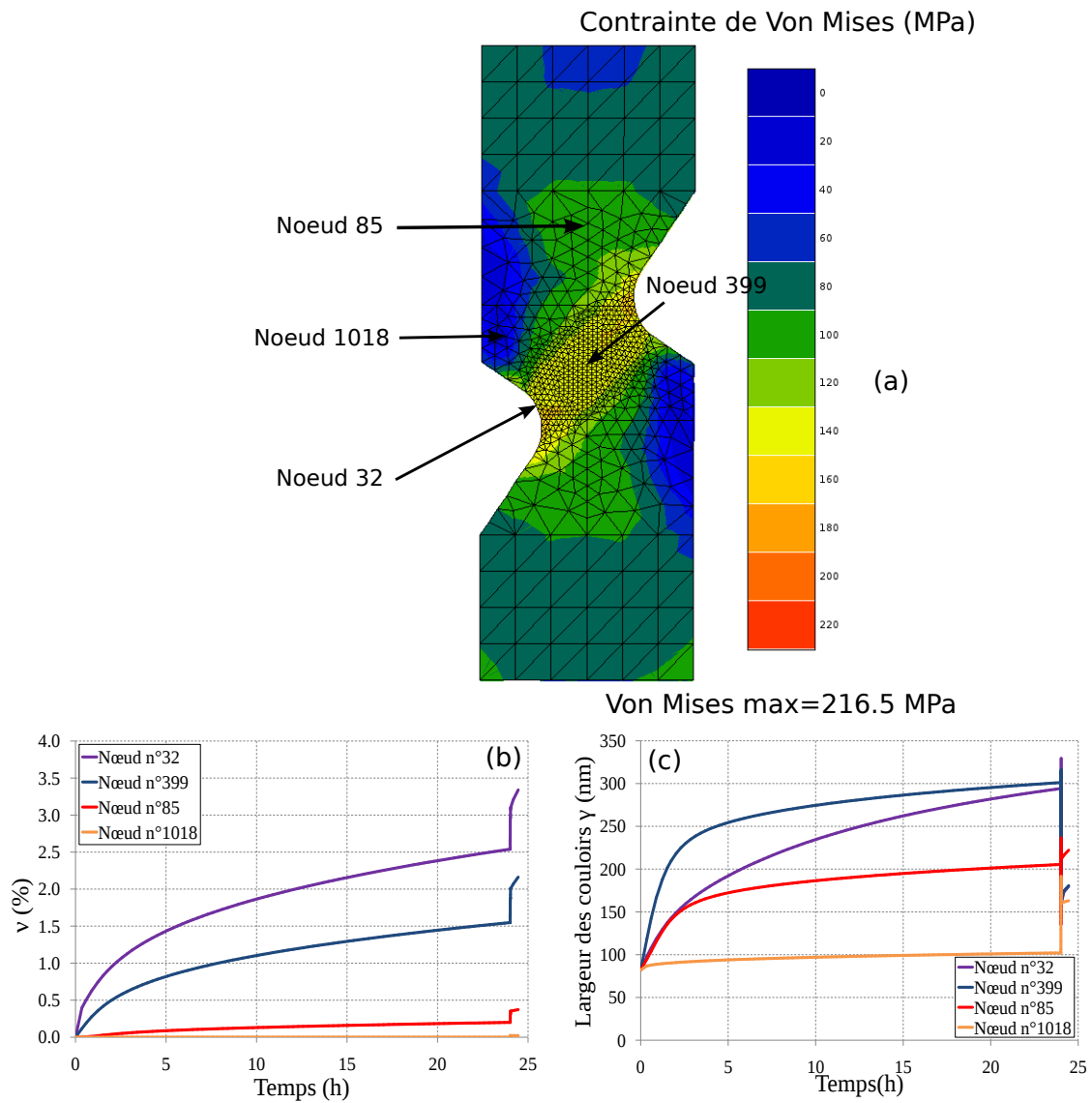


Figure 4.43 – Prévion par le caclul des isovaleurs de la contrainte équivalente de Von Mises (MPa) (a), de la déformation plastique cumulée (b) et de la largeur de couloirs de matrice γ (c) en quatre noeuds de la structure.

4.5.5 Conclusion

Le modèle qui a été développé dans la partie 1, puis identifié et validé dans la partie 2 sur la base d'essais à 1050°C et à 1200°C rend compte des effets d'histoire de la température sur le comportement. Ceci a permis de simuler l'essai de fluage avec surchauffe sur une éprouvette bi-entaillée et de corrélérer les évolutions microstructurales fonction du niveau de plasticité, comme la largeur des couloirs de matrice γ ou la dissolution/précipitation des précipités γ' secondaires et tertiaires, avec celles qui ont été observées expérimentalement.

Les fortes rotations cristallines effectives au cours des essais à haute température dans le cas des éprouvettes désorientées ou soumises à un chargement multiaxial ne sont pas décrites par le modèle actuel, et ceci pourra faire l'objet de développements ultérieurs en écrivant le présent modèle en grandes déformations. Néanmoins, le couplage entre état microstructural et la réponse mécanique non-linéaire est donc bien retranscrit par la nouvelle version du modèle développé dans cette thèse.

4.6 Retour sur la modélisation de la viscosité et de l'endommagement

Les essais de fatigue/temps de maintien avec des transitoires très rapides ($\dot{\epsilon}_p > 1\% \cdot h^{-1}$) ont mis en évidence que la loi de viscosité de Norton n'est pas adaptée aux très fortes vitesses de sollicitation. En effet, expérimentalement, les boucles s'ouvrent et la taille du domaine d'élasticité est inférieure à 110 MPa, comme présenté au chapitre 2. Cependant, numériquement, il n'y a pas saturation de la contrainte visqueuse à vitesse de déformation plastique élevée ce qui conduit à une surestimation de cette contrainte lors de montées et descentes rapides de la charge. Le modèle prévoit donc sous de telles vitesses de sollicitation, que la taille du domaine d'élasticité apparent est grande. Les niveaux de chargement atteints lors des essais de fatigue/fluage ne produisent ainsi que très peu d'écrouissage et de déformation plastique lors des simulations avec le modèle actuel. Il faudrait sans doute modifier la loi de viscosité et utiliser une loi de type sinus hyperbolique qui modélise intrinsèquement la saturation de la viscosité à forte vitesse de déformation plastique.

Concernant l'endommagement, la loi de Rabotnov-Kachanov prédit correctement les durées de vie lors des essais isothermes (figure 4.10), ce qui n'est pas le cas pour des essais de fluage anisothermes. En effet, une telle formulation où la force matrice de l'endommagement est pilotée par les invariants du tenseur des contraintes ne peut rendre compte des effets de cumul de l'endommagement non-linéaire sous chargement complexe avec effet d'histoire de la température (figure 2.14), notamment sous cycle de fluage anisotherme [Raffaitin 07, Goti 12] : pour une même contrainte, plus le cyclage thermique est rapide, plus la durée de vie diminue (figure 4.44). Une surchauffe à 1200°C sous une charge de 120, 140 ou 160 MPa conduit, d'après le modèle, à une rupture de l'éprouvette lors de la surchauffe. La formulation du dommage de fluage dépendant de la déformation plastique cumulée, comme Cormier *et al.* [Cormier 10a] l'ont déjà proposée, semble donc plus pertinente dans le cas d'essais anisothermes. Cependant, la formulation d'une variable scalaire pour modéliser l'évolution du dommage de fluage, dans le cas du MC2, semble justifiée étant donné la répartition diffuse de la porosité, comme il a été montré au chapitre 3 lors de l'étude des pores par analyse tomographique.

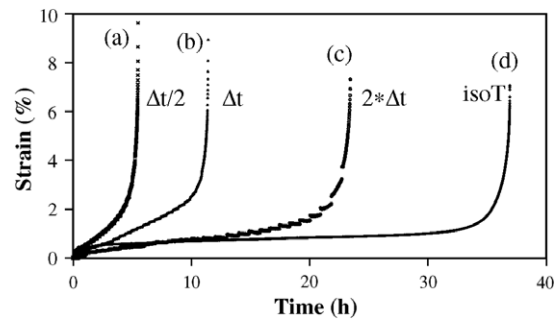


Figure 4.44 – Influence de la fréquence de cyclage thermique sur la durée de vie pour des temps de maintien ($\Delta t=30$ secondes) égaux à (a) $\Delta t/2$, (b) Δt , (c) $2\Delta t$ et (d) l'essai de fluage isotherme, d'après [Raffaitin 07].

Synthèse

De nombreuses modifications ont été apportées au modèle *Polystar* initial afin de rendre compte :

- de la réduction de la taille du domaine d'élasticité lors de maintiens à haute température due à la mise en radeaux des précipités γ' secondaires,
- du durcissement consécutif à la surchauffe par l'augmentation de la taille du domaine d'élasticité et/ou par une vitesse de l'écrouissage plus rapide post-surchauffe dû à la précipitation de fins γ' tertiaires,
- des effets d'histoire de la température sur la vitesse de fluage post-surchauffe,
- du fluage tertiaire par couplage des lois de viscoplasticité et d'endommagement de fluage.

Ces dernières ont permis d'améliorer la prévision des essais suivants en améliorant la modélisation des contraintes internes, de la microstructure et de leurs évolutions sous chargement thermomécanique complexe à haute température :

- Fatigue oligocyclique,
- Fluage isotherme et fluage cyclé thermiquement,
- Fatigue/temps de maintien,
- Relaxation,
- Complexes type Metcut ou cycliques comprenant des temps de maintien à la déformation minimale et/ou maximale.

L'essai sur structure (éprouvette bi-entaillée générant de forts champs multiaxiaux contraintes et déformations) a, quant à lui, permis de corréler les microstructures calculées et expérimentales au travers des fractions volumiques de précipités γ' secondaires et tertiaires, et de la largeur des couloirs de matrice γ . Il ressort de ces simulations que la rotation cristalline intervenant au cours de la déformation plastique est à prendre en compte dès lors que de fortes déformations plastiques sont atteintes [MacLachlan 00a, Staroselsky 11]. Cette prise en compte permettrait une meilleure description des phénomènes d'adoucissement ou de durcissement dépendants de l'orientation cristalline, en utilisant un modèle où le tenseur d'orientation évolue avec la déformation plastique.

Malgré tout, la modélisation des essais réalisés sur des éprouvettes d'orientation proche de $\langle 111 \rangle$ est encore pauvre. Ceci est dû à une mauvaise prise en compte de l'évolution de la déformation plastique par les seuls systèmes de glissement octaédriques ce qui nécessiterait une meilleure modélisation des interactions entre les systèmes de glissements.

En outre, il semblerait aussi que l'expression du dommage de type Rabotnov-Kachanov ne soit pas pertinente pour des essais de fluage anisothermes et qu'une variable scalaire dépendante de la déformation plastique cumulée soit plus appropriée pour rendre compte des effets de cumul de dommage avec effet d'histoire de la température.

Néanmoins, le code de calcul *Polystar* actuel, par la prise en compte des évolutions micro-structurales et de leurs effets sur les contraintes internes, est d'ores et déjà apte à modéliser des cas de géométries et de chargements complexes à très haute température et avec effet d'histoire thermique.

Conclusion générale et perspectives

Le but final de ce travail était le développement d'un modèle couplant comportement mécanique et endommagement de superalliages base nickel monocristallin pour des chargements de fluage et de fatigue/fluage à haute et très haute température. Ce modèle se doit de prendre en compte et de rendre compte des diverses transformations microstructurales survenant lors de chargements thermomécaniques complexes représentatifs des situations d'urgence qui pourraient être rencontrées par les turbines d'hélicoptère.

La première phase de ce travail a donc porté sur la caractérisation de ces évolutions microstructurales survenant à haute température, en conditions anisothermes et sur l'étude de leur influence sur le comportement et l'endommagement du superalliage monocristallin base nickel de première génération MC2, ainsi que l'AM1 dans une moindre mesure. Un grand nombre d'évolutions microstructurales ont été étudiées telles que la mise en radeaux des précipités γ' , la formation de γ' tertiaires, l'évolution des paramètres de maille des phases γ et γ' , la précipitation des phases intermétalliques ou encore la nucléation/croissance de pores. Ces phénomènes et leurs conséquences sur le comportement et l'endommagement mécanique ont été étudiés expérimentalement grâce à des essais mécaniques classiques et des trajets de chargements complexes, le tout couplé avec l'utilisation ponctuelle de la méthode de diffraction aux rayons X sous rayonnement synchrotron. Un essai technologique anisotherme générant un champ mécanique multiaxial en zone de concentration de contrainte (essai de type "structure" sur éprouvette avec entailles) a été analysé à la lueur de simulations par éléments finis avec l'utilisation d'un nouveau code développé dans le cadre de cette thèse sur les bases du code *Polystar*.

Nous nous sommes tout d'abord intéressés à l'influence de surchauffes proches de la température du γ' solvus et de courte durée pour des chargements mécaniques de fluage pur et de fatigue/temps de maintien. Cette étude a montré qu'une surchauffe de courte durée sous chargement de fluage à 1050°C peut être bénéfique pour la durée de vie résiduelle d'un superalliage de première génération. Cet apport bénéfique serait lié à la morphologie des précipités γ' , et donc au temps de pré-fluage, ainsi qu'à la valeur du désaccord paramétrique entre les deux phases γ et γ' lors de l'application de la surchauffe à 1200°C. En effet, il a été montré au cours d'essais de fluage anisothermes suivis par diffraction de rayons X sous rayonnement synchrotron, qu'une restauration des propriétés mécaniques est possible pour l'AM1 via la diminution du désaccord paramétrique effectif. Il existe donc un fort couplage entre la température de surchauffe, la morphologie des précipités γ' et la valeur du désaccord paramétrique lors de l'application de la surchauffe. Ce couplage a aussi été mis en évidence dans le cas des essais de fatigue/temps de maintien qui ont apporté une nouvelle vision de l'interaction entre la fatigue

et le fluage. Contrairement à d'autres alliages monocristallins comme l'AM1, un chargement avec interaction de fatigue/temps de maintien est plus endommageant que le fluage pur dans le cas de l'alliage MC2 (abattement en durée de vie d'un facteur proche de 6).

Les essais de fluage pur ou de fatigue/temps de maintien ont donc montré toute l'importance des séquences de dissolution/précipitation de la phase γ' . En effet, lors des refroidissements post-surchauffe, les précipités γ' tertiaires qui germent dans les couloirs de matrice γ jouent le rôle d'obstacles au mouvement des dislocations, ce qui se traduit par un ralentissement transitoire de la vitesse de déformation lors des essais de fatigue/temps de maintien et par un fort durcissement en traction pour une vitesse de déformation égale à 10^{-3} s^{-1} . Néanmoins, cet apport, sur la résistance mécanique du superalliage, dépend de la taille de ces précipités ultrafins et de l'orientation cristallographique du monocristal qui va dicter le principal mécanisme de déformation activé : contournement ou cisaillement.

En outre, ces essais ont aussi permis de mettre en évidence la nécessité d'utiliser un écrouissage cinématique dépendant de variables internes représentatives de l'état microstructural pour décrire le comportement en charge/décharge des superalliages monocristallins. Le choix d'un écrouissage cinématique a été justifié par les fortes modifications d'ouverture plastique des boucles observées lors de l'introduction des surchauffes.

Il y a donc une forte influence de l'état microstructural sur le comportement et l'endommagement, que cela soit en régime isotherme ou en anisotherme. C'est pour cette raison qu'une nouvelle définition de l'endommagement opérant à haute température a été proposée. Celle-ci se trouve à mi-chemin entre l'endommagement vu par le mécanicien, qui le conçoit comme une discontinuité de matière, et l'endommagement vu par le métallurgiste, qui le conçoit également au travers des évolutions de microstructures et des densités de dislocations.

Grâce aux analyses par tomographie d'absorption aux rayons X, il a été montré que l'endommagement est essentiellement dû à la nucléation/croissance des cavités et que ses conséquences sur le comportement mécanique sont correctement décrites par la loi de dommage de Rabotnov-Kachanov. Cependant, un autre type d'endommagement que l'on nommera "endommagement morphologique" est opérationnel autour des pores ou d'autres particules considérées comme endommageantes (les phases TCP par exemple) pouvant aussi être des sites préférentiels de nucléation de pores. En effet, ces derniers génèrent des champs locaux de contrainte/déformation qui modifient la morphologie (épaisseur et orientation) de la microstructure γ/γ' . Ceci permet alors, soit un écoulement plastique plus important par augmentation de la largeur des couloirs de matrice γ , soit un cisaillement massif des précipités γ' , considérés comme durcissants, par inversion de connexité par exemple. On peut donc concevoir l'endommagement comme à la fois une diminution de la section porteuse et l'adoucissement local lié aux évolutions microstructurales au voisinage de pores.

L'importance de la microstructure, à la fois sur le comportement et l'endommagement, nous a conduit à intégrer la mise en radeaux dans le modèle *Polystar*. Le modèle de mise en radeaux utilisé est sensible à la vitesse de sollicitation via une nouvelle variable ξ , mais aussi à la coalescence isotrope des précipités et aux modifications de température. D'autres modifications ont aussi été apportées afin de rendre compte des observations expérimentales : ajout d'un écrouissage cinématique non-linéaire pour décrire la translation de la surface de charge, modification de la formulation des paramètres de l'écrouissage cinématique non-linéaire pour qu'ils dépendent de variables internes représentatives de l'état microstructural ou modification de la loi d'évolution de la largeur des couloirs de matrice γ pour avoir une dépendance non-linéaire de la fine précipitation tertiaire de γ' sur la largeur des couloirs de matrice γ .

Cette nouvelle formulation du modèle *Polystar* a permis d'améliorer la prévision du comportement lors d'essais cycliques, de fluage isothermes et cyclés thermiquement, de fatigue avec

temps de maintien, de relaxation et d'autres essais plus complexes. Ainsi, une meilleure modélisation des contraintes internes et des évolutions microstructurales via des variables internes physiquement justifiées permet d'améliorer la prévision du comportement et de l'endommagement à haute température.

L'essai de validation (essai de fluage anisotherme sur une éprouvette bi-entaillée développant ainsi de forts champs multiaxiaux de contrainte/déformation) a, quant à lui, permis à la fois de vérifier la bonne estimation de l'allongement de l'éprouvette et de corrélérer les microstructures numériques et expérimentales à travers la fraction volumique de précipités secondaires et tertiaires de γ' ainsi qu'à travers la largeur des couloirs de matrice γ . La prise en compte de phénomènes physiques représentatifs des évolutions microstructurales permet donc une modélisation d'essais complexes à la fois au niveau d'un volume élémentaire représentatif mais aussi à l'échelle d'une structure.

Perspectives

Compréhension des mécanismes de déformation plastique opérant lors d'une surchauffe de courte durée

Comme nous l'avons montré, l'évolution du désaccord paramétrique entre les deux phases γ et γ' diminue en valeur absolue après une surchauffe réalisée à une température supérieure à 1180°C. En outre, il a été montré qu'une morphologie optimale existe vis-à-vis de la résistance en fluage après une surchauffe de courte durée. Il serait intéressant de réaliser, dans un premier temps, un essai multi-interrompu liant des observations microstructurales et des mesures de diffraction sous rayonnement synchrotron afin d'obtenir une évolution à la fois du désaccord paramétrique et du paramètre de forme des précipités γ' . Dans un second temps, la réalisation d'essais de fluage sur un matériau non pré-déformé au cours desquelles des surchauffes seraient introduites à une température générant une diminution du désaccord paramétrique ($T \geq 1180^\circ\text{C}$) permettrait de corrélérer l'état microstructural à la diminution du désaccord paramétrique et donc de préciser le rôle de la microstructure sur la durée de vie en fluage anisotherme. Ces deux essais permettraient de lier directement les phénomènes de restauration des propriétés mécaniques et la morphologie des précipités γ' . Si l'évolution du désaccord paramétrique a été étudiée de nombreuses fois dans le cas des essais de fluage, ce n'est pas le cas pour des essais plus complexes comme la fatigue avec temps de maintien. Ceci permettrait éventuellement, dans le cas de l'alliage MC2, d'obtenir une meilleure compréhension de l'abatement de durée de vie observée en fatigue/temps de maintien, notamment au travers d'une évolution plus ou moins rapide du désaccord paramétrique et donc d'une déstabilisation des réseaux d'interfaces.

Par ailleurs, une meilleure compréhension des interactions de fatigue/temps de maintien pourrait être examinée en se focalisant sur la forme des cycles (temps de maintien traction ou compression, durée du temps de maintien,...) ainsi que sur l'impact de l'endommagement de surface (oxydation, zone de déplétion,...).

Endommagement en isotherme et en anisotherme

L'interaction entre le dommage de fatigue et le dommage de fluage montre que l'expression actuelle du dommage ne permet pas de rendre compte d'interactions complexes. En effet, l'alliage MC2 a pour particularité de présenter un phénomène de Rochet, même sous chargement alterné, ce qui entraîne de très forts abattements de durée de vie. Il faudrait donc exprimer le dommage en fonction d'une variable dépendante de la déformation plastique cumulée.

Notre étude a en outre montré qu'il était important de prendre en compte un cumul non-linéaire du dommage et que les essais de tomographie rendent correctement compte de son évolution pour l'identification fine de la loi de Rabotnov-Kachanov. Il serait donc possible de déterminer l'évolution du dommage en conditions anisothermes par ce biais. En effet, en déterminant le niveau de porosité avant une surchauffe de courte durée et en analysant périodiquement cette dernière au cours de la durée de vie résiduelle, il serait possible de mesurer l'endommagement induit par les surchauffes et les conséquences de celles-ci sur les cinétiques d'endommagement ultérieures. La loi d'endommagement serait alors formulée en régime anisotherme avec une variable k dépendante de σ et de la température.

Modélisation macroscopique du comportement

Concernant la modélisation macroscopique du comportement, une voie possible d'amélioration du modèle serait de prendre en compte la rotation du cristal effective au cours des essais à haute température sur des éprouvettes désorientées ou étant le siège d'une forte multiaxialité du champ mécanique. Il faudrait alors faire une refonte du modèle pour l'écrire en grandes déformations. Cette même problématique se pose pour la mise en radeaux qui ne dépend pas actuellement de l'orientation du cristal.

