



Mécanismes de déformation et d'amorçage de fissures dans l'alliage Udimet™ 720Li en relation avec les paramètres microstructuraux

Baptiste Larrouy

► To cite this version:

Baptiste Larrouy. Mécanismes de déformation et d'amorçage de fissures dans l'alliage Udimet™ 720Li en relation avec les paramètres microstructuraux. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2014. Français. NNT : 2014ESMA0019 . tel-01129092

HAL Id: tel-01129092

<https://theses.hal.science/tel-01129092>

Submitted on 10 Mar 2015

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

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

THESE

Pour l'obtention du Grade de
DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE
ET D'AEROTECHNIQUE
(Diplôme National - Arrêté du 7 août 2006)

Ecole Doctorale :
Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique
Secteur de recherche: Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces

Présentée par:

Baptiste LARROUY

Mécanismes de déformation et d'amorçage de fissures dans l'Udimet™ 720Li en relation avec les paramètres microstructuraux

Directeur de thèse : **Patrick VILLECHAISE**

Co-encadrant : **Jonathan CORMIER**

Soutenue le 11 Décembre 2014

D. DELAGNES	Maître Assistant, Institut Clément Ader, Mines, Albi	Rapporteur
E. ANDRIEU	Professeur, ENSIACET, Toulouse	Rapporteur
H. MUGHRABI	Professeur, Université Friedrich Alexander, Erlangen (Allemagne)	Examineur
B. BACROIX	Directrice de Recherche CNRS, Université Paris XIII, Paris	Examinatrice
N. BOZZOLO	Professeur, CEMEF, Sophia Antipolis	Présidente
P. VILLECHAISE	Directeur de Recherche CNRS, Institut P', Poitiers	Examineur
J. CORMIER	Maître de Conférences, ISAE-ENSMA, Institut P', Poitiers	Examineur
O. BERTEAUX	Ingénieur Matériaux, Turboméca (Safran), Bordes	Examineur

- Remerciements -

Cette thèse est le fruit d'une étroite collaboration entre l'ENSMA et Turboméca. A ce titre, je tiens à remercier Mrs Pierre Monge-Cadet et Jean-Claude Garcia pour m'avoir accueilli successivement au sein du Département Matériaux, Procédés et Expertises de Turboméca. De façon analogue je remercie Mrs Jean-Claude Grandidier et Yves Nadot pour leur accueil au Département Physique et Mécanique des Matériaux de l'ENSMA.

Je tiens à sincèrement remercier les membres de mon jury pour l'intérêt qu'ils ont manifesté pour mes résultats de thèse et sur la qualité de la discussion que nous avons pu avoir. Eric Andrieu et Denis Delagnes ont eu la lourde (et chronophage..) tâche d'en être les rapporteurs. Qu'ils soient remerciés pour la pertinence de leurs remarques et leurs foisonnantes idées sur le sujet. De même je remercie Nathalie Bozzolo d'avoir accepté la présidence de ce beau jury. Enfin, un grand merci à Brigitte Bacroix et Hael Mughrabi d'avoir activement alimenté le débat. L'histoire des « micro-volumes » ne fait que commencer...

Cette thèse s'inscrit dans le cadre plus large du groupe de travail COMMETAD_720 dont je tiens à remercier tous les membres : Christian Dumont, Caroline Crozet, Denis Béchet et Alexandre Devaux (Aubert & Duval), Jean-Michel Franchet (SAFRAN), Denis Delagne, Vincent Desalis, Farad Reza-Araï, Pascal Lamesle et Paul LeBaillif (Ecole Nationale Supérieure des Mines d'Albi) ainsi que mes encadrants chez Turboméca et à l'Ensma. C'est au cours de ces réunions de travail que me sont venues plusieurs idées d'essais pour ma thèse. Aussi, je vous remercie pour nos enrichissantes discussions et saute sur l'occasion pour souhaiter une bonne fin de thèse à Paul ! Je n'ai aucun doute sur la qualité de ton futur manuscrit.

Voilà maintenant presque cinq ans que je travaille au B2000. Je tiens à remercier vivement Sandrine Lesterlin et Antoine Organista de la confiance et du soutien qu'ils m'ont toujours manifesté que ce soit en stage ou en thèse. Je rigole encore en repensant à ce déplacement aux Ancizes durant lequel les bonbons de l'accueil ont été notre seul repas du soir ! Cela m'amène à adresser mes sincères remerciements à Olivier Berteaux (premier au petit déj' du lendemain matin !) pour la qualité de son écoute et la pertinence de ses conseils tout au long de ces trois années. J'ai beaucoup apprécié notre collaboration et celle-ci n'est pas terminée. J'ai eu avec Philippe Belaygue, François Vogel, Jean-Manuel Ruppert, Nicolas Rizzi de croustillants échanges au sujet de ... l'Udimet 720 (GG ! les grains fins sont moins rigolo...) et en profite pour les

remercier, tout comme l'ensemble des « ingés » matériaux, de leur précieux conseils au cours de ces dernières années.

Sans Jean-Phi Lapuyade, René Péhau, Abdel Izouglou, Jean-Claude Monvoisin, Jérôme Dastugue, Franck Vernis et Pierre Labarrère ainsi que Didier Ribère aucun essai n'aurait pu être réalisé. Merci ! De même j'adresse un merci « spécial » à Laurent Houze, Jean-Claude Lafond, Michel Péninou, Armand Laborde, Nicolas Tauzin-Petit, « Pépé » Pérez, Camille Castaing et Seb Cloute qui forment la sacrée équipe de la « métallo » que j'ai rejoint avec un plaisir non caché ☐ .

Comment évoquer la « métallo » sans parler du duo de choc formé d'Alain Naya et de « Dédé » Escalé ! Je vous remercie vivement d'avoir su me transmettre votre passion et quelques-unes de vos connaissances. Profitez bien de cette retraite méritée.

Enfin, un grand merci aux stagiaires, doctorants, apprentis du B2000 que j'ai croisé au cours de ces dernières années et en lesquels j'ai trouvé de vrais amis : je pense en premier lieu à Raph (« La Gote ») et Rémi (« La Giraude ») tous deux membres du clan des « vétos du B2000 », mais aussi à JB le kenyan, Vince, Cédric, Aurélia, Thomas, Lavignotte, Thibault, Nabil, Gahü, Jean-Baptiste, Rital71, Pierrick ... ainsi qu'à la nouvelle génération Gaultier, Thibault, Benjamin, Marine, Nicolas, Melissa, Gaëlle, Odin, ... Pour clore la page béarnaise de ces remerciements, je tiens à citer les « extérieurs » à Turbo avec qui j'ai pu partager de sacrés moments de rigolade : Julien sud-Ouest et sa croque maïs, Marie la mi-basque, Fabinou, la moneinchonne, Chloé, etc...

La disponibilité dont mes encadrants, Patrick Villechaise et Jonathan Cormier, ont su faire preuve ces trois années durant, au même titre que la qualité des nombreux échanges que nous avons eus ont été un moteur essentiel à l'accomplissement de mes travaux de thèse. Travailler avec vous a été un vrai bonheur et j'espère fortement pouvoir poursuivre notre collaboration dans le futur ! D'autant plus que vous me devez une revanche ... Un très grand merci à Denis Bertheau et à sa fine équipe Guillaume Benoit, Anne-Laure Gorge, Florence Hamon, Florent Mauget, Damien Marchand, Médéric Morisset, Maxime Cruz, Marc Toulminet, Mickael Gueguen ainsi qu'aux techniciens de l'atelier pour leur savoir-faire précieux : Jean-Louis Brangeon, Laurent Jouvanneau, Jacques Lefort, Nicolas Desseigne.

Au cours de ces deux années passées au labo j'ai trouvé en mes camarades de fortune (et en leurs stagiaires → grolindo) une vraie deuxième famille ! La dream-team du B01 : Thibal, Bibé, Gnou, Elodie, Aude, Améloch, Selim, Louis, ainsi que Belette, Le lion, Julien Twist, Momo, Le

bonhomme, Suzanne, etc... Entre parties de coinche enflammées, soirées papi, trails, combos Moe's/Villagio (qui m'ont valu le doux surnom de « Mr Perrier »), parties de rugby (in situ bureau) et plus récemment initiation au claquett'ball, je n'oublierai jamais ces deux ans en votre compagnie ! Je vous souhaite le meilleur et même plus pour la suite ! On se revoit bientôt ;)

Le plus grand Merci s'adresse à mes parents, ma sœur et ma famille pour leur soutien inconditionnel depuis toutes ces années. Je vous aime fort !

Un merci spécial à celle qui a du jongler entre périodes d'euphorie, de déprime, de speed, de calme (peu avec moi...) et bien pire → de rédaction ! Tu m'as soutenu avec toute la tendresse et la compréhension dont j'avais besoin et je t'en remercie ma Rarhou.

Mes derniers remerciements iront à ma mamie sans qui je n'en serai jamais arrivé là. Je me plais à penser que tu es fière de ton nounours là où tu es...

« L'objectif peut être un km vertical, un ultra-trail, un marathon, mais aussi jouer un morceau de musique, réaliser une peinture, résoudre une théorie, des études. L'important ce n'est pas tant le résultat que le chemin parcouru pour y parvenir »

Kilian Jornet, *Courir ou mourir*,

« En essayant continuellement on finit par réussir. Donc : plus ça rate, plus on a de chance que ça marche »

Les Shadoks

Chapitre I . Analyse du comportement mécanique pour différentes microstructures de l'alliage Udimet™ 720Li	22
I.1 Etude bibliographique des relations entre traitement thermique et microstructure métallurgique	24
I.1.1 Les superalliages à base de Nickel.....	24
I.1.2 L'Udimet™ 720Li.....	25
I.1.2.1 Composition chimique	25
I.1.2.2 Microstructure métallurgique	26
I.1.3 Relations entre le traitement thermique appliqué et la microstructure.....	27
I.1.3.1 La mise en solution	27
I.1.3.1.1 Influence de la vitesse de refroidissement sur la taille des précipités	29
I.1.3.1.2 Morphologie des précipités de refroidissement	33
I.1.3.2 Le/les vieillissement(s)	35
I.2 Obtention de microstructures académiques pour l'analyse de l'influence des paramètres microstructuraux sur le comportement mécanique de l'alliage Udimet 720	36
I.2.1 Présentation des microstructures industrielle et "académiques"	36
I.2.1.1 Contexte industriel	36
I.2.1.2 Microstructure industrielle – « Duplex »	38
I.2.1.3 Microstructures académiques à gros grains (GG)	39
I.2.1.3.1 Microstructure à gros grains et précipitation standard (GG/Std)	39
I.2.1.3.2 Microstructure à gros grains et précipitation fine (GG/ γ' fins)	40
I.2.1.3.3 Microstructure à gros grains et précipitation grossière (GG/ γ' grossiers)	40
I.2.1.4 Microstructure académique à grains fins (GF/Std)	41
I.2.2 Analyse quantitative de la microstructure industrielle et des microstructures académiques.....	44
I.2.2.1 Protocole expérimental	44
I.2.2.1.1 Préparation et observation des échantillons	44
I.2.2.1.2 Quantification de la précipitation par analyse d'images	45
I.2.2.2 Résultats de l'analyse microstructurale quantitative	47
I.3 Etude bibliographique des relations entre la microstructure et les propriétés mécaniques (traction monotone, fatigue oligocyclique)	51
I.3.1 Mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations : cas des superalliages durcis par précipitation	51
I.3.1.1 Le contournement dit « d'Orowan »	53
I.3.1.2 Le cisaillement par une paire de dislocations entraînant la création d'une paroi d'antiphase (APB)	54

I.3.2 Influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques en traction monotone	56
I.3.3 Influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques en fatigue oligocyclique	59
I.3.3.1 La fatigue oligocyclique	59
I.3.3.2 Influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques en fatigue (principalement oligocyclique)	62
I.3.3.3 Effet Portevin - Le châtelier (PLC) : un élément perturbateur	63
I.4 Analyse du comportement mécanique statique (traction monotone) et dynamique (fatigue LCF) de l'Udimet 720 en relation avec les principaux paramètres microstructuraux	65
I.4.1 Partie expérimentale : éprouvettes et moyens d'essais	65
I.4.1.1 Plan de prélèvement et géométrie des éprouvettes	65
I.4.1.2 Réalisation des essais de traction monotone	68
I.4.1.3 Réalisation des essais de fatigue oligocyclique	68
I.4.2 Présentation et analyse des résultats des essais de traction monotone.....	68
I.4.2.1 Impact de la zone de prélèvement	69
I.4.2.2 Impact de la microstructure	70
I.4.2.3 Impact de la température	72
I.4.3 Présentation et analyse des résultats des essais de fatigue oligocyclique.....	73
I.4.3.1 Analyse des durées de vie (DDV)	73
I.4.3.2 Prise en compte du comportement cyclique	75
I.4.3.3 Analyses complémentaires par microscopie électronique en transmission (MET)	79
I.4.3.4 Analyse des faciès de rupture	82
I.5 Synthèse du chapitre I.....	85
I.6 Références bibliographiques.....	88

Chapitre II . Analyse des mécanismes de déformation (monotone et cyclique) de l'alliage Udimet 720 à l'échelle de l'agrégat cristallin.....102

II.1 Etude bibliographique des mécanismes de déformation dans les superalliages : focalisation sur les mécanismes activés à l'ambiante et aux températures intermédiaires.....	102
II.1.1 Généralités sur le glissement plastique et la cristallographie.....	102
II.1.1.1 Systèmes de glissement activés : cas des matériaux C.F.C	102
II.1.1.2 Orientations cristallines et représentation géométrique	104
II.1.2 L'amorçage de fissure aux joints de grains	105
II.1.2.1 Bref descriptif du cas des hautes températures ($T > 700$ °C)	105

II.1.2.2 Cas des températures intermédiaires ($20\text{ }^{\circ}\text{C} \leq T < 500\text{ }^{\circ}\text{C}$)	107
II.1.2.2.1 Interactions bandes de glissement / joints de grains	107
II.1.2.2.2 Joints de macles	109
II.2 Techniques expérimentales	111
II.2.1 Techniques expérimentales liées à l'analyse cristallographique	111
II.2.1.1 Détermination des orientations cristallographiques des grains	111
II.2.1.2 Moyens expérimentaux associés	113
II.2.2 Techniques expérimentales liées aux essais sur micro-éprouvettes	113
II.2.2.1 Géométrie des micro-éprouvettes	113
II.2.2.2 Réalisation des essais sur micro-éprouvettes	114
II.2.2.2.1 La traction monotone	114
II.2.2.2.2 La fatigue oligocyclique	116
II.2.2.2.3 Précisions sur l'utilisation de micro-éprouvettes	117
II.3 Méthodologie de suivi et d'analyse de l'activité plastique de glissement en surface de micro-éprouvettes	119
II.3.1 Suivi statistique des activités plastiques à la surface de la partie utile	119
II.3.2 Identification des bandes de glissement observées	121
II.3.2.1 Système(s) activé(s) et facteur(s) de Schmid associé(s)	121
II.3.2.2 Indication supplémentaire sur les traces observées des plans de glissement	122
II.3.2.3 Calculs des angles entre plans de glissement activés de part et d'autre du joint de grains	123
II.4 Résultats de l'analyse statistique des mécanismes de déformation à l'échelle de l'agrégat polycristallin	125
II.4.1 Nature des systèmes de glissement activés / Facteur de Schmid	125
II.4.2 Suivi statistique de l'activité de glissement : grains déformés, nombre de bandes de glissement	127
II.4.2.1 Essais de traction multi-interrompus ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$)	127
II.4.2.2 Essais de fatigue interrompus ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$)	128
II.4.2.3 Essais de traction interrompu ($465\text{ }^{\circ}\text{C}$)	129
II.4.3 Synthèse des résultats de l'analyse statistique du glissement plastique	130
II.5 Analyse locale des mécanismes de déformation activés à $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $465\text{ }^{\circ}\text{C}$ au voisinage des joints de grains	131
II.5.1 Cas général de la transmission du glissement	131
II.5.2 Configurations cristallographiques ne favorisant pas la transmission du glissement	132
II.5.3 Caractérisation de la rotation cristallographique dans les micro-volumes	136
II.6 Synthèse du chapitre II	138
II.7 Références bibliographiques	140

Chapitre III . Localisation de la déformation aux joints de grains : conditions locales favorisant le développement des micro-volumes et transition vers l'endommagement.....	147
III.1 Nocivité des micro-volumes.....	147
III.1.1 Cause de l'amorçage intergranulaire de fissures.....	147
III.1.2 Relaxation des contraintes localisées au sein des micro-volumes.....	151
III.1.3 Scénarios de nucléation des micro-volumes et d'amorçage de fissures intergranulaires.....	153
III.1.3.1 L'amorçage intergranulaire de fissure	153
III.1.3.2 Micro-volumes et traces de plasticité	154
III.1.4 Faciès de rupture	156
III.2 Synthèse des mécanismes d'endommagement associés à la formation de micro-volumes	159
III.3 Conditions favorisant le développement des micro-volumes	160
III.3.1 Conditions d'ordre cristallographique	160
III.3.1.1 Facteurs de Schmid des systèmes de glissement activés de part et d'autre du joint de grain	160
III.3.1.2 Configuration géométrique des plans de glissement activés de part et d'autre du joint de grains	164
III.3.2 Rôle de la microstructure de précipitation sur la formation des micro-volumes	167
III.3.2.1 Microstructure de précipitation au voisinage du joint de grains	167
III.3.2.2 Qu'en est-il des autres alliages ?	169
III.3.2.2.1 Présentation des alliages considérés	169
III.3.2.2.2 Mécanismes de déformation de ces alliages en traction monotone	171
III.4 Synthèse.....	176
III.5 Impact de la température sur le développement des micro-volumes	179
III.5.1 Protocole expérimental.....	179
III.5.2 Observation des éprouvettes après essais.....	180
III.5.3 Discussion de ces observations.....	184
III.5.4 Oxydation aux joints de grains	186
III.6 Synthèse du chapitre III.....	188
III.7 Références bibliographiques.....	191

Chapitre IV Analyses de la cinétique de développement des micro-volumes et analyses complémentaires	196
IV.1 Analyse des cinétiques de développement des micro-volumes	197
IV.1.1 Techniques expérimentales	197
IV.1.2 Essais réalisés	198
IV.1.3 Observations EBSD et analyses <i>in situ</i> réalisées sous charge	199
IV.1.3.1 Représentativité des amplitudes mesurées de rotation cristallographique dans les micro-volumes	199
IV.1.3.2 Quantification de l'évolution des micro-volumes au cours des essais de traction monotone	200
IV.1.3.2.1 Distance inter-bandes de glissement et micro-volumes	202
IV.1.3.2.2 Cinétiques de développement des micro-volumes	205
IV.1.3.2.3 Comparatif traction/fatigue	211
IV.2 Analyse du rôle joué par la surface libre sur le développement des micro-volumes	211
IV.2.1 Caractérisation topographique de surface au niveau des micro-volumes	212
IV.2.1.1 Microscopie optique interférométrique	212
IV.2.1.2 Application aux micro-volumes	213
IV.2.2 Micro-volumes à coeur	214
IV.3 Mesure des niveaux de contraintes dans les micro-volumes	219
IV.3.1 Intercorrélation de clichés EBSD	219
IV.3.2 Application de cette technique aux micro-volumes	221
IV.4 Quelques pistes pour améliorer l'alliage vis-à-vis de la formation de micro-volumes	225
IV.5 Synthèse du chapitre IV	227
IV.6 Références bibliographiques	229

ANNEXES

Procédés d'élaboration de l'Udimet 720.....	238
Etude préliminaire sur la manifestation de l'effet Portevin-Le Châtelier (PLC)	243
Présentation détaillée d'une analyse des champs locaux de déformation et de contraintes résiduelles par inter corrélation de clichés EBSD HR	249
Impact de la géométrie 3D du joint de grains/macle sur la valeur calculée de l'angle de TWIST α entre systèmes de glissement activés de part et d'autre de l'interface	259

- Table des acronymes -

CFC	Cubique à faces centrées
Li	Low Interstitial
DA	Direct Aged (directement vieilli)
T_{solvus}	Température de solvus de la phase γ'
$\gamma'I, \gamma'II, \gamma'III$	Précipités γ' respectivement primaires, secondaires et tertiaires
gf	Grains fins
GG	Gros grains
HP	Haute pression
Std	Standard
EBSD	Electron backscatter diffraction (diffraction des électrons rétro diffusés)
F_{surfacique}	Fraction surfacique
L_{couloir}	Largeur de(s) couloir(s) matriciel(s)
ZM	Zone morte
MR	Mi-rayon
C	Coeur
T	Zone tangentielle
R_{0,2}	Limite d'élasticité à 0,2% de plasticité
T_{ligne}	Tension de la ligne de dislocation
b	Vecteur de Burgers
l	Distance inter-précipités dans un plan {111}
APB	Antiphase boundary (paroi d'antiphase)
CRSS	Critical resolved shear stress (scission critique résolue)
LCF	Low cycle fatigue (Fatigue à faible nombre de cycles)
Na	Nombre de cycles à amorçage
Nf	Nombre de cycles à rupture
courbe S-N	Courbe représentant la contrainte en fonction du nombre de cycles
courbe S-S	Courbe représentant la contrainte en fonction de la déformation
PLC	Portevin-Le Châtelier
DDV	Durée de vie
MEB	Microscope électronique à balayage
MET	Microscope électronique à transmission
GBE	Grain boundary engineering (ingénierie des joints de grains)
LAGB	Low angle grain boundary (joint entre grains faiblement désorientés)
HAGB	High angle grain boundary (joint entre grains fortement désorientés)
BSE	Backscattered electrons (électrons rétro diffusés)
Diam_{moy}	Diamètre moyen
N_{grains}	Nombre de grains
L_{joint}	Longueur du réseau de joints de grains
SFE	Stacking fault energy (énergie de faute d'empilement)
ESR	Electroslag remelting
VIM	Vacuum induction melting
VAR	Vacuum arc remelting
CIC	Compaction isostatique à chaud

- Introduction -

Le 18 Avril 1951, le premier hélicoptère équipé d'une turbine à gaz décolle de Villacoublay (**Figure 1 a)**). L'appareil, un hélicoptère triplace SO-1120 Ariel III de chez S.N.C.A.S.O. (Société nationale des constructions aéronautiques du sud-ouest), est alors motorisé par un Artouste de 260 CV conçu et fabriqué par Turboméca.

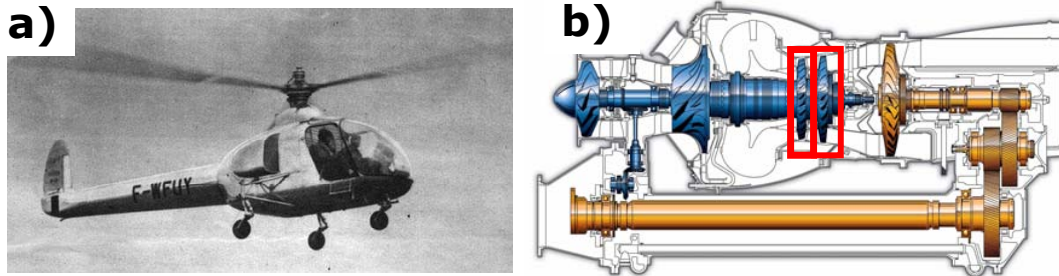


Figure 1 : Hélicoptère triplace prototype, le 18 avril 1951 (a) et coupe d'une turbine à gaz [Turbomeca] (b) sur laquelle les disques haute-pression (HP) sont mis en évidence par des rectangles rouges

Dès lors débute une véritable quête d'optimisation des performances des turbomachines, dans les domaines de l'aéronautique (hélicoptères, avions) mais aussi de la production d'énergie (turbines terrestres). L'utilisation de superalliages conservant d'excellentes caractéristiques mécaniques à haute température fut une des étapes majeures de cette quête. Avec le développement de nombreuses nuances de ces matériaux, les températures d'usage vues par les pièces des parties chaudes des turbomachines n'ont cessé de croître au cours des dernières décennies contribuant à améliorer continûment les performances des turbines. La **Figure 2** rend compte de tels gains associés notamment à l'optimisation de la chimie des alliages et des procédés d'élaboration et de mise en forme. L'accroissement des performances des turbomachines a également été rendu possible grâce à des techniques complexes de refroidissement des composants chauds, ainsi qu'à l'emploi de revêtements spécifiques de type barrières thermiques.

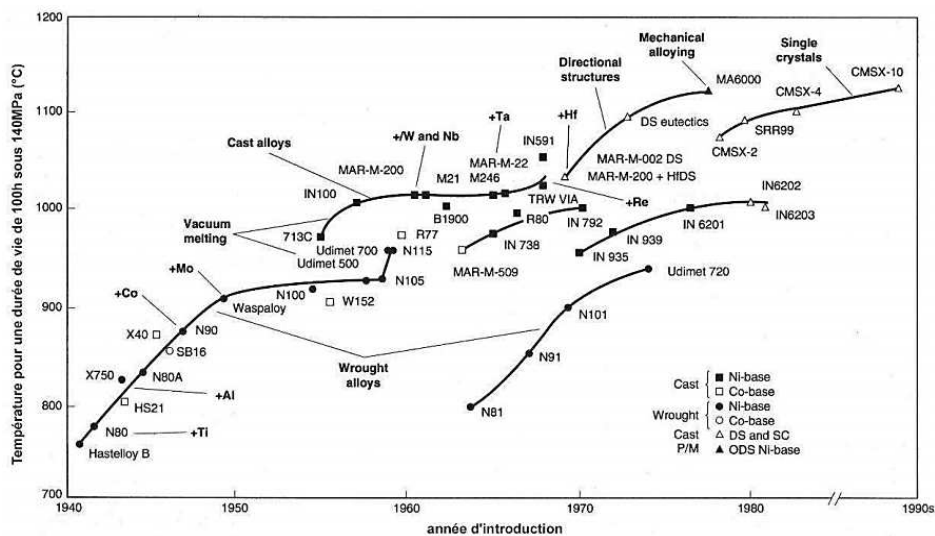


Figure 2 : Evolution de la tenue en température des superalliages au cours des dernières décennies [ASTM, 1997]

Située en sortie de chambre de combustion (**Figure 1 b**)), la turbine haute pression équipée d'aubes monocristallines est indiscutablement l'une des pièces les plus exposées à ces hautes températures.

Cette pièce, en charge de l'entraînement de l'arbre et donc du compresseur, est soumise à des sollicitations thermomécaniques sévères. Parmi les critères de dimensionnement des disques de turbine haute pression on citera :

- la résistance à l'éclatement (paramètre d'ordre 1)
- la résistance aux sollicitations mettant en jeux des phénomènes viscoplastiques. Il s'agit de sollicitations de fluage produites sur l'interpale du disque (au niveau de la couronne de celui-ci) par les aubes lors de la rotation à haute-vitesse. Les températures à considérer sont alors de 650 °C à 700 °C
- la résistance aux sollicitations cycliques générées au niveau de l'alésage du disque par les successions de mises en charge et de décharges lors des phases de changement de régime (décollage/atterrissage, accélération/décélération). Du fait de son confinement, cette seconde zone est moins exposée aux gaz chauds que la couronne extérieure ce qui correspond à des températures typiques avoisinant les 450 °C.

La compréhension des mécanismes de déformation et d'endommagement du matériau utilisé pour la confection de ces disques, lors de sollicitations cycliques, apparaît donc comme indispensable pour les constructeurs. C'est l'objet de cette thèse qui se focalise sur l'Udimet 720, un superalliage à base de Nickel durci par précipitation qui compte parmi les plus utilisés pour ce type d'application [Jain, 2000], [Reed, 1999], [Helm, 2000].

Il est connu que les processus de déformation et d'endommagement de tels superalliage soumis à des sollicitations cycliques sont dépendants de facteurs comme la température, l'environnement mais aussi de facteurs microstructuraux comme la taille de grains et la distribution de la phase durcissante γ' . De nombreuses études conduites sur cet alliage (bibliographie détaillée et référencée dans le chapitre I) mentionnent en fatigue et fatigue temps de maintien, un amorçage intergranulaire pour une vaste plage de températures et ceci quel que soit l'environnement.

Dans ce cadre général, les objectifs de cette thèse sont multiples :

Dans un premier temps, le rôle joué par différents paramètres microstructuraux (taille de grains, précipitation intragranulaire, largeur des couloirs de matrice, ...) sur le comportement mécanique de l'alliage, en traction monotone et en fatigue oligocyclique sera analysé.

L'un des objectifs consiste aussi et surtout à identifier et à comprendre les mécanismes à l'origine de l'amorçage des fissures de fatigue notamment au niveau des joints de grains.

L'amorçage de fissures intergranulaires a déjà fait l'objet de nombreuses études dans les superalliages à base de Nickel, notamment dans le domaine des hautes températures. Des interactions complexes entre déformation intergranulaire et effets d'environnement (oxydation) sont notamment considérés [Billot, 2010], [Soula, 2008], [Château, 2009]. Pour les températures intermédiaires qui concernent cette étude (entre 400 °C et 500 °C), l'oxydation et/ou les processus de glissement au niveau des joints de grains sont moins actifs. Les études portent alors sur les interactions entre bandes de glissement et joints de grains qui peuvent contribuer à la formation de fissures ([Morrisson, 1997], [Zhang, 1999]). C'est en particulier sur ce point que cette étude sera développée, l'échelle d'analyse concernant, en particulier, les bandes de glissement et le grain.

Ce manuscrit de thèse est articulé de la manière suivante :

- La première moitié du chapitre I introduit différentes microstructures de l'alliage Udimet 720. Le choix porte sur des états représentatifs de cas industriels mais aussi sur des cas plus « académiques » issus de traitements thermiques spécifiques de laboratoire. L'objectif est alors de disposer de microstructures modèles facilitant l'analyse de certains processus. La seconde moitié traite de la caractérisation macroscopique du comportement mécanique monotone et cyclique de ces différentes microstructures. Les liens entre comportement mécanique et microstructure sont établis.

Les chapitres II et III, quant à eux, sont dédiés à l'analyse locale des mécanismes favorisant un amorçage de fissure intergranulaire. L'échelle de l'étude n'est plus celle de l'éprouvette mais celle du grain et de l'agrégat cristallin.

- Dans le chapitre II, la distribution spatiale et l'accommodation progressive de la déformation plastique monotone et cyclique entre grains voisins sont étudiées de manière statistique notamment grâce à la réalisation d'essais interrompus (en traction monotone et en fatigue). Des configurations microstructurales particulières, principalement du point de vue cristallographique, ont été identifiées comme néfaste pour la transmission de bandes de glissement entre grains voisins.

- Le chapitre III se focalise sur ces configurations spécifiques afin d'apporter des éléments de compréhension sur leur contribution à l'amorçage de fissures intragranulaires. Dans cette analyse, le rôle de la température, de la microstructure, du mode de sollicitation ainsi que celui du type d'alliage étudié sont discutés.
- Enfin, le dernier chapitre regroupe des résultats issus d'expérimentations moins systématiques ou peu conventionnelles, dont l'analyse a permis de répondre à certains questionnements au sujet du/des mécanisme(s) présenté(s) dans les chapitres précédents.

Une partie importante de ce travail porte sur la mise en évidence d'un processus élémentaire d'interaction entre bandes de glissement et joints de grains qui n'avait pas été clairement identifié dans la littérature. Ce processus ayant des implications en terme d'endommagement, des analyses ont été développées pour préciser les configurations microstructurales et les conditions de sollicitation qui en favorise l'apparition.

A l'issue de cette étude, quelques propositions sont faites pour limiter le développement de ce processus afin de retarder l'amorçage de fissure(s) de fatigue intergranulaire et de contribuer, ainsi, à l'amélioration de la tenue en service de l'alliage Udimet™ 720Li.

*Ces travaux ont été réalisés à l'Institut Pprime en partenariat étroit avec la société Turboméca du groupe SAFRAN. Ils se sont également développés dans le cadre du groupe de travail **COMMETAD_720** (**CO**mportement **M**étallurgique **ME**cannique et **T**hermomécanique de l'**A**lliage pour **D**isque Udimet 720) avec la participation d'Aubert & Duval et de l'école des Mines d'Albi Carmaux.*

[ASTM, 1997] Astm,
"Specialty handbook, Heat Resistant Materials",
Davis and associates (Eds), ASTM International, (1997).

[Billot, 2010] T. Billot,
"Comportement et endommagement en fatigue et fatigue-fluage à haute température de différents états microstructuraux du superalliage base-nickel Udimet 720",
Thèse de l'école Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Poitiers, France (2010).

[Château, 2009] E. Chateau, L. Rémy,
"Oxidation-assisted creep damage in a wrought nickel-based superalloy: Experiments and modelling",
Materials Science and Engineering A 527, 7–8, 25, 1655-1664, (2010).

[Helm, 2000] D. Helm, O. Roder,
"Influence of long term exposure in air on microstructure, surface stability and mechanical properties of Udimet 720Li",
TMS (Ed.), Superalloys 2000, TMS, Seven Springs, (2000).

[Jain, 2000] S. K. Jain, B. A. Ewing, C. A. Yin,
"The development of improved performance pm Udimet 720 turbine disks",
TMS (Ed.), Superalloys 2000, Seven Springs, 785-794, (2000).

[Morrison, 1997] D.J. Morrison, J.C. Moosbrugger,
"Effects of grain size on cyclic plasticity and fatigue crack initiation in nickel",
International Journal of Fatigue 19, 1, 51-59, (1997).

[Reed, 1999] R.C. Reed, M.P. Jackson, Y.S. Na,
"Characterization and Modeling of the Precipitation of the Sigma Phase in UDIMET 720 and UDIMET 720LI",
Metallurgical and materials transactions A 30, 85-97, (1999).

[Soula, 2008] A. Soula,

"Etude de la déformation intergranulaire au cours du fluage à haute température des superalliages à base de nickel polycristallins",

Thèse de Institut National Polytechnique de Grenoble, France (2008).

[Turbomeca] site internet : <http://www.turbomeca-support.com/gtag/>

[Zhang, 1999] Z.F. Zhang, Z.G. Wang,

"Comparison of fatigue cracking possibility along large- and low-angle grain boundaries",

Materials Science and Engineering A 284, 285–291, (2000).

- Chapitre I -

Analyse du comportement mécanique pour différentes microstructures de l'alliage Udimet™ 720Li

- Tout d'abord, une étude bibliographique présente les superalliages à base de Nickel et plus particulièrement l'alliage Udimet™ 720Li. Par la suite, cette étude bibliographique s'attarde sur les relations existant entre traitement thermique et microstructure métallurgique.
- Cette étude bibliographique a permis de concevoir des traitements thermiques permettant la réalisation de différentes microstructures académiques spécifiques à ce travail de thèse. Ces microstructures ainsi que la microstructure utilisée industriellement ont été analysées en termes de taille de grains et de distribution de la précipitation.
- Enfin, les propriétés mécaniques de ces microstructures en traction monotone et en fatigue oligocyclique à 20 °C et 465 °C, sont présentées et analysées vis-à-vis des paramètres microstructuraux précédemment quantifiés. Les résultats sont confrontés aux tendances affichées dans la bibliographique.

Chapitre I . Analyse du comportement mécanique pour différentes microstructures de l'alliage Udimet™ 720Li	22
I.1 Etude bibliographique des relations entre traitement thermique et microstructure métallurgique	24
I.1.1 Les superalliages à base de Nickel.....	24
I.1.2 L'Udimet™ 720Li.....	25
I.1.2.1 Composition chimique	25
I.1.2.2 Microstructure métallurgique	26
I.1.3 Relations entre le traitement thermique appliqué et la microstructure.....	27
I.1.3.1 La mise en solution	27
I.1.3.1.1 Influence de la vitesse de refroidissement sur la taille des précipités	29
I.1.3.1.2 Morphologie des précipités de refroidissement	33
I.1.3.2 Le/les vieillissement(s)	35
I.2 Obtention de microstructures académiques pour l'analyse de l'influence des paramètres microstructuraux sur le comportement mécanique de l'alliage Udimet 720	36
I.2.1 Présentation des microstructures industrielle et "académiques"	36
I.2.1.1 Contexte industriel	36
I.2.1.2 Microstructure industrielle – « Duplex »	38
I.2.1.3 Microstructures académiques à gros grains (GG)	39
I.2.1.3.1 Microstructure à gros grains et précipitation standard (GG/Std)	39
I.2.1.3.2 Microstructure à gros grains et précipitation fine (GG/ γ' fins)	40
I.2.1.3.3 Microstructure à gros grains et précipitation grossière (GG/ γ' grossiers)	40
I.2.1.4 Microstructure académique à grains fins (GF/Std)	41
I.2.2 Analyse quantitative de la microstructure industrielle et des microstructures académiques.....	44
I.2.2.1 Protocole expérimental	44
I.2.2.1.1 Préparation et observation des échantillons	44
I.2.2.1.2 Quantification de la précipitation par analyse d'images	45
I.2.2.2 Résultats de l'analyse microstructurale quantitative	47
I.3 Etude bibliographique des relations entre la microstructure et les propriétés mécaniques (traction monotone, fatigue oligocyclique)	51
I.3.1 Mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations : cas des superalliages durcis par précipitation	51
I.3.1.1 Le contournement dit « d'Orowan »	53
I.3.1.2 Le cisaillement par une paire de dislocations entraînant la création d'une paroi d'antiphase (APB)	54

I.3.2 Influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques en traction monotone	56
I.3.3 Influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques en fatigue oligocyclique	59
I.3.3.1 La fatigue oligocyclique	59
I.3.3.2 Influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques en fatigue (principalement oligocyclique)	62
I.3.3.3 Effet Portevin - Le châtelier (PLC) : un élément perturbateur	63
I.4 Analyse du comportement mécanique statique (traction monotone) et dynamique (fatigue LCF) de l'Udimet 720 en relation avec les principaux paramètres microstructuraux	65
I.4.1 Partie expérimentale : éprouvettes et moyens d'essais	65
I.4.1.1 Plan de prélèvement et géométrie des éprouvettes	65
I.4.1.2 Réalisation des essais de traction monotone	68
I.4.1.3 Réalisation des essais de fatigue oligocyclique	68
I.4.2 Présentation et analyse des résultats des essais de traction monotone.....	68
I.4.2.1 Impact de la zone de prélèvement	69
I.4.2.2 Impact de la microstructure	70
I.4.2.3 Impact de la température	72
I.4.3 Présentation et analyse des résultats des essais de fatigue oligocyclique.....	73
I.4.3.1 Analyse des durées de vie (DDV)	73
I.4.3.2 Prise en compte du comportement cyclique	75
I.4.3.3 Analyses complémentaires par microscopie électronique en transmission (MET)	79
I.4.3.4 Analyse des faciès de rupture	82
I.5 Synthèse du chapitre I.....	85
I.6 Références bibliographiques.....	88

Chapitre I . Analyse du comportement mécanique pour différentes microstructures de l'alliage Udimet™ 720Li

Le premier paragraphe (I.1) porte sur les relations étroites entre traitement thermique et microstructure résultante. S'en suit une étude bibliographique portant sur les relations entre la microstructure (granulaire et de précipitation) et ses propriétés mécaniques (I.3).

L'exploitation des informations issues de ces deux parties a permis de mettre au point des traitements thermiques conduisant aux microstructures académiques souhaitées (I.2). Les propriétés mécaniques associées à ces microstructures académiques sont analysées dans le paragraphe (I.4).

I.1 Etude bibliographique des relations entre traitement thermique et microstructure métallurgique

I.1.1 Les superalliages à base de Nickel

Les températures élevées de fonctionnement des turbines à gaz nécessitent l'emploi de matériaux ayant de bonnes propriétés mécaniques à chaud. Les superalliages sont indéniablement les matériaux répondant le mieux à cette nécessité. Ils sont caractérisés par leur faculté à être employés à des températures proches de leur point de fusion, leur capacité à résister mécaniquement à des sollicitations s'étendant sur de longues périodes et leur résistance à des environnements d'emploi particulièrement hostiles [Reed, 2006]. Enfin, ils peuvent être mis en forme relativement facilement, notamment par la voie coulée-forgée pour les alliages polycristallins [Sczerzenie, 1984]. L'emploi du Nickel (Ni) comme métal de base des superalliages utilisés pour la fabrication des disques de turbine s'est généralisé. On doit cela aux aspects suivants [Reed, 2006] :

- Le nickel allie ductilité et dureté sous sa forme cubique face centrée (CFC).
- Il est cristallographiquement stable (CFC de l'ambiante à son point de fusion) contrairement au Titane (Ti) ou au Fer (Fe). Cette absence de transformation de phase facilite son utilisation aux hautes températures.
- Il est moins cher et/ou moins dense que les autres matériaux alliant les 2 points précédemment cités comme le Paladium (Pd) et le Cobalt (Co).
- Enfin, il possède une microstructure stable, notamment en termes de précipitation de la phase σ (voir I.1.2.2) aux hautes températures (pour la nuance Li, voir I.1.2.1) du fait du faible taux de diffusion dans les matériaux CFC.

I.1.2 L'Udimet™ 720Li

Udimet™ est une marque d'alliage déposée, développée et brevetée par la société Special Metals Corporation. Dans la suite du manuscrit, seules les dénominations Udimet 720 et U720 seront utilisées.

Initialement, ce matériau a été développé pour la fabrication d'aubes de turbine à vapeur obtenues par fonderie. Le fait de combiner d'excellentes caractéristiques mécaniques à des températures élevées et une bonne résistance à l'oxydation en a également fait un matériau particulièrement intéressant pour la confection des disques de turbine [Sczerzenie, 1984].

Dans cette optique, ce matériau peut être élaboré par 2 voies. La plus ancienne et celle sur laquelle nous nous attarderons, est la voie coulée-forgée (*ce procédé est amplement détaillé dans l'ANNEXE 1*). La seconde, apparue dans les années 1970, est la métallurgie des poudres.

I.1.2.1 Composition chimique

Nous détaillerons dans cette partie la composition chimique de l'alliage Udimet 720 initial et de son évolution vers l'Udimet 720Li dans le cas d'un alliage forgé. Cette composition peut différer de celle de l'alliage obtenu par métallurgie des poudres [Jain, 2000]. La composition chimique varie d'une coulée à une autre et d'une publication à une autre. C'est pourquoi le Tableau I - 1 ne présente donc qu'une composition moyenne de chaque variante citée auparavant :

Alloy	Cr	Ni	Co	Mo	W	Nb	Ti	Al	Fe	C	B	Other
Udimet 720	18	55	14.8	3	1.25	—	5	2.5	—	0.035	0.033	0.03 Zr
Udimet 720Li	16	57	15.0	3	1.25	—	5	2.5	—	0.025	0.018	0.03 Zr

Tableau I - 1 : Composition chimique de l'Udimet 720 et de son évolution en Udimet 720Li [Furrer, 1999b]

Les excellentes propriétés mécaniques de ce superalliage, notamment aux hautes températures, sont dues à l'action combinée des éléments réfractaires entrant dans sa composition chimique. Ces éléments renforcent la matrice (phase γ) par solution solide et par précipitation d'une seconde phase (phase γ') dans la matrice austénitique.

- Le couple Aluminium (Al) et Titane (Ti) entraîne la formation de la phase γ' (se reporter à la partie I.1.2.2) durcissante par précipitation et stable à des températures élevées. L'addition de Ti influe bénéfiquement sur les propriétés mécaniques tandis que l'addition d'Al dans un superalliage à base de Nickel renforce la résistance de cet alliage à l'oxydation.
- Le Chrome (Cr) assure la stabilité microstructurale et la résistance à la corrosion du superalliage dans les conditions d'emploi les plus fréquentes. Il renforce par ailleurs la phase γ .

- L'ajout de Molybdène (Mo) a été reconnu comme bénéfique pour les caractéristiques mécaniques à l'ambiante et aux hautes températures. Il renforce la phase γ et est également connu pour rendre plus performante en durcissement la phase γ' en se substituant aux atomes de Ni [Ter-Ovanesian, 2011].
- Le Cobalt (Co) stabilise la phase γ' et permet, par conséquent, d'accroître la température d'usage de l'alliage. Zhong et al. ont également démontré l'effet bénéfique de cet élément sur la tenue au fluage [Zhong, 2011].
- Enfin, le couple Bore (B) et Zirconium (Zr) améliore la résistance et la ductilité des joints de grains et inhibe la croissance des carbures [Durand-Charre, 1997]. Jain et al. ont démontré le rôle positif de ces éléments d'alliage sur la tenue en fatigue [Jain, 2000]. Bashir et al. évoquent le rôle joué par la teneur en B et en carbone (C) sur la formation de carbures et de borures pouvant être bénéfiques ou néfastes pour les caractéristiques de fluage et de fatigue, notamment en raison de leur morphologie [Bashir, 1993], [Kontis, 2014].

Au milieu des années 1980, la composition chimique de l'Udimet 720 a évolué. En effet, le taux de Cr a été abaissé afin de limiter la formation de la phase σ [Reed, 1999] (se reporter à la partie I.1.2.2), tout comme les taux de C et de B dont les teneurs trop élevées contribuaient à la formation de stringers et clusters de carbures, nitrures et carbonitrures [Furrer, 1999b]. L'alliage ainsi modifié a été renommé Udimet 720 Li en référence à son faible taux d'inclusions (Li : low interstitials).

I.1.2.2 Microstructure métallurgique

A l'image d'autres superalliages à base de Nickel et durcis par précipitation, l'Udimet 720 se compose :

- d'une matrice de phase austénitique γ qui est une solution solide CFC désordonnée d'éléments comme le Co, Cr, Mo, Ni et le tungstène (W).
- de précipités de phase γ' de type $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$. Cette phase cohérente possède une structure cristallographique ordonnée L1_2 avec une maille élémentaire également de type CFC (voir **Figure I - 1**). L'Udimet 720 possède une fraction volumique de phase γ' d'environ 45 %. Plusieurs populations de précipités (se distinguant par leur taille et leur mécanisme de formation) cohabitent au sein de la matrice (se reporter à la partie I.1.3).

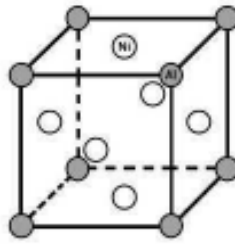


Figure I - 1 : Structure cristallographique de la phase γ'

Avant de continuer l'énumération des éléments constituant la microstructure de l'Udimet 720 il convient de préciser l'origine de la grande stabilité de l'association matrice γ /précipités γ' . Celle-ci est due à la faible énergie d'interface γ/γ' (ces deux phases ayant des paramètres de maille très proches) combinée à la grande compatibilité chimique des deux phases.

Le durcissement produit par la précipitation γ' est attribuable à l'effet d'obstacle qu'opposent les précipités au mouvement des dislocations. Ce durcissement est directement impacté par la résistance intrinsèque des γ' , le désaccord paramétrique de maille γ/γ' [Ricks, 1983], [Royer 1994], la fraction volumique, la morphologie ou encore la taille des précipités γ' [Locq, 2000], [Vaunois, 2010], [Furrer, 2000], [Mao, 2001].

La solubilité du C et du B étant limitée dans le Ni, il existe une teneur au-delà de laquelle ces atomes s'associent à d'autres pour former des clusters et stringers riches en Mo et Cr de :

- carbures : de la forme MC, $M_{23}C_6$ (avec M : Mo-Cr)
- borures : MB, M_5B_2 , M_3B_2
- carbonitrures de Ti : TiCN
- phase σ qui est contrôlée par la diffusion de Co et du Mo [Na, 2000], [Reed, 1999]. Cette phase a été observée dans l'Udimet 720 exposé à des températures supérieures à 700 °C durant plus de 500 h [Helm, 2000].

I.1.3 Relations entre le traitement thermique appliqué et la microstructure

I.1.3.1 La mise en solution

La mise en solution est la première étape du traitement thermique standard d'un superalliage à base de Nickel en vue de lui conférer les caractéristiques microstructurales et mécaniques désirées. Cette phase consiste à porter l'alliage à une température (T dans Figure I - 2) et à le maintenir à cette température pendant un certain temps (t dans Figure I - 2). Cette étape est généralement suivie d'un refroidissement plus ou moins rapide.

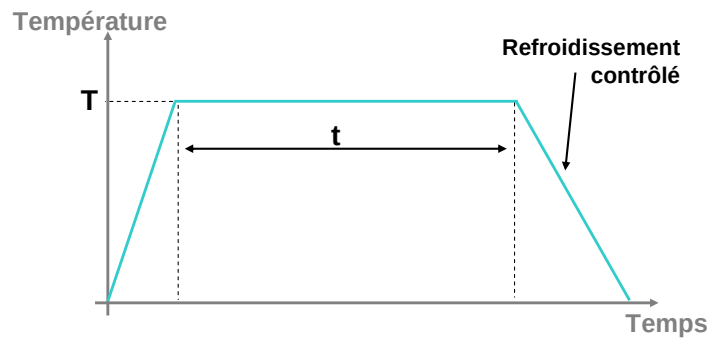


Figure I - 2 : Représentation graphique d'un enregistrement de mise en solution

Selon la valeur de T par rapport à la température $T_{\text{solvus}\gamma'}$ de dissolution de la phase γ' dans la matrice γ ($T_{\text{solvus}\gamma'} = 1154^\circ\text{C}$ pour l'Udimet 720), les effets seront différents :

- Si $T > T_{\text{solvus}\gamma'}$ la mise en solution est qualifiée de super-solvus. Ce type de traitement entraîne une dissolution totale des précipités γ' dans la matrice et cela très rapidement (dès 10 minutes) comme l'ont montré Monajati et al. [Monajati, 2004].
- Si $T < T_{\text{solvus}\gamma'}$ le traitement thermique est qualifié de sub-solvus et seule une faible fraction (fonction de T) de précipités γ' est dissoute.
- Enfin, le cas spécifique associé à $T \approx T_{\text{solvus}\gamma'}$ sera traité dans la partie I.2.1.

Plusieurs populations de précipités γ' cohabitent dans la matrice. Les précipités se distinguent principalement par leur taille et l'étape (lors du traitement thermique complet) à laquelle ils se forment et coalescent. Les précipités de plus grande taille seront qualifiés par la suite de primaires et notés γ'_I . Ce sont les précipités les plus sensibles à la température de mise en solution. La fraction volumique et la dispersion des γ'_I jouent un rôle majeur sur la microstructure et donc sur les propriétés mécaniques de l'alliage en contrôlant notamment la taille de grains [Bain, 1988], [Sczerzenie, 1984]. En effet, ces précipités, lorsqu'ils sont présents en nombre (mise en solution sub-solvus), limitent la croissance des grains par ancrage des joints de grains («Zener pinning»). La microstructure résultante possède alors une structure granulaire à grains fins (GF). A l'inverse lorsque ces précipités ont été massivement dissouts (mise en solution super-solvus), une microstructure à gros grains (GG) est obtenue car aucun précipité n'a pu empêcher la migration des joints de grains.

A noter que l'étape de mise en solution peut-être supprimée dans le cas d'un traitement dit Direct Aged (DA). L'objectif est alors de conserver une taille de grains faible sans effacer l'écrouissage résiduel associé aux étapes de mise en forme qui peuvent se montrer bénéfiques sur les propriétés en traction et en fatigue.

Le traitement DA est cependant principalement utilisé pour les superalliages durcis par précipitation de la phase γ'' (tel que l'alliage 718 [Krueger, 1989], [Fayman, 1987]) car cette phase ne précipite pas complètement au refroidissement faisant suite à la mise en solution.

I.1.3.1.1 Influence de la vitesse de refroidissement sur la taille des précipités

Furrer et al. ont montré que la taille des précipités intragranulaires (essentiellement les précipités secondaires : γ'_{II}) est directement liée à la vitesse de trempe faisant suite au palier de mise en solution (Figure I - 3).

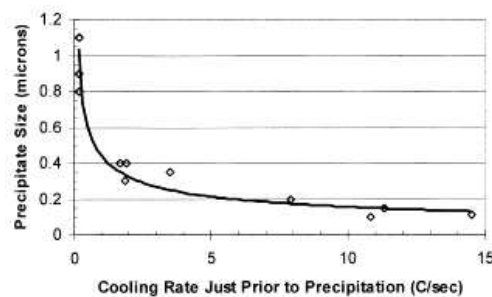


Figure I - 3 : Influence de la vitesse de trempe sur la taille des γ'_{II} [Furrer, 1999]

Il ressort de ce graphique que des modes de trempe associés à des vitesses de refroidissement rapides ne permettent pas aux précipités de grossir, contrairement aux refroidissements plus lents. L'étude de Mao et al. [Mao, 2001] complète celle de Furrer et al. La Figure I - 4 (ci-dessous) qui est extraite de cette étude confronte elle aussi diamètres des précipités secondaires et vitesses de refroidissement. Cependant, on peut y observer une vitesse intermédiaire (≈ 27 °C/min, flèche orange sur la Figure I - 4) pour laquelle la taille des précipités γ'_{II} est faible, s'éloignant ainsi de la tendance d'évolution de cette taille sur la plage des vitesses testées.

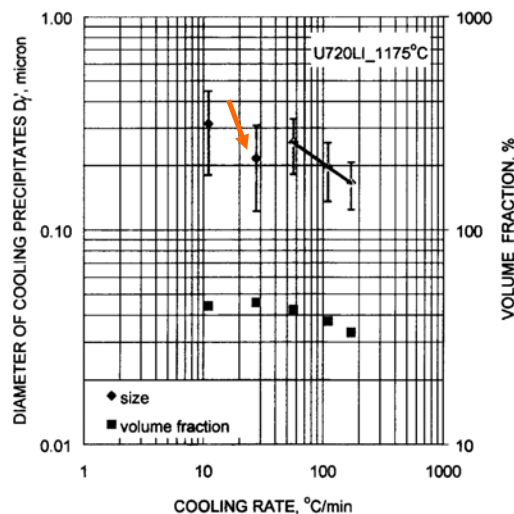


Figure I - 4 : Influence de la vitesse de trempe sur la taille des γ'_{II} [Mao,2001]

Dans la suite de leur étude, Mao et al. ont montré que pour des vitesses inférieures à 27 °C/min la nucléation des précipités γ' ne se fait plus suivant une mais suivant plusieurs vagues de précipitation (Figure I - 5). Aux vitesses de refroidissement les plus lentes, les précipités issus de la première et de la seconde vague de précipitation ont le temps de coalescer car des phénomènes de diffusion sont activés. On constate alors 2 populations de précipités (désignées comme γ'_{II} par Mao et al.).

Ce n'est, en revanche, pas le cas pour les refroidissements plus rapides qui ne permettent pas aux précipités de la seconde vague de précipitation de croître. Ces précipités qui sont parfois en limite de résolution de la microscopie électronique à balayage, constituent une population particulière de précipités que Mao et al. nomment γ' tertiaires (γ'_{III}). Radis et al. ont montré qu'une telle population de petits précipités γ' se forment lors d'une troisième vague de précipitation pour les refroidissements lents [Radis, 2009]. Ces vagues successives de précipitation lors de la trempe post mise en solution sont illustrées sur la Figure I - 5.

D'une étude à l'autre les terminologies désignant les différentes populations de précipités diffèrent selon qu'on les classe de part leur taille ou le moment auquel ils se sont formés. Dans la présente étude, la terminologie « γ'_{II} » est exclusivement réservée aux précipités issus de la première vague de nucléation et les « γ'_{III} » sont ceux qui proviennent de la deuxième vague. Aussi, aux plus petits précipités observés par Mao et al. serait attribuée la dénomination « γ'_{IV} », dans ce manuscrit.

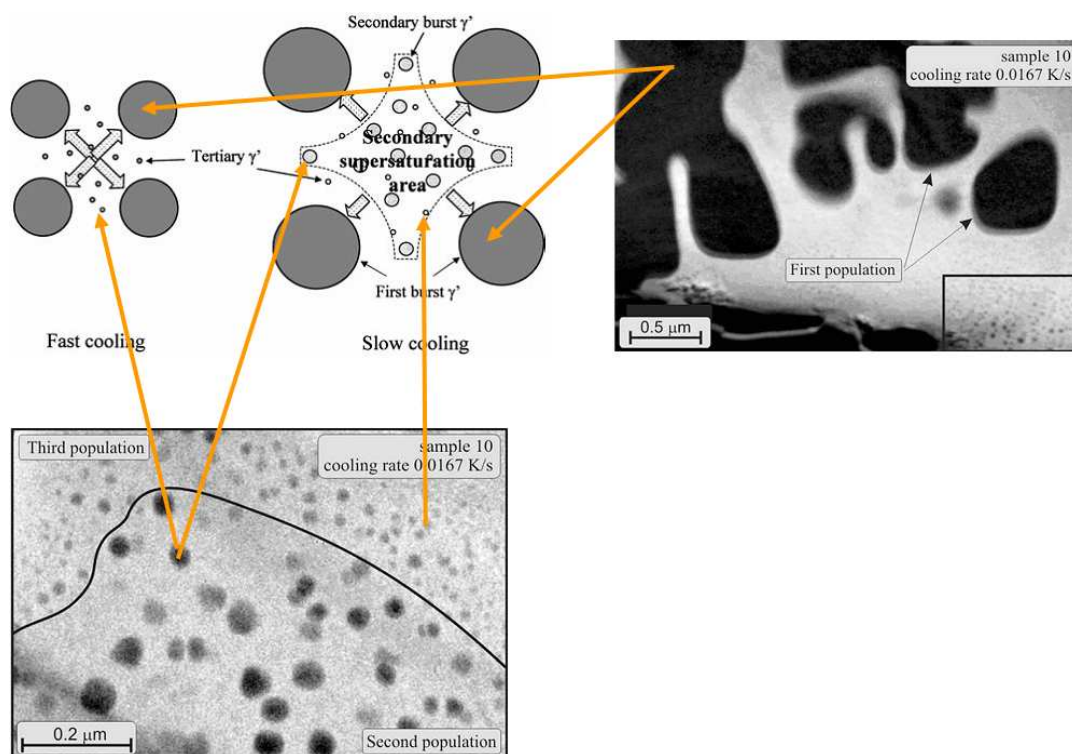


Figure I - 5 : Représentation des vagues successives de précipitation lors de la trempe [Mao, 2001] et [Radis, 2009]

Ces mécanismes de précipitation sont dépendants de la sursaturation de la matrice en éléments γ' -gènes (facteur d'origine chimique) et du désaccord paramétrique entre les phases γ et γ' (facteur d'origine cristallographique et chimique).

La sursaturation de la matrice dépend de la température. Ainsi cette sursaturation en éléments précipitants est élevée aux faibles températures entraînant une forte précipitation.

Le désaccord paramétrique δ traduit la cohérence entre la matrice γ et la phase γ' . Il s'exprime de la façon suivante :

$$\delta = 2 (a_{\gamma'} - a_{\gamma}) / (a_{\gamma'} + a_{\gamma}) \text{ avec } a_{\gamma} \text{ et } a_{\gamma'} \text{ les paramètres de maille des phases } \gamma \text{ et } \gamma'.$$

Plus ce désaccord est petit, plus l'énergie de déformation élastique à l'interface γ/γ' sera faible et plus la taille critique des germes sera faible (de même que les tailles critiques de changement d'une morphologie sphérique à une morphologie cuboïdale). Cela nous amène à l'analyse des différentes morphologies induites par le mode de trempe. Une sursaturation élevée résulte en une énergie libre de précipitation plus forte et aboutit à une taille critique de nucléation plus petite.

Concernant les observations de Mao, cela se traduit sur la précipitation (secondaire) de refroidissement : une vitesse de refroidissement relativement élevée est associée à une sursaturation de la matrice plus importante et donc à une importante fraction de précipités de petite taille. Par ailleurs, un refroidissement rapide ne permet pas la coalescence des précipités qui est contrôlée par diffusion. Il en résulte une microstructure avec beaucoup de petits précipités. Par contraste, en diminuant la vitesse de refroidissement, la sursaturation de la matrice est moins forte aboutissant à une taille critique de « première » nucléation plus élevée. La diffusion permet la coalescence de la phase précipitée. Pour ces refroidissements suffisamment lents ($< 27^\circ\text{C}/\text{min}$ [Mao, 2001]), la seconde vague de précipitation aboutit à la nucléation de précipités plus fins (du fait d'un potentiel de germination moindre et d'une diffusion moins marquée due à leur température moins élevée lors de la précipitation).

De récents travaux menés sur René 88DT, un autre superalliage à base de Ni, par Singh et al. [Singh, 2012] complètent les études précédentes sur la précipitation intragranulaire. Ils proposent un modèle multi-échelles de précipitation prenant en compte des paramètres thermodynamiques comme les forces pilotant la précipitation, la densité de sites de précipitation et la diffusion, sur la base de travaux expérimentaux menés dans le cadre d'un refroidissement lent. Ce modèle différencie notamment les mécanismes contrôlant la première vague de précipitation de ceux pilotant les 2 vagues lui succédant.

Au début d'un refroidissement lent (température alors élevée), les forces thermodynamiques de précipitation (faibles) croissent pour aboutir à une première vague de précipitation. Cette vague a pour effet une consommation partielle de ces forces notamment au voisinage des premiers précipités générés. Du fait de la température encore élevée à ce stade du refroidissement, les atomes diffusent facilement entre matrice et précipités et provoquent la croissance des précipités, une déplétion en éléments γ' gènes (Al,Ti) et un enrichissement en Co, Cr de la matrice au voisinage du précipité. Ce n'est pas le cas des zones plus éloignées du précipité qui se retrouvent dans un état hors équilibre, la température baissant (saturation en Al et Ti).

La diminution de la température entraîne une croissance des forces thermodynamiques de précipitation qui couplée à la sursaturation de la matrice en éléments γ' -gènes produit une seconde vague de précipités. Les phénomènes de diffusion faibles aux températures plus basses et le peu d'espace entre précipités limite la croissance de cette population de précipités. En revanche, cette vague de précipitation a eu pour effet un enrichissement en Al et Ti de la zone d'interface entre la couche de déplétion voisine des premiers précipités et la seconde population de précipités. Là encore, cela débouchera sur une troisième vague de précipitation avec la baisse de la température.

La Figure I - 6 extraite de [Singh, 2012], illustre le modèle précédemment décrit :

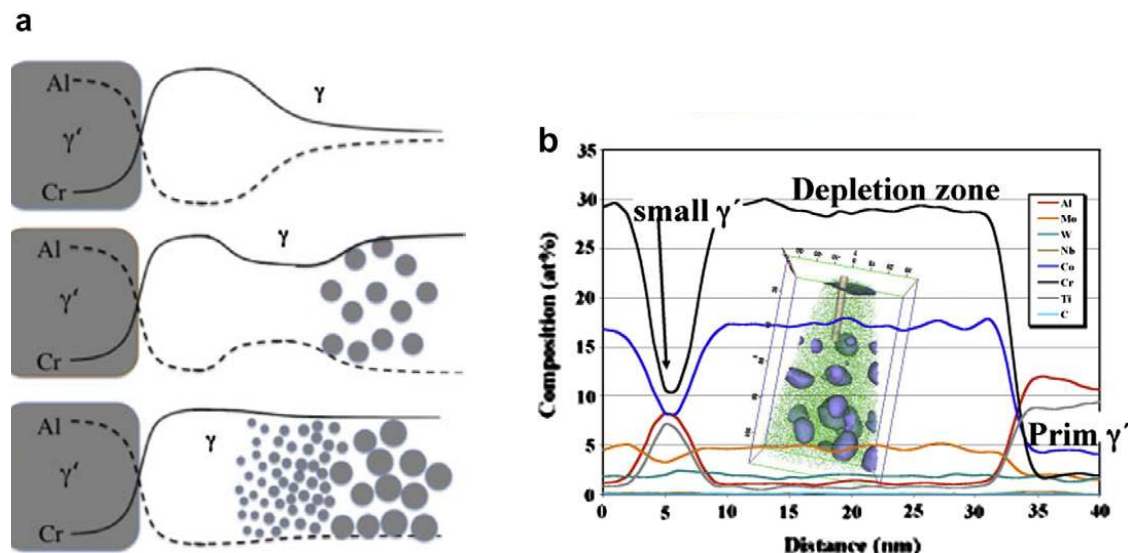


Figure I - 6 : Illustration du modèle de précipitation de Singh [Singh, 2013]

a) Illustration des vagues successives de précipitation (du haut vers le bas)

- les précipités issus de la première vague ont eu le temps de coalescer du fait des phénomènes de diffusion actifs en début de refroidissement (haute température)
- les phénomènes de diffusion faibles aux températures plus basses et le peu d'espace entre précipités limite la croissance des précipités de la deuxième vague
- enfin, l'enrichissement en Al et Ti de la couche entre précipités issus des deux premières vagues débouche sur une troisième vague de précipitation

b) Profil de concentration chimique d'un petit précipité vers un précipité primaire, les deux étant séparés par une zone de déplétion

I.1.3.1.2 Morphologie des précipités de refroidissement

De nombreuses études donnent des résultats concordants quant à l'influence de la vitesse de trempe sur la morphologie des γ'_{II} [Ricks, 1983],[Grosdidier, 1998] (voir **Figure I - 7**). Dès 1983, Ricks et al. ont mis en évidence différentes morphologies de précipités et les ont reliées au désaccord paramétrique entre les phases γ et γ' . Selon eux, la morphologie des précipités est liée, lors des premiers stades de nucléation, au désaccord paramétrique, à la taille des précipités et au taux de nucléation [Ricks, 1983]. Lors des derniers stades, en revanche, la perte de cohérence γ/γ' entraîne la formation de dendrite dont la croissance n'est plus pilotée par le champ de déformation thermoélastique à l'interface γ/γ' mais par des phénomènes de diffusion.

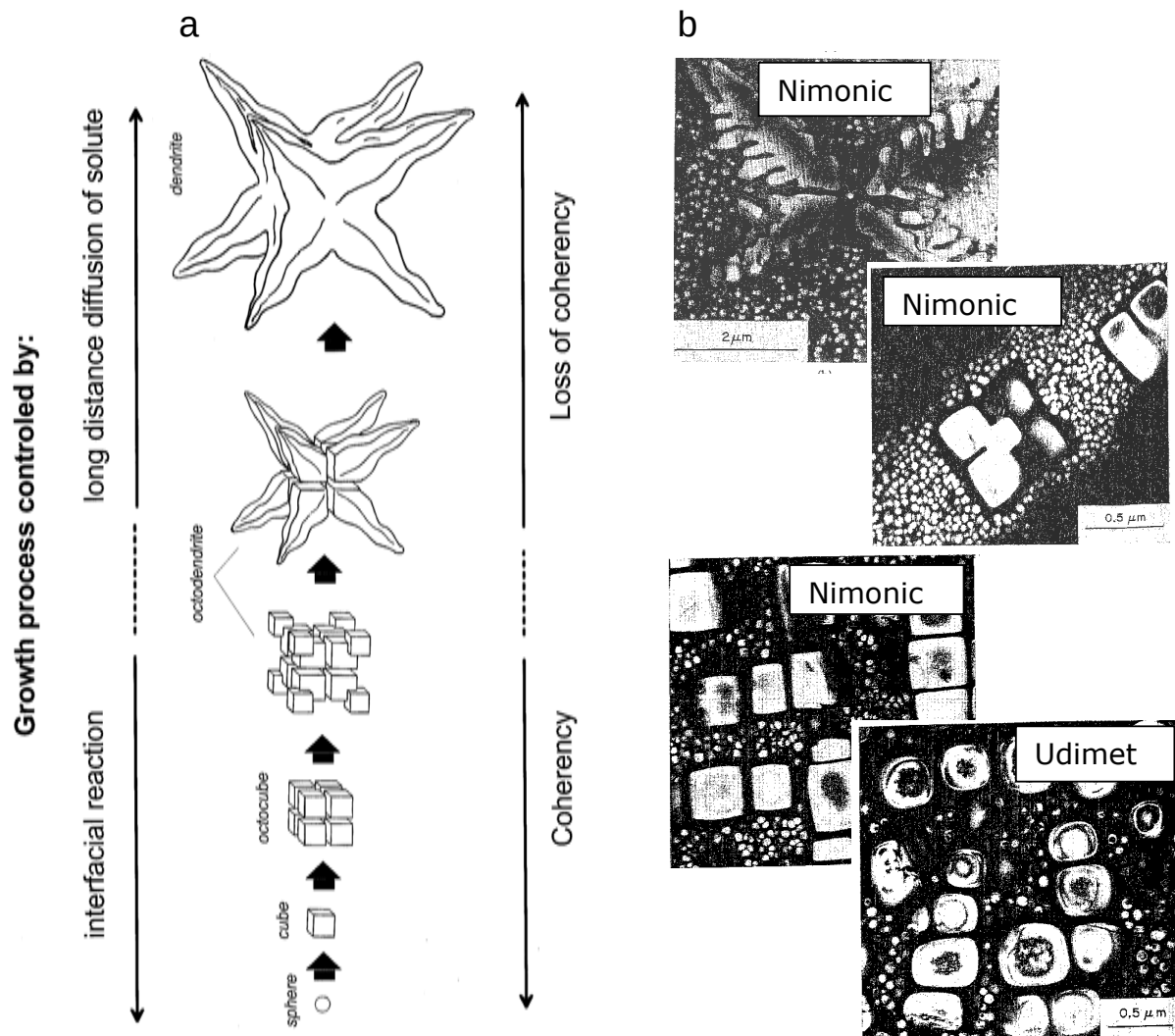


Figure I - 7 : Morphologie des précipités γ' dans les superalliages à base de Nickel

a) [Grosdidier, 1998]

b) [Ricks, 1983]

L'étude de Furrer et al. [Furrer, 1999] est intéressante car elle porte sur l'influence de la vitesse de trempe sur la morphologie des précipités γ' pour l'alliage Udimet 720. Il ressort clairement de leurs travaux que des vitesses de trempe élevées (12 °C/sec) aboutissent à une microstructure de précipitation intragranulaire fine et sphérique. Une vitesse de trempe plus lente (1.3 °C/sec) est à l'origine de précipités γ'_{II} plus grossiers de formes irrégulières et/ou cubiques. Pour finir, des précipités γ'_{II} de géométrie dendritique ont été observés pour un refroidissement très lent (0,12 °C/min). La **Figure I - 8** illustre ces évolutions morphologiques.

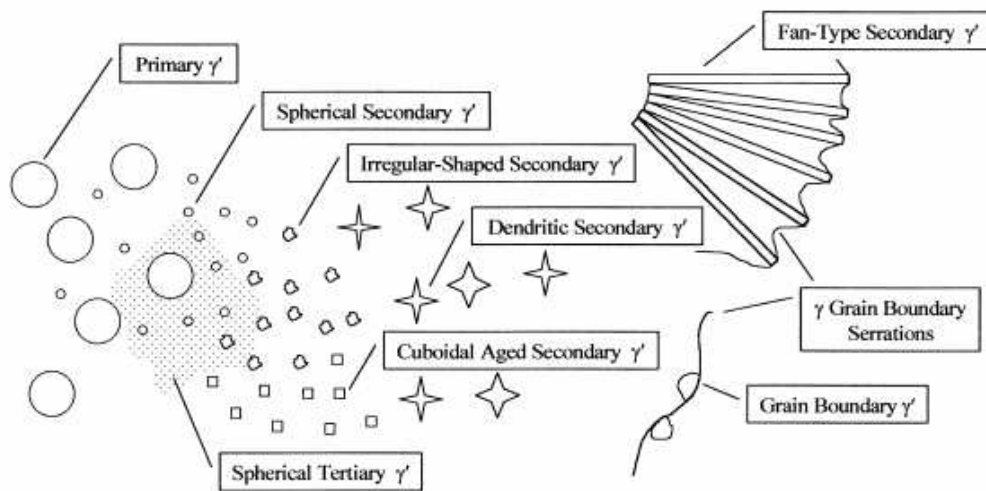


Figure I - 8 : Evolution morphologique des précipités γ' dans l'alliage Udimet 720 [Furrer, 1999]

L'étude de Furrer et al. s'est également attardée sur la morphologie des joints de grains pour les différentes vitesses de refroidissement précédemment citées. Si ces derniers sont relativement lisses pour des vitesses de trempe élevées, ils deviennent de plus en plus « dentelés » pour les faibles vitesses de trempe (**Figure I - 9**).

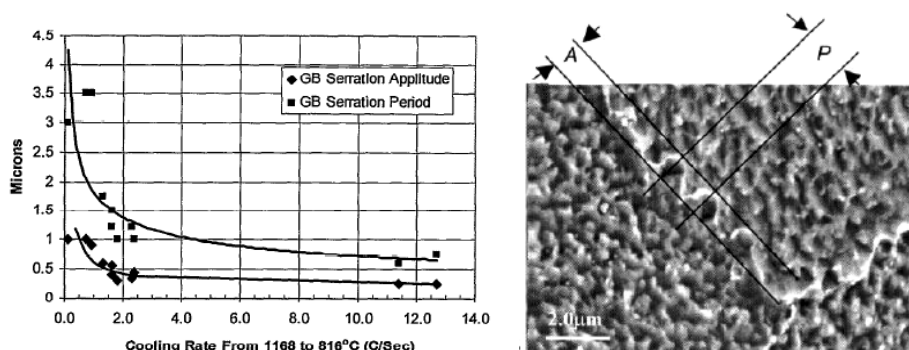


Figure I - 9 : Influence de la vitesse de trempe sur la formation de joints de grains dentelés caractérisés par l'amplitude de la dentelure (A) et sa périodicité (P)

Cette morphologie atypique des joints de grains dentelés est due à une diffusion assistée par un joint de grain mobile, aboutissant à la croissance de précipités γ'_{II} dendritiques particuliers au niveau des joints de grains : les « γ'_{II} FAN ». La **Figure I - 10** tirée de l'étude de Mitchell et al. sur le sujet, illustre de tels précipités γ'_{II} FAN.

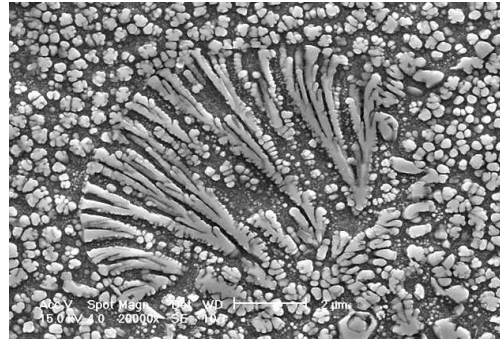


Figure I - 10 : γ'_{II} de type FAN identifiés par Mitchell et al. [Mitchell, 2007]

Quelques études ont montré l'effet bénéfique de ce type de joints dentelés sur la tenue en fluage à très haute température/basse contrainte [Furrer, 2000], [Kearsey, 2000].

I.1.3.2 Le/les vieillissement(s)

L'étape de vieillissement (ou de revenu selon la terminologie) fait suite au traitement thermique de mise en solution. Cette étape peut comporter 1 ou 2 traitements successifs. Ce(s) traitement(s) influe(nt) énormément sur les propriétés mécaniques de l'alliage en activant la croissance des petits précipités γ'_{III} qui sont les seuls à être réellement affectés par le vieillissement [Zhou, 2001]. Cette étape est cruciale car elle va permettre aux précipités γ'_{III} d'atteindre une taille « optimale » conférant à l'alliage les propriétés mécaniques visées. Cette taille optimale est fonction du mode de sollicitation, de la température et de la taille de grain. Cet aspect est traité plus en détails dans la partie I.3.2.