De plus, la prise en compte des fins précipités γ' tertiaires dans le calcul de la largeur des couloirs de matrice γ devra être remaniée afin de mieux modéliser la largeur effective des couloirs, comme il a été montré dans le chapitre 4. Ceci permettrait une meilleure prise en compte de la modification de l'écroûissage isotrope par la précipitation des précipités tertiaires qui influe sur la largeur des couloirs γ et donc sur le comportement. En effet, les précipités γ' tertiaires font obstacle au mouvement des dislocations tant que ceux-ci ont une taille suffisante ou tant que l'orientation du cristal ne permet pas leur cisaillement. La compréhension des mécanismes de déformation et en particulier de l'interaction entre les dislocations et les précipités γ' tertiaires doit donc encore être explorée sous sollicitation complexe multiaxiale par exemple en traction/torsion. En effet, des essais de fatigue/fluage en traction/torsion couplés à des observations au MET pour déterminer les mécanismes de déformation activés valideraient l'extension du modèle qui doit être faite pour rendre compte de la forte anisotropie du superalliage monocristallin dans le domaine viscoplastique, telle qu'elle peut être observée sous chargement de traction sur des éprouvettes orientées suivant différentes orientations cristallines.

Principe de fonctionnement d'un essai sous rayonnement synchrotron

Les caractéristiques du rayonnement synchrotron sont les suivantes :

- Une grande pénétration des rayons X dans le matériau en utilisant des photons d'énergie élevée (120 et 150 keV, soit une longueur d'onde λ de 0.01 nm à 0.008 nm) permettant d'effectuer des observations par diffraction en transmission sur des échantillons épais (3-4 mm) de superalliage. Les effets liés aux surfaces de l'échantillon sont donc réduits et l'influence d'une pré-oxydation ou de défauts de surface est minimisée,
- Un flux de photons élevé : la source de lumière synchrotron englobe plus de photons dans un faisceau fin que les techniques conventionnelles : l'intensité du faisceau est 100 à 1000 fois supérieure à celle d'un appareil de laboratoire,
- Une précision 10 fois meilleure à celle des neutrons [Bellet 91],
- La possibilité d'expérience *in situ* : l'intensité extrême de la lumière permettant des acquisitions de données plus rapides que celles des techniques conventionnelles,
- Un essai non-destructif puisque l'échantillon n'a pas besoin de subir une découpe ou un traitement pour être analysé.

A.1 Description d'un synchrotron

Un synchrotron est une source de lumière puissante qui permet d'explorer la matière et d'obtenir des informations sur la structure et les propriétés chimiques des matériaux au niveau atomique ou moléculaire. Plus précisément, il s'agit d'un accélérateur d'électrons ou de positons destinés à reproduire un rayonnement électromagnétique qui balaye le spectre de lumière des infrarouges jusqu'aux rayons X. Le synchrotron est constitué d'un ensemble de composants utilisés pour produire, canaliser et maintenir un faisceau d'électrons à haute énergie (figure A.1).

Décrivons les différentes zones numérotées.

1. Canon à électrons et accélérateur linéaire (Linac)

Les électrons sont produits par une cathode à haute tension sous vide : le canon à électrons. Un paquet d'électrons, formant un faisceau fin comme un cheveu, est ensuite accéléré dans un accélérateur linéaire (Linac) jusqu'à une vitesse très proche de celle de la

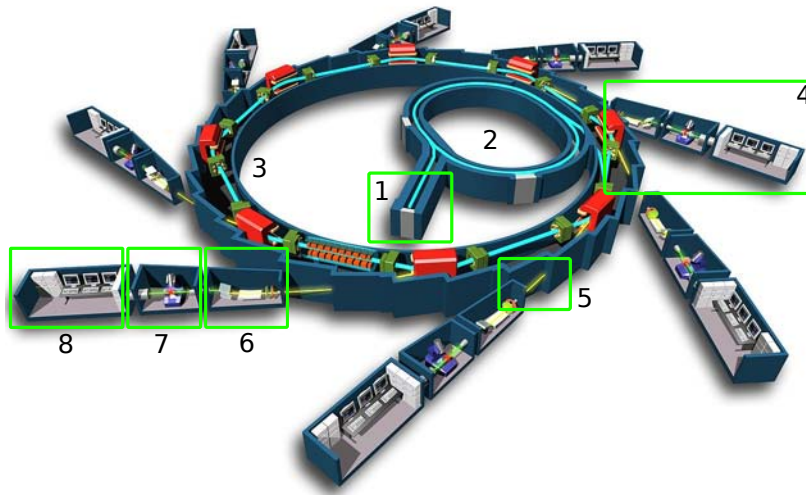


Figure A.1 – Schéma de fonctionnement d'un synchrotron (source synchrotron Soleil). Les zones numérotées correspondent à :

1 - Canon à électrons et accélérateur linéaire (Linac), 2 - Accélérateur circulaire (booster), 3 - Anneau de stockage, 4 - Lignes de lumière, 5 - Partie avant la ligne de lumière, 6 - Cabine optique, 7 - Cabine d'expérience, et 8 - Station de travail.

lumière ($\approx 0.1 \text{ GeV}$).

2. Accélérateur circulaire (booster)

Le faisceau d'électrons passe alors dans un accélérateur circulaire appelé anneau d'accélération : le but de cet anneau est d'augmenter l'énergie des électrons jusqu'à atteindre environ 2 GeV (à des vitesses proches de celle de la lumière). Cette accélération change très peu la vitesse, mais influe sur l'énergie de la particule. Cette valeur de l'énergie de fonctionnement n'est qu'approximative, et dépend du synchrotron. L'accélérateur circulaire est constitué de deux sections droites, où les particules sont accélérées, jointes par des courbes semi-circulaires où la trajectoire des électrons est courbée par un champ magnétique.

3. Anneau de stockage

Une fois que les électrons ont atteint l'énergie voulue, ils sont injectés dans l'anneau de stockage. Cet élément est, de la même manière que les autres, sous ultra-vide (10^{-13} atm) afin que les électrons ne heurtent des molécules d'air et ne soient ralentis. La trajectoire des électrons est courbée par des champs magnétiques puissants (1 à 2 tesla(s)). Au niveau de ces aimants de courbure, les électrons subissent une accélération. D'après la théorie électromagnétique, cela se traduit par un rayonnement (perte d'énergie), dit rayonnement de freinage : c'est le rayonnement synchrotron (émission de photons).

4. Lignes de lumière

Le faisceau de photons, qui se sépare du faisceau d'électrons, est envoyé dans les lignes de lumière disposées autour de l'anneau. Comme les électrons sont groupés en paquets dans l'anneau de stockage, le rayonnement synchrotron est émis sous forme d'impulsions de très courte durée. Chaque ligne est spécialisée suivant la longueur d'onde utilisée et sont longues d'une vingtaine de mètres. Elles comprennent une partie avant liant l'anneau à la ligne de lumière, une cabine optique, une cabine d'expérience et une station de travail.

5. Partie avant la ligne de lumière

Cette partie est constituée d'une enceinte en plomb et est installée sur l'anneau de stockage tangentiellement au rayonnement synchrotron. Elle permet de contrôler la position du rayonnement, de s'éloigner le plus possible de la source de chaleur due au rayonnement et de protéger la ligne de lumière si une fuite se produit.

6. Cabine optique

De nombreux outils sont nécessaires à la maîtrise du faisceau polychromatique. Un monochromateur est placé à la sortie du faisceau afin d'obtenir un faisceau monochromatique dont la longueur d'onde est sélectionnée grâce à des fentes et des miroirs à réflexion totale pour ne pas perdre d'intensité. Cependant, les angles de réflexion doivent être très faibles (inférieurs au degré), sinon les photons traversent la matière sans être réfléchis. C'est pour cette raison que les lignes sont très longues.

7. Cabine d'expérience

Cette cabine contient l'équipement expérimental. Après sélection de la longueur d'onde, le faisceau est focalisé sur l'échantillon placé sur un goniomètre et entouré de détecteurs pour enregistrer les données fournies quand le rayon de haute énergie vient le frapper.

8. Station de travail

C'est dans cette pièce que les informations sont recueillies et traitées.

L'étude qui a été réalisée sur le superalliage AM1 par la méthode de diffraction à trois cristaux (TCD : un monochromateur (M), le monocristal à analyser (E) et un monocristal analyseur (A)) a été effectuée à Hambourg en Allemagne à DESY (*Deutsches Elektronen-Synchrotron*) HASYLAB (*Hambourg Synchrotron Laboratory*) sur la ligne BW5 de DORIS III.

A.2 Description du diffractomètre à trois cristaux (TCD)

Les mesures ont été acquises à l'aide d'un diffractomètre trois axes, situé dans la cabine d'expérience, sous 120 keV ($\lambda=0.01\text{nm}$). Les photons ayant ce niveau d'énergie sont faiblement absorbés par la matière et l'angle de Bragg (θ) est faible. Les échantillons sont donc étudiés en transmission suivant la géométrie de Laue (voir figure A.2). Et afin d'analyser les réflexions suivant (200) et (002) ($2\theta=2.65^\circ$), deux cristaux parfaits de silicium (Si) ayant une orientation (311) ($2\theta=2.89^\circ$) ont été utilisés comme monochromateur et analyseur.

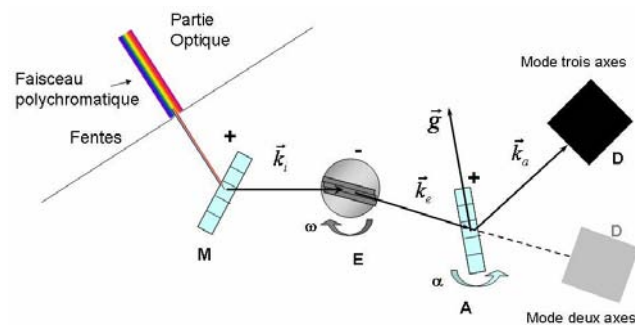


Figure A.2 – Schéma du diffractomètre à trois cristaux. Le monochromateur M, l'échantillon E, l'analyseur A et le détecteur D avec les vecteurs incident \vec{k}_i , diffractés par l'échantillon \vec{k}_e et diffractés par l'analyseur \vec{k}_a , d'après [Dirand 11a].

Le faisceau passe à travers le monochromateur M puis l'échantillon E, l'analyseur A et finalement par le détecteur orientable D [Suortti 95]. A haute énergie, il est possible de travailler

en transmission et ainsi de réaliser des mesures moyennes sur un grand volume de l'éprouvette ($0.1\text{mm}\times 0.5\text{mm}\times 3.4\text{mm}$) intégrant dendrites et espaces interdendritiques. De plus, le flux important permet une acquisition rapide ($\simeq 90\text{s}$) d'un spectre de diffraction dans le cas de phénomènes transitoires. L'expérience est basée sur la loi de Bragg : une famille de plans cristallins parallèles (hkl) et équidistants est en position de diffraction, si les plans font un angle θ avec le faisceau X monochromatique incident de longueur d'onde λ (voir figure A.3), qui vérifie la relation de Bragg (voir équation A.1) :

$$2.d_{hkl}.\sin\theta = \lambda \quad (\text{A.1})$$

où les indices de Miller h, k et l des plans diffractants sont premiers entre eux et d_{hkl} est la distance interréticulaire des plans (hkl). Il suffit donc de mesurer précisément l'angle de Bragg pour connaître le paramètre de maille.

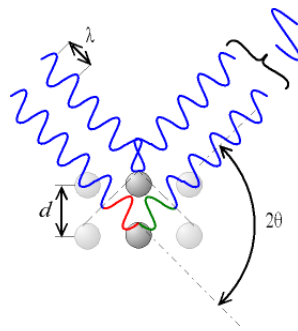


Figure A.3 – Schéma de diffraction d'un faisceau monochromatique par une famille de plans parallèles, conduisant à la loi de Bragg

Afin d'obtenir de manière plus fine les distributions de paramètres de maille, l'ajout d'un troisième cristal (analyseur) est nécessaire. Cette méthode à trois cristaux a déjà été utilisée sur les semi-conducteurs dans les laboratoires conventionnelles [Iida 79] et son utilisation s'est répandue au synchrotron [Royer 97]. Pour les photons de haute énergie (petits angles de Bragg), la technique des trois cristaux permet de distinguer la diffraction des plans de type (200) de chacune des phases en tournant seulement l'analyseur. Les pics de diffractions correspondant à la phase γ et à la phase γ' apparaissent successivement lors de la rotation de l'analyseur. De plus, la contribution de l'instrumentation à la largeur des pics étant inférieure à la seconde d'arc, cette méthode permet de mesurer les paramètres réticulaires avec une précision relative de l'ordre de 10^{-5} .

Géométries et orientations des éprouvettes

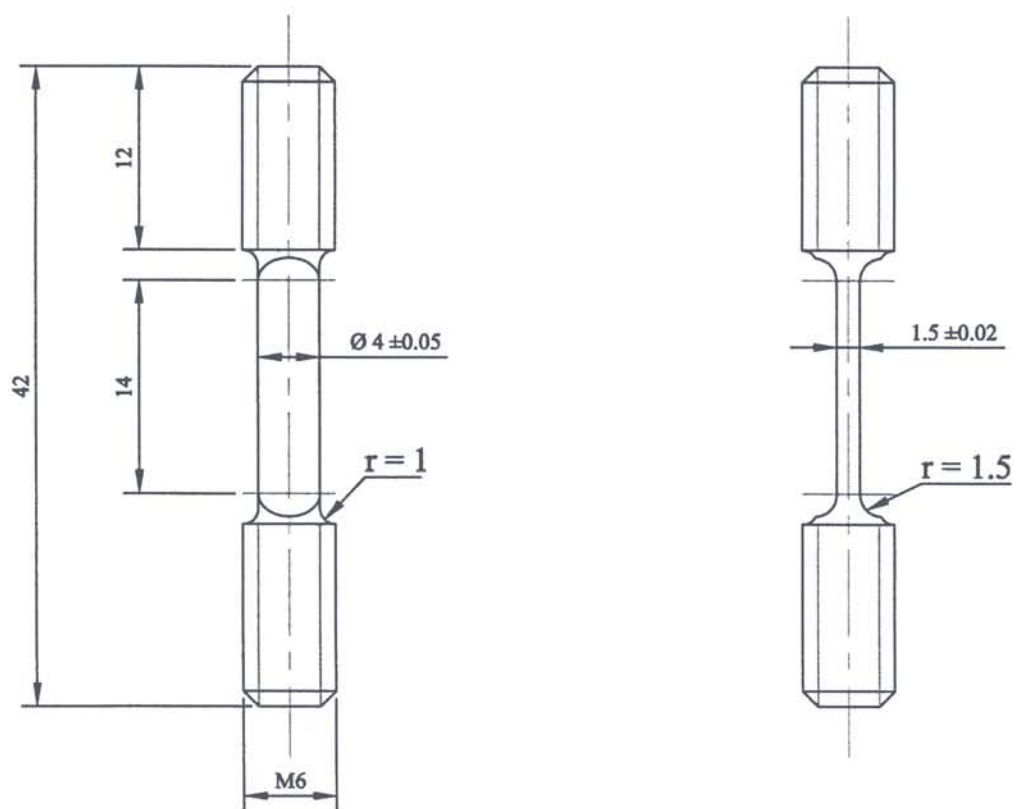


Figure B.1 – Géométrie des éprouvettes de fluage.

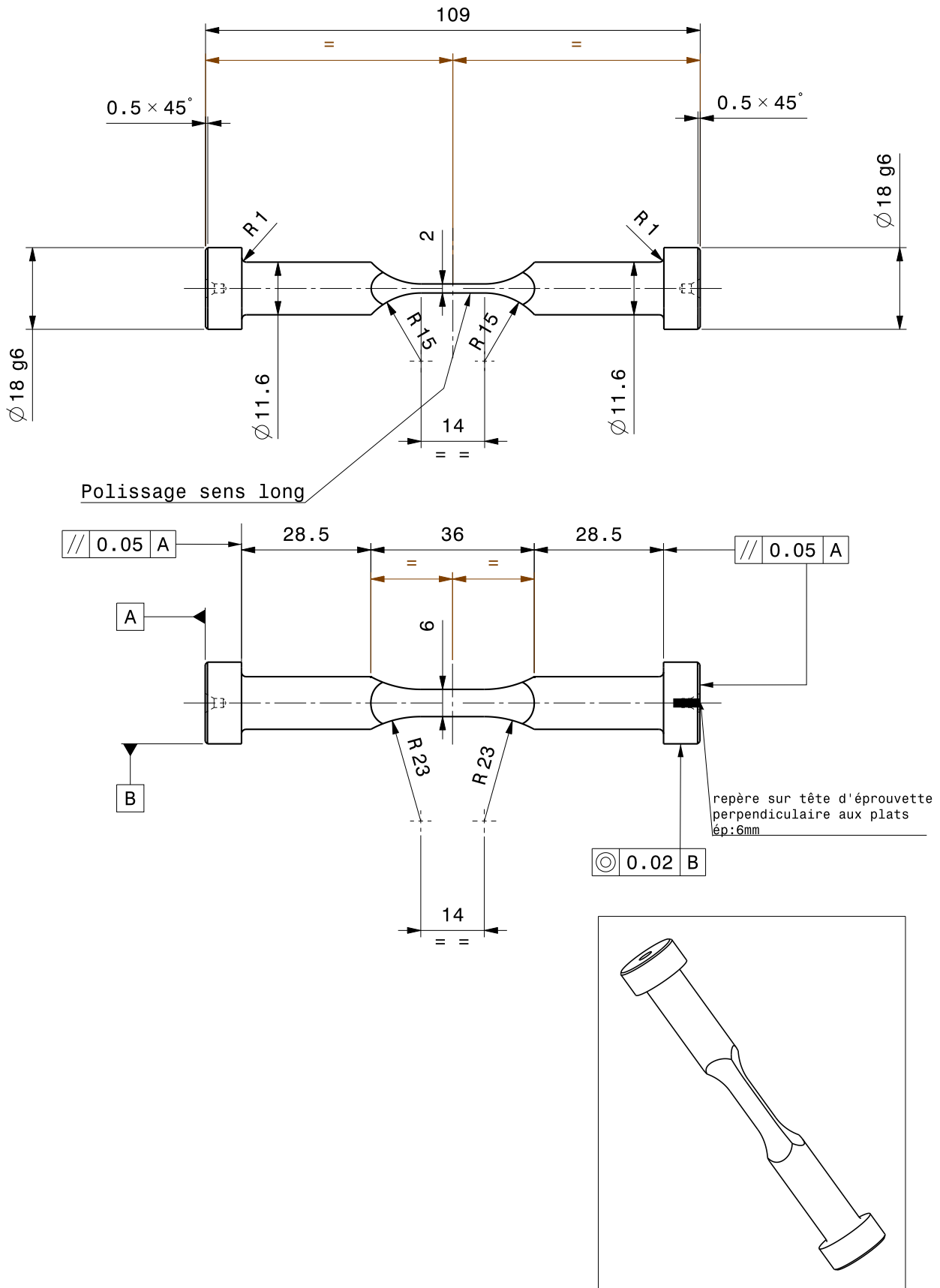


Figure B.2 – Géométrie des éprouvettes de fatigue/fluage.

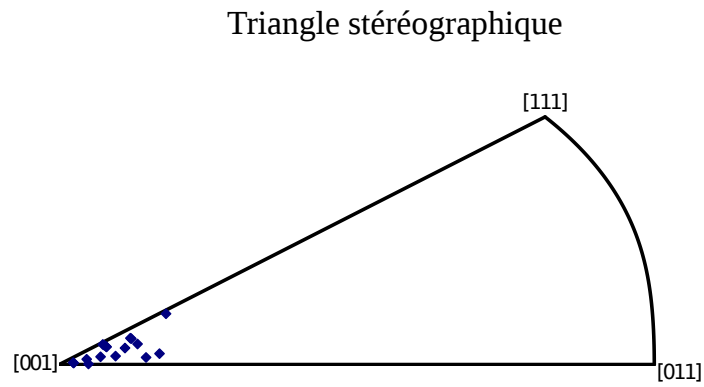


Figure B.3 – Orientations cristallines des éprouvettes de fatigue/fluage.

Moyen de chauffage par induction

Le chauffage par induction est une application directe à la fois de l'induction (loi de Lenz) et de l'effet Joule. Grâce à un inducteur, on crée un champ magnétique alternatif, donc variable. Conformément à la loi de Lenz, toute substance conductrice de l'électricité, si elle se trouve dans un champ magnétique variable, est le siège de forces électromotrices d'induction, donc de courant induit. A leur tour ces courants induits appelés courants de Foucault, dissipent de la chaleur par effet Joule dans la substance même où il a pris naissance. L'objectif est que la plus grande partie possible de l'énergie nécessaire à l'alimentation des inducteurs soit effectivement dissipée par effet Joule des courants induits dans la pièce à chauffer. Les caractéristiques essentielles du chauffage par induction sont :

- La création de chaleur crée au sein même du matériau à chauffer,
- La faible inertie thermique (souplesse),
- La densité de puissance élevée (rapidité de chauffe).

Il est important de comprendre l'importance de deux grandeurs :

- L'« effet de peau » qui caractérise la répartition des courants induits dans la pièce. Le champ magnétique alternatif qui pénètre dans le matériau décroît rapidement pour disparaître et avec lui les courants induits,
- La puissance dissipée dans la pièce qui caractérise l'efficacité du phénomène électrique.

La longueur de pénétration est donc un paramètre primordial pour contrôler de manière efficace la température de l'éprouvette. Le graphique suivant montre que la profondeur de pénétration doit être appréhendée pour le type d'essais que l'on compte réalisés.

Pour un cylindre de rayon infini la répartition de la densité de courant est donnée par :

$$i = i_0 e^{-\frac{x}{p}} \quad (\text{C.1})$$

Avec i_0 la densité de courant à la surface, x et p sont définis à la figure C.1. Ainsi l'intensité de courant parcourant la pièce est donnée par :

$$I = \int_0^{\infty} i_0 e^{-\frac{x}{p}} dx = i_0 p \quad (\text{C.2})$$

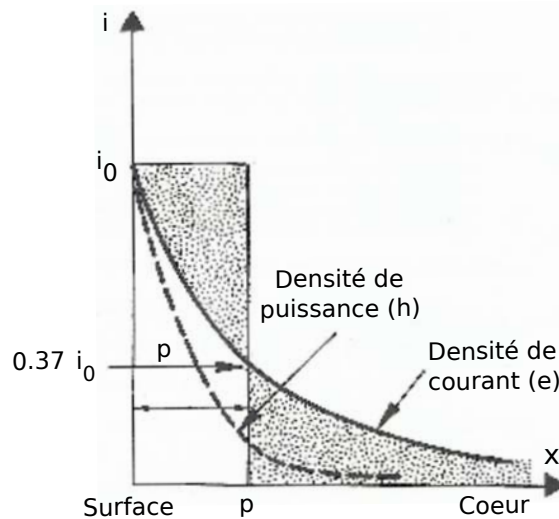


Figure C.1 – Répartition de la densité de courant au sein de la matière depuis la surface

Dans la couche d'épaisseur p on a 87% de la puissance dissipée, il y a donc une concentration de l'effet calorifique dans cette couche. La théorie de Maxwell nous donne alors :

$$p = \sqrt{\frac{\rho}{\pi f \mu_0 \mu_r}} \quad (\text{C.3})$$

où ρ correspond à la résistivité du métal ($\Omega.m$), μ_0 la perméabilité du vide ($4\pi \times 10^{-7} H.m^{-1}$), μ_r la perméabilité magnétique relative pour un corps magnétique et f la fréquence utilisée (Hz).

Peu de données existent sur la résistivité des superalliages. Les calculs de la résistivité du MC2 ont donc été effectués en se servant des données du CMSX-4 [Mills 06].

$$\rho_{1473K} = \rho_{298K} + A(T - 298) + B(T - 298)^2 + C(T - 298)^3 \quad (\text{C.4})$$

$$\rho_{298K}(n\Omega.m) = 115 - 33.5 \times (\text{mass}\%Al) \quad (\text{C.5})$$

où $A=1.05 n\Omega.K^{-1}$, $B=-1.236.10^{-3} n\Omega.K^{-2}$ et $C=3.46.10^{-7} n\Omega.K^{-3}$ sont les coefficients du CMSX-4[®]. On trouve alors que ρ est égale à $206.6 n\Omega.m$ à 1200°C . Etant donné que l'on opère à de très fortes températures on se trouve au dessus du point de Curie des métalliques et donc vraisemblablement du MC2 (figure C.2).

En prenant μ_r égale à 1 et f égale à 100kHz, on obtient alors p égale à 0.72 mm. Etant donné que les éprouvettes utilisées font 2 mm et 1 mm d'épaisseurs respectivement dans le cas des essais de fatigue/fluage et des essais de torsion, il semblerait donc que la température soit homogène au cours des essais au vu des calculs simplifiés et des hypothèses faites.

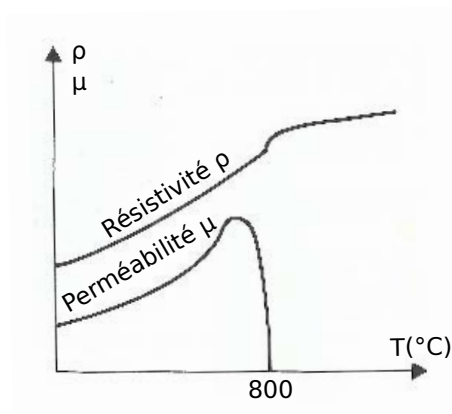


Figure C.2 – Évolution de la résistivité et de la perméabilité relative d'un acier magnétique avec la température.

 Principe de fonctionnement d'un essai de tomographie d'absorption

D.1 Présentation de la tomographie d'absorption

La tomographie par absorption de rayons X est une technique non destructive qui permet la reconstruction d'images "en coupe" d'un objet à trois dimensions [Salvo 03]. Ce moyen est particulièrement adapté pour suivre l'évolution de la porosité au sein d'un matériau métallique [Buffière 01, Buffière 05]. Son principe repose sur l'analyse multidirectionnelle de l'interaction d'un faisceau de rayons X avec la matière (l'absorption du faisceau dépend du nombre et du type d'atome qu'il traverse), via des détecteurs du rayonnement transmis après traversée d'un objet. Un dispositif de tomographie est composé de trois parties (voir figure D.1) : une source de rayons X caractérisée par sa plage d'énergie et sa cohérence, un système d'acquisition composé généralement d'un détecteur radioscopique à écran fluorescent et d'une caméra CCD (*Charge Coupled Device*) et une plate-forme de rotation sur laquelle est fixé soit l'objet à tomographier soit l'ensemble source-détecteur.

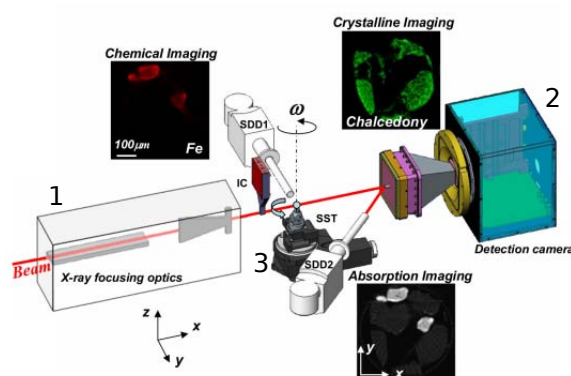


Figure D.1 – Schéma de principe d'un tomographe. Les zones numérotées correspondent à : 1 - Une source de rayons X, 2 - Un Système d'acquisition (Détecteur radioscopique et caméra CCD) et 3 - Une plate-forme de rotation de l'échantillon

1. Une source de rayons X

Le rayonnement X émis est polychromatique, ce qui entraîne un phénomène de "durcissement"

du spectre. En effet, le coefficient d'atténuation (noté μ/ρ), pour une énergie considérée, est moins sensible à la nature des matériaux pour les gammes d'énergies plus élevées (supérieures à 200 keV). Ainsi, en raison de la polychromaticité, on observe une atténuation préférentielle des composantes spectrales de basse énergie dû à la modification de l'interaction entre le rayonnement incident et le matériau constituant l'objet.

2. Un système d'acquisition

Les détecteurs sont placés dans l'axe du matériau, derrière l'objet à analyser. Ils délivrent des signaux analogiques issues de la création d'un courant proportionnel au nombre de photons reçus. Le type de détecteur le plus souvent utilisé dans le cadre des installations de très haute énergie sont des semi-conducteurs.

3. Une plate-forme de rotation

Elle permet une rotation précise de l'échantillon entre 0° et 180° .

Deux types de tomographie existes : celle à faisceau conique et celle à faisceau en éventail. Les deux systèmes de tomographie informatisée à microfoyer permettent la synthèse d'images 3D par l'acquisition d'une série d'images Rayons X 2D durant une rotation progressive de l'échantillon jusqu'à 360° avec un incrément inférieur à 1° par pas. Ces projections contiennent des informations qualifiant la position et la densité respectives des différents détails dans l'objet. Ces informations sont nécessaires pour la reconstruction numérique des données volumiques

Afin d'obtenir une reconstruction précise des données volumiques, la profondeur ou bien le diamètre de l'échantillon doivent être contenus entièrement dans le champ de vue et dans le faisceau de radiation conique ou en éventail pendant la rotation complète de 360° . Ceci permet une représentation complète du diamètre de l'objet dans chaque projection ou profil linéaire capturés pendant la procédure d'acquisition. L'agrandissement est limité par le diamètre de l'échantillon ainsi que par la largeur D du détecteur, soit $M=D/d$. Pour une taille de pixel du détecteur P , la résolution du voxel est définie par $V=P \times d/D$. La taille de chaque point, le voxel (*volume element*, extension du pixel en 3D), est donc conditionnée par la résolution du système d'imagerie. L'étape de reconstruction est basée sur un algorithme de rétroprojection filtrée [Herman 79].

Trois types d'erreurs peuvent survenir pendant l'essai :

- Les variations du durcissement du faisceau qui influencent de façon très importante le flux incident au niveau du détecteur, et donc la résolution en densité, en raison des variations simultanées du coefficient linéique d'absorption μ des matériaux.
- Des erreurs de parallaxe,
- Les artefacts de traitement peuvent aussi induire des erreurs dans les valeurs de la densité reconstruite.

D.2 Description de l'étude de tomographie

Le tomographe utilisé dans le cadre lors de cette étude se situe au laboratoire MATEIS de l'INSA de Lyon. Il s'agit d'un tomographe *Phoenix v/tome/x s* ayant une résolution pouvant atteindre le μm . La source de rayonnement X, constituée d'un filament de tungstène, peut opérer de 10 à 160 keV. La distance source/détecteur est fixée à 80 cm et la résolution peut être modifiée en changeant la position de l'objet situé entre la source et le détecteur. De plus, la taille du rayon peut varier entre 1 et 6 μm . Le détecteur utilisé est un Paxscan TM (constitué

de silicone amorphe) à 1900 colonnes et 1500 lignes de pixels dont la taille caractéristique de chaque pixel est $127 \times 127 \mu m^2$.

Dans notre cas, le tube a fonctionné avec une tension d'accélération de 120-130 keV et un courant d'intensité d'environ $120 \mu A$. Une plaque de cuivre de 0.3 mm a en outre été insérée entre le faisceau et l'échantillon afin de supprimer le durcissement de celui-ci et l'objet a été approché le plus possible de la source pour avoir la meilleure résolution possible (résolution de $3.5 \mu m$). Chaque scan consiste en 720 clichés de temps de pose de 500 ms ce qui conduit à une durée de scan d'environ 30 minutes.

Base expérimentale d'identification du modèle de mise en radeaux

| <i>Essais isothermes</i> | | | |
|---|--|---|-----------------------|
| Type d'essai | Vitesse ou Contrainte de sollicitation | Amplitude | Orientation |
| Traction ENSMA et CEAT | $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}-10^{-5} \text{ s}^{-1}$ | | $\langle 001 \rangle$ |
| Traction BRITE EURAM | $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | | $\langle 111 \rangle$ |
| Traction à vitesse variable ONERA | $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | $\varepsilon \in [0 - 1]\%$ | $\langle 001 \rangle$ |
| | \downarrow $\dot{\varepsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ | $\varepsilon \in [1 - 1.5]\%$ | |
| | \downarrow $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | $\varepsilon \in [1.5 - 2]\%$ | |
| Fluage ENSMA | $\sigma = 140, 160, 180, 200, 230 \text{ MPa}$ | | $\langle 001 \rangle$ |
| Fatigue/Fluage ONERA | $R_\sigma = -1 \sigma_{max} = 120, 160 \text{ MPa}$ | | $\langle 001 \rangle$ |
| LCF BRITE EURAM | $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | Cycle 14 $\Delta\varepsilon/2 = 0.87\%$ | $\langle 001 \rangle$ |
| | | Cycle 26 $\Delta\varepsilon/2 = 1.31\%$ | |
| | $\dot{\varepsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ | Cycle 22 $\Delta\varepsilon/2 = 0.47\%$ | $\langle 111 \rangle$ |
| | | Cycle 32 $\Delta\varepsilon/2 = 0.70\%$ | |
| | $\dot{\varepsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ | Cycle 1 $\Delta\varepsilon/2 = 0.86\%$ | $\langle 001 \rangle$ |
| | | Cycle 24 $\Delta\varepsilon/2 = 1.10\%$ | |
| | | Cycle 1 $\Delta\varepsilon/2 = 0.42\%$ | $\langle 111 \rangle$ |
| | | Cycle 50 $\Delta\varepsilon/2 = 0.42\%$ | |

| | | | |
|----------------------------------|---|---|-------|
| LCF Metcut | $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | $\Delta\epsilon/2 = 0.2\%$ ↓ $\Delta\epsilon/2 = 0.4\%$ ↓ $\Delta\epsilon/2 = 0.6\%$ ↓ $\Delta\epsilon/2 = 0.8\%$ | ⟨001⟩ |
| | ↓ | | |
| | $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | $\Delta\epsilon/2 = 0.2\%$ ↓ $\Delta\epsilon/2 = 0.4\%$ ↓ $\Delta\epsilon/2 = 0.6\%$ ↓ $\Delta\epsilon/2 = 0.8\%$ | |
| | ↓ | | |
| | $\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ | $\Delta\epsilon/2 = 0.2\%$ ↓ $\Delta\epsilon/2 = 0.4\%$ ↓ $\Delta\epsilon/2 = 0.6\%$ ↓ $\Delta\epsilon/2 = 0.8\%$ | |
| LCF Relaxation BRITE EURAM | $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ relaxation en traction | Cycle 1 $\Delta\epsilon/2 = 0.87\%$ Cycle 24 $\Delta\epsilon/2 = 0.88\%$ | ⟨001⟩ |
| | $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ relaxation en compression | Cycle 1 $\Delta\epsilon/2 = 0.87\%$ Cycle 24 $\Delta\epsilon/2 = 0.88\%$ | |
| | $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ relaxation en traction et compression | Cycle 1 $\Delta\epsilon/2 = 0.87\%$ Cycle 24 $\Delta\epsilon/2 = 0.88\%$ | |
| Relaxation | Variable | $\epsilon_t = 2\%$ | ⟨001⟩ |
| Torsion ONERA | $R_\sigma = -1$ $\sigma_{Von Mises max} = 160 \text{ MPa}$ | | ⟨001⟩ |
| Traction/Torsion ONERA | $R_\sigma = -1$ $\sigma_{Von Mises max} = 113 \text{ MPa}$ | | ⟨001⟩ |

| <i>Essais anisothermes</i> | | | |
|--|--|---|-----------------------|
| Type d'essai | Vitesse ou Contrainte de sollicitation | Pré-endommagement (h) /Durée de surchauffe à 1200°C (s) | Orientation |
| Fluage ENSMA | $\sigma = 120$ MPa | 143/30 1266/(30 et 150) | $\langle 001 \rangle$ |
| | $\sigma = 140$ MPa | 200/30 200/90 200/150 | |
| | $\sigma = 160$ MPa | 0/30 1.9/30 4.7/30 18.6/30 46.6/30 70.0/(30 et 150) 129.2/30 (9.3 et 185)/30 | |
| | $\sigma = 140$ et 160 MPa | 0/30 | |
| Fatigue/Fluage ONERA | $R_\sigma = -1$ $\sigma_{max} = 160$ MPa | 0.33/30 2.42/30 4.5/30 | $\langle 001 \rangle$ |
| | $R_\sigma = 0$ $\sigma_{max} = 230$ MPa | 1.1/180 (1.1 et 2.3)/180 | $\langle 111 \rangle$ |
| Torsion ONERA | $R_\sigma = -1$ $\sigma_{Von Mises max} = 160$ MPa | 4.6/30 | $\langle 001 \rangle$ |
| Traction/Torsion ONERA | $R_\sigma = -1$ $\sigma_{Von Mises max} = 113$ MPa | 2.5/30 | $\langle 001 \rangle$ |
| Fluage cyclé thermiquement ENSMA | $\sigma = 120$ MPa (1050°C (15 min)-1100°C (1min) - 1050°C (15 min)-1150°C (1min)) | 0 24 | $\langle 001 \rangle$ |
| Éprouvette bi-entaillée ENSMA | $F = 410$ N | 24/20 | $\langle 001 \rangle$ |

Propriétés du MC2

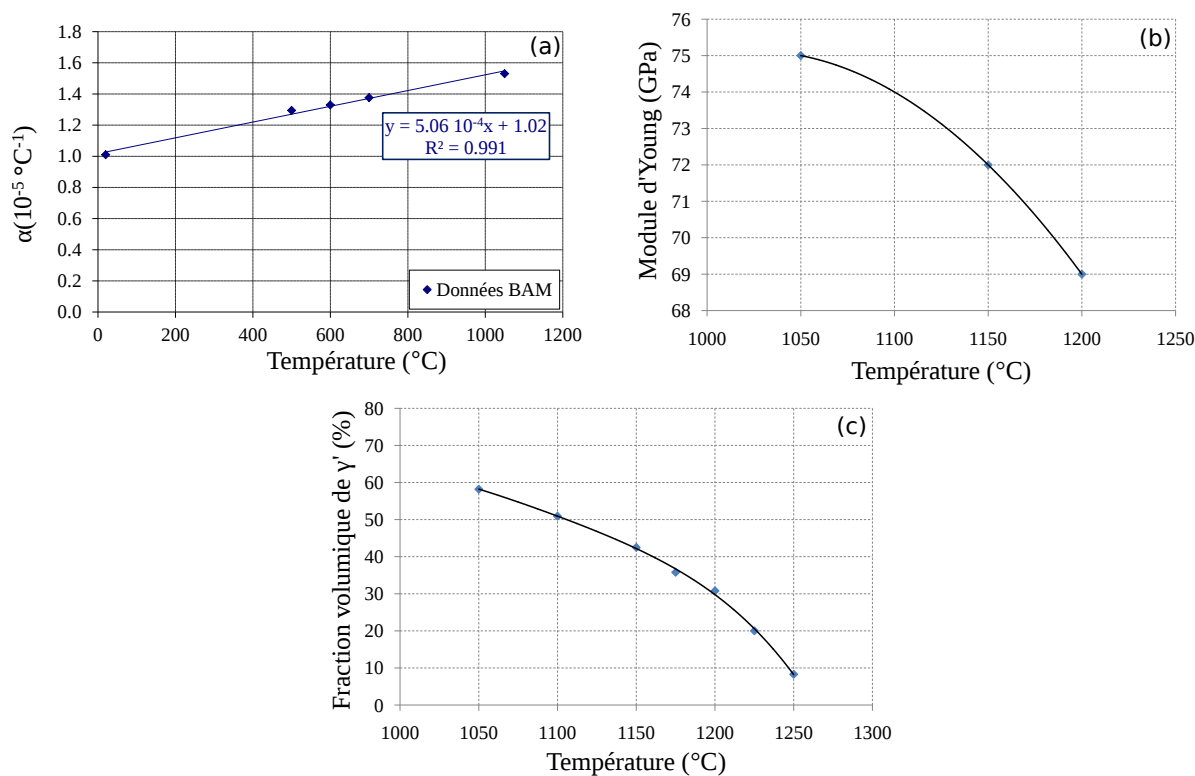


Figure F.1 – (a) Évolution, en fonction de la température, (a) du coefficient de dilatation thermique α ($^\circ\text{C}^{-1}$) (données issues du BAM), (b) du module d'Young suivant [001] (GPa) et (c) de la fraction volumique de phase γ' pour une plage de température comprise entre 1050 et 1200 $^\circ\text{C}$ d'après [Cormier 06].

Équations du modèle *Polystar*

Récapitulatif des équations du modèle *Polystar* regroupées par bloc. En rouge, les nouvelles équations qui ont été développées lors de la modification du modèle.

| | |
|---|---|
| <p><i>Plasticité cristalline</i></p> | $f^s(\tau^s, r^s) = \tau^s - r^s \longrightarrow f^s(\tau^s, x^s, r^s) = \tau^s - x^s - r^s$ $\tau^s = \underline{\sigma} : \underline{m}^s \longrightarrow \tau^s = \underline{\sigma}_{eff} : \underline{m}^s \text{ avec } \underline{\sigma}_{eff} = \frac{\underline{\sigma}}{(1-D_c)}$ $\underline{m}^s = \frac{1}{2}(\underline{l}^s \otimes \underline{n}^s + \underline{n}^s \otimes \underline{l}^s)$ $\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{f^s}{K(1-d_c)} \right\rangle^{\tilde{n}} \text{sign}(\tau^s) \longrightarrow \dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{f^s}{K} \right\rangle^{\tilde{n}} \text{sign}(\tau^s - x^s)$ $\underline{\dot{\varepsilon}}^p = \sum_s \dot{\gamma}^s \underline{m}^s \text{sign}(\tau^s - x^s)$ $\dot{\nu} = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\dot{\varepsilon}}^p : \underline{\dot{\varepsilon}}^p}$ |
| <p><i>Lois d'évolution du γ^s</i></p> | $\dot{f}_l = \left[1 - \delta \times \exp\left(\frac{-\nu}{e_{cfl}}\right) \right] \frac{f_{eq} - f_l}{\alpha_l}$ $(f_{eq} - f_l) \leq 0 \quad \dot{f}_s = -\frac{f_s}{\alpha_s}$ $\left[(f_{eq} - f_l) \leq 0 \ \& \ \dot{T} < 0 \right] \dot{f}_s = -\frac{f_{eq} - f_l - f_s}{\alpha_s} \dot{T} - \left(\frac{f_s}{K_{s1}} \right)^{m_s}$ $\left[(f_{eq} - f_l) \leq 0 \ \& \ \dot{T} \geq 0 \right] \dot{f}_s = -\left(\frac{f_s}{K_{s2}} \right)^{m_s}$ |

| | |
|----------------------|---|
| Contraintes internes | $r^s = r_0 + b(Q + Q^*) \times \sum_{r=1}^{12} h_{sj} \rho^j + \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{GB}{w_{001}}$ $Q^* = a^* Q_{s0}$ $\dot{\alpha}^* = -\frac{a^* \dot{T}}{\alpha^*} - \frac{a^*}{\beta^*} \rightarrow \dot{\alpha}^* = \frac{a^* \dot{T}}{\alpha^*} - \frac{(a^* - 1)}{\beta^*}$ $\dot{\rho}^s = (1 - b\rho^s) \dot{\nu}^s$ $x^s = C^* \alpha^s$ $\dot{\alpha}^s = (\text{sign}(\tau^s - x^s) - D^* \alpha^s) \dot{\nu}^s$ $C^* = a^* C$ $D^* = D \times (1 + \frac{f_s}{f_l} K_f)$ |
| Mise en radeaux | $w_{001} = w_0 \times f_{thermique}$ \downarrow $w_{001} = w_0 \times f_{thermique} \times (1 + f_{diffusion} \times f_{mecanique} + f_{isotrope})$ $f_{isotrope} = \frac{f_{isotrope}^3(t_0) \chi_0 e^{-\frac{U_t}{RT}}}{3f_{isotrope}^2}$ $f_{thermique} = f_l^{ml} - dtp \times f_s \rightarrow f_{thermique} = f_l^{ml} - dtp \times f_s^{msp}$ $f_{diffusion} = \frac{1}{\tau_{diffusion}} (K_0 - f_{diffusion})$ $f_{mecanique} = \frac{\sqrt[3]{\nu}}{1 + \sinh^{-1}(\xi \times \nu_0)}$ $\dot{\xi} = \left(\frac{\dot{\nu}^2}{\xi_0} - \xi \right) \times \dot{\nu} - \left(\frac{\xi}{M} \right)^m$ $\tau_{diffusion} = \frac{d^2}{2 \times D_{Al}^{\gamma}(T)}$ |
| Dommage | $\nu > \nu_d \dot{d}_e^s = \left(\frac{ \omega^s }{K_x (1 - d_c^s)} \right)^{m_x}$ $\omega^s = c \alpha^s$ $\dot{\alpha}^s = (\text{sign}(\tau^s - x^s) - d \alpha^s) \dot{\nu}^s$ $\dot{D}_C = \left(\frac{\chi(\sigma)}{A} \right)^r (1 - D_c)^{-k}$ $\chi(\sigma) = \alpha J_0(\sigma) + \beta J_1(\sigma) + (1 - \alpha - \beta) J_2(\sigma)$ $J_0(\sigma) = \sigma_I, J_1(\sigma) = 3\sigma_H \text{ et } J_2(\sigma) = \sigma_{eq}$ |

Facteurs de Schmid et loi micromécanique

| Famille | Numéro | Plan de glissement | Direction de glissement | Facteur de Schmid [001] | Facteur de Schmid [011] | Facteur de Schmid [111] |
|-------------|--------|---------------------|-------------------------|----------------------------------|------------------------------------|-----------------------------------|
| Octaédrique | 1 | (111) | $[\bar{1}01]$ | $\frac{1}{\sqrt{6}} \simeq 0.41$ | $\frac{1}{\sqrt{6}} \simeq 0.43$ | 0 |
| | 2 | | $[0\bar{1}1]$ | $\frac{1}{\sqrt{6}}$ | 0 | 0 |
| | 3 | | $[\bar{1}10]$ | 0 | $\frac{1}{\sqrt{6}}$ | 0 |
| | 4 | $(\bar{1}\bar{1}1)$ | $[101]$ | $\frac{1}{\sqrt{6}}$ | 0 | 0 |
| | 5 | | $[011]$ | $\frac{1}{\sqrt{6}}$ | 0 | $\frac{2}{3\sqrt{6}} \simeq 0.27$ |
| | 6 | | $[110]$ | 0 | 0 | $\frac{2}{3\sqrt{6}}$ |
| | 7 | $(\bar{1}1\bar{1})$ | $[0\bar{1}1]$ | $\frac{1}{\sqrt{6}}$ | 0 | 0 |
| | 8 | | $[110]$ | 0 | $\frac{1}{\sqrt{6}}$ | $\frac{2}{3\sqrt{6}}$ |
| | 9 | | $[101]$ | $\frac{1}{\sqrt{6}}$ | $\frac{1}{\sqrt{6}}$ | $\frac{2}{3\sqrt{6}}$ |
| | 10 | $(11\bar{1})$ | $[110]$ | 0 | 0 | 0 |
| | 11 | | $[101]$ | $\frac{-1}{\sqrt{6}}$ | 0 | $\frac{2}{3\sqrt{6}}$ |
| | 12 | | $[011]$ | $\frac{-1}{\sqrt{6}}$ | 0 | $\frac{2}{3\sqrt{6}}$ |
| Cubique | 13 | (001) | $[\bar{1}10]$ | 0 | $\frac{-1}{\sqrt{8}} \simeq -0.35$ | 0 |
| | 14 | | $[110]$ | 0 | $\frac{1}{\sqrt{8}}$ | $\frac{\sqrt{2}}{3} \simeq 0.47$ |
| | 15 | (100) | $[011]$ | 0 | 0 | $\frac{\sqrt{2}}{3}$ |
| | 16 | | $[0\bar{1}1]$ | 0 | 0 | 0 |
| | 17 | (010) | $[101]$ | 0 | $\frac{1}{\sqrt{8}}$ | 0 |
| | 18 | | $[110]$ | 0 | $\frac{1}{\sqrt{8}}$ | $\frac{\sqrt{2}}{3}$ |

Table H.1 – Facteurs de Schmid suivant la direction de chargement pour les systèmes de glissement octaédriques et cubiques.