Ces mêmes travaux ont montré que le(s) vieillissement(s) a/ont un effet d'autant plus bénéfique sur les propriétés mécaniques que la trempe post-mise en solution est rapide, aboutissant à une fraction élevée de fins précipités du fait de la sursaturation de la matrice en éléments précipitants. Zhou et al. rapportent également que l'augmentation de la température et du temps de maintien du palier de vieillissement entraîne, après la coalescence des précipités tertiaires, leur dissolution progressive jusqu'à la disparition totale de cette population (pour des temps de maintien très longs > 1000 h).

I.2 Obtention de microstructures académiques pour l'analyse de l'influence des paramètres microstructuraux sur le comportement mécanique de l'alliage Udimet 720

Comme présenté dans l'introduction, l'un des objectifs des travaux présentés dans le présent mémoire est de relier le comportement mécanique et les mécanismes d'endommagement aux paramètres microstructuraux. C'est dans ce but et grâce à l'étude bibliographique menée dans la partie I.1 qu'ont été mis au point différents traitements thermiques spécifiques afin d'obtenir une grande variété de microstructures à étudier. Ces microstructures seront par la suite qualifiées « d'académiques » par opposition à la microstructure qualifiée « d'industrielle » utilisée par Turboméca pour ses disques de turbine haute pression.

I.2.1 Présentation de la microstructure industrielle et des microstructures académiques

I.2.1.1 Contexte industriel

La **Figure I - 11** rappelle les principaux critères de dimensionnement des disques de turbine HP déjà détaillés dans l'introduction de ce manuscrit.

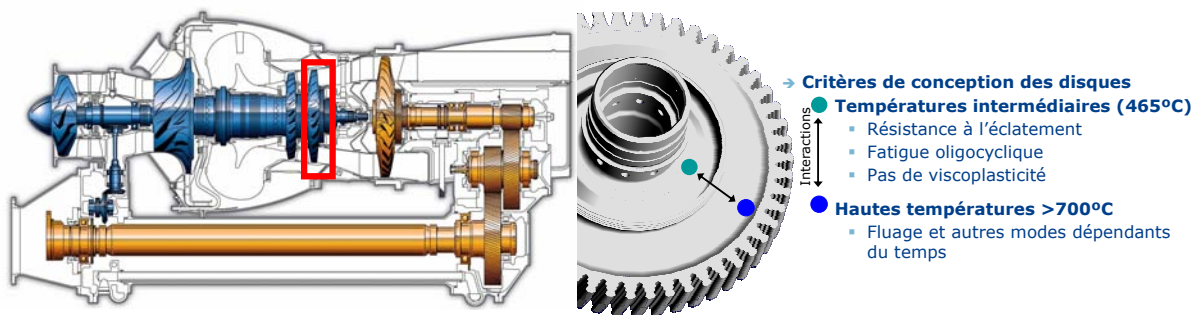


Figure I - 11 : Critères de dimensionnement des disques de turbine HP

L'influence de la température de mise en solution sur la taille des grains a été détaillée dans la partie I.1.3.1. Par ailleurs, les relations reliant la taille moyenne des grains et les propriétés mécaniques seront précisées dans la partie I.3.2. On affirmera donc, sans fournir de détails, qu'une microstructure à gros grains permet d'optimiser les propriétés en fluage alors qu'une microstructure à grains fins est optimale d'un point de vue des caractéristiques en fatigue.

Les disques de turbine HP étant sollicités en fluage et en fatigue (avec des interactions complexes entre ces deux modes), deux voies microstructurales semblent adaptées à son utilisation :

- la première (non retenue par le fabricant), en voie de développement, est l'élaboration d'une microstructure qui sera qualifiée de « duale » [Gabb, 2011], [Ning, 2013]. L'objectif serait de générer sur le disque monobloc un gradient de taille de grains adapté aux principales sollicitations vues par le disque (Figure I - 11). De petits grains seront visés à cœur, de gros grains en périphérie du disque (illustré sur la Figure I - 12).

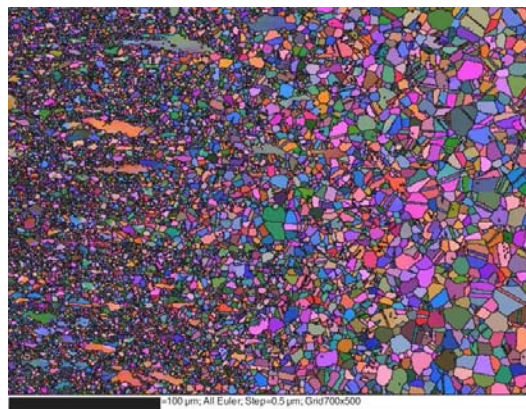


Figure I - 12 : Cartographie obtenue par EBSD d'une microstructure duale [Ning, 2013]

- la seconde, qui est celle utilisée de manière industrielle actuellement, est l'emploi d'une microstructure dite « duplex ». Il s'agit en fait d'une structure granulaire à gros grains comportant des bandes de grains fins. Cette structure peut être considérée comme homogène à l'échelle du composant.

Le traitement thermique permettant de générer une telle microstructure (illustrée sur la Figure I - 14) est détaillé dans la section I.2.1.2.

Avant de présenter les microstructures élaborées et les traitements thermiques associés il convient de préciser les conditions dans lesquelles ont été réalisés ces traitements. Le four utilisé est un four sous vide dans lequel de l'argon sous pression est injecté pour permettre un refroidissement à vitesse contrôlée. L'enfournement des échantillons à traiter ainsi que d'une ébauche instrumentée d'un thermocouple a été réalisé à l'ambiante avec suivi de la montée en température suivant une rampe de 10 °C/min. Notons que pour les derniers 10 °C, la rampe est réduite à 1 °C/min pour éviter un éventuel dépassement (ou over-shoot). Enfin, une fois le palier de maintien en température terminé, le refroidissement a lieu par injection du gaz avec une pression et une vitesse d'introduction contrôlée qui permettent de fixer la vitesse de refroidissement.

I.2.1.2 Microstructure industrielle – « Duplex »

Cette microstructure (présentée dans la partie I.2.1.1) est l'association d'une matrice de gros grains avec des plages de grains fins. Pour l'obtenir, seule une partie des précipités γ'_1 (qui contrôlent la taille de grains – voir I.1.3.1) doit être dissoute par le biais d'une mise en solution d'une heure et demi à la température de dissolution des γ'_1 , $T_{\text{solvus}\gamma'}$.

Le chemin thermique détaillé ci-dessus est récapitulé sur la **Figure I - 13**.

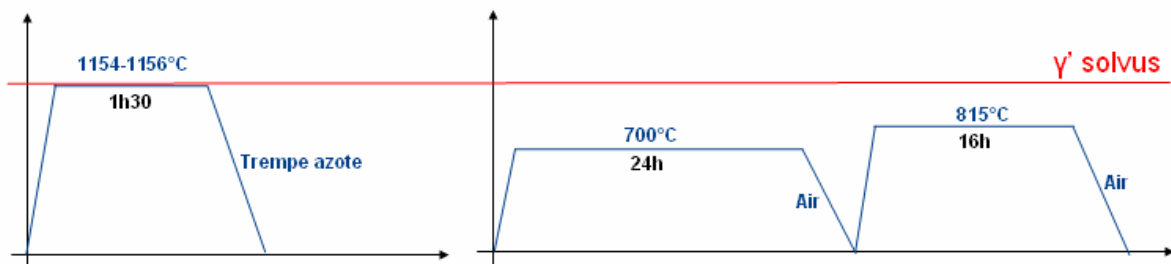


Figure I - 13 : Traitement thermique associé à la microstructure industrielle

La **Figure I - 14** illustre le squelette granulaire généré par une telle mise en solution à la température $T_{\text{solvus}\gamma'}$. Cette figure a été obtenue par diffraction des électrons rétro-diffusés (EBSD), une technique qui est détaillée et amplement utilisée dans la partie II.2.1.2 du chapitre II.

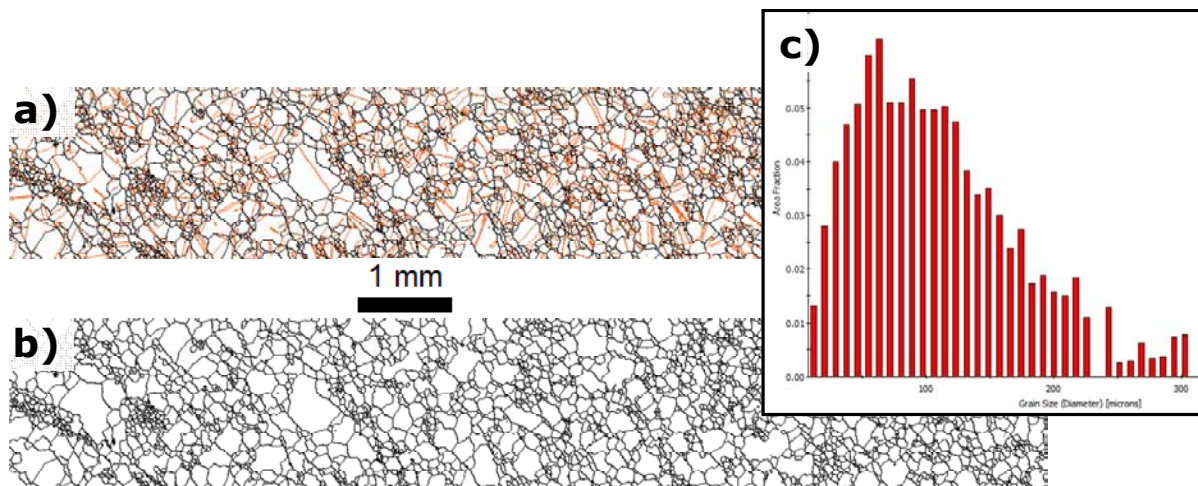


Figure I - 14 : Cartographie obtenue par EBSD du squelette de la microstructure « duplex » :

- a) joints de grains (en noir) et joints de macle $\Sigma 3$ (en orange)
- b) grains « reconstruits » suite à l'élimination des macles (en noir)
- c) distribution de taille des grains (diamètre équivalent en μm)

I.2.1.3 Microstructures académiques à gros grains (GG)

Afin de découpler les effets microstructuraux dans notre étude un certain nombre de microstructures « académiques » ont été définies et obtenues. Cette partie porte sur celles ayant été obtenues suite à une mise en solution super-solvus (voir I.1.3.1) qui a abouti à une microstructure à gros grains. Le squelette granulaire (obtenu par EBSD) de telles microstructures est présenté sur la **Figure I - 15**.

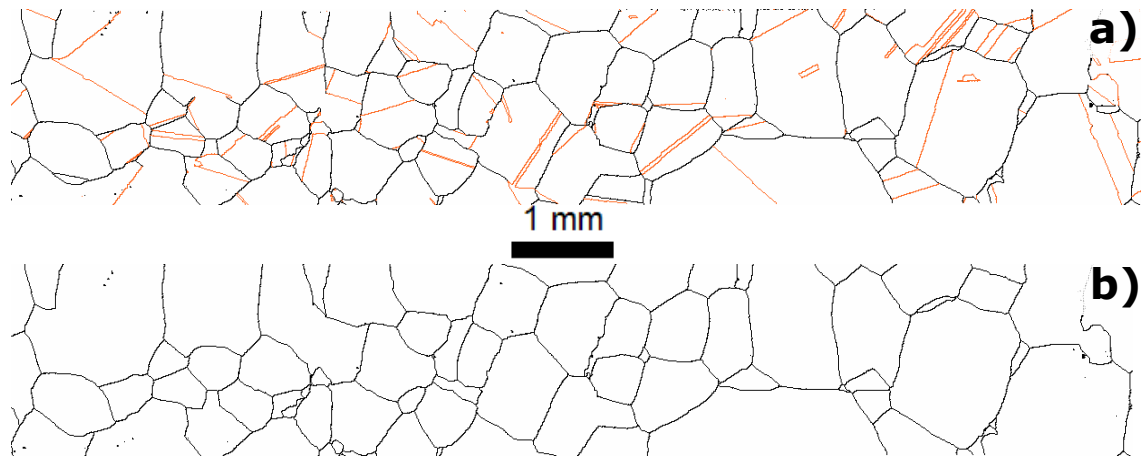


Figure I - 15 : Cartographie obtenue par EBSD du squelette des microstructures à gros grains :
a) joints de grains (en noir) et joints de macle $\Sigma 3$ (en orange)
b) grains « reconstruits » suite à l'élimination des macles (en noir)

A partir de ce squelette granulaire (gros grains homogènes), plusieurs états de précipitation ont été obtenus afin d'enrichir l'étude de l'influence des paramètres microstructuraux sur le comportement mécanique de l'alliage.

I.2.1.3.1 Microstructure à gros grains et précipitation standard (GG/Std)

La première microstructure à GG ciblée est une microstructure ayant une précipitation intragranulaire (γ'_{II} , γ'_{III}) proche de la microstructure industrielle. Un tel état de précipitation sera qualifié de « standard » (Std) dans la suite de ce document.

Pour y parvenir, à la suite de la mise en solution super-solvus, une trempe de même sévérité que celle faite industriellement a été réalisée, (voir I.2.1.2 – trempe « azote » dont la vitesse de refroidissement est d'environ 100 °C/min). Si le premier palier de vieillissement à 700 °C sert principalement à faire grossir les plus petits précipités (γ'_{III}) le second a pour but de faciliter la précipitation de carbures et de borures aux joints de grains (voir I.1.2.2) afin de limiter le glissement intergranulaire des gros grains.

Un tel traitement thermique est représenté sur la **Figure I - 16**.

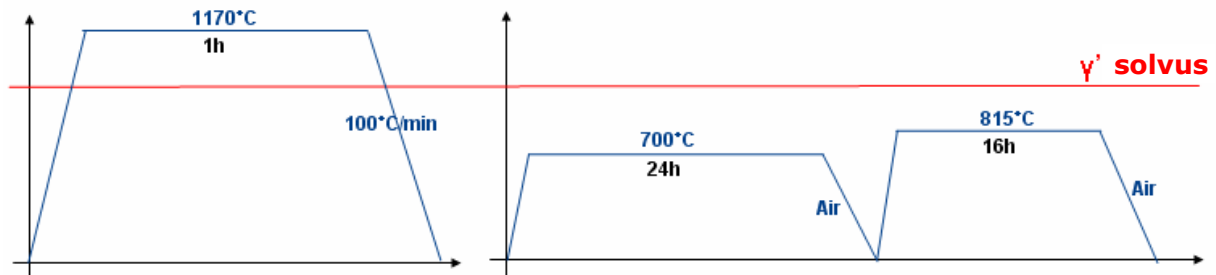


Figure I - 16 : Traitement thermique associé à la microstructure GG/Std

I.2.1.3.2 Microstructure à gros grains et précipitation fine (GG/ γ' fins)

Le squelette de gros grains est ici couplé à une précipitation intragranulaire fine quelle que soit la population de précipités γ' (secondaires ou tertiaires). Pour y parvenir la trempe faisant suite à la mise en solution a été rendue plus sévère (trempe huile) comme présenté dans la partie I.1.3.1.1 (voir **Figure I - 17**).

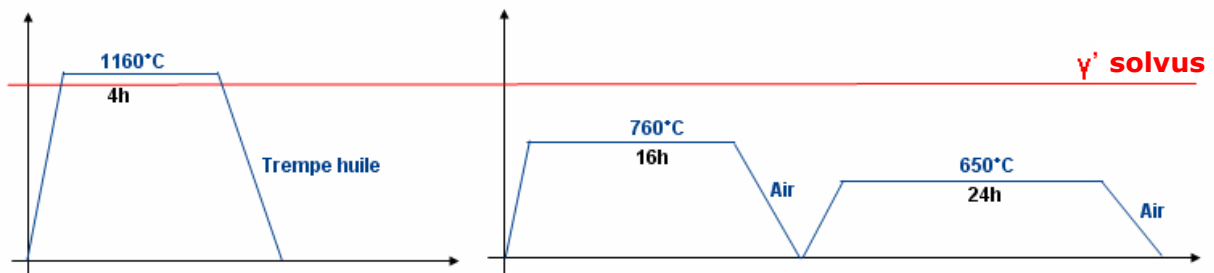


Figure I - 17 : Traitement thermique associé à la microstructure GG/ γ' fins

Cette microstructure, déjà étudiée dans les travaux de Vaunois et al. [Vaunois, 2010] et ceux de Villechaise et al. [Villechaise, 2012], présente la particularité d'être extrêmement homogène. En effet, les petits précipités γ' (de forme sphérique) sont uniformément répartis dans le volume de la microstructure contrairement aux microstructures précédemment présentées pour lesquelles des zones de « déplétion » peuvent être localement mises en évidence à proximité de joints de grains ou de gros précipités γ_1 .

I.2.1.3.3 Microstructure à gros grains et précipitation grossière (GG/ γ' grossiers)

La démarche inverse a été appliquée pour cette microstructure pour laquelle la structure granulaire a été couplée à une précipitation intragranulaire grossière/coalescée. La réalisation d'un

refroidissement post-mise en solution plus lent à permis aux γ'_{II} de croître (voir I.1.3.1.1) et ainsi d'obtenir la microstructure visée. La trempe a été effectuée avec une vitesse de refroidissement contrôlée à 50 °C/min. Il faut noter qu'une vitesse de refroidissement encore plus faible aurait pu être choisie. Cependant, en dessous de 50 °C/min, le risque de générer des précipités dendritiques γ'_{II} FAN aux joints de grains (et donc d'obtenir des joints de grains dentelés) est trop élevé. Ce point est détaillé dans la partie I.1.3.1.2.

Le traitement thermique défini est représenté sur la **Figure I - 18**.

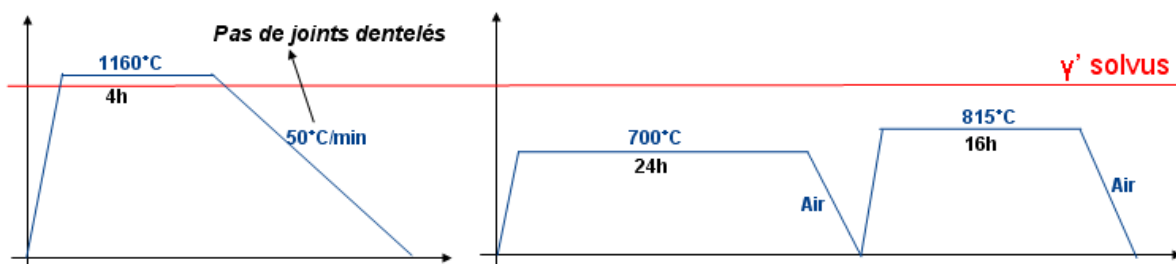


Figure I - 18 : Traitement thermique associé à la microstructure GG/ γ' grossiers

I.2.1.4 Microstructure académique à grains fins (GF/Std)

Une microstructure à grains fins obtenue suite à une mise en solution sub-solvus (voir I.1.3.1) a également été réalisée. Un état de précipitation standard (Std) a été couplé au squelette de grains fins (**Figure I - 19**).

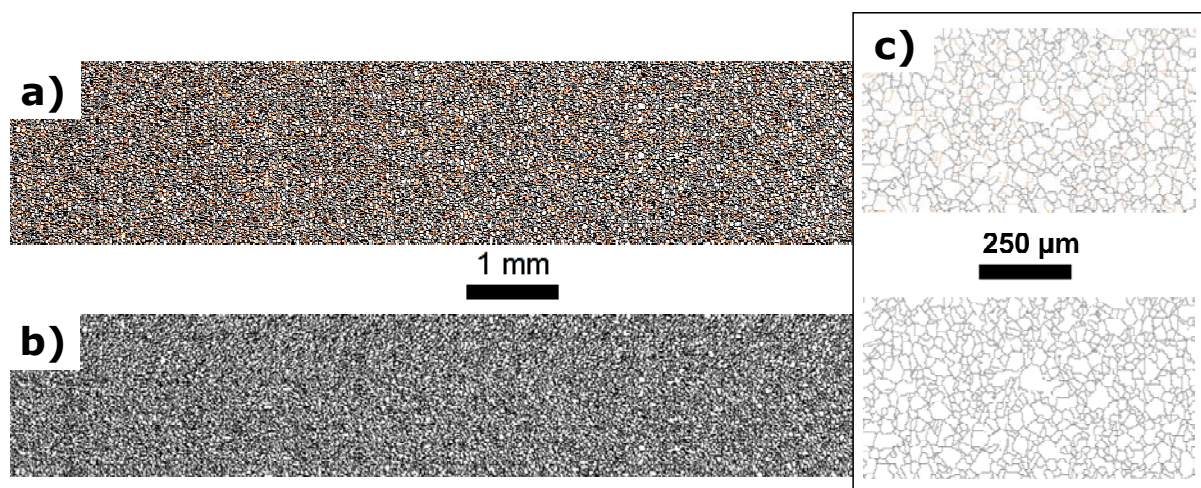


Figure I - 19 : Cartographie obtenue par EBSD du squelette de la microstructure à « grains fins » :
a) joints de grains (en noir) et joints de macle $\Sigma 3$ (en orange)
b) grains « reconstruits » suite à l'élimination des macles (en noir)
c) détails de ces cartographies

Afin d'obtenir un état de précipitation intragranulaire proche de celui de la microstructure industrielle, le traitement thermique a été conçu comme présenté ci-dessous (**Figure I - 20**).

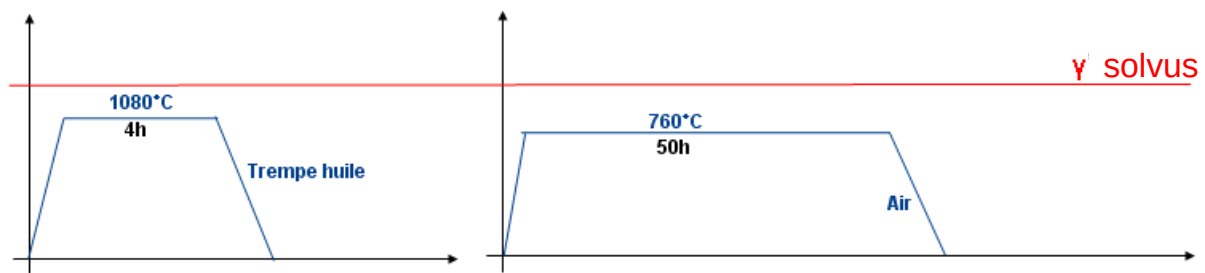


Figure I - 20 : Traitement thermique associé à la microstructure GF/Std

La matrice finale d'essais comptabilise par conséquent 5 microstructures différentes dans le but d'analyser l'influence des paramètres microstructuraux et de découpler les effets les uns des autres. L'influence du paramètre taille de grains a été évaluée en comparant des microstructures ayant une même microstructure de précipitation γ' (soit l'état proche de celui de la microstructure industrielle : Std) sur la base des 3 différents squelettes granulaires présentés (**Figure I - 14**, **Figure I - 15**, **Figure I - 19**). L'influence de la distribution de la précipitation intragranulaire (taille et fraction surfacique des différentes populations de précipités) a, elle, été étudiée en comparant entre elles toutes les microstructures à gros grains homogènes (GG) ayant différents états de précipitation (Std, γ' fins, γ' grossiers). La **Figure I - 21** synthétise cette « matrice » des microstructures testées tandis que le **Tableau I - 2** présente des micrographies typiques des cinq microstructures pour différents faibles grossissements permettant l'analyse des structures granulaires. Les structures de précipitation γ sont comparées à iso-grossissement.

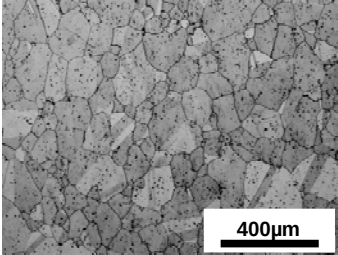
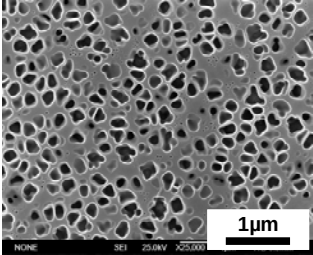
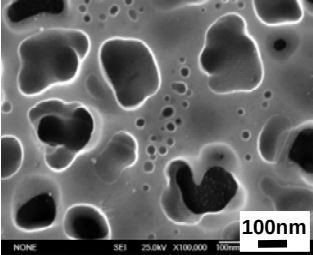
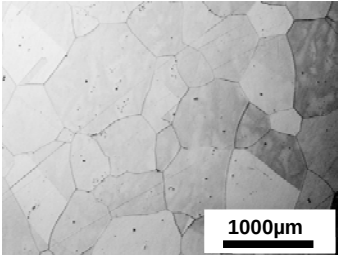
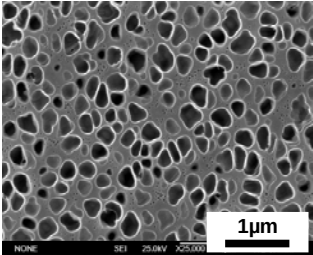
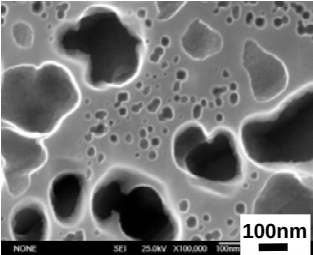
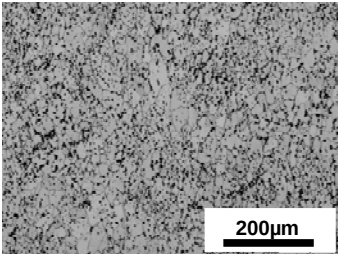
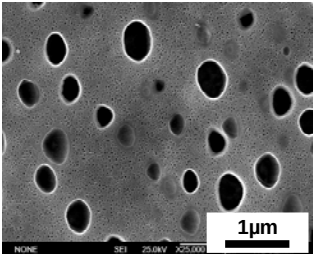
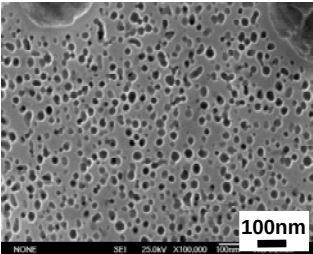
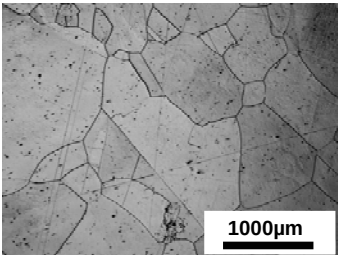
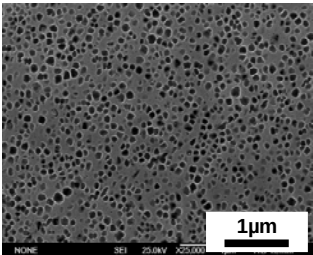
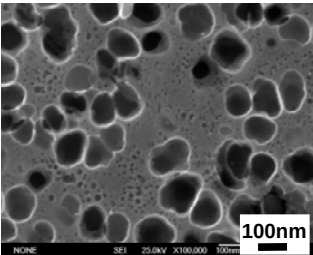
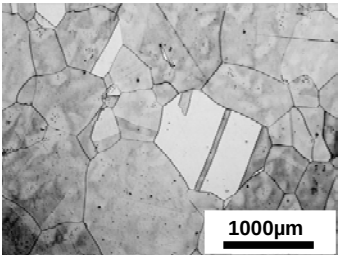
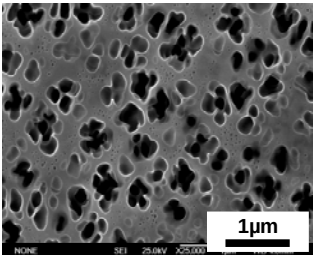
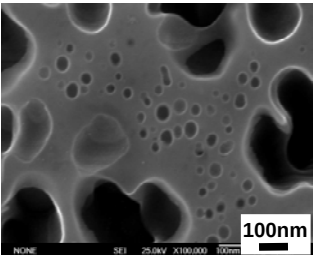
	Structure granulaire	Etat de précipitation x25K	Etat de précipitation x100K
Industrielle			
GG / Std			
GF / Std			
GG / γ'fins			
GG / γ'grossiers			

Tableau I - 2 : Récapitulatif des états microstructuraux obtenus (tailles de grains, précipitation γ') sur la microstructure industrielle et les microstructures académiques

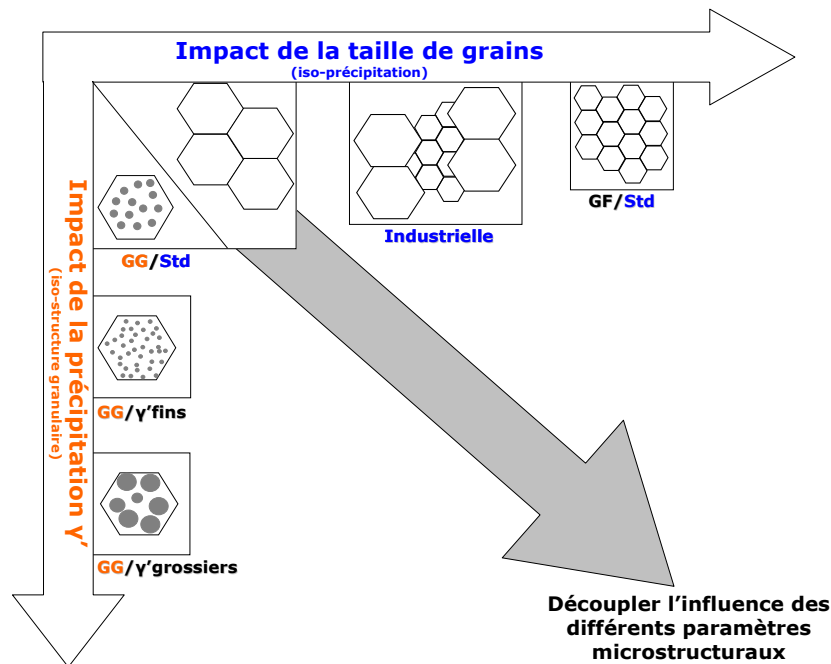


Figure I - 21 : Synthèse des microstructures testées et de leur intérêt

I.2.2 Analyse quantitative de la microstructure industrielle et des microstructures académiques

Avant de présenter les résultats de l'analyse stéréologique de la précipitation γ' réalisée sur les cinq microstructures présentées dans la partie précédente (I.2.1), un récapitulatif succinct du protocole expérimental utilisé (préparation, observation, quantification) est dressé.

I.2.2.1 Protocole expérimental

I.2.2.1.1 Préparation et observation des échantillons

Les échantillons dont les micrographies sont présentées dans le **Tableau I - 2** ont été polis mécaniquement au papier SiC puis au spray diamanté jusqu'au grade 1 μm . Un polissage électrolytique a par la suite été réalisé afin d'ôter la couche superficielle écrouie lors de l'étape de polissage mécanique. Diverses attaques chimiques ont ensuite été réalisées afin de révéler la structure granulaire et/ou la précipitation.

Ces solutions d'attaque chimique sont respectivement :

- Kalling n°2 : mélange de 100ml d'acide chlorhydrique, 100ml d'éthanol et de 5 g de CuCl_2 .
- Eau régale : 30 %vol HNO_3 , 70 %vol HCl .

Les observations de la structure granulaire ont été réalisées sur un microscope optique conventionnel. Concernant les micrographies de l'état de précipitation, la finesse des précipités γ' ,

notamment sur certaines microstructures, a imposé l'utilisation d'un microscope électronique à balayage équipé d'un canon à émission de champ (MEB-FEG) JEOL 7000F.

I.2.2.1.2 Quantification de la précipitation par analyse d'images

L'analyse stéréologique a été réalisée par traitement des images obtenues au MEB-FEG à l'aide du logiciel Visilog®.

Plusieurs procédures (successions d'étapes) ont été utilisées pour quantifier la distribution en taille des différentes classes de précipités, la fraction surfacique de ces classes de précipités mais aussi des paramètres moins conventionnels comme la distance moyenne inter-particules, qui sera également appelée largeur moyenne des couloirs inter-précipités dans le document.

L'analyse de la distribution de taille des différentes populations de précipités γ' s'est déroulée suivant la procédure détaillée ci-dessous :

- Tous d'abord l'image est segmentée à l'aide d'un seuillage manuel défini. Cette étape permet d'isoler les précipités du reste de l'image par contraste (**Figure I - 22 a**)). On obtient ainsi une image binaire brute (**Figure I - 22 b**)) comportant les précipités totalement ou partiellement détectés, mais aussi des petits objets indésirables associés au bruit de l'image d'origine.
- L'érosion-reconstruction permet ensuite de préciser le contour des précipités (cas de faible contraste entre le précipité et la matrice), et de supprimer le bruit de l'image binaire brute (**Figure I - 22 c**)). S'en suit une étape de remplissage qui permet de combler l'espace non détecté au sein d'un précipité déjà isolé. L'image binaire ainsi obtenue est prête à être traitée dans le cas d'une analyse de la fraction surfacique. On parle d'une image binaire reconstituée.
- À partir de cette image, il est possible d'extraire la fraction surfacique de précipités. Pour ce faire, il suffit de ramener le nombre de pixels des précipités (pixels bleus sur l'image **Figure I - 22 c**)) au nombre total de pixels de l'image. Afin d'obtenir une répartition de la taille de précipités, il est nécessaire de ne s'intéresser qu'aux précipités intégralement présents sur l'image binaire. La suppression des précipités coupés par le bord de l'image se fait lors d'une étape supplémentaire (souvent appelée « border kill »).
- Après identification des différents précipités, le logiciel d'analyse d'images extrait un tableau résumant leurs caractéristiques géométriques (taille, aire, périmètre, diamètre équivalent, ...). Il est enfin possible de ne travailler que sur une partie des précipités analysés par l'application de filtres sur leurs caractéristiques géométriques.

A titre d'exemple l'étude peut se limiter à des précipités dont la taille est supérieure à une valeur donnée (Figure I-22 d)).

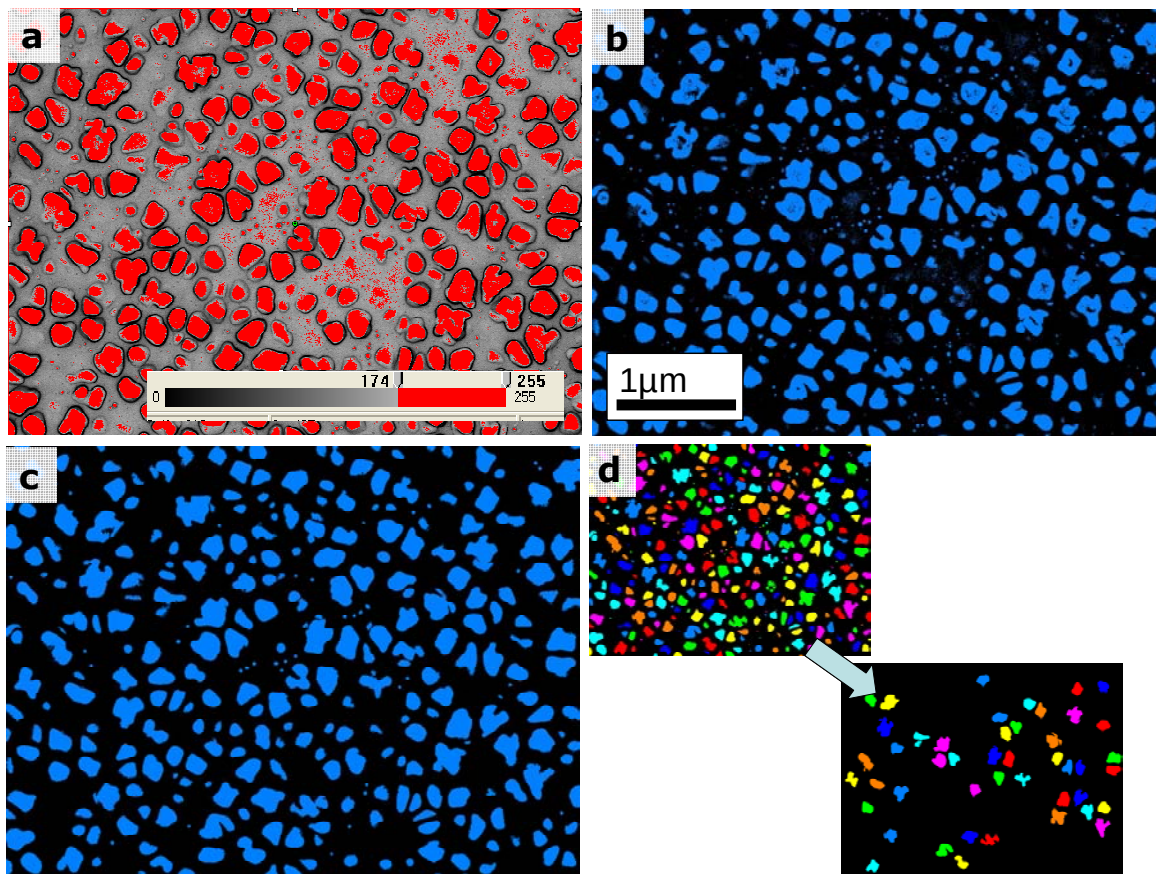


Figure I - 22 : Détermination de la distribution de tailles des différentes populations de précipités par analyse d'images

- a) segmentation de l'image
- b) image binaire brute
- c) érosion-reconstruction des précipités
- d) application d'un filtre sur les propriétés géométriques des précipités : ici leur taille

Sont exposées ci-après les différentes étapes de quantification de la distance moyenne inter précipités (ou largeur moyenne des couloirs de matrice) :

L'intérêt de quantifier ce paramètre microstructural est justifié dans la partie I.3.2. Cette quantification se déroule selon deux étapes indépendantes.

- Tout d'abord, la carte des distances inter particules est établie (Figure I - 23 a)). La distance considérée en tout point est celle à la particule la plus proche. Des iso-courbes sont alors tracées.
- Dans un second temps, la courbe (ensemble de pixels) d'équidistance entre proches précipités est tracée. Il en découle une image binaire dite squelette de la matrice (Figure I - 23 b)). Une fois les points triples retirés du squelette afin de n'avoir qu'un segment entre chaque précipité, les 2 étapes précédemment expliquées sont confrontées. A chaque pixel du squelette est donc associé une couleur (représentative d'une distance).

- Enfin, à chaque segment a été appliquée la couleur associée à la distance minimale des plus proches précipités (**Figure I - 23 c**)). Cette valeur devra être multipliée par deux pour avoir celle de la largeur de couloir.

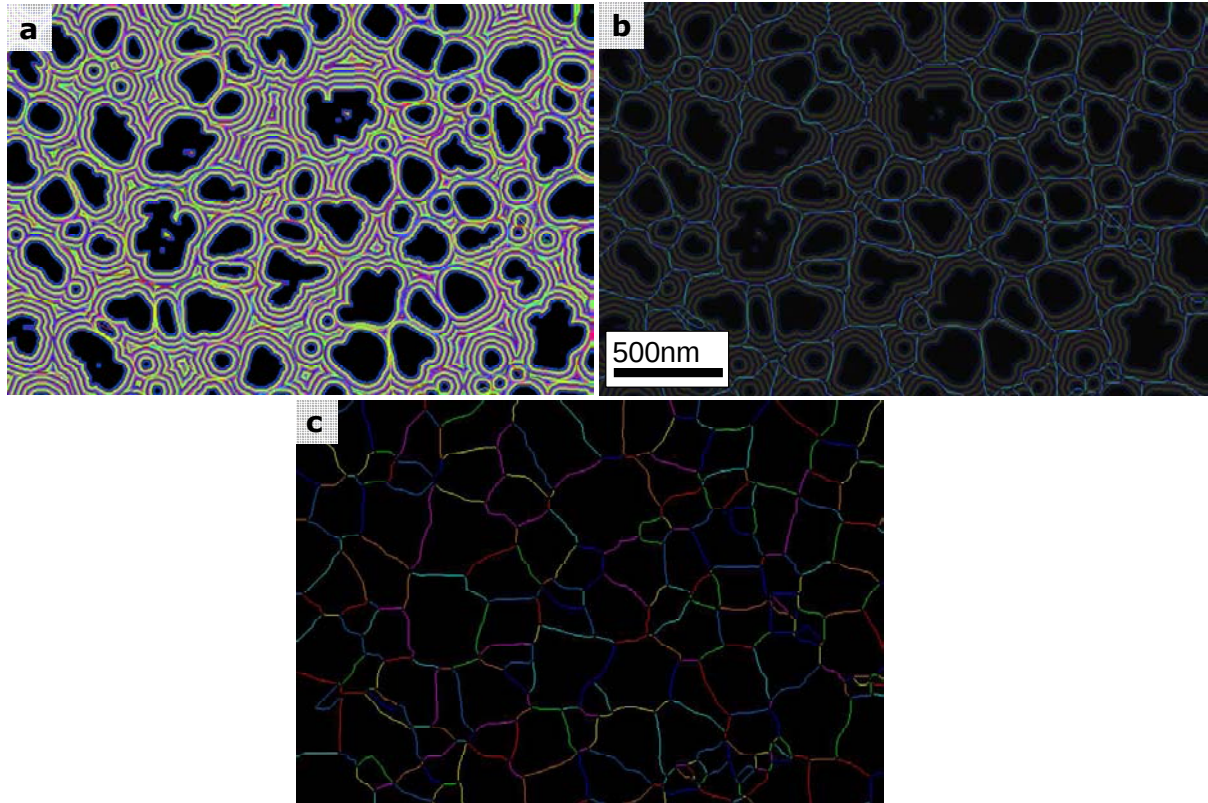


Figure I - 23 : Détermination de la distance inter-précipités par analyse d'image
a) cartographie des courbes d'iso-distance entre précipités
b) squelette d'équidistance entre proches précipités
c) détermination de la largeur des couloirs matriciels

I.2.2.2 Résultats de l'analyse microstructurale quantitative

Les résultats de l'analyse stéréologique de la précipitation γ' par analyse d'images suivant les protocoles détaillés dans la partie I.2.2.1 sont récapitulés dans le **Tableau I - 3**. La base d'images utilisée correspond à 20 images obtenues et analysées par microstructure (soit 10 images x2 grossissements différents définis en fonction de la taille des précipités à analyser).

Les tailles des différentes populations de précipités récapitulées dans le **Tableau I - 3** sont des valeurs moyennes extraites de distributions gaussiennes d'environ 3000 précipités γ'_{II} et 6000 précipités γ'_{III} analysés par microstructure.

Microstructure	Industrielle	GG / Std	GF / Std	GG / γ' fins	GG / γ' grossiers
$F_{\text{surfacique}} \gamma'_I$ (%)	1,2	-	9,9	-	-
Taille moy. γ'_{II} (nm)	153	165	266	81	274
$F_{\text{surfacique}} \gamma'_{II}$ (%)	25,9	25,9	11,9	30,8	22,8
Taille moy. γ'_{III} (nm)	20,7	28	18	11	27
$F_{\text{surfacique}} \gamma'_{III}$ (%)	0,59	0,59	12,9	2,4	1,8
$L_{\text{couloir}} \text{ moy. (nm)}$	110,8	76,4	24,1	31,9	121,2
$\Sigma F_{\text{surfacique}} \gamma'_i$ (%)	27,6	31,9	34,9	33,2	24,6

Tableau I - 3 : Récapitulatif des résultats de l'analyse stéréologique de la précipitation γ' par analyse d'images, avec :

- $F_{\text{surfacique}} \gamma'_i$: représente la fraction surfacique mesurée de précipités de la population i
- Taille moy. γ'_i : représente la taille moyenne mesurée des précipités de la population i
- $L_{\text{couloir}} \text{ moy.}$: représente la largeur moyenne mesurée des couloirs matriciels interprécipités
- $\Sigma F_{\text{surfacique}} \gamma'_i$: représente la fraction surfacique totale de la précipitation γ' (somme des γ'_I , γ'_{II} , γ'_{III})

Il est intéressant de noter que les tailles de γ'_{II} mesurées suivant cette méthodologie concordent parfaitement avec celles issues des travaux de Mao et al. et avec celles de Radis et al. ([Mao, 2001], [Radis, 2009]). La courbe établie par Furrer et al. ([Furrer, 1999]) est, en revanche, de même nature mais décalée vers les grands diamètres (Figure I - 24).

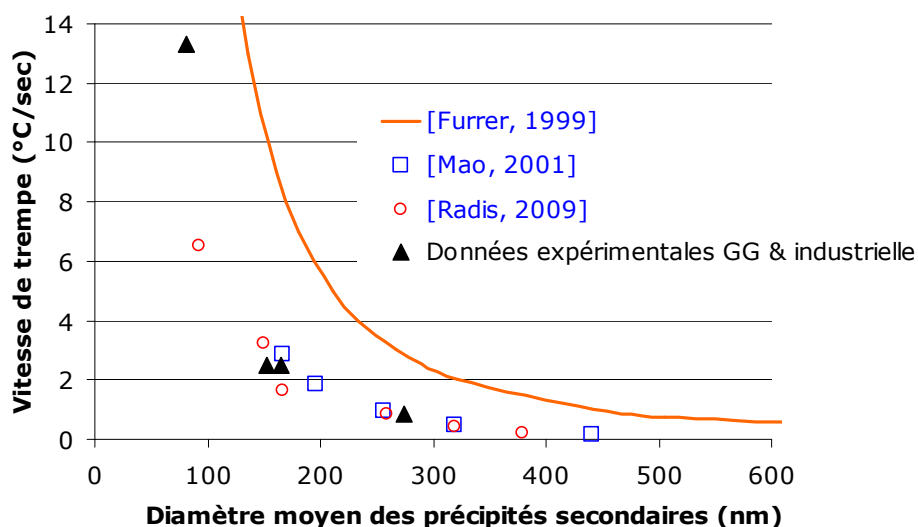


Figure I - 24 : Comparaison des diamètres moyens de γ'_{II} obtenus expérimentalement avec ceux de la bibliographie

La Figure I - 25 et la Figure I - 26 sont des représentations graphiques comparatives des données du Tableau I - 3.

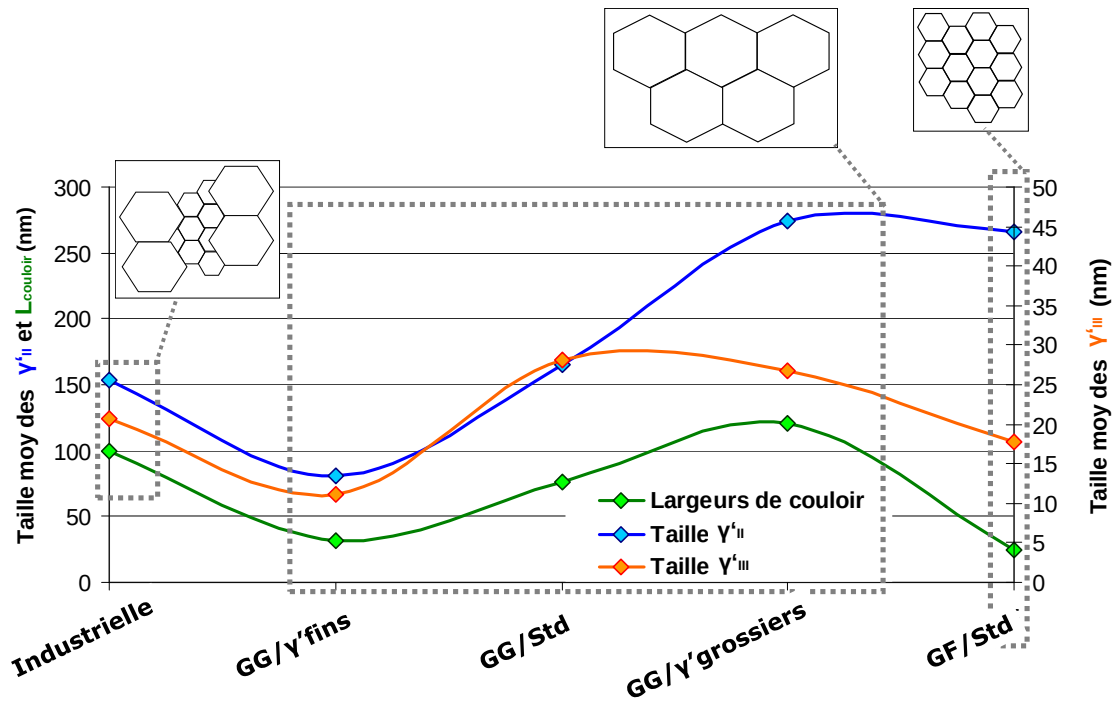


Figure I - 25 : Représentation graphique des résultats de l'analyse microstructurale(1/2)

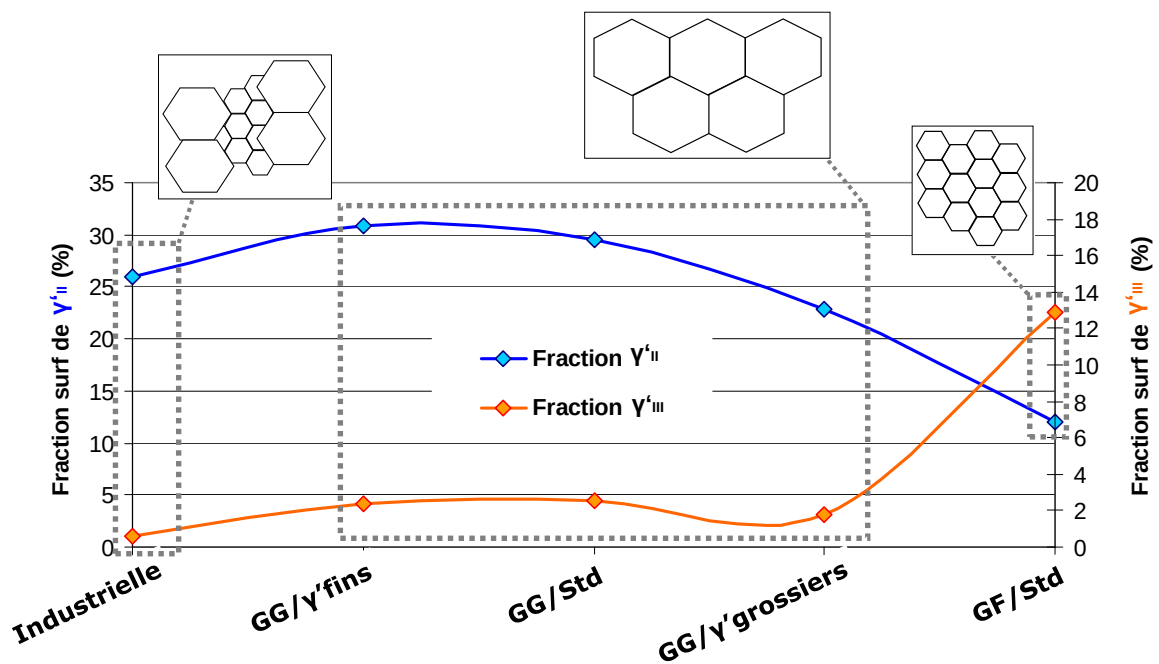


Figure I - 26 : Représentation graphique des résultats de l'analyse microstructurale(2/2)

On constate tout d'abord que l'état de précipitation de la microstructure Industrielle (qualifié de standard : Std) est très proche de celui de la microstructure GG/Std en terme de taille et fraction surfacique des γ'_{II} , γ'_{III} , comme cela était espéré. Ce n'est, en revanche, pas le cas de la précipitation de la microstructure GF/Std pourtant traitée thermiquement dans ce but. Cette microstructure sera détaillée par la suite.

Le gradient de taille de précipitation espéré (γ' fins < Std < γ' grossiers) entre les 3 microstructures à gros grains (GG) a été obtenu, comme il est possible de le constater sur la **Figure I - 25** (cadre du milieu). La fraction surfacique des γ'_{II} est plus faible pour des valeurs moyennes de taille de précipités plus grandes.

Très peu de différences sont à noter entre la précipitation tertiaire (γ'_{III}) de la microstructure GG/ γ' grossiers et celle de la microstructure GG/Std. En revanche les précipités γ' tertiaires de la microstructure GG/ γ' fins sont eux très petits. Enfin, plus la précipitation intragranulaire de ces 3 microstructures à gros grains est grossière, plus la largeur moyenne des couloirs de matrice est importante.

La taille moyenne des γ'_{II} de la microstructure à grains fins GF/Std est semblable à celle de la microstructure GG/ γ' grossiers et donc plus élevée que la taille ciblée dans la matrice d'essai. Entre ces gros γ'_{II} faiblement présents dans la matrice se trouvent beaucoup de petits γ'_{III} . Cela impacte fortement la largeur moyenne des couloirs de matrice qui est aussi faible que celle de la microstructure GG/ γ' fins. Cependant, il a été décidé de poursuivre l'étude des propriétés mécaniques de cette microstructure car elle est la seule à avoir été mise en solution sub-solvus (d'où les GF). Par ailleurs, il sera intéressant d'observer son comportement mécanique, compte tenu de la faible largeur moyenne de ses couloirs de matrice. L'influence de ce paramètre microstructural ($L_{\text{couloir}} \text{ moy.}$) sur les propriétés mécaniques (statiques et dynamiques) est détaillée dans les parties I.3.2 et I.3.3.2.

Un dernier point nécessite d'être précisé vis-à-vis des fractions surfaciques mesurées de phase γ' sur toutes les microstructures. Il ressort du **Tableau I - 3**, que cette fraction surfacique est comprise entre 25 % et 35 % ce qui est relativement éloigné de la fraction d'équilibre de l'Udimet 720 (≈ 45 %). Il existe plusieurs raisons à cela :

- Tout d'abord, le moyen d'observation (MEB-FEG), aussi précis soit-il, ne permet pas de faire ressortir clairement les précipités d'une taille inférieure à 20 nm, sur les micrographies traitées par la suite sur Visilog.
- De même, une faible partie des précipités (dont le contraste optique n'est pas suffisamment distinct de celui de la matrice) n'a pas été quantifiée lors de l'étape d'analyse d'images.

- Enfin, il est difficile de traiter les précipités coalescés multi « lobes » (refroidissements lents de la **Figure I - 7** et microstructure GG/ γ' grossiers du **Tableau I - 2**) dont une partie des « lobes » n'apparaît pas en surface. C'est d'ailleurs la raison pour laquelle la microstructure GG/ γ' grossiers est celle pour laquelle la fraction surfacique des γ' est la plus éloignée de la fraction d'équilibre.

I.3 Etude bibliographique des relations entre la microstructure et les propriétés mécaniques (traction monotone, fatigue oligocyclique)

Cette partie commence par une description brève des mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations (I.3.1) qui sert de base de discussion aux chapitres II et III, notamment. Néanmoins, ces notions s'avèrent également utiles pour comprendre l'influence de la taille et de la morphologie des précipités intragranulaires sur les propriétés mécaniques de l'alliage.

I.3.1 Mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations : cas des superalliages durcis par précipitation

Les travaux réalisés par Beardmore et al. à la fin des années 1960 [Beardmore, 1969], ont permis de montrer que la limite d'élasticité définie à 0,2 % de déformation plastique (notée $R_{0,2}$) de la phase γ' est supérieure à celle de la phase γ pour des températures supérieures ou égales à 100 °C (**Figure I - 27**).

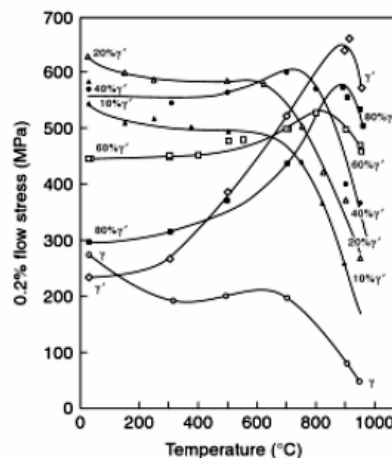


Figure I - 27 : Evolution de la limite d'élasticité à 0,2 % pour différents taux de phase γ' [Beardmore, 1969]

On note sur la **Figure I - 27**, que sur la plage 450 °C – 800 °C, la limite d'élasticité est maximale pour une fraction volumique de 40 %, ce qui a conduit à la conception d'alliages tels que l'Udimet 720 avec une fraction volumique de γ' à l'équilibre d'environ 40-45 %.

La littérature met également en évidence l'influence de la taille et de la morphologie des précipités γ' sur les propriétés mécaniques. Cet aspect sera détaillé par la suite.

L'évolution de la limite d'élasticité de l'Udimet 720 en fonction de la température est présentée par la **Figure I - 28 a)** (adaptation [Billot, 2010] des travaux de Sczerzenie et al. [Sczerzenie, 1988]). La **Figure I - 28 b)**, quant à elle, reporte schématiquement les domaines de température pour lesquels les trois principaux types de mécanismes de déformation plastique opèrent [Diologent, 2002], [Dollar, 1988]. La confrontation de telles informations permet de cerner les mécanismes de plasticité qui seront mis en jeu dans ce type d'alliage en fonction de la température. Des transitions de mécanismes seront discutés, dans ce sens, au chapitre III (III.5).

Trois stades sont clairement identifiables sur ces deux figures :

- [20 °C - 550 °C] : Les dislocations parfaites se dissocient en dislocations partielles en générant des défauts d'empilement. La création de défauts d'empilement limite la mobilité de ces dislocations entraînant une augmentation de la résistance du matériau. Ce mécanisme de dissociation inhérent au cisaillement des précipités est actif à l'ambiante et diminue avec la température jusqu'à 550 °C. Ce dernier point explique la diminution de la limite d'élasticité de l'ambiante à 550 °C.
- [550 °C - 700/800 °C] : Le pic observé à 700 °C correspond à la soudaine capacité des dislocations dissociées à adopter une configuration particulière. Les dislocations restent, en effet, moins confinées au sein de bandes de glissement, au profit de la formation d'une structure de dislocations plus homogène. On parle, ici, de glissement dévié dans les plans cubiques [Veyssière, 1996]. Un tel mécanisme favorise le durcissement car les dislocations interagissent plus entre elles et contraignent ainsi leurs mouvements [Terzi, 2006].
- [T > 700/800 °C] : L'augmentation de la température va entraîner une remise en solution progressive des précipités fins, une augmentation des distances inter-particules et donc une chute de la contrainte nécessaire à la mobilité des dislocations. Ceci explique l'effondrement de la limite d'élasticité.

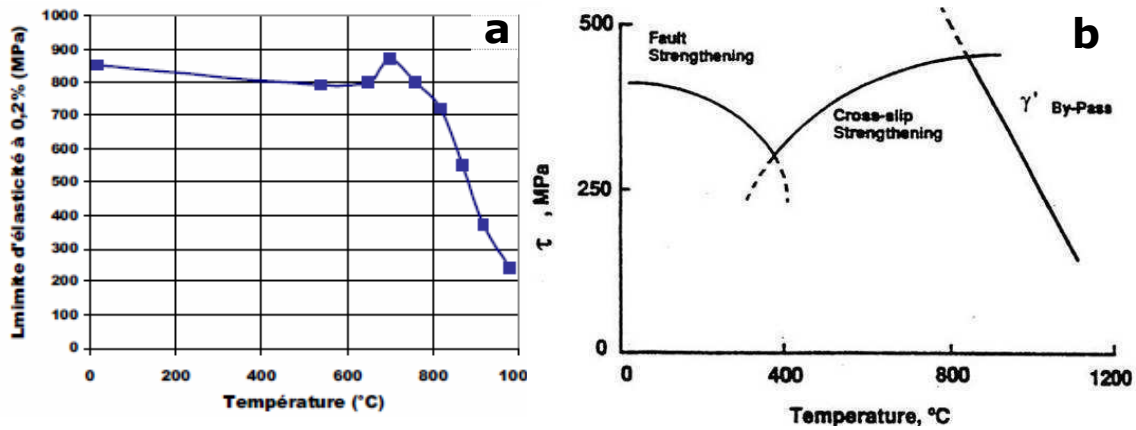


Figure I - 28 : Evolution de la limite d'élasticité de l'Udimer 720 et mécanismes responsables de la déformation plastique à l'échelle des dislocations ; figures issues de

a) [Billot, 2010]

b) [Diologent, 2002]

Parce que les travaux de thèse portent sur l'analyse des phénomènes mis en jeu aux abords de l'alésage des disques de turbine (voir I.2.1.1), l'étude bibliographique se focalisera sur les mécanismes de cisaillement présentés dans la plage 20 °C-500 °C de la Figure I - 28 b). La notion de contournement des précipités (γ' By-Pass sur la Figure I - 28 b)) sera néanmoins introduite dans la partie qui suit (I.3.1.1).

I.3.1.1 Le contournement dit « d'Orowan »

On parle de contournement lorsqu'une dislocation parfaite franchit une zone de précipitation en se courbant entre les précipités, laissant autour de ces derniers une boucle qualifiée de boucle « d'Orowan ».

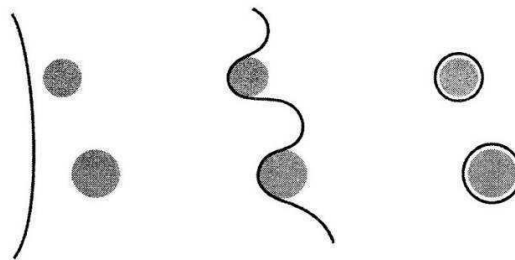


Figure I - 29 : Schéma de principe du contournement d'Orowan [Raujol, 2004]

Pour que le contournement ait lieu, la contrainte de franchissement doit être supérieure à celle décrite dans l'Equation I-1. Où T est la tension de ligne, b la norme du vecteur de Burgers et l la distance inter-précipités dans un plan $\{111\}$.

$$\tau_{\text{OROWAN}} = \frac{2T}{bl}$$

Equation I - 1

L'introduction de la variable l souligne l'intérêt d'avoir accès à la grandeur $L_{\text{couloir}} \text{ moy}$ (Tableau I - 3) par l'analyse d'images quantitative.

I.3.1.2 Le cisaillement par une paire de dislocations entraînant la création d'une paroi d'antiphase (APB)

Lorsqu'une dislocation de matrice cisaille un précipité γ' elle en modifie l'ordre cristallographique en générant un défaut d'énergie importante : la paroi d'antiphase (APB). L'ordre sera rétabli dans le précipité par le passage d'une seconde dislocation de même vecteur de burger b qui effacera le défaut laissé par la première. Ces deux dislocations peuvent être appariées pour former une « superdislocation » comme illustré sur la Figure I - 30.

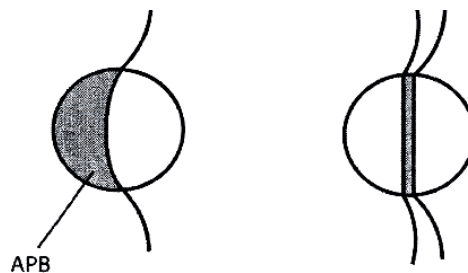


Figure I - 30 : Schéma de principe de la création d'une APB puis du rétablissement de l'ordre par passage d'une seconde dislocation [Raujol, 2004]

La taille des précipités à franchir va influencer sur le mode de franchissement de ceux-ci par la superdislocation (ou paire de dislocations). De gros précipités entraînent un cisaillement par deux dislocations fortement liées (Figure I - 31 b)), alors que de plus fins précipités ne nécessitent que des dislocations faiblement couplées (Figure I - 31 a)). La contrainte nécessaire au cisaillement des précipités γ' s'exprime alors respectivement suivant l'Equation I-2 dans le cas de dislocations faiblement couplées et suivant l'Equation I-3 pour des dislocations fortement couplées. De multiples nuances de mécanismes de cisaillement existent mettant en jeu des dissociations plus ou moins complexes des dislocations et conduisant à des contrastes en MET très différents ([Raujol, 2004],[Billot, 2010]],[Condat, 1987]).

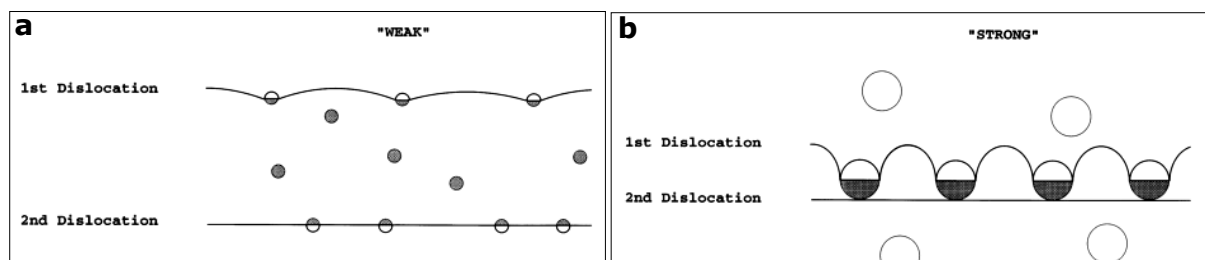


Figure I - 31 : Schéma de principe du cisaillement des précipités par des paires de dislocations [Jackson, 1999]

- a) faiblement couplées
- b) fortement couplées

$$\Delta\tau = \frac{1}{2} \left(\frac{\gamma}{b} \right)^{3/2} \left(\frac{bDf}{T} \right)^{1/2} A - \frac{1}{2} \left(\frac{\gamma}{b} \right) f \quad \text{Equation I - 2}$$

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

$$\Delta\tau = \frac{1}{2} \left(\frac{Gb}{L_p} \right) \frac{2w}{\pi} \left(\frac{\pi D\gamma}{wGb^2} - 1 \right)^{1/2} \quad \text{Equation I - 3}$$

Où G est le module de cisaillement, L_p est la distance moyenne entre les centres de gravité des deux particules et w est une constante prenant en compte l'énergie élastique de répulsion entre les dislocations fortement couplées ($w \sim 1$ pour les dislocations parfaites).

On peut noter, une fois de plus, la présence d'un paramètre similaire à la largeur moyenne de couloir (la variable L_p). La **Figure I - 32** issue des travaux d'Hüther et al. [Hüther, 1968] montre clairement l'influence du paramètre taille de précipités, sur le mécanisme activé de franchissement des précipités par les dislocations de matrice. Dans le cas des petits diamètres et donc en général des largeurs de couloirs faibles, les mécanismes de cisaillement seront privilégiés. Au contraire en présence de grandes particules, c'est plutôt le contournement des précipités qui assurera la déformation plastique. Dans le cas de microstructures multimodales une combinaison de ces processus pourra être constatée.

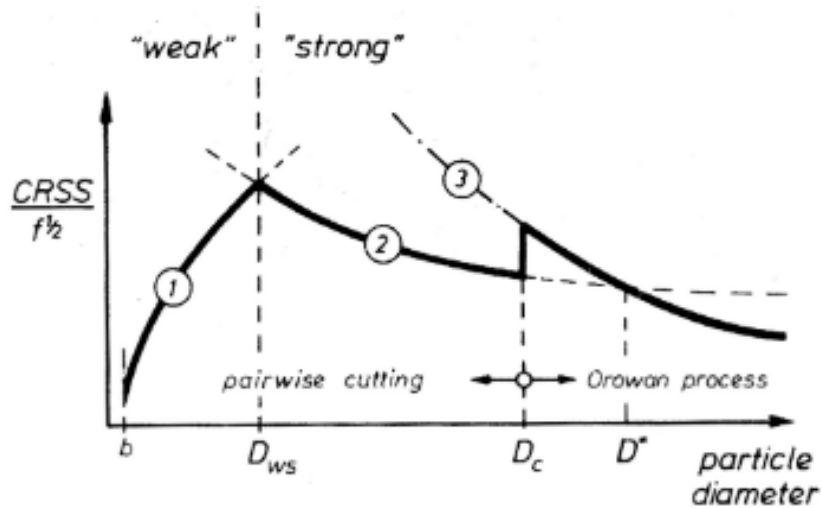


Figure I - 32 : Variation de la scission critique résolue (CRSS) en fonction de la taille des précipités à franchir [Hüther, 1978]

I.3.2 Influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques en traction monotone

La limite d'élasticité conventionnelle est connue pour être plus sensible à la microstructure que la limite à rupture [Mao, 2001]. De très nombreuses études portent sur l'influence des paramètres microstructuraux sur la tenue en traction à l'ambiante et en température. Parmi les paramètres qui influent le plus on peut citer :

- la taille de grains
- la fraction, la distribution et la taille des précipités intragranulaires

- **La taille de grains :**

Bain et al. [Bain, 1988] identifient une taille de grain optimale (19 μm) pour la traction du même ordre de grandeur que celle de la seconde microstructure « optimale » de Vaunois et al. [Vaunois, 2010]. Leur étude montre que la microstructure duplex (ASTM 6/10) possède de bonnes propriétés en traction. Dans ce cas, ce sont les petits grains qui pilotent la réponse du matériau. Locq [Locq, 2000] en vient aux mêmes constatations que Vaunois et al. sur le NR3, matériau similaire à l'Udimet 720 mais étudié sous forme métallurgie des poudres. Ses travaux sur la limite d'élasticité démontrent que la microstructure optimale pour la traction à 400 et 700 °C est à grains fins associés à des petits γ'_{II} .

- **La précipitation γ'_{II} :**

L'étude de Mao et al. [Mao, 2001] sur René 88DT et celle de Mitchell et al. [Mitchell, 2008] sur le RR1000 (deux superalliages à base de Nickel proches de l'Udimet 720) confirment la tendance précédemment évoquée selon laquelle le fait d'affiner la précipitation secondaire a des effets très bénéfiques sur la limite d'élasticité sur une large plage de températures. Mao et al. [Mao, 2001] insistent sur l'importance du début de la trempe post-mise en solution. Un certain nombre d'articles font également le lien entre cette précipitation secondaire et la dureté du matériau. Jackson et al. affirment même qu'il est possible de relier la résistance maximale en traction et la dureté d'un matériau.

La **Figure I - 33** reprend une série d'études se rejoignant pour dire que la dureté augmente lorsque l'on a une microstructure de précipitation intragranulaire quantitativement importante et fine que ce soit sur l'Udimet 720 [Jackson, 1999][Zhou, 2001] ou sur d'autres superalliages similaires [Locq, 2000] [Mitchell, 2008].

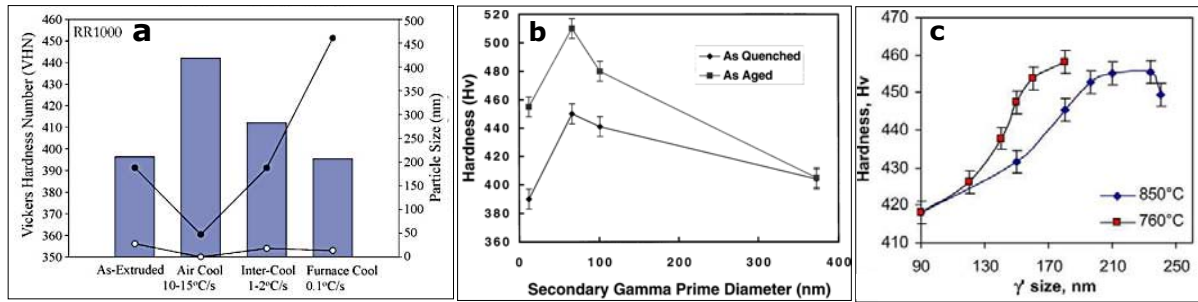


Figure I - 33 : Evolution de la dureté de différents alliages en fonction de la taille de précipités γ'_{II} , courbes issues de :

- a) [Mitchell, 2008] sur RR1000
- b) [Jackson, 1999] sur Udimet 720
- c) [Monajati, 2004] sur Udimet 720

• La précipitation γ'_{III} :

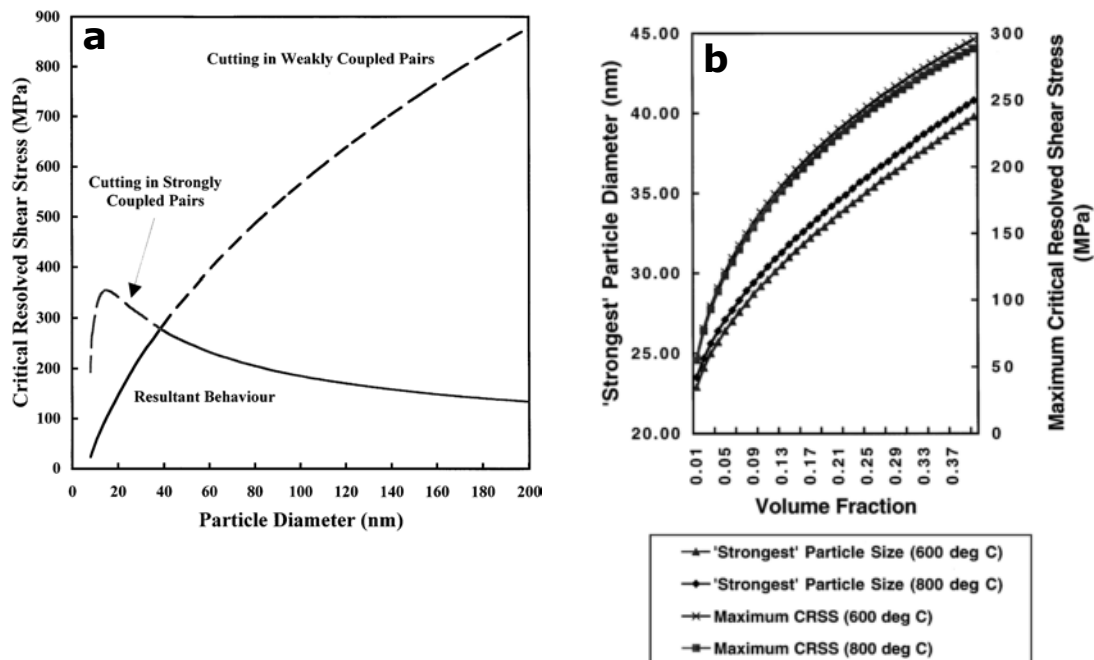
Jackson et al. ont présenté dans [Jackson, 1999] un équivalent de la courbe de la Figure I - 32 adaptée à l'Udimet 720 forgé (Figure I - 34 a)). Ils mettent en évidence que la taille moyenne des γ'_{III} est optimale à 700 °C lorsqu'elle est de 40 nm. Cette taille critique correspond au changement de mode de cisailment (de dislocations faiblement à fortement couplées). La Figure I - 34 b) également issue de leurs travaux montre l'évolution de cette taille optimale avec la température et la fraction volumique de phase γ' .

Il convient de noter que cette taille optimale de γ'_{III} est en accord avec les travaux de Vaunois et al. [Vaunois, 2010] dans lesquels deux microstructures sont présentées comme optimales vis-à-vis de leur limite d'élasticité $R_{0,2}$ à l'ambiante :

- Une première structure à grains fins (4-5 μm) associée à une fraction volumique élevée de γ'_I et une précipitation intragranulaire bimodale, fine.

- La seconde structure à plus gros grains (12-14 μm) est associée à une fraction volumique modérée de γ'_I et une précipitation intragranulaire plus fine de diamètre (30-40 nm).

Si la précipitation tertiaire n'est pas la plus influente sur les propriétés en traction (comme présenté dans la suite), Locq et al. [Locq, 2000] précisent qu'elle est, néanmoins, indispensable dans les couloirs matriciels afin de garantir une limite d'élasticité élevée.