Correspondance entre la loi macroscopique et microscopique

Si on suppose que les éprouvettes sont parfaitement orientées suivants [001], l'analyse des facteurs de Schmid nous indique que seuls 8 systèmes de glissement octaédriques s'activeront

simultanément et d'une même quantité ($1/\sqrt{6}$). Il est donc possible d'écrire une correspondance entre les coefficients des systèmes octaédriques de la loi microscopique et les coefficients d'une loi macroscopique. Prenons explicitement le modèle élasto-viscoplastique développé au chapitre 4 en considérant que la largeur des couloirs, et donc la contrainte d'Orowan, ne dépend pas de la déformation plastique (cas des essais rapides). On va donc exprimer la vitesse de déformation plastique macroscopique une première fois avec l'ensemble des coefficients de la loi, et une seconde fois avec les coefficients de la loi microscopique. Il y a équivalence quelle que soit la valeur des variables internes si les coefficients correspondants sont égaux deux à deux :

$$\begin{cases} \sigma = \sqrt{6}\tau_g \\ \varepsilon_p = \frac{8}{\sqrt{6}}\gamma_g \end{cases} \quad (\text{H.1})$$

En traction pour la loi macroscopique :

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

$$\dot{\varepsilon}_p = \left\langle \frac{|\sqrt{6}\tau_g - \frac{C}{D}(1 - \exp(-\frac{8}{\sqrt{6}}D\gamma_g))| - r_0 - Q \sum_{s=1}^{12} \sum_{j=1}^{12} h_{sj}(1 - \exp(-\frac{8}{\sqrt{6}}b\gamma_j)) - r_{Orowan}}{K} \right\rangle^n \quad (\text{H.3})$$

En traction pour la loi microscopique :

$$\dot{\varepsilon}_p = \frac{8}{\sqrt{6}}\dot{\gamma}_g \quad (\text{H.4})$$

$$\dot{\varepsilon}_p = \frac{8}{\sqrt{6}} \left\langle \frac{|\tau_g - \frac{C_{oct}}{D_{oct}}(1 - \exp(-D_{oct}\gamma_g))| - r_0^{oct} - Q_{oct} \sum_{s=1}^{12} \sum_{j=1}^{12} h_{sj}(1 - \exp(-b_{oct}\gamma_j)) - r_{Orowan}^{oct}}{K_{oct}} \right\rangle^{n_{oct}} \quad (\text{H.5})$$

Il y a égalité entre les deux expressions $\forall(\tau, \gamma)$ si :

| [001] | |
|--------------|--|
| n | $= n_{oct}$ |
| K | $= K_{oct}\sqrt{6} \left(\frac{\sqrt{6}}{8}\right)^{-n_{oct}}$ |
| r_0 | $= \sqrt{6}r_0^{oct}$ |
| D | $= \frac{\sqrt{6}}{8}D_{oct}$ |
| C | $= \frac{3}{4}C_{oct}$ |
| b | $= \frac{\sqrt{6}}{8}b_{oct}$ |
| Q | $= \sqrt{6}Q_{oct}$ |
| r_{Orowan} | $= \sqrt{6}r_{Orowan}^{oct}$ |

Observations de l'éprouvette entaillée

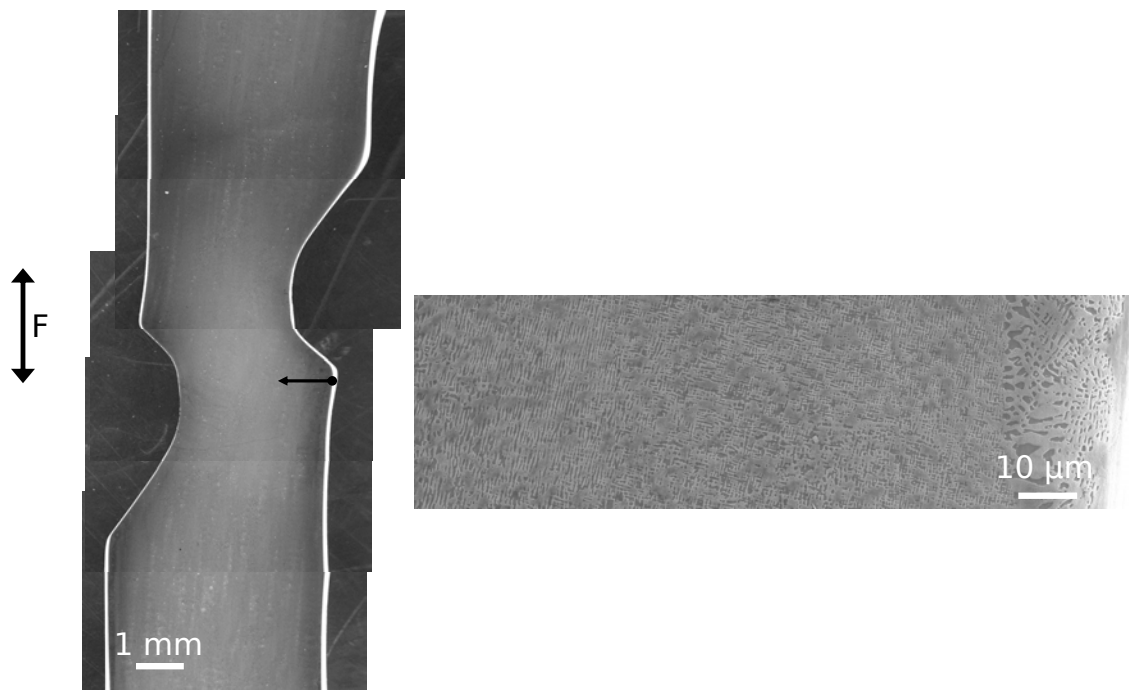


Figure I.1 – Observations transversales en dessous de l'entaille droite de la microstructure en radeaux γ/γ' par microscopie électronique à balayage en électrons secondaires et révélée par attaque chimique sélective de la phase γ' .

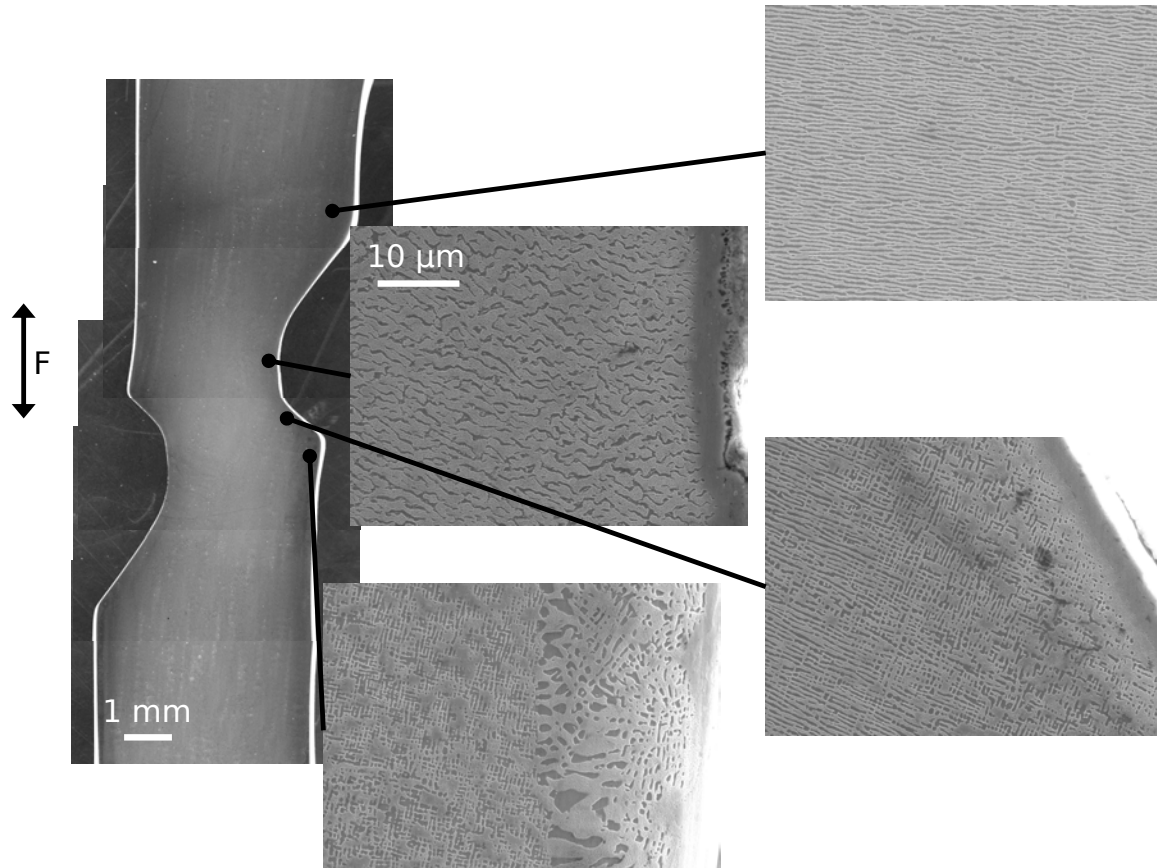


Figure I.2 – Observations à divers endroits le long de l'entaille droite de la microstructure en radeaux γ/γ' par microscopie électronique à balayage en électrons secondaires et révélée par attaque chimique sélective de la phase γ' .

Production scientifique associée à ce travail de thèse

J.-B. le Graverend, J. Cormier, M. Jouiad, F. Gallerneau, P. Paulmier & F. Hamon. *Effect of fine γ' precipitation on non-isothermal creep and creep-fatigue behaviour of nickel base superalloy MC2*. Mater. Sci. Eng. A, vol. 527, no. 30, pages 5295-5302, 2010.

J.-B. le Graverend, J. Cormier, P. Caron, S. Kruch, F. Gallerneau & J. Mendez. *Numerical simulation of γ/γ' microstructural evolutions induced by TCP-phase in the MC2 nickel base single crystal superalloy*. Mater. Sci. Eng. A, vol. 528, no. 6, pages 2620-2634, 2011.

J.-B. le Graverend, J. Cormier, F. Gallerneau, P. Paulmier. *Dissolution of fine γ' precipitates of MC2 Ni based single crystal superalloy in creep-fatigue regime*. Adv. Mater. Res., vol. 278, pages 31-36, 2011.

J.-B. le Graverend, J. Cormier, S. Kruch, F. Gallerneau & J. Mendez. *Microstructural parameters controlling high-temperature creep life of the nickel-base single-crystal superalloy MC2*. Metall. & Mater. Trans. A, vol. 43, no. 11, pages 3988-3997, 2012.

J.-B. le Graverend, L. Dirand, A. Jacques, J. Cormier, O. Ferry, T. Schenck, F. Gallerneau, S. Kruch & 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*. Metall. & Mater. Trans. A, vol. 43, no. 11, pages 3946-3951, 2012.

J.-B. le Graverend, J. Cormier, S. Kruch, F. Gallerneau & J. Mendez. *Effect of an overheating on the creep life of the MC2 nickel base superalloy in relation with the γ' morphological evolution*. Accepted for publication by The Japan Institute of Metals, Creep 2012 proceedings.

J.-B. le Graverend, J. Cormier, S. Kruch, F. Gallerneau & J. Mendez. *A strain rate sensitive formulation to account for the effect of γ' rafting on the high temperature mechanical properties of Ni-based single crystal superalloy*. Titre du livre : "Advanced Materials Modelling for Structures", vol. 19, pages 189-199, 2013.

- [Anton 92] D.L. Anton & D.M. Shah. *High temperature evaluation of TCP intermetallics*. Mater. Sci. Eng. A, vol. 153, pages 410–415, 1992.
- [Ardakani 98] M.G. Ardakani, R.N. Ghosh, V. Brien, B.A. Shollock & M. McLean. *Implications of dislocation micromechanisms for changes in orientation and shape of single crystal superalloys*. Scripta Mater., vol. 39, no. 4–5, pages 465–472, 1998.
- [Ardakani 99] M.G. Ardakani, M. McLean & B.A. Shollock. *Twin formation during creep in single crystals of nickel-based superalloys*. Acta Mater., vol. 47, no. 9, pages 2593–2602, 1999.
- [Ardell 66] A.J. Ardell & R.B. Nicholson. *The coarsening of γ' in Ni-Al alloys*. J. Phys. & Chem. Solids, vol. 27, no. 11–12, pages 1793–1794, 1966.
- [Armstrong 66] P.J. Armstrong & C.O. Frederick. *A mathematical representation of the multiaxial Bauschinger effect*. Rapport technique RD/B/N 731, 1966.
- [Arnoux 09] M. Arnoux. *Etude du comportement en fluage à haute température du superalliage monocristallin à base nickel MCNG : Effet d'une surchauffe*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique (France), November 2009.
- [Arrell 94] D.J. Arrell & J.L. Vallés. *Interfacial dislocation based criterion for the prediction of rafting behavior in superalloys*. Scripta Metall. & Mater., vol. 30, no. 2, pages 149–153, 1994.
- [Arrell 96] D.J. Arrell & J.L. Vallés. *Rafting prediction criterion for superalloys under a multiaxial stress*. Scripta Mater., vol. 35, no. 6, pages 727–732, 1996.
- [Asaro 83] R.J. Asaro. *Micromechanics of Crystals and Polycrystals*. Adv. in Applied Mech., vol. 23, pages 1–115, 1983.
- [Ati 97] A. Ati, S. Lay & R. Bonnet. *Mise en évidence de macles de déformation dans un superalliage monogranulaire γ/γ' à base de nickel*. Comptes Rendus de l'Académie des Sciences - Series IIB - Mechanics-Physics-Chemistry-Astronomy, vol. 325, no. 9, pages 531–536, 1997.

- [Atkinson 00] H. Atkinson & S. Davies. *Fundamental aspects of hot isostatic pressing : An overview*. Metall. & Mater. Trans. A, vol. 31, pages 2981–3000, 2000.
- [Avramovic-Cingara 09] G. Avramovic-Cingara, Ch.A.R. Saleh, M.K. Jain & D.S. Wilkinson. *Void Nucleation and Growth in Dual-Phase Steel 600 during Uniaxial Tensile Testing*. Metall. & Mater. Trans. A, vol. 40, pages 3117–3127, 2009.
- [Ayrault 89] D. Ayrault. *Fluage à haute température de superalliages base nickel monocristallins*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (France), December 1989.
- [Babu 01] S.S. Babu, M.K. Miller, J.M. Vitek & S.A. David. *Characterization of the microstructure evolution in a nickel base superalloy during continuous cooling conditions*. Acta. Mater., vol. 49, pages 4149–4160, 2001.
- [Baluc 91] N. Baluc, H. P. Karnthaler & M. J. Mills. *TEM observation of the fourfold dissociation of superlattice dislocations and the determination of the fault energies in Ni₃(Al, Ta)*. Phil. Mag. A, vol. 64, no. 1, pages 137–150, 1991.
- [Basoalto 00] H.C. Basoalto, R.N. Ghosh, M.G. Ardakani, B.A. Shollock & M. McLean. *Multiaxial creep deformation of single crystal superalloys : modelling and validation*. In T.M. Pollock *et al.*, éditeurs, Superalloys 2000, pages 515–524. TMS, September 2000.
- [Bellet 91] D. Bellet & P. Bastie. *Temperature dependence of the lattice parameter of the γ and γ' phases in the nickel-based superalloy CMSX-2 Part II : Neutron diffraction study of the lattice parameter mismatch*. Phil. Mag. B, vol. 64, no. 2, pages 143–152, 1991.
- [Benyoucef 93] M. Benyoucef, N. Clément & A. Coujou. *Transmission electron microscope in situ deformation of MC2 superalloy at room temperature*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 164, no. 1–2, pages 401–406, 1993.
- [Bettge 99] D. Bettge & W. Österle. *“Cube slip” in near-[111] oriented specimens of a single-crystal nickel-base superalloy*. Scripta Mater., vol. 40, no. 4, pages 389–395, 1999.
- [Biermann 95] H. Biermann, M. Strehler & H. Mughrabi. *High-temperature X-Ray measurements of the lattice mismatch of creep-deformed monocrystals of the nickel-base superalloy SRR99*. Scripta Metall. & Mater., vol. 32, no. 9, pages 1405–1410, 1995.
- [Biermann 00] H. Biermann, B. von Grossmann, T. Ungár, S. Mechsner, A. Souvorov, M. Drakopoulos, A. Snigirev & H. Mughrabi. *Determination of local strains in a monocrystalline turbine blade by microbeam X-ray diffraction with synchrotron radiation*. Acta Mater., vol. 48, no. 9, pages 2221–2230, 2000.
- [Billot 10] T. Billot, P. Villechaise, M. Jouiad & J. Mendez. *Creep-fatigue behavior at high temperature of a UDIMET 720 nickel-base superalloy*. Inter. J. of Fatigue, vol. 32, no. 5, pages 824–829, 2010.

- [Blavette 96] D. Blavette, L. Letellier, A. Racine & A. Hazotte. *Concentration gradients near heterophase boundaries in crept single crystal nickel base superalloys*. Microscopy Microanalysis Microstructures, vol. 7, no. 3, pages 185–193, 1996.
- [Bokstein 07] B.S. Bokstein, A.I. Epishin, T. Link, V.A. Esin, A.O. Rodin & I.L. Svetlov. *Model for the porosity growth in single-crystal nickel-base superalloys during homogenization*. Scripta Mater., vol. 57, pages 801–804, 2007.
- [Bonnand 06] V. Bonnand. *Etude de l'endommagement d'un superalliage monocristallin en fatigue thermo-mécanique multiaxiale*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (France), 2006.
- [Bonnet 91] R. Bonnet & A. Ati. *Evidence for microtwinning as a deformation mechanism in CMSX-2 superalloy*. Scripta Metall. & Mater., vol. 25, no. 7, pages 1553–1556, 1991.
- [Boubidi 00] P. Boubidi. *Caractérisation expérimentale et modélisation numérique de la fatigue à faible nombre de cycles d'un superalliage base Ni monocristallin sous chargement multiaxial*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (France), 2000.
- [Boussinot 07] G. Boussinot. *Etude du vieillissement des superalliages à base nickel par la méthode des champs de phase*. Thèse de Doctorat, Université Pierre et Marie Curie - Paris 6 (France), May 2007.
- [Brailsford 79] A.D Brailsford & P. Wynblatt. *The dependence of Ostwald ripening kinetics on particle volume fraction*. Acta Metall., vol. 27, no. 3, pages 489–497, 1979.
- [Brass 02] A.M. Brass, D. Roux & J. Chêne. *Role of secondary γ' precipitation and of hydrogen in the first stage of the plastic deformation of the γ matrix of a Ni base superalloy single crystal*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 323, pages 97–102, 2002.
- [Brehm 99] H. Brehm & U. Glatzel. *Material model describing the orientation dependent creep behavior of single crystals based on dislocation densities of slip systems*. Int. J. of Plasticity, vol. 15, no. 3, pages 285–298, 1999.
- [Breiman 01] L. Breiman. *Random forests*. Machine Learning, vol. 45, pages 5–32, 2001.
- [Brien 96] V. Brien, B. Décamps & A.J. Morton. *Microstructural behaviour of a superalloy under repeated or alternate LCF at high temperature*. In R.D. Kissinger *et al.*, éditeurs, Superalloys 1996, pages 313–318. TMS, September 1996.
- [Brien 01] V. Brien & B. Decamps. *Low cycle fatigue of a nickel based superalloy at high temperature : deformation microstructures*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 316, pages 18–31, 2001.
- [Brinkman 55] J.A. Brinkman. *On the mechanism of pore formation during diffusion*. Acta Metall., vol. 3, no. 6, pages 606–607, 1955.
- [Brundidge 11] C.L. Brundidge. *Development of a processing-structure-fatigue property model for single crystal superalloys*. Thèse de Doctorat, University of Michigan (USA), 2011.

- [Brundidge 12] C.L. Brundidge, D. Vandrasek, B. Wang & T.M. Pollock. *Structure refinement by a liquid metal cooling solidification process for single-crystal nickel-base superalloys*. Metall. & Mater. Trans. A, vol. 43, pages 965–976, 2012.
- [Brunetti 12] G. Brunetti, A. Settefrati, A. Hazotte, S. Denis, J.-J. Fundenberger, A. Tidu & E. Bouzy. *Determination of γ - γ' lattice misfit in a single-crystal nickel-based superalloy using convergent beam electron diffraction aided by finite element calculations*. Micron, vol. 43, no. 2–3, pages 396–406, 2012.
- [Buffière 95] J.Y. Buffière & M. Ignat. *A dislocation based criterion for the raft formation in nickel-based superalloys single crystals*. Acta Metall. & Mater., vol. 43, no. 5, pages 1791–1797, 1995.
- [Buffière 01] J.-Y. Buffière, S. Savelli, P.H. Jouneau, E. Maire & R. Fougères. *Experimental study of porosity and its relation to fatigue mechanisms of model Al-Si7-Mg0.3 cast Al alloys*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 316, no. 1–2, pages 115–126, 2001.
- [Buffière 05] J.-Y. Buffière, H. Proudhon, E. Ferrie, W. Ludwig, E. Maire & P. Cloetens. *Three dimensional imaging of damage in structural materials using high resolution micro-tomography*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms, vol. 238, no. 1–4, pages 75–82, 2005.
- [Burlet 86] H. Burlet & G. Cailletaud. *Numerical techniques for cyclic plasticity at variable temperature*. Eng. Comp., vol. 3, no. 2, pages 143–153, 1986.
- [Cailletaud 79] G. Cailletaud. *Modélisation mécanique d'instabilités microstructurales en viscoplasticité cyclique à température variable*. Thèse de Doctorat, Université Pierre et Marie Curie - Paris 6, October 1979.
- [Cailletaud 87] G. Cailletaud. *Une approche micromécanique phénoménologique du comportement inélastique des métaux*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (France), 1987.
- [Cailletaud 88] G. Cailletaud. *Numerical simulation of yield surfaces by a phenomenological micromechanical approach*. In G. Cailletaud et al., éditeurs, Inter. Conf. on the Inelastic Behaviour of solids : Models and Utilization, pages 287–299, 1988.
- [Caron 86] P. Caron, T. Khan & Y.G. Nakagawa. *Effect of orientation on the intermediate temperature creep behaviour of Ni-base single crystal superalloys*. Scripta Metall., vol. 20, no. 4, pages 499–502, 1986.
- [Caron 88] P. Caron, Y. Ohta, Y.G. Nakagawa & T. Khan. *Creep deformation anisotropy in single crystal superalloys*. In S. Reichman et al., éditeurs, Superalloys 1988, pages 215–224. TMS, September 1988.
- [Caron 95] P. Caron. *Le développement des compositions pour superalliages monocristallins*. Colloque Superalloys Monocristallins, March 1995.
- [Caron 99] P. Caron & T. Khan. *Evolution of Ni-based superalloys for single crystal gas turbine blade applications*. Aerosp. Sci. Tech., vol. 3, pages 513–523, 1999.

- [Caron 00] P. Caron. *High γ' solvus new generation nickel-based superalloys for single crystal turbine blade applications*. In T.M. Pollock *et al.*, éditeurs, Superalloys 2000, pages 737–746. TMS, September 2000.
- [Caron 08] P. Caron, C. Ramusat & F. Diologent. *Influence of the γ' fraction on the γ/γ' topological inversion during high temperature creep of single crystal superalloys*. In R.C. Reed *et al.*, éditeurs, Superalloys 2008, pages 159–167. TMS, September 2008.
- [Carroll 04] M.C. Carroll, K. Serin & G. Eggeler. *Anisotropic strain hardening following load reversal during high-temperature creep testing of superalloy single crystals*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 387–389, no. 0, pages 590–594, 2004.
- [Carry 77] C Carry & J.L Strudel. *Apparent and effective creep parameters in single crystals of a nickel base superalloy - I. Incubation period*. Acta Metall., vol. 25, no. 7, pages 767–777, 1977.
- [Carry 78] C Carry & J.L Strudel. *Apparent and effective creep parameters in single crystals of a nickel base superalloy - II. Secondary creep*. Acta Metall., vol. 26, no. 5, pages 859–870, 1978.
- [Carvalho 01] P.A. Carvalho & J.Th.M. Hosson. *Stacking faults in the Co₇W₆ isomorph of the μ phase*. Scripta Mater., vol. 45, pages 333–340, 2001.
- [Chaboche 78] J.L. Chaboche. *Description thermodynamique et phénoménologique de la viscosité cyclique avec endommagement*. Rapport technique, 1978.
- [Chaboche 84] J-L. Chaboche. *Anisotropic creep damage in the framework of continuum damage mechanics*. Nuclear Eng. and Design, vol. 79, pages 309–319, 1984.
- [Chaboche 86] J.L. Chaboche & G. Cailletaud. *On the calculation of structures in cyclic plasticity or viscoplasticity*. Comp. & Structures, vol. 23, no. 1, pages 23–31, 1986.
- [Chaboche 01] J.-L. Chaboche & F. Gallerneau. *An overview of the damage approach of durability modelling at elevated temperature*. Fat. & Fract. of Eng. Mater. & Struc., vol. 24, pages 405–418, 2001.
- [Chang 03] J.-C. Chang, C. Choi, J.-C. Kim & Y.-H. Yun. *Development of microstructure and mechanical properties of a Ni-base single-crystal superalloy by hot-isostatic pressing*. J. of Mater. Eng. & Perf., vol. 12, pages 420–425, 2003.
- [Chatterjee 10] D. Chatterjee, N. Hazari, N. Das & R. Mitra. *Microstructure and creep behavior of DMS4-type nickel based superalloy single crystals with orientations near $\langle 001 \rangle$ and $\langle 011 \rangle$* . Mater. Sci. Eng. A, vol. 528, no. 2, pages 604–613, 2010.
- [Chen 98] L.J. Chen, G. Yao, J.F. Tian, Z.G. Wang & H.Y. Zhao. *Fatigue and creep-fatigue behavior of a nickel-base superalloy at 850°C*. Int. J. Fatigue, vol. 20, no. 7, pages 543–548, 1998.

- [Cheng 11a] KuiYu Cheng, ChangYong Jo, Tao Jin & ZhuangQi Hu. *Precipitation behavior of μ phase and creep rupture in single crystal superalloy CMSX-4*. J. of Alloys & Comp., vol. 509, no. 25, pages 7078–7086, 2011.
- [Cheng 11b] K.Y. Cheng, C.Y. Jo, T. Jin & Z.Q. Hu. *Effect of stress on μ phase formation in single crystal superalloys*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 528, pages 2701–2710, 2011.
- [Choi 89] S.H. Choi & E. Krempl. *Viscoplastic theory based on overstress applied to the modeling of cubic single crystal*. European J. of Mech., vol. 8, pages 219–228, 1989.
- [Chrzanowski 76] M. Chrzanowski. *Use of the damage concept in describing creep-fatigue interaction under prescribed stress*. Inter. J. of Mech. Sci., vol. 18, no. 2, pages 69–73, 1976.
- [Clément 06] N. Clément, M. Benyoucef, M. Legros, P. Caron & A. Coujou. *In situ deformation at 850°C of standard and rafted microstructures of nickel base superalloys*. Mater. Sci. Forum, vol. 509, pages 57–62, 2006.
- [Condat 87] Marc Condat & Brigitte Décamps. *Shearing of γ' precipitates by single $a/2\langle 110 \rangle$ matrix dislocations in a γ/γ' Ni-based superalloy*. Scripta Metall., vol. 21, no. 5, pages 607–612, 1987.
- [Cormier 06] J. Cormier. *Comportement en fluage anisotherme à haute et très haute température du superalliage monocristallin MC2*. Thèse de Doctorat, ENSMA - Université de Poitiers (France), 2006.
- [Cormier 07a] J. Cormier, X. Milhet & 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, pages 7780–7786, 2007.
- [Cormier 07b] J. Cormier, X. Milhet & J. Mendez. *Non-isothermal creep at very high temperature of the nickel-based crystal superalloy MC2*. Acta Mater., vol. 55, pages 6250–6259, 2007.
- [Cormier 08a] J. Cormier, X. Milhet, J-L Champion & J. Mendez. *Simulation of very high temperature overheating during isothermal creep of single crystal Ni-base superalloy*. Adv. Eng. Mat., vol. 10, no. 1-2, pages 56–61, 2008.
- [Cormier 08b] J. Cormier, X. Milhet & J. Mendez. *Anisothermal creep behavior at very high temperature of a Ni-based superalloy single crystal*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 483-484, pages 594–597, 2008.
- [Cormier 08c] J. Cormier, X. Milhet, F. Vogel & J. Mendez. *Non-isothermal creep behavior of a second generation Ni-based single crystal superalloy : experiemntal characterization and modeling*. In R.C. Reed et al., éditeurs, Superalloys 2008, pages 941–949. TMS, September 2008.
- [Cormier 09] J. Cormier, P. Villechaise & X. Milhet. *γ' -phase morphology of Ni-based single crystal superalloys as an indicator of the stress concentration in the vicinity of pores*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 501, pages 61–69, 2009.

- [Cormier 10a] J. Cormier & G. Cailletaud. *Constitutive modeling of the creep behavior of single crystal superalloys under non-isothermal conditions inducing phase transformations*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 527, pages 6300–6312, 2010.
- [Cormier 10b] J. Cormier, M. Jouiad, F. Hamon, P. Villechaise & X. Milhet. *Very high temperature creep behavior of single crystal Ni-based superalloy under complex thermal cycling conditions*. Phil. Mag. Lett., vol. 90, no. 8, pages 611–620, 2010.
- [Cox 99] D.C. Cox, C.M.F. Rae & R.C. Reed. *Characterisation of damage accumulation during the creep deformation of CMSX-4 at 1150°C*. In R. Townsend et al., éditeur, Life Assessment of hot section gas turbine components, pages 119–133. 1999.
- [Cox 00] D.C. Cox. *Characterisation of the microstructural evolution in single crystal nickel-base superalloys*. Thèse de Doctorat, University of Cambridge (Angleterre), 2000.
- [Décamps 84] B. Décamps, M. Condat, P. Caron & T. Khan. *Dissociated matrix dislocations in a γ/γ' Ni-based single crystal superalloy*. Scripta Metall., vol. 18, no. 10, pages 1171–1174, 1984.
- [Defresnes 89] A. Defresnes. *Endommagement en fatigue oligocyclique à 650°C de superalliages monocristallins à base de nickel : influence de l'orientation cristallographique et d'une concentration de contrainte*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (France), 1989.
- [Desmorat 11] R. Desmorat & R. Marull. *Non-quadratic Kelvin modes based plasticity criteria for anisotropic materials*. Inter. J. of Plast., vol. 27, no. 3, pages 328–351, 2011.
- [Dimiduk 91] D.M. Dimiduk. *Dislocation structures and anomalous flow in $L1_2$ compounds*. J. Phys. III, vol. 1, no. 6, pages 1025–1053, 1991.
- [Diologent 02a] 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 (France), 2002.
- [Diologent 02b] F. Diologent, P. Caron, A. Jacques & P. Bastie. *Creep behaviour at 1050°C of a new generation single crystal superalloy*. pages 361–370. Creep Deformation : Fundamentals and Applications, TMS, 2002.
- [Diologent 03] F. Diologent, P. Caron, T. d'Almeida, A. Jacques & P. Bastie. *The γ/γ' mismatch in Ni based superalloys : In situ measurements during a creep test*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms, vol. 200, pages 346–351, 2003.
- [Dirand 11a] L. Dirand. *Fluage à haute température d'un superalliage monocristallin : expérimentation in situ en rayonnement synchrotron*. Thèse de Doctorat, Université de Nancy - Institut Jean Lamour (France), 2011.
- [Dirand 11b] L. Dirand, A. Jacques, J.-P. Chateau, T. Schenk, O. Ferry & P. Bastie. *Diffraction profile, strain distribution and dislocation densities*

- during stage II creep of a superalloy. *Adv. Mater. Res.*, vol. 278, pages 37–41, 2011.
- [Dirand 12] L. Dirand, J. Cormier, A. Jacques, J.-P. Chateau-Cornu, T. Schenk, O. Ferry & P. Bastie. *Measurement of the effective γ/γ' lattice mismatch during high temperature creep of Ni-based single crystal superalloy*. *Mater. Charact.* in press, 2012.
- [Dlouhy 01] A. Dlouhy, M. Probst-Hein & G. Eggeler. *Static dislocation interactions in thin channels between cuboidal particles*. *Mater. Sci. & Eng. A*, vol. 309-310, pages 278–282, 2001.
- [Dollar 88] M. Dollar & I.M. Bernstein. *The effect of temperature on the deformation structure of single crystal nickel base superalloys*. In S. Reichman *et al.*, éditeurs, *Superalloys 1988*, pages 275–284. TMS, September 1988.
- [Draper 89] S. Draper, D. Hull & R. Dreshfield. *Observations of directional gamma prime coarsening during engine operation*. *Metall. & Mater. Trans. A*, vol. 20, no. 4, pages 683–688, 1989.
- [Dryepondt 05] S. Dryepondt, D. Monceau, F. Crabos & E. Andrieu. *Static and dynamic aspects of coupling between creep behavior and oxydation on MC2 single crystal superalloy at 1150°C*. *Acta Mater.*, vol. 53, pages 4199–4209, 2005.
- [Dubiez-Le Goff 04] S. Dubiez-Le Goff, R. Couturier, L. Guétaz & H. Burel. *Effect of the microstructure on the creep behavior of PM Udimet 720 superalloy—experiments and modeling*. *Mater. Sci. & Eng. A*, vol. 387–389, no. 0, pages 599–603, 2004.
- [Duval 94] S. Duval, S. Chambrelan, P. Caron & D. Blavette. *Phase composition and chemical order in the single crystal nickel base superalloy MC2*. *Acta Metall. & Mater.*, vol. 42, no. 1, pages 185–194, 1994.
- [Dye 08] D. Dye, A. Ma & R.C. Reed. *Numerical modelling of creep deformation in a CMSX-4 single crystal superalloy turbine blade*. In R. C. Reed *et al.*, éditeurs, *Superalloys 2008*, pages 911–919. TMS, September 2008.
- [Dyson 77] B.F. Dyson & D. McLean. *Creep of Nimonic 80A in torsion and tension*. *Mater. Sci. & Tech.*, vol. 11, no. 2, pages 37–45, 1977.
- [Ebrahimi 08] Fereshteh Ebrahimi & Eboni F. Westbrooke. *Effect of HIP'ping on deformation anisotropy in a single-crystal Ni-based superalloy*. *Acta Mater.*, vol. 56, no. 16, pages 4349–4357, 2008.
- [Eggeler 97] G. Eggeler & A. Dlouhy. *On the formation of $\langle 010 \rangle$ -dislocations in the γ' -phase of superalloy single crystals during high temperature low stress creep*. *Acta Mater.*, vol. 45, no. 10, pages 4251–4262, 1997.
- [Embury 03] J.D. Embury, A. Deschamps & Y. Brechet. *The interaction of plasticity and diffusion controlled precipitation reactions*. *Scripta Mater.*, vol. 49, no. 10, pages 927–932, 2003.

- [Engler-Pinto 96] C.C. Engler-Pinto, C. Nosedà, M.Y. Nazmy & F. Rézai-Aria. *Interaction between creep and thermo-mechanical fatigue of CM247LC-DS*. In R.D. Kissinger *et al.*, éditeurs, Superalloys 1996, pages 319–325. TMS, September 1996.
- [Epishin 00] A.I. Epishin, T. Link, P.D. Portella & U. Brückner. *Evolution of the γ/γ' microstructure during high-temperature creep of a nickel-base superalloy*. Acta. Mater., vol. 48, pages 4169–4177, 2000.
- [Epishin 01] A.I. Epishin, T. Link, U. Brückner & P.D. Portella. *Kinetics of the topological inversion of the γ/γ' microstructure during creep of a nickel-based superalloy*. Acta. Mater., vol. 49, pages 4017–4023, 2001.
- [Epishin 02] A. Epishin, T. Link, U. Brückner & P.D. Portella. *Investigation of porosity in single-crystal nickel-base superalloy*. pages 710–714. 7th Liège conference on materials for advanced power engineering, 2002.
- [Epishin 04a] A. Epishin & T. Link. *Mechanisms of high temperature creep of nickel-base superalloys under low applied stress*. In K.A. Green *et al.*, éditeurs, Superalloys 2004, pages 137–143. TMS, September 2004.
- [Epishin 04b] A. Epishin & T. Link. *Mechanisms of high-temperature creep of nickel-based superalloys under low applied stresses*. Phil. Mag., vol. 84, no. 19, pages 1979–2000, 2004.
- [Epishin 04c] A. Epishin, T. Link, U. Brückner & P. Portella. *Effects of segregation in nickel-base superalloys : dendritic stresses*. In K.A. Green *et al.*, éditeurs, Superalloys 2004, pages 537–543. TMS, September 2004.
- [Epishin 08] A. Epishin, T. Link, M. Nazmy, M. Staubli & H. Klingelhoffner. *Microstructural degradation of CMSX-4 : Kinetics and effect on mechanical properties*. In R.C. Reed *et al.*, éditeurs, Superalloys 2008, pages 1–7. TMS, September 2008.
- [Epishin 09] A.I. Epishin, T. Link, H. Klingelhöffer, B. Fedelich, U. Brückner & P.D. Portella. *New technique for characterization of microstructural degradation under creep : Application to the nickel-base superalloy CMSX-4*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 510-511, pages 262–265, 2009.
- [Epishin 10] A.I. Epishin, T. Link, H. Klingelhöffer, B. Fedelich & P. Portella. *Creep damage of single-crystal nickel base superalloys : mechanisms and effect on low fatigue*. Mater. at high Temp., vol. 27, no. 1, pages 53–59, 2010.
- [Erikson 96] G.L. Erikson. *The development and application of CMSX-10*. In R.D. Kissinger *et al.*, éditeurs, Superalloys 1996, pages 35–44. TMS, September 1996.
- [Espié 96] L. Espié. *Etude expérimentale et modélisation numérique du comportement de monocristaux de superalliages*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (France), 1996.

- [Fan 02] Danan Fan, S.P. Chen, Long-Qing Chen & P.W. Voorhees. *Phase-field simulation of 2-D Ostwald ripening in the high volume fraction regime*. Acta Mater., vol. 50, no. 8, pages 1895–1907, 2002.
- [Fedelich 99] B. Fedelich. *A microstructure based constitutive model for the mechanical behavior at high temperatures of nickel-base single crystal superalloys*. Comp. Mater. Sci., vol. 16, pages 248–258, 1999.
- [Fedelich 02] B. Fedelich. *A microstructural model for the monotonic and the cyclic mechanical behavior of single crystals of superalloys at high temperatures*. Inter. J. of Plasticity, vol. 18, no. 1, pages 1–49, 2002.
- [Fedelich 08] B. Fedelich, A. Epishin, M. Nazmy, T. Tinga, J. Lapin & G. Künecke. *Case study : Degradation of SX alloy*. Rapport technique, COST 538, 2008.
- [Fedelich 09] B. Fedelich, G. Künecke, A.I. Epishin, T. Link & P.D. Portella. *Constitutive modelling of creep degradation due to rafting in single-crystalline Ni-base superalloys*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 510-511, pages 273–277, 2009.
- [Fedelich 12] B. Fedelich, A. Epishin, T. Link, H. Klingelhöffer, G. Künecke & P.D. Portella. *Rafting during high temperature deformation in a single crystal superalloy experiments and modelling*. In R.C. Reed *et al.*, éditeurs, Superalloys 2012, pages 491–500. TMS, sep 2012.
- [Feiereisen 03] J.P. Feiereisen, O. Ferry, A. Jacques & A. George. *Mechanical testing device for in situ experiments on reversibility of dislocation motion in silicon*. Nuclear Inst. & Meth. in Phys. Res. Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms, vol. 200, pages 339–345, 2003.
- [Fischer 11] F.D. Fischer & J. Svoboda. *Chemically and mechanically driven creep due to generation and annihilation of vacancies with non-ideal sources and sinks*. Inter. J. of Plasticity, vol. 27, pages 1384–1390, 2011.
- [Flageolet 05a] B. Flageolet. *Effet du vieillissement du superalliage base nickel N18 pour disques de turbines sur sa durabilité en fatigue et en fluage à 700°C*. Thèse de Doctorat, Université de Poitiers (France), 2005.
- [Flageolet 05b] B. Flageolet, M. Jouiad, P. Villechaise & J. Mendez. *On the role of γ particles within γ' precipitates on damage accumulation in the P/M nickel-base superalloy N18*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 399, no. 1–2, pages 199–205, 2005.
- [Fleury 92] E. Fleury. *Endommagement du superalliage monocristallin AM1 en fatigue isotherme et anisotherme*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (France), 1992.
- [Fredholm 87] 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 (France), January 1987.