- **Largeur moyenne des couloirs inter-précipités γ' :**

Vaunois et al. ont également mis en évidence le rôle majeur de la largeur moyenne des couloirs de matrice sur les propriétés mécaniques de l'Udimet 720. L'augmentation du libre parcours moyen des dislocations pour rencontrer un obstacle se traduit par une chute de la limite d'élasticité. Inversement des couloirs de matrice étroits contraignent le déplacement des dislocations (Equations I - 2 et I - 3), engendrant une augmentation de la limite d'élasticité du matériau. Cette constatation est vérifiée sur une large gamme de taille de grains (microstructures traitées sub-solvus et super-solvus).

Il est possible de confirmer ces observations par l'analyse d'états particuliers de précipitation au niveau des joints de grains. En effet, au cours de certains traitements thermiques, une dissolution des précipités γ' intragranulaires au voisinage des joints de grains peut se produire. Cela est dû au fait que le potentiel chimique du Titane (présent dans les γ') est plus élevé dans ces précipités que dans les carbures de type Ti-C ayant pu se former aux joints de grains. S'en suit une diffusion du titane des précipités γ' vers les Ti-C formés aux joints de grains [Krol, 2004]. De cette diffusion résulte l'apparition d'une zone au voisinage du joint de grains, ne contenant plus de précipités. On parle de couche de déplétion (ou de déségrégation [Priester, 2006]) aux joints de grains comme par exemple le cas du superalliage à base de Ni Nimonic PE16 [Krol, 2004] Figure I - 35 a). « L'épaisseur » de cette couche de déplétion aurait un impact négatif sur la limite d'élasticité et la résistance maximale en traction de plusieurs matériaux durcis par précipitation (voir la Figure I - 35 b) issue des travaux de Abe et al [Abe, 1973] sur un alliage à base de Mg).

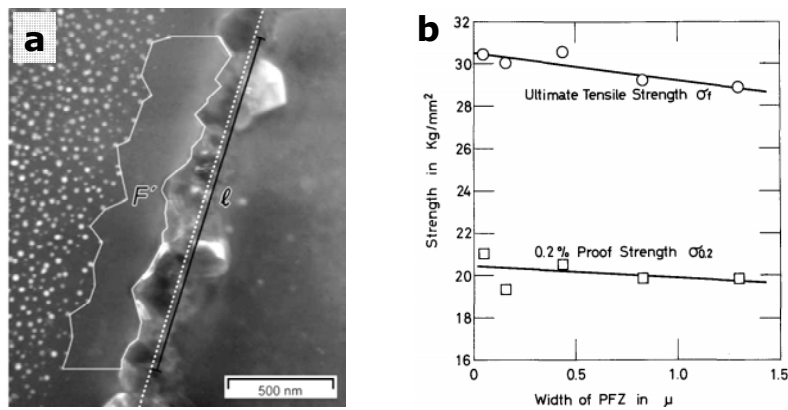


Figure I - 35 : Micrographie d'une zone de déplétion au joint de grain [Krol, 2004] (a) et impact de la largeur de cette couche sur les propriétés mécaniques [Abe, 1973] (b)

I.3.3 Influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques en fatigue oligocyclique

I.3.3.1 La fatigue oligocyclique

L'un des moyens classiques de caractérisation des propriétés en fatigue d'un matériau consiste à appliquer un chargement mécanique cyclique sur une éprouvette (le plus souvent en traction/compression selon l'axe de cette éprouvette). On peut, tout d'abord déduire de ce type d'essai un nombre de cycles à rupture (noté N_r ou N_f).

C'est en particulier ce paramètre N_f qui permet de distinguer les 3 domaines de la fatigue, que sont :

La **fatigue oligocyclique** ou **LCF** (pour Low Cycle Fatigue) qui est la conséquence de fortes contraintes (souvent proches voire supérieures à la limite d'élasticité du matériau) à chaque cycle. Une boucle d'hystérésis ouverte caractérise ce domaine (voir **Figure I - 36 a**). Il en résulte une rupture rapide (faible N_f compris entre 1 et 10^3 ou 4 cycles) associée à une forte déformation macroscopique.

La fatigue en **endurance limitée** pour laquelle la contrainte cyclique est inférieure à la limite d'élasticité macroscopique du matériau. Généralement, la boucle d'hystérésis n'est ouverte qu'en début d'essai, voire toujours fermée caractérisant un comportement macroscopiquement élastique (voir **Figure I - 36 a**). Elle est associée à des durées de vie comprises entre 10^4 et 10^6 cycles.

Enfin, la fatigue à **grand nombre de cycles** (**HCF** pour High Cycle Fatigue) ou à **très grand nombre de cycles** (**VHCF** pour Very High Cycle Fatigue) pour laquelle de faibles contraintes cycliques sont appliquées. Des durées de vie au delà de 10^7 cycles sont obtenues dans ce domaine.

La transition d'un domaine à l'autre n'est pas simple à définir, un continuum de processus de déformation et d'endommagement caractérisant le plus souvent les propriétés en fatigue du matériau.

La courbe de Wöhler (souvent nommée courbe S-N dans la littérature) permet de représenter les contraintes habituellement appliquées en fonction des durées de vie. On y observe les 3 domaines précédemment cités. On enregistre également durant les essais de fatigue, la courbe de réponse contrainte/déformation (souvent nommée courbe S-S dans la littérature) sous la forme d'une boucle plus ou moins ouverte dite « d'hystérésis ». La **Figure I - 36 a)** issue de [Mughrabi, 1999] montre la courbe S-S typique en différents points de la courbe de Wöhler. Le niveau de contrainte diminuant, la durée de vie N_f augmente conjointement avec la diminution de l'aire de la boucle d'hystérésis (cette aire correspond l'énergie de déformation dissipée par cycle).

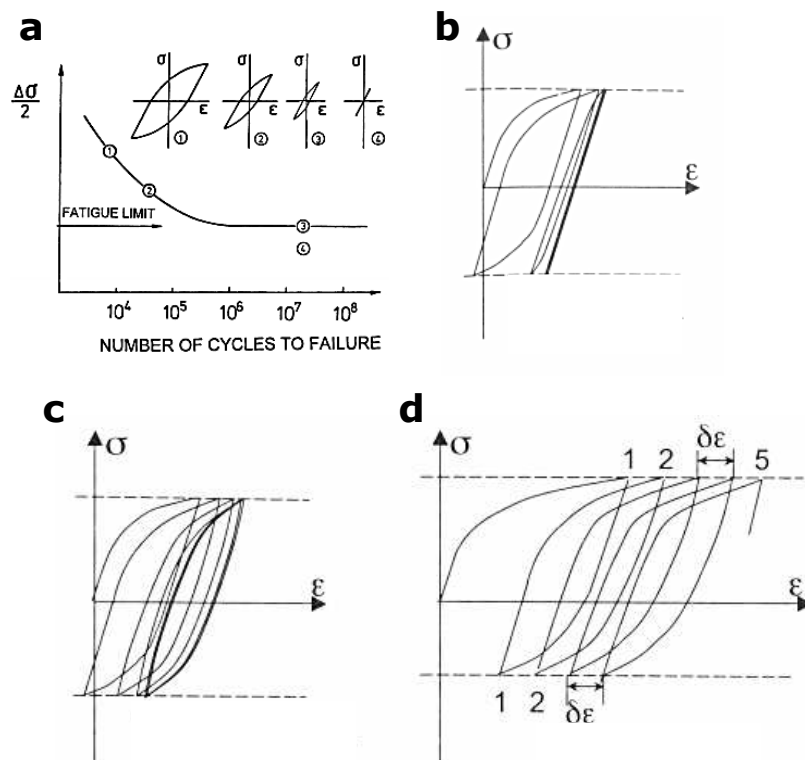


Figure I - 36 : Evolution de la boucle d'hystérésis (S-S)

- a) sur la courbe de Wöhler (S-N) [Mughrabi, 1999]
- b) lors d'une adaptation élastique [Lemaître, 2009]
- c) pour une accommodation plastique [Lemaître, 2009]
- d) dans le cas d'un effet Rochet [Lemaître, 2009]

De plus, au cours de l'essai, l'ouverture plastique des boucles d'hystérésis peut évoluer au fur et à mesure des cycles. L'adaptation élastique (**Figure I - 36 b)**) retrace le comportement cyclique d'un matériau qui tend à avoir un comportement purement élastique après un certain nombre de cycles.

L'accommodation plastique (**Figure I - 36 c**)) correspond à une stabilisation après plusieurs cycles de la boucle d'hystérésis. Enfin, l'effet Rochet (**Figure I - 36 d**)), est associé à augmentation de la déformation plastique moyenne jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Le rochet plastique n'est cependant observé que lors de chargements en contrainte imposée avec de fortes amplitudes de chargement.

Ces différents comportements dépendent donc considérablement du type de chargement : contrainte ou déformation (totale, plastique) imposée, amplitude de chargement, fréquence, rapport de chargement $R_\sigma = \sigma_{\min} / \sigma_{\max}$ ou $R_\epsilon = \epsilon_{\min} / \epsilon_{\max}$, etc...

Par ailleurs, lors d'un essai, il est courant d'observer un adoucissement ou un durcissement cyclique du matériau au cours des premiers cycles avant que celui-ci n'atteigne un régime stabilisé (s'il en existe un). Les superalliages durcis par précipitation d'une phase γ' ont tendance d'abord à se durcir puis à s'adoucir [Pineau, 2009]. Le comportement cyclique du matériau (conditions LCF) dépend de la microstructure sollicitée (morphologie, taille et fraction volumique des précipités), de la température et de la plage de déformation imposée [Phillips, 2012]. Les essais de fatigue en déformation imposée sont particulièrement adaptés à l'analyse du comportement cyclique des alliages dans le domaine LCF. La **Figure I - 37** illustre de telles évolutions du comportement cyclique au cours d'un essai piloté en déformation totale.

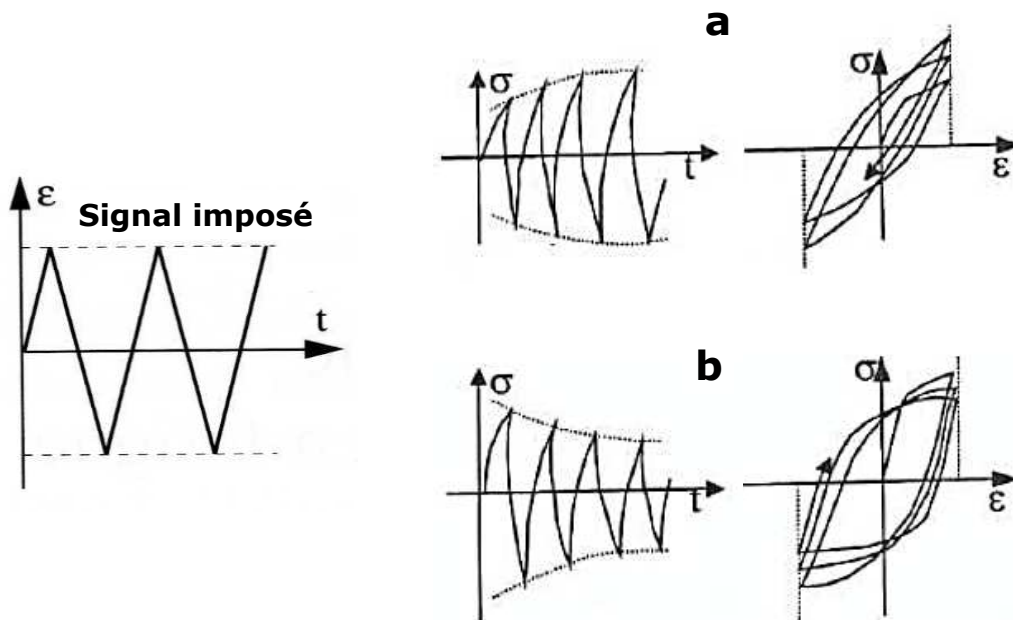


Figure I - 37 : Evolution de la boucle d'hystérésis et de la réponse mécanique du matériau lors d'un essai piloté en déformation totale [Pineau, 2008] dans le cas d'un

- a) durcissement cyclique
- b) adoucissement cyclique

La **Figure I - 37 a)** représente un durcissement cyclique : pour un niveau imposé de déformation totale la contrainte maximale atteinte à chaque cycle augmente progressivement. A l'inverse, lors d'un adoucissement cyclique (**Figure I - 37 b)**), le niveau de contrainte maximal diminue pour un niveau imposé de déformation totale.

Il est également possible de relever la déformation et la contrainte une fois le régime stabilisé atteint et cela pour différents taux de déformation appliquée (ou différents niveaux de contrainte). La courbe présentant les contraintes stabilisées en fonction des déformations est appelée courbe d'écrouissage cyclique.

Ces évolutions de comportement cyclique sont directement liées aux micromécanismes de déformation à l'échelle des dislocations [Lerch, 1984]. Cela permet de pointer l'importance majeure de la microstructure de précipitation de l'alliage [Stoltz, 1978]. Une étude plus fine de l'influence des paramètres microstructuraux sur le comportement cyclique est proposé ci-après.

I.3.3.2 Influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques en fatigue (principalement oligocyclique)

- **La taille de grains :**

De nombreuses études s'accordent sur le fait que la résistance en fatigue LCF de l'Udimet 720 est, comme celle de nombreux autres matériaux, supérieure pour les microstructures à grains fins, à 20 °C [Morrison, 1997], 430 °C [Jain, 2000], 600 °C [Torster, 1997] et à 970 °C [Bain, 1988]. Concernant les structures granulaires bimodales, Bain et al. [Bain, 1988] ainsi que Flageolet et al. [Flageolet, 2010] ont respectivement démontré pour l'Udimet 720 et l'alliage 718 que la présence de quelques gros grains diminue notablement la durée de vie en fatigue et augmente la dispersion des durées de vie obtenues. Les fissures observées semblent s'être amorcées depuis ces gros grains.

Par ailleurs, Pang et al. [Pang, 2003], ont étudié la propagation de fissures longues sur l'Udimet 720 à l'ambiante et à 650 °C en prenant en considération l'influence des paramètres microstructuraux. Il ressort de leurs travaux qu'à 650 °C, la taille de grains est le facteur d'ordre 1 contrôlant la propagation de fissure. Ceci résulte de l'impact de l'oxydation aux joints de grains à cette température, qui conduit à un passage d'une propagation transgranulaire à une propagation intergranulaire. Une microstructure à gros grains conduit généralement à une propagation plus lente des fissures longues. Dans le domaine LCF, ce dernier point ne suffit cependant pas à compenser le fait que l'amorçage de fissure est souvent très rapide en présence de gros grains.

• La précipitation intragranulaire :

Des essais de propagation de fissure réalisés à 20 °C dans l'étude de Pang et al. [Pang, 2003] mettent en avant d'autres facteurs microstructuraux aussi influents que la taille de grains. Ils affirment, par exemple, que l'augmentation de la fraction et de la taille des précipités intragranulaires contribue à accroître la résistance du matériau à la propagation de fissure. Au travers d'une autre approche réalisée sur le superalliage LSHR à 700 °C, Telesman et al. [Telesman, 2008] relie la vitesse de propagation de fissure(s) aux contraintes en pointe de fissure(s). Ainsi, ils montrent qu'une relaxation des contraintes en pointe de la fissure, induite par une augmentation de la taille des précipités γ'_{III} , ralentit fortement les cinétiques de propagation de la fissure. Les Figure I - 38 a) et b) illustrent ces aspects.

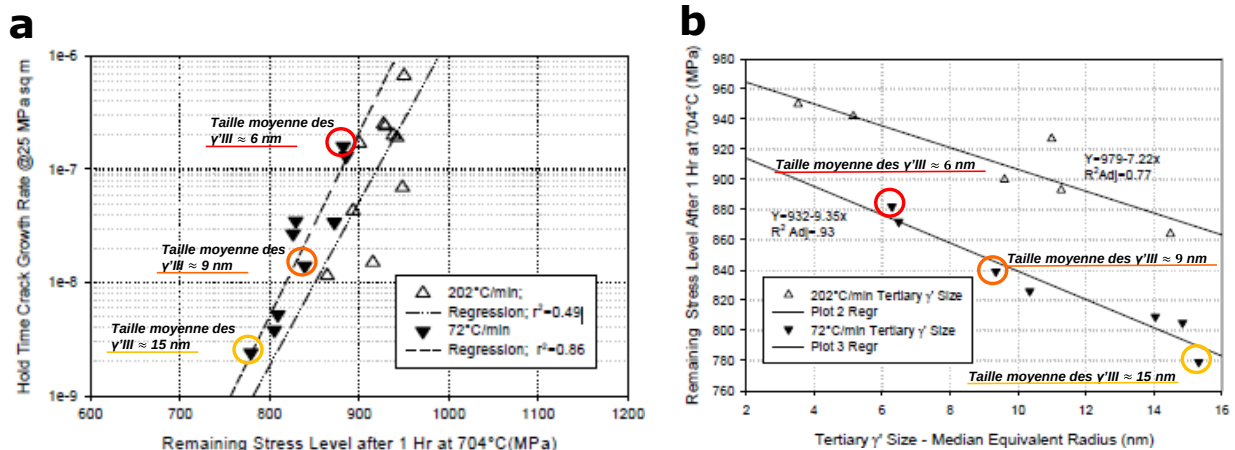


Figure I - 38 : Corrélation entre
a) la contrainte en pointe de fissure et la taille de la précipitation γ'_{III}
b) la taille de la précipitation γ'_{III} et la vitesse de propagation par [Telesman, 2008]

I.3.3.3 Effet Portevin - Le châtelier (PLC) : un élément perturbateur

Pour un certain nombre de matériaux métalliques, il existe des domaines de température et de vitesse de déformation pour lesquels le comportement monotone et cyclique présente des irrégularités détectables macroscopiquement résultant de l'effet Portevin-Le châtelier (PLC) [Portevin, 1923]. Il est avéré sur l'Udimet 720, que ce phénomène se manifeste pour des températures allant de 350 °C à 500 °C et des vitesses de déformation avoisinant les 10^{-3} s^{-1} [Gopinath, 2008]. Dans ce domaine et lorsque ce phénomène est activé, l'écoulement plastique se déroule de manière saccadée affectant la courbe de réponse mécanique (contrainte/déformation). La Figure I - 39, issue des travaux de thèse de Mazière [Mazière, 2007], présente une courbe de traction d'Udimet 720 déformé à 500 °C à une vitesse de 10^{-4} s^{-1} .

On peut clairement voir que dans ces conditions (température, vitesse de déformation) l'effet PLC s'est manifesté et affecte la courbe de traction.

Phénoménologiquement, l'effet Portevin-Le Chatelier [Portevin, 1923] est la conséquence de l'interaction entre les dislocations mobiles et les atomes de soluté qui diffusent durant la déformation plastique [Graff, 2006]. Pour l'Udimet 720, les atomes interagissant avec les dislocations mobiles sont les éléments de substitution (Cr, Co, Ti, Al, Mo et W) [Gospinath, 2008].

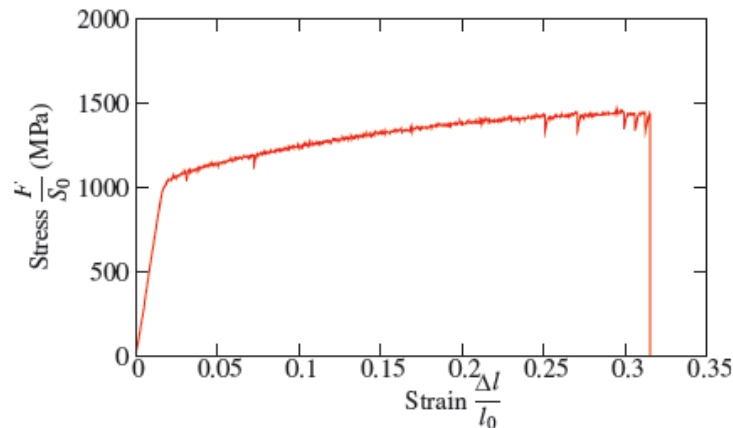


Figure I - 39 : Courbe de traction à 500 °C de l'Udimet 720 déformé à une vitesse de déformation de 10^{-4}s^{-1} [Mazière, 2007]

Ce phénomène apparaît lorsque le coefficient de diffusion des atomes est suffisamment grand pour saturer la ligne de dislocation. Dans ces conditions, la diffusion des atomes de soluté introduit un effet d'obstacle supplémentaire à la mobilité des dislocations se traduisant par une augmentation de la contrainte nécessaire au franchissement des précipités. Lorsque l'énergie locale stockée atteint un niveau suffisant, le désancrage brutal d'un grand nombre de dislocations intervient avec pour conséquence une chute brutale de la contrainte mesurable macroscopiquement. C'est la succession d'ancrages / désancrages qui génère les discontinuités détectées sur une courbe de traction telles que celles de la **Figure I - 39**. Certains paramètres microstructuraux semblent influencer l'apparition de ce phénomène. On citera principalement la précipitation tertiaire et la largeur des couloirs de matrice [Cui, 2011] qui impactent la morphologie des discontinuités de la courbe ainsi que la plage de température de manifestation de l'effet PLC.

Si la manifestation de l'effet PLC ne semble pas trop affecter le comportement en traction monotone de l'Udimet 720 [Gospinath, 2008], il en est autrement du comportement cyclique. Pineau et al. [Pineau, 2009] présentent ce phénomène comme pouvant être à l'origine d'un durcissement cyclique provoquant une chute de ductilité et par conséquent une diminution de la durée de vie en fatigue.

Les problématiques liées à l'apparition du phénomène PLC sont multiples et de plusieurs ordres :

- La première d'entre elles concerne les difficultés d'asservissement d'un essai pour des conditions où l'effet se manifeste. Les réglages de type PID de la machine utilisée vont conditionner la manière dont le « rattrapage » en contrainte va se faire suite à chaque irrégularité de comportement associé au phénomène PLC. Des phénomènes de résonance se mettent parfois en place avec perte de contrôle de l'amplitude à imposer et même un risque d'endommagement des équipements (extensomètre).
- La deuxième problématique concerne les micro écrouissages locaux qui sont générés dans l'éprouvette lors des sauts de contrainte. Il en découle des phénomènes de plasticité localisée entraînant une augmentation de la dispersion des durées de vie des éprouvettes lors des essais.
- Enfin, en dehors de toutes ces considérations, la principale problématique concerne l'apparition du phénomène PLC sur pièces réelles. En effet, si l'effet PLC est régulièrement constaté sur éprouvette, il n'en est pas de même sur un disque en fonctionnement [Mazière, 2007]. Cela pose donc la question de la représentativité du phénomène sur éprouvettes par rapport à ce qui se passe sur une pièce en fonctionnement.

Les conditions de réalisation des essais de traction et de fatigue oligocyclique présentés et analysés dans la suite de ce mémoire ont été optimisées afin de minimiser le risque de manifestation de l'effet PLC et d'en diminuer l'amplitude. De ce fait, l'effet PLC ne sera que très peu considéré dans les analyses qui suivent. L'étude préliminaire ayant permis d'optimiser les conditions des essais de la thèse est détaillée dans l'ANNEXE 2.

I.4 Analyse du comportement mécanique statique (traction monotone) et dynamique (fatigue LCF) de l'Udimet 720 en relation avec les principaux paramètres microstructuraux

I.4.1 Partie expérimentale : éprouvettes et moyens d'essais

I.4.1.1 Plan de prélèvement et géométrie des éprouvettes

Les éprouvettes ayant la microstructure utilisée industriellement ont été prélevées dans des lopins forgés et traités thermiquement par la société française Aubert & Duval dans son usine Des Ancizes. La *voie coulée-forgée est présentée dans l'ANNEXE 1* mais les conditions précises de forgeage des lopins de cette étude restent, en revanche, confidentielles. La composition chimique exacte de la coulée dont sont issus les lopins forgés de cette étude, est reportée dans le **Tableau I - 4**.

	Ni	Cr	Co	Ti	Mo	Al	W	C	B	Zr	Fe	Mn	S	Si	P	Cu
Wt(%)	base	16,2	14,49	5	2,9	2,46	1,2	0,016	0,016	0,043	0,28	<0,03	<0,0015	<0,02	<0,005	<0,01

Tableau I - 4 : Composition chimique de la coulée considérée dans cette étude

Différentes zones de prélèvement ont été définies (Figure I - 40) et testées afin de prendre en compte les hétérogénéités microstructurales/mécaniques présentes dans l'épaisseur du lopin [Jackson, 1999].

Cette analyse ne présente, en revanche, aucun intérêt pour les éprouvettes ayant les microstructures académiques. C'est la raison pour laquelle ces éprouvettes ont été usinées dans des ébauches cylindriques prélevées dans des lopins brut de forge. Les traitements thermiques associés à ces microstructures d'étude ont été réalisés sur les ébauches. On ne s'attend donc qu'à une influence négligeable de la zone de prélèvement sur les propriétés mécaniques des éprouvettes ayant ces microstructures, en particulier pour les ébauches ayant reçu une mise en solution super-solvus.

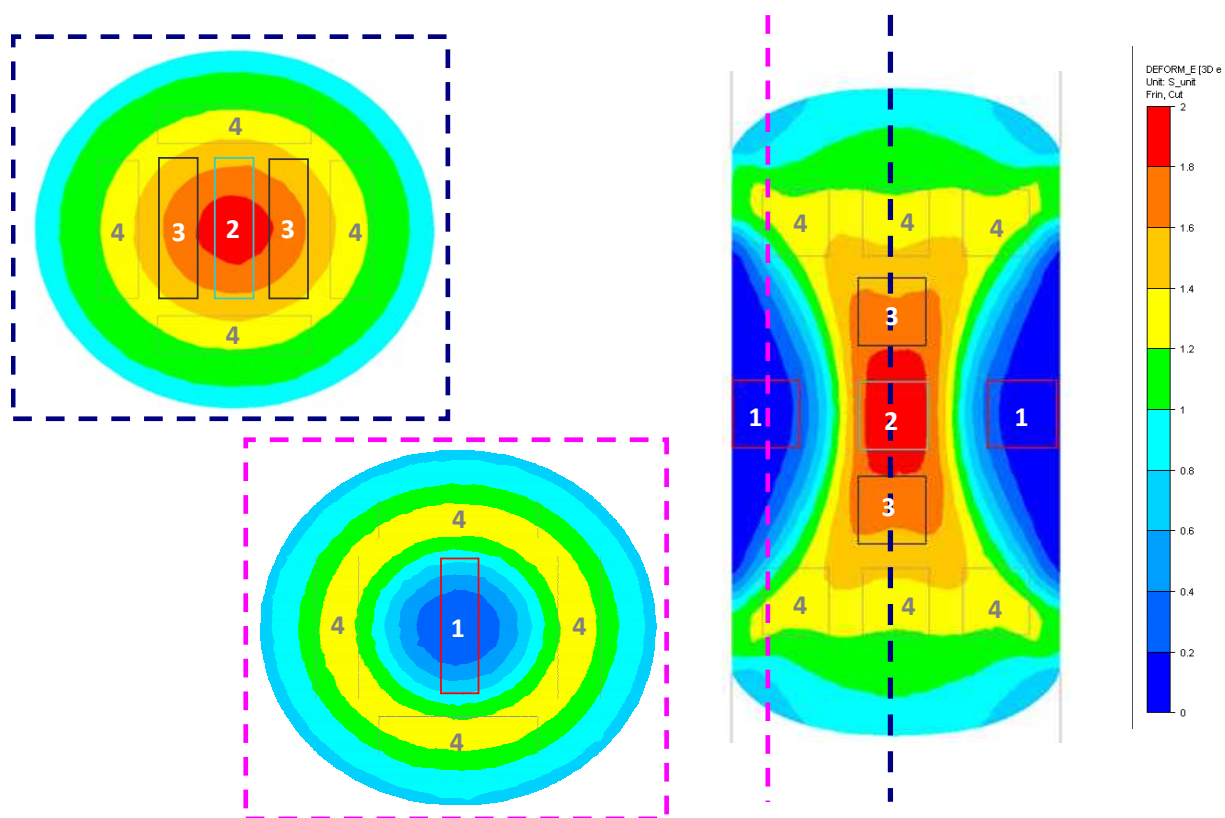


Figure I - 40 : Zones de prélèvement des éprouvettes de traction monotone et de fatigue oligocyclique superposées aux cartes d'iso-déformation obtenues par simulation sur FORGE :

- 1) la zone de prélèvement en zone morte (ZM)
- 2) la zone de prélèvement à cœur (C)
- 3) la zone de prélèvement à mi-rayon (MR)
- 4) la zone de prélèvement tangentielle (T)

Toutes les éprouvettes ont été usinées à partir d'ébauches cylindriques de diamètre 13 mm et de longueur 56 mm. Ont été prélevées dans un galet :

- 12 éprouvettes tangentiellement (**T**) dans une zone d'iso déformation de niveau de 1 à 1,2
- 2 éprouvettes en zone morte (**ZM**, zone la moins déformée)
- 1 éprouvette à cœur (**C**, zone la plus déformée)
- 2 éprouvettes à mi-rayon (**MR**, zone fortement déformée).

Deux géométries d'éprouvettes ont été choisies respectivement pour les essais de traction monotone (**Figure I - 41**) et de fatigue oligocyclique (**Figure I - 42**).

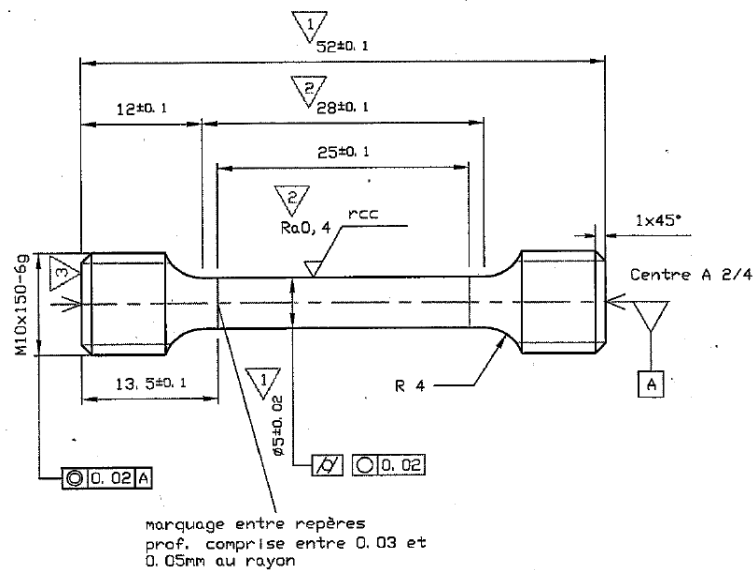


Figure I - 41 : Schéma des éprouvettes utilisées pour les essais de traction monotone

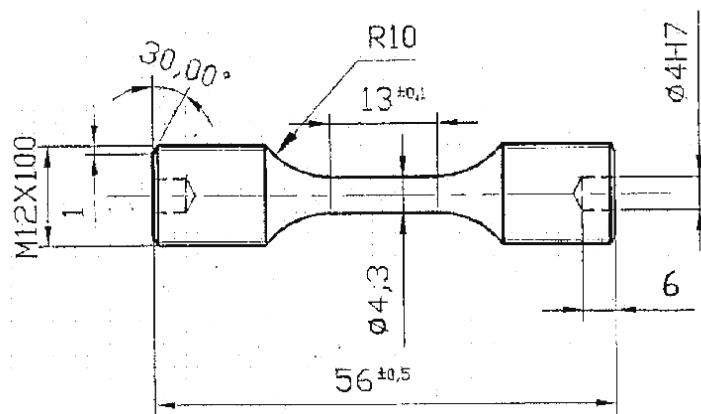


Figure I - 42 : Schéma des éprouvettes utilisées pour les essais de fatigue oligocyclique

Ces éprouvettes ont systématiquement été polies mécaniquement au papier SIC de la granulométrie 320 à celle de 4000 puis aux sprays diamantés 3 μm et 1 μm , avant essais. La procédure adoptée au laboratoire est connue pour limiter considérablement les contraintes résiduelles introduites en surface des échantillons [Petitjean, 2003].

I.4.1.2 Réalisation des essais de traction monotone

Les essais de traction monotone ont été réalisés aux températures de 20 °C, 465 °C et 700 °C sur une machine Wolpert-Zwick équipée d'un extensomètre Maytec à couteaux en céramique. Ils ont été pilotés en vitesse de déformation (1.10^{-4} s^{-1}) via l'extensomètre durant la phase de déformation élastique et les premiers stades de déformation plastique. Puis, l'extensomètre a été retiré, sa course étant limitée. La suite de l'essai a été pilotée via le déplacement de la traverse.

I.4.1.3 Réalisation des essais de fatigue oligocyclique

Les essais de fatigue ont été effectués aux températures de 20 °C et 465 °C sur une machine électromécanique Instron 8862 (capacité 100 kN) équipée d'un extensomètre à couteaux en céramique. Les essais ont été asservis en déformation totale avec un rapport de déformation positif d'une valeur de $R_e = 0,05$.

I.4.2 Présentation et analyse des résultats des essais de traction monotone

La limite d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique ($R_{0,2}$), la limite à rupture (R_m) et la déformation à rupture (A%) à 465 °C ont été mesurées sur les cinq microstructures présentées dans la partie I.2.1. Par ailleurs, quelques essais ponctuels ont été réalisés à 20 °C et 700 °C sur les microstructures Industrielle, GG/Std et GG γ' fins. Les résultats de ces essais réalisés sur les éprouvettes prélevées à cœur C, à mi-rayon MR, et en tangentiel T (se référer à la partie I.4.1.1) sont consignés dans le **Tableau I - 5**. Ces essais n'ont été réalisés qu'une seule fois par condition.

Microstructure Taille de grains Précipitation		Zone de prélèvement	Température (°C)	$R_{0,2}^*$ (MPa)	R_m^* (MPa)	A (%)
GF	Std	T	465	1058	1489	19
GF	Std	MR	465	1045	1474	24
GF	Std	C	465	1061	1495	26
Industrielle	Std	T	465	888	1378	12
Industrielle	Std	MR	465	890	1313	13
Industrielle	Std	C	465	900	1329	14
Industrielle	Std	T	20	964	1438	13
Industrielle	Std	T	700	883	1087	32
GG	γ' fins	T	465	932	1097	7
GG	γ' fins	MR	465	919	1080	7
GG	γ' fins	C	465	917	1059	6
GG	γ' fins	T	20	977	1142	9
GG	γ' fins	T	700	877	1054	7
GG	Std	T	465	779	1174	12
GG	Std	T	20	833	1184	12
GG	Std	T	700	771	1081	22
GG	γ' grossiers	T	465	759	1277	13
GG	γ' grossiers	MR	465	745	1204	14
GG	γ' grossiers	C	465	731	1166	13

* Valeurs conventionnelles

Tableau I - 5 : Résultats des essais de traction monotone

I.4.2.1 Impact de la zone de prélèvement

La Figure I - 43 présente l'ensemble des courbes de traction monotone établies à 465 °C pour le lopin forgé ainsi que pour les quatre microstructures étudiées à iso zone de prélèvement (zone T). Ces courbes sont tracées en valeurs rationnelles. Pour rappel, les valeurs rationnelles (vraies) et conventionnelles sont liées par les relations suivantes :

$$\sigma_{\text{rationnelle}} = \sigma_{\text{conventionnelle}} \cdot (1 + \varepsilon_{\text{conventionnelle}}) \text{ et } \varepsilon_{\text{rationnelle}} = \ln(1 + \varepsilon_{\text{conventionnelle}}) \text{ Equation I - 4}$$

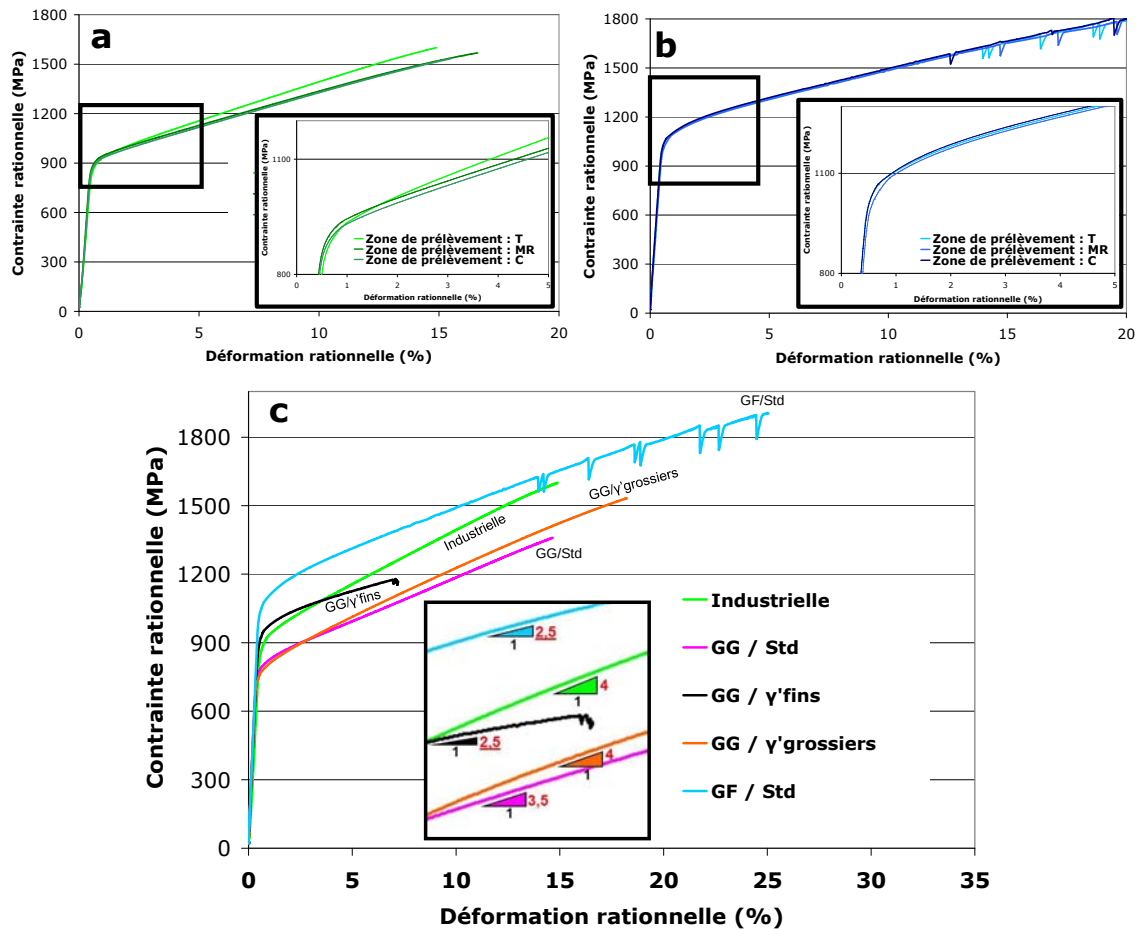


Figure I - 43 : Courbes de traction monotone à 465 °C (Zone T)

- a) de la microstructure Industrielle – Influence de la zone de prélèvement
- b) de la microstructure GF / Std – Influence de la zone de prélèvement
- c) de toutes les microstructures étudiées (+ coefficients d'écrouissage en GPa)

La Figure I - 43 a) montre qu'au sein d'un lopin forgé et traité suivant la gamme Industrielle, les variations de propriétés en traction monotone sont faibles (la zone morte **ZM** n'a pas été testée alors que cette dernière présente probablement des propriétés très dégradées). La microstructure GF/Std (comme les trois autres microstructures académiques) étant obtenue par réalisation d'un traitement thermique individualisé pour chaque ébauche issue d'un lopin forgé non traité, il n'est pas étonnant que la dispersion en fonction des zones de prélèvement soit également très faible (Figure I - 43 b)).

A noter que des sauts de contrainte caractéristiques de l'effet PLC sont clairement identifiés sur la courbe de traction associée à cette microstructure.

I.4.2.2 Impact de la microstructure

La première constatation qui ressort de cet ensemble de courbes est que le paramètre « taille de grains » a une influence majeure sur le comportement en traction monotone de l'alliage. Comme détaillé dans la partie bibliographique (voir I.3.2), la microstructure à grains fins (GF) est celle qui présente les limites d'élasticité et à rupture les plus élevées. A l'inverse, les microstructures à gros grains (GG) homogènes sont les moins performantes en traction. Enfin, la microstructure Industrielle (duplex) présente un comportement intermédiaire.

En se focalisant sur les microstructures ayant le même squelette granulaire à gros grains, il est possible d'analyser les relations entre l'état de précipitation et la limite d'élasticité. Pour cela, les différentes microstructures sont comparées au travers de l'influence de la taille moyenne des précipités γ'_{II} et de la largeur moyenne des couloirs de matrice (**Figure I - 44**). Ces deux grandeurs sont liées par la relation de l'**Equation I - 5** qui fait intervenir la fraction de γ' . Les variations de $f_{\gamma'}$ entre les trois microstructures étant très faibles, le lien entre le diamètre moyen des γ'_{II} et la largeur de couloir est direct.

$$L_{couloir} = D_{moy \gamma'} \times \left(\sqrt{\frac{\pi}{4 f_{\gamma'}}} - 1 \right) \quad \text{Equation I - 5}$$

La courbe de tendance affichée en traits pointillés est du type $y = \left(\frac{1}{x}\right)^\alpha$.

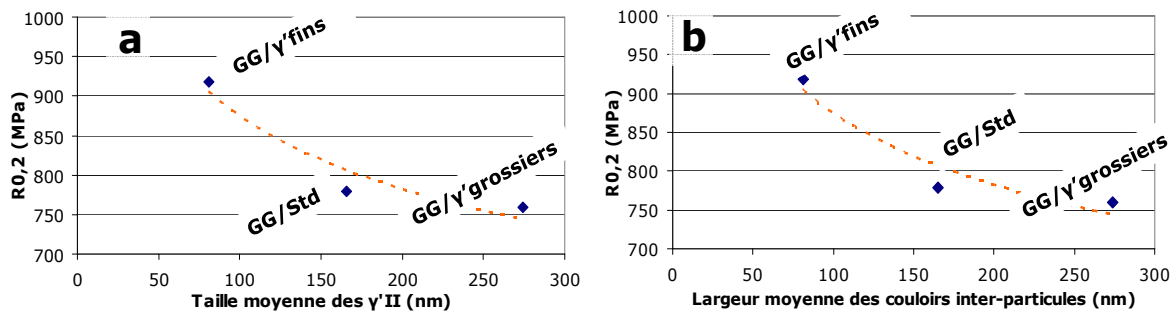


Figure I - 44 : Evolution de la limite d'élasticité avec certains paramètres microstructuraux comme
a) la taille moyenne des γ'_{II}
b) la largeur moyenne des couloirs matriciels

Les résultats concordent, à nouveau, avec la bibliographie existante (I.3.2). La limite d'élasticité croit lorsque la précipitation intergranulaire s'affine (**Figure I - 44 a**)) et se densifie (**Figure I - 44 b**)).

Il est intéressant de considérer le module d'écrouissage pour comparer le comportement des différentes microstructures. Ce paramètre est défini par le durcissement $\Delta\sigma$ rapporté à la déformation $\Delta\varepsilon$. Les valeurs calculées sur l'intervalle [2 % - 6 %] sont reportées sur la **Figure I - 43 c)**. Les deux microstructures ayant la limite d'élasticité la plus élevée (GF/Std et GG/ γ' fins) et qui s'avèrent également être les microstructures possédant la largeur moyenne de couloirs la plus faible, présentent un même module d'écrouissage ($\approx 2,5$ GPa). Ce module diffère nettement de celui des autres microstructures qui est de l'ordre de 4 GPa. L'analyse comparative des propriétés mécaniques des différentes microstructures peut s'appuyer à nouveau sur l'influence de la largeur de couloir.

La **Figure I - 45** aborde cet aspect en ajoutant à la **Figure I - 44 b)** déjà présentée, les points correspondant à la microstructure Industrielle et ceux de la microstructure à GF. Quelle que soit la structure granulaire de l'échantillon, plus la largeur de couloir est importante, plus la limite d'élasticité est faible. Deux classes de microstructures ressortent de la **Figure I - 45** : celle à gros grains dont les fractions intragranulaires de précipités sont théoriquement très proches et celles à grains fins. Ici se pose d'ailleurs la question de l'homogénéité de la précipitation γ' intragranulaire dans les gros et les petits grains de la microstructure Industrielle, qui reste difficile à classer. Ce point n'a pas été traité par la suite.

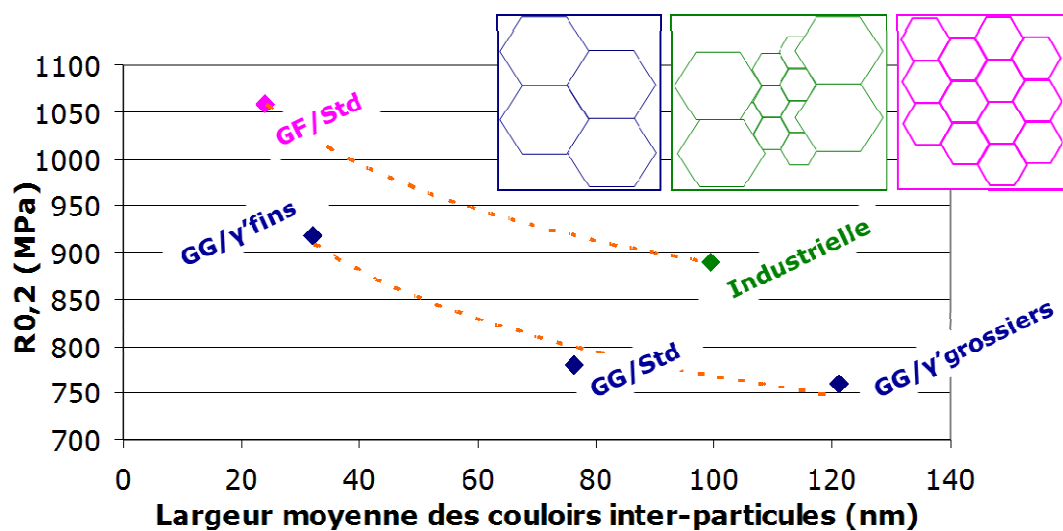


Figure I - 45 : Evolution de la limite d'élasticité avec la largeur moyenne des couloirs de matrice (toutes microstructures)

Enfin, il convient de souligner la très faible ductilité de la microstructure GG/ γ' fins comparativement aux autres microstructures. Cela pourrait avoir des conséquences sur le comportement de cette microstructure sous chargement cyclique.

I.4.2.3 Impact de la température

Les courbes de traction à l'ambiante et à 700 °C de trois microstructures sont présentées sur la **Figure I - 46**. Il s'agit de la microstructure industrielle et de deux microstructures GG : l'une avec une précipitation standard (Std), l'autre avec une précipitation γ' fine. Les tendances observées à 20 et 700 °C sont similaires à celles déjà décrites pour les courbes établies à 465 °C (comparaison des **Figure I - 46** et **I - 43**). La limite d'élasticité de la microstructure GG/ γ' fins est très légèrement supérieure ou du même ordre que celle de la microstructure Industrielle. Comme pour les résultats établis à 465 °C, la microstructure GG/Std est celle qui présente la limite d'élasticité la plus faible.

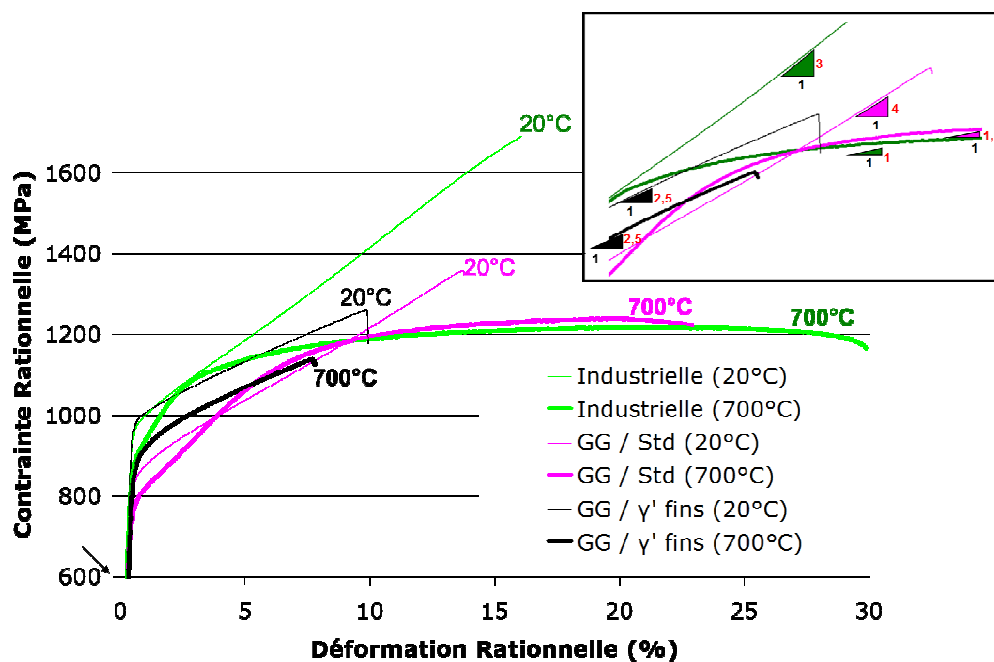


Figure I - 46 : Courbes de traction monotone à 20 °C et 700 °C des microstructures Industrielle, GG/Std et GG/ γ' fins

Il est intéressant de noter que le comportement monotone change radicalement entre 20 °C et 700 °C pour les microstructures Industrielle et GG/Std, il n'en est pas de même pour la microstructure GG/ γ' fins.

Le module d'écrouissage des 2 premières microstructures (Industrielle et GG/Std) chute considérablement avec l'augmentation de la température d'essai (voir encadré de la **Figure I - 46**). La ductilité est doublée voire triplée à 700 °C.

Le module d'écrouissage reste par contre inchangé à 20 °C, 465 °C et 700 °C pour la microstructure GG/ γ' fins. Seule la ductilité chute avec l'accroissement de la température d'essai.

L'influence de la largeur moyenne des couloirs de matrice sur la limite d'élasticité est la même sur la plage de température allant de 20 °C à 700 °C pour les microstructures à GG comme le montre la **Figure I - 47**.

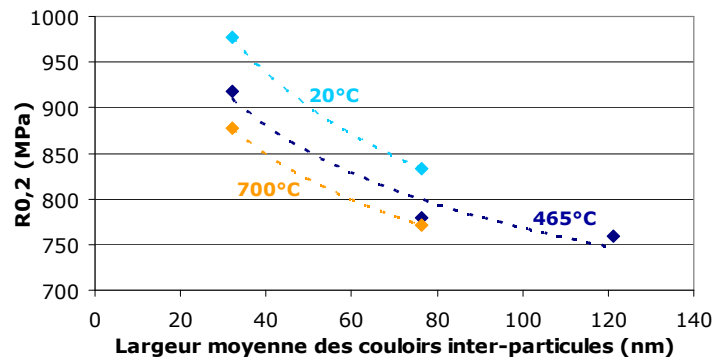


Figure I - 47 : Evolution de la limite d'élasticité avec la largeur moyenne des couloirs de matrice à 20 °C, 465 °C et 700 °C pour les microstructures à GG

I.4.3 Présentation et analyse des résultats des essais de fatigue oligocyclique

Les essais de fatigue pilotés en déformation ont été réalisés pour deux niveaux de déformation totale max $\epsilon_{\text{tot}}=0,43\%$ et $\epsilon_{\text{tot}}=0,7\%$. Chacun de ces niveaux a été testé à 20 °C et 465 °C (I.4.1.3), non pas à fréquence fixe mais pour une même vitesse de déformation d'une valeur de $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (fréquences respectives de 0,5Hz pour les essais à $\epsilon_{\text{tot}}=0,43\%$ et 0,3Hz pour les essais à $\epsilon_{\text{tot}}=0,7\%$). Pour ces essais, un rapport de déformation $R\epsilon=0,05$ a été choisi et le signal appliqué est de type triangulaire. Le critère d'arrêt défini pour ces essais est une chute de charge de 30 % sur les 10 derniers cycles. *Rappelons que ces conditions de chargement ont été choisies afin d'éviter l'occurrence de l'effet PLC (voir l'étude de sensibilité présentée en ANNEXE 2).*

I.4.3.1 Analyse des durées de vie (DDV)

L'analyse se focalise dans un premier temps sur les durées de vie (DDV) obtenues en fonction de la microstructure et de la température d'essai. Les durées de vie obtenues sont représentées graphiquement dans la **Figure I - 48**. Les courbes des **Figure I - 48 b)** et **Figure I - 48 c)** retranscrivent l'évolution de la durée de vie pour chaque microstructure en fonction de la demi-amplitude de déformation imposée, respectivement à 20 °C et 465 °C.

A l'image des résultats issus de la littérature, la microstructure qui a la taille moyenne de grains la plus fine (microstructure Industrielle) est celle qui conduit aux durées de vie les plus longues. Rappelons (voir partie I.3.3.2) que pour ce type de microstructure à population bimodale de grains, les plus gros grains sont ceux qui pilotent majoritairement la durée de vie en fatigue.

Cependant, la taille des plus gros grains mesurés sur la microstructure Industrielle (diamètre équivalent $\leq 300 \mu\text{m}$, voir **Figure I - 14 c**)) reste inférieure à la taille moyenne des grains des microstructures à « gros grains ». La microstructure Industrielle peut donc schématiquement être considérée comme à plus petits grains en comparaison des différentes microstructures GG étudiées.

L'analyse comparative des durées de vie des éprouvettes à gros grains, s'avère être complexe.

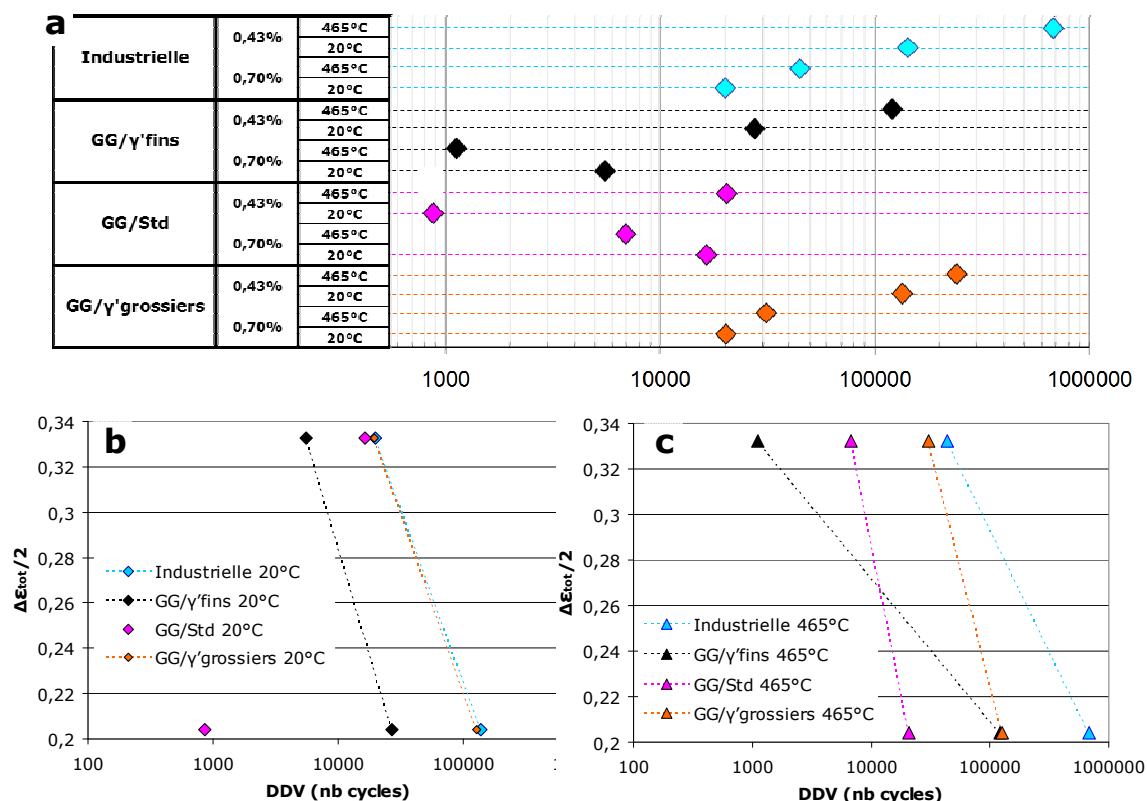


Figure I - 48 : Durées de vie des essais de fatigue oligocyclique réalisés sur les différentes microstructures
a) Représentation graphique des durées de vies obtenues*
b) Représentation des durées de vie à 20 °C*
c) Représentation des durées de vie à 465 °C

Notons, tout d'abord, (**Figure I - 48 b**) et **Figure I - 48 c**)) que sans surprise, la durée de vie diminue lorsque l'amplitude de déformation totale augmente, quelle que soit la température et la microstructure considérée.

Les durées de vie obtenues pour une déformation totale imposée de $\epsilon_{\text{tot}}=0,7 \%$ (à 20 °C et 465 °C) peuvent s'interpréter à partir des résultats issus des essais de traction. La microstructure Industrielle est celle dont la durée de vie est la plus longue pour ces deux conditions d'essais. La **Figure I - 49** représente les durées de vie des trois autres microstructures à gros grains à $\epsilon_{\text{tot}}=0,7 \%$ et 465 °C en fonction de la largeur de couloirs. La ductilité (A %) issue des essais de traction monotone est également reportée sur cette figure.

Un faible niveau de ductilité (microstructure GG/ γ' fins) conduit à une durée de vie faible. A l'inverse, la microstructure ayant la précipitation la plus grossière, présente la durée de vie la plus importante des trois microstructures à gros grains.

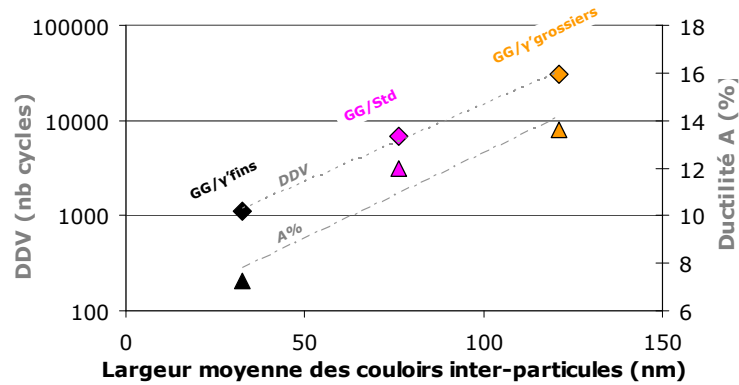


Figure I - 49 : Relation durée de vie/ductilité des trois microstructures à GG en prenant compte des DDV obtenue à 465 °C pour une déformation totale imposée de 0,7%

Cette analyse partielle des résultats de la Figure I - 49 est complétée dans la suite du manuscrit (voir I.4.3.2) en tenant compte du comportement cyclique de ces microstructures à gros grains.

I.4.3.2 Prise en compte du comportement cyclique

Dans un premier temps, les courbes présentées sur la Figure I - 50 décrivent l'évolution de la demi-amplitude de contrainte $\Delta\sigma/2$ en fonction du nombre de cycles pour deux des 4 jeux de paramètres d'essai : $\epsilon_{\text{tot}}=0,7\%$ à 465 °C et $\epsilon_{\text{tot}}=0,43\%$ à 20 °C .

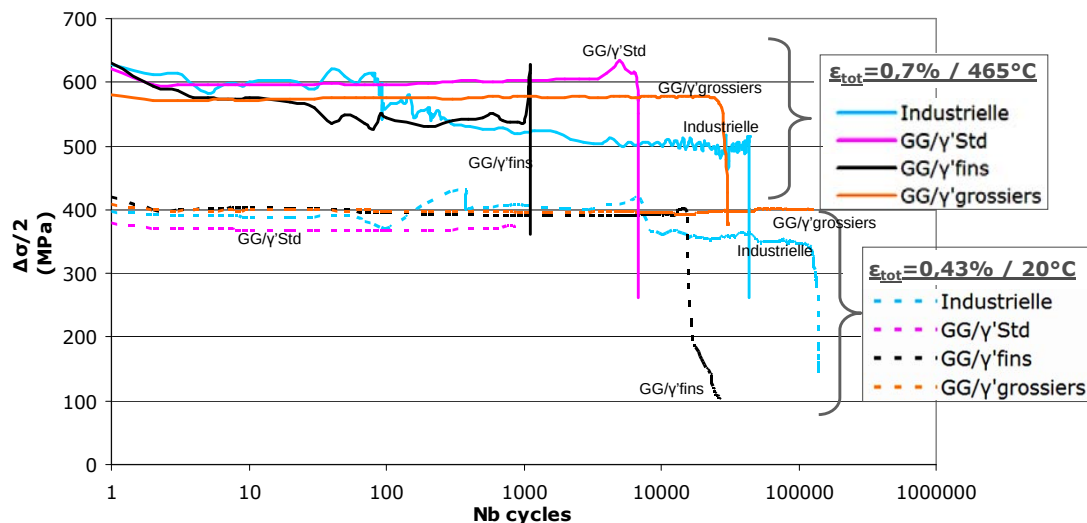


Figure I - 50 : Evolution de la demi amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour les conditions 465 °C/0,7 % et 20 °C/0,43 %

Si les courbes des essais à température ambiante sont relativement continues, ce n'est pas vraiment le cas de celles à 465 °C (du moins pour certaines microstructures). Des sauts de contrainte plus ou moins marqués, très irréguliers apparaissent au début et à la fin des essais. Il est important de noter que ce type de comportement n'est pas observé pour d'autres matériaux testés dans ce domaine de température et de vitesse de chargement sur le même moyen d'essai (machine, montage, extensomètre) et que les essais réalisés sur l'Udimet 720 à 700 °C dans le cadre d'une autre étude n'ont jamais donné lieu à de telles irrégularités. Il ne s'agit pas d'un artefact mais d'un comportement complexe probablement associé à une fenêtre paramétrique (type de chargement, déformation imposée, vitesse de déformation, température) en favorisant le développement.. Nous émettons l'idée qu'il pourrait s'agir d'une manifestation cyclique de l'effet PLC (présenté dans la partie bibliographique I.3.3.3). Peu d'articles de la littérature font référence à l'influence du PLC sur le comportement cyclique et la tenue en fatigue. Il est cependant possible que ce processus et les successions de sauts de contrainte qui lui sont associées aient une influence sur la durée de vie en fatigue. Au delà de la présence de ces irrégularités, le comportement cyclique ne semble pas beaucoup évoluer en cours de cyclage (**Figure I - 50**). Quelques courbes présentent un adoucissement cyclique progressif et limité notamment pour la microstructure Industrielle. Cependant, si l'on trace l'évolution de la contrainte moyenne au cours de l'essai, des différences marquées de comportement cyclique sont visibles entre microstructures. La **Figure I - 51 a)** et la **Figure I - 51 b)** illustrent ces disparités de comportement cyclique pour les mêmes jeux de paramètres d'essai que ceux de la **Figure I - 50**.

Trois types de comportement cyclique sont identifiables sur la **Figure I - 51**.

- Les microstructures GG/Std et GG/ γ' grossiers ne voient pas d'évolution notable de leur contrainte moyenne à 20 °C et 465 °C. On parlera, par la suite, de comportement « stable ».
- La microstructure GG/ γ' fins se comporte différemment. Au cours de l'essai la contrainte maximale et la contrainte minimale croissent progressivement. Cela se traduit sur la courbe par une augmentation de la contrainte moyenne et cela à 20 °C et 465 °C. Il convient, tout de même, de noter que dans le cas de l'essai à 465 °C cette augmentation de la contrainte moyenne fait suite à une première phase de chute de celle-ci.
- Enfin, la microstructure Industrielle se comporte radicalement différemment puisque la contrainte moyenne chute nettement durant les premiers 1000 cycles de l'essai avant de se stabiliser. La bimodalité de sa structure granulaire joue probablement un rôle dans cette relaxation de la contrainte moyenne.

Ce comportement très surprenant a été obtenu sur différents essais réalisés aux mêmes conditions, permettant de réfuter l'hypothèse d'un problème expérimental. On parlera ici d'une relaxation de la contrainte moyenne (qui diffère de l'adoucissement cyclique couramment observé sur divers matériaux et qui a été présenté dans la partie bibliographique I.3.3.1).

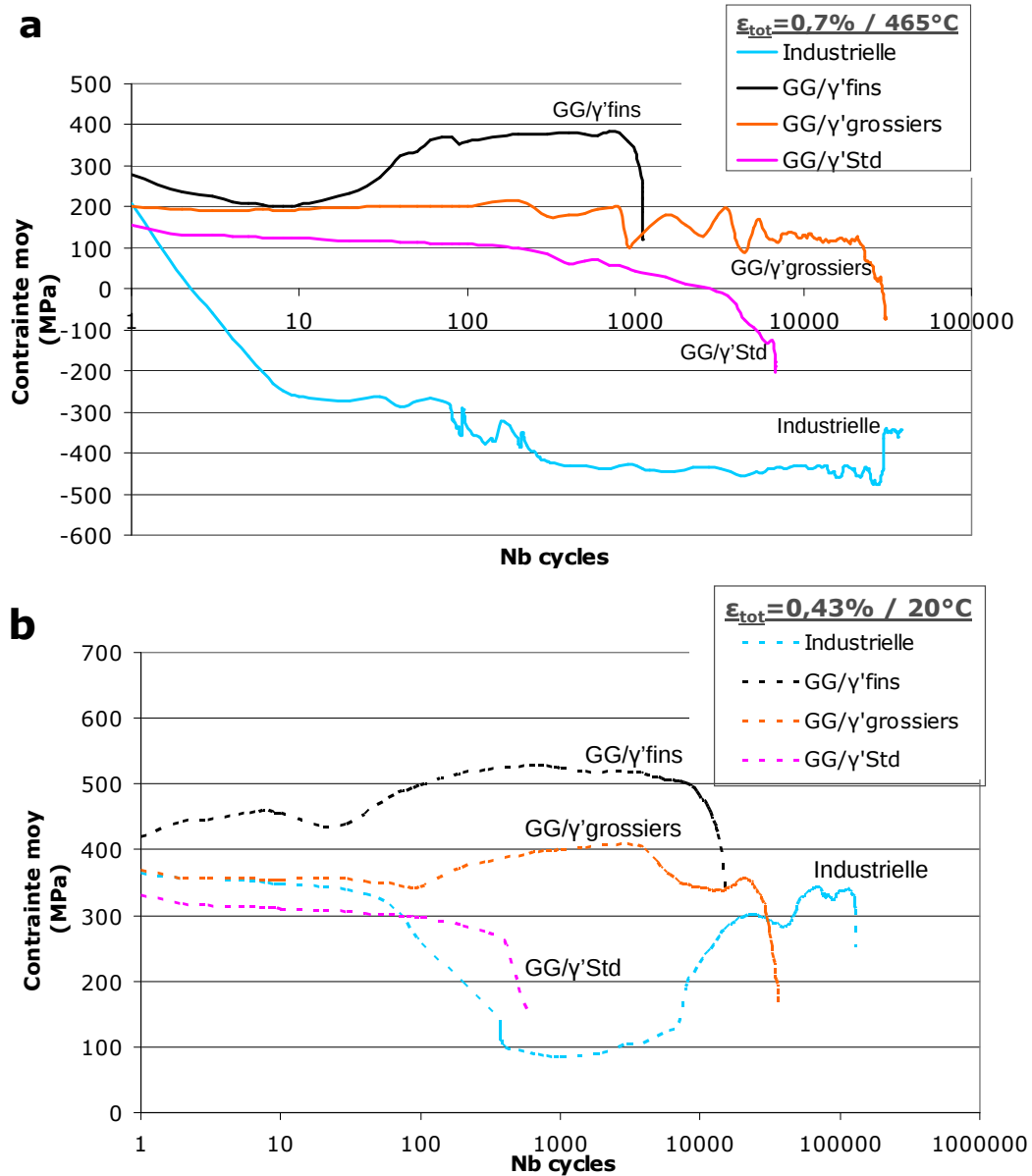


Figure I - 51 : Evolution de la demi amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour les conditions :

- a) $465^{\circ}\text{C}/0,7\%$
- b) $20^{\circ}\text{C}/0,43\%$

Deux études réalisées par Boittin et al. [Boittin, 2011] ainsi que Locq et al. [Locq, 2014] sur un superalliage à base de Nickel élaboré par métallurgie des poudres (respectivement le N18 et le N19) ont montré combien il est difficile de mettre en évidence l'influence de l'état de

précipitation intragranulaire sur le comportement cycliques d'un alliage, à l'aide de différentes microstructures de même taille moyenne de grains. Une telle influence est pourtant claire sur la **Figure I - 51** de la partie I.4.3.2.

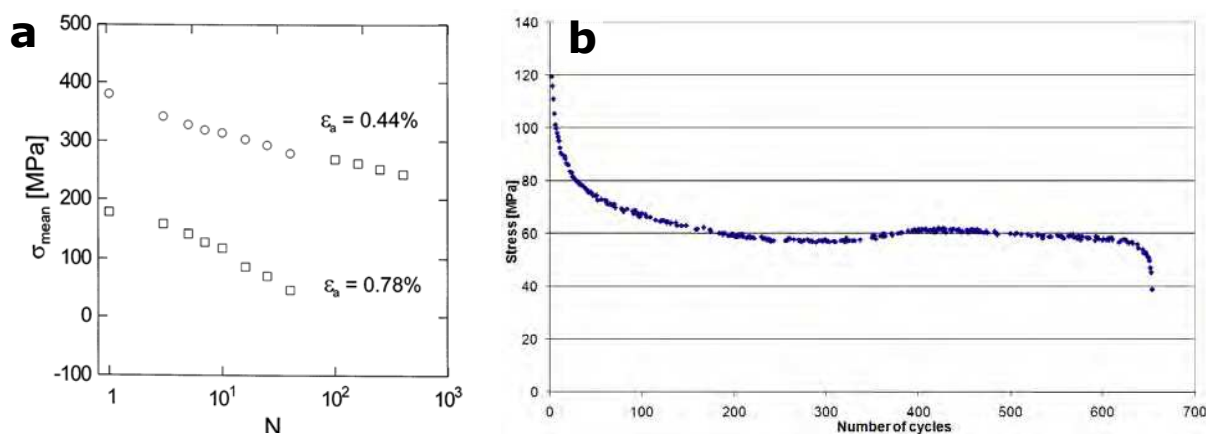
Avant de poursuivre l'analyse du comportement cyclique en relation avec les paramètres microstructuraux, une brève étude bibliographique a été menée sur la relaxation de la contrainte moyenne. En effet, un tel comportement cyclique n'est pas couramment observé.

Bien qu'il ne soit pas couramment observé, ce phénomène n'est pas réservé à l'alliage Udimet 720. En effet, quelques ouvrages généraux y font référence comme celui de Suresh [Suresh, 1998] sur la fatigue des matériaux.

Les matériaux concernés dans la littérature sont très diversifiés. On citera :

- L'Inconel 718 à 400 °C [Gustafson, 2010] (**Figure I - 52 b**)) et à 550 °C [Chaboche, 1991]
- L'Incoloy 901 à 20 °C [Fang, 1994]
- Le superalliage monocristallin CMSX-4 orienté <001> à 700 °C [Lukáš, 2002] (**Figure I - 52 a**))
- L'alliage de Titane TA6V à 200 °C [Chaboche, 2011]
- L'Aluminium 7050-T7451 à 20 °C [Hu, 1999b]
- L'Acier CS1018 à 20 °C [Chiang, 2007].

Fang et al. [Fang, 1994] affirment qu'un même matériau peut connaître de fortes différences de comportement cyclique en fonction de sa microstructure et ils pointent l'impact de l'amplitude de déformation imposée comme un paramètre majeur agissant sur l'amplitude de la relaxation de la contrainte moyenne. Ce dernier point concorde avec les travaux de Manson et al. [Manson, 2006].



La **Figure I - 49** a partiellement été discutée dans la partie I.4.3.1. Il est intéressant d'y revenir en considérant les aspects relatifs au comportement cyclique. La microstructure ayant la précipitation la plus fine (GG/ γ' fins) est la seule dont la contrainte moyenne augmente cycliquement. Il n'est donc pas très étonnant qu'elle soit associée à de courtes durées de vie. En revanche les deux autres microstructures à gros grains (GG/Std et GG/ γ' grossiers) ont un comportement cyclique proche. Les différences de durées de vie entre ces microstructures ne sont donc pas explicables sur la seule base du comportement cyclique. Une part de l'explication pourrait être liée aux contributions relatives des phases d'amorçage et de propagation. Il a été expliqué dans l'étude (partie I.3.3.2) qu'une augmentation de la taille des précipités intragranulaires induit une relaxation des contraintes en pointe de fissure, ralentissant ainsi les cinétiques de propagation des fissures (voir **Figure I - 38**). Par conséquent, la propagation d'une fissure longue nécessiterait plus de cycles (avant rupture) dans la microstructure GG/ γ' grossiers que dans la microstructure GG/Std, entraînant une durée de vie à rupture plus importante pour la première microstructure citée. Enfin, une telle relaxation des contraintes en pointe de fissure pourrait également expliquer la ductilité élevée de cette microstructure.

I.4.3.3 Analyses complémentaires par microscopie électronique en transmission (MET)

Afin de mieux comprendre les différences marquées de comportement cyclique présentées sur la **Figure I - 51**, deux essais complémentaires ont été réalisés à 465 °C pour une déformation totale imposée de $\epsilon_{\text{tot}}=0,43$ %. A la différence des essais présentés (I.4.3.1) ces essais ont été interrompus après 1000 cycles, qui est le nombre de cycles à partir duquel le comportement semble « stabilisé ». Les courbes obtenues sont représentées sur la **Figure I - 53**. Il est très intéressant de noter que les comportements cycliques observés concordent globalement avec ce qui a été précédemment présenté dans le cadre des essais menés à rupture, renforçant l'hypothèse d'une réponse cyclique particulière de la microstructure Industrielle. Une décroissance très marquée de la contrainte moyenne est constatée pour la microstructure Industrielle alors que la microstructure GG/ γ' fins présente un comportement cyclique quasi-stable.

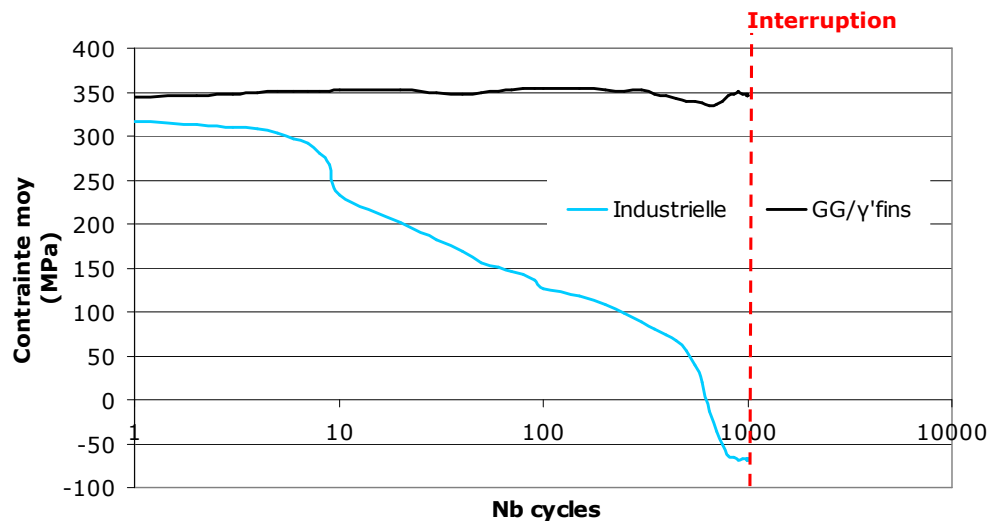


Figure I - 53 : Evolution de la contrainte moyenne à 465 °C pour une $\epsilon_{tot}=0,43 \%$ - Essais interrompus à 1000 cycles

Ces éprouvettes ont ensuite été carottées pour la réalisation de lames minces (Figure I - 54). Après polissage mécanique, un bombardement ionique a été utilisé pour obtenir des plages observables au microscope électronique à transmission (MET). Les lames prélevées à cœur sont celles qui ont permis l'analyse des structures de dislocations. Celles prélevées en tête d'éprouvette (donc non déformées) ont servi de « référence ». Les analyses ont été réalisées au Centre d'Elaboration de Matériaux et d'Etudes Structurales (CEMES) de Toulouse par Florence Pettinari-Sturm et Muriel Hantcherli.