- [Frenz 96] H. Frenz, J. Kinder, H. Klingelhöffer & P.D. Portella. *Behaviour of single crystal superalloys under cyclic loading at high temperatures*. In R.D. Kissinger *et al.*, éditeurs, Superalloys 1996, pages 305–312. TMS, 1996.
- [Gabb 86] T. Gabb, J. Gayda & R. Miner. *Orientation and temperature dependence of some mechanical properties of the single-crystal nickel-base superalloy René N4 : Part II. Low cycle fatigue behavior*. Metall. & Mater. Trans. A, vol. 17, pages 497–505, 1986.
- [Gallerneau 95] F. Gallerneau. *Etude et modélisation de l'endommagement d'un superalliage monocristallin revêtu pour aube de turbine*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (France), 1995.
- [Gallerneau 99] F. Gallerneau. *Modelling of anisotropy effects of a single crystal superalloy on its fatigue-creep resistance*. 1999.
- [Ganghoffer 91] J.F. Ganghoffer, A. Hazotte, S. Denis & A. Simon. *Finite element calculation of internal mismatch stresses in a single crystal nickel base superalloy*. Scripta Metall. & Mater., vol. 25, pages 2491–2496, 1991.
- [Gaubert 09] A. Gaubert. *Modélisation des effets de l'évolution microstructurale sur le comportement mécanique du superalliage monocristallin AM1*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (France), November 2009.
- [Ghighi 12] J. Ghighi, J. Cormier, E. Ostoja-Kuczynski, J. Mendez, G. Cailleaud & F. Azzouz. *A microstructure sensitive approach for the prediction of the creep behavior and life under complex loading paths*. Tech. Mech., vol. 32, no. 2-5, pages 205–220, 2012.
- [Ghosh 89] R.N. Ghosh & M. McLean. *Modelling the orientation dependence of tertiary creep in single crystal superalloys*. Scripta Metall., vol. 23, pages 1301–1306, 1989.
- [Ghosh 90] R.N. Ghosh, R.V. Curtis & M. McLean. *Creep deformation of single crystal superalloys - Modelling the crystallographic anisotropy*. Acta Metall. & Mater., vol. 38, no. 10, pages 1977–1992, 1990.
- [Giraud 12] R. Giraud, J. Cormier, Z. Hervier, D. Bertheau, K. Harris, J. Wahl, X. Milhet, J. Mendez & 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*. In R.C. Reed *et al.*, éditeurs, Superalloys 2012, pages 265–274. TMS, September 2012.
- [Giraud 13] R. Giraud, Z. Hervier, J. Cormier, G. Saint-Martin, F. Hamon, X. Milhet & J. Mendez. *Strain effect on the γ' dissolution at high temperatures of a nickel-based single crystal superalloy*. Metall. & Mater. Trans. A, vol. 44, pages 131–146, 2013.
- [Glas 96] R. Glas, M. Jouiad, P. Caron, N. Clément & H.O.K. Kirchner. *Order and mechanical properties of the γ matrix of superalloys*. Acta. Mater., vol. 44, no. 12, pages 4917–4926, 1996.

- [Glatzel 89] U. Glatzel & 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 Metall., vol. 23, no. 11, pages 1839–1844, 1989.
- [Gnäupel-Herold 95] T. Gnäupel-Herold & W. Reimers. *Stress states in the creep deformed single crystal nickelbase superalloy SC 16*. Scripta Metall. & Mater., vol. 33, no. 4, pages 615–621, 1995.
- [Goti 12] R. Goti, B. Viguier & F. Crabos. *Effect of thermal cycling on high temperature creep of coated CMSX-4*. In R.C. Reed *et al.*, éditeurs, Superalloys 2012, pages 411–419. TMS, September 2012.
- [Grose 81] D. Grose & G. Ansell. *The influence of coherency strain on the elevated temperature tensile behavior of Ni-15Cr-Al-Ti-Mo alloys*. Metall. & Mater. Trans. A, vol. 12, pages 1631–1645, 1981.
- [Gunturi 00] S.S.K. Gunturi, D.W. MacLachlan & D.M. Knowles. *Anisotropic creep in CMSX-4 in orientation distant from $\langle 001 \rangle$* . Mater. Sci. & Eng. A, vol. 289, pages 289–298, 2000.
- [Gurson 77] A.L. Gurson. *Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth : Part I - Yield criteria and flow rules for porous ductile media*. J. Eng. Mater. & Tech., vol. 99, no. 1-2, pages 2–15, 1977.
- [Hammi 07] Y. Hammi & M.F. Horstemeyer. *A physically motivated anisotropic tensorial representation of damage with separate functions for void nucleation, growth, and coalescence*. Inter. J. of Plast., vol. 23, no. 10–11, pages 1641–1678, 2007.
- [Han 10] G.M. Han, J.J. Yu, Y.L. Sun, X.F. Sun & Z.Q. Hu. *Anisotropic stress rupture properties of nickel-base single crystal superalloy SRR99*. Mater. Sci. Eng. A, vol. 527, pages 5383–5390, 2010.
- [Han 11] G.-M. Han, Y.-H. Yang, J.-J. Yu & X.-F. Sun. *Temperature dependence of anisotropic stress-rupture properties of nickel-based single crystal superalloy SRR99*. Trans. of Nonferrous Metals Soc. of China, vol. 21, no. 8, pages 1717–1721, 2011.
- [Hanriot 93] F. Hanriot. *Comportement du superalliage monocristallin AM1 sous sollicitations cycliques*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (France), 1993.
- [Hantcherli 12] M. Hantcherli, F. Pettinari-Sturmel, B. Viguier, J. Douin & A. Coujou. *Evolution of interfacial dislocation network during anisothermal high-temperature creep of a nickel-based superalloy*. Scripta Mater., vol. 66, no. 3–4, pages 143–146, 2012.
- [Hayhurst 72] D.R. Hayhurst. *Creep rupture under multi-axial states of stress*. J. Mech. Phys. Solids, vol. 20, pages 381–390, 1972.
- [Hemmersmeier 98] U. Hemmersmeier & M. Feller-Kniepmeier. *Element distribution in the macro- and microstructure of nickel base superalloy CMSX-4*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 248, pages 87–97, 1998.
- [Henderson 99] P. Henderson, L. Berglin & C. Jansson. *On the rafting in a single crystal nickel-base superalloy after high and low temperature creep*. Scripta Mater., vol. 40, no. 2, pages 229–234, 1999.

- [Heredia 86] F.E. Heredia & D.P. Pope. *The tension/compression flow asymmetry in a high γ' volume fraction nickel base alloy*. Acta Metall., vol. 34, no. 2, pages 279–285, 1986.
- [Heredia 91] F.E. Heredia & D.P. Pope. *The plastic flow of binary Ni₃Al single crystals*. Acta Metall. & Mater., vol. 39, no. 8, pages 2027–2036, 1991.
- [Herman 79] G. Herman & R. Lewitt. *Overview of image reconstruction from projections*. In Gabor Herman, éditeur, Image Reconstruction from Projections, volume 32 of *Topics in Applied Physics*, pages 1–8. Springer Berlin / Heidelberg, 1979.
- [Husseini 08] N.S. Husseini, D.P. Kumah, J.Z. Yi, C.J. Torbet, D.A. Arms, E.M. Dufresne, T.M. Pollock, J.W. Jones & R. Clarke. *Mapping single-crystal dendritic microstructure and defects in nickel-base superalloys with synchrotron radiation*. Acta. Mater., vol. 56, pages 4715–4723, 2008.
- [Hyde 96] T.H. Hyde, L. Xia & A.A. Becker. *Prediction of creep failure in aeroengine materials under multi-axial stress states*. Int. J. Mech. Sci., vol. 38, no. 4, pages 385–403, 1996.
- [Ichitsubo 03a] T. Ichitsubo, D. Koumoto, M. Hirao, K. Tanaka, M. Osawa, T. Yokokawa & H. Harada. *Elastic anisotropy of rafted Ni-base superalloy at high temperatures*. Acta. Mater., vol. 51, pages 4863–4869, 2003.
- [Ichitsubo 03b] T. Ichitsubo, D. Koumoto, M. Hirao, K. Tanaka, M. Osawa, T. Yokokawa & H. Harada. *Rafting mechanism for Ni-base superalloy under external stress : elastic or elastic-plastic phenomena ?* Acta. Mater., vol. 51, pages 4033–4044, 2003.
- [Iida 79] A. Iida & K. Kohra. *Separate measurements of dynamical and kinematical X-ray diffractions from silicon crystals with a triple crystal diffractometer*. Phys. Status Solidi (A), vol. 51, no. 2, pages 533–542, 1979.
- [Image Arriel 2C 77] Image Arriel 2C. Disponible sur internet à l'adresse <http://www.safran-group.com/site-safran/aerospatial/propulsion-aeronautique-et/moteurs-d-helicopteres/arriel/>, 1977.
- [Image Heinkel He 178 39] Image Heinkel He 178. Disponible sur internet à l'adresse <http://www.aviation-militaire.kazeo.com/avions-allemands/heinkel-he-178,a1746615.html>, 1939.
- [Image Turbomoteur 09] Image Turbomoteur. Disponible sur internet à l'adresse <http://www.fr.wikipedia.org/wiki/Turbomoteur>, 2009.
- [Inoue 09] T. Inoue, K. Tanaka, H. Adachi, K. Kishida, N.L. Okamoto, H. Inui, T. Yokokawa & H. Harada. *Evolution of orientation distributions of γ and γ' phases during creep deformation of Ni-base single crystal superalloys*. Acta. Mater., vol. 57, pages 1078–1085, 2009.
- [Jacques 03] A. Jacques & P. Bastie. *The evolution of the lattice parameter mismatch of a nickel-based superalloy during a high-temperature creep test*. Phil. Mag., vol. 83, no. 26, pages 3005–3027, 2003.

- [Jacques 04] A. Jacques, F. Diologent & P. Bastie. *In situ measurement of the lattice parameter mismatch of a nickel-base single-crystalline superalloy under variable stress*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 387-389, pages 944–949, 2004.
- [Jacques 12] A. Jacques, R. Giraud, J. Cormier, T. Schenk & O. Ferry. Personal communication, 2012.
- [Jordan 88] E.H. Jordan. *A review of single crystal plastic and viscoplastic behavior*. In G. Cailletaud *et al.*, éditeurs, Inter. Conf. on the Inelastic Behaviour of Solids : Models and Utilization, pages 239–255, 1988.
- [Kachanov 60] L.M. Kachanov. Theory of creep. National Lending Library, 1960.
- [Kakehi 99] K. Kakehi. *Influence of secondary precipitates and crystallographic orientation on the strength of single crystals of a Ni-based superalloy*. Metall. & Mater. Trans. A, vol. 30, pages 1249–1259, 1999.
- [Kakehi 00] K. Kakehi. *Effect of primary and secondary precipitates on creep strength of Ni-base superalloy single crystals*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 278, pages 135–141, 2000.
- [Kamaraj 98] M. Kamaraj, C. Mayr, M. Kolbe & G. Eggeler. *On the influence of stress state on rafting in the single crystal superalloy CMSX-6 under conditions of high temperature and low stress creep*. Scripta Mater., vol. 38, no. 4, pages 589–594, 1998.
- [Kamaraj 03] M. Kamaraj. *Rafting in single crystal nickel-base superalloys — An overview*. Sadhana, vol. 28, no. 1, pages 115–128, 2003.
- [Kaminski 07] M. Kaminski. *Modellisation de l'endommagement en fatigue des superalliages monocristallins pour aubes de turbines en zone de concentration de contrainte*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (France), 2007.
- [Kartal 12] M.E. Kartal, F.P.E. Dunne & A.J. Wilkinson. *Determination of the complete microscale residual stress tensor at a subsurface carbide particle in a single-crystal superalloy from free-surface EBSD*. Acta Mater., vol. 60, no. 13–14, pages 5300–5310, 2012.
- [Karunaratne 00] M.S.A. Karunaratne, D.C. Cox, P. Carter & R.C. Reed. *Modeling of the microsegregation in CMSX-4 superalloy and its homogenisation during heat treatment*. In T.M. Pollock *et al.*, éditeurs, Super alloys 2000, pages 263–272. TMS, 2000.
- [Kear 68] B.H. Kear, A.F. Giamei, J.M. Silcock & R.K. Ham. *Slip and climb processes in γ' precipitation hardened nickel-base alloys*. Scripta Metall., vol. 2, no. 5, pages 287–293, 1968.
- [Kear 74] B.H. Kear & J.M. Oblak. *Deformation modes γ' precipitation hardened nickel-base alloys*. J. Phys. Colloques, vol. 35, no. C7, pages 35–45, 1974.
- [Khan 86] T. Khan & P. Caron. *Effect of processing conditions and heat treatments on mechanical properties of single-crystal superalloy CMSX-2*. Materials Science and Technology, vol. 2, no. 5, pages 486–492, 1986.

- [Kim 07] T.-W. Kim, D.-H. Kang, J.-T. Yeom & N.-K. Park. *Continuum damage mechanics-based creep-fatigue-interacted life prediction of nickel-based superalloy at high temperature*. Scripta Mater., vol. 57, no. 12, pages 1149–1152, 2007.
- [Knowles 04] D.M. Knowles & D.W. MacLachlan. *The effect of material behaviour on the analysis of single crystal turbine blades : material model development*. Current Applied Physics, vol. 4, pages 300–303, 2004.
- [Kolbe 97] M. Kolbe, K. Neuking & G. Eggeler. *Dislocation reactions and microstructural instability during 1025°C shear creep testing of superalloy single crystals*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 234-236, pages 877–879, 1997.
- [Kolbe 98] M. Kolbe, A. Dlouhy & G. Eggeler. *Dislocation reactions at γ/γ' -interfaces during shear creep deformation in the macroscopic crystallographic shear system (001)[110] of CMSX-6 superalloy single crystals at 1025°C*. Mater. Sci. Eng. A, vol. 246, pages 133–142, 1998.
- [Komenda 97] J. Komenda & P.J. Henderson. *Growth of pores during the creep of a single crystal nickel-base superalloy*. Scripta Mater., vol. 37, no. 11, pages 1821–1826, 1997.
- [Kostka 07] A. Kostka, G. Mälzer, G. Eggeler, A. Dlouhy, S. Reese & T. Mack. *$L1_2$ phase cutting during high temperature and low stress creep of a Re-containing Ni-base single crystal superalloy*. J. Mater. Sci., vol. 42, pages 3951–3957, 2007.
- [Kraft 95] S. Kraft, I. Altenberger & H. Mughrabi. *Directional γ/γ' coarsening in a monocrystalline nickel-based superalloy during low-cycle thermomechanical fatigue*. Scripta Metall. & Mater., vol. 32, no. 3, pages 411–416, 1995.
- [Krempel 87] E. Krempel. *Models of viscoplasticity some comments on equilibrium (back) stress and drag stress*. Acta Mech., vol. 69, no. 1, pages 25–42, 1987.
- [Kuhn 91] H.-A. Kuhn, H. Biermann, T. Ungár & H. Mughrabi. *An X-ray study of creep-deformation induced changes of the lattice mismatch in the γ' -hardened monocrystalline nickel-base superalloy SRR 99*. Acta Metall. & Mater., vol. 39, no. 11, pages 2783–2794, 1991.
- [Landron 11] C. Landron. *Ductile damage characterization in dual-phase steels using X-ray tomography*. Thèse de Doctorat, INSA de Lyon (France), 2011.
- [Leckie 77] F.A. Leckie & D.R. Hayhurst. *Constitutive equations for creep rupture*. Acta Metall., vol. 25, no. 9, pages 1059–1070, 1977.
- [Legros 02] M. Legros, N. Clément, P. Caron & A. Coujou. *In-situ observation of deformation micromechanisms in a rafted γ - γ' superalloy at 850°C*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 337, pages 160–169, 2002.
- [Lemaître 75] J. Lemaître & J.-L. Chaboche. *A non-linear model of creep-fatigue damage cumulation and interaction*, pages 291–301. Jan Hult, 1975.

- [Lemaître 85] J. Lemaître & J.L. Chaboche. *Mécanique des matériaux solides*. Dunod, 1985.
- [Lesne 87] P.M. Lesne & S. Savalle. *A differential damage rule with microinitiation and micropropagation*. La Recherche Aérospatiale, vol. 2, 1987.
- [Leverant 70] Gerald Leverant & Bernard Kear. *The mechanism of creep in gamma' precipitation-hardened nickel-base alloys at intermediate temperatures*. Metall. & Mater. Trans. B, vol. 1, pages 491–498, 1970.
- [Leverant 73] G.R. Leverant, B.H. Kear & J.M. Oblak. *Creep of precipitation-hardened nickel-base alloy single crystals at high temperatures*. Metall. Trans., vol. 4, pages 355–362, 1973.
- [Levkovitch 06] V. Levkovitch, R. Sievert & B. Svendsen. *Simulation of deformation and lifetime behavior of a fcc single crystal superalloy at high temperature under low-cycle fatigue loading*. Inter. J. of Fatigue, vol. 28, pages 1791–1802, 2006.
- [Li 07] S. Li, J. Tao, T. Sugui & H. Zhuangqi. *Influence of precipitate morphology on tensile creep of a single crystal nickel-base superalloy*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 454-455, no. 0, pages 461–466, 2007.
- [Lifshitz 61] I.M. Lifshitz & V.V. Slyzov. *The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions*. J. Phys. Chem. Solids, vol. 19, no. 1-2, pages 35–50, 1961.
- [Link 05] T. Link, A. Epishin, M. Klaus, U. Brückner & A. Reznicek. *<001> dislocations in nickel-base superalloys : formation and role in creep deformation*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 405, no. 1–2, pages 254–265, 2005.
- [Link 06] T. Link, S. Zabler, A.I. Epishin, A. Haibel, M. Bansal & X. Thibault. *Synchrotron tomography of porosity in single-crystal nickel-base superalloys*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 425, pages 47–54, 2006.
- [Link 07] T. Link, A. Epishin & A. Haibel. Investigation of microporosity in single-crystal nickel-base superalloys by different experimental techniques. Personal communication, 2007.
- [Link 11] T. Link, A. Epishin, M. Paulisch & T. May. *Topography of semicoherent γ/γ' interfaces in superalloys : Investigation of the formation mechanism*. Mater. Sci. Eng. A, vol. 528, pages 6225–6234, 2011.
- [Liu 08] J.L. Liu, T. Jin, X.F. Sun, J.H. Zhang, H.R. Guan & Z.Q. Hu. *Anisotropy of stress rupture properties of a Ni base single crystal superalloy at two temperatures*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 479, no. 1–2, pages 277–284, 2008.
- [Locq 04] D. Locq, P. Caron, S. Raujol, F. Pettinari, A. Coujou & N. Clément. *On the role of tertiary γ' precipitates in the creep behaviour at 700°C of a pm disk superalloy*. In K.A. Green *et al.*, éditeurs, *Superalloys 2004*, pages 179–187. TMS, September 2004.

- [Lopez-Galilea 12] I. Lopez-Galilea, S. Huth, W. Theisen, T. Fockenbergh & S. Chakraborty. *Effect of high pressure and high temperature on the microstructural evolution of a single crystal Ni-based superalloy*. In press in *J. of Mater. Sci.*, 2012.
- [Lukáš 96] P. Lukáš, J. Čadek, V. Šustek & L. Kunz. *Creep of CMSX-4 single crystals of different orientations in tension and compression*. *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 208, pages 149–157, 1996.
- [Ma 08a] A. Ma, D. Dye & R.C. Reed. *A model for the creep deformation behaviour of single-crystal superalloy CMSX-4*. *Acta Mater.*, vol. 56, pages 1657–1670, 2008.
- [Ma 08b] S. Ma, V. Seetharaman & Bhaskar S. Majumdar. *CRSS of γ/γ' phases from in situ neutron diffraction of a directionally solidified superalloy tension tested at 900°C*. *Acta Mater.*, vol. 56, no. 15, pages 4102–4113, 2008.
- [Machon 96] L. Machon & G. Sauthoff. *Deformation behaviour of Al-containing C14 Laves phase alloys*. *Intermetallics*, vol. 4, no. 6, pages 469–481, 1996.
- [MacKay 82] R. MacKay & R. Maier. *The influence of orientation on the stress rupture properties of nickel-base superalloy single crystals*. *Metall. & Mater. Trans. A*, vol. 13, pages 1747–1754, 1982.
- [Mackay 84] R.A. Mackay & L.J. Ebert. *Factors which influence directional coarsening of γ' during creep in nickel-base superalloy single crystals*. In M. Gell *et al.*, éditeurs, *Superalloys 1984*, pages 135–144. TMS, September 1984.
- [MacKay 85] R. MacKay & L. Ebert. *The development of $\gamma-\gamma'$ lamellar structures in a nickel-base superalloy during elevated temperature mechanical testing*. *Metall. & Mater. Trans. A*, vol. 16, no. 11, pages 1969–1982, 1985.
- [MacLachlan 00a] D.W. MacLachlan & D.M. Knowles. *Creep-behavior modeling of the single crystal superalloy CMSX-4*. *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 31, pages 1401–1411, 2000.
- [MacLachlan 00b] D.W. MacLachlan, L.W. Wright, S.S.K. Gunturi & D.M. Knowles. *Modelling the anisotropic and biaxial creep behaviour of Ni-base single crystal superalloys CMSX-4 and SRR99 at 1223K*. In T.M. Pollock *et al.*, éditeurs, *Superalloys 2000*, pages 357–366. TMS, 2000.
- [MacLachlan 01] D.W. MacLachlan, L.W. Wright, S. Gunturi & D.M. Knowles. *Constitutive modelling of anisotropic creep deformation in single crystal blade alloys SRR99 and CMSX-4*. *Int. J. of Plasticity*, vol. 17, pages 441–467, 2001.
- [MacLachlan 02] D.W. MacLachlan, G.S.K. Gunturi & D.M. Knowles. *Modelling the uniaxial creep anisotropy of nickel base single crystal superalloys CMSX-4 and RR2000 at 1023 K using a slip system based finite element approach*. *Comp. Mater. Sci.*, vol. 25, pages 129–141, 2002.