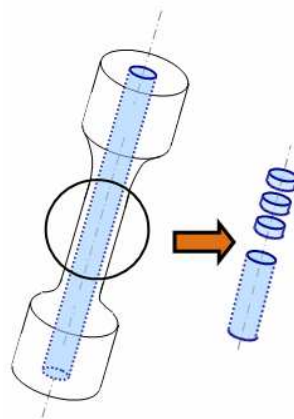


Figure I - 54 : Prélèvement de lames MET dans des éprouvettes déformées en fatigue

Ces observations ont clairement permis de mettre en évidence de fortes différences de mécanismes de déformation entre les deux états.

La **Figure I - 55** synthétise les différents mécanismes de déformation observés pour la microstructure Industrielle. Des dislocations parfaites de matrice sont observées (**Figure I - 55 a**)) avec contournement des précipités γ' (**Figure I - 55 b**)).

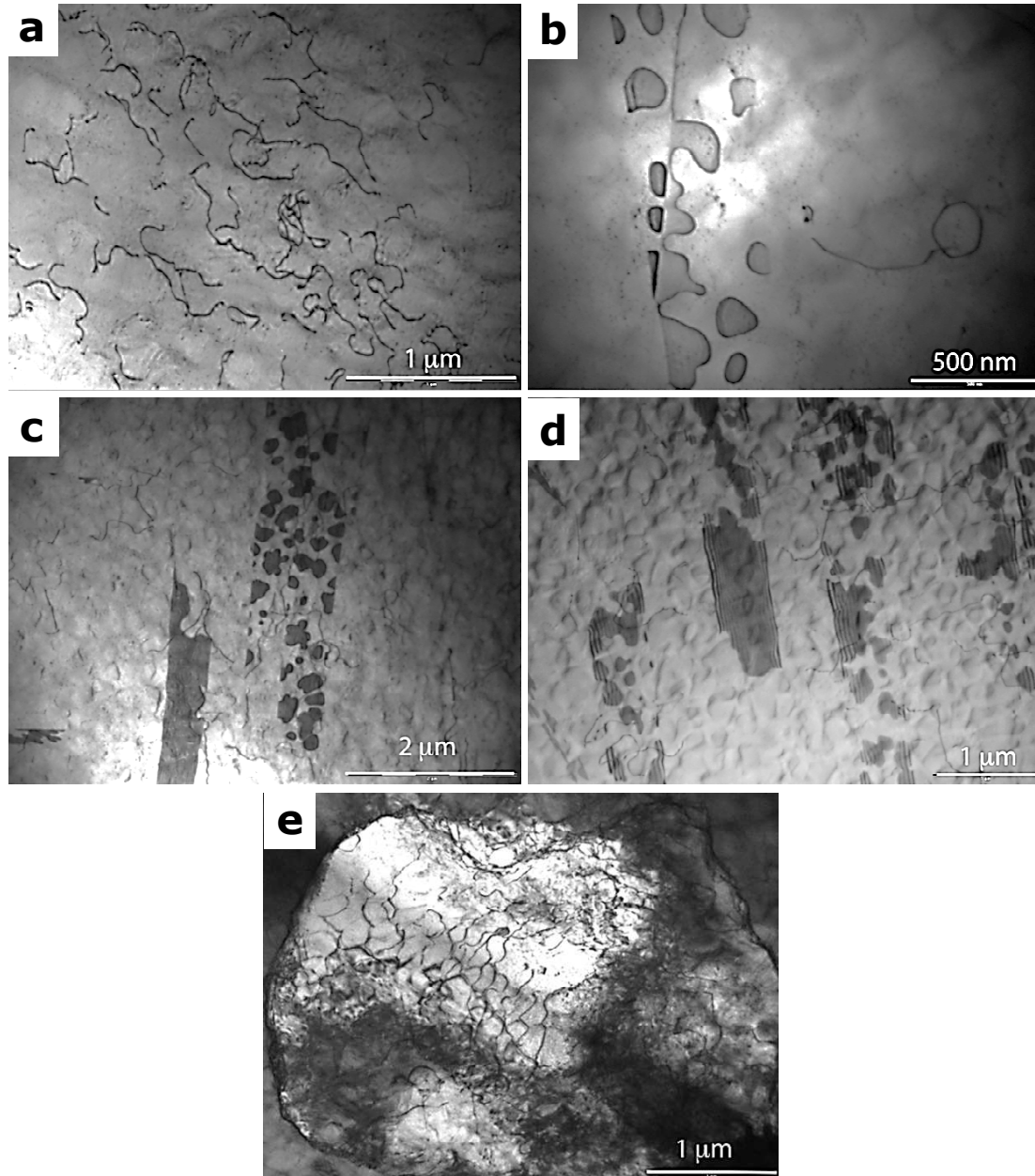


Figure I - 55 : Paysages de dislocations observés sur une éprouvette de microstructure Industrielle sollicitée 1000 cycles à 465 °C, $\epsilon_{\text{tot}}=0,43 \%$, $R_e=0,05$

Il est intéressant de noter une plus forte densité de ces dislocations parfaites dans les plus petits grains (**Figure I - 55 e**)) de cette microstructure bimodale. A ces processus s'ajoutent de nombreuses zones de cisaillement des précipités par des dislocations partielles s'étant dissociées et ayant laissé une faute d'empilement (bandes de Condat et Décamps [Condat, 1987]) (**Figure I - 55 c**) et d)).

Le nombre de dislocations observées sur l'éprouvette ayant la microstructure GG/ γ' fins est significativement plus faible que pour la microstructure Industrielle. La déformation semble n'être que le résultat de dislocations de matrice parfaites et isolées. L'aspect relativement rectiligne de ces dislocations indique que les précipités sont cisailés.

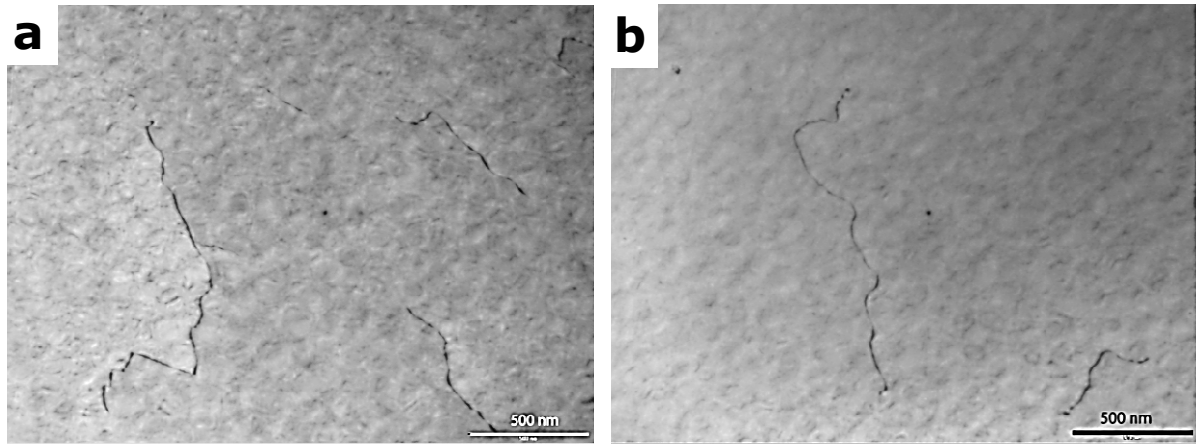


Figure I - 56 : Paysages de dislocations observés sur une éprouvette de microstructure GG/ γ' fins sollicitée 1000 cycles à 465 °C, $\epsilon_{tot}=0,43\%$, $R\epsilon=0,05$

Si ces analyses restent à approfondir, le nombre de zones observées pour les deux microstructures ne laisse aucun doute sur la représentativité de ces micrographies. En première approche, il est tentant d'associer la très faible densité de dislocations au comportement très stable de la microstructure GG/ γ' fins et les différents mécanismes de plasticité observés sur la microstructure Industrielle à la forte décroissance de la contrainte moyenne. Cependant, ces analyses ne sont pas suffisantes et un travail complet serait nécessaire, par exemple, pour rechercher la signature en MET des processus qui paraissent être associés aux instabilités mécaniques de type PLC.

I.4.3.4 Analyse des faciès de rupture

Si le comportement cyclique varie beaucoup d'une microstructure à l'autre, les faciès de rupture observés sont semblables. Quelles que soient les conditions d'essai (température, niveau imposé de déformation totale) et la microstructure, on observe un amorçage sur une/deux facette(s) cristallographique(s) débouchante(s) ou quasi-débouchante(s). La **Figure I - 57** présente des exemples de ces zones d'amorçage. Les zones délimitées en jaune correspondent à la/aux facette(s) cristallographique(s) constituant la zone d'amorçage.

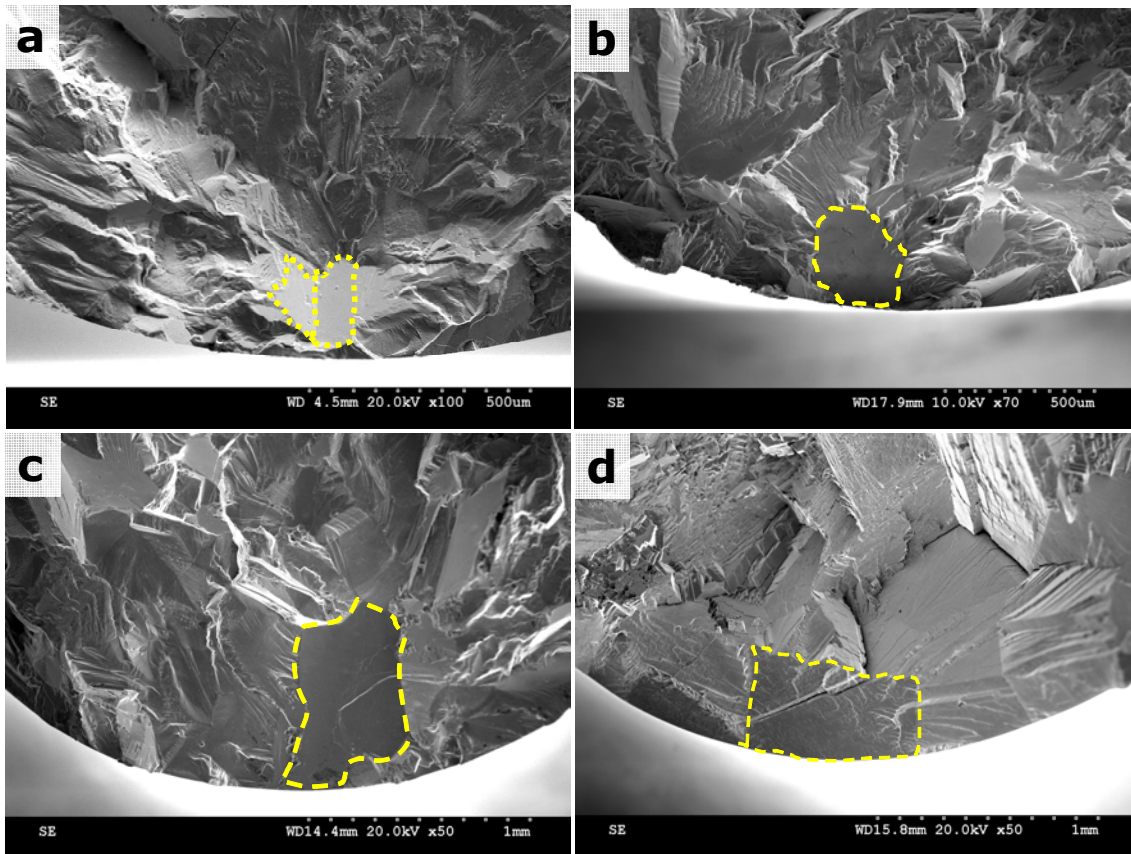


Figure I - 57 : Micrographies de la zone d'amorçage observée sur le faciès de rupture des éprouvettes
a) Microstructure Industrielle – 465 °C - $\epsilon_{tot}=0,43\%$ - $R\epsilon=0,05$
b) Microstructure Industrielle – 465 °C - $\epsilon_{tot}=0,43\%$ - $R\epsilon=0,05$
c) Microstructure GG/ γ' grossiers – 465 °C - $\epsilon_{tot}=0,43\%$ - $R\epsilon=0,05$
d) Microstructure GG/ γ' fins – 465 °C - $\epsilon_{tot}=0,7\%$ - $R\epsilon=0,05$

La Figure I - 57 a) montre une configuration singulière avec un amorçage sur des facettes en « chevron ». Miao et al. [Miao, 2009] ont montré que de telles facettes cristallographiques correspondent à des plans de macles de type $\{111\}$ imbriqués. Ce point est discuté dans le chapitre III.

Un tel mode d'amorçage sur une/des facette(s) a régulièrement été observé sur des éprouvettes en superalliage à base de Ni notamment pour des températures intermédiaires comme celle de la présente étude :

- LSHR sollicité en fatigue à 427 °C [Gabb, 2010]
- René 88DT cyclé en fatigue très haute fréquence à 593 °C [Miao, 2009]
- N18 déformé en fatigue à 450 °C [Boittin, 2011]
- Inconel 718 sollicité en fatigue à 350 °C [Flageolet, 2010]

C'est également le cas pour plus hautes températures (700 °C) sur des éprouvettes en Udimet 720 sollicitées en fatigue-temps de maintien [Billot, 2010]. Flageolet et al. [Flageolet, 2010] montrent sur un alliage à petits grains comportant quelques gros grains qu'un tel amorçage se produit systématiquement sur un de ces gros grains proche de la surface (I.3.3.2). Gabb et al. [Gabb, 2010] ont constaté la même chose sur LSHR.

Les facettes observées sur les éprouvettes de microstructure Industrielle (**Figure I - 57 a**) et **Figure I - 57 b**) quelles soient isolées ou en chevron, correspondent à des grains d'un diamètre de l'ordre 200-300 μm . Il s'agit des plus gros grains de cette microstructure (**Figure I - 14**). En revanche, il est difficile d'identifier si les facettes observées sur les microstructures à gros grains homogènes (GG) correspondent aux plus gros grains.

I.5 Synthèse du chapitre I

Microstructures étudiées :

Afin d'étudier l'influence de la taille de grains et de la précipitation sur les propriétés mécaniques du superalliage Udimet 720, différentes microstructures de ce même alliage ont été réalisées.

Ces microstructures ont été obtenues par le biais de traitements thermiques spécifiques mis au point dans cet objectif. On qualifiera ces quatre microstructures d'« **académiques** » par opposition à la microstructure utilisée industriellement par Turboméca pour la confection de ses disques de turbine haute pression. Cette dernière microstructure est elle appelée microstructure « **Industrielle** ».

Les microstructures académiques ont été définies pour découpler au mieux l'effet des différents paramètres microstructuraux.

L'analyse de l'influence de la **taille de grains** est abordée par la comparaison de trois microstructures dont l'état de précipitation est similaire : deux microstructures homogènes ont été choisies à grains fins (**GF**) et gros grains (**GG**) ainsi qu'une microstructure bimodale associant gros et petits grains. Cette dernière est la microstructure **Industrielle**. La précipitation γ' « similaire » de ces trois microstructures sera dite standard (**Std**).

Ce sont donc les microstructures **GG/Std**, **Industrielle** et **GF/Std** qui sont ici considérées.

L'analyse de l'impact de la précipitation γ' intragranulaire sur les propriétés mécaniques a été conduite en comparant trois microstructures à gros grains (**GG**) dont la première possède une précipitation γ' **fine**, la deuxième une précipitation γ' **standard** (celle de la microstructure Industrielle) et la dernière une précipitation γ' **grossière**.

Sont considérées ici, les microstructures **GG/ γ' fins**, **GG/Std** et **GG/ γ' grossiers**.

Comportement en traction monotone :

La taille moyenne des grains est le paramètre d'ordre 1 qui contrôle les propriétés en traction notamment la **limite d'élasticité $R_{0,2}$** et la **limite à rupture R_m** . Ainsi, sans surprise, plus la taille moyenne de grains est fine, meilleures sont les propriétés en traction : **GF > Industrielle > GG**.

La précipitation intragranulaire joue également un rôle important sur ces propriétés en traction monotone. Une précipitation fine et dense sera préférée à une précipitation grossière et dispersée afin d'obtenir une limite d'élasticité élevée : $\gamma' \text{ fins} > \gamma' \text{ Std} > \gamma' \text{ grossiers}$. Ce classement est associé au fait que les couloirs de matrice dans une microstructure à précipitation fine et dense sont étroits et ne facilitent pas le déplacement des dislocations mobile dans la matrice.

De manière analogue l'évolution de la **ductilité** est inverse à celle de la limite d'élasticité et la microstructure à $\gamma' \text{ grossiers} > \gamma' \text{ Std} > \gamma' \text{ fins}$.

Comportement mécanique en fatigue oligocyclique :

La taille moyenne des grains apparait comme étant également le paramètre majeur contrôlant la **durée de vie** des essais de fatigue oligocyclique. La microstructure **Industrielle** sans trop de surprise, présente une résistance en fatigue supérieure aux microstructures à gros grains (GG).

Des différences importantes de durées de vie entre les différentes microstructures à gros grains GG ont, par contre, été mises en évidence. La microstructure la plus ductile conduit à des durées de vie supérieures à la microstructure à précipitation γ' fine qui est la moins ductile : $\gamma' \text{ grossiers} > \gamma' \text{ Std} > \gamma' \text{ fins}$. Cela est attribué, au moins en partie, à la faculté qu'a une microstructure à précipitation plus grossière à favoriser une relaxation des contraintes en pointe de fissure, ralentissant ainsi la phase de propagation des fissures longues.

Par ailleurs le **comportement cyclique** (évolution de la **demi-amplitude de contrainte** $\Delta\sigma/2$ et évolution de la **contrainte moyenne**) a également été analysé.

Si l'amplitude de chargement ne semble pas vraiment évoluer au cours des cycles pour toutes les microstructures il n'en est pas de même avec la contrainte moyenne.

Trois « types » d'évolution de cette contrainte moyenne ont été mis en avant :

- Un comportement « **stable** » de celle-ci a été montré pour les microstructures **GG/Std** et **GG/ γ' grossiers** à 20 °C et 465 °C.
- Une **augmentation de la contrainte moyenne** au cours de l'essai a été montrée à 20 °C et 465 °C pour la microstructure **GG/ γ' fins**.
- Enfin, une **relaxation** prononcée de la contrainte moyenne se produit sur les essais de la microstructure **Industrielle**.

Il faut noter que pour toutes ces microstructures, le comportement cyclique est marqué par de nombreuses irrégularités qui pourraient être liées à des instabilités de comportement de type PLC. Cet aspect n'était pas au coeur de ce travail de thèse centré sur les processus d'amorçage de fissures intergranulaires.

Une étude à part entière mériterait d'être développée autour de ces instabilités pour en comprendre l'origine, définir les fenêtres paramétriques les déclenchant (température, vitesse et amplitude de déformation) et en évaluer les conséquences en terme d'endommagement.

La grande **similitude** des **faciès de rupture** et particulièrement des zones d'amorçage observées sur toutes les éprouvettes est un point important qui permet d'introduire les deux chapitres à venir. En effet, ces amorçages systématiques sur **facette(s) cristallographique(s)** de grande taille possèdent une origine commune, indifféremment de la microstructure sollicitée. Les chapitres à suivre sont centrés sur les mécanismes à l'origine de ce mode d'amorçage.

I.6 Références bibliographiques

[Abe, 1973] M. Abe, K. Asano, A. Fujiwara,

"Influence of the Precipitate-Free Zone Width on the Tensile Properties of an Al-6 Wt Pct Zn-1.2 Wt Pct Mg Alloy ",

Metallurgical transactions A 4, 1499-1505,(1973).

[Bain, 1988] K. R. Hain, M. L. Gambone, J. M. Hyzak, and M. C. Thomas,

"Development of damage tolerant microstructures in Udimet 720",

TMS , Superalloys 1988, Seven Springs, PA, USA, 13-22, (1988).

[Bashir, 1993] S. Bashir and M.C. Thomas,

"Effect of Interstitial Content on High-Temperature Fatigue Crack Propagation and Low-Cycle Fatigue of Alloy 720",

Journal of Materials Engineering and Performance Volume 2,4, 545-550, (1993).

[Beardmore, 1969] P. Beardmore, R.G. Davies, T.L. Johnston,

"On The Temperature Dependence of the Flow Stress of Nickel-Base Alloys",

Transactions of the Metallurgical Society of AIME, Part VII, (1969).

[Bhowal, 1990] P.R. Bhowal, E.F. Wright, and E.L. Raymond,

"Effects of Cooling Rate and γ' Morphology on Creep and Stress-Rupture Properties of a Powder Metallurgy Superalloy",

Metallurgical transactions A 21, 1709-1717, (1990).

[Billot, 2010] T. Billot,

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

Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Poitiers, France, (2010).

[Boittin, 2011] G. Boittin,

"Expérimentation numérique pour l'aide à la spécification de la microstructure et des propriétés mécaniques d'un superalliage base Ni pour des applications moteurs",

Thèse de l' Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, France, (2011).

[Chaboche, 1991] J.L. Chaboche, D. Nouailhas, D. Pacou, P. Paulmier,

"Modelling on the cyclic response and ratchetting effects on inconel-718 alloy",

European Journal of Mechanics - A/Solids, 10, 1, 101-121, (1991).

[Chaboche, 2011] J.L. Chaboche, P. Kanouté, F. Azzouz,

"A robust cyclic elastoplastic constitutive framework for fatigue life analysis",

Advances in Heterogeneous Material Mechanics, 853-856, (2011).

[Chiang, 2007] D.Y. Chiang,

"Modeling and characterization of cyclic relaxation and ratchetting using the distributed-element model",

Applied Mathematical Modelling 32, 501–513 (2008).

[Condat, 1987] M. Condat, B. Décamps,

"Shearing of γ' precipitates by single $a/2\langle 110 \rangle$ matrix dislocations in a γ/γ' ni-based superalloy",

Scripta Metallurgica 21, 607-612, (1987).

[Cui, 2011] C.Y. Cui, T. Jin, X.F. Sun,

"Effects of heat treatments on the serrated flow in a Ni-Co-Cr base superalloy",

Journal of Materials Science 46, 5546-5552, (2011).

[Diologent, 2002] F. Diologent,

"Comportement en fluage et en traction de superalliages monocristallins à base de nickel",

Thèse du Centre d'Orsay, Université de Paris Sud, France, (2002).

[Dollar, 1988] M. Dollar, I. Bernstein,

"The effect of Temperature on the deformation structure of single crystal Nickel base superalloys",

TMS, Superalloys 1988, Seven Springs, PA, USA, 275-284, (1988).

[Dubiez-Le Goff, 2004] S. Dubiez-Le Goff,

"Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud",

Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, France, (2003).

[Durand-Charre, 1997] M. Durand-Charre,
"The microstructure of Superalloys",
Gordon and Breach Science Publishers, (1997).

[Fang, 1999] D. Fang, A. Berkovits,
"Evaluation of fatigue damage accumulation by acoustic emission",
Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 17,9, 1057–1067, (1994).

[Fayman, 1987] Y. C. Fayman,
"Microstructural Characterization and Elemental Partitioning in a Direct-Aged superalloy (DA718)",
Materials Science and Engineering, 92, 159-171, (1987).

[Flageolet, 2010] B. Flageolet, O. Yousfi, Y. Dahan, P. Villechaise, J. Cormier,
"Characterization of microstructure containing abnormal grain growth zones in alloy 718",
7th International Symposium on Superalloy 718 and derivativess, Pittsburgh, PA, USA, 595-606,
(2010).

[Furrer, 1999] D.U. Furrer and H.-J. Fecht,
"γ' formation in superalloy U720Li",
Scripta Materialia, 40 ,11, 1215-1220, (1999).

[Furrer, 1999b] D.U. Furrer and H.-J. Fecht,
"Ni-Based Superalloys for Turbine Discs",
Journal Of Materials, 14-17, (1999).

[Furrer, 2000] D.U. Furrer and H.-J. Fecht,
"Microstructure and mechanical property development in superalloy U720Li",
TMS, Superalloys 2000, Seven Springs, PA, USA, 415-424, (2000).

[Gabb, 2010] T.P. Gabb, P.T Kantzos, J. Telesman, J. Gayda, C.K. Sudbrack, B. Palsa,
"Fatigue resistance of the grain size transition zone in a dual microstructure superalloy disk ",
International Journal of Fatigue, 33, 414-426, (2010).

[Gospinath, 2008] K. Gopinath, A.K. Gogia, S.V. Kamat, U. Ramamurty,
"Dynamic strain ageing in Ni-base superalloy 720Li",
Acta Materialia, 57, 1243–1253, (2009).

[Graff, 2006] S. Graff,
"Comportement viscoplastique des alliages de zirconium dans la gamme de températures 20°C-
400°C: caractérisation et modélisation des phénomènes de vieillissement",
Thèse de l' Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, France, (2006).

[Grosdidier, 1998] T. Grosdidier, A. Hazotte, A. Simon,
"Precipitation and dissolution processes in γ/γ' single crystal nickel-based superalloys",
Materials Science and Engineering A 256, 183–196, (1998).

[Gustafsson, 2010] D. Gustafsson,
"Constitutive and fatigue crack propagation behaviour of Inconel 718",
Thesis No. 1461, Linköping Studies in Science and Technology (2010).

[Helm, 2000] D. Helm and O. Roder.
"Influence of long term exposure in air on microstructure, surface stability and mechanical
properties of Udimet 720Li",
TMS, Superalloys 2000, Seven Springs, PA, USA, 487-493, (2000).

[Hu, 1999] Y.M. Hu and Z.G. Wang,
"Grain boundary effects on the fatigue deformation and cracking behavior of copper bicrystals",
International Journal of Fatigue 20, 6, 463–469, (1999).

[Hu, 1999b] W. Hu, C.H. Wang, S. Barter
"Analysis of Cyclic Mean Stress Relaxation and Strain Ratchetting Behaviour of Aluminium
7050",
DSTO Aeronautical and Maritime Research Laboratory, DSTO-RR-0153, (1999).

[Huther, 1968] W. Huther, B. Reppich,

“Interaction of dislocations with coherent, stress-free, ordered particles”,

Z. fuer Metal-lkunde, 69, 628–634, (1978).

[Jackson, 1999] M.P. Jackson, R.C. Reed,

"Heat treatment of Udimet 720Li: the effect of microstructure on properties",

Materials Science and Engineering, A259, 85-97, (1999).

[Jain, 2000] S. K. Jain, B. A. Ewing, C. A. Yin,

"The development of improved performance pm Udimet 720 turbine disks",

TMS, Superalloys 2000, Seven Springs, PA, USA, 785-794, (2000).

[Kearsey, 2000] R.M. Kearsey , A.K. Koul , J.C. Beddoes , C. Cooper,

"Development and characterization of a damage tolerant microstructure for a nickel base turbine disc alloy",

TMS, Superalloys 2000, Seven Springs, PA, USA, 117-126, (2000).

[Kontis, 2014] P. Kontis, F. Karlsson, Roger Reed,

"The Effect of Boron on the Mechanical Properties of a New Polycrystalline Superalloy",

2nd European Symposium on Superalloys and their Applications, Eurosuperalloys 2014, Giens, France, 0094, (2014).

[Krol, 2004] T. Krol, D. Baither, E. Nembach,

"The formation of precipitate free zones along grain boundaries in a superalloy and the ensuing effects on its plastic deformation",

Acta Materialia 52, 2095-2108, (2004).

[Krueger, 1989] D. D. Krueger,

"The development of direct age 718 for gas turbine engine disk applications",

Superalloy 718-Metallurgy and Applications, 279-296, (1989).

[Lemaître, 2009] J. Lemaître, J. L. Chaboche, A. Benallal, R. Desmorat,

"Mécanique des matériaux solides - 3^e édition",

Sciences sup. Dunod Edition, (2009).

[Lerch, 1984] B.A. Lerch, N. Jayaraman, S.D. Antolovich,
"A study of fatigue damage mechanisms in Waspaloy from 25 to 800°C",
Materials Science and Engineering, 66, 151-166, (1984).

[Locq, 2000] D. Locq, M. Marty, P. Caron,
"Optimisation of the mechanical properties of a new PM superalloy for disk applications",
TMS, Superalloys 2000, Seven Springs, PA, USA, 395-403, (2000).

[Locq, 2014] D. Locq, L. Nazé, J-M. Franchet, P. Caron, A. Dumont, A. Köster, J-Y. Guédou,
"Metallurgical Optimization of PM Superalloy N19",
2nd European Symposium on Superalloys and their Applications, Eurosuperalloys 2014, Giens,
France, 0094, (2014).

[Lukáš, 2002] P. Lukáš, L. Kunz,
"Cyclic plasticity and substructure of metals",
Materials Science and Engineering: A 322, 1–2, 15, 217-227, (2002).

[Manson, 1972] S.S Manson,
"Pressure Vessels and Piping — Design and Analysis",
Vol. 1, ASME , 157, (1972).

[Manson, 2006] S. S. Manson, Gary R. Halford,
"Fatigue and durability of structural materials",
ASM International, (2006).

[Mao, 2001] J. Mao, K-M Chang, W. Yang, D. U. Furrer, K. Ray , S. P. Vaze,
"Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy Rene88DT",
Materials Science and Engineering A 332 318–329, (2002).

[Mazière, 2007] M. Mazière,
"Eclatement des disques de Turbomachines",
Thèse de l' Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, France, (2007).

[Miao, 2009] J. Miao, T. M. Pollock, J. W. Jones,
"Crystallographic fatigue crack initiation in nickel-based superalloy Rene´ 88DT at elevated temperature",
Acta Materialia 57, 5964–5974, (2009).

[Mitchell, 2007] R.J. Mitchell and M. Preuss,
"Inter-Relationships between Composition, γ' Morphology, Hardness, and γ/γ' Mismatch in Advanced Polycrystalline Nickel-Base Superalloys during Aging at 800 °C",
Metallurgical and materials transactions A 38, 615-627, (2007).

[Mitchell, 2008] R.J. Mitchell, M. Preuss, S. Tin, M.C. Hardy,
"The influence of cooling rate from temperatures above the γ' solvus on morphology, mismatch and hardness in advanced polycrystalline nickel-base superalloys"
Materials Science and Engineering A 473, 158–165, (2008).

[Monajati, 2004] H. Monajati, M. Jahazi, R. Bahrami & S. Yue,
"The influence of heat treatment conditions on γ' characteristics in Udimet® 720",
Materials Science and Engineering: A 373, 286-293 ,(2004).

[Morrison, 1997] D.J. Morrison and J.C. Moosbrugger,
"Effects of grain size on cyclic plasticity and fatigue crack initiation in nickel"
International Journal of Fatigue Vol. 19, Supp. No. 1, pp. S51–S59, (1997).

[Mughrabi, 1999] H. Mughrabi,
"On the life-controlling microstructural fatigue mechanisms in ductile metals and alloys in the gigacycle regime",
Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 22, 7, 633–641, (1999).

[Na, 2000] Y.S. Na, N.K. Park and R.C. Reed,
"Sigma morphology and precipitation mechanism in Udimet 720li",
Scripta Materialia 43, 585–590, (2000)

[Pang, 2003] H.T. Pang, P.A.S. Reed,

"Fatigue crack initiation and short crack growth in nickel-base turbine disc alloys—the effects of microstructure and operating parameters",
International Journal of Fatigue 25, 1089–1099, (2003).

[Petitjean, 2003] S. Petitjean,

"Influence de l'état de surface sur le comportement en fatigue à grand nombre de cycles de l'acier inoxydable austénitique 304L",
Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Poitiers, France, (2003).

[Phillips, 2012] P.J Phillips, R.R Unocic, M.J Mills,

"Low cycle fatigue of a polycrystalline Ni-based superalloy: deformation substructure analysis",
Materials Science and Engineering, 66, 50-57, (1984).

[Pineau, 2008] A. Pineau,

"La fatigue plastique oligocyclique",
Fatigue des matériaux et des structures, Eds. C. Bathias et A. Pineau, Hermès-Lavoisier, 129-195, (2008).

[Pineau, 2009] A. Pineau, S. D. Antolovich,

"High temperature fatigue of nickel-base superalloys – A review with special emphasis on deformation modes and oxidation",
Engineering Failure Analysis 16, 8, 2668-2697, (2009).

[Portevin, 1923] A. Portevin, F. Le Chatelier,

"Sur le phénomène observé lors de l'essai de traction d'alliages en cours de transformation",
CR Acad. Sci. Paris 176, 507, (1923).

[Priester, 2006] L. Priester,

"Les joints de grains, de la theorie à l'ingénierie",
EDP Sciences, (2006).

[Radis, 2009] R. Radis, M. Schaffer, M. Albu, G. Kothleitner, P. Po, E. Kozeschnik, "Multimodal size distribution of γ' precipitates during continuous cooling of UDIMET 720 Li", Acta Materialia, 57, 5739-5747, (2009).

[Raujol, 2004] S. Raujol, "Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disques de turbine", Thèse de l'INSA de Toulouse, France, (2004).

[Reed, 1999] R.C. Reed, M.P. Jackson, and Y.S. Na, "Characterization and Modeling of the Precipitation of the Sigma Phase in UDIMET 720 and UDIMET 720LI", Metallurgical and materials transactions A 30, 521-533, (1999).

[Reed, 2006] R.C. Reed, "The Superalloys - Fundamentals and Applications", Cambridge University Press, New York, (2006).

[Ricks, 1983] R.A. Ricks, A.J. Porter, R.C. Ecob, "The growth of γ' precipitates in nickel-base superalloys", Acta Metallurgica, 31, 43-53, (1983).

[Royer, 1994] A. Royer, P. Bastie, D. Bellet et C.M.E. Zeyen, "Relation entre les propriétés structurales et la morphologie des précipités γ' du superalliage monocristallin à base de nickel AM1", Journal de physique IV Colloque C3, supplément au Journal de Physique III, Volume 4, (1994).

[Sczerzenie, 1984] F. E. Sczerzenie and G. E. Maurer, "Development of Ujdimet 720 for high strength disk applications", TMS, Superalloys 1984, Seven Springs, PA, USA, 573-580, (1984).

[Sczerzenie, 1988] F.E. Sczerzenie, S.O. Mancuso, P.W. Keefe, G.E. Maurer, W. Boesch "Udimet alloy 720", "Special Metal Corporation", Report, TR-88-002, (1988).

[Singh, 2012] A.R.P. Singh, S. Nag, S. Chattopadhyay, Y. Ren, J. Tiley, G.B. Viswanathan, H.L. Fraser, R. Banerjee,

"Mechanisms related to different generations of γ' precipitation during continuous cooling of a nickel base superalloy"

Acta Materialia 61, 1, 280-293 (2013).

[Stoltz, 1978] R.E. Stoltz, A. Pineau,

"Dislocation-precipitate interaction and cyclic stress-strain behaviour of a gamma prime strengthened superalloy",

Materials Science and Engineering, 34, 275-284, (1978).

[Suresh, 1998] S. Suresh,

"Fatigue of Materials",

Cambridge University Press, (1998).

[Telesman, 2008] J. Telesman, T.P. Gabb, A. Garg, P. Bonacuse and J. Gayda,

"Effect of Microstructure on Time Dependent Fatigue Crack Growth Behavior In a P/M Turbine Disk Alloy",

NASA report, (2008).

[Ter-Ovanessian, 2011] B. Ter-Ovanessian,

"Etude comparative de différents superalliages base Ni pour ressorts de systèmes de maintien",

Thèse de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, France, (2011).

[Terzi, 2006] S. Terzi,

"Comportement à haute température du superalliage Udimet 720 élaboré par métallurgie des poudres et optimisé pour la tenue en fluage",

Thèse de l'Institut National Polytechnique de Grenoble, France, (2006).

[Torster, 1997] F. Torster, G. Baumeister, J. Albrecht, G. Liitjering, D. Helm, M.A. Daeubler,

"Influence of grain size and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of the nickel base superalloy U 720 LI",

Materials Science and Engineering A 234-236, 189-192, (1997).

[Vaunois, 2010] J-R. Vaunois , J. Cormier , P. Villechaise , A. Devaux , B. Flageolet

"Influence of both g' distribution and grain size on the tensile properties of UDIMET' 720Li at room temperature",

7th International Symposium on Superalloy 718 and derivatives, Pittsburgh, PA, USA, 199-213, (2010).

[Veyssi re, 1996] P. Veyssi re, G. Saada,

"Microscopy and plasticity of the Ll2 γ' phase",

Dislocations in solids, 10 ,53, (1996).

[Villechaise, 2012] P. Villechaise, J. Cormier, T. Billot, J. Mendez,

"Mechanical behaviour and damage processes of Udimet 720 Li : Influence of localized plasticity at grain boundaries",

TMS, Superalloys 2012, Seven Springs, PA, USA, 13-24, (2012).

[Zhong, 2011] Z. Zhong, Y. Gu, Y. Yuan, T. Osada, C. Cui, T. Yokokawa, T. Tetsui and H. Harada,

"Effect of Solution Temperature on the Microstructure and Mechanical Properties of a Newly Developed Superalloy TMW-4M3",

Journal of Materials Science, Springer Netherlands, 2011, 46, 7573-7581 (2011).

[Zhou, 2001] L. Zhou & V. Lupinc,

"Evolution of microstructure and mechanical property during long-term aging in Udimet 720Li",

Journal of Materials Science & Technology, 17, 633-637, (2001).

- Chapitre II -

Analyse des mécanismes de déformation (monotone et cyclique) de l'alliage Udimet 720 à l'échelle de l'agrégat cristallin

- Le chapitre débute par une partie bibliographique présentant les mécanismes de déformation aux hautes températures, aux températures intermédiaires et à température ambiante en se focalisant sur les joints de grains et leur voisinage. Quelques rappels de cristallographie ont également été inclus dans cette bibliographie.
- Par la suite, les activités plastiques détectées à la surface d'éprouvettes déformées en traction et en fatigue ont été analysées de façon statistique. L'influence de la température et de la microstructure (granulaire et de précipitation γ') a notamment été considérée dans ce suivi statistique.
- Enfin, sont analysés les mécanismes de déformation au niveau des joints de grains. La transmission de la déformation plastique entre grains voisins (au travers du joint de grains les séparant) constitue le coeur de cette analyse. Par ailleurs, un mécanisme singulier d'incompatibilité de transmission du glissement au travers du joint de grains a été mis en évidence. Son étude permet de mieux comprendre l'amorçage de fissure intergranulaire.

Chapitre II . Analyse des mécanismes de déformation (monotone et cyclique) de l'alliage Udimet 720 à l'échelle de l'agrégat cristallin.....	102
II.1 Etude bibliographique des mécanismes de déformation dans les superalliages : focalisation sur les mécanismes activés à l'ambiante et aux températures intermédiaires.....	102
II.1.1 Généralités sur le glissement plastique et la cristallographie.....	102
II.1.1.1 Systèmes de glissement activés : cas des matériaux C.F.C	102
II.1.1.2 Orientations cristallines et représentation géométrique	104
II.1.2 L'amorçage de fissure aux joints de grains	105
II.1.2.1 Bref descriptif du cas des hautes températures ($T > 700\text{ }^{\circ}\text{C}$)	105
II.1.2.2 Cas des températures intermédiaires ($20\text{ }^{\circ}\text{C} \leq T < 500\text{ }^{\circ}\text{C}$)	107
II.1.2.2.1 Interactions bandes de glissement / joints de grains	107
II.1.2.2.2 Joints de macles	109
II.2 Techniques expérimentales.....	111
II.2.1 Techniques expérimentales liées à l'analyse cristallographique.....	111
II.2.1.1 Détermination des orientations cristallographiques des grains	111
II.2.1.2 Moyens expérimentaux associés	113
II.2.2 Techniques expérimentales liées aux essais sur micro-éprouvettes.....	113
II.2.2.1 Géométrie des micro-éprouvettes	113
II.2.2.2 Réalisation des essais sur micro-éprouvettes	114
II.2.2.2.1 La traction monotone	114
II.2.2.2.2 La fatigue oligocyclique	116
II.2.2.2.3 Précisions sur l'utilisation de micro-éprouvettes	117
II.3 Méthodologie de suivi et d'analyse de l'activité plastique de glissement en surface de micro-éprouvettes	119
II.3.1 Suivi statistique des activités plastiques à la surface de la partie utile	119
II.3.2 Identification des bandes de glissement observées	121
II.3.2.1 Système(s) activé(s) et facteur(s) de Schmid associé(s)	121
II.3.2.2 Indication supplémentaire sur les traces observées des plans de glissement	122
II.3.2.3 Calculs des angles entre plans de glissement activés de part et d'autre du joint de grains	123
II.4 Résultats de l'analyse statistique des mécanismes de déformation à l'échelle de l'agrégat polycristallin	125
II.4.1 Nature des systèmes de glissement activés / Facteur de Schmid	125
II.4.2 Suivi statistique de l'activité de glissement : grains déformés, nombre de bandes de glissement.....	127
II.4.2.1 Essais de traction multi-interrompus ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$)	127
II.4.2.2 Essais de fatigue interrompus ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$)	128

II.4.2.3 Essais de traction interrompu (465 °C)	129
II.4.3 Synthèse des résultats de l'analyse statistique du glissement plastique.....	130
II.5 Analyse locale des mécanismes de déformation activés à 20 °C et 465 °C au voisinage des joints de grains	131
II.5.1 Cas général de la transmission du glissement.....	131
II.5.2 Configurations cristallographiques ne favorisant pas la transmission du glissement.....	132
II.5.3 Caractérisation de la rotation cristallographique dans les micro-volumes.....	136
II.6 Synthèse du chapitre II.....	138
II.7 Références bibliographiques	140

Chapitre II . Analyse des mécanismes de déformation (monotone et cyclique) de l'alliage Udimet 720 à l'échelle de l'agrégat cristallin

Ce chapitre débute par une étude bibliographique des mécanismes élémentaires de déformation à l'échelle des grains dans les superalliages à base de Nickel et cela dans une large plage de températures et de modes de sollicitation (II.1). L'analyse des mécanismes de déformation plastique de l'Udimet 720 à 20 °C et 465 °C, en traction monotone et fatigue oligocyclique, sera abordée au travers d'une approche statistique des activités de glissement (II.4) puis via une approche plus qualitative (II.5) de la transmission de la déformation plastique entre grains voisins. Les moyens expérimentaux et méthodologies utilisés font l'objet des sections II.2 et II.3..

II.1 Etude bibliographique des mécanismes de déformation dans les superalliages : focalisation sur les mécanismes activés à l'ambiante et aux températures intermédiaires

II.1.1 Généralités sur le glissement plastique et la cristallographie

II.1.1.1 Systèmes de glissement activés : cas des matériaux C.F.C

Cette partie n'a pas pour vocation de dresser un état de l'art exhaustif ni, bien entendu, de remplacer un cours de mécanique des matériaux. Elle a pour simple objectif de récapituler un certain nombre de notions en préambule à l'étude sur l'accommodation de la déformation plastique dans un agrégat cristallin de structure cubique à faces centrées (CFC). Dans la plage de température concernée par cette étude [20 °C ~ 500 °C] l'Udimet 720 se déforme plastiquement de manière classique par production et mouvement de dislocations au sein des plans cristallographiques denses. Ces plans sont ceux pour lesquels l'énergie nécessaire au mouvement des dislocations est la plus faible [Nabarro, 1997]. Au sein de ces plans, les dislocations se propagent suivant la direction la plus favorable sur un plan énergétique ce qui correspond, pour des dislocations parfaites, aux vecteurs de Burgers $\vec{b}$ les plus courts (directions les plus denses). Le glissement plastique dans un cristal est caractérisé par un système de glissement associant une famille de plans de cristallins $\{h,k,l\}$ à une direction de glissement $\langle u,v,w \rangle$.

Le glissement dans les matériaux cubiques à faces centrées (C.F.C) comme l'Udimet 720 peut se produire suivant 12 systèmes de glissement différents qui combinent les plans denses du type $\{111\}$ et les directions les plus denses de type $\langle 110 \rangle$ (Figure II - 1 a) et b)). Ces 12 systèmes

sont reportés sur la **Figure II - 1 c)** avec la notation de Schmid et Boas. Dans le cas d'une déformation uniaxiale, le premier système qui s'active est celui pour lequel la contrainte de cisaillement τ est la plus élevée.

Avec :

$$\tau = \frac{F}{A} \cdot \cos \phi \cdot \cos \theta \quad \text{Equation II - 1}$$

où F est la charge axiale de traction, A est la section de l'éprouvette monocristalline, ϕ l'angle entre la normale au plan de glissement $\vec{n}_{PG}$ et la direction de traction, θ l'angle entre la direction de glissement $\vec{DG}$ et l'axe de sollicitation (Figure II - 2).

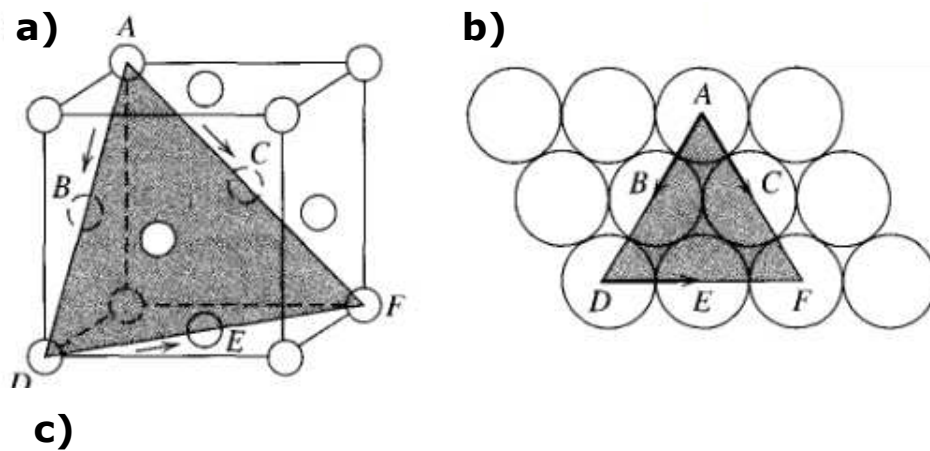


Figure II - 1 : Représentation des 3 directions de glissement possibles pour un plan donné dans le cas d'un matériau C.F.C [a) et b)] et des 12 systèmes de glissement possibles dans la notation de Schmid et Boas c)

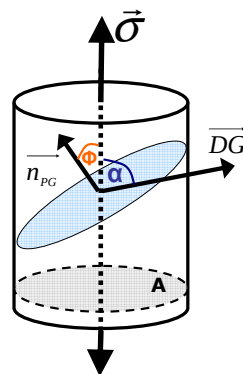


Figure II - 2 : Représentation des angles liés au calcul du facteur de Schmid

Le produit **$\cos \phi \cdot \cos \alpha$** de valeur comprise entre 0 et 0,5 est appelé facteur de Schmid. Ainsi, les systèmes associés aux plus forts facteurs de Schmid sont ceux suivant lesquels le glissement pourra se produire le plus facilement. Pour certaines directions à fortes symétries, différents systèmes sont équivalents et susceptibles d'être activés simultanément. Ramené au cas d'une éprouvette polycristalline, on comprend que chaque grain se déformera plus ou moins rapidement selon son orientation cristallographique. L'approche de type « Schmid » pour décrire la plasticité dans le cas d'agrégats est cependant plus délicate à considérer. En effet, les sollicitations locales à l'échelle d'un grain ne sont plus uniquement uniaxiales. Elles deviennent complexes et multiaxiales en raison des effets d'anisotropie de comportement élastique/plastique de grain à grain et des incompatibilités qui en résultent. Ces aspects, non traités dans ces travaux, sont cependant d'autant plus marqués que le niveau de déformation macroscopique est important. Pour les problématiques de type fatigue, l'utilisation du facteur de Schmid calculé classiquement à partir du chargement macroscopique reste néanmoins suffisante pour décrire les systèmes de glissement activés.

II.1.1.2 Orientations cristallines et représentation géométrique

Le plus souvent, l'orientation cristallographique d'un grain est définie, dans un système d'axes, par les 3 angles φ_1 , Φ et φ_2 dits d'Euler. Ces angles relient le repère propre du cristal (e_1^c, e_2^c, e_3^c) au repère macroscopique de l'échantillon (e_1^s, e_2^s, e_3^s). Les rotations successives permettant ce changement de repère sont illustrées sur la **Figure II - 3** dans le cas de la convention de Bunge.

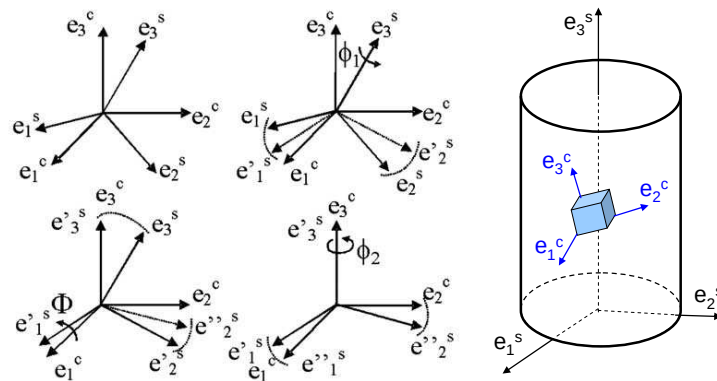


Figure II - 3 : Illustration des rotations successives suivant les 3 angles d'Euler pour passer du repère du cristal au repère macroscopique

Pour représenter une orientation cristallographique (ou une texture cristallographique) il est souvent fait appel aux figures de pôles directe et inverse obtenues par projection stéréographique. Ces outils permettent une représentation aisée des orientations cristallines tridimensionnelles dans un espace plan.

La **Figure II - 4** illustre comment les figures de pôles inverses peuvent être utilisées pour visualiser l'orientation d'un grain suivant la direction de chargement mécanique en superposition des courbes d'iso-facteurs de Schmid maximal (**Figure II - 4 b**)).

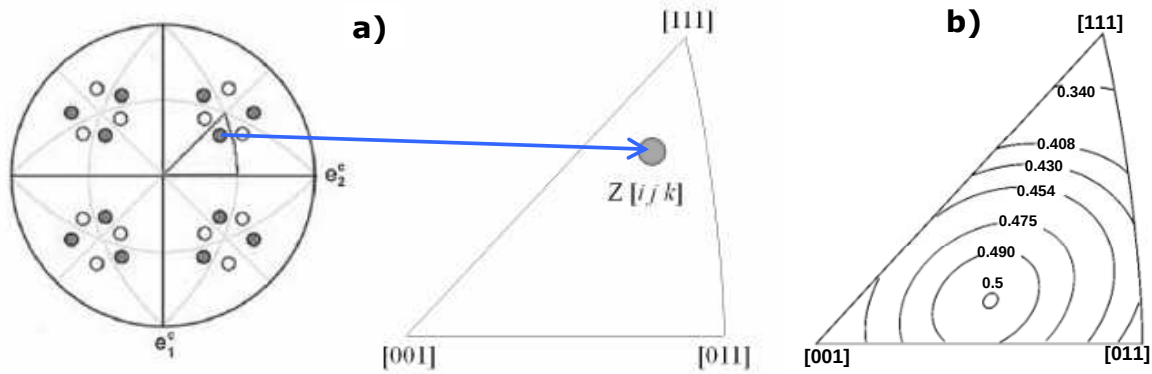


Figure II - 4 : a) Figure de pôles inverse et représentation de l'axe de chargement dans le triangle standard et b) superposition des courbes d'iso-facteur de Schmid

II.1.2 L'amorçage de fissure aux joints de grains

II.1.2.1 Bref descriptif du cas des hautes températures ($T > 700$ °C)

Un amorçage de fissure(s) au niveau des joints de grains est très régulièrement observé sur les superalliages à base de Nickel sollicités aux hautes températures. Il existe deux principales raisons à cela :

- la première est associée au glissement intergranulaire qui se produit aux hautes températures. Billot [Billot, 2010] a notamment mis en évidence ce phénomène sur l'Udimet 720 sollicité en fluage et en fatigue-temps de maintien à 700 °C (pour une contrainte appliquée de 800 MPa). Ses travaux présentent des structures de dislocations différentes entre le cœur de grains déformés et au voisinage des joints de ces mêmes grains. Plus précisément, un contournement des précipités est observé au voisinage des joints de grains alors que contournement et cisaillement contribuent à la déformation à cœur des grains. Dans ces conditions, un glissement plastique proche des joints de grains est favorisé. Cette contribution des joints de grains à la déformation totale a également été démontrée à plusieurs reprises en suivant l'évolution d'un réseau de rayures superficielles longitudinales et transversales sur éprouvettes polies puis déformées, [Bell, 1967], [Brunner, 1959]. La **Figure II - 5 a**) illustre ce glissement au joint de grains par un décalage du réseau de rayures [Billot, 2010].

Grâce à la mise en place de micro-grilles résistantes en température, Soula a pu évaluer quantitativement [Soula, 2008] la contribution du glissement des joints de grains à la déformation totale sur du NR3.

- la seconde cause de tels amorçages est l'effet couplé de l'environnement et de la température qui favorise la fragilisation des joints de grains par oxydation [Château, 2009], [Antolovitch, 1981] (Figure II - 6).

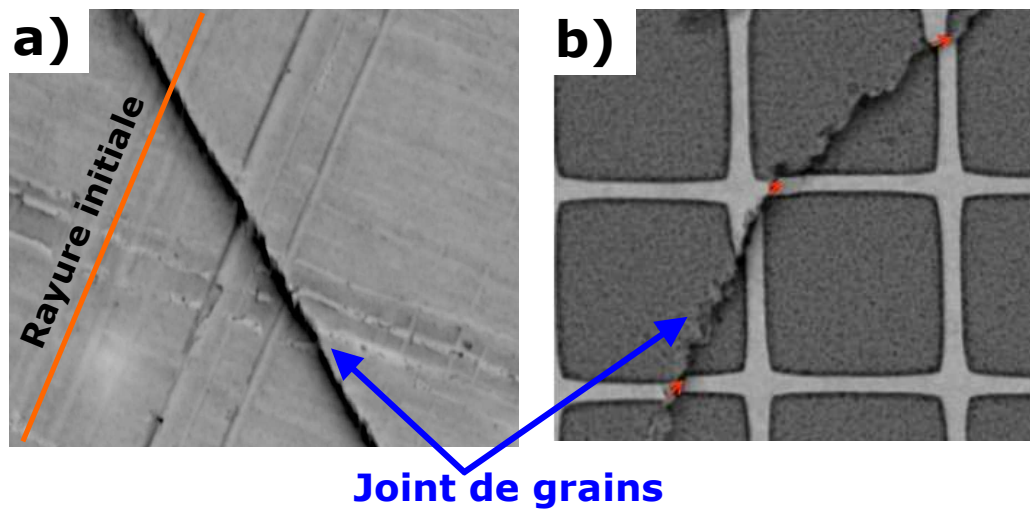


Figure II - 5 : Illustration du glissement des joints de grains à haute température issue des travaux de thèse de :

- a) [Billot, 2010]
- b) [Soula, 2008]

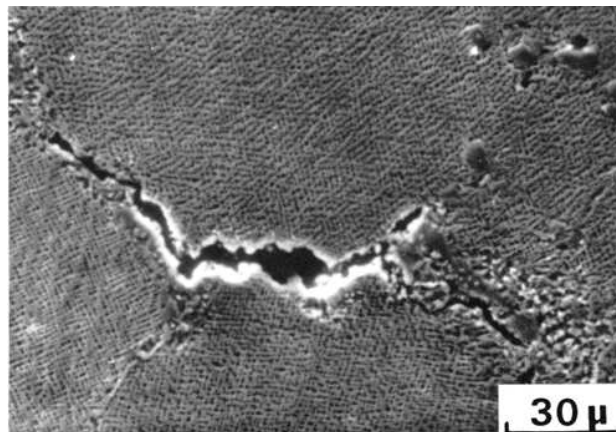


Figure II - 6 : Ouverture d'un joint de grain fragilisé par oxydation (René 80 sollicité en fatigue-temps de maintien)

Ces deux aspects (glissement intergranulaire, oxydation) ne seront pas plus développés dans ce manuscrit, les températures de la plage [20 °C-465 °C] ne favorisant pas ces mécanismes de dégradation.

II.1.2.2 Cas des températures intermédiaires ($20\text{ °C} \leq T < 500\text{ °C}$)

II.1.2.2.1 Interactions bandes de glissement / joints de grains

Lerch et al. [Lerch, 1984] ont mis en évidence le fait que les mécanismes d'endommagement en fatigue du Waspaloy dans la plage de température s'étendant de 20 °C à 500 °C , varient peu d'une température à une autre. Dans ces conditions, des amorçages de fissures intergranulaires ont aussi été régulièrement observés pour les deux structures granulaires testées (ASTM 9 et ASTM 3).

Les interactions entre bandes de glissement et joints de grains semblent être la cause principale d'un tel mode d'amorçage. De telles interactions ont été analysées en détail, par exemple, dans deux études chinoises de l'équipe de Z.G. Wang : [Hu, 1998], [Zhang, 1999] portant sur la fatigue de bi-cristaux de cuivre ou dans les travaux de H. Mughrabi et al. [Liu, 1992], [Bayerlein, 1992], [Mughrabi, 1983].

La première [Hu, 1998] s'est focalisée sur l'influence de l'orientation morphologique du joint de grains par rapport à la direction de sollicitation de l'éprouvette. Si les mécanismes de formation des fissures diffèrent d'une orientation parallèle à une perpendiculaire par rapport à l'axe de chargement, dans tous les cas une fissure intergranulaire est observée (Figure II - 7). La Figure II - 7 a) illustre un amorçage lié à l'interaction entre bandes de glissement et le joint de grains alors que la Figure II - 7 b) présente un endommagement intergranulaire suite à la formation d'une succession de « marches » au niveau du joint de grains.

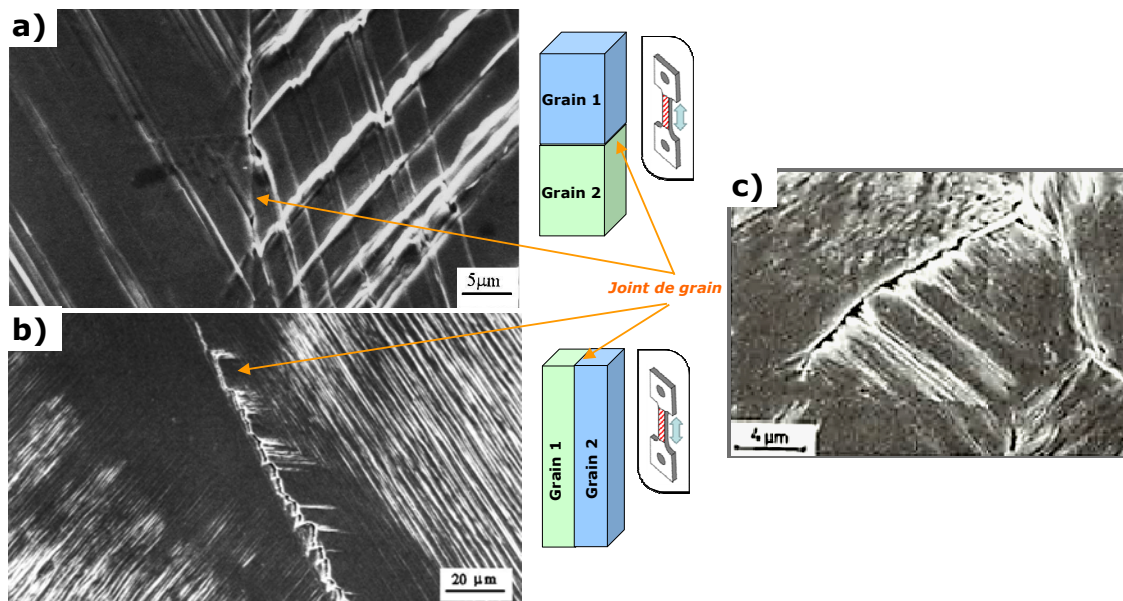


Figure II - 7 : Amorce de fissure intergranulaire sur une
a) et b) éprouvette de cuivre bi-cristalline (fatigue à 20 °C) [Hu, 1998]
c) éprouvette de cuivre polycrystallin (fatigue à 20 °C) [Bayerlein, 1992]

La seconde étude de Zhang et al. [Zhang, 1999] considère, quant à elle, la désorientation cristallographique entre grains voisins dans l'analyse de l'amorçage au joint de grains. Pour cela, des éprouvettes bi-cristallines ont été cyclées en fatigue, l'une pour laquelle les 2 cristaux sont faiblement désorientés entre eux, l'autre pour laquelle ces deux cristaux sont fortement désorientés entre eux. Alors que la transmission de la déformation plastique semble se dérouler correctement entre deux grains faiblement désorientés (Low Angle Grain Boundary : LAGB), il n'en est pas de même entre deux grains fortement désorientés (High Angle Grain Boundary : HAGB). Dans cette seconde configuration, les joints de grains semblent constituer un obstacle majeur à la transmission des bandes de glissement d'un grain vers son voisin (Figure II - 8). Cette incompatibilité de transmission de la déformation plastique a deux conséquences :

- L'activation d'un système secondaire de glissement localisé le long du joint de grains.
- La décohésion du joint de grains.

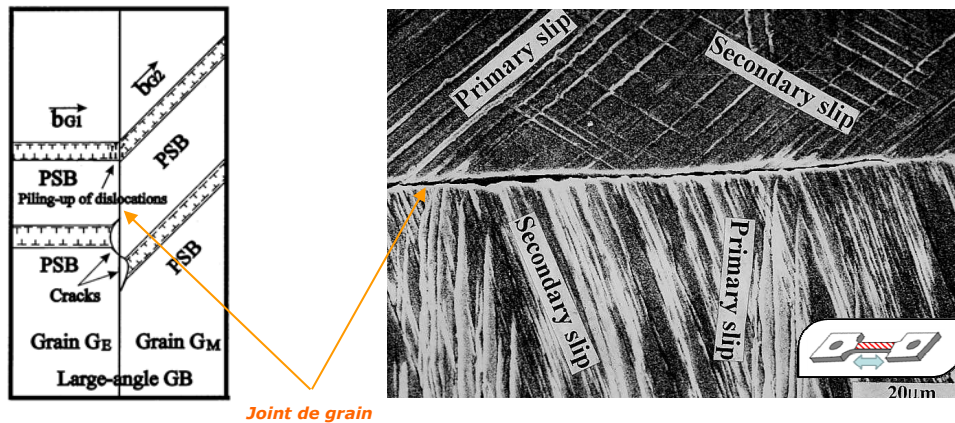


Figure II - 8 : Amorce de fissure intergranulaire sur une éprouvette de cuivre bi-cristalline (fatigue à 20 °C) [Zhang, 1999]

Ces deux études menées sur un cas élémentaire (métal pur, bicristal) montrent déjà que des aspects morphologiques et cristallographiques doivent être considérés.

Les travaux de Morrisson et al. [Morrisson, 1997] sur la fatigue du nickel polycristallin permettent l'analyse de ces interactions entre bandes de glissement et joints de grains en fonction de la taille des grains (deux microstructures étudiées, l'une avec des grains fins d'une taille moyenne de 24 μm , l'autre avec des gros grains de diamètre équivalent moyen égal à 290 μm). Ils démontrent que pour de fortes déformations plastiques, les fissures se forment à la rencontre entre joints de grains et bandes de glissement pour les deux tailles de grains testées (Figure II - 9).

Pour de plus faibles déformations plastiques, cette observation reste vraie pour la microstructure à gros grains. En revanche, les fissures observées sur la microstructure à grains fins ne se forment plus à la jonction joint/bandes de glissement, mais le long des bandes de glissement au cœur des grains.

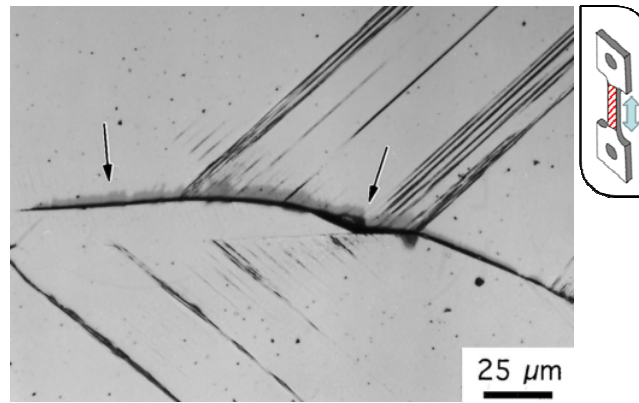


Figure II - 9 : Amorçage de fissure de fatigue intergranulaire à 20 °C [Morrisson, 1997]

L'étude de Villechaise et al. [Villechaise, 2012] sur l'Udimet 720 déformé en traction monotone à 20 °C a permis une réelle avancée dans la compréhension des mécanismes mis en jeu à l'interface bande de glissement/joint de grains. En effet, ces auteurs ont montré que certaines configurations cristallographiques rendaient la transmission de la déformation plastique (bandes de glissement) à travers le joint de grains relativement difficile et complexe. Ces configurations, qui concernent très peu de joints de grains, engendrent une localisation marquée de la déformation avec de forts niveaux de contrainte locale de l'ordre du GPa. Ce confinement se fait au sein de zones de petite taille auxquelles le terme « micro-volumes » a été attribué. Ces travaux présentent la différence d'activité plastique entre deux grains voisins comme un élément important qui contrôle la transmission de la déformation. En d'autres termes, ils affirment qu'un important contraste de facteur de Schmid entre grains voisins favorise le développement de tels micro-volumes.

La formation et l'éventuelle nocivité de ces micro-volumes sont au cœur de ce travail de thèse.

II.1.2.2.2 Joints de macles

Les matériaux polycristallins, notamment de type CFC, présentent très souvent de nombreuses macles issues des traitements thermiques. Ces joints spéciaux sont pour l'essentiel des macles de type $\Sigma_{\text{CSL}}=3$ pour lesquelles le plan du joint est de type $\{111\}$. Le glissement plastique se faisant sur ces plans octaédriques (II.1.1.1), les plans de joints de macles sont potentiellement glissibles selon leur orientation vis-à-vis du chargement mécanique.

S'il est difficile de trouver des études sur la plasticité associée à ces joints, de nombreuses études montrent leur caractère nocif vis à vis de l'amorçage de fissures en fatigue [Merrick, 1974], [Stein, 2012], [Miao, 2009], [Miao, 2012]. La Figure II - 10 illustre différentes décohésions au niveau de joints de macle. Le premier exemple (Figure II - 10 a) et b)) concerne l'Udimet 720 déformé en fatigue-temps de maintien ($\Delta t = 50\text{s}$, 800 MPa, 700 °C) [Billot, 2010].

Le second (Figure II - 10 c)), illustre également l'amorçage de fissures sur joints de macles ou à partir de joints triples faisant intervenir des joints de macles (René 88DT cyclé à très haute fréquence à 593 °C) [Miao, 2009]. Enfin, le dernier (Figure II - 10 d)) montre l'ouverture d'un joint de macle dans une éprouvette en LSHR cyclée à très haute fréquence à 23 °C [Stein, 2012].

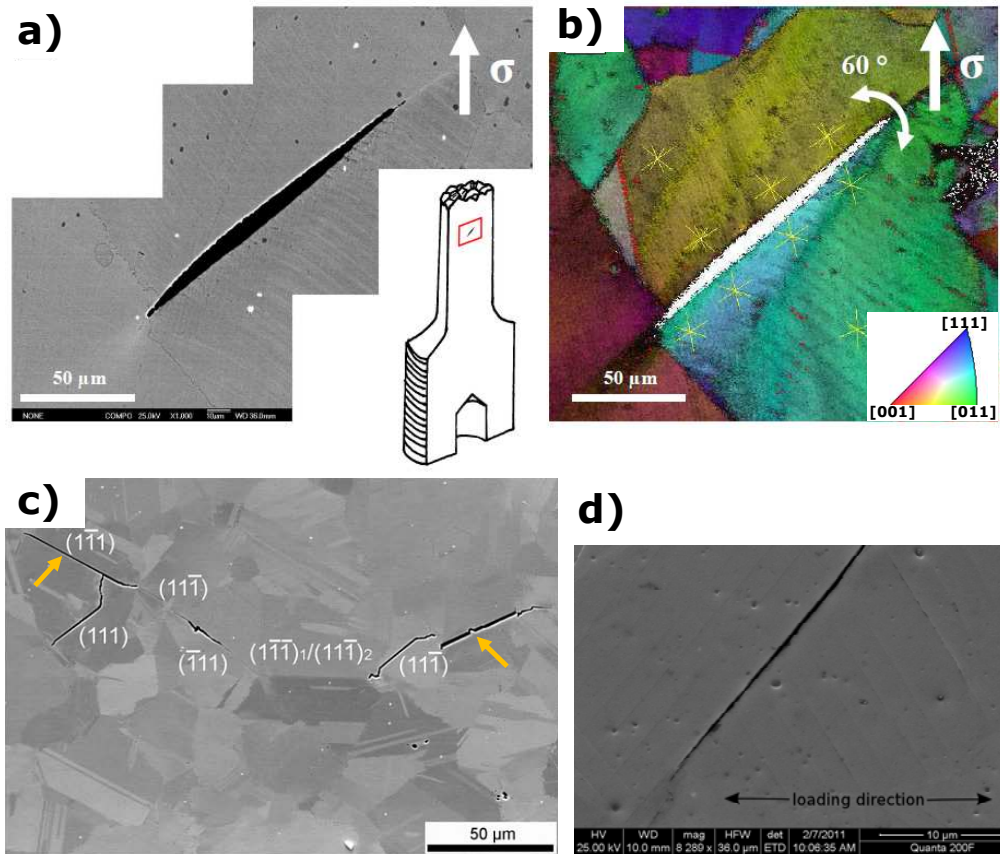


Figure II - 10 : Amorcages de fissures sur des joints de macles dans
a) et b) [Billot, 2010] la cartographie EBSD associée [Billot, 2010] - Udimet 720
c) [Miao, 2009] - René 88DT (flèches indiquant l'amorçage de fissure)
d) [Stein, 2012] - LSHR

Les travaux déjà cités de Miao et al. [Miao, 2009] sur le superalliage René 88DT précisent les conditions favorisant un tel amorçage. D'après leurs observations, une telle ouverture du joint de macle se produit dans le cas d'un grain maclé de grande taille et favorablement orienté pour se déformer plastiquement (fort facteur de Schmid). Dans ces conditions, les incompatibilités de contraintes (élastiques) au voisinage des joints de macle favorisent la localisation de la déformation plastique dans cette zone.

Des travaux précédemment présentés de Zhang et al [Zhang, 1999] ont permis d'illustrer la localisation de la déformation plastique au voisinage d'un joint de grains avec pour conséquence l'activation d'un système secondaire de glissement uniquement près de cette zone (Figure II - 11).

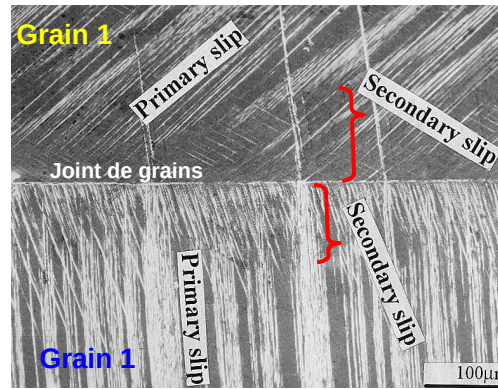


Figure II - 11 : Activation d'un second système de glissement au niveau du joint du fait des fortes contraintes locales [Zhang, 1999]

L'amorçage d'une fissure consécutive à la décohésion au niveau d'un joint de macles, aurait d'ailleurs, pour conséquence la formation de larges facettes cristallographiques ou de chevrons [Miao, 2009] observables sur le faciès de rupture. Cela est en accord avec nos observations présentées dans la partie I.4.3.3.

Plus récemment Miao et al. ont poursuivi leurs investigations sur René 88DT à l'ambiante [Miao, 2012]. Ils ont constaté que l'amorçage de fissures dans des « gros grains » au voisinage de joints de macles (voir description précédente de [Miao, 2009]) avait lieu préférentiellement dans des paquets (ou clusters) de gros grains faiblement désorientés entre eux. Ces fissures se propageraient difficilement au-delà de cette zone. Ainsi, l'agrégat de grains faiblement désorientés entre eux peut être vu comme un « super grains ».

II.2 Techniques expérimentales

II.2.1 Techniques expérimentales liées à l'analyse cristallographique

II.2.1.1 Détermination des orientations cristallographiques des grains

La détermination de l'orientation cristallographique individuelle des grain(s) d'un polycristal est d'une grande utilité pour comprendre les mécanismes de déformation et d'endommagement qui s'y développent. S'il existe plusieurs techniques expérimentales permettant de révéler ces orientations cristallographiques (piqûres de corrosion par attaque chimique, méthode de Laue par diffraction des rayons X ou des neutrons), il en est une qui s'est particulièrement développée ces 20 dernières années : la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). Cet outil couplé à la microscopie électronique à balayage est précis (résolution angulaire inférieure à 1°) et l'acquisition de cartographies d'orientations étendues se fait désormais de manière automatisée.

Le principe de fonctionnement de cette technique repose sur l'acquisition de diagrammes de diffraction de Kikuchi ([Kikuchi, 1928]) issus de processus de diffusion inélastiques des électrons au sein de l'échantillon. Les électrons sont diffractés par chaque famille de plans réticulaires $\{hkl\}$ sous la forme de deux cônes d'intensité différente. Ces cônes interceptés par un écran plan forment des paires de lignes parallèles entre elles (les lignes de Kikuchi, **Figure II - 12 a**). L'ensemble de ces lignes constituent le diagramme de Kikuchi (**Figure II - 12 b**) qui dépend des symétries du réseau cristallin et caractérise l'orientation cristallographique du volume diffractant sous le faisceau d'électrons incident. La réalisation d'une cartographie d'orientation consiste à obtenir et à indexer un diagramme de diffraction (**Figure II - 12 c**) en tout point d'une grille de mesure (carrée ou hexagonale) préalablement sélectionnée sur la zone à analyser (**Figure II - 12 d**). Les orientations cristallographiques locales sont alors reliées à des axes macroscopiques associés à la platine porte-objet. Si l'on a pris soin d'aligner le plus parfaitement possible les échantillons testés mécaniquement sur ces axes, il est aisé de relier l'orientation de chaque grain à la direction de traction, par exemple (**Figure II - 12 e**).

La **Figure II - 12** reprend schématiquement les principales étapes du processus d'analyse EBSD.

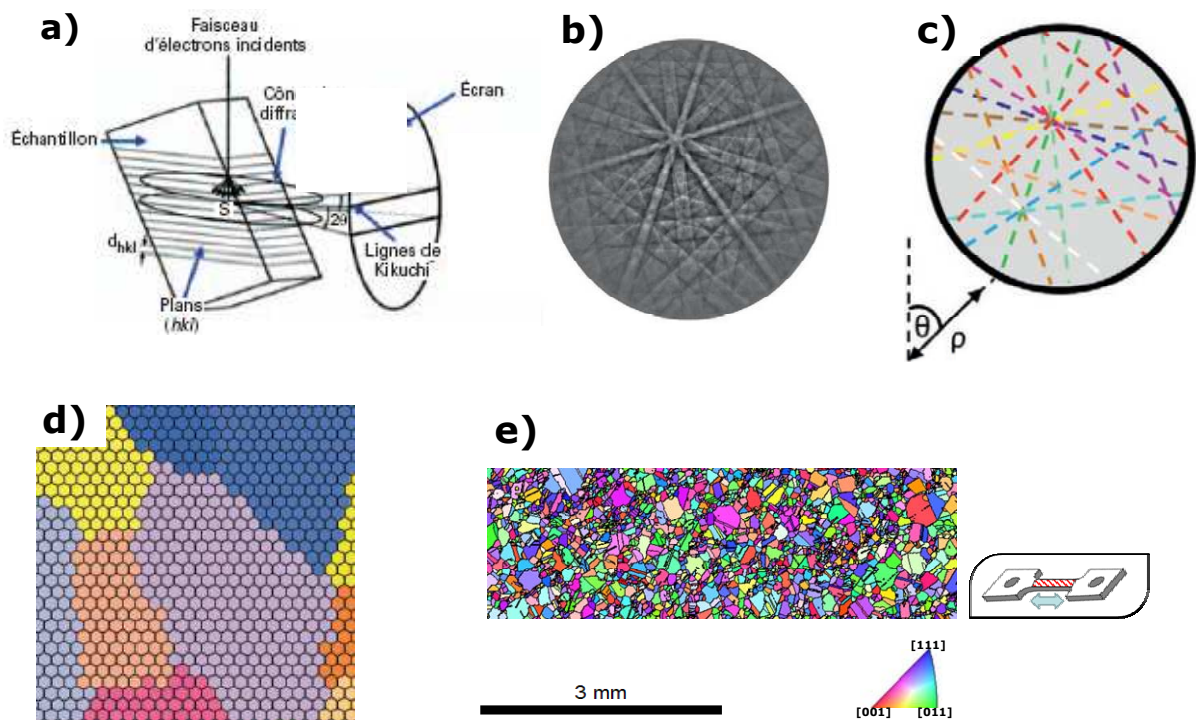


Figure II - 12 : Représentation schématique du processus allant de la diffraction à la cartographie d'orientation par EBSD

- a) Schéma de principe de formation des lignes de Kikuchi [Baudin, 2012]
- b) Diagramme de Kikuchi obtenu [Wilkinson, 2012]
- c) Indexation de celui-ci [Wilkinson, 2012]
- d) Grille de mesure hexagonale [Baudin, 2012]
- e) Cartographie finale d'orientation vis-à-vis de la direction de traction

II.2.1.2 Moyens expérimentaux associés

Deux systèmes EBSD de type « OIM » fourni par TSL ont été utilisés. Ils sont couplés d'une part à un microscope électronique à balayage JEOL 6100 équipé d'un canon à électrons conventionnel et d'autre part à un JEOL 7000F équipé d'un canon à émission de champs. Les paramètres de fonctionnement utilisés sont une tension d'accélération de 20-25 kV, une distance de travail de 15 mm, une inclinaison des échantillons de 70 ° et un courant de sonde de 0,1 à 2nA (Figure II - 13).

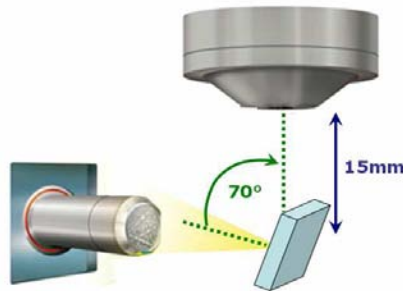


Figure II - 13 : Schéma représentatif du système EBSD dans la chambre du microscope

II.2.2 Techniques expérimentales liées aux essais mécaniques sur micro-éprouvettes

Afin d'étudier les processus de déformation et d'endommagement à l'échelle des grains, des essais spécifiques réalisés *in situ* sous microscopie électronique à balayage ont été mis en place.

II.2.2.1 Géométrie des micro-éprouvettes

Les éprouvettes utilisées ont une section rectangulaire (2 mm x 1 mm) et une partie utile de 10 mm de longueur (Figure II - 14). Avant d'être sollicitées mécaniquement, ces éprouvettes ont été polies mécaniquement au papier SiC de granulométrie 320 à 4000 puis au spray diamanté 3 µm et 1 µm. Un polissage électrolytique de finition a été effectué sur leur partie utile afin d'éliminer l'écrouissage résiduel de surface dû au polissage mécanique. Cette opération permet d'améliorer la qualité de diffraction des électrons en EBSD.

Des cartographies EBSD intégrant toute la partie utile ont été réalisés pour la plupart des éprouvettes avec un pas de mesure de :

- 1 µm pour les microstructures à grains fins
- 3 µm pour celles à très gros grains.

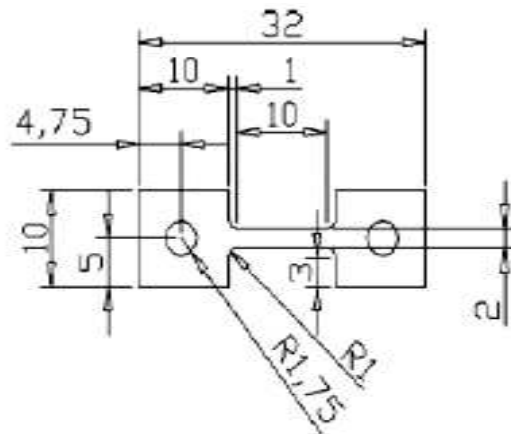


Figure II - 14 : Plan des micro-échantillons

II.2.2.2 Réalisation des essais sur micro-échantillons

II.2.2.2.1 La traction monotone

Les essais de traction réalisés sur micro échantillons (*ex situ* et *in situ* sous MEB) ont été réalisés à 20 °C sur une machine de traction DEBEN équipée d'une cellule de force de 5000 N ayant une plage de vitesses de déformation allant de 0,02 mm.min⁻¹ à 1,5 mm.min⁻¹. Elle est présentée sur la Figure II - 15.

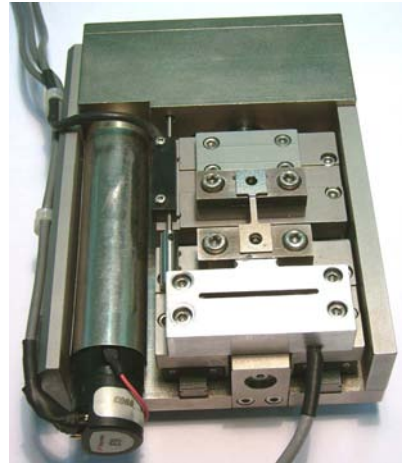


Figure II - 15 : Machine de traction DEBEN

Cette machine est suffisamment compacte pour être insérée dans la chambre d'un MEB. L'objectif est alors de réaliser des essais qualifiés d'*in situ* permettant l'acquisition d'images en charge pour différents stades de déformation. L'activité plastique et éventuellement les premiers stades d'endommagement peuvent alors être étudiés, en particulier à l'échelle du grain et des bandes de glissement qui s'y développent.

Afin d'étudier quantitativement l'évolution des processus de déformation plastique au sein des agrégats polycristallins au cours d'une traction monotone, les essais ont été multi-interrompus à trois niveaux de déformation plastique (Figure II - 16) :

- Etape 1 : $\epsilon_p = 0,03 \%$
- Etape 2 : $\epsilon_p = 0,15 \%$
- Etape 3 : $\epsilon_p = 0,25 \%$

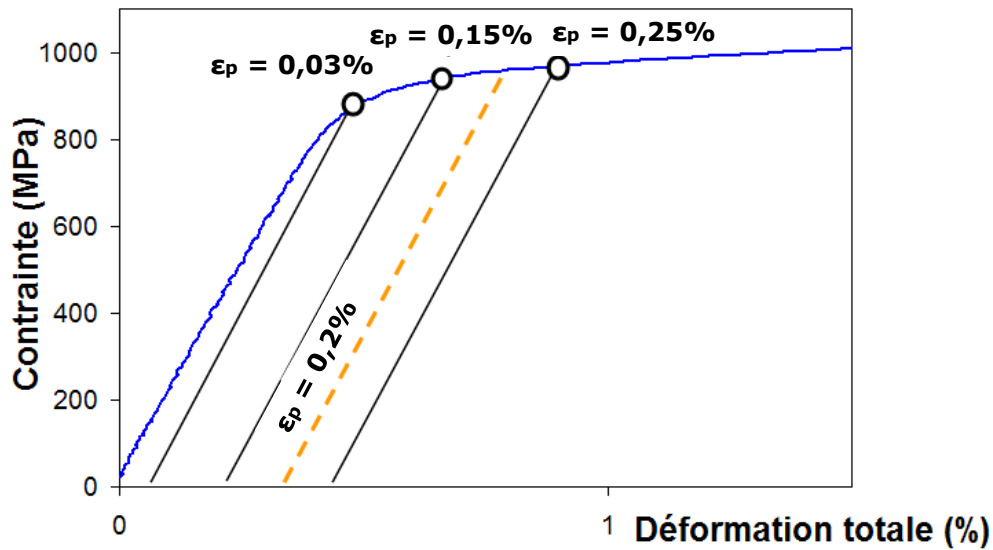


Figure II - 16 : Multi-interruption des essais de traction monotone sur micro-éprouvettes

Il est donc ainsi possible de détecter les premiers stades de plasticité avec notamment l'apparition de bandes de glissement et d'en suivre l'évolution à déformation macroscopique croissante. La Figure II - 17 illustre une telle évolution pour les deux états successifs de chargement $\epsilon_p = 0,15 \%$ et $\epsilon_p = 0,25 \%$.

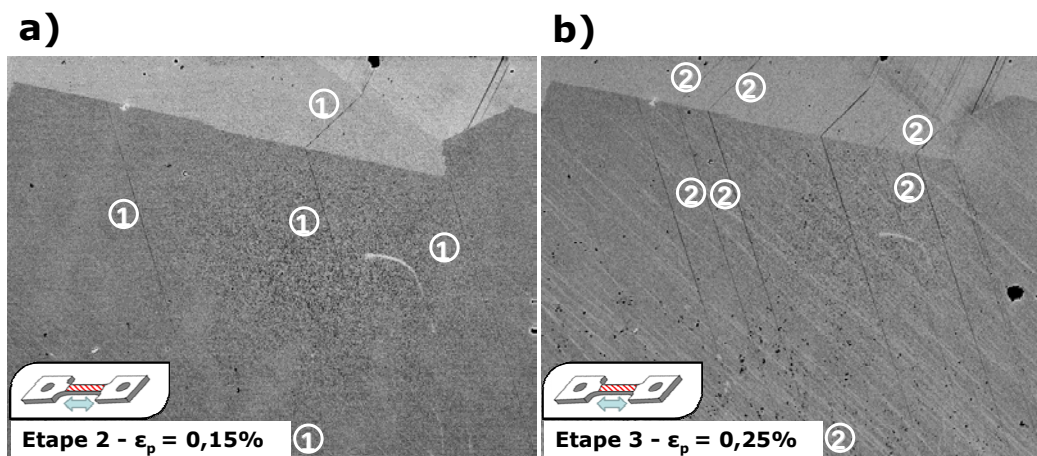


Figure II - 17 : Augmentation du nombre de traces de glissement plastique visibles sur la surface d'une éprouvette déformée en traction monotone

- a) Après une déformation plastique de $\epsilon_p = 0,15 \%$
b) Après une déformation plastique de $\epsilon_p = 0,25 \%$

Les déformations plastiques ciblées (0,03 %, 0,15 % et 0,25 %) sont de faible amplitude. Elles ont été choisies pour être représentatives d'une sollicitation en fatigue. Plus précisément, ces amplitudes de déformation plastique correspondent à des déformations totales maximales comprises entre 0,43 % et 0,7 % (la valeur exacte dépendant de la microstructure sollicitée), c'est-à-dire un domaine effectivement exploré en fatigue.

Il convient de noter que des essais équivalents ont été réalisés à de plus hautes températures : bien évidemment à 465 °C, afin d'étudier les différences/similarités entre les mécanismes de déformation activés à cette température (représentative de celle vue par le cœur des disques en fonctionnement) et ceux activés à température ambiante (voir II.4.2.3), mais aussi dans la plage de température [500 °C ; 750 °C] qui couvre le gradient thermique vu par la totalité du disque. Contrairement aux essais réalisés à 465 °C, les essais à plus haute température n'ont pas fait l'objet d'un suivi statistique des activités de glissement. Ils ont un tout autre objectif et sont traités ultérieurement dans la partie III.5.

Ces essais ne pouvant être réalisés sur la machine DEBEN précédemment présentée, ils ont été réalisés sur une machine électromécanique INSTRON 1362 plus conventionnelle équipée d'un four à lampes. Les détails expérimentaux de tels essais (montage, régulation thermique, décapage de surface des éprouvettes, ...) sont aussi présentés dans la partie III.5.

II.2.2.2.2 La fatigue oligocyclique

Des micro-éprouvettes de même géométrie (voir II.2.2.1) ont été déformées jusqu'à un niveau de déformation plastique cumulée d'une valeur de $\varepsilon_{p \text{ cumulée}} = 0,15 \%$ non plus de manière monotone mais cycliquement à 20 °C et 465 °C. La machine DEBEN précédemment présentée ne permettant pas de réaliser des essais de fatigue (hormis quelques cycles), les éprouvettes ont été déformées cycliquement sur une machine électromécanique INSTRON 8862 équipée d'un montage spécifique à goupilles. La fixation d'un extensomètre sur les micro-éprouvettes étant très complexe dans le cadre d'essais cyclés, la mesure de déformation a été réalisée par profilométrie optique. Cette méthodologie, bien que contraignante car nécessitant la réalisation d'aller/retours de l'éprouvette entre la machine de fatigue et le profilomètre, est précise à $\pm 1 \mu\text{m}$, ce qui introduit une marge d'erreur d'environ $\pm 0,01 \%$ sur la déformation plastique mesurée. La valeur de déformation plastique cumulée de 0,15 % a été obtenue en quelques étapes, la première assurant l'essentiel, les suivantes permettant d'atteindre précisément la valeur cible. En raison de la géométrie des micro-éprouvettes, les essais ont été pilotés en contrainte.

Le niveau de contrainte imposé a été défini afin d'obtenir la déformation plastique cumulée cible de $\epsilon_{p \text{ cumulée}} = 0,15 \%$ après suffisamment de cycles (plusieurs milliers) en activant les mécanismes de déformation propres à la fatigue oligocyclique. Un rapport de contrainte positif ($R\sigma = 0,05$) a été appliqué afin de ne solliciter la micro-éprouvette qu'en traction pour éviter tout risque de flambage compte tenu de la faible épaisseur de ces éprouvettes et de leur géométrie (Figure II - 14). La Figure II - 18 montre l'évolution de la déformation plastique mesurée par profilométrie au cours de l'essai de fatigue jusqu'à atteindre la cible de $\epsilon_{p \text{ cumulée}} = 0,15 \%$ dans le cas d'une éprouvette de microstructure Industrielle. La contrainte maximale imposée lors de cet essai était de 880 MPa. Elle a permis d'obtenir une $\epsilon_{p \text{ cumulée}} = 0,15 \%$ en 20 000 cycles.

Bien évidemment le niveau imposé de contrainte a été adapté d'une microstructure à l'autre, dans le but d'atteindre une même déformation plastique de 0,15 % en quelques milliers de cycles. La contrainte maximale choisie lors de ces essais correspond à un ratio de 90 % de la limite d'élasticité conventionnelle mesurée lors des essais de traction présentés précédemment dans la partie I.4.2.

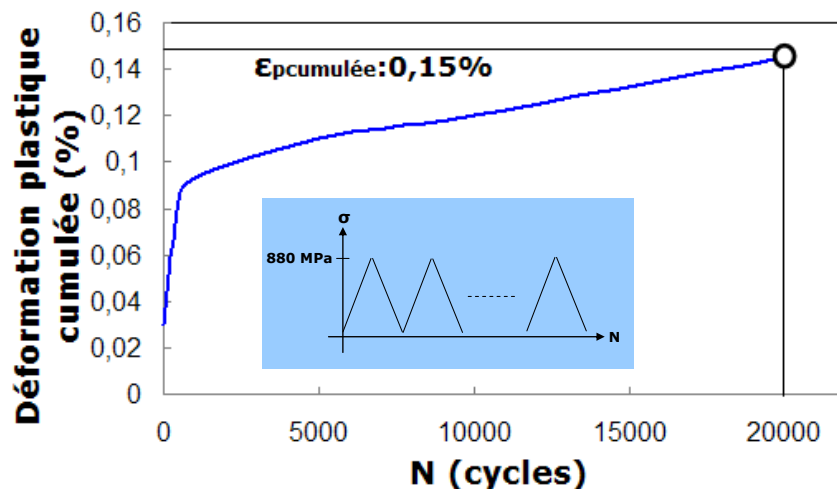


Figure II - 18 : Evolution de la déformation plastique cumulée lors d'un essai de fatigue sur une micro-éprouvette de microstructure Industrielle

II.2.2.2.3 Précisions sur l'utilisation de micro-éprouvettes

Un certain nombre de microstructures ont été testées via les essais présentés précédemment et parmi elles, des microstructures à gros grains homogènes. On peut alors se demander si le comportement mécanique de telles éprouvettes est représentatif d'un agrégat plus volumineux contenant un plus grand nombre de grains.

Il est, cependant, important de rappeler que les essais réalisés sur micro-éprouvettes ont pour objectif la compréhension des mécanismes et non pas l'établissement de valeurs de limite d'élasticité, résistance maximale, ductilité, etc...

En revanche, il s'avère nécessaire que les mécanismes de déformation plastique et d'écrouissage actifs dans les micro-éprouvettes et les éprouvettes cylindriques « massives » soient les mêmes. Deux points permettent de s'en assurer :

- La superposition des courbes de traction à l'ambiante obtenues sur éprouvettes cylindriques (présentées dans la **Figure I-42** de la partie I.4.2.1) et de celles obtenues sur micro-éprouvettes, révèle des modules d'écrouissage similaires et des limites d'élasticité très proches (**Figure II - 19**).
- Par ailleurs, les travaux de [Keller, 2007] et [Texier, 2013] s'accordent sur le fait que pour des taux de déformation totale inférieurs à 1 % (comme ceux de cette étude) les polycristaux (éprouvettes macroscopiques cylindriques) et les éprouvettes oligogranulaires (micro-éprouvettes à gros grains) présentent des mécanismes d'écrouissage similaires si un nombre de grains suffisant est contenu dans l'échantillon.

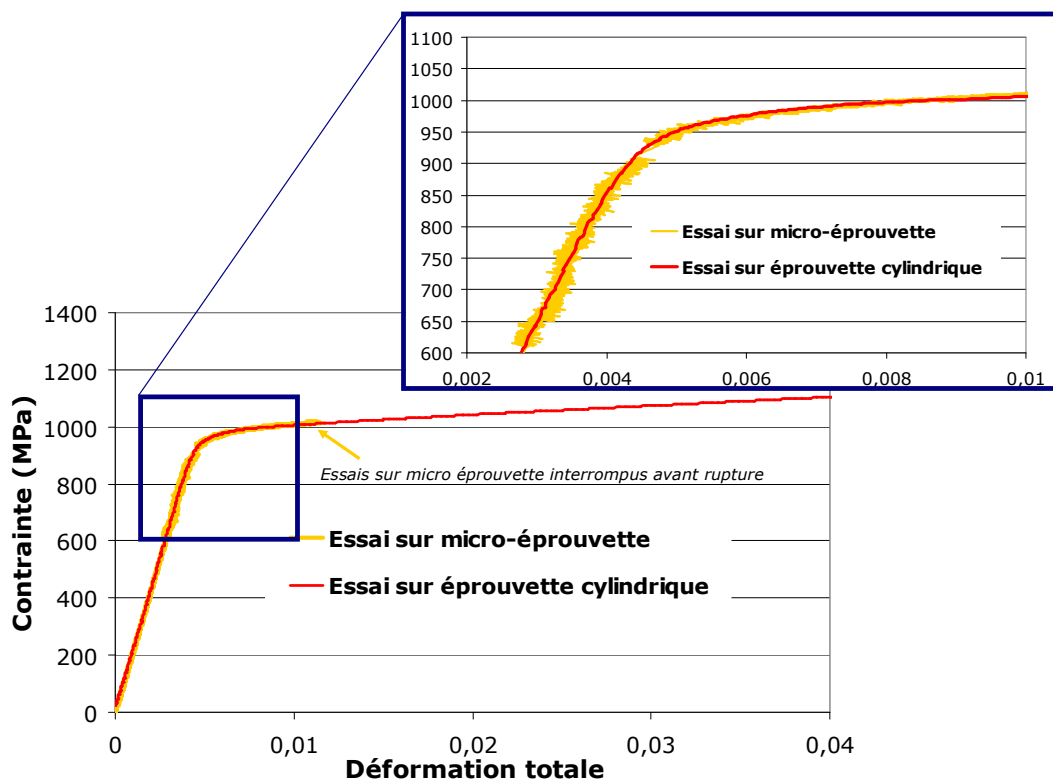


Figure II - 19 : Superposition des courbes de traction monotone obtenues à 20 °C sur deux géométries différentes d'éprouvette pour la microstructure GG/ γ' fins

II.3 Méthodologie de suivi et d'analyse de l'activité plastique de glissement en surface de micro-éprouvettes

II.3.1 Suivi statistique des activités plastiques à la surface de la partie utile

Afin de suivre l'évolution de l'activité plastique à la surface des éprouvettes et de la quantifier/analyser, la méthodologie suivante a été adaptée :

- Etape 1 : Suite aux étapes successives de polissage mécanique et électrolytique la partie utile de chaque éprouvette a été entièrement cartographiée par EBSD. Ainsi, l'orientation cristallographique initiale (avant sollicitation) mais aussi la taille de chaque grain ont été déterminées. Un exemple de cartographies EBSD pour les microstructures Industrielle et GG est présenté dans la **Figure II - 20**. Sur ces cartographies, comme sur toutes celles qui suivront dans le reste de ce mémoire, l'orientation cristallographique est codée suivant la direction de traction (ici horizontale). La dernière action consiste à labelliser chacun des grains pour faciliter le suivi des événements de plasticité lors des différentes interruptions (3 interruptions pour les essais de traction monotone).

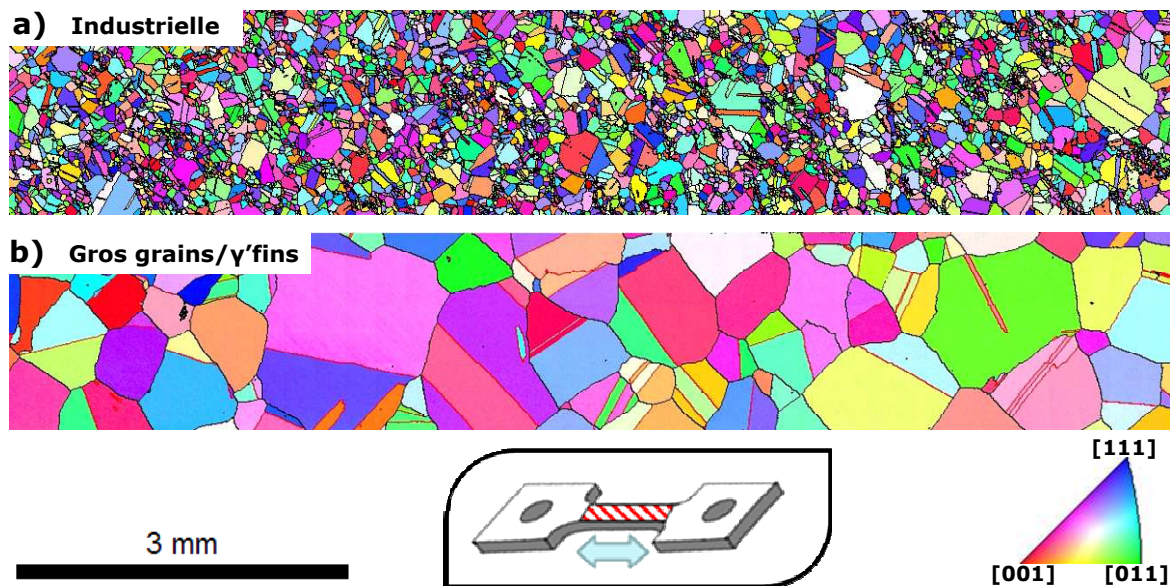


Figure II - 20 : Cartographies EBSD de la partie utile de micro-éprouvettes

- a) de la microstructure Industrielle
- b) de la microstructure GG/ γ' fins

- Etape 2 : L'essai mécanique est réalisé pour atteindre une des valeurs ciblées en traction monotone ou en fatigue oligocyclique (détails dans la partie II.2.2.2 précédente).

- Etape 3 : Une fois déformée, la surface de la partie utile de l'éprouvette a entièrement été observée et photographiée au microscope électronique à balayage (MEB). La quantification des traces de glissement plastiques visibles est alors possible. Il est nécessaire d'approfondir ce dernier point en détaillant les différents paramètres qui ont été suivis :

- Le **nombre de systèmes de glissement** activés dans chaque grain. En effet, pour un niveau macroscopique de déformation plastique suffisamment élevé, plusieurs systèmes de glissement peuvent avoir été activés au sein d'un même grain.
- Le **facteur de Schmid** de chacun de ces systèmes de glissement activés a été calculé. Ce calcul sera détaillé dans la II.3.2.1.
- Le **nombre de bandes de glissement** a été compté pour chaque système activé.
- Chaque concordance entre un plan de glissement activé dans un grain et un **plan de macles** (voir II.1.2.2.2)

Une telle analyse, réalisée pour l'ensemble des grains de la partie utile d'une éprouvette, est naturellement très longue à réaliser. La partie utile d'une éprouvette de microstructure à GG comporte en moyenne 190 grains qu'il convient d'observer individuellement.

Comme on peut le constater sur la **Figure II - 20a)** la partie utile des éprouvettes de microstructures Industrielle compte beaucoup plus de grains. Le parti a été pris de ne considérer que les grains d'une taille supérieure à 100 μm afin de pouvoir réaliser l'étude statistique. En effet, il a été observé lors de cette étude (mais aussi dans d'autres études déjà présentées dans le chapitre I - [Flageolet, 2010], [Gabb, 2010], [Miao, 2009]) que l'activité plastique est majoritairement confinée dans les gros grains, ce qui est d'ailleurs totalement en accord avec une approche de type Hall-Petch. De ce fait, 480 grains ont été traités en moyenne pour la microstructure Industrielle.

Outre le suivi statistique des activités plastiques de glissement, ce type d'analyse a également permis de suivre des événements de localisation de la déformation au niveau des joints de grains. Ce point est traité en détail dans la partie II.5.

- Etape 4 : Une fois l'analyse statistique réalisée pour un niveau de déformation ciblé, les éprouvettes ont été de nouveau sollicitées (cas de la traction monotone) jusqu'au niveau de déformation suivant afin de renouveler l'analyse de l'activité plastique. Ainsi des comparaisons quantitatives pourront être faites :

- sur l'intensité de l'activité plastique entre les trois niveaux de déformation plastiques obtenus en traction monotone, $\epsilon_p = 0,03 \%$ / $\epsilon_p = 0,15 \%$ / $\epsilon_p = 0,25 \%$ (voir Figure II - 17).
- entre les mécanismes de déformation mis en jeu lors d'un essai cyclé et d'un essai de traction monotone sur des éprouvettes déformées à iso-niveau de déformation plastique cumulée égal à 0,15 %.

Un exemple de traitement d'un grain est présenté sur la Figure II - 21.

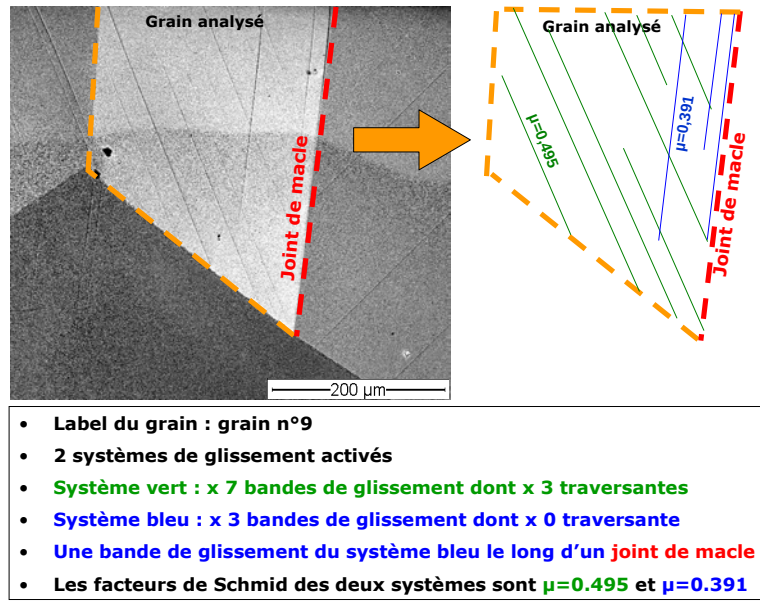


Figure II - 21 : Analyse des traces de glissement visibles dans un grain déformé plastiquement

II.3.2 Identification des bandes de glissement observées

II.3.2.1 Système(s) activé(s) et facteur(s) de Schmid associé(s)

L'EBSD ayant permis de déterminer les trois angles d'Euler de chacun des grains analysés, il est alors possible de calculer le facteur de Schmid des 12 systèmes de glissement octaédriques potentiels dans chacun des grains en utilisant l'Equation II - 2 suivante :

$$\mu = \cos \Phi * \cos \theta = \left(\frac{\overrightarrow{n_{PG}}}{\|\overrightarrow{n_{PG}}\|} \cdot \frac{\vec{\sigma}}{\|\vec{\sigma}\|} \right) * \left(\frac{\overrightarrow{DG}}{\|\overrightarrow{DG}\|} \cdot \frac{\vec{\sigma}}{\|\vec{\sigma}\|} \right) \quad \text{Equation II - 2}$$

Pour identifier et analyser les systèmes de glissement sur une micrographie MEB il a, dans un premier temps, fallu mesurer l'angle π entre la trace du plan de glissement et la direction de

chargement. A titre d'exemple, la **Figure II - 22 c)** est une illustration de cet aspect pour la configuration présentée sur la **Figure II - 21**).

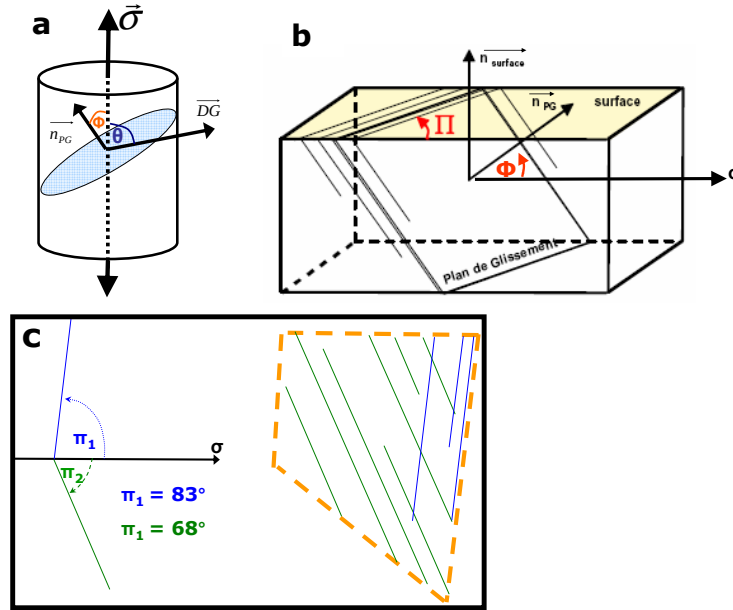


Figure II - 22 : Illustration de l'angle π à la surface de l'éprouvette observée

Cet angle π a, en parallèle, été calculé pour les 12 systèmes de glissement dont l'activation est possible suivant l'**Equation II – 3**. La comparaison du calcul et de la mesure de l'angle π sur les micrographies a permis l'identification des systèmes de glissement activés.

$$\cos \Pi = \frac{(\vec{n}_{PG} \wedge \vec{n}_{SURF}) \cdot \vec{\sigma}}{\|\vec{n}_{PG} \wedge \vec{n}_{SURF}\| * \|\vec{\sigma}\|} \quad \text{Equation II - 3}$$

Notons tout de même que par cette approche, seul le plan de glissement est déterminé. L'association plan/direction de glissement, appelé système de glissement, a été identifié en faisant l'hypothèse que la trace de glissement observée correspond au système de glissement ayant le plus fort facteur de Schmid des trois possibles, pour un plan de glissement donné.

II.3.2.2 Indication supplémentaire sur les traces observées des plans de glissement activés

L'angle Φ entre la normale au plan de glissement du système considéré dans le grain i et la direction de chargement (**Figure II - 22a)** et **Figure II - 22b**) est donné par l'équation suivante :

$$\Phi_i = \cos^{-1} \left(\frac{\vec{n}_{PG}}{\|\vec{n}_{PG}\|} \cdot \frac{\vec{\sigma}}{\|\vec{\sigma}\|} \right) \quad \text{Equation II - 4}$$

II.3.2.3 Calculs des angles entre plans de glissement activés de part et d'autre du joint de grains

Les angles de 'TILT' et de 'TWIST' entre plans de glissement activés de part et d'autre du joint séparant deux grains seront considérés dans les chapitres III et IV dans l'analyse des mécanismes de déformation de l'agrégat polycristallin. La notation proposée par Zhai et al. [Zhai, 2005] a été utilisée dans ce manuscrit de thèse : l'angle de 'TILT' noté β par la suite et l'angle de 'TWIST' est noté α .

- **L'angle de TILT β :**

L'angle de 'TILT' (β) correspond l'angle autour de la normale à la surface permettant de passer des traces de glissement actives dans le grain 1 à celles dans le grain 2 (Figure II - 23 et Figure II - 24). Le calcul de cet angle est aisé lorsque les angles π (Equation II - 3) des deux systèmes considérés sont connus. En effet, une fois π_1 et π_2 exprimés dans l'intervalle $[0-90^\circ]$, l'angle β est directement obtenu en prenant la valeur absolue de la différence $\pi_1 - \pi_2$.

- **L'angle de TWIST α :**

L'angle de 'TWIST' peut être défini comme l'angle entre les normales de deux plans de glissement activés de part et d'autre du joint de grains dans le plan formé par $\vec{n}_{surface}$ et $\vec{\sigma}$ (Figure II - 23 et Figure II - 24). Zhai et al. [Zhai, 2005] définissent l'angle α comme l'angle formé entre les lignes d'intersection des deux systèmes de glissement activés dans le plan du joint de grains. Pour pouvoir réaliser ce calcul, l'hypothèse d'un joint de grains plan et perpendiculaire à la surface a été prise. L'angle α peut ainsi être calculé via l'Equation II - 5 issue des travaux de Zhai et al.

$$\cos \alpha = \left[\left(\frac{\vec{n}_{GB}}{\|\vec{n}_{GB}\|} \right) \wedge \left(\frac{\vec{n}_{SP1}}{\|\vec{n}_{SP1}\|} \right) \right] \cdot \left[\left(\frac{\vec{n}_{GB}}{\|\vec{n}_{GB}\|} \right) \wedge \left(\frac{\vec{n}_{SP2}}{\|\vec{n}_{SP2}\|} \right) \right] \quad \text{Equation II - 5}$$

L'ANNEXE 4 précise l'influence de la verticalité du plan de joint de grains sur la valeur de l'angle α . Un cas particulier associé à un joint de macles dont l'inclinaison 3D est connue y est également détaillé.

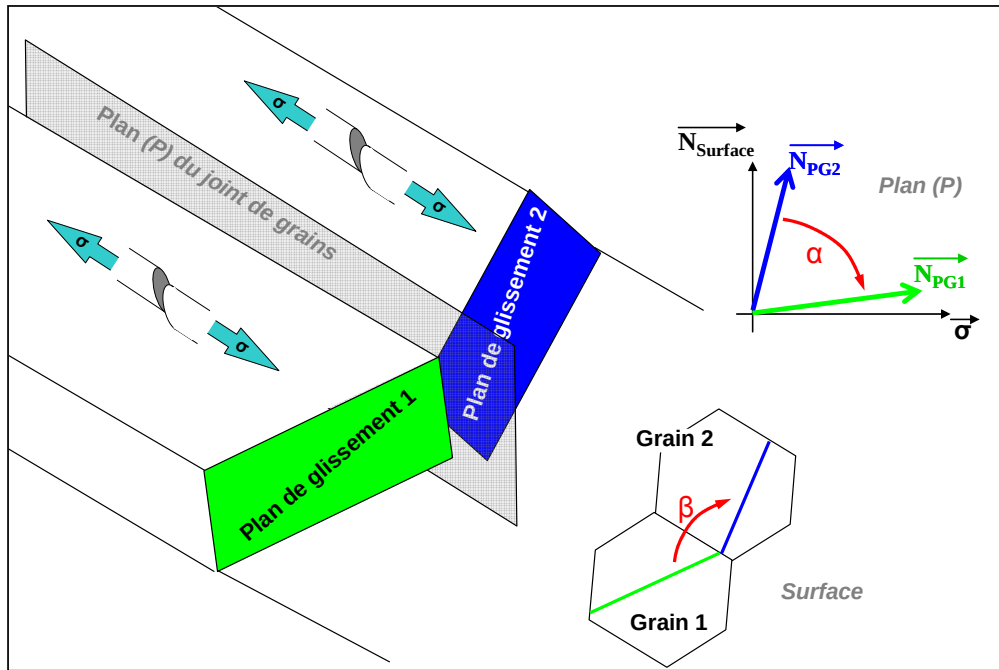


Figure II - 23 : Illustration des angles de TWIST (α) et de TILT (β) entre systèmes de glissement activés de part et d'autre d'un joint de grains 1/2

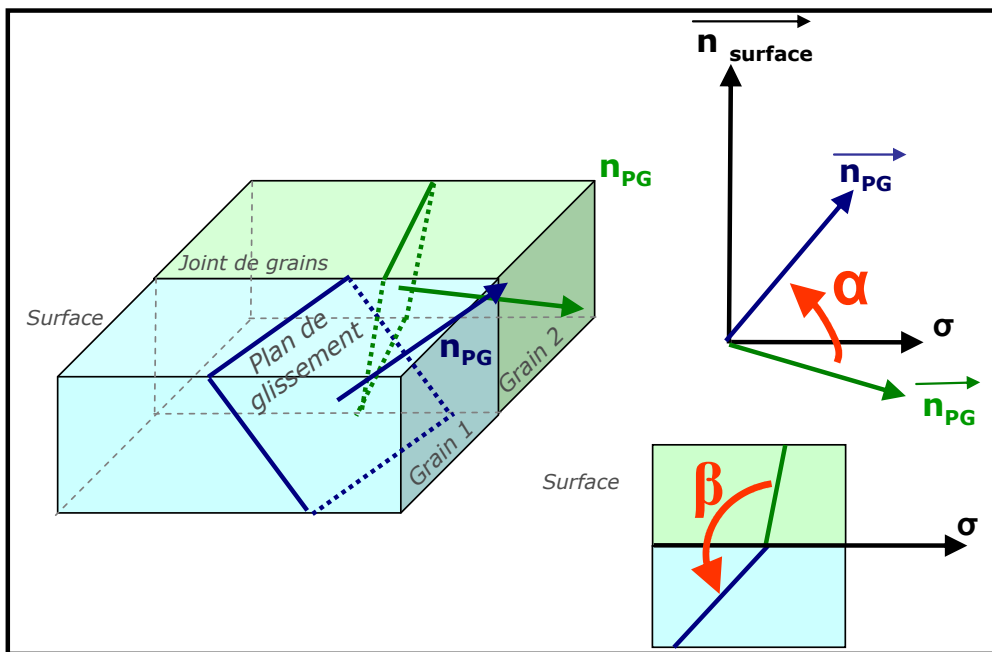


Figure II - 24 : Illustration des angles de TWIST (α) et de TILT (β) entre systèmes de glissement activés de part et d'autre d'un joint de grains 2/2

Rares sont les configurations de TILT ou de TWIST « pur ». Dans la majorité des configurations intergranulaires, les angles de TILT et de TWIST sont non nuls.

II.4 Résultats de l'analyse statistique des mécanismes de déformation à l'échelle de l'agrégat polycristallin

II.4.1 Nature des systèmes de glissement activés / Facteur de Schmid

Comme présenté dans la **Figure II - 17**, à mesure que les essais cycliques ou monotones se déroulent, de plus en plus de grains sont déformés plastiquement et au sein de ces grains le nombre de bandes de glissement et de systèmes activés augmente. Une étude statistique a donc été réalisée afin de quantifier et d'analyser ces aspects. La **Figure II - 25** présente la fréquence cumulée du facteur de Schmid des systèmes de glissement activés après différentes interruptions de l'essai aux trois niveaux de déformation plastique ciblés, et ceci pour les deux microstructures Industrielles et GG/ γ' fins.

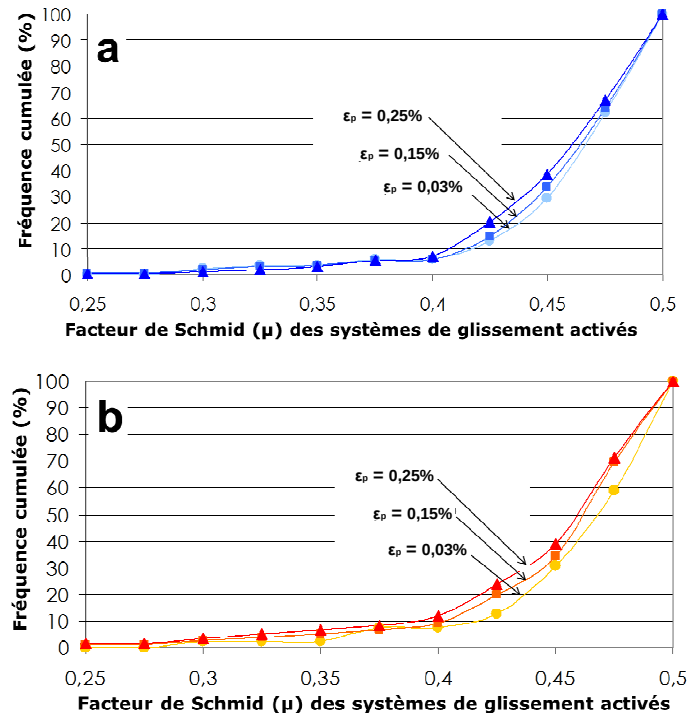


Figure II - 25 : Distribution cumulée des facteurs de Schmid des systèmes de glissement activés après différents arrêts lors d'essais de traction monotone à 20 °C réalisés sur la

- a) Microstructure Industrielle
- b) Microstructure GG/ γ' fins

Quels que soient la microstructure considérée et le niveau de déformation plastique, les systèmes de glissement activés sont majoritairement ceux associés aux plus forts facteurs de Schmid. De ce point de vue, on ne constate pas de différences significatives entre les deux microstructures. Dans tous les cas, l'augmentation du niveau de déformation se traduit par un léger décalage des courbes vers les faibles facteurs de Schmid.

Ce point s'explique clairement par l'activation progressive, de systèmes de glissement secondaires dont le facteur de Schmid est inférieur à ceux des systèmes primaires.

A titre d'exemple, pour $\epsilon_p = 0,03 \%$, 89 % des systèmes de glissement activés dans les grains sont associés au plus grand facteur de Schmid parmi les 12 systèmes de glissement possibles. De même, pour cette amplitude de déformation plastique, les grains déformés suivant deux systèmes de glissement sont presque inexistantes (on parle alors de glissement simple) contrairement à ce qui est relevé à $\epsilon_p = 0,25 \%$ (quelques grains présentent du glissement multiple).

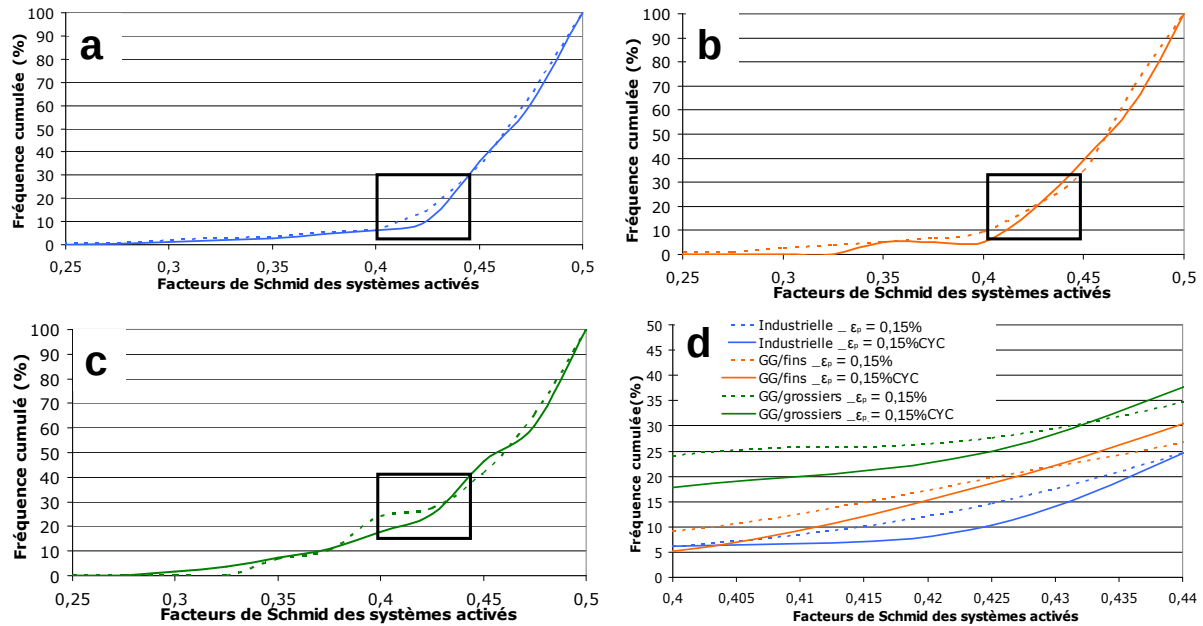


Figure II - 26 : Distribution cumulée des facteurs de Schmid des systèmes de glissement activés pour une déformation plastique $\epsilon_p = 0,15 \%$ atteinte de manière monotone (pointillés) ou cyclique (trait plein) à 20 °C pour la

- a) Microstructure Industrielle
- b) Microstructure GG/ γ' fins
- c) Microstructure GG/ γ' grossiers
- d) superposition des trois microstructures dans la gamme de facteur de Schmid [0,40 - 0,44]

Sur les **Figure II - 26 (a-c)** sont superposées les fréquences cumulées de facteur de Schmid des systèmes de glissement activés à un niveau cumulé de déformation plastique (rappel en partie II.2.2.2) de $\epsilon_p = 0,15 \%$ obtenu en traction monotone (trait pointillé) et en fatigue (trait continu). Quelle que soit la microstructure, les deux courbes « monotone » et « cyclique » sont similaires et quasiment superposées. La **Figure II - 26** fait néanmoins ressortir quelques nuances. Tout d'abord, pour chaque microstructure, la courbe « cyclique » est en dessous de celle « monotone » ce qui tend à montrer que le chargement cyclique favorise plus l'activité plastique dans les systèmes à forts facteur de Schmid. Rappelons que ces essais cycliques sont stoppés pour un niveau de déformation plastique cumulé de 0,15 %, atteint après plusieurs milliers de cycles, la déformation plastique cumulée par cycle étant très faible.

Le glissement faible étant favorisé pour les très faibles amplitudes de déformation (voir, par exemple, les résultats obtenus à $\epsilon_p = 0,03\%$), ces différences n'étonnent pas.

La seconde nuance concerne le décalage de ces courbes selon la microstructure considérée. La microstructure Industrielle semble plus propice au glissement simple (décalage vers les forts facteurs de Schmid) ce qui pouvait déjà être remarqué sur les courbes « monotones » (Comparaison des **Figure II - 25 a)** et **b)**).

II.4.2 Suivi statistique de l'activité de glissement : grains déformés, nombre de bandes de glissement

Dans cette partie, sont présentés les résultats concernant l'évolution de l'activité plastique en termes de nombre de grains déformés et de nombre de bandes de glissement activées par grain. Les résultats consécutifs aux essais de traction monotone sont tout d'abord présentés, suivi de ceux concernant les essais de fatigue.

II.4.2.1 Essais de traction multi-interrompus (20 °C)

Les **Figure II - 27** et **Figure II - 28** récapitulent sous la forme d'histogrammes les données issues du suivi statistique de l'activité pour les trois niveaux visés de déformation plastique.

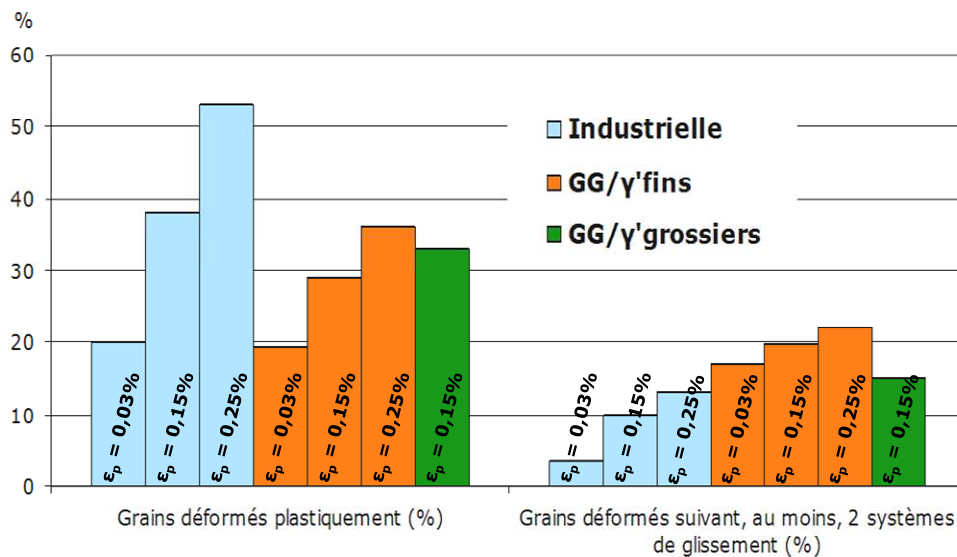


Figure II - 27 : Nombre de grains déformés plastiquement en traction monotone à 20 °C

Précisons qu'un grain est considéré comme déformé plastiquement lorsqu'au moins une bande de glissement est détectée à sa surface. De même, on considère que plusieurs systèmes de glissement sont activés dès lors qu'au moins une trace sur chaque système est visible. Le premier élément qui ressort de la **Figure II - 27** est que le pourcentage de grains déformés plastiquement ainsi que

celui de grains déformés suivant plusieurs systèmes de glissement augmente avec le niveau de déformation plastique, quelle que soit la microstructure. De même, pour un niveau donné de déformation plastique, le nombre de grains déformés suivant plusieurs systèmes de glissement est inférieur au nombre total de grains déformés plastiquement. De ce point de vue, il faut cependant noter que si l'écart entre les proportions de grains déformés sur un seul ou plusieurs systèmes est grand pour les microstructures Industrielle et GG/ γ' grossiers, il est beaucoup plus faible pour la microstructure GG/ γ' fins.

L'évolution du nombre moyen de bandes de glissement par grain est reportée sur la **Figure II - 28**. Il a été déterminé en divisant le nombre total de bandes de glissement observées par le nombre de grains déformés plastiquement. A défaut de pouvoir accéder à une réelle mesure de déformation par grain, ce paramètre donne une indication sur le niveau de déformation vu en moyenne par les grains.

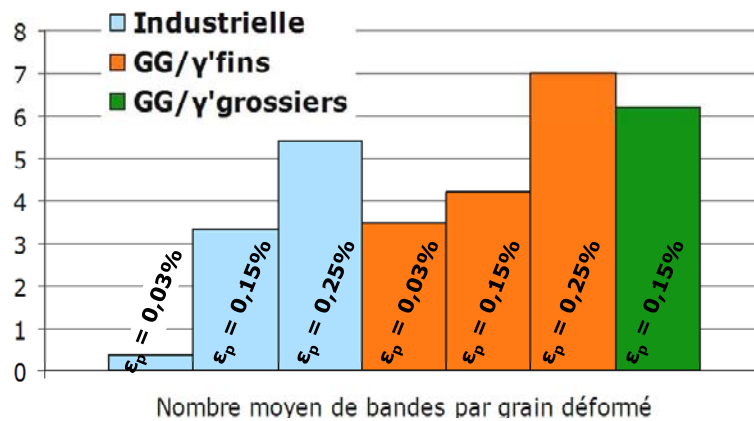


Figure II - 28 : Quantification du glissement plastique observé en surface d'éprouvettes déformées en traction monotone à 20 °C

Sans surprise, ce nombre augmente avec l'amplitude de déformation plastique vue par les éprouvettes. Il est intéressant de voir que le nombre moyen de bandes par grain est le plus faible pour la microstructure Industrielle. Or, pour cette microstructure, le pourcentage de grains déformés est plus élevé (**Figure II - 27**). Ces comparaisons tendent donc à conforter l'idée d'une déformation plus répartie pour la microstructure Industrielle à plus petits grains.

II.4.2.2 Essais de fatigue interrompus (20 °C)

Les résultats des observations réalisées sur éprouvettes cyclées à 20 °C jusqu'à une déformation plastique cumulée de 0,15 % sont reportés sur la **Figure II - 29** et la **Figure II - 30** (notés CYC) en superposition de ceux précédemment décrits pour la traction monotone. Les cercles noirs ajoutés sur la **Figure II - 29** illustrent à quel point les processus de déformation semblent similaires pour chaque microstructure, entre traction monotone et fatigue oligocyclique.

Pour ce faible niveau de déformation plastique cumulée de 0,15 %, les pourcentages de grains déformés plastiquement sont clairement proches pour les sollicitations monotone et cyclique.

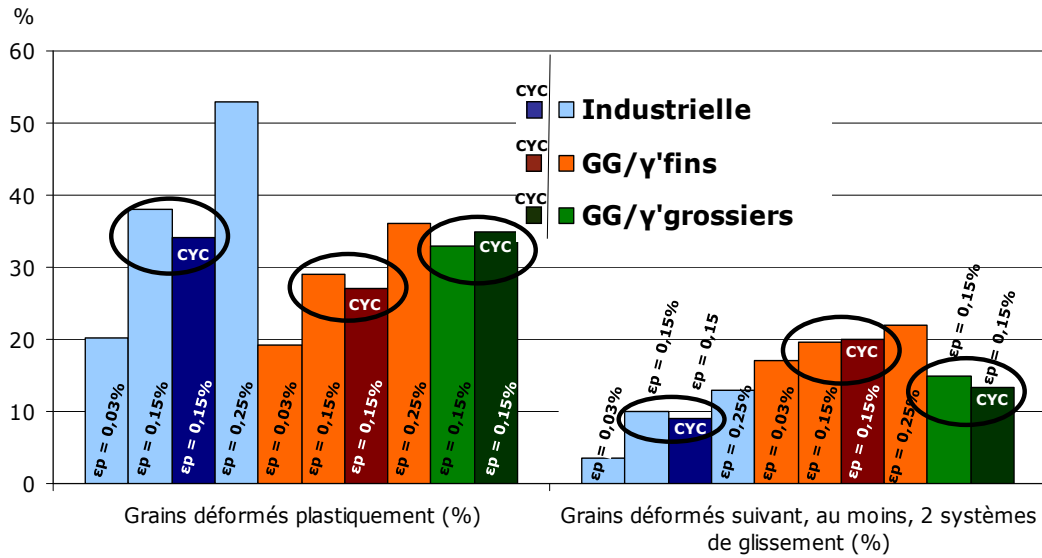


Figure II - 29 : Nombre de grains déformés plastiquement en traction monotone et en fatigue à 20 °C

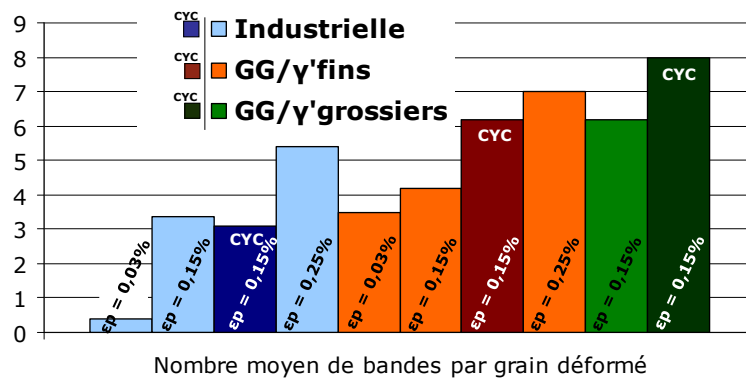


Figure II - 30 : Nombre moyen de bandes de glissement par grains déformés plastiquement en traction monotone et en fatigue à 20 °C

La Figure II - 30 présente le nombre moyen de bandes de glissement par grain déformé. Ce nombre ne diffère pas par rapport au chargement monotone dans le seul cas de la microstructure Industrielle. Par contre pour les deux microstructures à gros grains, le nombre de bandes de glissement est un peu supérieur dans le cas du cyclage en fatigue.

II.4.2.3 Essais de traction interrompu (465 °C)

Pour conclure cette analyse statistique de l'activité de glissement, la démarche a été appliquée à une éprouvette de la microstructure GG/γ' fins déformée en traction monotone jusqu'à $\epsilon_p = 0,15\%$ à 465 °C.

Les pourcentages de grains déformés plastiquement dans ces conditions de sollicitation ont été superposés à ceux obtenus en traction et fatigue à 20 °C (Figure II - 31). Il est très intéressant de

constater qu'à 465 °C, le pourcentage de grains déformés plastiquement en traction monotone est très proche de celui obtenu à l'ambiante, quel que soit le mode de sollicitation. Cela est cohérent avec le fait que les mécanismes de déformation à cette température, qualifiée « d'intermédiaire », sont très proches, voire identiques à ceux activés à l'ambiante. Le pourcentage de grains déformés suivant au moins 2 systèmes de glissement semble légèrement supérieur à 465 °C qu'à l'ambiante tout en restant du même ordre de grandeur. Cela peut traduire une légère tendance du glissement à dévier dans quelques grains à 465 °C alors qu'il est très planaire à 20 °C.

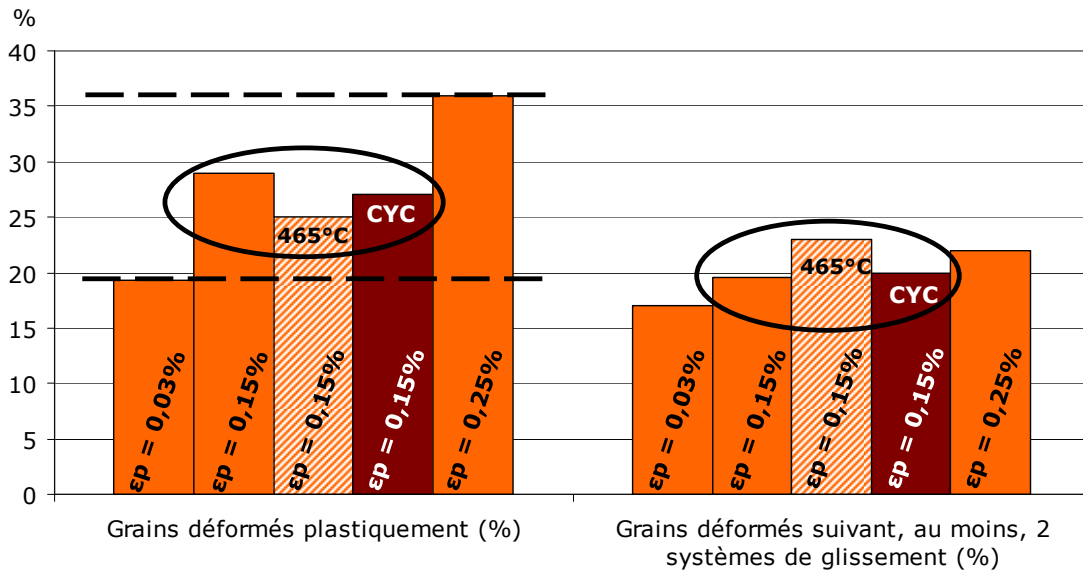


Figure II - 31 : Nombre de grains déformés détectés à la surface d'éprouvettes (GG/ γ' fins) sollicitées en traction monotone et en fatigue à 20 °C et 465 °C

II.4.3 Synthèse des résultats de l'analyse statistique du glissement plastique

Dans cette partie ont été présentés les résultats du suivi statistique de l'activité de glissement pour les différentes microstructures testées en traction monotone à 20 °C et à 465 °C ainsi qu'en fatigue à 20 °C. Différents constats sont faits :

- Dans le domaine exploré d'amplitude de déformation plastique [0,03 % - 0,25 %], les bandes de glissement observées correspondent principalement aux systèmes ayant le plus fort facteur de Schmid. Lorsque l'amplitude de déformation croît, l'activation de glissements secondaires et des configurations de glissement multiple sont constatées sans que cela ne devienne important en proportion.

- La comparaison des résultats obtenus en traction monotone et en fatigue au même niveau de déformation plastique cumulée, montre une très grande similitude des processus de plasticité en termes de facteur de Schmid et de nombre de grains déformés.
- L'activité plastique en traction monotone à 465 °C présente les mêmes caractéristiques que celle quantifiée à 20 °C.
- Les évolutions de l'activité plastique en fonction de l'amplitude de déformation sont similaires pour les différentes microstructures étudiées (Industrielle, GG/ γ' fins, GG/ γ' grossiers). Par contre, la proportion de grains déformés est plus importante pour la microstructure Industrielle que pour celles à GG et le nombre moyen de bandes de glissement par grain plus faible.

II.5 Analyse locale des mécanismes de déformation activés à 20 °C et 465 °C au voisinage des joints de grains

Les bandes de glissement dont l'activité a été présentée dans le paragraphe précédent (II.4) présentent un caractère planaire très marqué à 20 °C comme à 465 °C en raison notamment de la très faible énergie de faute d'empilement de l'Udimet 720 [Tézenas du Montcel, 2012]. Ces bandes sont pour la plupart traversantes au sein des grains. Dans le paragraphe qui suit, leur interaction avec les joints de grains est étudiée, ce qui constitue le cœur de cette étude.

II.5.1 Cas général de la transmission du glissement

Dans toutes les éprouvettes analysées dans cette étude, quel que soit le mode de sollicitation (traction monotone, fatigue LCF), la microstructure (Industrielle, GG/ γ' fins, GG/ γ' grossiers), l'amplitude de déformation plastique cumulée (0,03 % ; 0,15 % ; 0,25 %) et la température (20 °C, 465 °C), la transmission du glissement entre grains voisins se déroule aisément dans 90-95 % des configurations cristallographiques observées (interfaces entre grains). Quelques exemples sont représentés par des flèches jaunes sur la **Figure II - 32**. Ils concernent une transmission de bandes de glissement au travers de joints de grains (**Figure II - 32 (a, c)**) comme de joints de macles (**Figure II - 32 (b, c)**).

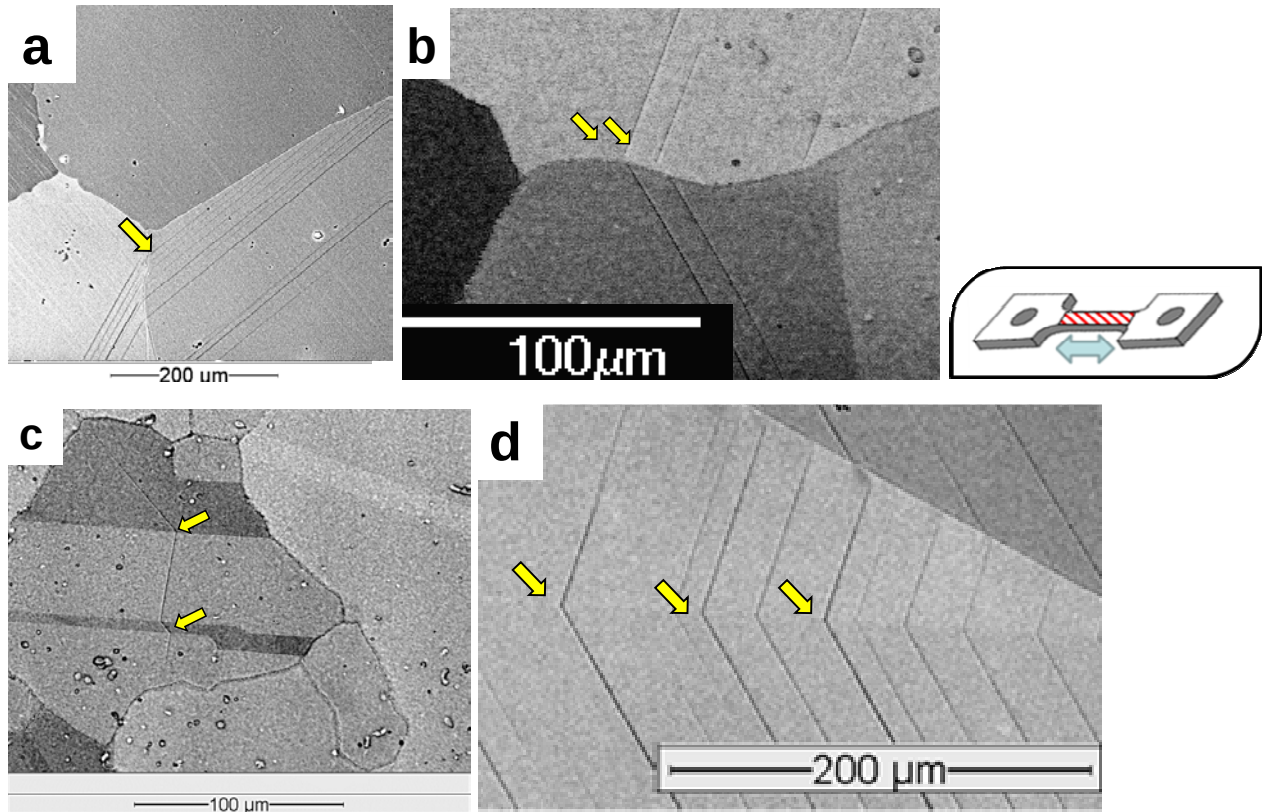


Figure II - 32 : Exemples de transmission du glissement plastique entre grains voisins au niveau de joints de grains et de joints de macle

- a) GG/ γ' grossiers, traction à 20 °C, $\epsilon_p = 0,15 \%$
- a) Industrielle, fatigue à 20 °C, $\epsilon_{p \text{ cumulée}} = 0,15 \%$
- c) Industrielle, traction à 20 °C, $\epsilon_p = 0,03 \%$
- d) GG/ γ' fins, fatigue à 20 °C, $\epsilon_{p \text{ cumulée}} = 0,15 \%$

II.5.2 Configurations cristallographiques ne favorisant pas la transmission du glissement

Sur toutes les éprouvettes présentées dans la partie précédente, on observe systématiquement certains joints de grains au travers desquels le glissement semble avoir du mal à se transmettre. C'est autour de telles configurations cristallographiques que des processus très particuliers ont été détectés le long des joints de grains, plus précisément au niveau des interactions entre bandes de glissement et joints de grains [Villechaise, 2012]. Ces processus se manifestent par un contraste marqué lors d'observations en mode d'imagerie par électrons rétro diffusés (Back-scattered electrons : BSE) au MEB. La Figure II - 33 illustre ce phénomène pour les différentes microstructures étudiées. On y observe clairement des contrastes se développant à l'extrémité de bandes de glissement sur des micro-zones de quelques micromètres de largeur et quelques dizaines de micromètres en longueur. Ces contrastes relevant de processus volumiques, les zones où ils apparaissent, seront nommées « micro-volumes » dans le manuscrit.

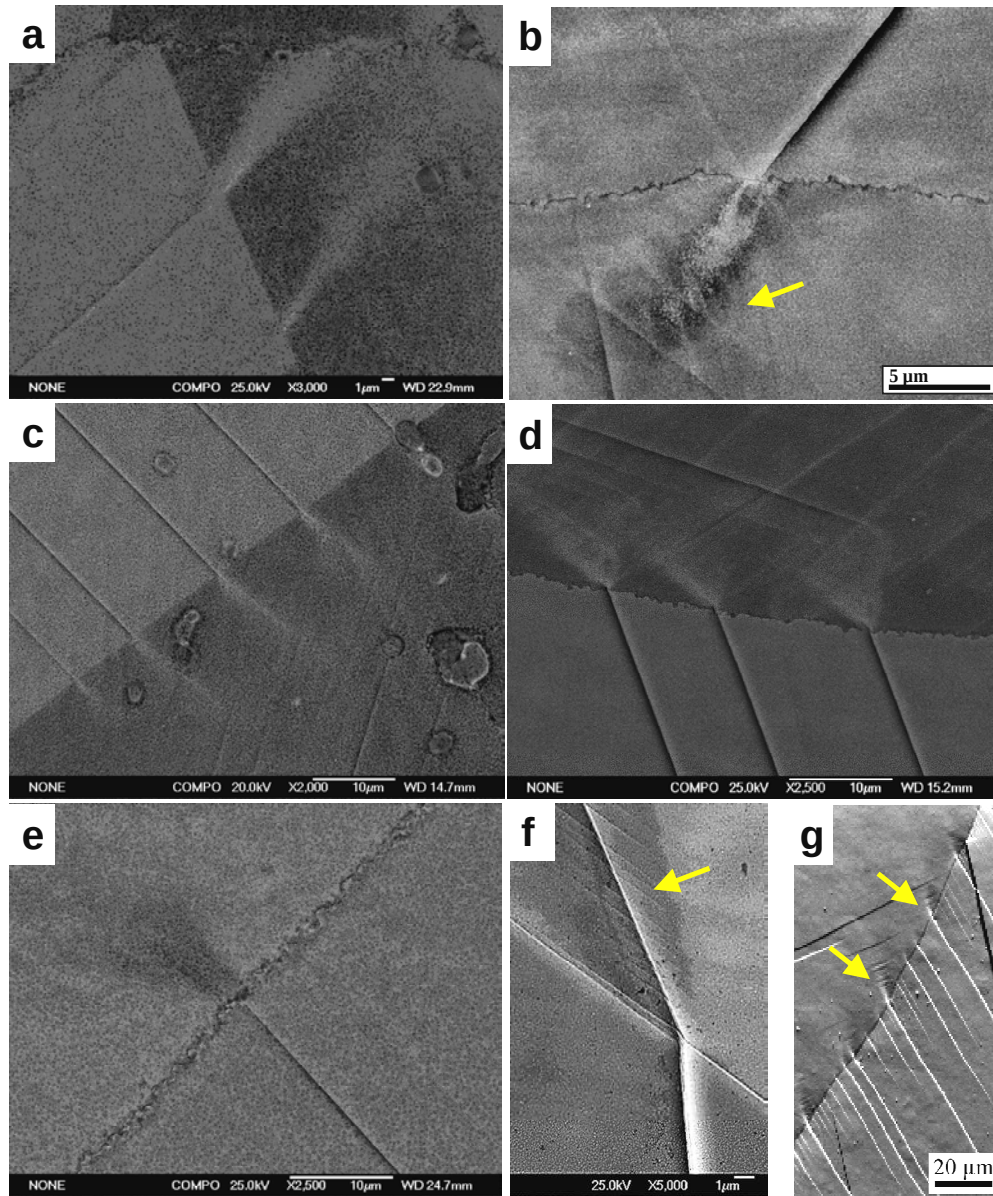


Figure II - 33 : Quelques micro-volumes observés au voisinage de joints de grains dans les microstructures (les flèches jaunes mettent en évidence de la plasticité confinée dans les micro-volumes)

- a) Industrielle en traction à 20 °C, $\epsilon_p = 0,25 \%$
- b) GG/ γ' fins en traction à 20 °C, $\epsilon_p = 0,25 \%$
- c) Industrielle en fatigue à 465 °C, $\epsilon_{p \text{ cumulée}} = 0,15 \%$
- d) & f) GG/ γ' fins en fatigue à 465 °C, $\epsilon_{p \text{ cumulée}} = 0,15 \%$
- e) GG/ γ' grossiers en traction à 20 °C, $\epsilon_p = 0,15 \%$
- g) GG/ γ' fins [Villechaise, 2012] traction à 20 °C

Lorsque ces micro-volumes ont été mis en évidence, une première série d'analyses par EBSD a montré qu'ils sont associés à des rotations cristallines localisées. Ces rotations très confinées peuvent atteindre environ 10° au centre du micro-volume, au plus près de la zone d'interaction entre la bande de glissement et le joint de grains. La Figure II - 34 illustre ce point dans le cas (présenté sur la Figure II - 33 g)) de la microstructure GG/ γ' fins [Villechaise, 2012].