- [Maire 07] E. Maire, P. Colombo, J. Adrien, L. Babout & L. Biasetto. *Characterization of the morphology of cellular ceramics by 3D image processing of X-ray tomography*. Journal of the European Ceramic Society, vol. 27, no. 4, pages 1973–1981, 2007.
- [Maire 08] E. Maire, O. Bouaziz, M. Di Michiel & C. Verdu. *Initiation and growth of damage in a dual-phase steel observed by X-ray microtomography*. Acta Mater., vol. 56, no. 18, pages 4954–4964, 2008.
- [Marchal 06] N. Marchal. *Propagation de fissures en fatigue-fluage à haute température de superalliages monocristallins à base de nickel*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (France), 2006.
- [Matan 98] N. Matan, H.M.A. Winand, P. Carter, M.S.A. Karunaratne, P.D. Bogdanoff & R.C. Reed. *A coupled thermodynamic/kinetic model for diffusional process in superalloys*. Acta. Mater., vol. 46, no. 13, pages 4587–4600, 1998.
- [Matan 99a] N. Matan, D.C. Cox, P. Carter, M.A. Rist, C.M.F. Rae & R.C. Reed. *Creep of CMSX-4 superalloy single crystals : Effects of misorientation and temperature*. Acta. Mater., vol. 47, no. 5, pages 1549–1563, 1999.
- [Matan 99b] N. Matan, D.C. Cox, C.M.F. Rae & R.C. Reed. *On the kinetics of rafting in CMSX-4 superalloy single crystal*. Acta. Mater., vol. 47, no. 7, pages 2031–2045, 1999.
- [Mayr 95] C. Mayr, G. Eggeler, G.A. Webster & G. Peter. *Double shear creep testing of superalloy single crystals at temperatures above 1000°C*. Mater. Sci. Eng. A, vol. 199, pages 121–130, 1995.
- [Mayr 96] C. Mayr, G. Eggeler & A. Dlouhy. *Analysis of dislocation structures after double shear creep deformation of CMSX-6 superalloy single crystals at temperatures above 1000°C*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 207, pages 51–63, 1996.
- [McCusker 99] L. B. McCusker, R. B. Von Dreele, D. E. Cox, D. Louër & P. Scardi. *Rietveld refinement guidelines*. J. of App. Crystallography, vol. 32, no. 1, pages 36–50, Feb 1999.
- [McLean 00] M. McLean & B.F. Dyson. *Modeling the effects of damage and microstructural evolution on the creep behavior of engineering alloys*. J. Eng. Mater. & Tech., vol. 122, no. 3, pages 273–278, 2000.
- [Méric 91] L. Méric, P. Poubanne & G. Cailletaud. *Single crystal modeling for structural calculations : Part 1 - Model presentation*. J. Eng. Mater. Tech., vol. 113, pages 162–170, 1991.
- [Milhet 10] X. Milhet, J. Cormier & A. Organista. *On the role of the internal stress during non-isothermal creep life of a first generation Nickel based single crystal superalloy*. Mater. Sci. Eng. A, vol. 527, no. 9, pages 2280–2288, 2010.
- [Mills 06] K.C. Mills, Y.M. Youssef, Z. Li & Y. Su. *Calculation of Thermophysical Properties of Ni-based Superalloys*. ISIJ Inter., vol. 46, no. 5, pages 623–632, 2006.

- [Miner 86a] R. Miner, T. Gabb, J. Gayda & K. Hemker. *Orientation and temperature dependence of some mechanical properties of the single-crystal nickel-base superalloy René N4 : Part III. Tension-compression anisotropy*. Metall. & Mater. Trans. A, vol. 17, pages 507–512, 1986.
- [Miner 86b] R. Miner, R. Voigt, J. Gayda & T. Gabb. *Orientation and temperature dependence of some mechanical properties of the single-crystal nickel-base superalloy René N4 : Part I. Tensile behavior*. Metall. & Mater. Trans. A, vol. 17, pages 491–496, 1986.
- [Mohles 99] V. Mohles, D. Rönnpagel & E. Nembach. *Simulation of dislocation glide in precipitation hardened materials*. Comp. Mater. Sci., vol. 16, pages 144–150, 1999.
- [Morinaga 84] M. Morinaga, N. Yukawa, H. Adachi & H. Ezaki. *New phacomp and its applications to alloy design*. In M. Gell *et al.*, éditeurs, Superalloys 1984, pages 523–532. TMS, September 1984.
- [Moverare 09] J.J. Moverare, S. Johansson & R.C. Reed. *Deformation and damage mechanisms during thermal-mechanical fatigue of a single-crystal superalloy*. Acta. Mater., vol. 57, pages 2266–2276, 2009.
- [Mughrabi 96] H. Mughrabi, S. Kraft & M. Ott. *Specific aspects of isothermal and anisothermal fatigue of the monocristalline nickel-base superalloy CMSX-6*. In R.D. Kissinger *et al.*, éditeurs, Superalloys 1996, pages 335–344. TMS, September 1996.
- [Müller 92a] L. Müller, U. Glatzel & M. Feller-Kniepmeier. *Modelling thermal misfit stresses in nickel-base superalloys containing high volume fraction of γ' phase*. Acta. Metall. & Mater., vol. 40, no. 6, pages 1321–1327, 1992.
- [Müller 92b] L. Müller, T. Link & M. Feller-Kniepmeier. *Temperature dependence of the thermal lattice mismatch in a single crystal nickel-base superalloy measured by neutron diffraction*. Scripta Metall. & Mater., vol. 26, no. 8, pages 1297–1302, 1992.
- [Murakami 81a] S. Murakami & T. Imaizumi. *Mechanical description of creep damage state and its experimental verification*. In J. Lemaitre, éditeur, Euromech on Damage Mechanics, 147, 1981.
- [Murakami 81b] S. Murakami & N. Ohno. *A continuum theory of creep and creep damage*. In Creep in Structures, 3rd IUTAM Symposium, pages 422–444, 1981.
- [Murakumo 04] T. Murakumo, T. Kobayashi, Y. Koizumi & H. Harada. *Creep behaviour of Ni-base single-crystal superalloys with various γ' volume fraction*. Acta. Mater., vol. 52, pages 3737–3744, 2004.
- [Murphy 68] H.J. Murphy, C.T. Sims & A.M. Beltran. *Phacomp revisited*. Struct. Stab. Super., vol. 1, pages 47–66, 1968.
- [Nabarro 96] F.R.N. Nabarro, C.M. Cress & P. Kotschy. *The thermodynamic driving force for rafting in superalloys*. Acta. Mater., vol. 44, no. 8, pages 3189–3198, 1996.

- [Nathal 85] M. Nathal & L. Ebert. *The influence of cobalt, tantalum, and tungsten on the elevated temperature mechanical properties of single crystal nickel-base superalloys*. Metall. & Mater. Trans. A, vol. 16, pages 1863–1870, 1985.
- [Nathal 87] M.V. Nathal & R.A. Mackay. *The stability of lamellar γ - γ' structures*. Mater. Sci. & Eng., vol. 85, pages 127–138, 1987.
- [Nathal 88] M.V. Nathal, J.O. Diaz & R.V. Miner. *High temperature creep behavior of single crystal γ' and γ alloys*. In C.C. Koch et al., éditeurs, MRS Fall Meeting, volume 133, pages 269–275, 1988.
- [Nie 08] X.W. Nie, S.Q. Lu & K.L. Wang. *Effect of mechanical alloying on the structure and properties of NbCr₂ Laves phase fabricated by hot pressing*. Powder Tech., vol. 184, no. 3, pages 333–336, 2008.
- [Nissley 91] D. Nissley, T. Meyer & K. Walker. *Life predictions and constitutive models for engine hot section anisotropic materials*. Rapport technique NAS3-23939, Pratt & Whitney, 1991.
- [Nouailhas 88] D. Nouailhas. *Modélisation de l'écrouissage et de la restauration en viscoplasticité cyclique*. Revue Phys. Appl., vol. 23, pages 339–349, 1988.
- [Nouailhas 89] D. Nouailhas. *Un modèle de viscoplasticité cyclique pour matériaux anisotropes à symétrie cubique*. Note aux Comptes Rendus de l'Académie des Sciences de Paris, pages 887–890, 1989.
- [Nouailhas 91] D. Nouailhas & J.P. Culie. *Development and application of a model for single-crystal superalloys*. In Int. Symp. High Temperature Constitutive Modeling : Theory and Application, ASME Winter Annual Meeting, 1991.
- [Nouailhas 93] D. Nouailhas, P. Pacou, G. Cailletaud, F. Hanriot & L. Rémy. *Experimental study of the anisotropic behavior of the CMSX2 single-crystal superalloy under tension-torsion loadings*. Adv. in Multiaxial Fat., vol. 114, pages 244–258, 1993.
- [Nouailhas 95] D. Nouailhas & G. Cailletaud. *Tension-torsion behavior of single-crystal superalloys : experiment and finite element analysis*. Int. J. of Plasticity, vol. 11, no. 4, pages 451–470, 1995.
- [Nouailhas 96] D. Nouailhas & G. Cailletaud. *Finite element analysis of the mechanical behavior of two-phase single-crystal superalloys*. Scripta Mater., vol. 34, no. 4, pages 565–571, 1996.
- [Ohe 84] J. Ohe & S. Wakita. *Practical method of thermal history analysis by γ' morphology changes in nickel-base superalloy*. pages 93–102, 1984.
- [Ohno 93] N. Ohno & J.-D. Wang. *Kinematic hardening rules with critical state of dynamic recovery, part I : formulation and basic features for ratchetting behavior*. Inter. J. of Plast., vol. 9, no. 3, pages 375–390, 1993.
- [Orowan 48] E. Orowan. *Discussion on internal stresses*. In Symposium on Internal Stresses in Metals, pages 451–458, 1948.

- [Ott 99a] M. Ott & 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*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 272, pages 24–30, 1999.
- [Ott 99b] M. Ott, U. Tetzlaff & H. Mughrabi. Influence of directional coarsening on the isothermal high-temperature fatigue behaviour of the monocrystalline nickel-base superalloys CMSX-6 and CMSX-4. H. Mughrabi, G. Gottstein, H. Mecking, H. Riedel, J. Tobolski, 1999.
- [Paris 97] O. Paris, M. Fahrman, E. Fahrman, T.M. Pollock & P. Fratzl. *Early stages of precipitate rafting in a single crystal Ni-Al-Mo model alloy investigated by small-angle X-ray scattering and T.E.M.* Acta. Mater., vol. 45, no. 3, pages 1085–1097, 1997.
- [Peirce 82] D. Peirce, R.J. Asaro & A. Needleman. *An analysis of nonuniform and localized deformation in ductile single crystals*. Acta Metall., vol. 30, no. 6, pages 1087–1119, 1982.
- [Peirce 83] D. Peirce, R.J. Asaro & A. Needleman. *Material rate dependence and localized deformation in crystalline solids*. Acta Metall., vol. 31, no. 12, pages 1951–1976, 1983.
- [Perruchaut 97] P. Perruchaut. *Etude des interactions fatigue-fluage-oxydation à 950°C dans l'endommagement du superalliage monocrystallin AM1*. Thèse de Doctorat, Université de Poitiers (France), 1997.
- [Pessah-Simonetti 92] M. Pessah-Simonetti, P. Caron & T. Khan. *Effect of μ phase on the mechanical properties of a nickel-base single crystal superalloy*. In S.D. Antolovitch *et al.*, éditeurs, Superalloys 1992, pages 567–576. TMS, September 1992.
- [Pessah-Simonetti 94] M. Pessah-Simonetti. *Effets des instabilités structurales sur les propriétés mécaniques su superalliages monocrystallins MC2*. Thèse de Doctorat, Université Paris-Sud Centre d'Orsay (France), 1994.
- [Pessah-Simonetti 98] M. Pessah-Simonetti & P. Caron. *Role and behaviour of μ phase during deformation of a nickel-based single crystal superalloy*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 254, pages 1–12, 1998.
- [Pettinari 01] F. Pettinari, M. Prem, G. Krexner, P. Caron, A. Coujou, H.O.K. Kirchner & N. Clément. *Local order in industrial and model γ phases of superalloys*. Acta Mater., vol. 49, no. 13, pages 2549–2556, 2001.
- [Pigrova 05] G.D. Pigrova. *TCP-phases in nickel-base alloys with elevated chromium content*. Metal Sci. Heat Treat., vol. 47, no. 11-12, pages 544–551, 2005.
- [Pineau 76] A. Pineau. *Influence of uniaxial stress on the morphology of coherent precipitates during coarsening—elastic energy considerations*. Acta Metall., vol. 24, no. 6, pages 559–564, 1976.
- [Pollock 92] T.M. Pollock & A.S. Argon. *Creep resistance of CMSX-3 nickel-base superalloy single crystals*. Acta. Metall. Mater, vol. 40, no. 1, pages 1–30, 1992.

- [Pollock 94] T.M. Pollock & A.S. Argon. *Directional coarsening in nickel-base single crystals with high volume fractions of coherent precipitates*. Acta Metall. & Mater., vol. 42, no. 6, pages 1859–1874, 1994.
- [Pope 84] D.P. Pope & S.S. Ezz. *Mechanical properties of Ni₃Al and nickel-base alloys with high volume fraction of γ* . Inter. Mater. Rev., vol. 29, pages 136–167, 1984.
- [Poubanne 90] P. Poubanne, P. Caron & T. Khan. *Characterization and modelling of the anisotropic mechanical behavior of Ni-based single crystal superalloys for turbine blades*. 17th ICAS Congress, September 1990.
- [Preußner 09] J. Preußner, Y. Rudnik, H. Brehm, R. Völkl & U. Glatzel. *A dislocation density based material model to simulate the anisotropic creep behavior of single-phase and two-phase single crystals*. Inter. J. of Plast., vol. 25, no. 5, pages 973–994, 2009.
- [Prikhodko 03] S.V. Prikhodko & A.J. Ardell. *Coarsening of γ' in Ni-Al alloys aged under uniaxial compression : I. Early-stage kinetics*. Acta. Mater., vol. 51, pages 5001–5012, 2003.
- [Probst-Hein 99] M. Probst-Hein, A. Dlouhy & G. Eggeler. *Interface dislocations in superalloy single crystals*. Acta. Mater., vol. 47, no. 8, pages 2497–2510, 1999.
- [Probst-Hein 01] M. Probst-Hein, A. Dlouhy & G. Eggeler. *Dislocation interaction in γ -channels between γ' -particles of superalloy single crystals*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 319-321, pages 379–382, 2001.
- [Pyczak 00] F. Pyczak, H. Biermann, H. Mughrabi, A. Volek & R.F. Singer. *CEBD-measurement of residual internal strains in the neighbourhood of TCP-phases in Ni-base superalloys*. In T.M. Pollock *et al.*, éditeurs, Superalloys 2000, pages 367–376. TMS, September 2000.
- [Quested 84] P.N. Quested & M. McLean. *Solidification morphologies in directionally solidified superalloys*. Mater. Sci. & Eng., vol. 65, no. 1, pages 171–180, 1984.
- [Rabotnov 69] Y.N. Rabotnov. *Creep problems in structural members*. North Holland, 1969.
- [Rae 00] C.M.F. Rae, M.S.A. Karunaratne, C.J. Small, R.W. Broomfield, C.N. Jones & R.C. Reed. *TCP phases in an experimental rhenium-containing single crystal superalloy*. In T.M. Pollock *et al.*, éditeurs, Superalloys 2000, pages 767–776. TMS, September 2000.
- [Rae 01] C.M.F. Rae, N. Matan & R.C. Reed. *The role of stacking fault shear in the primary creep of [001]-oriented single crystal superalloys at 750°C and 750 MPa*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 300, pages 125–134, 2001.
- [Rae 05] C.M.F. Rae, M.S. Hook & R.C. Reed. *The effect of TCP morphology on the development of aluminide coated superalloys*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 396, no. 1–2, pages 231–239, 2005.
- [Rae 07] C.M.F. Rae & R.C. Reed. *Primary creep in single crystal superalloys : Origins, mechanisms and effects*. Acta. Mater., vol. 55, pages 1067–1081, 2007.

- [Raffaitin 06] A. Raffaitin, D. Monceau, E. Andrieu & F. Crabos. *Cyclic oxidation of coated and uncoated single-crystal nickel-based superalloy MC2 analyzed by continuous thermogravimetry analysis*. Acta Mater., vol. 54, no. 17, pages 4473–4487, 2006.
- [Raffaitin 07] A. Raffaitin, D. Monceau, F. Crabos & E. Andrieu. *The effect of thermal cycling on the high-temperature creep behavior of a single crystal nickel-based superalloy*. Scripta Mater., vol. 56, pages 277–280, 2007.
- [Rao 04] S.I. Rao, T.A. Parthasarathy, D.M. Dimiduk & P.M. Hazzledine. *Discrete dislocation simulations of precipitation hardening in superalloys*. Phil. Mag. Lett., vol. 84, no. 30, pages 3195–3215, 2004.
- [Raujol 04] S. Raujol, F. Pettinari, D. Locq, P. Caron, A. Coujou & N. Clément. *Creep straining micro-mechanisms in a powder-metallurgical nickel-based superalloy*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 387-389, pages 678–682, 2004.
- [Reed 99] R.C. Reed, N. Matan, D.C. Cox, M.A. Rist & M.F. Rae. *Creep of CMSX-4 superalloy single crystal : Effects of rafting at high temperature*. Acta. Mater., vol. 47, no. 12, pages 3367–3381, 1999.
- [Reed 07a] R.C. Reed, D.C. Cox & C.M.F. Rae. *Damage accumulation during creep deformation of a single crystal superalloy at 1150°C*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 448, pages 88–96, 2007.
- [Reed 07b] R.C. Reed, D.C. Cox & C.M.F. Rae. *Kinetics of rafting in a single crystal superalloy : effects of residual microsegregation*. Mater. Sci. & Tech., vol. 23, no. 8, pages 893–902, 2007.
- [Rees 87] D.W.A. Rees. *Life prediction techniques for combined creep and fatigue*. Progress in Nuclear Energy, vol. 19, no. 3, pages 211–239, 1987.
- [Roebuck 01] B. Roebuck, D.C. Cox & R.C. Reed. *The temperature dependance of γ' volume fraction in a Ni-based single crystal superalloy from resistivity measurements*. Scripta Mater., vol. 44, pages 917–921, 2001.
- [Roy 97] N. Roy & R.N. Ghosh. *Modelling effects of specimen size and shape on creep of metals and alloys*. Scripta Mater., vol. 36, no. 12, pages 1367–1372, 1997.
- [Royer 97] A. Royer & P. Bastie. *A non-destructive technique for the microstructural investigation of nickel base single crystal superalloys : high resolution diffraction of high energy synchrotron radiation*. Scripta Mater., vol. 36, no. 10, pages 1151–1159, 1997.
- [Royer 98] A. Royer, P. Bastie & M. Véron. *In situ determination of γ' phase volume fraction and of relations between lattice parameters and precipitate morphology in Ni-based single crystal superalloy*. Acta. Mater., vol. 46, no. 15, pages 5357–5368, 1998.
- [Royer 01] A. Royer, A. Jacques, P. Bastie & M. Véron. *The evolution of the lattice parameter mismatch of nickel based superalloy : an in situ study during creep deformation*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 319-321, pages 800–804, 2001.

- [Sabnis 12] P.A. Sabnis, M. Mazière, S. Forest, Nagaraj K. Arakere & F. Ebrahimi. *Effect of secondary orientation on notch-tip plasticity in superalloy single crystals*. Inter. J. of Plast., vol. 28, no. 1, pages 102–123, 2012.
- [Salvo 03] L Salvo, P Cloetens, E Maire, S Zabler, J.J Blandin, J.Y Buffière, W Ludwig, E Boller, D Bellet & C Josserond. *X-ray microtomography an attractive characterisation technique in materials science*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms, vol. 200, pages 273–286, 2003.
- [Samoilov 11] A. Samoilov, R. Nazarkin, N. Petrushin & N. Moiseeva. *Misfit as a characteristic of the level of interfacial stresses in single-crystal nickel superalloys*. Russian Met. (Metally), vol. 2011, pages 459–464, 2011.
- [Sarosi 07] P.M. Sarosi, R. Srinivasan, G. Eggeler, M.V. Nathal & M.J. Mills. *Observations of $a\langle 010 \rangle$ dislocations during the high-temperature creep of Ni-based superalloy single crystals deformed along the $[001]$ orientation*. Acta Mater., vol. 55, pages 2509–2518, 2007.
- [Sass 94] V. Sass, W. Schneider & H. Mughrabi. *On the orientation dependence of the intermediate-temperature creep behaviour of a monocrystalline nickel-base superalloy*. Scripta Metall. & Mater., vol. 31, no. 7, pages 885–890, 1994.
- [Schlipf 73] J. Schlipf. *On the plastic deformation associated with the Kirkendall effect*. Acta Metall., vol. 21, no. 4, pages 435–440, 1973.
- [Schmid 35] E. Schmid & W. Boas. *Kristallplastizität mit besonderer Berücksichtigung der Metalle*. 1935.
- [Schulze 01] C. Schulze & M. Feller-Kniepmeier. *Phase compositions and lattice misfit in CMSX-11B partition coefficients in single crystal nickel base superalloys*. Scripta Mater., vol. 44, pages 731–736, 2001.
- [Seiser 11] B. Seiser, R. Drautz & D.G. Pettifor. *TCP phase predictions in Ni-based superalloys : Structure maps revisited*. Acta Mater., vol. 59, no. 2, pages 749–763, 2011.
- [Serin 04] K. Serin, G. Göbenli & G. Eggeler. *On the influence of stress state, stress level and temperature on γ -channel widening in the single crystal superalloy CMSX-4*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 387-389, pages 133–137, 2004.
- [Shah 83] D.M. Shah. *Orientation dependence of creep behavior of single crystal γ' (Ni_3Al)*. Scripta Metall., vol. 17, no. 8, pages 997–1002, 1983.
- [Shah 84] D.M. Shah & D.N. Duhl. *The effect of orientation, temperature and γ' size on the yield strength of a single crystal nickel base superalloy*. In M. Gell *et al.*, éditeurs, Superalloys 1984, pages 105–114. TMS, September 1984.
- [Shewmon 89] P.G. Shewmon. Diffusion in solids. The minerals, metals and materials Society, 1989.