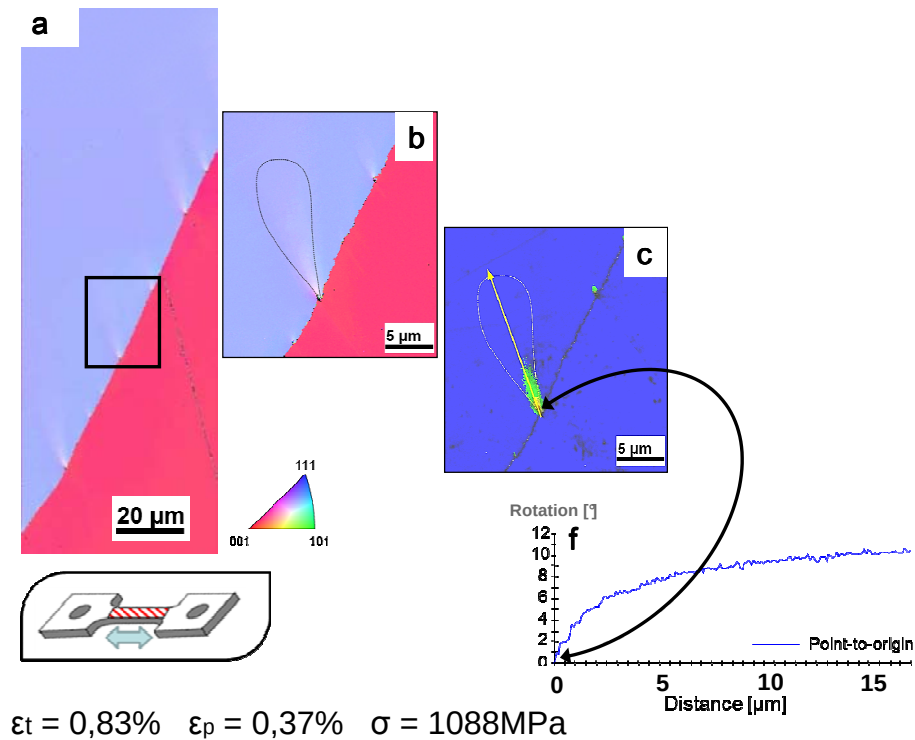


Figure II - 34 : Rotation cristalline localisée mesurée par EBSD [Villechaise, 2012]

- a) Cartographie d'orientation d'une configuration cristallographique
 b) Focalisation sur un micro-volume et mise en évidence de la rotation cristalline localisée
 c) Profil de désorientation relatif à l'origine mettant en évidence une amplitude de 10° de rotation dans le micro-volume suivi

Une des conséquences de ces rotations est l'apparition de déformations élastiques et donc de contraintes au sein des micro-volumes. Ces déformations ont été évaluées par des mesures EBSD HR (EBSD Haute Résolution angulaire). Cette approche récente, et non encore totalement robuste, consiste à réaliser des mesures de déformation par corrélation d'images de diffraction (diagrammes de kikuchi). La partie IV.3 traite de l'utilisation d'une telle méthodologie ainsi que de ses limites.

Par ailleurs, des éléments concernant cette approche et un exemple de mesures effectuées au niveau d'un micro-volume dans le cadre de cette étude sont détaillés dans l'ANNEXE 3.

Dans certains de ces micro-volumes, des traces de glissement ont également été observées. Des exemples sont pointés par les flèches jaunes sur la Figure II - 33 b), f) et g). Ce phénomène, qui n'a pas été observé systématiquement (Figure II - 33 a), c), d), e)), avait déjà été évoqué dans l'étude dont sont extraites la Figure II - 33 g) ainsi que la Figure II - 35 [Villechaise, 2012]. Plus précisément, ces traces sont généralement courtes, confinées au micro-volume et leur orientation tient compte des rotations cristallines au sein du micro-volume Figure II - 35.

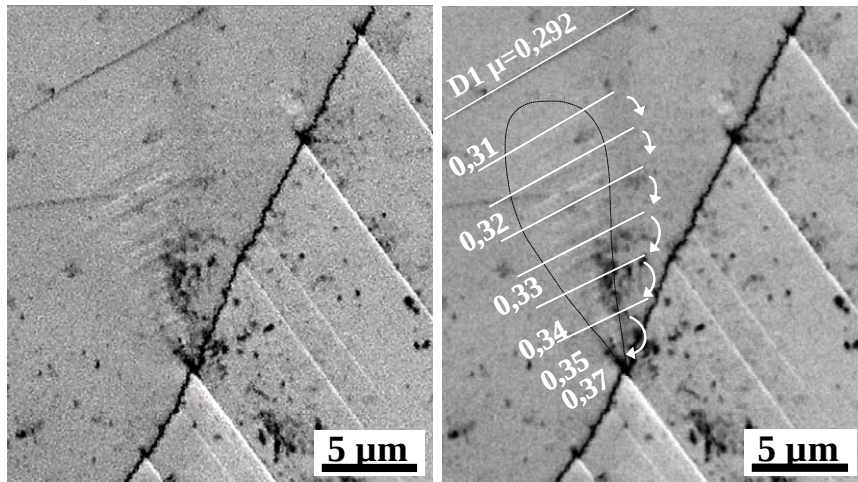


Figure II - 35 : Activité plastique intense localisée dans un micro-volume [Villechaise, 2012]

Il est donc clair que les champs de déformation induits par la rotation cristallographique confinée dans les micro-volumes, peuvent avoir un caractère essentiellement élastique comme également conduire à de la plasticité.

Une dernière constatation peut être faite : l'Udinet 720 est un matériau présentant un grand nombre de macles thermiques. Par définition, le plan des joints de macles est de type $\{111\}$. Il n'est donc pas étonnant d'observer la présence de micro-volumes à l'interface entre un joint de grain et un plan de glissement coïncidant avec le plan d'un joint de macle, comme illustré sur la Figure II - 36. Dans ces conditions, le plan de joint agit de façon analogue à une bande de glissement. Ces configurations particulières seront traitées dans le chapitre III, chapitre dans lequel leur nocivité sera évoquée.

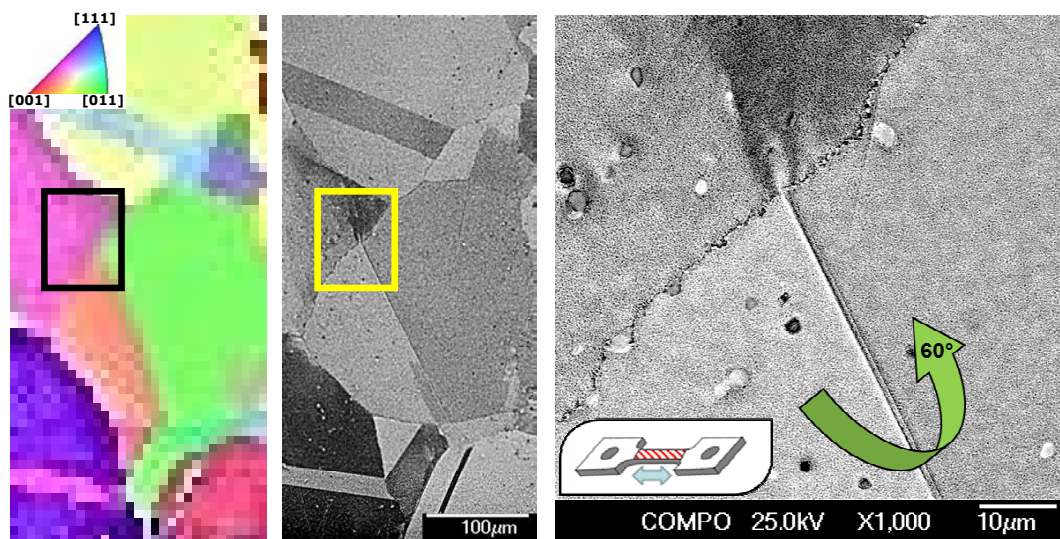


Figure II - 36 : Micro-volume formé à l'interaction joint de grains / plan de glissement coïncidant avec un plan de macle

II.5.3 Caractérisation de la rotation cristallographique dans les micro-volumes

De nombreuses cartographies EBSD ont été réalisées au voisinage de joints de grains où des micro-volumes étaient visibles. La **Figure II - 37** présente l'une des cartographies représentatives de celles réalisées dans le cas d'une éprouvette de microstructure Industrielle sollicitée en fatigue à 20 °C.

On observe clairement sur la **Figure II - 37 b)** que l'orientation cristallographique du micro-volume présenté dans la **Figure II - 37 a)** diffère de celle du grain l'entourant ainsi que de celle du grain voisin. Le profil de désorientation (**Figure II - 37 c)**) permet de quantifier la rotation cristallographique du micro-volume. Cette dernière est égale à 6 ° au niveau du plan de coupe 1 et avoisine les 10 ° dans la zone où la rotation est la plus intense au niveau du joint de grain (**Figure II - 38**). Ce gradient de désorientation cristallographique dans le micro-volume (10 ° au joint de grain, 6 ° suivant le plan de coupe et encore moins au delà) modifie les conditions locales d'activation de systèmes de glissement. La rotation cristalline au sein d'un micro-volume a des conséquences vis à vis du facteur Schmid des 12 systèmes de glissement possibles.

Cela est à l'origine, par exemple, de l'apparition de bandes de glissement localisées dans certains micro-volumes, comme cela a été précédemment montré sur la **Figure II - 35**.

Ce scénario de développement de la plasticité dans les micro-volumes sera approfondi dans la partie III.1.3.2.

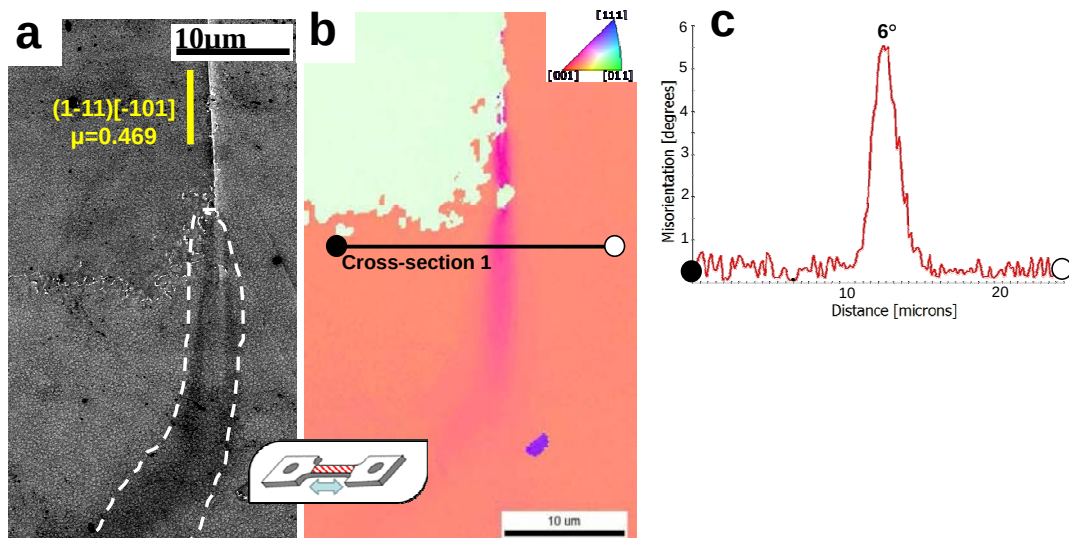
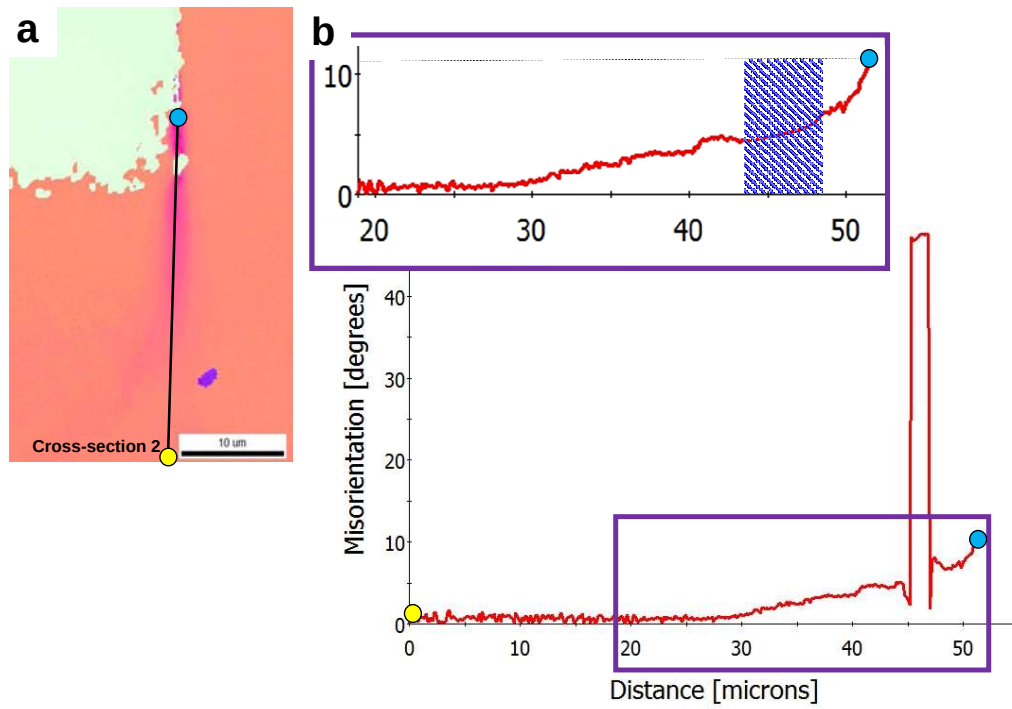


Figure II - 37 : Cartographie obtenue par EBSD d'un micro-volume identifié au sein d'un joint de grain et profil de désorientation cristallographique associé au profil 1. Observations issues d'une éprouvette de microstructure Industrielle sollicitée en fatigue à 20 °C jusqu'à un niveau de déformation plastique cumulée de 0,15 %



* Remarque : le profil 2 intercepte un résidu du grain de gauche en a) (effet de coupe) dans lequel s'est développé la bande de glissement à l'origine du micro-volume

II.6 Synthèse du chapitre II

Une analyse quantitative de l'activité plastique a été réalisée à l'échelle des grains et des bandes de glissement pour les trois microstructures (Industrielle, GG/ γ' fins, GG/ γ' grossiers) à 20 °C et 465 °C dans un domaine d'amplitude de chargement compatible avec la fatigue.

L'un des résultats majeur concerne les nombreuses similitudes entre l'activité plastique constatée en traction monotone et en fatigue. Ainsi, le pourcentage de grains déformés plastiquement suivant un ou plusieurs systèmes de glissement, les facteurs de Schmid associés aux systèmes de glissement actifs mais aussi le nombre moyen de bandes de glissement par grain déformé apparaissent comme très proches pour un même niveau de déformation plastique cumulé indépendamment du mode de sollicitation (monotone ou cyclique) et ceci pour les trois microstructures étudiées.

Des grandes similitudes apparaissent également entre des éprouvettes déformées en traction monotone à 20 °C et à 465 °C permettant d'affirmer que les mécanismes mis en jeu à ces deux températures sont très proches sinon similaires. Ce résultat tend à montrer que les mécanismes de déformation ne sont guère différents pour ces deux niveaux de température.

Dans un second temps, l'analyse des processus de déformation s'est focalisée sur la transmission du glissement entre grains voisins. Dans plus de 90 % des configurations intergranulaires, le glissement peut aisément se propager d'un grain à l'autre. Cependant, pour environ 5 % de ces configurations cristallographiques, une non transmission (et/ou une transmission complexe) a été mise en évidence. Dans ces configurations, on constate la formation de « micro-volumes » le long des joints de grains à l'intersection avec les bandes de glissement actives dans un des grains ou à l'intersection avec certains joints de macle. Dans ces zones très confinées se développe un gradient de rotation cristalline, la rotation maximale pouvant atteindre 10 ° au coeur du micro-volume (zone d'intersection joints de grains/bandes de glissement). De telles rotations engendrent de très fortes contraintes locales.

Dans certains cas, la rotation cristalline et les contraintes qui en résultent favorisent le développement de bandes de glissement confinées au micro-volume.

Toutes les éprouvettes sont affectées par l'apparition à certains joints de grains de tels micro-volumes, quels que soient la microstructure, le mode de sollicitation (traction monotone ou fatigue oligocyclique) et la température d'essai (20 °C ou 465 °C).

Les forts niveaux de contrainte évalués au sein de ces micro-volumes, les processus de plasticité très localisés qui peuvent s'y développer, ainsi que des conséquences éventuelles en termes de microreliefs induits en surface au niveau des joints de grains interrogent sur les conséquences possibles de ces processus sur la transition entre plasticité localisée et endommagement au sens de l'amorçage de fissure. Ce point est abordé dans le chapitre suivant.

II.7 Références bibliographiques

[Antolovitch, 1981] S. D. Antolovich, S. Liu, R. Baur,

"Low Cycle Fatigue Behavior of René 80 at Elevated Temperature",
Metallurgical Transactions A 12, 473-481, (1981).

[Baudin, 2012] T. Baudin,

"Analyse EBSD. Principe et cartographies d'orientations",
Techniques de l'ingénieur, M 4 138, (2012).

[Bayerlein, 1992] M. Bayerlein, H. Mughrabi,

"Fatigue crack initiation and early crack growth in copper polycrystals – Effects of temperature and environment",
Proceedings of ESIS, Short fatigue cracks, 55-82, (1992).

[Bell, 1967] R.L. Bell, C. Graeme-Barber, T.G. Langdon,

"The contribution of grain boundary sliding to the overall strain of a polycrystal",
Transactions of the Metallurgical Society of AIME, 239, 1821-1823, (1967).

[Billot, 2010] T. Billot,

"Comportement et endommagement en fatigue et fatigue-fluage à haute température de différents états microstructuraux du superalliage base-nickel Udimet 720",
Thèse de l'école Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Poitiers, France, (2010).

[Brunner, 1959] H. Brunner, N.J. Grant,

"Deformation resulting from grain boundary sliding",
Transactions of the Metallurgical Society of AIME, 215 (1959).

[Château, 2009] E. Chateau, L. Rémy,

"Oxidation-assisted creep damage in a wrought nickel-based superalloy: Experiments and modelling",
Materials Science and Engineering A 527, 7–8, 25, 1655-1664, (2010).

[Flageolet, 2010] B. Flageolet, O. Yousfi, Y. Dahan, P. Villechaise, J. Cormier,
"Characterization of microstructure containing abnormal grain growth zones in alloy 718",
7th International Symposium on Superalloy 718 and derivatives, Pittsburgh, PA, USA, 595-606,
(2010).

[Gabb, 2010] T.P. Gabb, P.T. Kantzos, J. Telesman, J. Gayda, C.K. Sudbrack, B. Palsa,
"Fatigue resistance of the grain size transition zone in a dual microstructure superalloy disk ",
International Journal of Fatigue 33, 414-426, (2010).

[Hu, 1998] Y.M. Hu and Z.G. Wang,
"Grain boundary effects on the fatigue deformation and cracking behavior of copper bicrystals",
International Journal of Fatigue 20, 6, 463–469, (1998).

[Keller, 2007] C. Keller,
"Hall–Petch behaviour of Ni polycrystals with a few grains per thickness",
Materials Letters 62, 1718–1720, (2008).

[Kikuchi, 1928] S. Kikuchi,
"Diffraction of Cathode Rays by Mica",
Japanese Journal of Physics 5, 83–96, (1928).

[Lerch, 1984] B.A. Lerch, N. Jayaraman, S.D. Antolovich,
"A study of fatigue damage mechanisms in Waspaloy from 25 to 800°C",
Materials Science and Engineering, 66, 151-166 (1984).

[Liu, 1992] W. Liu, M. Bayerlein, H. Mughrabi, A. Day, P. N. Quested,
"Crystallographic features of intergranular crack initiation in fatigued copper polycrystals",
Acta Metallurgica Materialia 40, 7, 1763–1771, (1992).

[Merrick, 1974] H. F. Merrick,
"The Low Cycle Fatigue of Three Wrought Nickel-Base Alloys"
Metallurgical and Materials Transactions, 5, 891-897, (1974).

[Miao, 2009] J. Miao, T. M. Pollock, J. W. Jones,
"Crystallographic fatigue crack initiation in nickel-based superalloy René' 88DT at elevated temperature",
Acta Materialia 57, 5964–5974, (2009).

[Miao, 2012] J. Miao, T.M. Pollock , J.W. Jones,
"Microstructural Extremes and the Transition from Fatigue Crack Initiation to Small Crack Growth in a Polycrystalline Nickel-base Superalloy",
Acta Materialia 60, 2840–2854, (2012).

[Mughrabi, 1983] H. Mughrabi, R. Wang, K. Differt, U. Assmann,
"Fatigue crack initiation by cyclic slip irreversibilities in high cycle fatigue",
ASTM, Philadelphia ,Fatigue Mechanisms , 5-43, (1983).

[Nabarro, 1997] F.R.N. Nabarro
"Fifty-year study of the Peierls-Nabarro stress",
Materials Science and Engineering A 234-236, 67-76, (1997).

[Pineau, 2009] A. Pineau, S. D. Antolovich,
"High temperature fatigue of nickel-base superalloys – A review with special emphasis on deformation modes and oxidation",
Engineering Failure Analysis, 16, 8, 2668-2697, (2009).

[Priester, 2006] L. Priester,
"Les joints de grains, de la theorie à l'ingénierie",
EDP Sciences, (2006).

[Randle, 2004] V. Randle,
"Twinning-related grain boundary engineering",
Acta Materialia 52, 4067–4081, (2004).

[Soula, 2008] A. Soula,

"Etude de la déformation intergranulaire au cours du fluage à haute température des superalliages à base de nickel polycristallins",

Thèse de Institut National Polytechnique de Grenoble, France, (2008).

[Stein, 2012] C. Stein, S. Lee, A. Rollet,

"An Analysis of Fatigue Crack Initiation using 2D Orientation Mapping and Full-Field Simulation of Elastic Stress Response",

TMS (Ed.), Superalloys 2012, Seven Springs, 439–444, (2012).

[Texier, 2013] D. Texier,

“Mesure et Evolution des gradients de propriétés mécaniques dans le système superalliage à base de nickel MC2 revêtus MCrAlY“,

Thèse de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, France, (2013).

[Tézenas du Montcel, 2012] H. Tézenas du Montcel,

"Ingénierie des joints de grains dans les superalliages à base de nickel ",

Thèse de l'Ecole nationale supérieure des mines de Paris, France, (2012).

[Villechaise, 2012] P. Villechaise, J. Cormier, T. Billot, J. Mendez,

"Mechanical behaviour and damage processes of Udimet 720 Li : Influence of localized plasticity at grain boundaries",

TMS, Superalloys 2012, Seven Springs, PA, USA, 13-24, (2012).

[Wilkinson, 2012] A.J. Wilkinson, T.B. Britton

"Strains, planes, and EBSD in materials science",

Materials Today 15, 9, 366-376, (2012).

[Zhang, 1999] Z.F. Zhang, Z.G. Wang,

"Comparison of fatigue cracking possibility along large- and low-angle grain boundaries",

Materials Science and Engineering A284, 285–291, (2000).

[Zhai, 2005] T. Zhai, X.P. Jiang, J.X. Li, M.D. Garratt, G.H. Bray,
"The grain boundary geometry for optimum resistance to growth of short fatigue cracks in high
strength Al-alloys",
International Journal of Fatigue, 27, 1202–1209, (2005).

- Chapitre III -

Localisation de la déformation aux joints de grains : conditions locales favorisant le développement des micro-volumes et transition vers l'endommagement

- La première moitié de ce chapitre s'attache à évaluer la nocivité de la localisation de la déformation aux joints de grains sous la forme de micro-volumes.

Les cinétiques de développement des micro-volumes et la création d'endommagement aux joints de grains sont détaillées et plusieurs scénarios sont discutés.

- Par la suite, une analyse des conditions locales favorisant le développement des micro-volumes est proposée. Les paramètres d'ordre cristallographiques et microstructuraux sont au cœur de cette étude.

- La dernière partie porte sur le domaine d'existence des micro-volumes en température. La plage de température [20 °C ; 750 °C] couvrant le gradient thermique vu par les disques de turbine en fonctionnement a été explorée.

Chapitre III . Localisation de la déformation aux joints de grains : conditions locales favorisant le développement des micro-volumes et transition vers l'endommagement.....	147
III.1 Nocivité des micro-volumes.....	147
III.1.1 Cause de l'amorçage intergranulaire de fissures.....	147
III.1.2 Relaxation des contraintes localisées au sein des micro-volumes.....	151
III.1.3 Scénarios de nucléation des micro-volumes et d'amorçage de fissures intergranulaires.....	153
III.1.3.1 L'amorçage intergranulaire de fissure	153
III.1.3.2 Micro-volumes et traces de plasticité	154
III.1.4 Faciès de rupture	156
III.2 Synthèse des mécanismes d'endommagement associés à la formation de micro-volumes	159
III.3 Conditions favorisant le développement des micro-volumes	160
III.3.1 Conditions d'ordre cristallographique	160
III.3.1.1 Facteurs de Schmid des systèmes de glissement activés de part et d'autre du joint de grain	160
III.3.1.2 Configuration géométrique des plans de glissement activés de part et d'autre du joint de grains	164
III.3.2 Rôle de la microstructure de précipitation sur la formation des micro-volumes	167
III.3.2.1 Microstructure de précipitation au voisinage du joint de grains	167
III.3.2.2 Qu'en est-il des autres alliages ?	169
III.3.2.2.1 Présentation des alliages considérés	169
III.3.2.2.2 Mécanismes de déformation de ces alliages en traction monotone	171
III.4 Synthèse.....	176
III.5 Impact de la température sur le développement des micro-volumes	179
III.5.1 Protocole expérimental.....	179
III.5.2 Observation des éprouvettes après essais.....	180
III.5.3 Discussion de ces observations.....	184
III.5.4 Oxydation aux joints de grains	186
III.6 Synthèse du chapitre III.....	188
III.7 Références bibliographiques.....	191

Chapitre III . Localisation de la déformation aux joints de grains : conditions locales favorisant le développement des micro-volumes et transition vers l'endommagement

La première partie de ce chapitre (III.1) porte sur l'étude de la nocivité des micro-volumes en termes de contribution à l'amorçage de fissures. Sont ensuite analysées les conditions microstructurales et cristallographiques (III.2), puis thermiques (III.3), qui favorisent le développement des micro-volumes.

III.1 Nocivité des micro-volumes

III.1.1 Cause de l'amorçage intergranulaire de fissures

Une analyse au MEB à fort grandissement des interactions bandes de glissement/joints de grains au niveau des micro-volumes a été systématiquement réalisée. Dans certains cas, un endommagement du joint de grains sous la forme d'une micro-déchirure a pu être mis en évidence. Comme cela est illustré sur la **Figure III - 1**, on note que le glissement visible dans le grain 1 n'a pas pu se propager dans le grain 2 et qu'un micro-volume (en jaune sur la figure) s'est développé dans ce dernier. Cet endommagement extrêmement localisé et relevé ici dans le cas d'une traction monotone (déformation plastique de 0,25 %), pourrait constituer le premier stade de la formation d'une fissure plus longue.

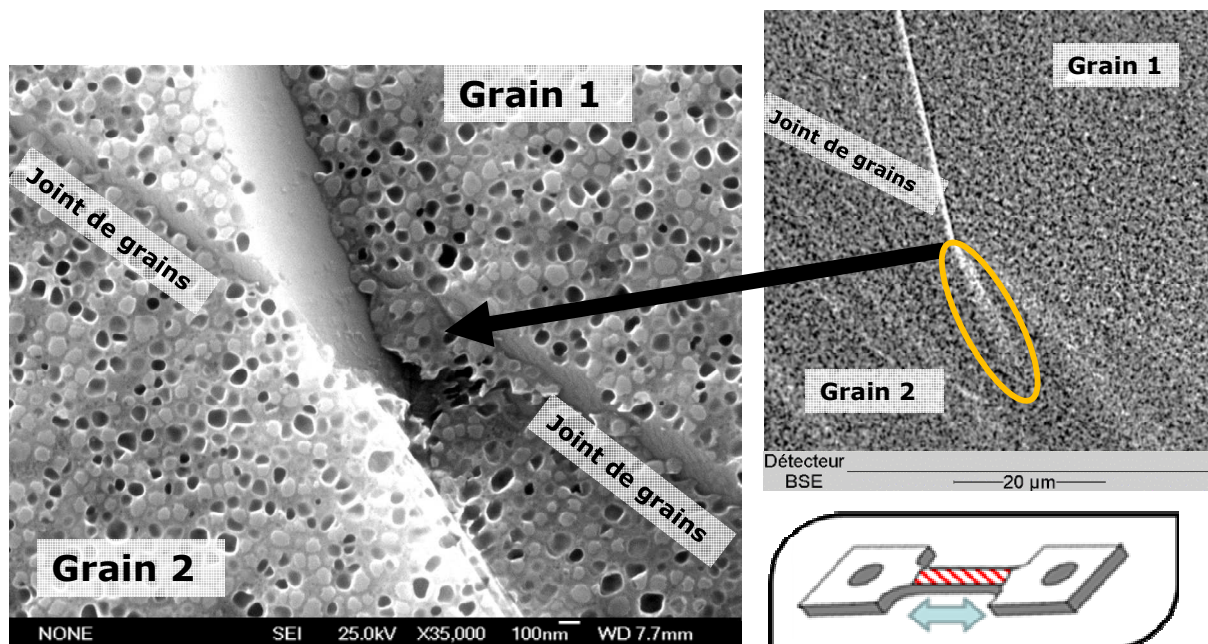


Figure III - 1 : Micro-déchirure au niveau d'un joint de grain à la base d'un micro-volume (GG/ γ' fins, traction monotone, 20 °C, $\epsilon_p = 0,25 \%$)

La réalisation d'essais de fatigue sur micro-éprouvettes à 20 °C jusqu'à une déformation plastique cumulée de 0,15 % a permis d'aller plus loin dans la caractérisation des premiers stades d'endommagement de certains joints de grains comportant des micro-volumes. La **Figure III - 2** présente deux fissures apparues au niveau d'un joint de grains depuis un micro-volume (flèches blanches sur la **Figure III - 2b**) et la **Figure III - 2 c**) sur une éprouvette de microstructure Industrielle sollicitée en fatigue à 20 °C. Il est important de noter que ces deux fissures sont les seules et uniques à avoir été repérées sur la partie utile de cette éprouvette.

Comme cela a déjà été évoqué (parties II.1.2.2.2 et II.5.2), les micro-volumes se forment au niveau de certains joints de grains, à l'extrémité de bandes de glissement, mais aussi de joints de macle. Il s'avère que les fissures précédentes sont apparues à partir d'une interface joint de grains/plan de glissement le long d'un plan de macle. Cela porte à croire que cette configuration, plus que les autres, est particulièrement nocive d'un point de vue de l'amorçage de fissure de fatigue à 20 °C.

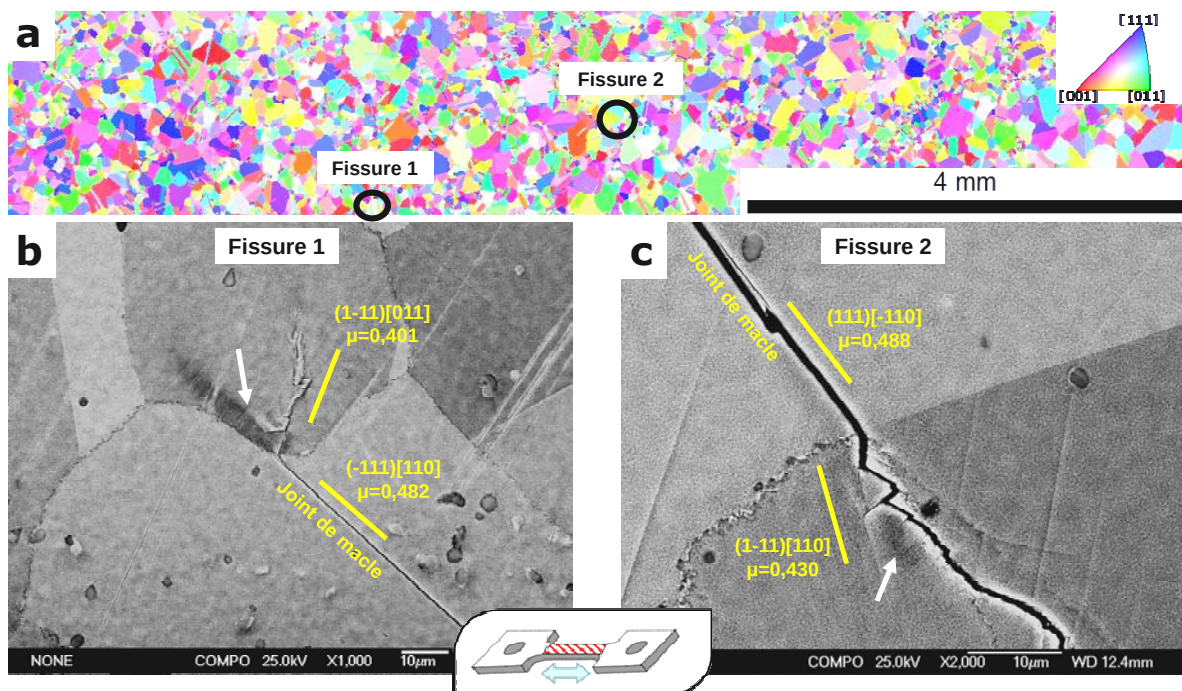


Figure III - 2 : Amorce de fissures aux joints de grains depuis des micro-volumes (mis en évidence par des flèches) sur une éprouvette de microstructure Industrielle sollicitée en fatigue à 20 °C jusqu'à une déformation plastique cumulée de 0,15 % (N = 20 000 cycles)

Etant donné les faibles déformations plastiques étudiées, des fissures n'ont pas été systématiquement observées sur les éprouvettes déformées. En revanche, de nombreuses décohésions de joints de grains ont été détectées à la base des micro-volumes au niveau de ces joints. A l'image de la **Figure III - 1**, ces « micro-ouvertures » (ou « micro-déchirures ») des joints constituent probablement des étapes préliminaires du processus d'amorçage de fissures intergranulaires.

La **Figure III - 3** propose un autre exemple sur lequel des traces de plasticité (bandes de glissement) associées au micro-volume sont observables pour la microstructure Industrielle sollicitée en fatigue à 20 °C jusqu'à une déformation plastique cumulée de 0,15 %.

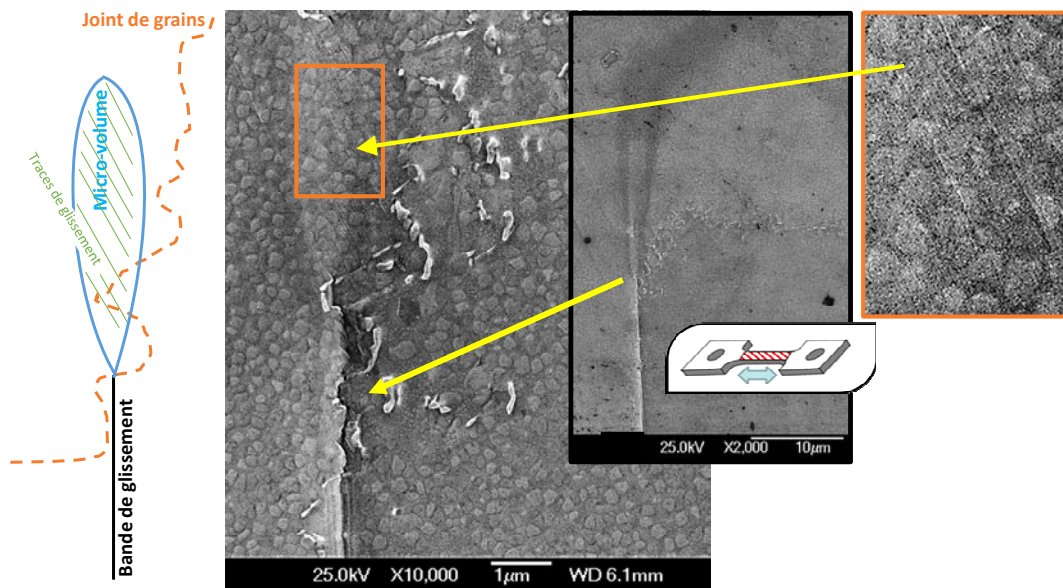


Figure III - 3 : Déchirure du joint de grains à la base d'un micro-volume

Selon les configurations, la forme et l'extension des micro-volumes diffèrent. L'utilisation des électrons rétrodiffusés dont l'émission est fortement dépendante de l'orientation cristalline locale permet d'obtenir de forts contrastes et favorise la mise en évidence des contours des micro-volumes. Ces contrastes peuvent aussi avoir, pour partie, une origine liée à des densités de dislocations importantes résultant d'un confinement marqué de la plasticité (**Figure III - 4a**) et **4b**)). Les plus grands micro-volumes ne conduisent pas nécessairement à l'apparition d'endommagement. Le lien entre taille des micro-volumes et degré de rotation locale, c'est à dire niveaux de contrainte atteint, n'a pas été établi dans ce travail.

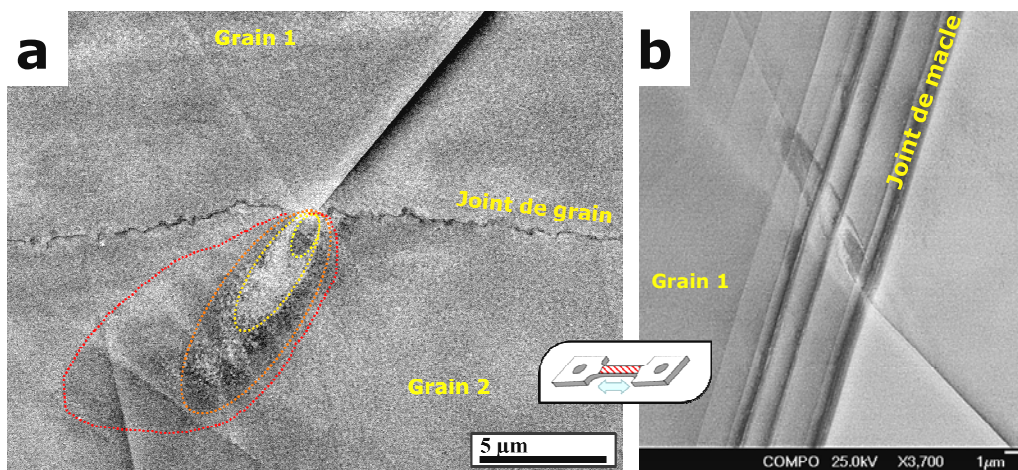


Figure III - 4 : Progressive extension de micro-volumes mise en évidence par imagerie d'électrons rétro-diffusés

Dans ces conditions, il arrive que l'extension en largeur et/ou en longueur de micro-volumes formés à partir de bandes de glissement parallèles et proches se traduise par une coalescence des micro-volumes. La **Figure III - 5** est un exemple pour lequel les contrastes permettent de suivre ce type d'extension.

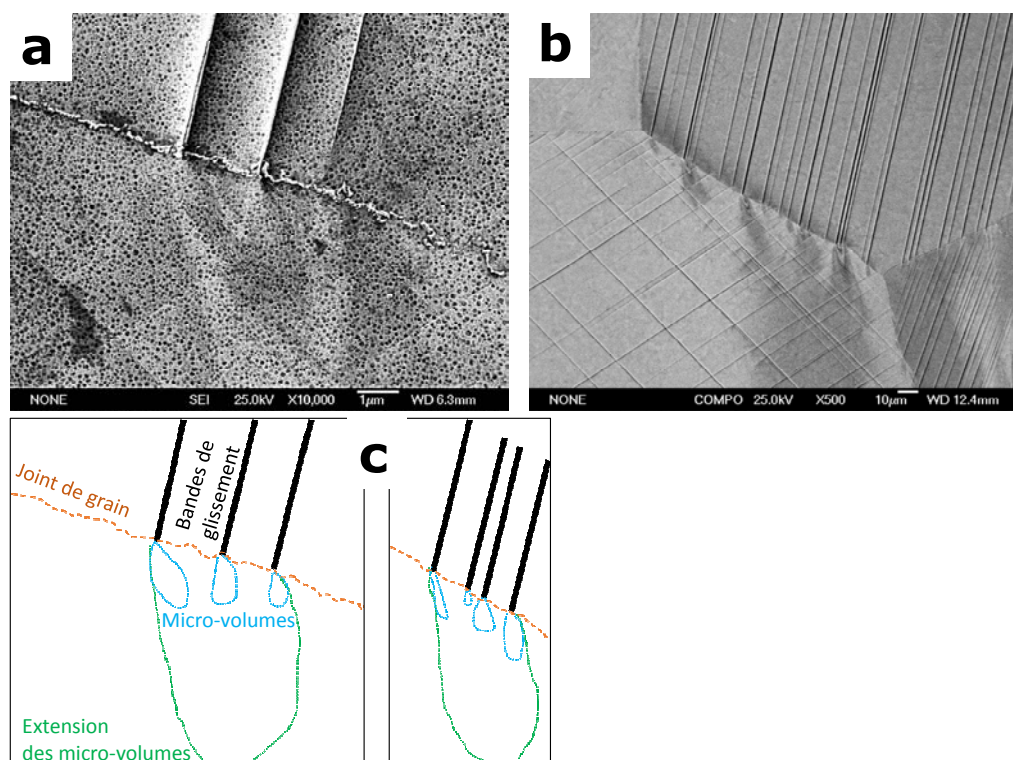


Figure III - 5 : Coalescence de micro-volumes se rejoignant dans une éprouvette de microstructure GG/ γ' fins sollicitée en traction à 20 °C, jusqu'à une déformation plastique de 0,25 %
a) et b) Micrographies MEB
c) Schéma représentatif des micrographies a) et b)

La **Figure III - 5b)** montre en particulier des micro-volumes isolés et une zone dans laquelle différents micro-volumes se sont rejoints dans la profondeur du grain pour former une zone plus diffuse. On peut supposer, à ce niveau, qu'une certaine réorganisation locale se mette en place se traduisant par une évolution des rotations cristallines associées à chaque micro-volume, voire à une redistribution des densités de dislocations éventuellement présentes au sein de ces zones.

La déformation plastique augmentant, ces extensions et coalescences de micro-volumes se produisent tout au long de certains joints. Il en résulte une zone de quelques dizaines de micromètres d'épaisseur parallèle au joint, au sein de laquelle une forte activité plastique relativement homogène est concentrée (**Figure III - 6**). Le cadre singulier des micro-volumes est alors totalement dépassé. En présence d'une distribution de ce type, un amorçage de fissure intergranulaire comme celui présenté dans la partie bibliographique du chapitre II (**Figure II-8**

issue des travaux de [Zhang, 1999]) pourrait intervenir. Aucun endommagement de cette nature n'a cependant été détecté lors de cette étude.

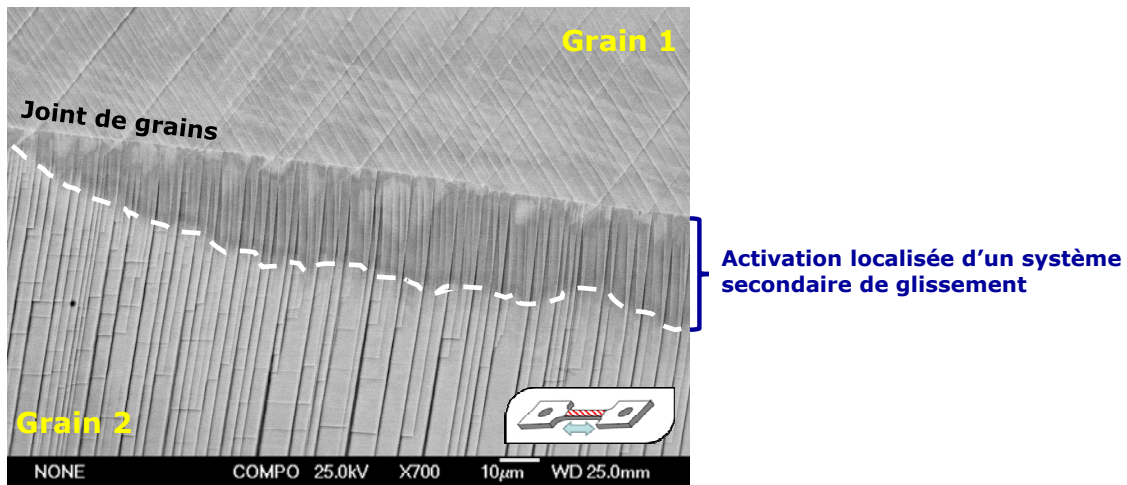


Figure III - 6 : Formation d'un liseré continu et parallèle au joint de grains par coalescence généralisée de micro-volumes (zone délimitée par une ligne discontinue blanche) - Microstructure Industrielle déformée en traction monotone jusqu'à $\epsilon_p = 0,25 \%$

III.1.2 Relaxation des contraintes localisées au sein des micro-volumes

Une analyse EBSD du micro-volume ayant abouti à l'amorçage de la fissure 1 sur la Figure III - 2b) a été réalisée. La cartographie obtenue est présentée dans la Figure III - 7.

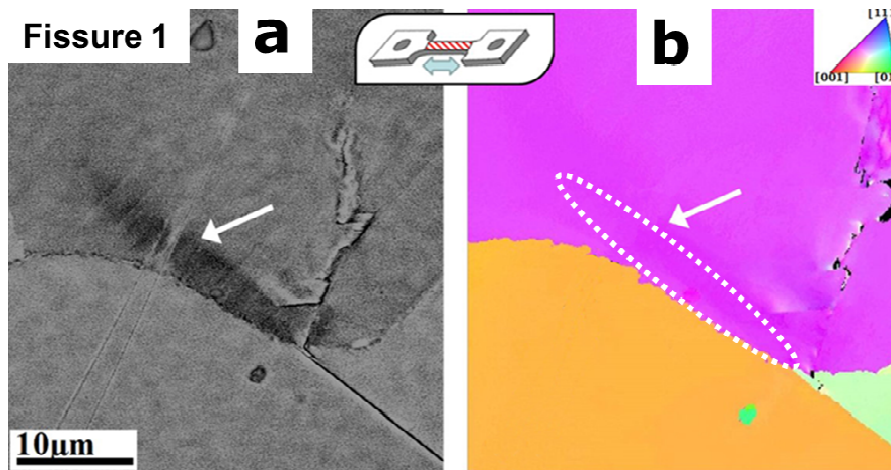


Figure III - 7 : Observation à plus fort grandissement de la configuration associée à la fissure 1 (Figure III - 2b)) (mode d'imagerie rétro-diffusée) (a) et figure de pole inversée associée, obtenue par EBSD après fissuration (b)

Il apparaît clairement qu'aucune rotation cristalline ne subsiste à ce stade au sein du micro-volume alors même que le contraste en électrons rétro-diffusés persiste (flèches blanches sur la Figure III - 7). Ce dernier point est probablement à associer à une densité élevée de dislocations subsistant au sein du micro-volume.

En revanche, l'absence de rotation cristalline est à attribuer à une quasi-totale relaxation de la rotation cristalline dans le micro-volume suite à l'amorçage de la fissure 1. Le scénario le plus probable est que, cycle après cycle, la rotation cristalline dans le micro-volume ait conduit à un niveau de contrainte tel qu'une fissure s'est amorcée. La relaxation des contraintes, lors de cette rupture locale, a alors entraîné un retour à la configuration cristallographique d'origine, effaçant ainsi les rotations cristallines générées dans le micro-volume.

III.1.3 Scénarios de nucléation des micro-volumes et d'amorçage de fissures intergranulaires

III.1.3.1 L'amorçage intergranulaire de fissure

La **Figure III - 8** synthétise ce que pourrait être le déroulement des étapes conduisant à un amorçage de fissure intergranulaire dans les conditions d'essais considérées dans la présente étude (température intermédiaire, faibles niveaux de déformation plastique, sollicitations cycliques et monotones).

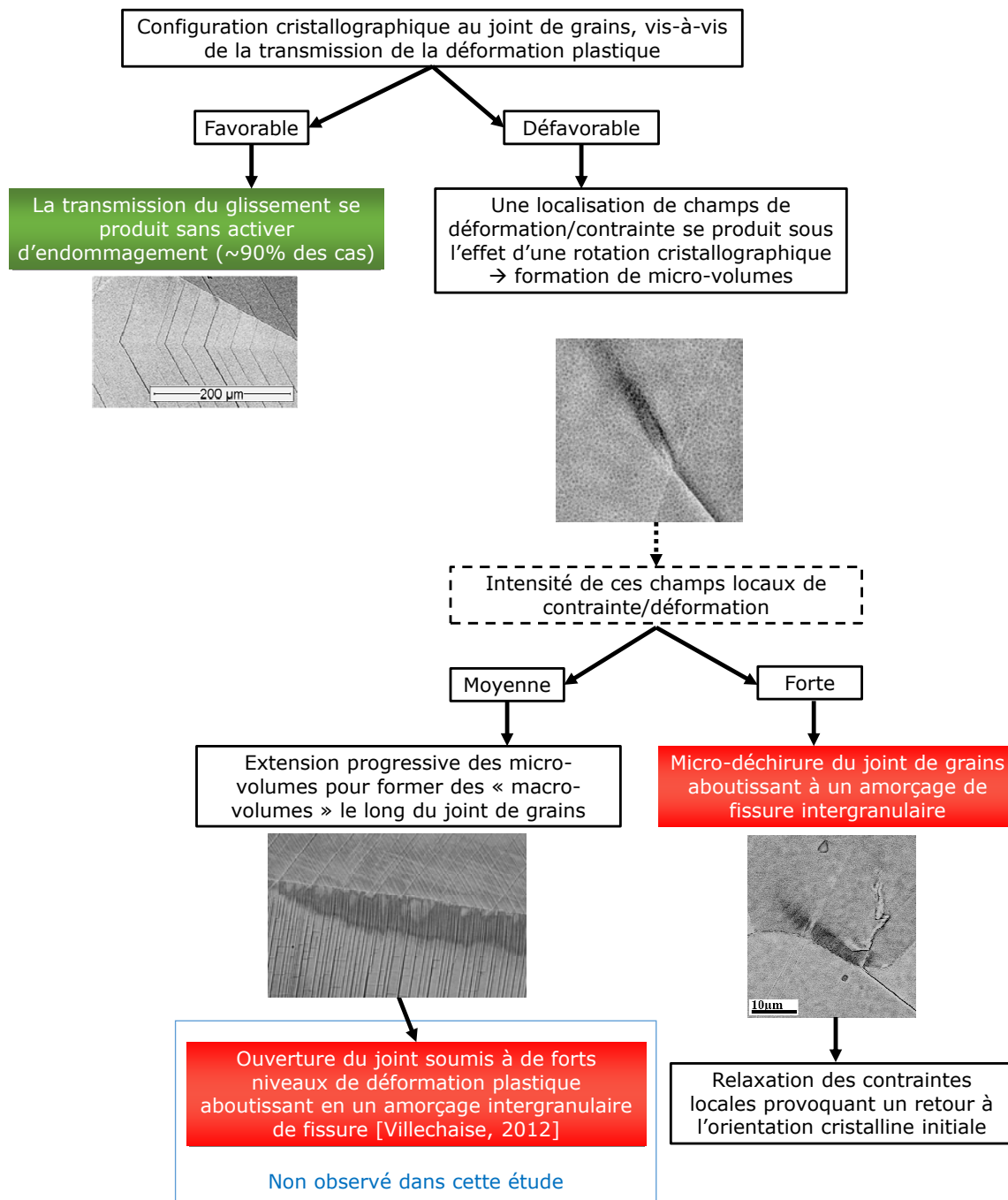


Figure III - 8 : Scénario d'amorçage de fissure intergranulaire impliquant la formation de micro-volumes

III.1.3.2 Micro-volumes et traces de plasticité

Dans la grande majorité des cas aucune trace de glissement n'est observée au sein des micro-volumes. La **Figure III - 9** présente deux exemples de tels micro-volumes sans trace de plasticité.

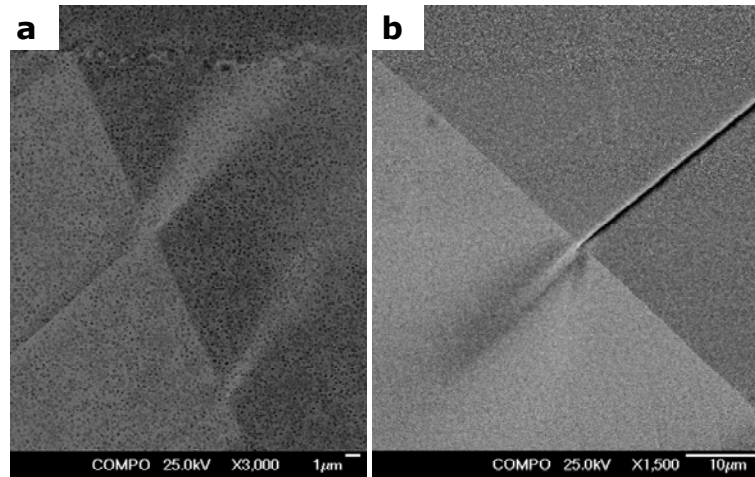


Figure III - 9 : Micro-volumes ne contenant pas de traces de plasticité provenant
a) d'une éprouvette Industrielle sollicitée en traction à 20 °C, $\epsilon_p = 0,25 \%$
b) d'une éprouvette GG/ γ' fins sollicitée en traction à 20 °C, $\epsilon_p = 0,25 \%$

Par contre, dans les cas où une activité plastique est constatée, deux types de configurations ont été identifiées (**Figure III - 10a**) et **b**). Toutes deux diffèrent dans la manière dont les bandes de glissement se manifestent dans les micro-volumes.

- Premier cas (**Figure III - 10a**) : un micro-volume s'est développé du fait de l'incompatibilité de transmission de la déformation entre grains voisins. Dans cette configuration cristallographique, il existe un système de glissement (de facteur de Schmid moyen) pouvant transmettre dans le grain 2, la bande de glissement active dans le grain 1. Ce système a pu être activé grâce à la rotation cristallographique mise en jeu au sein du micro-volume favorisant une augmentation du facteur de Schmid. La rotation de la maille cristalline dans le micro-volume étant plus intense à sa base, (cf **Figure II - 38**) cette bande de glissement est relativement marquée dans cette zone et son intensité s'atténue au fur et à mesure de la progression du glissement au sein du micro-volume. Ainsi, la bande de glissement transmise se retrouve confinée au micro-volume. Le relief généré au niveau du joint de grains est le facteur principal pouvant favoriser, dans ce cas, l'amorçage d'une fissure au joint.

- Second cas (**Figure III - 10b**) : la configuration cristallographique ne permet pas la transmission directe d'une bande « macroscopique » du grain 1 vers le grain 2 par rotation du réseau. Pourtant, une rotation cristalline a bien eu lieu dans le micro-volume générant de forts niveaux de contrainte.

La conséquence en est l'activation d'un système de glissement secondaire au sein du micro-volume. Les bandes de glissement associées à ce système secondaire sont nombreuses mais peu intenses. Le relief ainsi généré n'est pas suffisant pour conduire à un amorçage de fissure intergranulaire sous les faibles amplitudes de déformation étudiées.

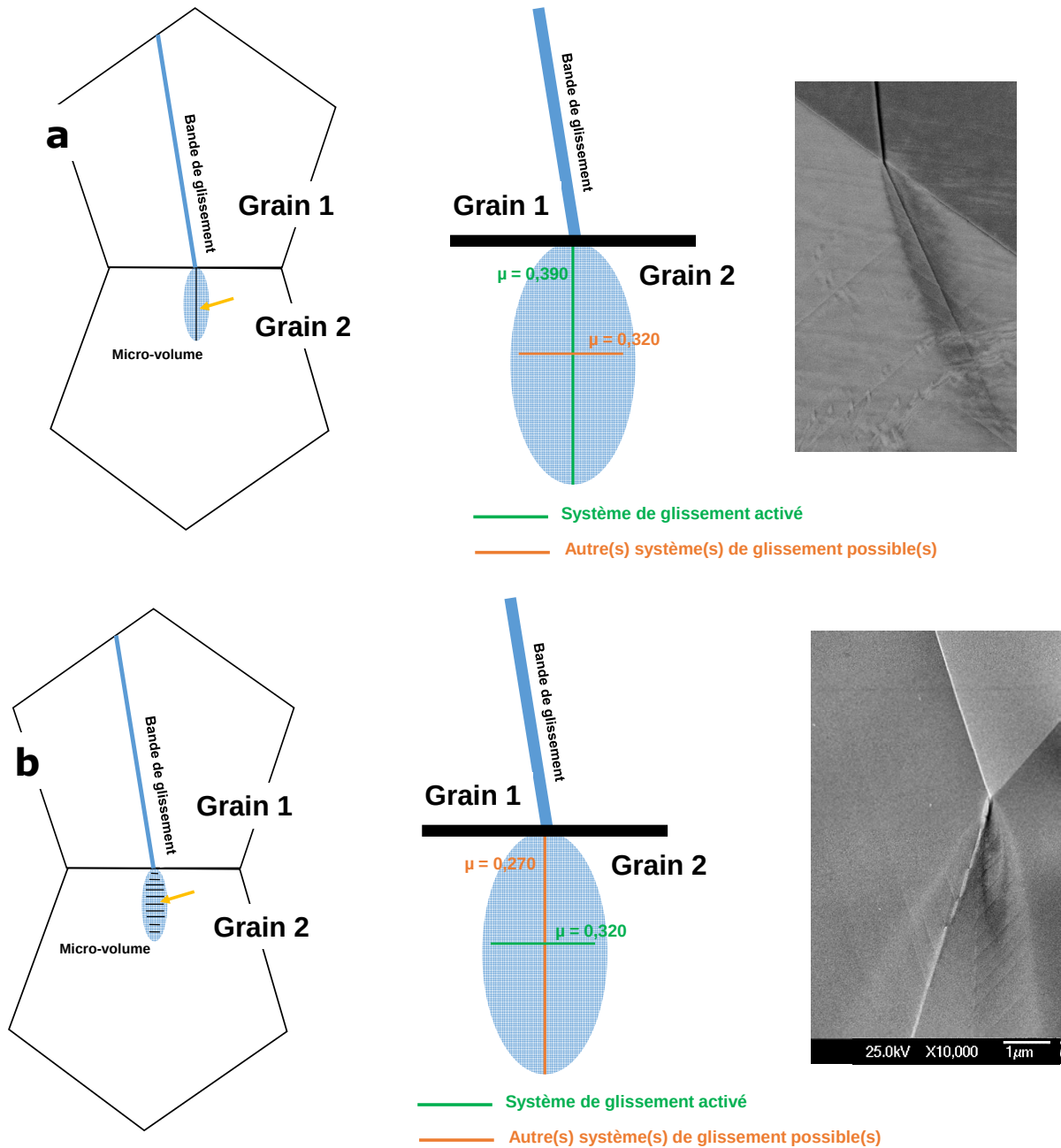


Figure III - 10 : Différentes typologies de micro-volumes

Notons enfin que ces deux configurations d'activité plastique peuvent se combiner comme le montre la Figure III - 11.

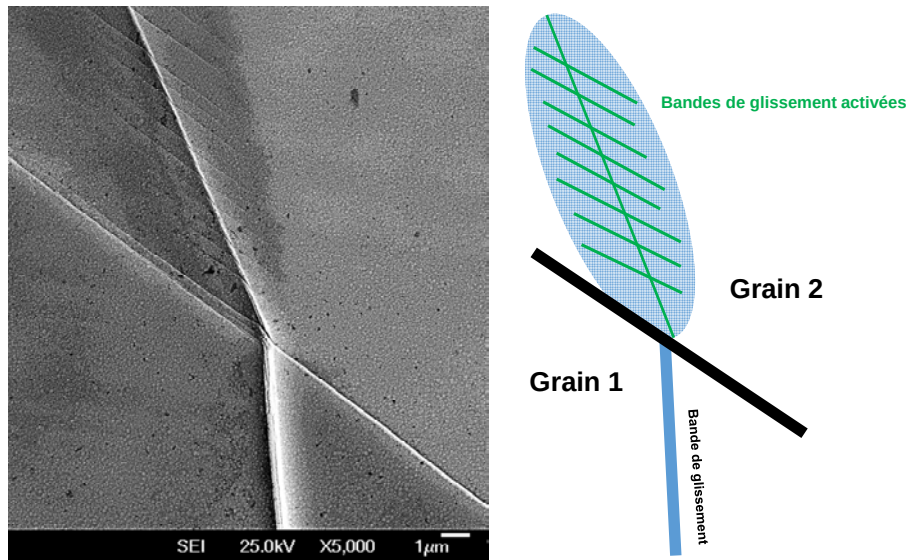


Figure III - 11 : Combinaison des deux configurations plastiques dans un même micro-volume observé sur une éprouvette de microstructure GG/ γ' fins sollicitée en fatigue à 465 °C

III.1.4 Faciès de rupture

Il convient de rappeler, pour introduire cette partie, que le même type de faciès de rupture a été observé sur toutes les éprouvettes de fatigue rompues lors de cette thèse quelles que soient leur microstructure et les conditions de l'essai. Tous les amorçages de fissures ont été associés à des facette(s) cristallographique(s) similaires à celles décrites dans le chapitre I (Figure I - 57). Ces facettes régulièrement observées dans d'autres études ont été reliées par Miao et al. [Miao, 2009] et Boittin [Boittin, 2011] à des plans de macles (donc de type $\{111\}$). Il est extrêmement tentant d'établir un lien direct entre ces facettes et les joints de macles participant à la formation de fissures comme démontré dans la partie III.1.2 (Figure III - 2). La Figure III - 12 met en regard une facette sur faciès et l'amorçage d'une fissure à la surface d'une éprouvette impliquant un joint de macle. Le scénario d'endommagement pourrait être le suivant : le glissement actif le long du joint de macle entraîne la formation d'un micro-volume dans le grain adjacent. Après cumul de nombreux cycles, le niveau de contrainte interne au micro-volume a suffisamment augmenté pour favoriser le développement d'une fissure (flèche orange sur la Figure III - 12 a)) ; la propagation d'une telle fissure se fait également le long du joint de macle ce qui se traduit par une facette de grande taille sur le faciès de rupture (Figure III - 12 b)).

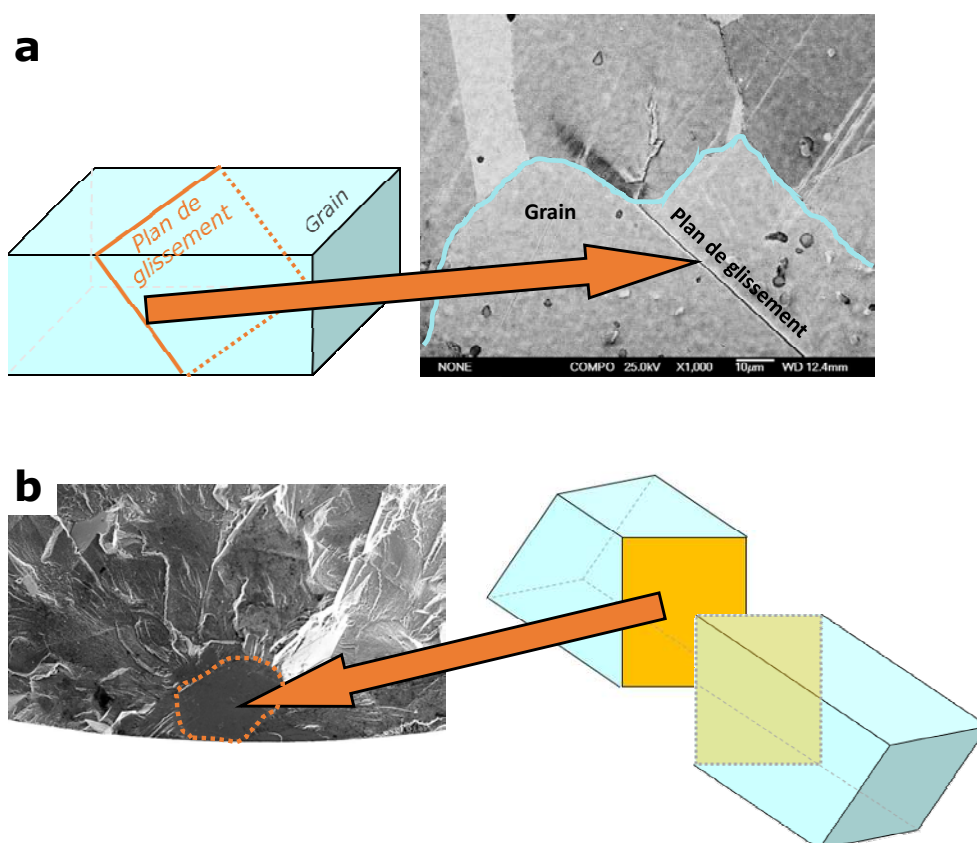


Figure III - 12 : Lien entre mécanismes observés sur micro-éprouvettes et faciès de rupture d'éprouvettes conventionnelles de fatigue

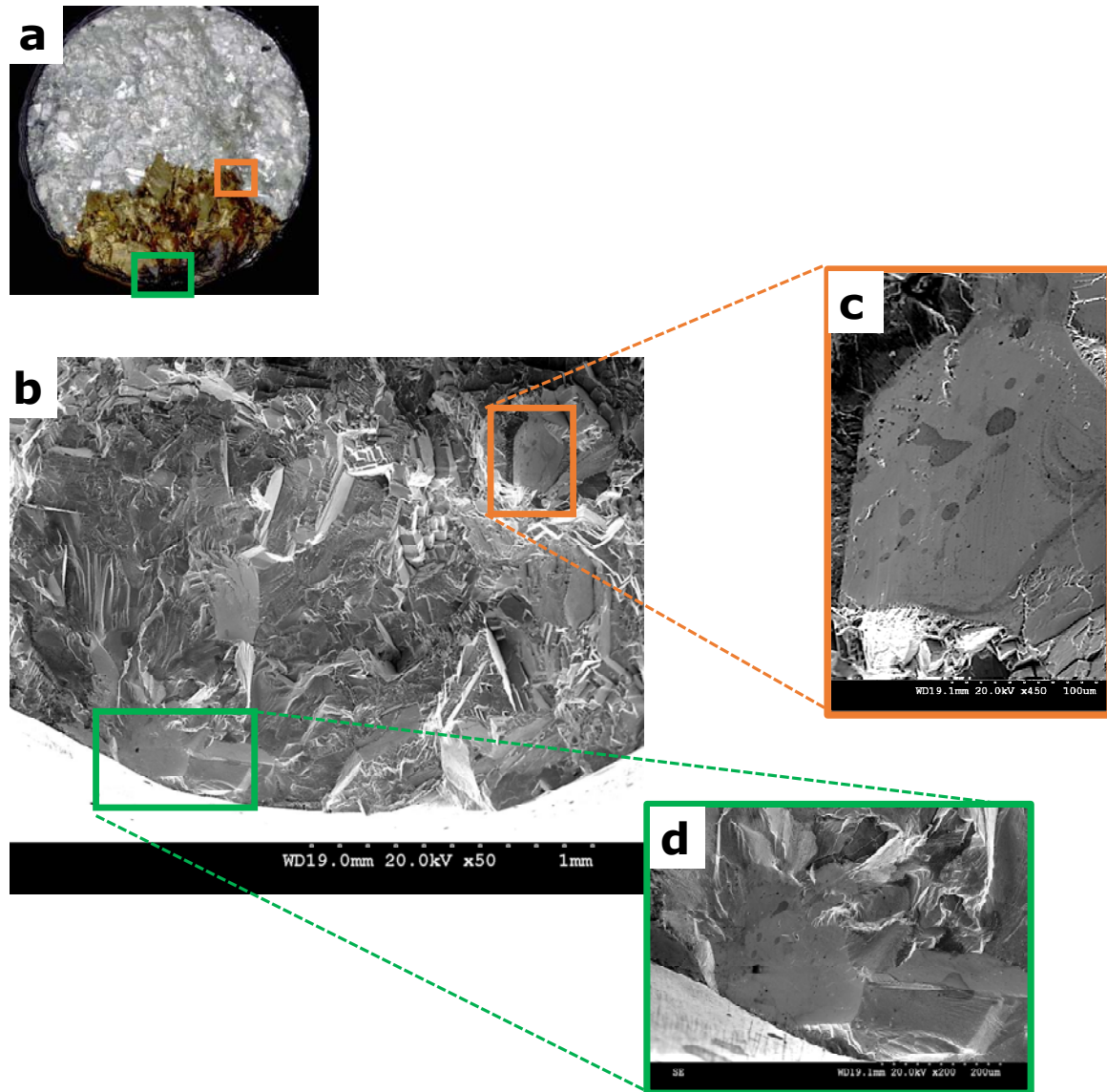
La **Figure III - 13 b)** présente le faciès de rupture d'une éprouvette de microstructure Industrielle sollicitée en fatigue à 465 °C. La zone d'amorçage de la fissure fatale, au centre de la partie oxydée, est aisément repérable (**Figure III - 13 a)** et **b)**). Le site d'amorçage présente deux facettes de type « chevrons » débouchant en surface (**Figure III - 13 d)**) et dont la morphologie fait à nouveau penser à des joints de macles.

D'autres facettes de morphologie similaire apparaissent sur le faciès, sur le chemin de propagation de la fissure principale (cadre orange sur las **Figure III - 13 a)**, **b)** et **c)**). De telles facettes peuvent résulter directement de l'ouverture brutale de la fissure dans un plan de joint de macle.

Il est également possible que certaines d'entre elles correspondent à des amorçages de fissures secondaires en interne. Il faut alors se poser la question du mécanisme qui pourrait en être à l'origine.

Est-il possible que des fissures se forment en interne par interactions entre bandes de glissement et joints de grains avec formation de micro-volumes ?

Dans tous les cas, l'influence combinée de la surface libre (états de contrainte différents) qui permet la formation de micro-reliefs favorables à la formation de fissures [Mughrabi, 2009] et l'oxydation conduit à ce que la fissure fatale apparaisse systématiquement en surface.



III.2 Synthèse des mécanismes d'endommagement associés à la formation de micro-volumes

- Dans les configurations cristallographiques associées à la formation de micro-volumes, un endommagement très localisé au niveau des joints de grains a pu être mis en évidence sous la forme de micro-déchirures. Les fissures de fatigue qui se sont développées semblent être toutes issues de ce processus initial.
- Les analyses EBSD réalisées post mortem au niveau des fissures montrent que la rotation cristalline élastique et les contraintes associées à la formation des micro-volumes se sont relaxées lors de la phase d'endommagement.
- Les configurations locales pour lesquelles les micro-volumes résultent de l'interaction entre un glissement le long d'un joint de macle et un joint de grains semblent être le plus propices au développement d'une fissure de fatigue. Les grandes facettes planes observées sur le faciès de rupture, notamment à l'origine de la fissure fatale, sont à relier à ces plans de joints de macle.
- Dans la plupart des cas, aucune trace de plasticité n'est détectée au sein des micro-volumes. Cependant, pour un certain nombre d'entre eux, des traces de glissement se forment, contribuant probablement pour certaines configurations à l'amorçage de fissures.

III.3 Conditions favorisant le développement des micro-volumes

III.3.1 Conditions d'ordre cristallographique

III.3.1.1 Facteurs de Schmid des systèmes de glissement activés de part et d'autre du joint de grain

L'étude initiale de Villechaise et al. [Villechaise, 2012] tendait à montrer que l'une des forces motrices du développement des micro-volumes est un fort contraste de facteur de Schmid entre grains voisins. En d'autres termes, lorsque la valeur de facteur de Schmid entre les systèmes de glissement activés de part et d'autre du joint diffère nettement (configuration relativement rare), des micro-volumes vont avoir tendances à se former dans le grain de plus faible facteur de Schmid (grain « dur ») depuis l'interface joint de grain/bande de glissement active dans le grain voisin (grain mou avec un $\mu = 0,292$). La Figure III - 14, issue de ces travaux, illustre ce point dans un cas critique pour lequel le rapport des facteurs de Schmid entre les deux grains ne peut guère être supérieur : des micro-volumes se sont développés dans le grain bleu (grain « dur ») voisin du grain rouge plus « mou » au sein duquel de nombreuses bandes de glissement ont été activées ($\mu = 0,497$ et $0,486$).

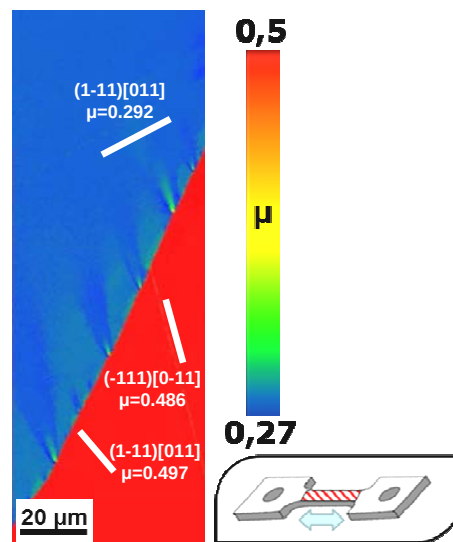


Figure III - 14 : Illustration de l'impact d'un fort contraste de facteur de Schmid entre grains voisins sur le développement de micro-volumes – GG/ γ' fins, traction monotone, 20 °C, $\epsilon_p = 0,37\%$

Ces travaux étant limités à quelques configurations de joints de grains, une étude plus statistique des conditions favorisant la formation de micro-volumes a été entreprise afin de confirmer ou non le rôle joué par ce contraste d'activité plastique entre grains voisins dans le développement de micro-volumes.

Quelques unes des configurations, présentées sur la **Figure III - 15** remettent clairement en cause l'hypothèse de Villechaise et al . [Villechaise, 2012].

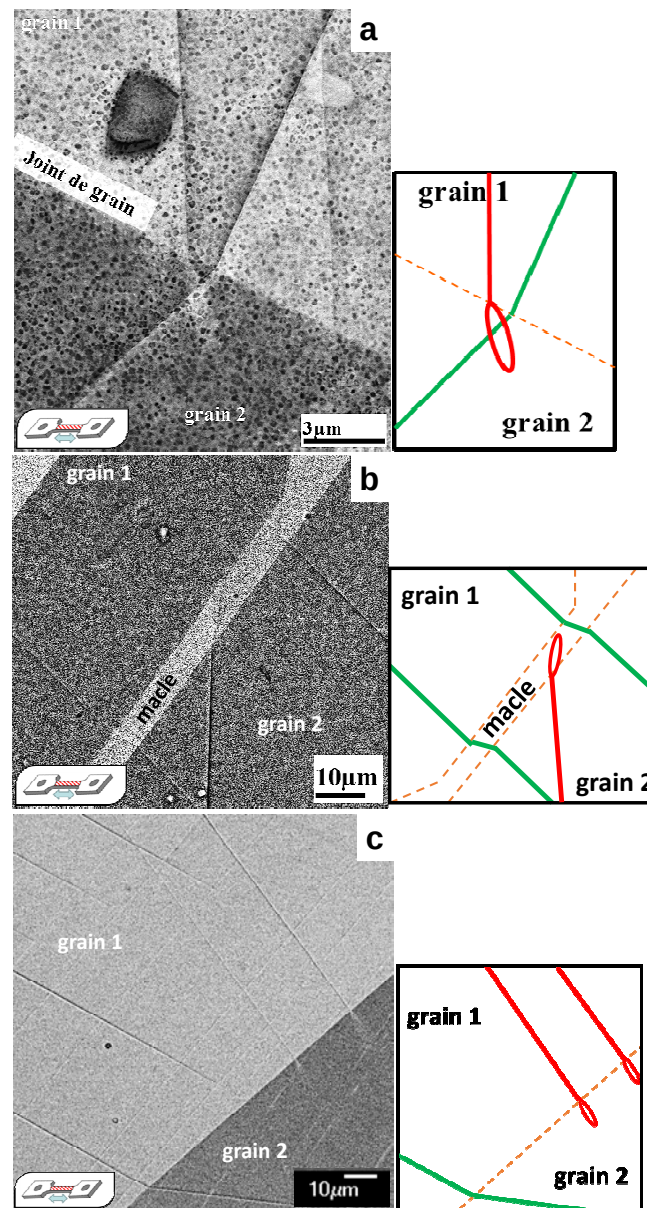


Figure III - 15 : Configurations cristallines pour lesquelles la déformation plastique a réussi ou non à se transmettre au travers du joint de grains

Sur la **Figure III - 15 a)** on peut, par exemple, voir deux grains tous deux déformés plastiquement car présentant des bandes de glissement. Il existe pour ces deux grains une paire de systèmes activés de part et d'autre du joint pour laquelle la transmission du glissement s'est facilement produite (en vert sur le schéma). En revanche, il existe pour ces mêmes grains, une paire de systèmes de glissement associée à une non transmission de la déformation plastique (en rouge sur le schéma) ayant aboutit au développement d'un micro-volume. Il en va de même avec les deux grains de la **Figure III - 15 c).**

Une configuration un peu plus complexe est présentée sur la **Figure III - 15 b)**. Sur cette image le grain le plus sombre est coupé en deux (grain 1 et grain 2) par une macle (en clair). Là encore il existe une paire de systèmes de glissement (en vert sur le schéma de principe de la **Figure III - 15 b)**) pour laquelle le glissement s'est transmis du grain 1 au grain 2 en traversant la macle (donc deux joints de macle). Dans le cas de la paire de systèmes de glissement rouges, un micro-volume s'est développé au joint de macle.