- [Shui 06] L. Shui, S. Tian, T. Jin & Z. Hu. *Influence of pre-compression on microstructure and creep characteristic of a single crystal nickel-base superalloy*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 418, pages 229–235, 2006.
- [Siebörger 01] D. Siebörger, H. Knake & U. Glatzel. *Temperature dependence of the elastic moduli of the nickel-base superalloy CMSX-4 and its isolated phases*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 298, no. 1–2, pages 26–33, 2001.
- [Singh 72] B. Singh & K. Gupta. *Laves and μ phases in the Nb-Fe-Si and Nb-Co-Si systems*. Metall. & Mater. Trans. B, vol. 3, pages 1427–1431, 1972.
- [Soucail 96] M. Soucail & Y. Bienvenu. *Dissolution of the γ' phase in a nickel base superalloy at equilibrium and under rapid heating*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 220, no. 1–2, pages 215–222, 1996.
- [Srinivasan 00] R. Srinivasan, G. Eggeler & M.J. Mills. *γ' -cutting as rate-controlling recovery process during high-temperature and low-stress creep of superalloy single crystals*. Acta. Mater., vol. 48, no. 20, pages 4867–4878, 2000.
- [Staroselsky 08] A. Staroselsky & B. Cassenti. *Mechanisms for tertiary creep of single crystal superalloy*. Mech. Time-Depend Mater., vol. 12, pages 275–289, 2008.
- [Staroselsky 10] A. Staroselsky & B. Cassenti. *Combined rate-independent plasticity and creep model for single crystal*. Mech. of Mater., vol. 42, pages 945–959, 2010.
- [Staroselsky 11] A. Staroselsky & B. Cassenti. *Creep, plasticity, and fatigue of single crystal superalloy*. Inter. J. of Sol. & Struct., vol. 48, pages 2060–2075, 2011.
- [Stouffer 96] D.C. Stouffer & L.T. Dame. *Inelastic deformation of metals : models, mechanical, properties and metallurgy*. John Wiley & Sons, 1996.
- [Sugui 99] T. Sugui, Z. Jinghua, Z. Huihua, Y. Hongcai, X. Yongbo & H. Zhuangqi. *Aspects of primary creep of a single crystal nickel-base superalloy*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 262, pages 271–278, 1999.
- [Sugui 00] T. Sugui, Z. Huihua, Z. Jinghua, Y. Hongcai, X. Yongbo & H. Zhuangqi. *Formation and role of dislocation networks during high temperature creep of a single crystal nickel-base superalloy*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 279, pages 160–165, 2000.
- [Sugui 10] T. Sugui, W. Minggang, L. Tang, Q. Benjiang & X. Jun. *Influence of TCP phase and its morphology on creep properties of single crystal nickel-based superalloys*. Mater. Sci. Eng. A, 2010.
- [Sujata 10] M. Sujata, M. Madan, K. Raghavendra, M.A. Venkataswamy & S.K. Bhaumik. *Identification of failure mechanisms in nickel base superalloy turbine blades through microstructural study*. Eng. Failure Analysis, vol. 17, pages 1436–1446, 2010.

- [Sun 88] Y. Q. Sun & P. M. Hazzledine. *A TEM weak-beam study of dislocations in γ' in a deformed Ni-based superalloy*. Phil. Mag. A, vol. 58, no. 4, pages 603–617, 1988.
- [Suortti 95] P. Suortti & Th. Tschentscher. *High energy scattering beamlines at European Synchrotron Radiation Facility*. Rev. of Sci. Inst., vol. 66, no. 2, pages 1798–1801, feb 1995.
- [Svetlov 92] I.L. Svetlov, B.A. Golovko, A.I. Epishin & N.P. Abalakin. *Diffusional mechanism of γ' -phase particles coalescence in single crystals of nickel-base superalloys*. Scripta Metall. & Mater., vol. 26, no. 9, pages 1353–1358, 1992.
- [Svoboda 96] J. Svoboda & P. Lukas. *Modelling of kinetics of directional coarsening in Ni-superalloys*. Acta. Mater., vol. 44, no. 6, pages 2557–2565, 1996.
- [Svoboda 97] J. Svoboda & P. Lukas. *Modelling of recovery controlled creep in nickel-base superalloy single crystals*. Acta. Mater., vol. 45, no. 1, pages 125–135, 1997.
- [Swanson 87] G.A. Swanson, I. Linask, D.M. Nissley, P.P. Norris, T.G. Meyer & K.P. Walker. *Life prediction and constitutive models of engine hot section anisotropic materials program*. Rapport technique 179594, NASA, 1987.
- [Tabourot 97] L. Tabourot, M. Fivel & E. Rauch. *Generalised constitutive laws for f.c.c. single crystals*. Mater. Sci. and Eng. A, vol. 234-236, pages 639–642, 1997.
- [Takeyama 91] M. Takeyama & C.T. Liu. *Microstructure and mechanical properties of Laves-phase alloys based on Cr_2Nb* . Mater. Sci. & Eng. A, vol. 132, no. 0, pages 61–66, 1991.
- [Tan 11] X.P. Tan, J.L. Liu, X.P. Song, T. Jin, X.F. Sun & Z.Q. Hu. *Measurements of γ/γ' lattice misfit and γ' volume fraction for a Ru-containing nickel-based single crystal superalloy*. J. of Mater. Sci. & Tech., vol. 27, no. 10, pages 899–905, 2011.
- [Taylor 27] G.I. Taylor. *The Distortion of Crystals of Aluminium under Compression. Part II. Distortion by Double Slipping and Changes in Orientation of Crystal Axes during Compression*. Proc. R. Soc. Lond. A, vol. 116, no. 773, pages 16–38, 1927.
- [Tetzlaff 00] U. Tetzlaff & H. Mughrabi. *Enhancement of the high-temperature tensile creep strength of monocrystalline nickel-base superalloys by pre-rafting in compression*. In T.M. Pollock *et al.*, éditeurs, Super-alloys 2000, pages 273–282. TMS, September 2000.
- [Thoma 01] D.J. Thoma. *Intermetallics : Laves Phases*. In K. H. Jürgen Buschow *et al.*, éditeur, Encyclopedia of Materials : Science and Technology (Second Edition), pages 4205–4213. Elsevier, Oxford, second édition, 2001.
- [Tian 12] Sugui Tian, Shu Zhang, Chenxi Li, Huichen Yu, Yong Su, Xingfu Yu & Lili Yu. *Microstructure evolution and analysis of a $[011]$ orientation, single-crystal, nickel-based superalloy during tensile creep*. Metall. & Mater. Trans. A, pages 1–10, 2012.

- [Tien 71a] J. Tien & S. Copley. *The effect of orientation and sense of applied uniaxial stress on the morphology of coherent gamma prime precipitates in stress annealed nickel-base superalloy crystals*. Metall. & Mater. Trans. B, vol. 2, no. 2, pages 543–553, 1971.
- [Tien 71b] J. Tien & S. Copley. *The effect of uniaxial stress on the periodic morphology of coherent gamma prime precipitates in nickel-base superalloy crystals*. Metall. & Mater. Trans. B, vol. 2, pages 215–219, 1971.
- [Tinga 08] T. Tinga, W.A.M. Brekelmans & M.G.D. Geers. *Incorporating strain gradient effects in a multiscale constitutive framework for nickel-base superalloys*. Phil. Mag., vol. 88, no. 30-32, pages 3793–3825, 2008.
- [Tinga 09a] T. Tinga. *Multiscale modelling of single crystal superalloys for gas turbine blades*. Thèse de Doctorat, Eindhoven University of technology (Pays-Bas), May 2009.
- [Tinga 09b] T. Tinga, W.A.M. Brekelmans & M.G.D. Geers. *Directional coarsening in nickel-base superalloys and its effect on the mechanical properties*. Comp. Mater. Sci., vol. 47, pages 471–481, 2009.
- [Tinga 09c] T. Tinga, W.A.M. Brekelmans & M.G.D. Geers. *Time-incremental creep-fatigue damage rule for single crystal Ni-base superalloys*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 508, pages 200–208, 2009.
- [Touratier 09] F. Touratier, E. Andrieu, D. Poquillon & B. Viguier. *Rafting microstructure during creep of the MC2 nickel-based superalloy at very high temperature*. Mater. Sci. Eng. A, vol. 510-511, pages 244–249, 2009.
- [Touratier 11] F. Touratier, B. Viguier, C. Siret, S. Lesterlin & E. Andrieu. *Dislocation mechanisms during high temperature creep experiments on MC2 alloy*. Adv. Mater. Res., vol. 278, pages 7–12, 2011.
- [Tvergaard 89] V. Tvergaard. *Material Failure by Void Growth to Coalescence*. In John W. Hutchinson & Theodore Y. Wu, éditeurs, , volume 27 of *Adv.in App. Mech.*, pages 83–151. Elsevier, 1989.
- [Vallés 94] J.L. Vallés & D.J. Arrell. *Monte Carlo simulation of anisotropic coarsening in nickel-base superalloys*. Acta Metall. & Mater., vol. 42, no. 9, pages 2999–3008, 1994.
- [Van Sluytman 12] J.S. Van Sluytman & T.M. Pollock. *Optimal precipitate shapes in nickel-base γ - γ' alloys*. Acta Mater., vol. 60, no. 4, pages 1771–1783, 2012.
- [Vattré 09a] A. Vattré. *Durcissement des superalliages monocristallins : des mécanismes physiques à la modélisation continue*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (France), 2009.
- [Vattré 09b] A. Vattré, B. Devincre & A. Roos. *Dislocation dynamics simulations of precipitation hardening in Ni-based superalloys with high γ' volume fraction*. Intermetallics, vol. 17, pages 988–994, 2009.

- [Vattré 10] A. Vattré, B. Devincere & A. Roos. *Orientation dependance of plastic deformation in nicke-based single crystal superalloys : Discrete-continuous model simulations*. Acta. Mater., vol. 58, no. 6, pages 1938–1951, 2010.
- [Vattré 11] A. Vattré & B. Fedelich. *On the relationship between anisotropic yield strength and internal stresses in single crystal superalloys*. Mech. of Mater., vol. 43, no. 12, pages 930–951, 2011.
- [Vaunois 10] J.-R. Vaunois, J. Cormier, P. Villechaise, A. Devaux & B. Flageolet. *Influence of both γ' distribution and grain size on the tensile properties of Udimet 720Li at room temperature*. In E.A. Ott et al., éditeurs, 7th Int. Symp. on Superalloy 718 & Derivatives, pages 199–213. TMS, 2010.
- [Véron 95] M. Véron. *Etude et modélisation de la coalescence orientée dans les superalliages à base de Nickel*. Thèse de Doctorat, Institut national polytechnique de Grenoble (France), 1995.
- [Véron 96] M. Véron, Y. Bréchet & F. Louchet. *Directional coarsening of Ni-based superalloys : computer simulation at the mesoscopic level*. Acta. Mater., vol. 44, no. 9, pages 3633–3641, 1996.
- [Véron 97] M. Véron & P. Bastie. *Strain induced directional coarsening in nickel based superalloys : Investigation on kinetics using the small angle neutron scattering (SANS) technique*. Acta Mater., vol. 45, no. 8, pages 3277–3282, 1997.
- [Veyssière 96] P. Veyssière & G. Saada. *Microscopy and plasticity of the L_{12} γ' phase*. In F.R.N. Nabarro & M.S. Duesbery, éditeurs, L_{12} Ordered Alloys, volume 10 of *Dislocations in Solids*, pages 253–441. Elsevier, 1996.
- [Viguier 11] B. Viguier, F. Touratier & E. Andrieu. *High-temperature creep of single-crystal nickel-based superalloy : microstructural changes and effects of thermal cycling*. Phil. Mag., vol. 91, no. 35, pages 4427–4446, 2011.
- [Volek 04] A. Volek & R.F. Singer. *Influence of solidification conditions on TCP phase formation, casting porosity and high temperature mechanical properties in a Re-containing nickel-base superalloy with columnar grain structure*. In K.A. Green et al., éditeurs, Superalloys 2004, pages 713–718. TMS, September 2004.
- [Volek 06] A. Volek, R.F. Singer, R. Buerger, J. Grossmann & Y. Wang. *Influence of TCP phase formation on creep rupture life of directionally solidified nickel-base superalloys*. Met. Mater. Trans. A, vol. 37, pages 405–410, 2006.
- [Volkl 94] R. Volkl, U. Glatzel & M. Feller-Kniepmeier. *Analysis of matrix and interfacial dislocations in the nickel base superalloy CMSX-4 after creep in $[-111]$ direction*. Scripta Metall. & Mater., vol. 31, no. 11, pages 1481–1486, 1994.
- [Von Keitz 02] A. Von Keitz & G. Sauthoff. *Laves phases for high temperatures - Part II : Stability and mechanical properties*. Intermetallics, vol. 10, pages 497–510, 2002.

- [Wagner 61] C. Wagner. *Theorie der alterung von niederschlagen durch umlosen (Ostwald-Reifung)*. Zeitschrift für Elektrochemie, vol. 65, no. 7, pages 581–591, 1961.
- [Walston 91] W. Walston, I. Bernstein & A. Thompson. *The Role of the γ/γ eutectic and porosity on the tensile behavior of a single-crystal nickel-base superalloy*. Metall. & Mater. Trans. A, vol. 22, pages 1443–1451, 1991.
- [Wang 09] L.N. Wang, Y. Liu, J.J. Yu, Y. Xu, X.F. Sun, H.R. Guan & Z.Q. Hu. *Orientation and temperature dependence of yielding and deformation behavior of a nickel-base single crystal superalloy*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 505, no. 1–2, pages 144–150, 2009.
- [Wang 10] D. Wang, J. Zhang & L.H. Lou. *On the role of μ phase during high temperature creep of a second generation directionally solidified superalloy*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 527, pages 5161–5166, 2010.
- [Weck 08] A. Weck, D.S. Wilkinson & E. Maire. *Observation of void nucleation, growth and coalescence in a model metal matrix composite using X-ray tomography*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 488, no. 1–2, pages 435–445, 2008.
- [Wen 05] J. Wen, Y. Huang, K.C. Hwang, C. Liu & M. Li. *The modified Gurson model accounting for the void size effect*. Inter. J. of Plast., vol. 21, no. 2, pages 381–395, 2005.
- [Whitesell 01] H.S. Whitesell & R.A. Overfelt. *Influence of solidification variables on the microstructure, macrosegregation, and porosity of directionally solidified Mar-M247*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 318, no. 1–2, pages 264–276, 2001.
- [Wilson 03] B.C. Wilson, J.A. Hickman & G.E. Fuchs. *The effect of solution heat treatment on a single crystal Ni-based superalloy*. J. Mineral, vol. 55, pages 35–40, 2003.
- [Wilson 08a] B. Wilson & G. Fuchs. *Primary creep : Secondary gamma prime and the rhenium effect*. J. of the Minerals, Metals and Materials Society, vol. 60, pages 43–48, 2008.
- [Wilson 08b] B.C. Wilson, E.R. Cutler & G.E. Fuchs. *Effect of solidification parameters on the microstructures and properties of CMSX-10*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 479, no. 1–2, pages 356–364, 2008.
- [Xingfu 09] Y. Xingfu, T. Sugui, D. Hongqiang, Y. Huichen & W. Minggang. *Microstructure evolution of a pre-compression nickel-base single-crystal superalloy during tensile creep*. Mater. Sci. & Eng. A, vol. 506, pages 80–86, 2009.
- [Yamashita 06] M. Yamashita & K. Kakehi. *Tension/compression asymmetry in yield and creep strengths of Ni-based superalloy with a high amount of tantalum*. Scripta Mater., vol. 55, no. 2, pages 139–142, 2006.
- [Yang 07] J.X. Yang, Q. Zheng, X.F. Sun, H.R. Guan & Z.Q. Hu. *Topologically close-packed phase precipitation in a nickel-base superalloy during thermal exposure*. Mater. Sci. Eng. A, vol. 465, pages 100–108, 2007.

- [Yue 98] Z. Yue & Z. Lu. *The influence of crystallographic orientation and strain rate on the high-temperature low-cyclic fatigue property of a nickel-base single-crystal superalloy*. Metall. & Mater. Trans. A, vol. 29, pages 1093–1099, 1998.
- [Yue 99] Z.F. Yue & Z.Z. Lu. *Rafting prediction criterion for nickel-base single crystals under multiaxial stresses and crystallographic orientation dependence of creep behavior*. Acta Metall. Sinica, vol. 12, no. 2, pages 149–154, 1999.
- [Zhang 02] J.X. Zhang, T. Murakumo, Y. Koizumi, T. Kobayashi, H. Harada & S. Masaki JR. *Interfacial dislocation networks strengthening a fourth-generation single-crystal TMS-138 superalloy*. Metall. & Mater. Trans. A, vol. 33, pages 3741–3746, 2002.
- [Zhang 03a] J. X. Zhang, T. Murakumo, Y. Koizumi & H. Harada. *The influence of interfacial dislocation arrangements in a fourth generation single crystal TMS-138 superalloy on creep properties*. J. Mater. Sci., vol. 38, no. 24, pages 4883–4888, 2003.
- [Zhang 03b] J.X. Zhang, T. Murakumo, H. Harada & Y. Koizumi. *Dependance of creep strength on the interfacial dislocations in a fourth generation SC superalloy TMS-138*. Scripta Mater., vol. 48, pages 287–293, 2003.
- [Zhang 03c] J.X. Zhang, T. Murakumo, Y. Koizumi, T. Kobayashi & H. Harada. *Slip geometry of dislocations related to cutting of the γ' phase in a new generation single-crystal superalloy*. Acta. Mater., vol. 51, pages 5073–5081, 2003.
- [Zhang 04] J.X. Zhang, T. Murakumo, H. Harada, Y. Koizumi & T. Kobayashi. *Creep deformation mechanisms in some modern single-crystal superalloys*. In K.A. Green *et al.*, éditeurs, Superalloys 2004, pages 189–195. TMS, September 2004.
- [Zhang 05] J.X. Zhang, J.C. Wang, H. Harada & Y. Koizumi. *The effect of lattice misfit on the dislocation motion in superalloys during high-temperature low-stress creep*. Acta. Mater., vol. 53, pages 4623–4633, 2005.
- [Zhang 12] S. Zhang, D. Wang, J. Zhang & L. Lou. *Orientation Dependence of Stress Rupture Properties of a Ni-based Single Crystal Superalloy at 760 °C*. J. of Mater. Sci. & Tech., vol. 28, no. 3, pages 229–233, 2012.
- [Zhu 12] Z. Zhu, H. Basoalto, N. Warnken & R.C. Reed. *A model for the creep deformation behaviour of nickel-based single crystal superalloys*. Acta Mater., vol. 60, no. 12, pages 4888–4900, 2012.
- [Zrník 01] J. Zrník, J. Semeňák, V. Vrchovinský & P. Wangyao. *Influence of the hold period on creep-fatigue deformation behaviour of nickel base superalloy*. Mater. Sci. Eng. A, vol. 319-321, pages 637–642, 2001.

Étude et modélisation des effets d'incursions haute température sur le comportement mécanique d'un superalliage monocristallin pour aubes de turbine

Ce travail s'inscrit dans le contexte de la modélisation et de la prévision de la durée de vie des aubes de turbine haute pression des turbines à gaz. Ces pièces sont réalisées en superalliage monocristallin base nickel tel que le MC2, matériau principal de l'étude. En service, ces dernières sont soumises à des conditions extrêmes de température et de contrainte. Des régimes d'urgence, dits O.E.I. ("One Engine Inoperative"), peuvent aussi survenir sur un hélicoptère bi-moteur : un des deux moteurs s'arrête ce qui provoque une augmentation de la température en sortie de chambre de combustion pour le moteur restant en fonctionnement. Dans le cadre de ce travail, le comportement anisotherme en fluage et en fatigue/fluage du superalliage monocristallin a été étudié afin de déterminer les répercussions des surchauffes à 1200°C sur le comportement mécanique ultérieur à 1050°C. Il a pu être déterminé que le temps de pré-endommagement avant la surchauffe joue un rôle capital vis-à-vis de la durée de vie post-surchauffe. Cette influence est très dépendante de l'état microstructural du matériau sur lequel est réalisée la surchauffe (morphologie des précipités γ' , contraintes de cohérence entre les phases γ et γ'). Du point de vue des mécanismes d'endommagement, il a aussi été constaté que le niveau de température a une importance majeure en modifiant les contraintes de cohérence entre les deux phases γ et γ' . L'état microstructural jouant un rôle majeur sur la durée de vie lors des essais isothermes et anisothermes, une étude de l'évolution de la microstructure γ/γ' autour des particules de phase intermétallique μ a été faite, ainsi qu'une mesure expérimentale de l'évolution de la porosité, mesurée par des analyses tomographiques grâce à des essais de fluage multi-interrompus à haute température. Ceci a permis d'aboutir à un paramètre de dommage, à la frontière entre métallurgie et mécanique, prenant en compte les évolutions microstructurales. La coalescence orientée se déroulant à haute température, connue sous le nom de mise en radeaux, a une forte influence sur le comportement et l'endommagement des superalliages monocristallins. Ainsi, un nouveau modèle de mise en radeaux, prenant en compte la vitesse de sollicitation, a été implémenté dans le modèle de plasticité cristalline couplé comportement/endommagement *Polystar*. Ceci a permis d'améliorer la modélisation des essais longs. D'autres modifications ont été effectuées afin d'améliorer la modélisation lors des essais cycliques et de relaxation. Ce nouveau modèle a été testé et validé sur une éprouvette bi-entaillée générant des champs mécaniques multiaxiaux pendant un essai de fluage complexe anisotherme.

Mots-clés : Chargement anisotherme, Microstructure γ/γ' , Comportement mécanique, Coalescence orientée, Endommagement, Plasticité cristalline, Calculs par éléments finis, Modèle micro-mécanique, Phase μ , Porosité, Contraintes de cohérence

Experimental analysis and modeling of the effects of high temperature incursions on the mechanical behavior of a single crystal superalloy for turbine blades

This work is in the context of modeling and predicting the life of high pressure turbine blades of gas turbines. These components are made of nickel base single crystal superalloy such as the studied material MC2. Under operating conditions, they can be submitted to extreme stress and temperature conditions such as O.E.I. ("One Engine Inoperative") which can also occur on a twin-engine helicopter : one engine stops which causes an increase in the outlet temperature of the combustion chamber for the remaining engine. In this work, the non-isothermal creep and creep/fatigue behaviors of single crystal superalloy have been studied to determine the impact of overheating at 1200°C on the subsequent mechanical behavior at 1050 °C. It has been determined that the prior thermomechanical degradation before an overheating plays an important role on the remaining life fraction. This influence is very dependent on the microstructural state of the material on which is performed the overheating (precipitate morphology of γ' , coherency stress between the γ and γ' phases). From the damage mechanisms point of view, it was also found that the temperature level has a major importance in changing the coherency stresses between these two phases. The microstructural state plays a major role on the isothermal and non-isothermal life. Thus, the evolutions of the γ/γ' microstructure around the intermetallic μ phase particles have been studied as the porosity (determined by tomographic analysis through multi-interrupted creep tests at high temperature) which has led to a damage parameter taking into account microstructural evolutions and at the borderline between metallurgy and mechanics. Since the γ' directional coarsening is known to have an impact on the mechanical behavior at high temperature, a new model taking into account the γ' rafting has been designed. It takes into account the strain rate sensitivity of the γ' rafting and it was implemented in the coupled behavior/damage model of crystal plasticity named *Polystar* model. This has improved the modeling of long tests. Other changes were made to improve the cyclic and relaxation behaviors. This new model has been tested and validated on a notched specimen generating multiaxial mechanical fields during a non-isothermal complex creep test.

Keywords : Non-isothermal loadings, γ/γ' microstructure, Mechanical behavior, γ' Rafting, Damage, Crystal plasticity, Finite element modeling, Micromechanical model, μ phase, Porosity, Coherency stresses