Ces deux exemples illustrent le fait que pour deux mêmes grains (ou pour un grain et une macle) la déformation plastique a pu dans un cas traverser le joint et dans l'autre non avec pour conséquence le développement d'un micro-volume. Ceci montre que le seul contraste de facteur de Schmid maximum entre grains voisins ne suffit pas à expliquer la formation des micro-volumes.

D'autres éléments viennent renforcer ce point :

- Des micro-volumes ont été observés au niveau de joints de grains séparant deux grains ayant la même aptitude au glissement (même facteur de Schmid maximal), voir **Figure III - 16**.

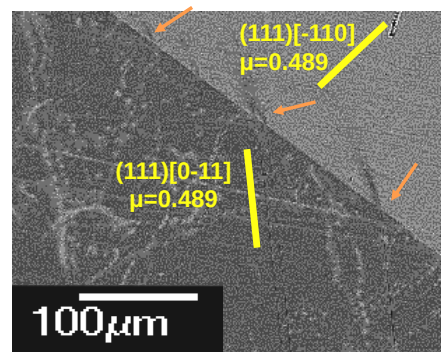


Figure III - 16 : Micro-volumes à l'interface entre deux grains de même facteur de Schmid maximal

- Dans le cas de grains conduisant à un fort contraste de valeur de facteur de Schmid, les micro-volumes semblent se développer indifféremment dans le grain le plus « dur » ou le plus « mou », voir **Figure III - 19**.

Désorientation cristallographique entre grains voisins

De nombreuses études dont [Miao, 2012], [Zhang, 1999] traitent de la désorientation cristallographique entre grains voisins dans l'analyse de l'amorçage de fissures intergranulaires. Pour rappel, la désorientation cristallographique d'un joint de grains peut être décrite par l'angle θ autour d'une direction cristallographique choisie $[u \ v \ w]$ permettant le passage d'un réseau à l'autre.

Pour évaluer si cette caractéristique locale influence l'apparition des micro-volumes, la distribution de désorientation des joints de grains contenant au moins un micro-volume a été comparée à celle de tous les joints de grains de la partie utile d'une éprouvette (**Figure III - 17**). Les éprouvettes testées dans cette étude n'étant pas texturées, la distribution théorique proposée par Mackenzie, des désorientations d'un matériau parfaitement non texturé [Mackenzie, 1958] est également représentée en rouge sur **Figure III - 17** à titre de comparaison. La seule différence notable entre la distribution correspondant à tous les grains et celle de Mackenzie concerne le fort pic à $\theta=60^\circ$ associé aux nombreuses macles présentes dans l'Udimet 720 [Priester, 2006].

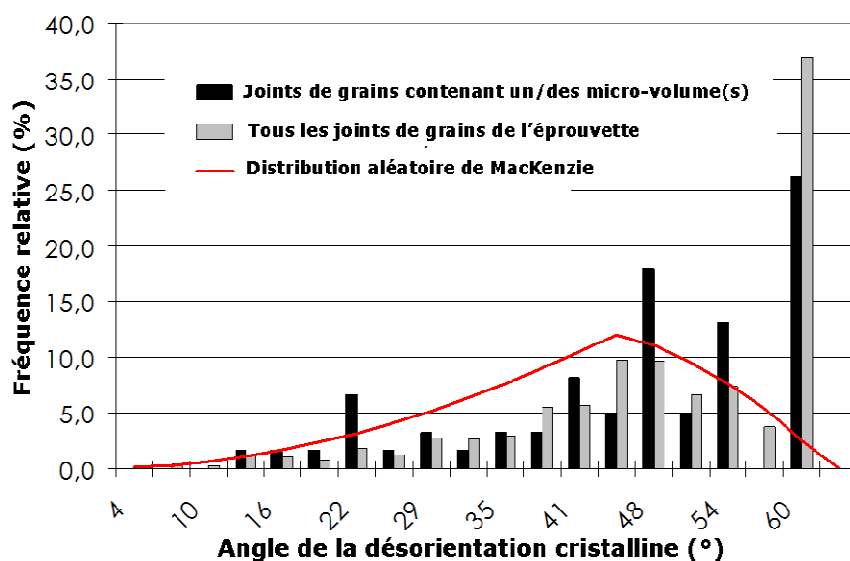


Figure III - 17 : Fréquence relative des angles de désorientation cristalline entre grains voisins pour les joints de grains contenant un/des micro-volume(s) et tous les joints de grains

Le nombre total de joints de grains de l'éprouvette (en gris) étant bien supérieur à celui des joints contenant un/des micro-volume(s), la distribution de désorientation pour tous les joints est plus régulière et statistiquement plus « fiable » que la distribution correspondant aux micro-volumes. Pour autant, les tendances sont similaires entre ces deux distributions avec un premier maximum au voisinage de 48° et un pic très important correspondant aux macles. Les **Figure III - 15 b)** et **Figure III - 16** constituent deux exemples de micro-volumes s'étant développés au niveau d'un joint de macle (configurations participant au pic à 60° de la **Figure III - 17**).

Un enseignement de ces distributions est que les configurations impliquant un joint de macle sont tout aussi favorable à la formation de micro-volumes que les autres. Aucune distinction ne permet de distinguer significativement ces deux distributions. La désorientation cristallographique entre deux grains voisins ne semble donc pas être un paramètre pertinent pour décrire le développement de micro-volumes.

III.3.1.2 Configuration géométrique des plans de glissement activés de part et d'autre du joint de grains

Dans cette partie, ce sont les aspects géométriques reliant les plans de glissement activés de part et d'autre du joint de grains qui ont été pris en compte, notamment les angles de TILT et de TWIST. La définition et le calcul de ces angles ont été traités dans la partie II.3.2.3. De récentes études tendent en effet à montrer qu'il est pertinent de prendre en compte de tels paramètres géométriques dans l'analyse de l'amorçage et de la propagation de fissures [Roters, 2010], [Patriarca, 2013], [Abuzaid, 2013], [Dönges, 2013] et pas uniquement des relations de désorientation globale de grain à grain comme cela a pu être réalisé par ailleurs [Miao, 2012] (voir aussi 0).

Cette analyse a donc été réalisée sur un nombre important de joints de grains de différentes éprouvettes. Il s'avère que deux configurations géométriques différentes peuvent être considérées selon que la transmission de la déformation plastique entre grains est facile ou complexe. Une transmission facile de la déformation plastique (glissement) au travers du joint de grains correspond à des plans de glissement de part et d'autre du joint, aux normales coplanaires (ou proche de l'être à $\pm 30^\circ$), comme cela est illustré sur la **Figure III - 18**. Sur cette figure les deux normales aux plans activés sont coplanaires à 28° près. Toutes les situations par lesquelles une transmission aisée de glissement est constatée, correspondent à ce type de configuration. L'ensemble des analyses réalisées tend à montrer qu'aucun micro-volume ne se forme pour un angle de TWIST inférieur à 30° .

A l'opposé, pour toutes les configurations associées au développement d'un micro-volume au joint de grains, un angle de TWIST entre plans de glissement élevé supérieur ou égal à 55° a été constaté. La transmission du glissement plastique s'avère impossible dans une telle configuration comme cela est illustré sur la **Figure III - 19** (voir également **Figure III - 1**).

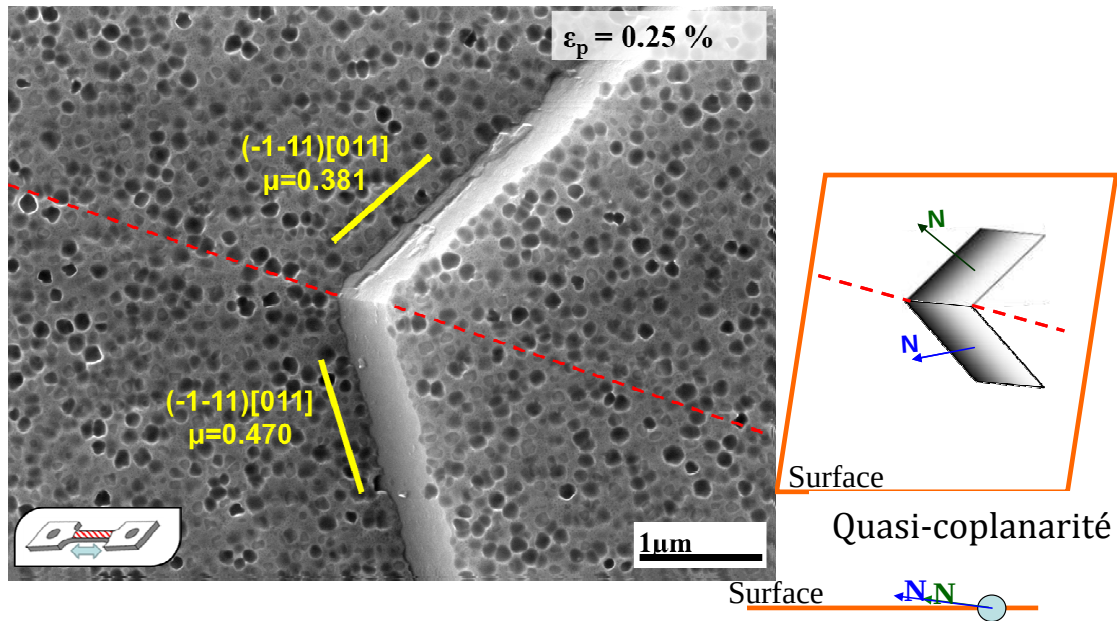


Figure III - 18 : Plans de glissement activés de part et d'autre d'un joint de grains associés à une transmission du glissement (Microstructure GG/ γ' fins, traction monotone à 20 °C)

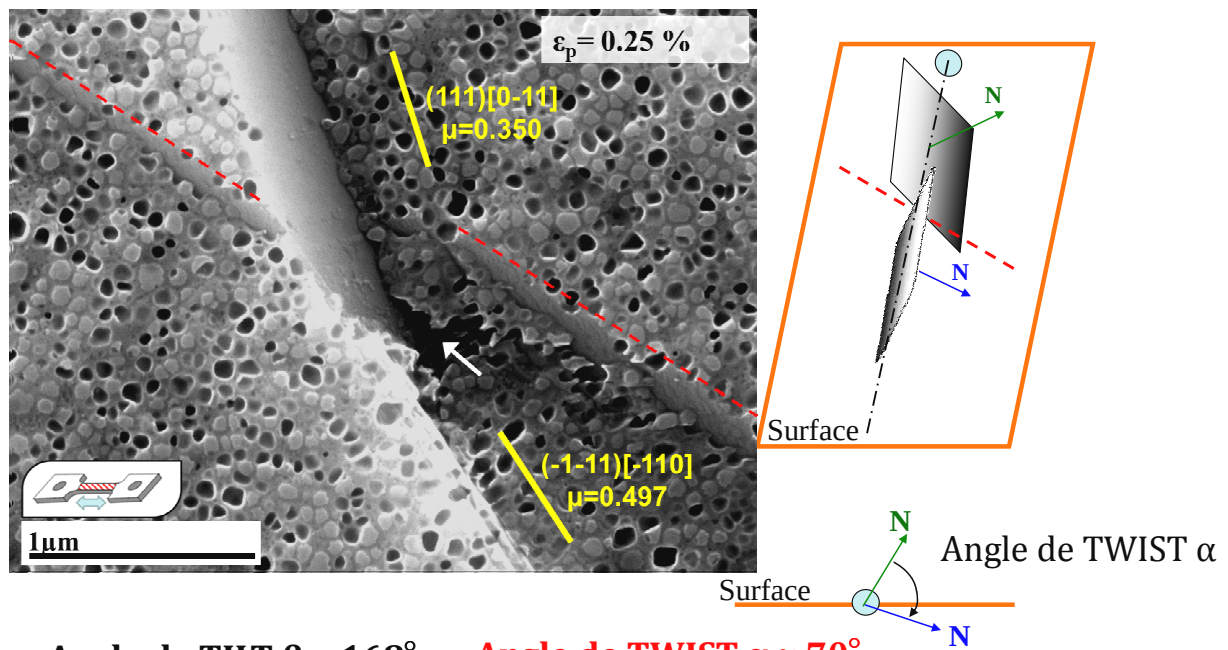


Figure III - 19 : Plans de glissement activés de part et d'autre d'un joint de grains associés à une non transmission du glissement ainsi qu'au développement d'un micro-volume (Microstructure GG/ γ' fins, traction monotone à 20 °C)

Les configurations caractérisées par une valeur intermédiaire d'angle de TWIST ($40^\circ < \text{TWIST} < 55^\circ$) conduisent majoritairement à une non transmission de la déformation plastique sans pour autant générer un/des micro-volume(s) au niveau du joint de grains.

A noter qu'aucune influence de l'angle de TILT n'a pu être constatée sur la nucléation des micro-volumes. Ceux-ci se développent indépendamment de la valeur de cet angle. Le critère angulaire sur l'angle de TWIST permet également de décrire les possibilités de développement de micro-volumes en présence de plusieurs systèmes de glissement comme le montre la **Figure III - 20**. La transmission de glissement est assurée, sur cet exemple, pour un angle de 35° ($<40^\circ$) et un micro-volume s'est formé pour la seconde configuration de glissement pour laquelle l'angle de TWIST est de 62° ($>55^\circ$).

Notons pour les deux configurations de cet exemple que l'angle de TILT est du même ordre ce qui est une autre façon de montrer que ce paramètre β n'influe pas sur la formation des micro-volumes. Alors que la désorientation entre grains voisins et/ou que le contraste de facteur de Schmid maximal ne constituent pas des paramètres pertinents pour expliquer la formation des micro-volumes, l'angle de TWIST entre plans de glissement activés de part et d'autre du joint apparaît d'ordre 1. Rappelons que sur les deux fissures observées sur la **Figure III - 2b)** et la **Figure III - 2 c)** la valeur de cet angle est respectivement de 55° et de 70° .

Les plans de macles étant du type $\{111\}$ (voir II.1.2.2.2) il est possible, dans ce cas, d'affiner le calcul de l'angle de TWIST α en considérant la géométrie 3D réelle de l'interface entre les deux grains. C'est l'objet de l'ANNEXE 4.

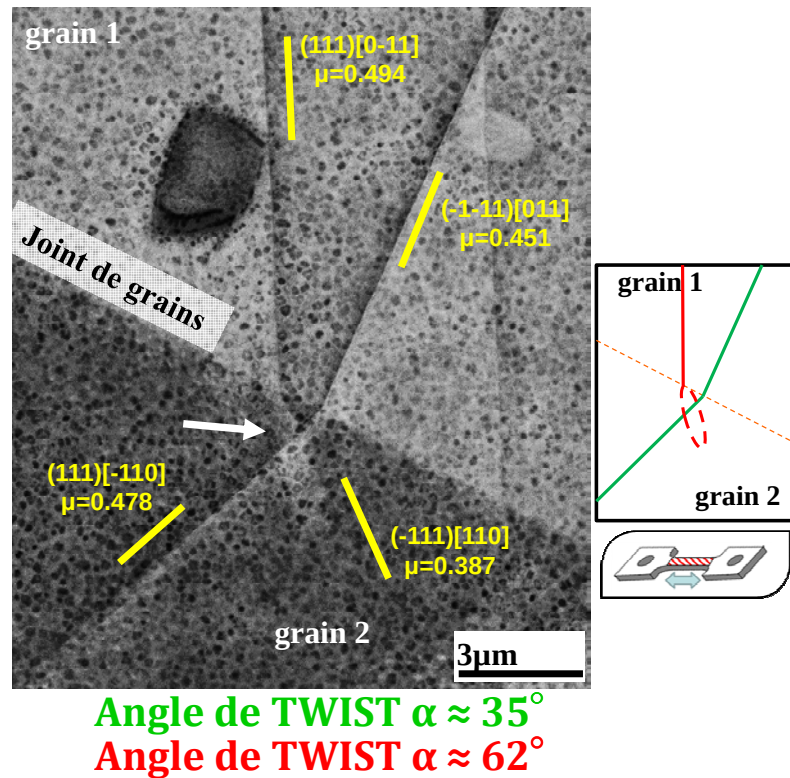


Figure III - 20 : Calcul des angles de TWIST entre paires de systèmes de glissement

III.3.2 Rôle de la microstructure de précipitation sur la formation des micro-volumes

III.3.2.1 Microstructure de précipitation au voisinage du joint de grains

Une étude quantitative du nombre de micro-volumes observés sur les micro-éprouvettes de traction et de fatigue pour les différentes microstructures a été réalisée. Il est évident que la longueur totale du réseau de joint de grains est bien supérieure sur la microstructure Industrielle que sur les microstructures à Gros Grains (comparaison entre la **Figure I - 14** et la **Figure I - 15**). La probabilité d'avoir des micro-volumes augmentant avec le nombre de joint de grains, il a été décidé de rapporter le nombre absolu de micro-volumes à la longueur de ce réseau de joints. L'objectif est de se focaliser sur l'influence de la précipitation γ' sur la formation des micro-volumes en s'affranchissant de l'effet « parasite » que constitue la taille des grains. Sur la **Figure III - 21**, ce n'est donc que la densité linéique de micro-volumes par unité de longueur de joint de grains qui est représentée.

Cette grandeur est calculée à partir des analyses EBSD qui ont notamment permis de récupérer le diamètre équivalent moyen des grains (Diam_{moy}) et le nombre de grains par section utile (N_{grains}). La longueur totale du réseau de joints de grains (L_{joints}) peut être approchée en multipliant le périmètre d'un grain de diamètre Diam_{moy} par le nombre de grains :

$$L_{\text{joints}} = [\pi \times \text{Diam}_{\text{moy}}] \times N_{\text{grains}} \quad \text{Equation III - 1}$$

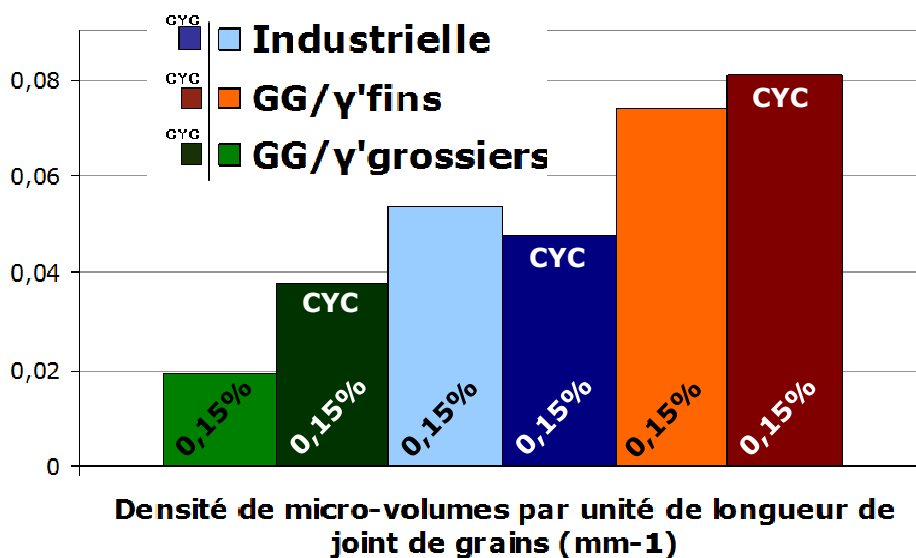


Figure III - 21 : Densités de micro-volumes par unité de longueur de joint de grains obtenues après essais interrompus (à 0,15 % de déformation plastique) en traction monotone et en fatigue à 20 °C

Il ressort de la **Figure III - 21** que la formation des micro-volumes est sensible à l'état de précipitation : plus la précipitation est fine et dense (GG/γ' fins), plus il semble se former des micro-volumes et inversement. Quel que soit le mode de chargement, la microstructure associée à une précipitation fine est celle dans laquelle se développent le plus de micro-volumes suivie par la microstructure Industrielle (dont la précipitation est de taille «intermédiaire»). La microstructure dont la précipitation γ' intragranulaire est grossière semble, quant à elle, moins sensible à l'apparition d'un tel mécanisme (les tailles moyennes des précipités intragranulaires des trois microstructures traitées dans cette partie ont été détaillées dans le paragraphe I.2.2.2). Ces analyses se font sur la base des mesures quantitatives effectuées sur la taille des précipités à coeur de grains pour les trois microstructures. En toute rigueur, il serait nécessaire de quantifier la taille des précipités au voisinage des joints de grains dans une bande de largeur au moins équivalente aux plus longs micro-volumes détectés. Cela n'a pas été réalisé. Cependant, les trois microstructures étudiées ne présentent pas de zone déplétée en précipités γ' importante et si une telle zone apparaît parfois le long de certains joints de grains, son épaisseur est minime. La plus grande facilité à former des micro-volumes pour les microstructures à précipitation fine est associée au confinement prononcé des processus de plasticité. Les rotations cristallines et les contraintes locales qui en résultent peuvent plus difficilement se relaxer en présence de cette précipitation fine et homogène.

Un autre aspect est à considérer pour expliquer les résultats présentés sur la **Figure III - 21**. Pour un même niveau de déformation plastique cumulée de 0,15 % (obtenu en traction monotone ou de manière cyclique) la microstructure à précipitation grossière (GG/γ' grossiers) compte plus de bandes de glissement que la microstructure à précipitation fine (GG/γ' fins) pour une même structure granulaire (voir **Figure II - 30**). Faisons l'hypothèse qu' à iso-niveau de déformation plastique cumulée, plus le nombre de bandes de glissement activés est important, plus la déformation assurée par chaque bande est faible. Dans ce cas, c'est dans la microstructure GG/γ' fins que les bandes seront individuellement les plus intenses en portant plus de glissement, favorisant ainsi le développement des micro-volumes par une plus forte concentration de contrainte au joint de grains. La réalisation d'essais spécifiques présentés dans le chapitre IV a notamment permis de mettre à l'épreuve une telle hypothèse.

Il est intéressant à ce stade de l'étude de faire un parallèle entre la **Figure III - 21** et les durées de vie obtenues lors des essais de fatigue oligocyclique sur macro-éprouvettes cylindriques (**Figure I - 48**).

En effet, la microstructure la plus sensible à l'apparition des micro-volumes en raison de sa fine précipitation (GG/γ' fins) est également celle pour laquelle les durées de vie lors des essais de

fatigue à 20 °C sont radicalement plus courtes que les autres. En revanche, les deux autres microstructures qui conduisent, à 20 °C, à des durées de vie relativement proches présentent des densités de micro-volumes également proches.

« Doit-on faire le lien avec un amorçage de fissures plus précoce qui contribuerait à réduire la durée de vie ? »

III.3.2.2 Qu'en est-il des autres alliages ?

III.3.2.2.1 Présentation des alliages considérés

Afin d'approfondir la compréhension de l'influence de la précipitation intragranulaire sur le développement des micro-volumes, des essais de traction monotone interrompus à une déformation plastique de $\epsilon_p = 0,15 \%$ similaires à ceux présentés dans la partie II.2.2.2.1 du Chapitre II ont été réalisés sur d'autres matériaux. Les alliages considérés sont soit durcis par différents types de précipitation soit uniquement par solution solide. Ces différents alliages sont :

- Un autre superalliage à base de Nickel durci par une fine précipitation de particules γ' , l'AD730TM [Devaux, 2012] (noté AD730 dans le reste du rapport). Dans cette étude l'AD730 étudié a été fourni par Aubert & Duval et a été traité supersolvus (1120 °C/4 h) afin d'obtenir une microstructure à gros grains (voir **Tableau III - 2**) associée à une précipitation intragranulaire bimodale très fine [Devaux, 2014] (légèrement plus fine que celle de l'U720 de microstructure GG/ γ' fins présentée dans la partie I.2.2.2).
- Un superalliage à base de Nickel, l'alliage 718. Cette étude spécifique a porté sur deux états métallurgiques différents obtenus par traitement(s) thermique(s) d'une même et unique matière initiale issue d'un feuillard de 270 μm d'épaisseur, préalablement laminé et recuit en vue d'une recristallisation [Texier, 2010] :
 - L'une de ces microstructures est durcie par précipitation de phase γ' $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$ et surtout de phase γ'' Ni_3Nb et sera notée 718 DP dans le mémoire. Le traitement thermique ayant permis l'obtention d'une telle microstructure consiste en une mise en solution sous vide de 2 heures à 1020 °C suivie d'une trempe eau, puis de deux traitements de revenu. Le premier de ces revenus a été

réalisé à 720 °C sous vide pendant 8h suivi d'un refroidissement lent (50 °C/h), le second a été réalisé à 620 °C sous vide pendant 8 h suivi d'une trempe air.

- La seconde de ces microstructures, obtenue après une trempe eau très sévère à l'issue d'une mise en solution sous vide de 2 heures à 1020 °C, est durcie uniquement par solution solide. Cet état sera noté 718 SS.

Les tailles de grains de ces deux versions de l'alliage 718 sont récapitulées dans le **Tableau III - 2**.

- Un superalliage à base de Nickel, le HaynesTM Alloy 230, noté Ha230 dans la suite du chapitre. Cet alliage a été fourni par Haynes international à l'état laminé puis traité thermiquement à 1120 °C (état Mill Annealed [HaynesIntl, 2002]). Il est principalement durci par solution solide bien que la présence dans la matrice austénitique de carbures primaires et secondaires riches en Chrome ($M_{23}C_6$) renforce cette dernière en épinglant les dislocations [Veverkova, 2008]. Là encore, la taille de grains est récapitulée dans le **Tableau III - 2**.
- Un acier inoxydable austénitique AISI 316L (AFNOR Z3 CND 17-12 ; la notation 316L sera utilisée par la suite). Réceptionné sous la forme d'une tôle laminée de 26 mm d'épaisseur à l'état hypereutecté, le matériau a subi un nouveau traitement d'homogénéisation. Le traitement thermique consiste en un maintien d'1h sous vide secondaire (10^{-4} mbar) à 1050 °C suivi d'une trempe à l'eau [Mineur, 2000]. Le matériau obtenu est alors très peu texturé.

Le **Tableau III - 1** donne la composition chimique de ces alliages tandis que le **Tableau III - 2** récapitule quelques-uns des paramètres microstructuraux de ces différents alliages :

	Ni	Cr	Co	Ti	Mo	Al	W	C	B	Zr	Fe	Mn	Mg	Nb	Si	La	N	P	Cu
U720 Li Wt(%)	base	16,2	14,5	5	2,9	2,5	1,2	0,016	0,016	0,043	0,28	-	-	-	-	-	-	-	-
Alliage 718 Wt (%)	base	18,3	0,022	1,05	-	0,48	-	0,034	0,004	-	18	0,046	0,006	5,17	0,031	-	-	-	-
Ha230 Wt (%)	base	22	5	-	2	0,3	14	0,1	0,015	-	3	0,5	-	-	0,4	0,02	-	-	-
AD730 Wt(%)	base	15,7	8,5	3,4	3,1	2,25	2,7	0,015	0,01	0,03	4	-	-	1,1	-	-	-	-	-
316L Wt(%)	11,9	17,5	0,19	-	2,25	-	-	0,022	0,009	-	base	1,69	-	-	0,31	-	0,07	0,02	0,1

Tableau III - 1 : Composition chimique (en pourcentage massique) des différents alliages étudiés

Alliage	Version	Taille moyenne de grains	Précipitation
U720 Li	GG/ γ' fins	350 μm	Précipitation γ' bimodale fine
U720 Li	Industrielle	70 μm (Taille de grains bimodale)	Précipitation γ' bimodale coalescée
Alliage 718	718 SS	~40 μm	Pas de précipités - Solution solide
Alliage 718	718 DP	~40 μm	Précipitation $\gamma'' + \gamma'$
Ha230	-	~40 μm	Pas de précipités - Solution solide + présence de carbures intragranulaires
AD730	-	~350 μm	Précipitation γ' bimodale très fine
316L	-	~40 μm	Pas de précipités - Solution solide

Tableau III - 2 : Récapitulatif de quelques paramètres microstructuraux des différents alliages étudiés

III.3.2.2.2 Mécanismes de déformation de ces alliages en traction monotone

Des essais de traction monotone ont été réalisés à partir de micro-éprouvettes suivant le protocole présenté dans la partie II.2.2.2.1 et pour tous les alliages présentés précédemment.

- **Cas de l'AD730 :**

L'AD730 est incontestablement l'alliage, parmi ceux présentés ci-dessus, dont la chimie et la microstructure se rapprochent le plus de celles de l'Udimet 720. Quelques micrographies caractéristiques de la surface d'une micro-éprouvette déformée plastiquement sont présentées sur la **Figure III - 22**. A l'instar de ce qui a été observé sur l'Udimet 720, de nombreuses bandes de glissement ont été mises en évidence par microscopie électronique à la surface de l'éprouvette déformée (**Figure III - 22 a), b) et c)**).

La transmission de ces bandes au travers des joints de grains et de macles est généralement aisée (**Figure III - 22 a)**).

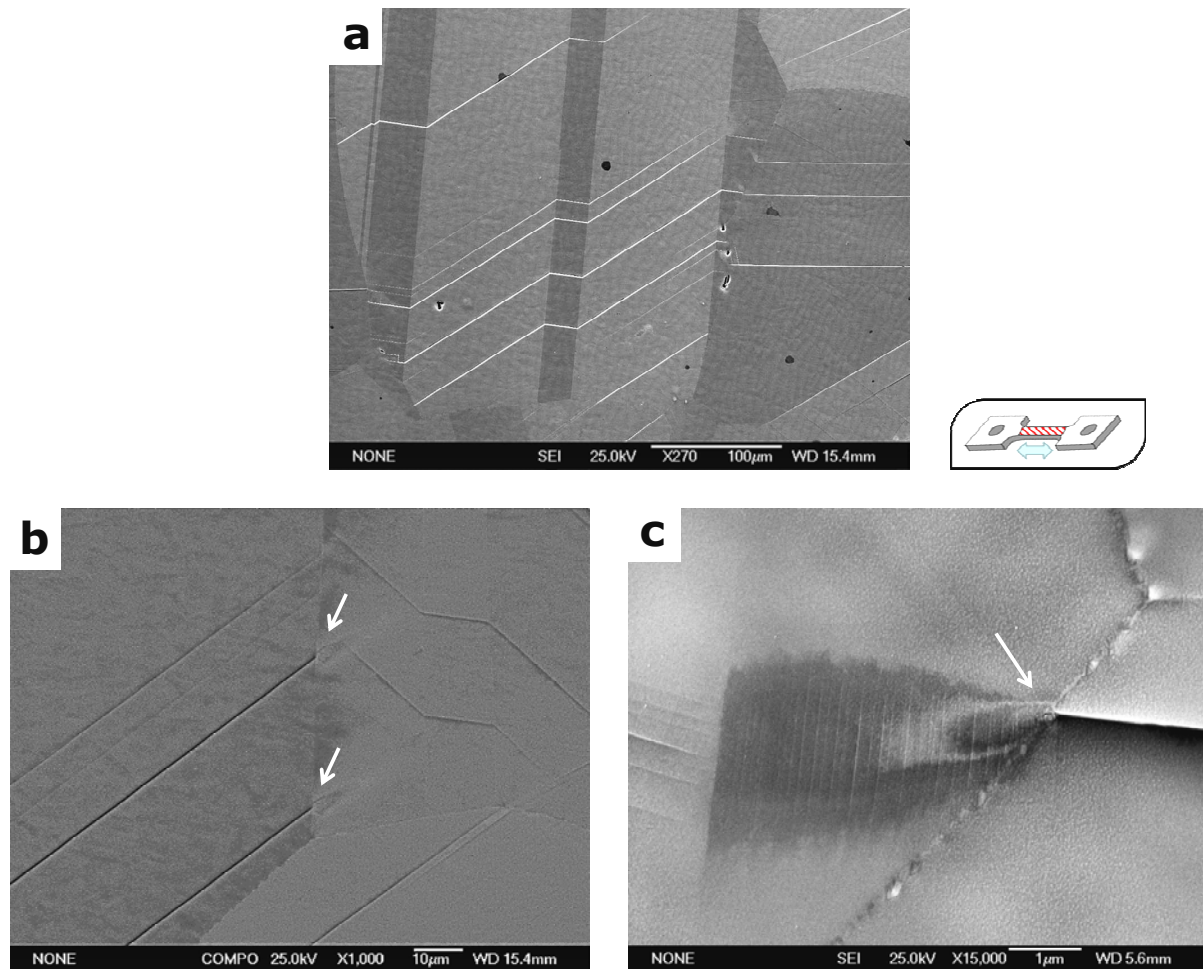


Figure III - 22 : Observation de la surface d'une micro-éprouvette en AD730 déformée plastiquement ($\epsilon_p = 0,15 \%$) en traction monotone à 20 °C où
a) illustre la majorité des configurations existantes pour lesquelles le glissement se transmet facilement
b) et c) montrent des configurations singulières avec développement de micro-volumes

Par contre, dans un certain nombre de configurations (par exemple celles de la Figure III - 22 b) et de la Figure III - 22 c)) la transmission de ce glissement plastique n'a pas pu se produire d'un grain à son voisin et des micro-volumes se sont formés (flèches blanches sur les Figure III - 22 b) et Figure III - 22 c)).

Les contrastes obtenus par imagerie en électrons rétrodiffusés sont du même type que ceux détectés pour l'Udimet 720. Comme pour l'Udimet 720, la plupart des micro-volumes ne présentent aucune activité plastique (Figure III - 22 b)). Pour quelques configurations on note la présence de bandes de glissement marquées, confinées au sein du micro-volume (Figure III - 22 c)).

Bien qu'il n'ait pas été quantifié, on constate que le nombre de micro-volumes dans l'éprouvette en AD730 est très important et nettement supérieur à celui constaté sur les éprouvettes en Udimet 720 pour un même niveau de déformation plastique.

La précipitation γ' de cette microstructure d'AD730 étant plus fine que celle des microstructures étudiées d'Udimet 720 [Devaux, 2014], cela semble renforcer la conclusion précédemment dressée du rôle joué par la précipitation dans le développement des micro-volumes.

- **Cas de l'alliage 718 sous deux formes microstructurales :**

Les observations réalisées sur l'éprouvette en Alliage 718 dans sa version 718DP (version durcie par précipitation) sont de même nature. En effet, si les configurations où le glissement se transmet aisément d'un grain à son voisin sont de loin les plus nombreuses, des micro-volumes ont été identifiés au niveau de certains joints de grains (flèches blanches sur la **Figure III - 23**).

Certains de ces micro-volumes (**Figure III - 23 a) et b)**) présentent des traces d'activité plastique localisée alors que d'autres non (**Figure III - 23 c) et d)**). Ces observations ne diffèrent donc en rien de celles réalisées sur l'Udimet 720 et sur l'AD730.

En revanche, il est très intéressant de comparer ces observations avec celles faites sur l'éprouvette du même alliage (même composition chimique) durci par solution solide (718SS). La **Figure III - 24** est caractéristique de tous les joints de grains associés à une non transmission de la déformation plastique. Dans ce cas, aucun contraste particulier n'apparaît à l'extrémité des bandes de glissement ; aucun micro-volume n'a été détecté sur l'ensemble de l'éprouvette malgré des observations systématiques.

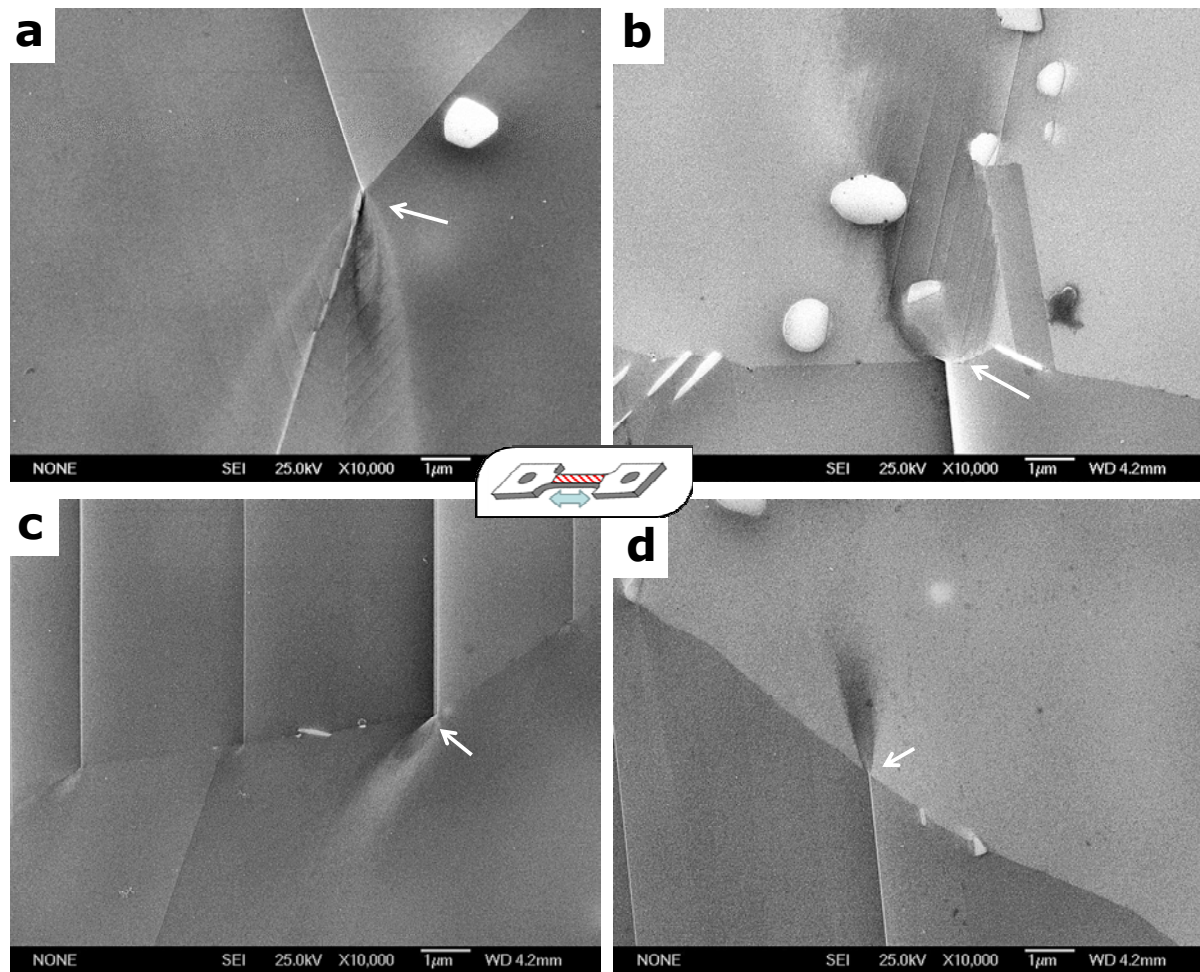


Figure III - 23 : Observation de la surface d'une micro-épreuve en 718DP déformée plastiquement ($\epsilon_p = 0,15\%$) en traction monotone à 20 °C. Des flèches blanches mettent en évidence des micro-volumes en a), b), c) et d)

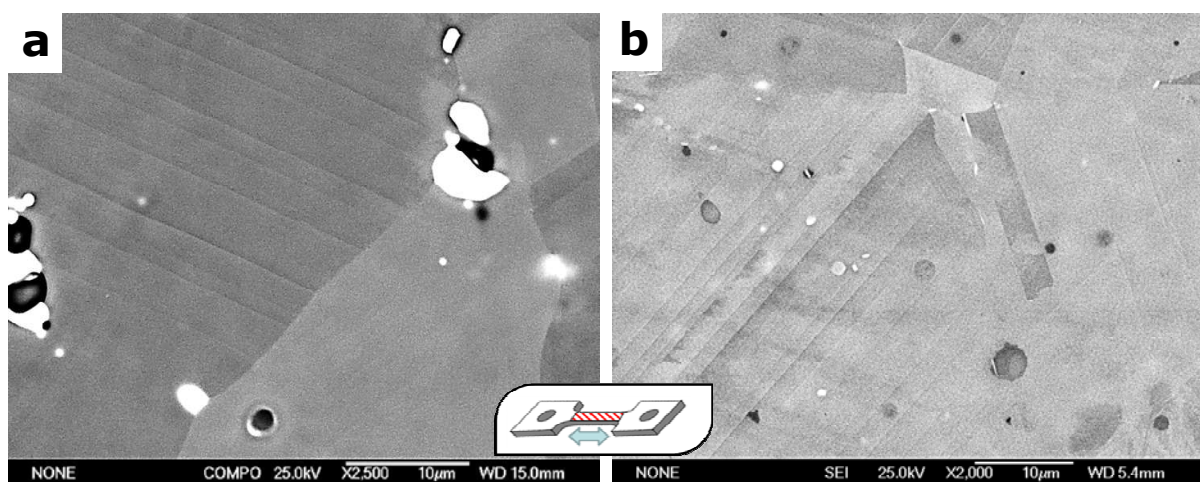


Figure III - 24 : Observation de la surface d'une micro-épreuve en 718SS déformée plastiquement ($\epsilon_p = 0,15\%$) en traction monotone à 20 °C

Il est donc clair que l'absence de précipités limite le confinement de la plasticité aux extrémités des bandes de glissement. Dans ces conditions d'ailleurs, le nombre de bandes de glissement par grain est bien supérieur à celui constaté sur l'état 718DP pour le même niveau de déformation.

- **Cas de l'acier austénitique 316L :**

Les observations réalisées sur cet alliage sont très ressemblantes avec celles faites sur l'alliage 718SS : aucun micro-volume n'a été identifié sur toute la partie utile de la micro-éprouvette déformée plastiquement en traction monotone et cela malgré la présence de nombreuses bandes de glissement. Là encore, l'absence de précipités contribue à une plasticité plus répartie qui ne conduit pas à la formation de micro-volumes au niveau des joints de grains.

- **Cas de l'Ha230 :**

Compte tenu de ce qui a été démontré pour les précédents alliages, l'absence d'une précipitation fine au coeur des grains et au voisinage des joints laisse présager l'absence de micro-volumes. La réalité s'avère être plus complexe. Pour la majorité des configurations intergranulaires qui rendent la transmission de glissement difficile, il n'est effectivement pas observé de micro-volumes. Cependant, dans quelques rares cas (Figure III - 25), un contraste de nature similaire est constaté. La taille des zones concernées est très petite et leur contour nettement moins bien défini que dans le cas des micro-volumes identifiés sur les autres matériaux.

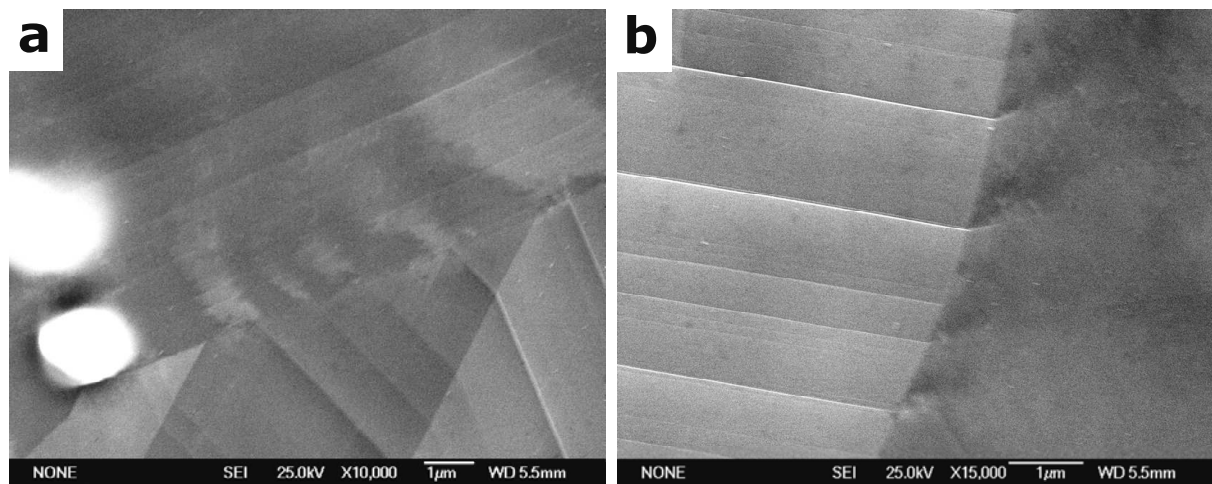


Figure III - 25 : Observation de la surface d'une micro-éprouvette en Ha230 déformée plastiquement ($\epsilon_p = 0,15\%$) en traction monotone à 20 °C

Ces contrastes correspondent probablement à un début de micro-volumes. L'origine de ce processus pourrait être liée à la présence d'une très fine précipitation homogène de carbures secondaires $M_{23}C_6$ aptes à modifier le comportement de ce matériau [Vecchio, 1995].

III.4 Synthèse

Les conditions favorables à l'apparition de micro-volumes au niveau de certains joints de grains ont été caractérisés. Clairement ce processus se développe à l'interface entre deux grains lorsque le glissement plastique activé dans un de ces grains ne peut se transmettre à son voisin. La désorientation cristalline d'un grain à l'autre n'explique nullement la formation de micro-volumes. Par contre l'analyse systématique des configurations entre systèmes de glissement de part et d'autre du joint de grains a permis de montrer que les micro-volumes ne se forment que pour des angles de 'TWIST' élevés (supérieurs à 55 °). L'angle de 'TILT' est par contre sans influence sur ce processus. Un fort contraste de facteur de Schmid entre systèmes de glissement activés dans chaque grain pourrait avoir un rôle aggravant dans le développement de micro-volumes mais, en aucun cas, il ne constitue une condition nécessaire à leur développement.

Si des micro-volumes ont été observés dans toutes les micro-éprouvettes déformées en Udimet 720, leur développement plus ou moins important est associé à la précipitation γ' au voisinage du joint de grains. Une précipitation γ' fine et dense favorise une localisation marquée de la déformation et entraîne la formation d'un grand nombre de micro-volumes. Au contraire, pour une taille de grains identique, une précipitation plus grossière diminuera le nombre de micro-volumes.

Des essais similaires réalisés sur d'autres alliages ont permis de montrer que la formation de ces micro-volumes est fortement associée à la présence d'une précipitation fine et homogène qui confine la plasticité.

Très peu d'articles traitent de la formation de ces micro-volumes et aucun, à notre connaissance, de leur contribution à l'amorçage de fissures de fatigue intergranulaires. Il a pourtant été démontré dans la partie précédente (II.3) que ce mécanisme n'est pas spécifique à l'Udimet 720 et que de nombreux alliages sont potentiellement concernés.

La raison à cela est tout d'abord qu'une telle localisation de la déformation nécessite qu'au moins trois conditions soient simultanément remplies :

1) Un mode de sollicitation mettant en jeu de faibles niveaux de déformation plastique, tels que ceux rencontrés en fatigue LCF. Des gradients de niveaux de contrainte/déformation prenant des formes analogues aux micro-volumes ont bien été mis en évidence au niveau des joints de grains de certains alliages métalliques [Britton, 2012], [Guo, 2014]. Néanmoins, les relativement fortes amplitudes de déformation considérées dans ces études (respectivement $\epsilon_p \approx 2,5\%$, $\epsilon_p \approx 1\%$) ont conduit à des profils de contrainte/déformation plus étendus et/ou diffus comme l'illustre la Figure III - 26 tirée de [Britton, 2012]. Aucune analyse des conditions locales favorisant ce processus n'a été proposée et le lien avec l'endommagement n'y est pas traité.

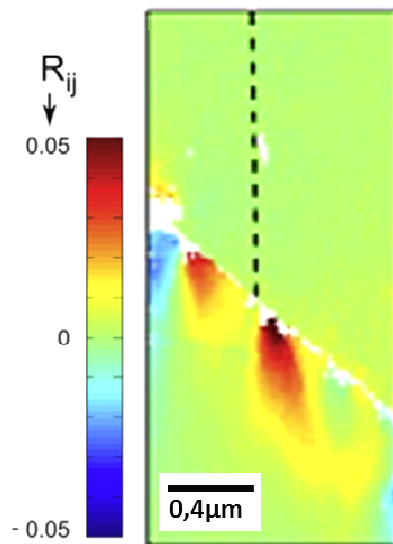


Figure III - 26 : Variations du tenseur des rotations élastiques mesurées par EBSD haute résolution [Britton, 2012] - Titane pur, $\epsilon_p \approx 2,5\%$, traction, 20 °C

- 2) Une microstructure qui permette le confinement des champs de contrainte/déformation élastiques et plastiques sous forme de micro-volumes : les microstructures des superalliages durcis par précipitation homogène et fine constituent un cas particulièrement favorable.
- 3) Une microstructure à grains suffisamment gros pour favoriser le développement de longues bandes de glissement traversantes. Dans ce cas, les empilements de dislocations au joint de grains (tels que le montre la Figure III - 27 [Lee, 1990]) peuvent générer des contraintes locales très élevées favorables au développement des micro-volumes.

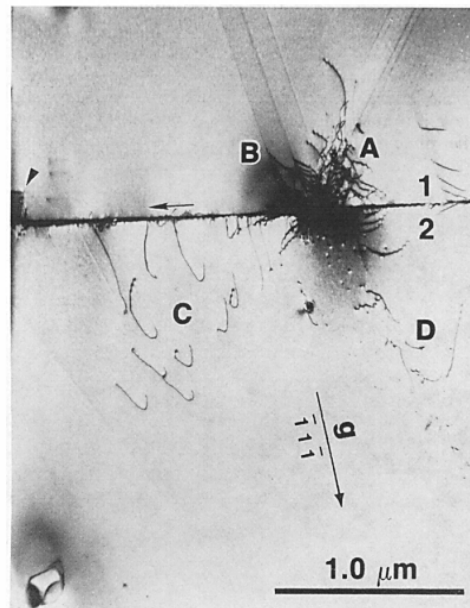


Figure III - 27 : Empilement de dislocations au point d'interaction entre bandes de glissement et joint de grain [Lee, 1990] - Acier inoxydable 310, traction, 20 °C

Une autre raison pour laquelle peu d'études traitent des micro-volumes est que ceux-ci ne peuvent se développer que dans une plage particulière de température propre à chaque alliage. En effet :

- 1) La sollicitation mécanique (monotone, cyclique, ...) doit se produire dans un domaine de température pour lequel la plasticité est indépendante du temps de manière à ce qu'aucune possibilité de relaxation/redistribution des champs mécaniques par viscoplasticité ne soit possible.
- 2) L'une des conditions nécessaires à une forte concentration de contrainte/déformation à l'origine du développement de micro-volumes est que le glissement plastique soit le plus planaire possible. Or la température augmentant, l'énergie de faute d'empilement du matériau (Stacking-Fault Energy : SFE) va augmenter favorisant l'activation facile de glissements déviés aux interfaces bandes de glissement/joint de grain [Lee, 1990]. Un tel processus est susceptible de modifier les conditions de développement des micro-volumes (ce point sera détaillé par la suite).

III.5 Impact de la température sur le développement des micro-volumes

Toutes les analyses présentées à ce stade du manuscrit concernaient le développement des micro-volumes lors d'essais de traction monotone ou de fatigue réalisés à 20 °C et à 465 °C. L'usage de l'Udimet 720 impliquant également des températures plus élevées, il est intéressant d'identifier le domaine de température dans lequel les micro-volumes se forment.

III.5.1 Protocole expérimental

Les essais de traction dont les résultats seront présentés dans cette partie ont été réalisés :

- sur des micro-éprouvettes (plan sur la **Figure II - 14**) de microstructure GG/ γ' fins, préalablement polies (protocole en II.2.2.1)
- sur une machine électromécanique INSTRON 8862 équipée d'un montage spécifique à goupilles (se référer à ce qui est présenté dans la partie II.2.2.2.2) équipée d'un four à lampes
- jusqu'à un niveau de déformation plastique d'environ $\epsilon_p = 0,15 \%$

Au préalable, une calibration thermique a été réalisée afin de déterminer la température de consigne pour que l'éprouvette voie réellement la température souhaitée en milieu de section utile. Les deux thermocouples soudés au milieu de la partie utile et à une extrémité (**Figure III - 28**) ont permis d'évaluer le gradient thermique qui n'excède pas 4 ° dans le domaine de températures explorées.

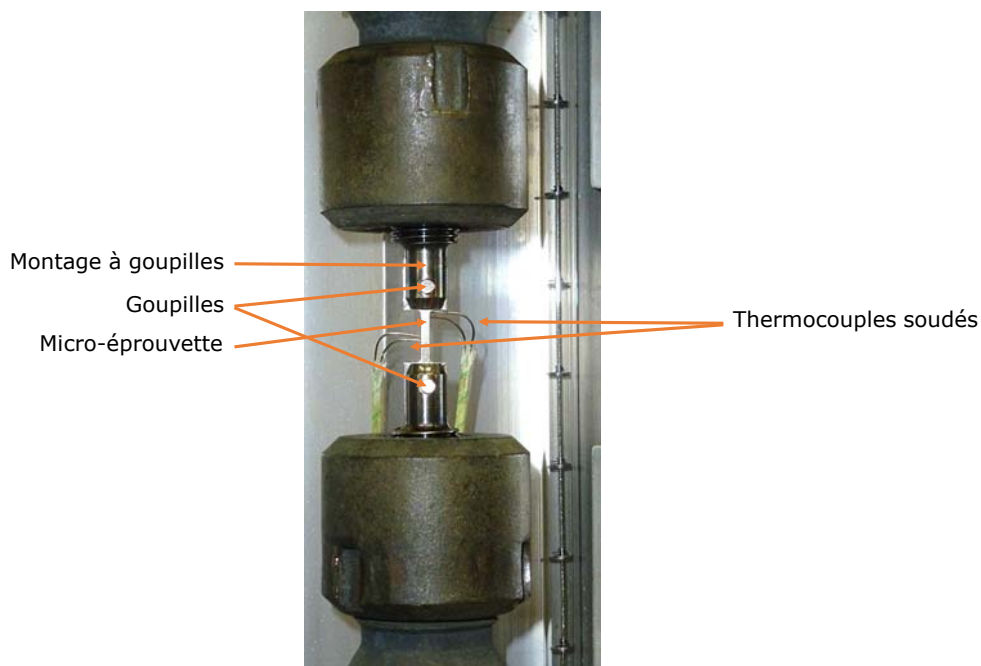


Figure III - 28 : Montage utilisé pour la calibration et les essais en température sur micro-éprouvettes

III.5.2 Observation des éprouvettes après essais

Le temps passé par l'éprouvette en température (temps de chauffe, stabilisation thermique et essai mécanique environ 2h30) est suffisant pour générer une couche d'oxyde en surface de celles-ci. Malheureusement, une telle couche, aussi fine soit-elle, altère considérablement la qualité des micrographies réalisées au MEB. L'imagerie par électrons rétro-diffusés, permettant de mettre en évidence les micro-volumes (voir II.5.2), est particulièrement impactée par la présence de la couche d'oxyde. Il convient donc de procéder à un léger décapage de cette couche avant d'observer la surface des éprouvettes. Le décapage ionique a été préféré au décapage chimique car plus simple à mettre en œuvre et plus facile à contrôler. Par ailleurs, ce décapage n'introduit pas d'écrouissage spécifique. Ce dernier point était nécessaire pour ne pas modifier les états de contrainte élastique à la surface de l'éprouvette et ne pas favoriser artificiellement une relaxation partielle des champs mécaniques dans les éventuels micro-volumes présents. Deux joints de grains présentant des micro-volumes sont illustrés sur la **Figure III - 29**, l'un avant décapage (**Figure III - 29a**)), l'autre après décapage (**Figure III - 29b**)). La **Figure III - 29c**) montre une micro-éprouvette en cours de décapage dans le dispositif.

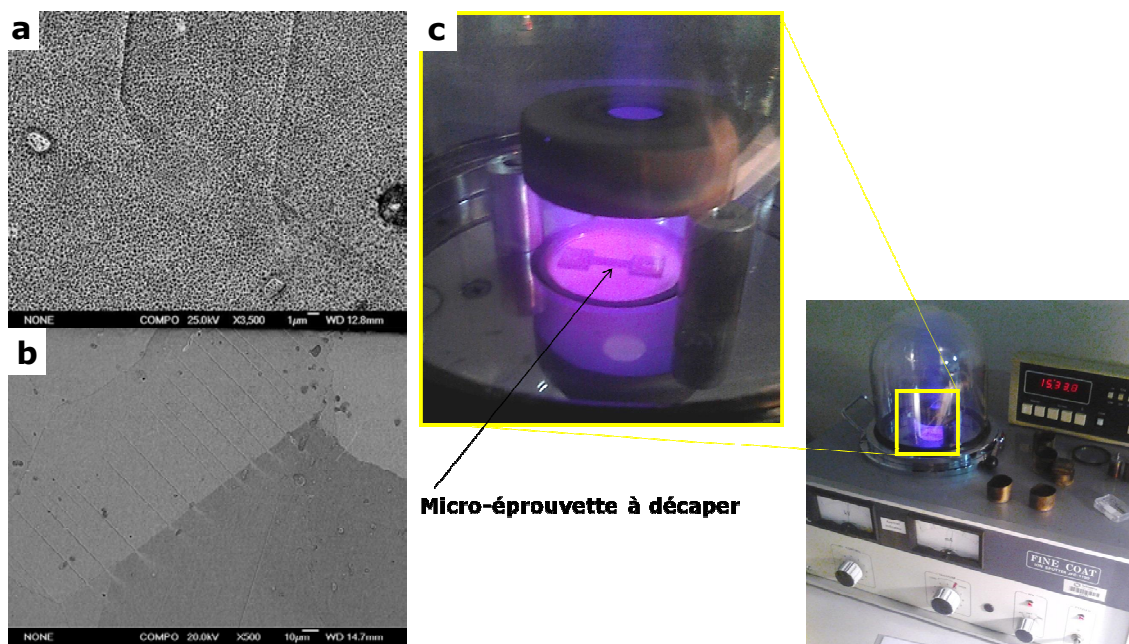
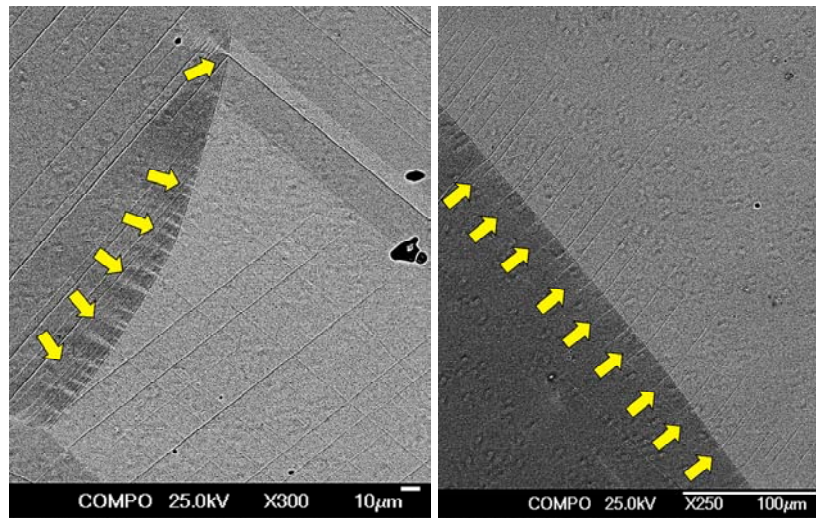


Figure III - 29 : Amélioration des observations MEB par décapage ionique des micro-éprouvettes oxydées

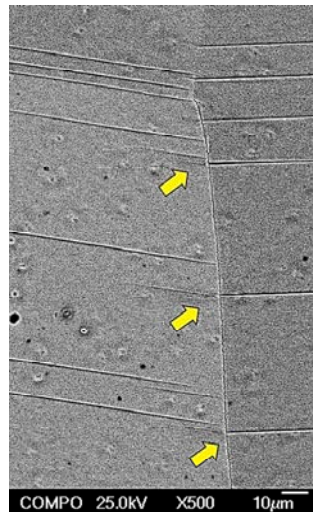
La **Figure III - 310** présente quelques-uns des micro-volumes identifiés au MEB à la surface d'éprouvettes déformées en traction monotone à 500 °C, 550 °C, 600 °C, 650 °C, 700 °C et 750 °C.

Le premier constat est que des micro-volumes ont été mis en évidence sur toutes les éprouvettes en Udimet 720 (GG/ γ' fins) quelle que soit la température de l'essai.

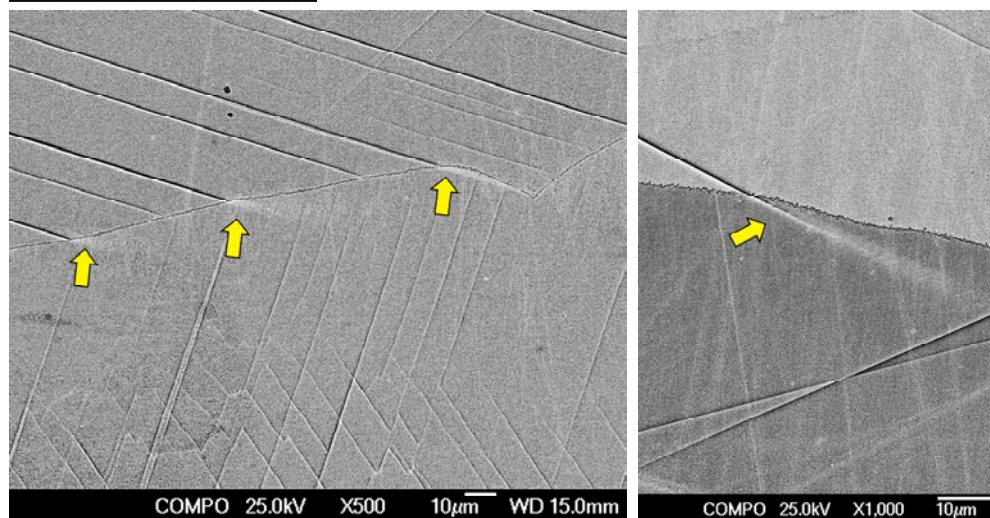
500°C



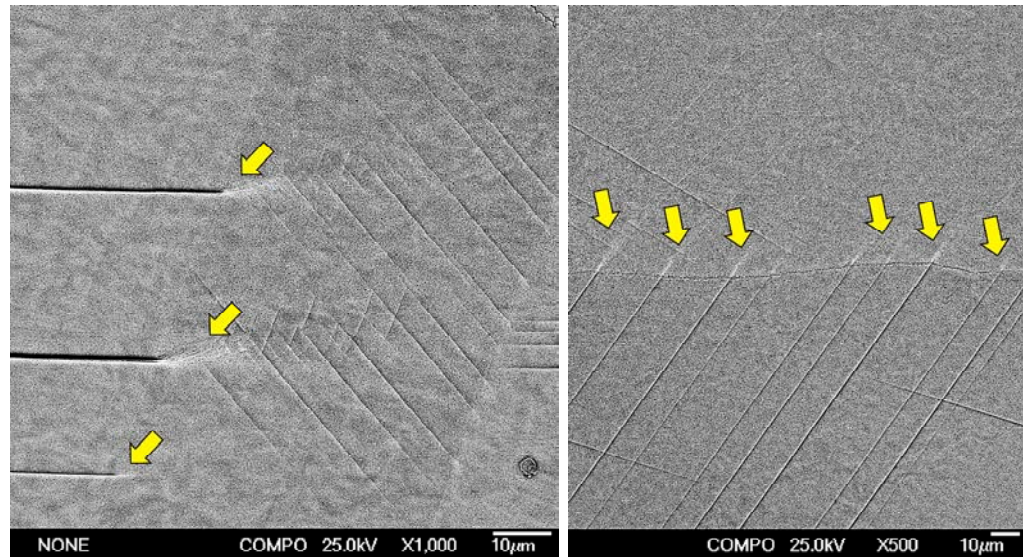
550°C



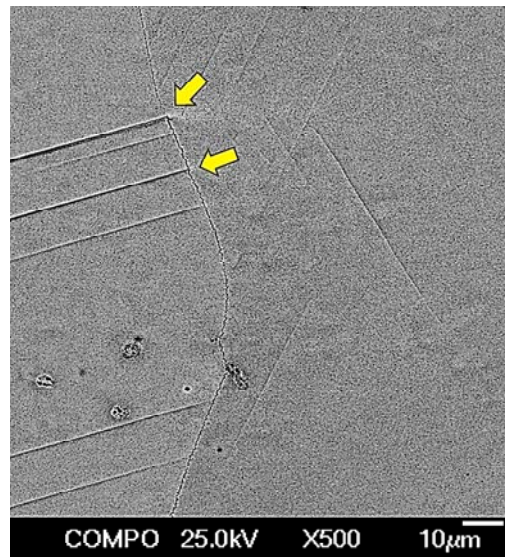
600°C



650°C



700°C



750°C

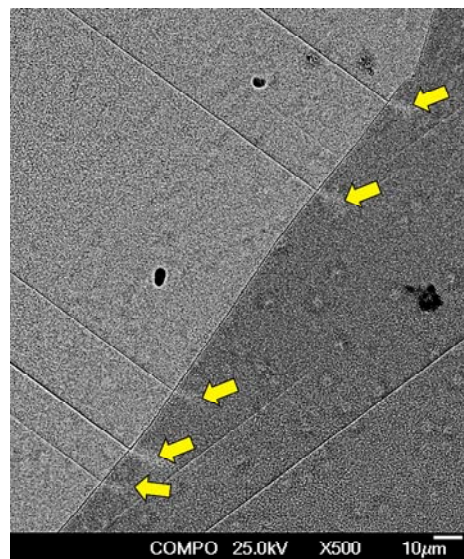


Figure III - 30 : Exemples de micro-volumes observés sur les micro-éprouvettes de traction déformées en température jusqu'à $\epsilon_p = 0.15 \%$

A l'image de ce qui a été réalisé précédemment pour 20 °C et 465 °C, le nombre de micro-volumes par unité de longueur de joint de grains a été estimé pour chacune des températures. Les résultats sont représentés graphiquement sur la **Figure III - 31** sur laquelle ont été ajoutées les données des essais réalisés à 20 °C et 465 °C précédemment présentées (partie II.4.2.3). Avant d'analyser cet histogramme, il convient de souligner que les configurations intergranulaires qui sont favorables au développement de micro-volumes peuvent conduire à la formation d'un seul micro-volume par joint ou d'un plus grand nombre si le joint concerné est particulièrement long en surface, ce qui ne dépend que du plan de coupe. Les **Figure III - 23 d)**, **Figure III - 5 b)**, **Figure III - 31** illustrent cet aspect.

La nature des configurations cristallines locales qui favorisent la formation des micro-volumes (notamment l'angle de TWIST) étant la même tout au long d'un joint de grains, il a été décidé de quantifier le nombre de ces configurations qu'elles conduisent à un seul ou à plusieurs micro-volumes. Ces données sont proposées sur la **Figure III - 32** en superposition au précédent histogramme.

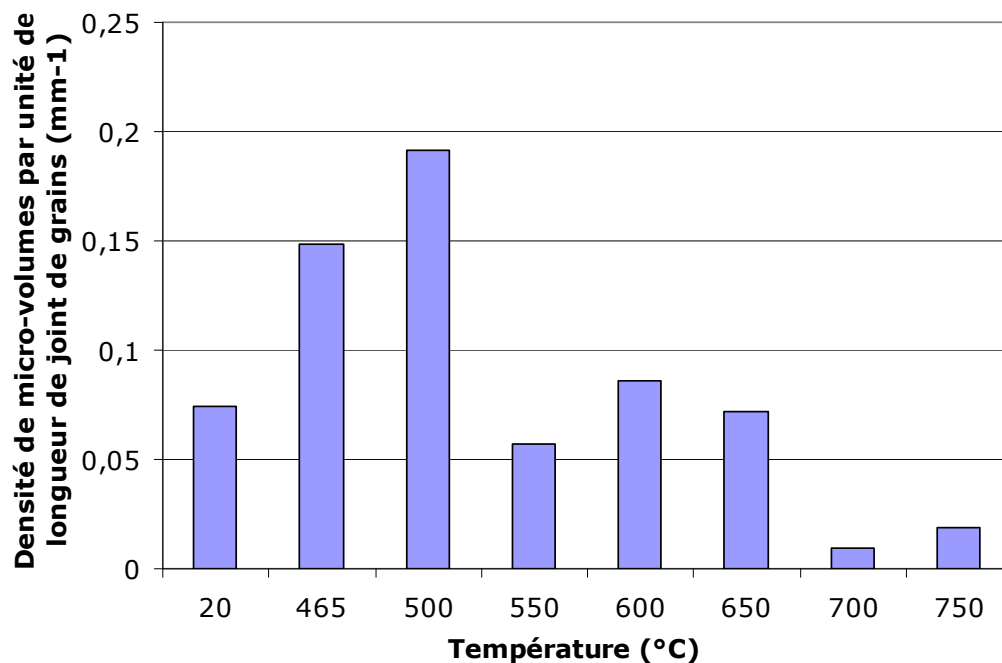


Figure III - 31 : Densité de micro-volumes par unité de longueur de joint de grains après essais interrompus (à 0,15 % de déformation plastique) de traction monotone dans la plage de température [20 °C ; 750 °C]

Dans l'absolu, il aurait même été plus rigoureux de ramener le nombre de telles configurations au nombre total de configurations cristallographiques sur la surface analysée. Toutes les éprouvettes n'ayant pas été cartographiées par EBSD, cela n'a pas été possible. Le nombre de grains étant quasiment identique (environ 200) pour chaque éprouvette, on peut supposer que le nombre total de joints de grains et donc de « configurations favorables ou non » est également très proche.

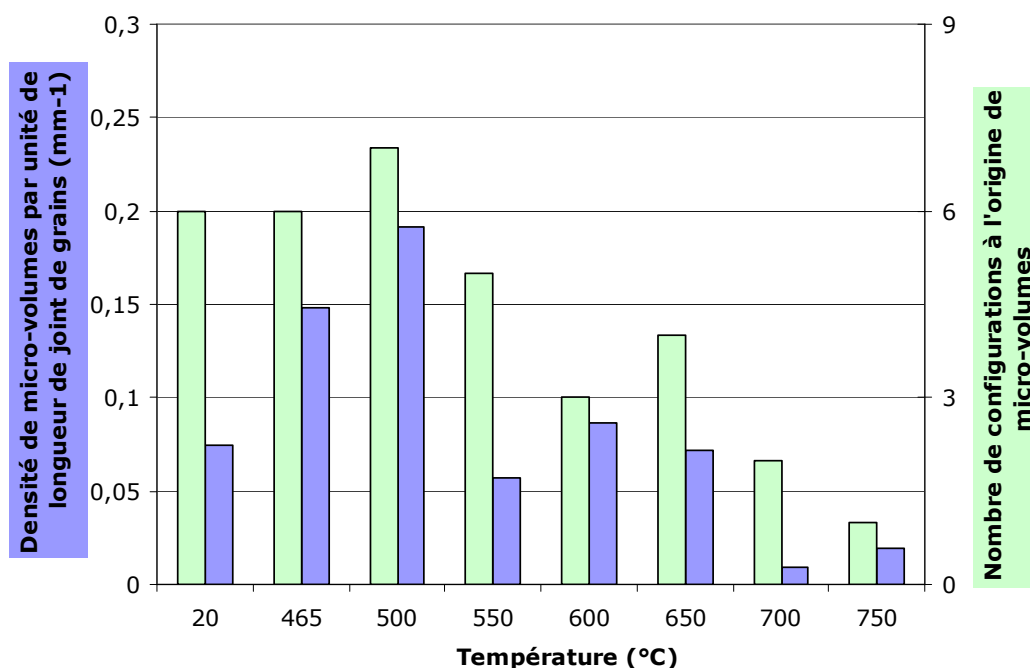


Figure III - 32 : Densité de micro-volumes par unité de longueur de joint de grains et nombre de configurations propices à leur développement obtenues après essais interrompus (à 0,15 % de déformation plastique) de traction monotone dans la plage de température [20 °C ; 750 °C]

L'analyse de ces histogrammes fait ressortir deux régimes. De 20 °C à 500/550 °C, la production de micro-volumes corrèle relativement bien au nombre de configurations identifiées, hormis à 20 °C. Au delà de 500/550 °C, la formation de micro-volumes est de plus en plus rare, tout particulièrement à 700 °C et à 750 °C. Dans tous les cas il faut se rendre compte que la proportion de joints de grains conduisant à l'apparition de ces processus reste très faible ; de l'ordre de quelques pourcents seulement des joints de grains étudiés.

III.5.3 Discussion de ces observations

Pour expliquer une telle influence de la température sur le développement des micro-volumes, un retour à la partie bibliographique I.3.1, traitant des mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations dans les superalliages durcis par précipitation, s'avère utile. En effet, il a été expliqué que la capacité des dislocations à se dissocier en dislocations partielles est le mécanisme de déformation prépondérant entre 20 °C et 500 °C. Dans ce domaine de température, l'alliage étudié possède une très faible énergie de faute d'empilement favorisant ce type de mécanisme [Dumay, 2008]. Or, même si l'on ne dispose pas de données sur l'évolution de l'énergie de faute d'empilement avec la température pour l'alliage Udimet 720, il est probable qu'elle augmente progressivement comme pour d'autres alliages. La Figure III - 33) reprend ce type d'évolution pour un alliage de Co-Ni-Cr [Remy, 1978].

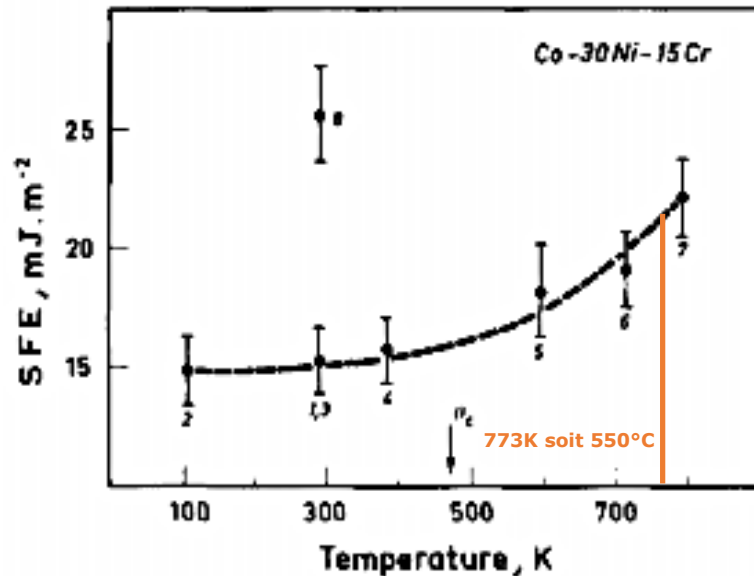


Figure III - 33 : Variation de l'énergie de faute d'empilement avec la température dans un alliage de Co, Ni (30% Wt) et Cr (15 % Wt) [Remy, 1978]

Plus la température augmentera, plus le glissement dévié (aussi appelé « cross-slip ») aura tendance à prendre le pas sur le glissement planaire des dislocations [Lee, 1990], [Dillamore, 1964]. Il s'avère qu'un tel changement dans les mécanismes de glissement a pu être mis en évidence sur les éprouvettes déformées. La Figure III - 34 montre un exemple, de micro-volumes détectés à la surface de l'éprouvette déformée en traction monotone à 650 °C.

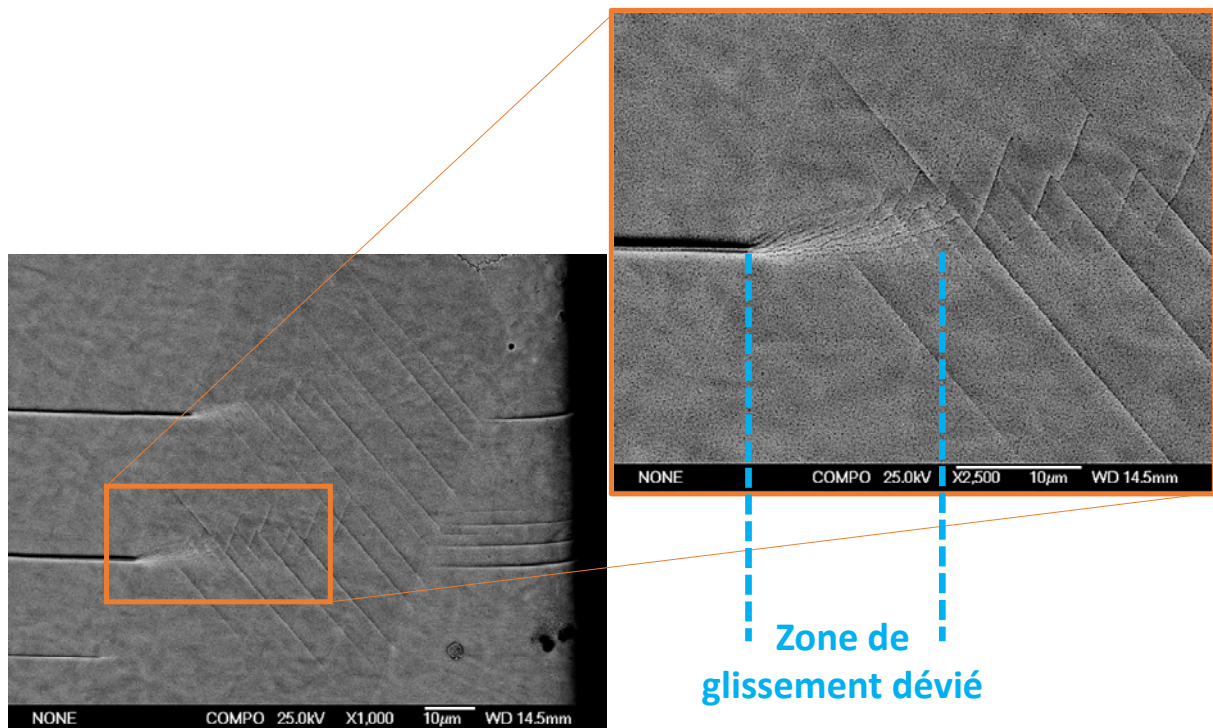


Figure III - 34 : Développement de glissement dévié à l'interface entre une bande de glissement et un joint de grains (éprouvette de microstructure GG/ γ' fins, traction monotone, ϵ_p : 0,15 %, 650 °C)

A la base de ces micro-volumes, l'organisation spatiale des traces de glissement est très différente de celle détaillée précédemment pour les plus basses températures. Les traces sont moins rectilignes et fluctuent en direction sur les dix premiers micromètres. L'activation du mécanisme de glissement dévié conduit à une réduction du niveau local d'écrouissage en permettant aux dislocations de s'échapper de leur plan de glissement, minimisant ainsi la contrainte suivant les systèmes primaires de glissement [Dillamore, 1970]. L'activation aisée du glissement dévié à la base des micro-volumes est probablement de nature à limiter leur développement.

Des configurations comme celle présentée sur la **Figure III - 34** (à 650 °C) ont facilement pu être mises en avant sur les éprouvettes déformées à 600, 700 °C et 750 °C. L'élévation de la température qui entraîne l'augmentation de l'énergie de faute d'empilement (SFE) et favorise l'activation de glissements déviés, contribue donc à réduire la formation de micro-volumes.

Un dernier point convient d'être évoqué pour expliquer la faible densité de micro-volumes pour les plus fortes températures. Pour les températures élevées, notamment à partir de 650 °C [Dahal, 2013] le glissement des joints de grains aussi appelé « grain boundary sliding » commence à être actif (se référer à la partie II.1.2.1). Il est alors fort probable que la mobilité du joint de grains modifie radicalement les états de contrainte locaux au voisinage du joint de grains, ne permettant plus le confinement de la plasticité nécessaire à la formation des micro-volumes.

III.5.4 Oxydation aux joints de grains

Comme cela a été présenté dans la partie II.1.2.1 du chapitre II, les joints de grains constituent une zone privilégiée d'amorçage de fissure aux fortes températures. Dans ce cas ce ne sont pas les interactions bandes de glissement/joints de grains qui constituent le processus d'endommagement le plus important mais plutôt l'oxydation des joints de grains.

Dans cette étude, la manifestation la plus marquée de l'oxydation concerne l'éprouvette déformée à 750 °C en traction monotone. Le temps de maintien à 750 °C avant essai mécanique a été évalué à environ 2h00 (palier d'homogénéisation puis essai mécanique).

La **Figure III - 35** illustre les premiers stades d'oxydation des joints de grains sur cette éprouvette. Il est possible que ce processus modifie les conditions de création de micro-volumes et contribue à leur très faible densité constatée à 700 °C et 750 °C.

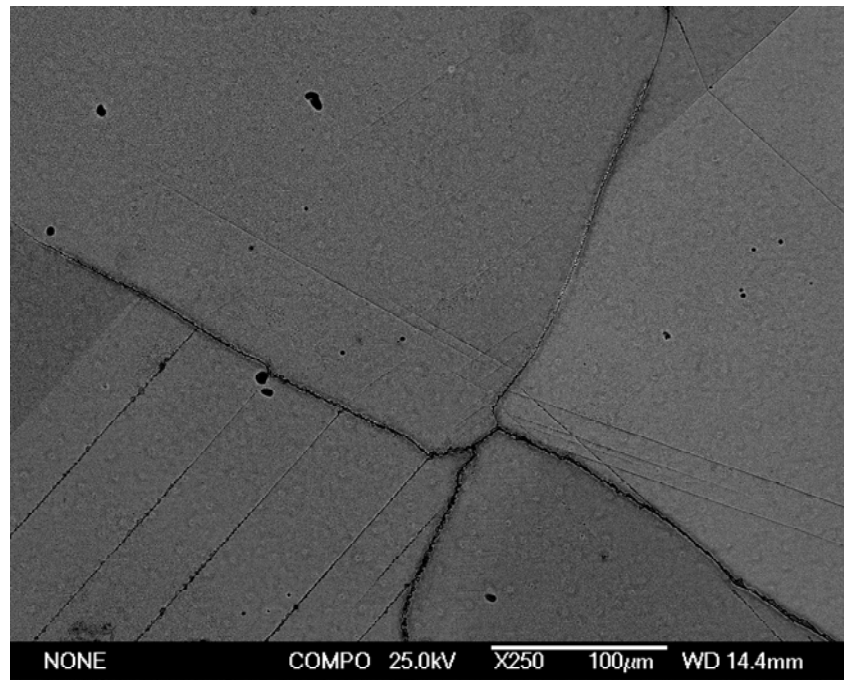


Figure III - 35 : Exemple de joints de grains oxydés sur l'éprouvette GG/ γ' fins déformée en traction monotone à 750 °C

III.6 Synthèse du chapitre III

Les résultats et analyses présentés dans ce chapitre concernaient deux principaux axes :

- La localisation de la déformation au niveau des joints de grains sous la forme de micro-volumes et la contribution de ce processus à l'amorçage de fissures intergranulaires.
- Les conditions microstructurales, cristallographiques, thermiques et mécaniques favorisant une telle localisation de la déformation aux joints de grains/macles.

1/ Analyse de la nocivité des micro-volumes et de leur contribution à l'amorçage de fissures intergranulaires :

La non transmission d'une bande de glissement au travers du joint de grains peut entraîner la formation d'un micro-volume par rotation cristalline. Différentes conséquences ont été relevées :

- l'apparition progressive, au sein du micro-volume, de plasticité : soit sous la forme d'une longue bande de glissement dans le sens long du micro-volume, soit par activation de courts segments de glissement sur des systèmes de glissement secondaires confinés aux micro-volumes
- l'augmentation progressive des contraintes locales du fait de la rotation cristalline élastique dans le micro-volume
- la formation dans certains cas d'une micro-déchirure du joint de grains à l'interface avec la bande de glissement

Dans le cas de la microstructure Industrielle sollicitée en fatigue à 20 °C jusqu'à une déformation plastique cumulée de 0,15 % il a été montré que les deux seules fissures de fatigue sont directement liées à la formation de micro-volumes étendus, dont l'origine est associée en partie à de l'activité plastique le long de joints de macle. L'analyse des faciès de rupture en fatigue oligocyclique met en évidence de grandes facettes planes probablement associées à de tels plans de joints de macle. Tout semble indiquer que les micro-volumes dont l'origine est associée à un joint de macle constituent les sites les plus propices à l'amorçage des fissures fatales.

2/ Analyse des conditions nécessaires au développement de micro-volumes au niveau des joints de grains :

Les configurations favorisant la non transmission de la déformation entre grains voisins à l'origine des micro-volumes ont été étudiées. Le contraste de facteur de Schmid maximal entre grains voisins et la désorientation cristallographique entre ces grains ne constituent pas des paramètres nécessaires pour la formation de micro-volumes.

C'est l'angle de TWIST entre les normales aux deux plans de glissement activés ou non de part et d'autre du joint de grains qui semble être le paramètre d'ordre 1 pilotant la transmission du glissement. A tous les micro-volumes étudiés correspond un angle de TWIST supérieur à 55 °. L'angle de TILT entre les systèmes de glissement ne semble pas jouer de rôle majeur.

La formation des micro-volumes dépend également de l'état de précipitation de l'alliage. Ainsi, une précipitation très fine et dense favoriserait le confinement de la déformation sous la forme de micro-volumes. La réalisation d'essais de traction interrompus à 0,15 % de déformation plastique sur d'autres alliages a permis de montrer que le développement des micro-volumes n'est pas une spécificité de l'alliage Udimet 720. Au contraire, ce processus concerne beaucoup d'alliages durcis par précipitation, quelle que soit d'ailleurs la phase durcissante à partir du moment où celle-ci est suffisamment fine et dense. A contrario, aucun micro-volume n'a pu être mis en évidence dans les alliages durcis par solution solide.

Le dernier point portait sur l'influence de la température sur les mécanismes de déformation activés et notamment sur le développement de micro-volumes aux joints de grains. La densité linéique de micro-volumes a pour cela été évaluée pour toutes une série d'éprouvettes déformées à 0,15 % de déformation plastique dans une large plage de température [20 °C ; 750 °C]. Il apparaît clairement que les micro-volumes se forment surtout pour le domaine [20 °C ; 500/550 °C]. Au-delà de 500/550 °C, les micro-volumes sont de moins en moins nombreux pour devenir très rares à partir de 700 °C. Ces résultats ont été reliés à la transition entre glissement planaire et glissement dévié qui apparaît autour des températures de 500-600 °C dans l'Udimet 720.

La formation de ces micro-volumes ne constitue pas une spécificité de l'alliage Udimet 720 et pourtant le nombre d'études traitant de mécanismes s'en rapprochant est très faible. Ceci pourrait s'expliquer par le nombre important de conditions requises et/ou favorables à leur apparition :

- un domaine de chargement mécanique mettant en jeu de faibles niveaux de déformation plastique, tels que ceux rencontrés en fatigue LCF.
- un domaine de température pour lequel la plasticité est indépendante du temps, sans relaxation de contrainte possible par viscoplasticité.
- une microstructure durcie par précipitation fine et dense permettant le confinement des champs de contrainte/déformation élastiques et plastiques.
- une microstructure à grains suffisamment gros pour favoriser de longues bandes de glissement et l'empilement de dislocations au joint de grains.
- une faible énergie de faute d'empilement. L'une des conditions nécessaires à une forte concentration de contrainte/déformation à l'origine du développement de micro-volumes est que le glissement plastique soit le plus planaire possible.

Il est cependant difficile de préciser la contribution relative de chacun de ces paramètres sur la formation des micro-volumes.

III.7 Références bibliographiques

- [Abuzaid, 2013] W. Abuzaid, H. Schitoglu, J. Lambros,
"Plastic strain localization and fatigue micro-crack formation in Hastelloy X",
Materials Science and Engineering A 561, 507-519, (2013).
- [Boittin, 2011] G. Boittin,
"Expérimentation numérique pour l'aide à la spécification de la microstructure et des propriétés mécaniques d'un superalliage base Ni pour des applications moteurs",
Thèse de l' Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, France, (2011).
- [Britton, 2012] T. B. Britton, A. J. Wilkinson,
"Stress fields and geometrically necessary dislocation density distributions near the head of a blocked slip band",
Acta Materialia, 60, 16, 5773-5782, (2012).
- [Guo, 2014] Y. Guo, T.B. Britton, A.J. Wilkinson,
"Slip band–grain boundary interactions in commercial-purity titanium",
Acta Materialia 76, 1–12, (2014).
- [Dahal, 2013] J. Dahal, K. Maciejewski, H. Ghonem,
"Loading frequency and microstructure interactions in intergranular fatigue crack growth in a disk Ni-based superalloy",
International Journal of Fatigue, 57, 93–102, (2013).
- [Devaux, 2012] A. Devaux, B. Picque, M. F. Gervais, E. Georges, T. Poulain, P. Heritier.
"AD730TM-a new nickel-based superalloy for high temperature engine rotative parts",
TMS, Superalloys 2012, Seven Springs, PA, USA, 911-919, (2012).
- [Devaux, 2014] A. Devaux, L. Berlin, L. Thébaud, R. Delattre, C. Crozet, O. Nodin,
"Mechanical properties and development of supersolvus heat treated new nickel base superalloy AD730TM",
Proceedings of the 2nd European Symposium on Superalloys and their Applications, Eurosuperalloys 2014, 01004, Giens, France, (2014).
- [Dillamore, 1970] I. L. Dillamore,
"The Stacking Fault Energy Dependence of the Mechanisms of Deformation in Fcc Metals",
Metallurgical Transactions, 1, 2463–2470, (1970).

[Dillamore, 1964] I. L. Dillamore, W. T. Roberts,

“Rolling textures in f.c.c. and b.c.c. metals”,

Acta Metallurgica 12, 3, 281–293, (1964).

[Dönges, 2013] B. Dönges, A. Giertler, U. Krupp, C. P. Fritzen, H. J. Christ,

“Significance of crystallographic misorientation at phase boundaries for fatigue crack initiation in a duplex stainless steel during high and very high cycle fatigue loading”,

Materials Science and Engineering A 589, 146-152, (2013).

[Dumay, 2008] A. Dumay,

"Amélioration des propriétés physiques et mécaniques d'aciers TWIP FeMnXc : influence de la solution solide, durcissement par précipitation et effet composite",

Thèse de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, France (2008).

[Flageolet, 2010] B. Flageolet, O. Yousfi, Y. Dahan, P. Villechaise, J. Cormier,

"Characterization of microstructure containing abnormal grain growth zones in alloy 718",

7th International Symposium on Superalloy 718 and derivatives, 595-606, Pittsburgh, PA, USA, (2010).

[HaynesIntl, 2002] Haynes International,

“Fabrication of HAYNES® and HASTELLOY® solid-solution-strengthened high-temperature alloys”,

<http://www.haynesintl.com//pdf/h3159.pdf>

[Lee, 1990] T. C. Lee, I. M. Robertson, H. K. Birnbaum,

“An In Situ Transmission Electron Microscope Deformation Study of the Slip Transfer Mechanisms in Metals”,

Metallurgical Transactions A 21, 2437–2447, (1990).

[Mackenzie, 1958] J. K. Mackenzie,

“Second paper on statistics associated with the random disorientation of cubes”,

Biometrika 45, 229-240, (1958).

[McMurtrey, 2014] M.D. McMurtreya, G.S. Was, B. Cui, I. Robertson, L. Smith, D. Farkas,

“Strain localization at dislocation channel–grain boundary intersections in irradiated stainless steel”,

International Journal of Plasticity 56, 219–231, (2014).

- [Miao, 2012] J. Miao, T.M. Pollock, J. W. Jones,
"Microstructural Extremes and the Transition from Fatigue Crack Initiation to Small Crack Growth in a Polycrystalline Nickel-base Superalloy",
Acta Materialia 60, 2840–2854, (2012).
- [Miao, 2009] J. Miao, T. M. Pollock, J. W. Jones,
"Crystallographic fatigue crack initiation in nickel-based superalloy Rene´ 88DT at elevated temperature",
Acta Materialia 57, 5964–5974, (2009).
- [Mineur, 2000] M. Mineur,
"Conditions locales d'amorçage des fissures de fatigue dans un acier inoxydable de type 316L : aspects cristallographiques (EBSD)",
Thèse de l'école Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Poitiers, France (2000).
- [Mughrabi, 2009] H. Mughrabi,
"Cyclic slip irreversibilities and the evolution of fatigue damage",
Metallurgical and Materials Transactions A 40, 1257–1279, (2009).
- [Patriarca, 2013] L. Patriarca, W. Abuzaid, H. Schitoglu, H. J. Maier
"Slip transmission in bcc FeCr polycrystal",
Materials Science and Engineering A 588, 308–317 (2013).
- [Priester, 2006] L. Priester,
"Les joints de grains, de la theorie à l'ingénierie",
EDP Sciences, (2006).
- [Remy, 1978] L. Remy, A. Pineau, B. Thomas,
"Temperature Dependence of Stacking Fault Energy in Close-Packed Metals and Alloys",
Materials Science and Engineering 36, 47-63, (1978).
- [Roters, 2010] F. Roters, P. Eisenlohr, L. Hantcherli, D. D. Tjahjanto, T. R. Bieler, D. Raabe,
"Overview of constitutive laws, kinematics, homogenization and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling: Theory, experiments, applications",
Acta Materialia 58, 1152–1211, (2010).

- [[Texier, 2010](#)] D. Texier, D. Monceau, E. Andrieu, G. Cailletaud,
"Effet de l'état métallurgique sur les propriétés mécaniques d'éprouvettes amincies",
Proceedings of Materiaux 2010, Nantes, France, (2010).
- [[Vecchio, 1995](#)] K. S. Vecchio, M. D. Fitzpatrick, D. Klarstrom,
"Influence of Subsolidus Thermomechanical Processing on the Low-Cycle Fatigue Properties of
HAYNES 230 Alloy",
Metallurgical and Materials Transactions A 26, 673-689, (1995).
- [[Veverkova, 2008](#)] J. Veverkova, A. Strang, G. R. Marchant, G. M. McColvin, H. V. Atkinson,
"High temperature microstructural degradation of Haynes alloy 230",
TMS, Superalloys 2008, Seven Springs, PA, USA, 479-488, (2008).
- [[Villechaise, 2012](#)] P. Villechaise, J. Cormier, T. Billot, J. Mendez,
"Mechanical behaviour and damage processes of Udimet 720 Li : Influence of localized plasticity
at grain boundaries",
TMS (Ed.), Superalloys 2012, Seven Springs, 13-24, (2012).
- [[Zhang, 1999](#)] Z. F. Zhang, Z. G. Wang,
"Comparison of fatigue cracking possibility along large- and low-angle grain boundaries",
Materials Science and Engineering A 284, 285–291, (2000).
- [[Zhai, 2005](#)] T. Zhai, X. P. Jiang, J. X. Li, M. D. Garratt, G. H. Bray,
"The grain boundary geometry for optimum resistance to growth of short fatigue cracks in high
strength Al-alloys",
International Journal of Fatigue, 27, 1202–1209, (2005).

- Chapitre IV -

Analyses de la cinétique de développement des micro-volumes et analyses complémentaires

- Dans un premier temps, ce chapitre apportera des éléments complémentaires de compréhension sur la formation des micro-volumes. Des essais et mesures particulières seront réalisés pour préciser les cinétiques de développement des micro-volumes, les niveaux de contrainte atteints dans ces micro-volumes et le rôle joué par la surface libre.
- Dans un second temps, deux voies d'amélioration de l'alliage vis-à-vis du développement de ce micro-mécanisme seront discutées.

Chapitre IV Analyses de la cinétique de développement des micro-volumes et analyses complémentaires	196
IV.1 Analyse des cinétiques de développement des micro-volumes	197
IV.1.1 Techniques expérimentales	197
IV.1.2 Essais réalisés	198
IV.1.3 Observations EBSD et analyses <i>in situ</i> réalisées sous charge	199
IV.1.3.1 Représentativité des amplitudes mesurées de rotation cristallographique dans les micro-volumes	199
IV.1.3.2 Quantification de l'évolution des micro-volumes au cours des essais de traction monotone	200
IV.1.3.2.1 Distance inter-bandes de glissement et micro-volumes	202
IV.1.3.2.2 Cinétiques de développement des micro-volumes	205
IV.1.3.2.3 Comparatif traction/fatigue	211
IV.2 Analyse du rôle joué par la surface libre sur le développement des micro-volumes	211
IV.2.1 Caractérisation topographique de surface au niveau des micro-volumes	212
IV.2.1.1 Microscopie optique interférométrique	212
IV.2.1.2 Application aux micro-volumes	213
IV.2.2 Micro-volumes à coeur	214
IV.3 Mesure des niveaux de contraintes dans les micro-volumes	219
IV.3.1 Intercorrélation de clichés EBSD	219
IV.3.2 Application de cette technique aux micro-volumes	221
IV.4 Quelques pistes pour améliorer l'alliage vis-à-vis de la formation de micro-volumes	225
IV.5 Synthèse du chapitre IV	227
IV.6 Références bibliographiques	229

Chapitre IV Analyses de la cinétique de développement des micro-volumes et analyses complémentaires

Ce chapitre propose des analyses complémentaires du processus de formation des micro-volumes. Les expériences et caractérisations spécifiques qui y sont décrites sont plus ponctuelles que ce qui a été présenté dans les précédents chapitres au sens où elles ne sont réalisées que pour une microstructure donnée et pour un seul état de déformation. Elles ont pour objectif de compléter les informations déjà acquises et de commencer à répondre à certaines questions ouvertes.

Y sont abordés successivement des aspects relatifs :

- à la cinétique de développement des micro-volumes (IV - 1)
- à l'existence ou non des micro-volumes dans la profondeur et au rôle de la surface libre (IV - 2)
- à l'évaluation quantitative des champs de déformation et de contrainte associés aux micro-volumes (IV - 3).

Enfin, en guise de perspectives, la partie finale de ce chapitre consiste en une réflexion sur la question « Comment retarder/supprimer l'apparition de ces micro-volumes ? ».

IV.1 Analyse des cinétiques de développement des micro-volumes

IV.1.1 Techniques expérimentales

Les essais de traction *in situ* introduits dans la partie II.2.2.2.1, permettent de suivre l'évolution pas à pas des traces de plasticité à la surface d'une micro-éprouvette.

Il est certes possible de voir apparaître les micro-volumes par imagerie en électrons rétro-diffusés mais le suivi quantitatif de la rotation cristalline associée n'est accessible que via des mesures en EBSD. Or, la réalisation de cartographies EBSD sur une micro-éprouvette chargée mécaniquement *in situ* avec la micro-machine précédemment décrite n'est pas possible pour des raisons d'inclinaison, d'encombrement et de poids. C'est la raison pour laquelle une nouvelle machine a été acquise par le laboratoire durant la thèse permettant de combiner *in situ* les tests mécaniques et les mesures EBSD (voir **Figure IV - 1 a**)).

Grâce à cet équipement de relativement faibles dimensions, il est possible de réaliser des essais de traction sur une éprouvette dont la normale à la surface est inclinée à 70 ° par rapport au faisceau d'électrons incident (voir **Figure IV - 1 b**)), permettant ainsi la réalisation de cartographies EBSD sous charge.

Ses capacités mécaniques sont cependant plus faibles que celles de la machine utilisée dans le chapitre II. La charge maximale est notamment limitée à 2000 N au lieu de 5000 N. Par ailleurs la plage de vitesse de déformation permise est du même ordre : de $0,03 \text{ mm.min}^{-1}$ à $0,4 \text{ mm.min}^{-1}$.

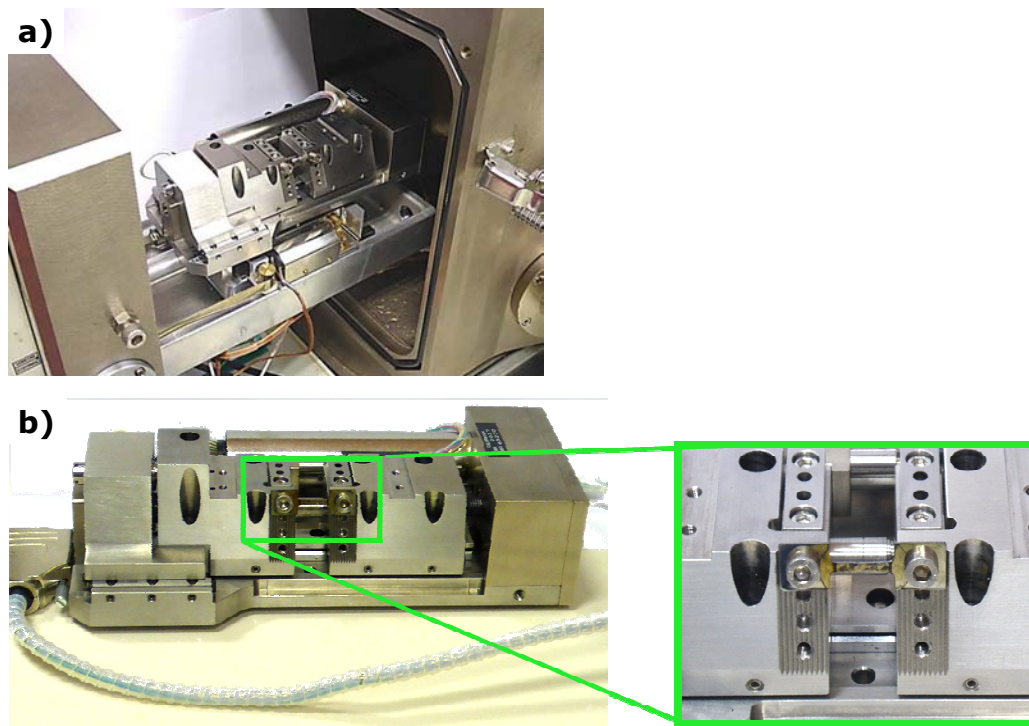


Figure IV - 1 : Platine de traction pour réalisation d'essais et d'analyses EBSD *in situ* sous MEB
a) Insertion de la platine dans la chambre du MEB
b) Illustration d'une éprouvette après un essai de traction *in situ* interrompu

IV.1.2 Essais réalisés

En premier lieu, il convient d'avoir à l'esprit que la réalisation de cartographies EBSD nécessite un temps important qui ne permet pas d'envisager l'analyse intégrale de la surface de l'éprouvette pour chaque étape de chargement pas à pas d'un essai *in situ*. Il est donc nécessaire de sélectionner une zone particulière dont on va étudier les évolutions. L'objectif de ces analyses complémentaires étant de suivre le développement (en nombre et en taille) des micro-volumes, la zone à étudier doit être favorable à l'apparition des micro-volumes. Pour cette raison, il a été décidé de réaliser ces essais à partir d'éprouvettes déjà déformées pour lesquelles les zones favorables au développement des micro-volumes ont été identifiées.

Deux essais ont été réalisés. Les deux éprouvettes qui ont fait l'objet des analyses ont été choisies car certains joints de grains présentaient suffisamment de micro-volumes pour espérer leur développement et la formation de nouveaux.

Il s'agit, pour l'une (qui sera dénommée éprouvette 1), de la micro-éprouvette de microstructure GG/ γ' fins utilisée dans le suivi statistique des activités de glissement de la partie II.4 (la cartographie EBSD de sa partie utile a été présentée sur la **Figure II - 20b**) et pour l'autre (nommée éprouvette 2 dans la suite du manuscrit) de la micro-éprouvette de même microstructure (GG/ γ' fins) déformée à 500 °C dans l'étude de l'effet de la température (partie III.5.3). Pour rappel, ces éprouvettes ont été déformées en traction monotone respectivement jusqu'à un niveau de déformation plastique égal à 0,25 % et de 0,15 %.

IV.1.3 Observations EBSD et analyses *in situ* réalisées sous charge

IV.1.3.1 Représentativité des amplitudes mesurées de rotation cristallographique dans les micro-volumes

L'objectif de ces travaux ponctuels est d'apporter quelques éléments de réponse et de réflexion touchant à la production et au développement de micro-volumes. La première question abordée est la suivante :

La rotation de la maille cristalline mesurée sur des micro-éprouvettes après déformation n'est elle que la partie « non relaxée » d'une rotation plus importante sous charge ?

Pour répondre en partie à cette question, des cartographies EBSD ont été réalisées sur différents micro-volumes de l'éprouvette 1 en charge ($\sigma = 964$ MPa, $\varepsilon_p = 0,25$ %) et après décharge. Il est important de noter que dans ces conditions les mesures d'orientation sont directement comparables et aucune différence ou erreur d'alignement ne peut intervenir.

Un exemple de cartographies est présenté sur la **Figure IV - 2**, avec les profils de désorientation tracés suivant le même axe et au sein du même micro-volume pour les deux états de chargement mécanique (non chargé : **Figure IV - 2 a**) et sous charge : **Figure IV - 2 b**)).

Aucune différence importante n'apparaît, que ce soit d'un point de vue de l'extension du micro-volume ou de l'amplitude mesurée de la rotation cristalline. Les très faibles écarts (de 5 ° à 5,5 °) constatés pourraient éventuellement être liés à la décharge élastique (effet de module) mais ils sont du même ordre que la limite de résolution angulaire des mesures EBSD.

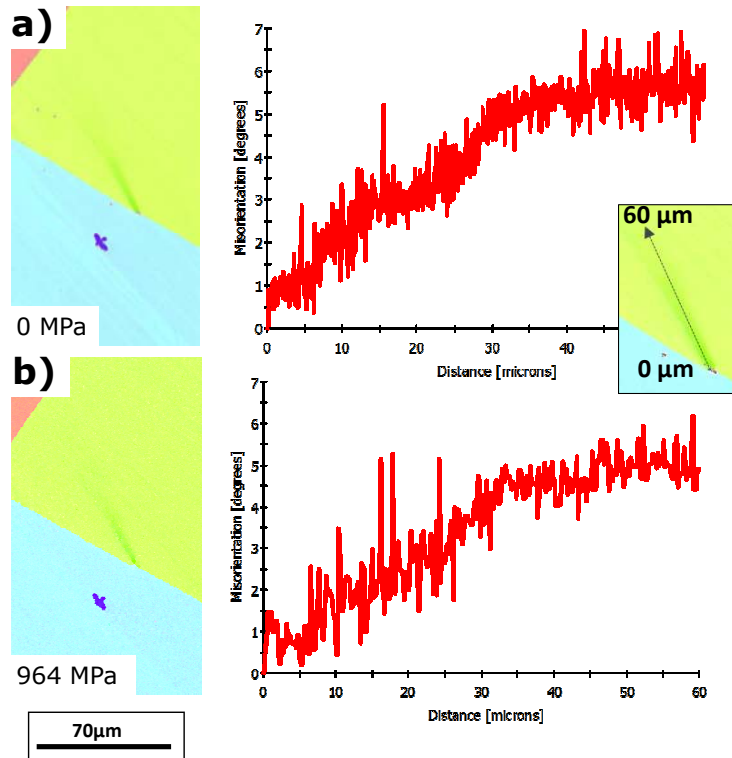


Figure IV - 2 : Cartographie EBSD et profil de désorientation au sein du même micro-volume pour deux états mécaniques différents :

a) non chargé

b) sous charge (964 MPa)

Cette comparaison montre que les mesures de rotations au sein des micro-volumes ne diffèrent guère entre l'état sous charge et hors charge. La réalisation des analyses des configurations de micro-volumes proposées dans les chapitres précédents hors chargement ne change donc rien aux résultats obtenus.

IV.1.3.2 Quantification de l'évolution des micro-volumes au cours des essais de traction monotone

Avant de procéder à l'analyse des cinétiques de développement des micro-volumes, il convient de définir les deux paramètres suivants :

- Le premier est l'amplitude de la rotation de la maille cristalline dans le micro-volume, notamment la valeur maximale de cette rotation qui est systématiquement mesurée à sa « base » au niveau du joint de grain concerné.
- Le second est l'extension du micro-volume. Ce paramètre représente la longueur maximale suivant laquelle une désorientation peut être mesurée par rapport à la partie non déformée du grain l'entourant.

Les valeurs de ces deux paramètres peuvent être obtenues par le tracé des profils de désorientation dans les micro-volumes (Figure IV - 2, Figure IV - 3).

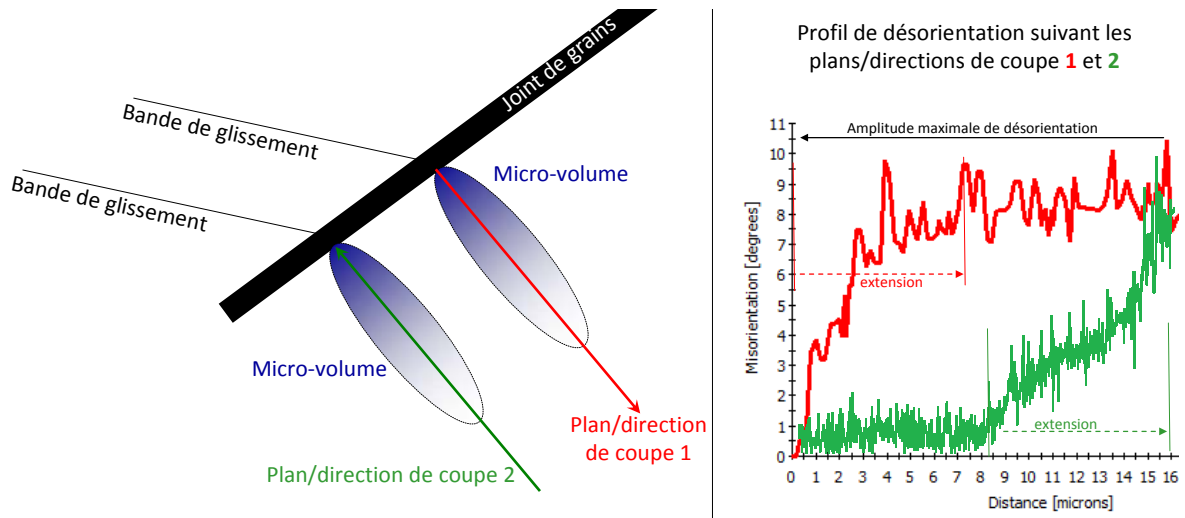


Figure IV - 3 : Analyse des profils de désorientation dans les micro-volumes

Comme l'indique son nom, le profil de désorientation trace l'évolution de la désorientation cristalline suivant un plan de coupe par rapport à une référence. Cette référence correspond à la configuration cristallographique du point de départ de la coupe. Aussi, la référence du profil vert est l'orientation cristallographique de la zone non déformée du grain (ou du moins déformée de manière homogène loin du micro-volume « en blanc » dans la Figure IV - 3) et celle du profil rouge la base du micro-volume. Logiquement, les deux profils sont donc symétriques l'un par rapport à l'autre. L'extension du micro-volume correspond à la distance suivant laquelle le profil évolue avant de se stabiliser. Les micro-volumes étant de petite taille, la sélection de la ligne de profil n'est pas toujours aisée. C'est la raison pour laquelle les deux types de mesures ont été réalisés à plusieurs reprises de manière à extraire les données les plus représentatives. La question est maintenant :

Comment évoluent les micro-volumes au cours de l'essai (de leur apparition à la manifestation de traces d'endommagement) ?

L'objectif initial de ces essais était de suivre des micro-volumes de leur apparition à, idéalement, un amorçage de fissure dont ils seraient à l'origine. Malheureusement, il n'a pas été possible d'aller jusqu'à l'amorçage de telles fissures sur les éprouvettes sollicitées *in situ*. Les essais ont été réalisés à partir d'éprouvettes ayant déjà un historique mécanique (car déformées en traction monotone jusqu'à $\epsilon_p = 0,15 \%$ et $\epsilon_p = 0,25 \%$). Quelques micro-volumes étant déjà présents sur

ces éprouvettes, trois joints de grains (un dans l'éprouvette 1 et deux dans l'éprouvette 2) ont été sélectionnés et suivis à différents stades de déformation plastique afin de caractériser l'évolution du nombre et de la taille des micro-volumes présents.

La **Figure IV - 4** présente l'éprouvette 1 qui, pour rappel, a été « pré-déformée » en traction monotone à l'ambiante jusqu'à un niveau de déformation plastique de $\epsilon_p = 0,25 \%$. La zone dans laquelle le joint de grains sélectionné a été choisi est présentée sur la **Figure IV - 4b)**. On voit clairement que les grains sont déjà bien déformés (nombre relativement important de bandes de glissement) et que des micro-volumes sont présents tout au long du joint de grains central.

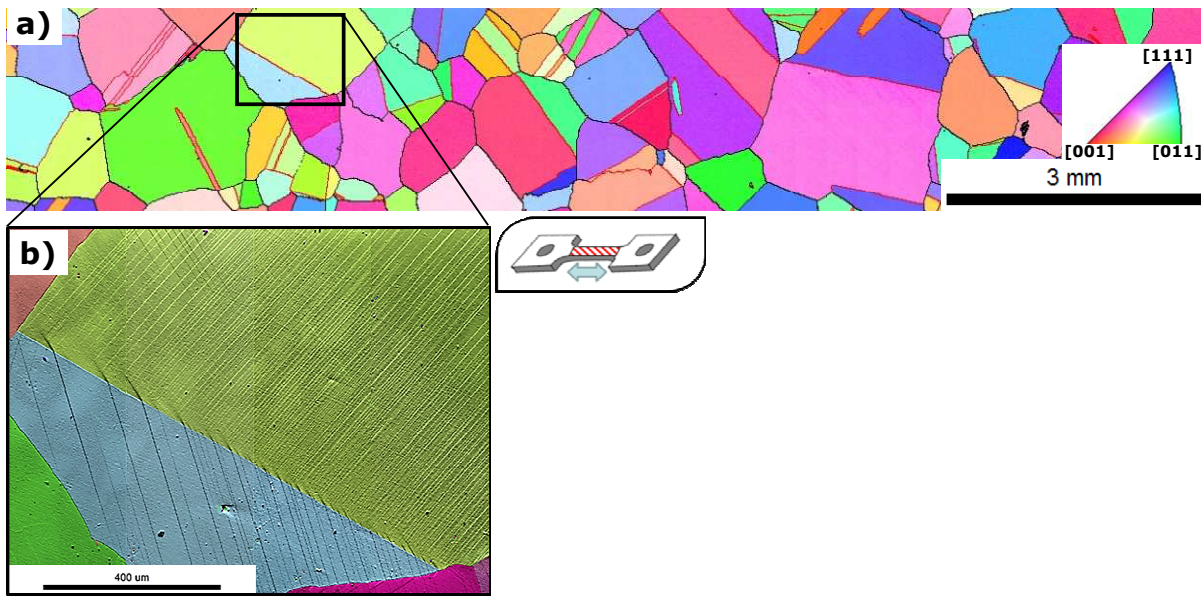


Figure IV - 4 : Localisation du joint de grains suivi *in situ* au cours de l'essai

a) cartographie EBSD de la partie utile de l'éprouvette 1

b) cartographie EBSD couplée à l'image en électrons rétro-diffusés de la zone étudiée

Avant d'aborder le suivi *in situ* de ce joint de grains une caractérisation quantitative des micro-volumes déjà présents est proposée.

IV.1.3.2.1 Distance inter-bandes de glissement et micro-volumes

Un premier constat est que la distance inter-bandes de glissement dans le grain « bleu » de la **Figure IV - 5** évolue tout au long du joint de grains qui présente des micro-volumes. Le long de ce joint, la taille des micro-volumes visibles dans le grain « vert » évolue également. Il a été décidé d'étudier le lien entre la taille des micro-volumes et l'écart entre bandes de glissement. Pour cela de nombreux scans EBSD (pas de mesure : $0,2 \mu\text{m}$) ont été réalisés le long du joint de grains (**Figure IV - 5**).

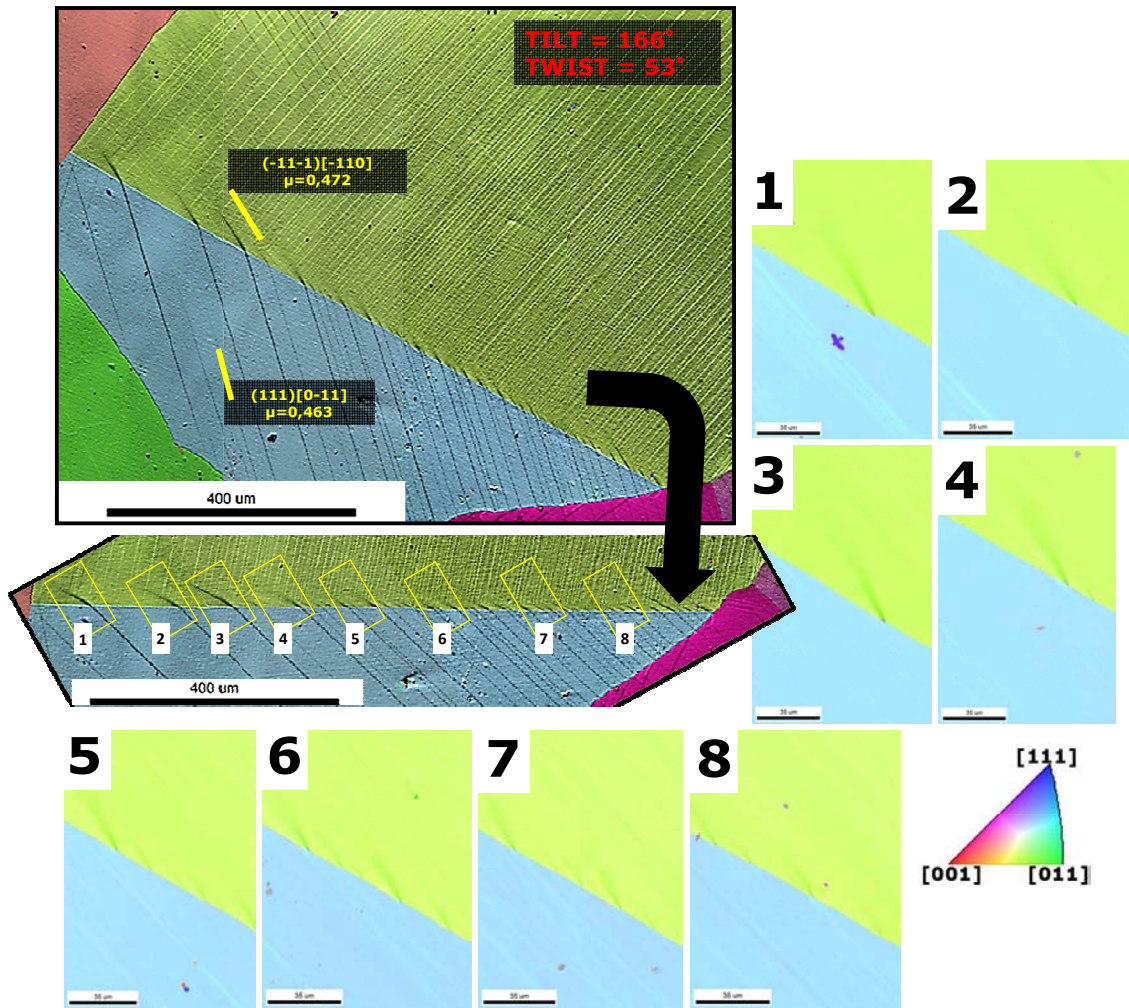


Figure IV - 5 : Cartographies détaillées réparties régulièrement le long du joint de grains suivi *in situ* – résolution spatiale des cartographies de détail : 0,2 µm

L'extension et la rotation cristallographique maximale dans un micro-volume donné ont été corrélées à la distance inter-bandes de glissement. Pour cela, la grandeur retenue est la distance moyenne ($L/2$) entre les bandes de glissement voisines de la bande associée au micro-volume étudié (Figure IV - 6).

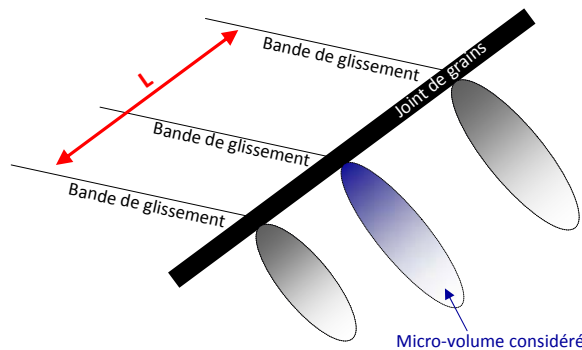


Figure IV - 6 : Calcul de la distance inter-bandes de glissement

La Figure IV - 7 présente les résultats d'une telle analyse.

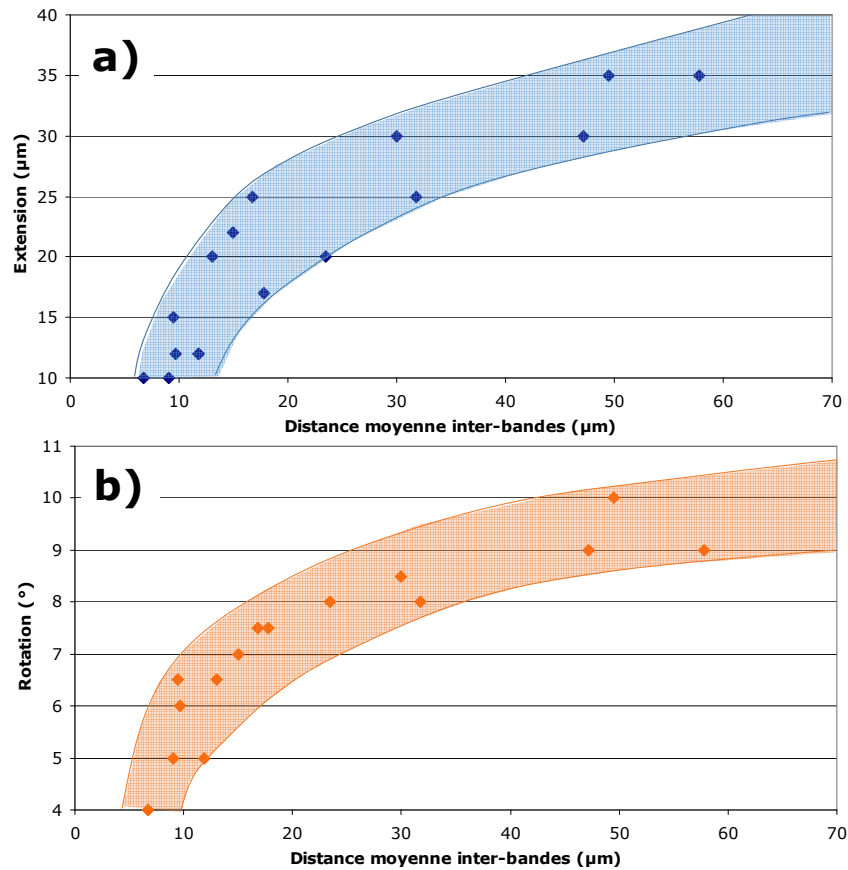


Figure IV - 7 : Influence de la distance inter-bandes de glissement sur le développement des micro-volumes

a) l'extension des micro-volumes

b) l'amplitude maximale de la rotation cristallographique dans les micro-volumes

On voit clairement que plus l'espacement entre les bandes de glissement est important, plus les micro-volumes qui se développent sont de taille importante et associés à une forte rotation cristalline. Lorsque les bandes de glissement sont moins nombreuses, chacune de ces bandes transporte une « quantité » de déformation plus importante. Aussi, dans le cadre d'une configuration cristallographique non favorable à la transmission de la déformation (c'est le cas ici, comme le montre le calcul de l'angle de TWIST), cela se traduit par une accumulation plus importante de déformation au joint de grain, entraînant dans le grain adjacent une rotation de la maille cristalline localisée plus marquée et sur une zone plus étendue.

Ce cas montre que lorsque les conditions locales favorisant la non transmission de la déformation plastique avec production de micro-volumes (comme c'est le cas de la configuration détaillée ici avec un angle de TWIST de 53 °), le développement de ces derniers en taille et en rotation est directement associé à l'intensité de glissement dans les bandes activées dans le grain « source ». Ainsi, plus les bandes sont espacées et plus les micro-volumes seront développés les rendant plus propices à déclencher des processus d'endommagement.

Il faut noter que la distribution spatiale des bandes de glissement dans le grain « source » dépend de l'état de chargement mécanique qu'il subit, qui résulte des redistributions complexes de grains à grains au sein de l'agrégat polycristallin.

IV.1.3.2.2 Cinétiques de développement des micro-volumes sous chargement monotone

Dans cette partie sont présentées les observations réalisées le long des trois joints de grains (un dans l'éprouvette 1 et deux dans l'éprouvette 2) qui ont été suivis à différents stades de déformation plastique. Les premières analyses concernent le joint de grains déjà présenté de l'éprouvette 1 (Figure IV - 4 et Figure IV - 5). La courbe de traction de l'essai *in situ* interrompu et la courbe reconstituée sont présentées sur la Figure IV - 8. Trois arrêts notés 1, 2 et 3 sur la Figure IV - 8 ont été réalisés pour des amplitudes successives de déformation plastique de $\epsilon_p = 0,25\%$, $\epsilon_p = 0,7\%$ et $\epsilon_p = 2,05\%$.

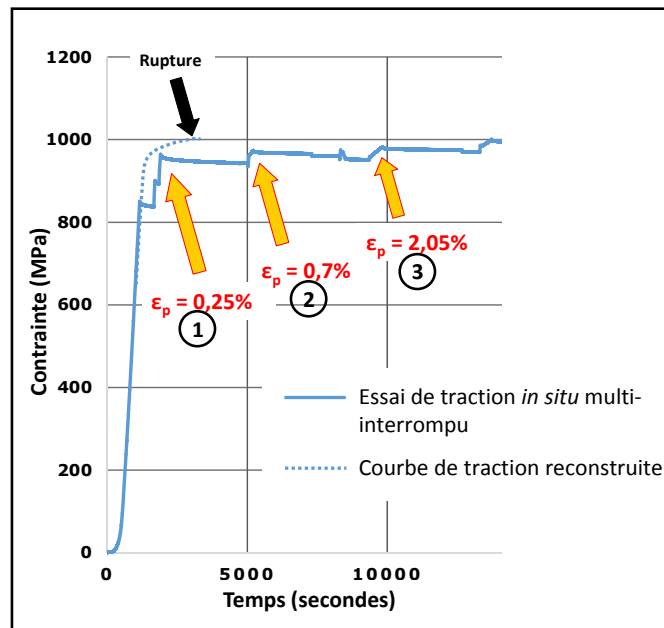


Figure IV - 8 : Courbes de traction *in situ* de l'éprouvette 1

Le suivi d'un segment du joint de grains étudié à ces trois stades est présenté sur la Figure IV - 9. Pour chaque étape sont présentés une cartographie EBSD couplée à l'image captée par le détecteur d'électrons rétrodiffusés, la cartographie EBSD et le profil de désorientation dans un micro-volume suivant la direction illustrée par la flèche noire sur les cartographies EBSD. La première constatation est que la déformation plastique augmentant, le nombre de bandes de glissement visibles croît et avec lui le nombre de micro-volumes. Les nouveaux micro-volumes sont moins étendus que ceux déjà présents.

L'espacement inter-bandes de glissement s'étant réduit avec la multiplication des bandes, ce point renforce les conclusions tirées précédemment à partir de la **Figure IV - 7**.

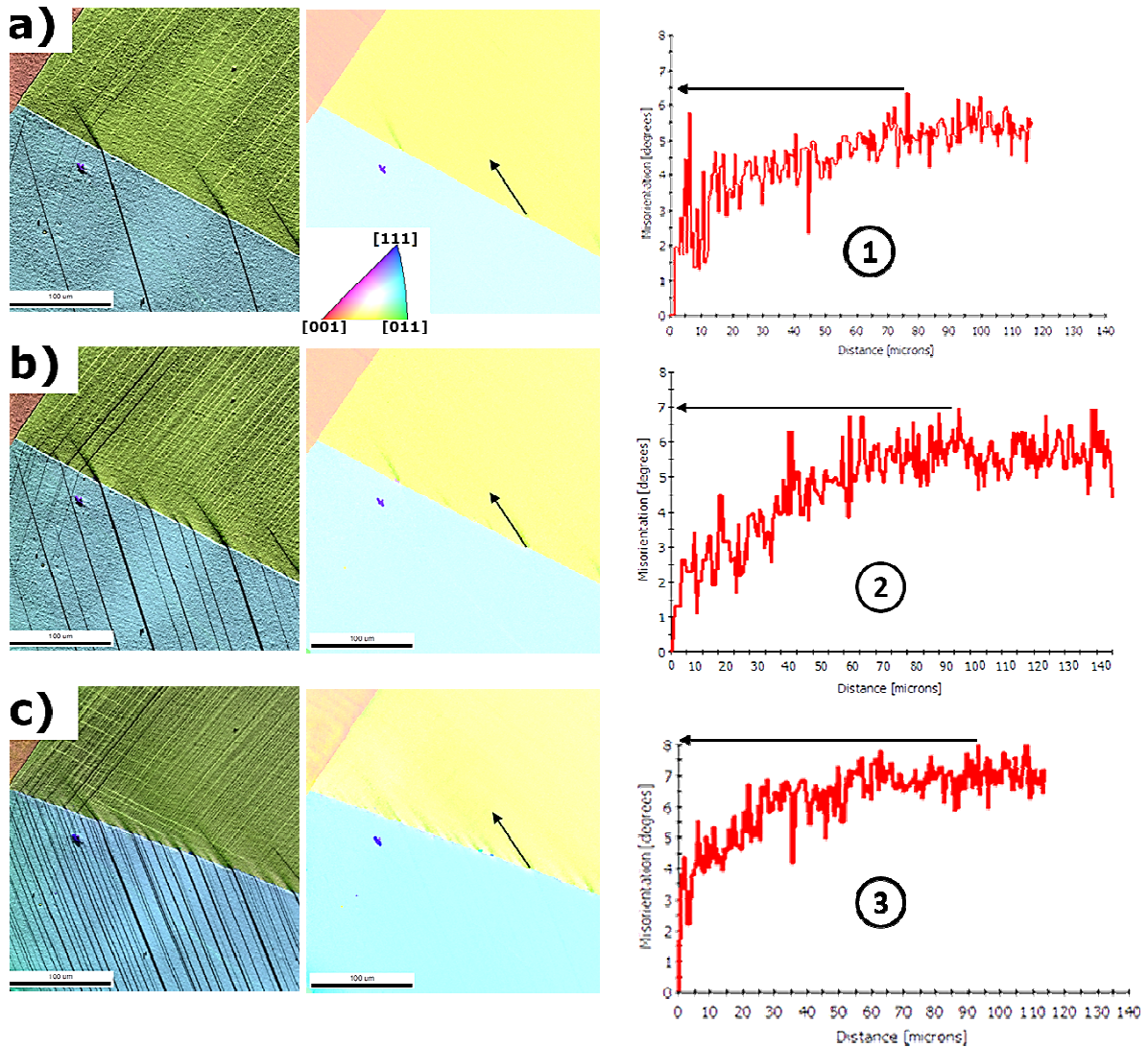


Figure IV - 9 : Suivi *in situ* d'un joint de grains au cours d'un essai de traction (Eprouvette 1 – ϵ_p initiale = 0,25 %) multi-interrompu à

a) 964 MPa soit une déformation plastique de 0,25 %

b) 973 MPa soit une déformation plastique de 0,7 %

c) 982 MPa soit une déformation plastique de 2,05 %

cartographies EBSD réalisées à chaque étape avec un pas de mesure de 0,2 μm

La **Figure IV - 9** permet de suivre l'évolution en rotation d'un des micro-volumes déjà développé. Clairement, l'amplitude de la rotation cristallographique mesurée à la base du micro-volume, c'est à dire l'amplitude maximale de rotation, croît avec la déformation plastique. Elle passe d'environ 6,5 ° pour une déformation plastique de 0,25 % à 7 ° ($\epsilon_p = 0,7 \%$) puis à plus de 8 ° pour le dernier stade correspondant à une déformation plastique égale à 2,05 %. Les tendances relevées pour les différents micro-volumes sont de même nature. La même démarche a été appliquée aux deux joints de grains de l'éprouvette 2 présentés sur la **Figure IV - 10**.

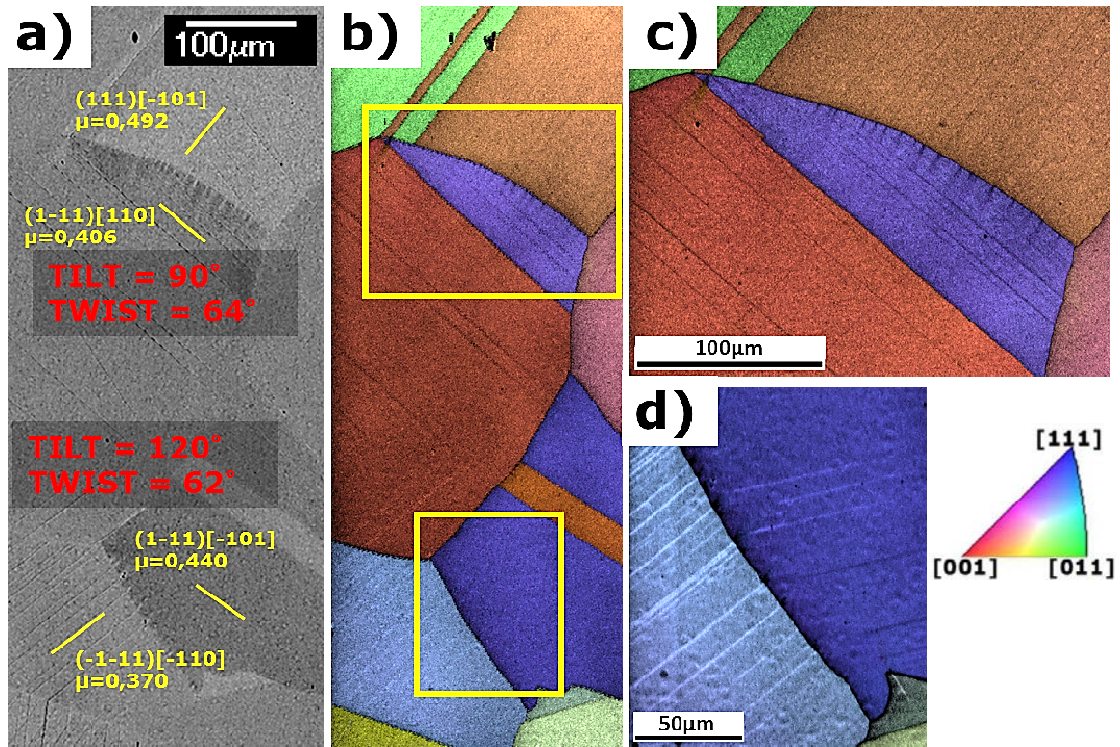


Figure IV - 10 : Zones étudiées sur l'éprouvette 2 (ϵ_p initiale = 0,15%)

- a) Images réalisées au MEB en mode électrons rétro-diffusés
- b) Cartographie EBSD couplée à l'image du détecteur d'électrons rétro diffusés
- c) Premier joint de grains étudié
- d) Second joint de grains étudié

La courbe de traction de l'essai de traction *in situ* multi-interrompu ainsi que la courbe reconstituée sont présentées dans la Figure IV - 11.

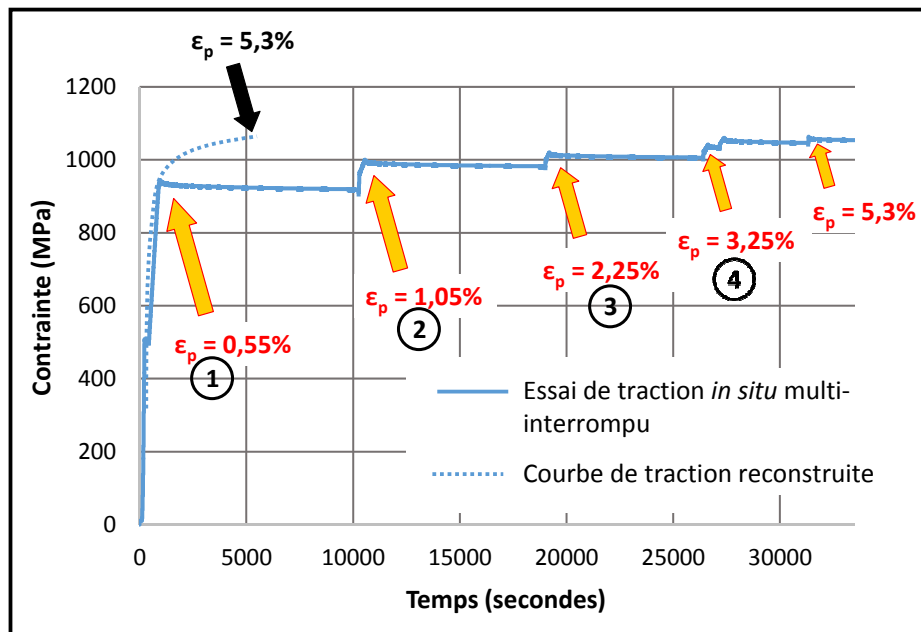


Figure IV - 11 : Courbes de traction *in situ* de l'éprouvette 2

Quatre arrêts (notés 1, 2, 3 et 4 sur la **Figure IV - 11**) ont été réalisés à des niveaux respectifs de déformation plastique de $\varepsilon_p = 0,55 \%$, $\varepsilon_p = 1,05 \%$, $\varepsilon_p = 2,25 \%$ et $\varepsilon_p = 3,25 \%$. La **Figure IV - 12** montre l'évolution des deux joints de grains au cours de la déformation. Pour cela deux modes de représentation ont été choisis. Le premier est une cartographie EBSD conventionnelle codée selon la direction de traction. Le second représente la désorientation cristallographique de chaque pixel relativement à l'orientation moyenne du grain considéré. Que ce soit sur la **Figure IV - 12a**) ou la **Figure IV - 12b**) chaque « nouveau » micro-volume apparaissant lors d'une étape a été pointé par une flèche bleue sur les cartographies EBSD. Les flèches grises pointent les micro-volumes déjà présents à l'étape précédente. Clairement, de nouveaux micro-volumes se forment à chaque étape.

Une extension des micro-volumes au cours de l'essai est également clairement visible, que ce soit sur l'un ou l'autre des deux joints suivis. De même, l'amplitude de la rotation cristallographique confinée dans le micro-volume croît avec la déformation plastique. Ceci est particulièrement visible sur le joint de la **Figure IV - 12a**). Enfin, pour les deux cas présentés ici, la multiplication et l'extension des micro-volumes finit par conduire à des effets de coalescence favorisant une rotation moins confinée du grain. Ceci est mis en évidence en particulier pour le cas n°1 par la cartographie codée en désorientation relative.

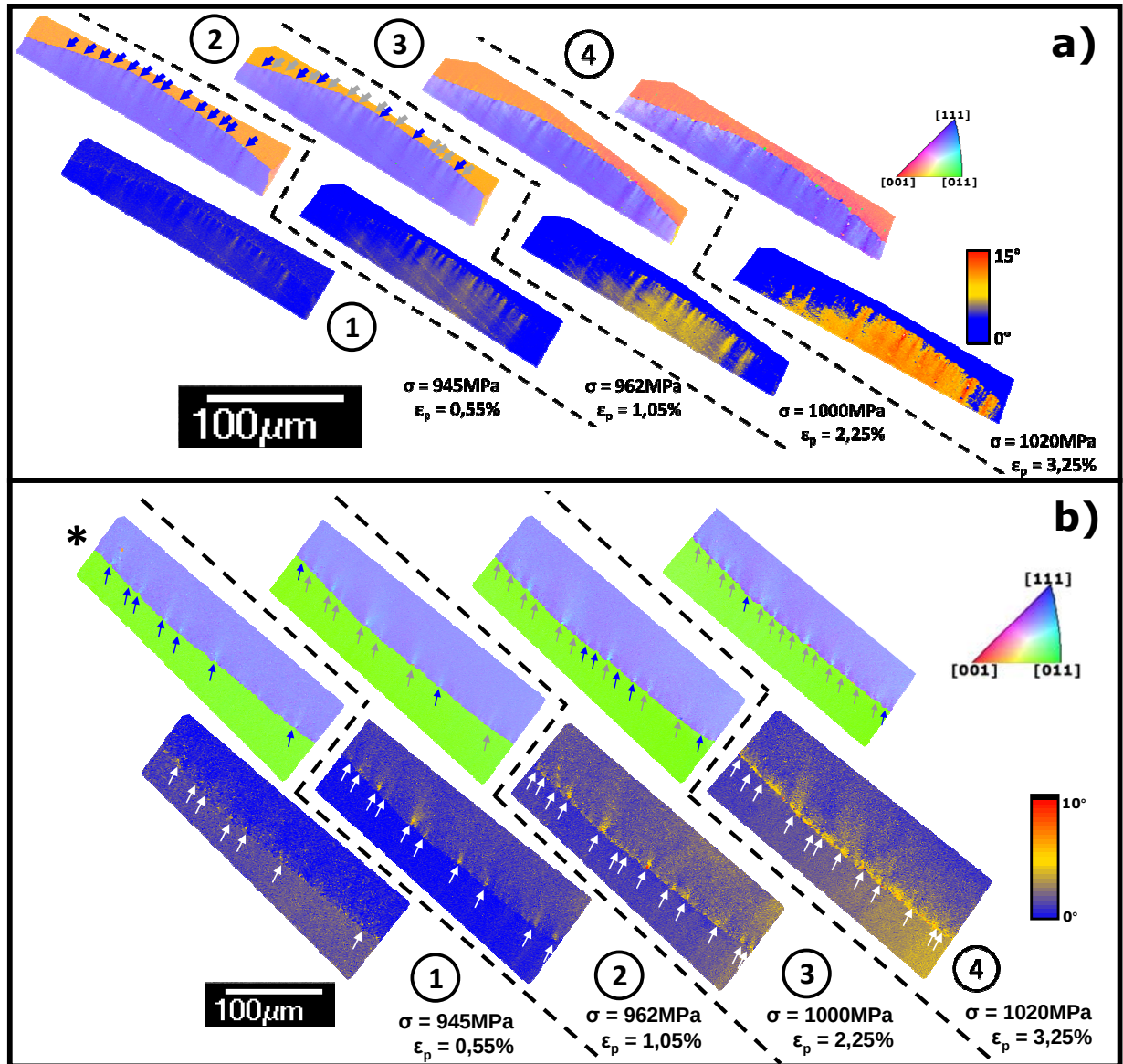


Figure IV - 12 : Suivi par EBSD *in situ* de l'évolution des micro-volumes le long de deux joints de grains de l'éprouvette 2

* Afin d'optimiser la visualisation des micro-volumes, ce joint de grains n'a pas été représenté suivant la direction de traction de l'éprouvette (comme cela a été fait pour toutes les cartographies EBSD de ce manuscrit) mais suivant la direction (021) choisie pour mettre en avant des micro-volumes par un contraste de couleur optimisé

Afin de quantifier plus précisément le développement individuel des micro-volumes, des profils de désorientation ont été réalisés sur plusieurs micro-volumes à chaque interruption de l'essai de traction *in situ* (Figure IV - 13).

Le micro-volume choisi pour cette analyse est de taille moyenne et est au centre du joint de grains étudié (Figure IV - 13a)). La cartographie EBSD de ce micro-volume est également proposée pour chacun des quatre stades d'interruption de l'essai de traction monotone *in situ* et les profils de désorientation le long du micro-volume ont été tracés (Figure IV - 13b)). L'axe des abscisses reporte la distance par rapport à la base du micro-volume et l'axe des ordonnées l'amplitude de la rotation cristallographique.

A chaque étape de l'essai, une augmentation de la taille du micro-volume et de l'amplitude de la rotation cristalline est constatée.

Les conclusions tirées de ces deux expériences de suivi *in situ* EBSD sont analogues. Or, les deux éprouvettes étaient pré déformées en traction monotone, l'une à 20 °C et l'autre à 500 °C. Ces similitudes pourraient à nouveau être la conséquence de processus de déformation très proches à 20°C et à 500°C.

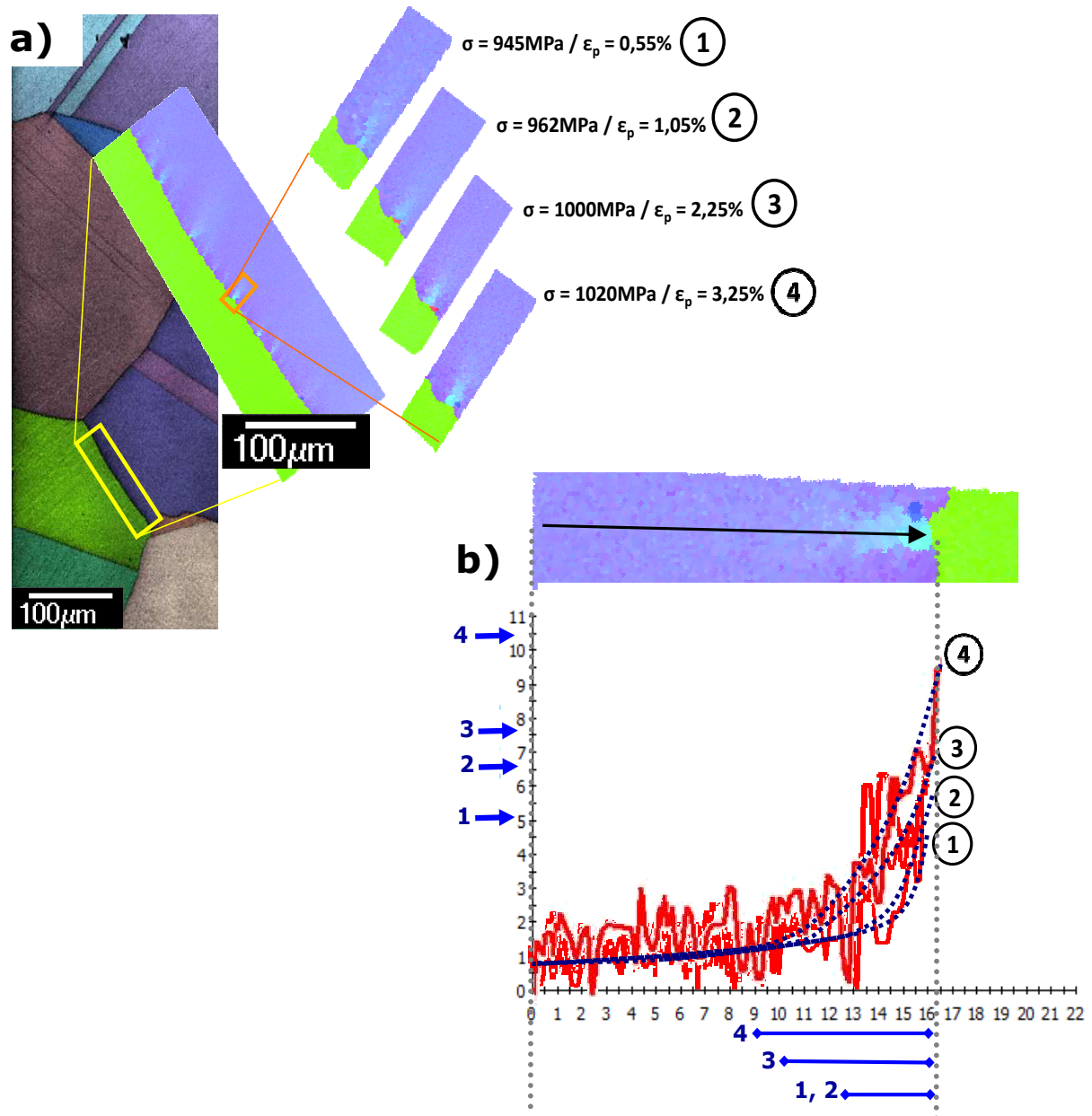


Figure IV - 13 : Suivi de l'évolution d'un micro-volume donné au cours de l'essai de traction *in situ*
a) localisation du micro-volume
b) profils de désorientation à différents stades de déformation plastique

IV.1.3.2.3 Comparatif traction/fatigue

La formation de micro-volumes a été constatée lors d'essais de traction monotone comme de fatigue. Par contre, les quelques fissures détectées à partir de ces micro-volumes ne concernent que des essais de fatigue avec notamment la mise en évidence de la relaxation des contraintes locales associées aux micro-volumes. La réalisation d'essais de traction avec suivi *in situ* EBSD constituait une occasion d'étudier plus précisément le processus de relaxation au niveau des micro-volumes au moment de l'apparition de l'endommagement. Il s'avère qu'aucun amorçage n'a pu être observé depuis les micro-volumes dans les joints de grains suivis. Cela amène à se poser la question :

Pourquoi ne semble-t-il pas possible de faire apparaître une fissure à partir d'un micro-volume, dans le cadre d'un essai de traction monotone ?

Pour des faibles amplitudes de déformation plastique ($\epsilon_p < 0,5 \%$) le nombre de bandes de glissement est très proche entre éprouvettes cyclées et éprouvettes déformées de manière monotone pour un même niveau de déformation plastique (voir partie II.4.2.2). En revanche, lorsque le niveau de déformation plastique augmente en traction monotone, le nombre de bandes de glissement s'accroît nettement (voir **Figure IV - 9c**). Au contraire en fatigue, le cumul de déformation se traduit par une activité intense au niveau d'un nombre plus restreint et relativement constant de bandes de glissement persistantes.

Ces différences vont dans le sens où la localisation de la déformation très marquée en extrémité de bandes de glissement dans le cas de la fatigue, permet la formation de micro-volumes, leur extension progressive et au final, l'apparition de micro-déchirures. A l'opposé, la multiplication des bandes de glissement en traction monotone pour des déformations élevées, ne favorise que la formation de petits micro-volumes entre ceux formés précédemment. Pour des niveaux plus élevés de déformation, la coalescence des micro-volumes ne contribue pas non plus à l'apparition d'un endommagement très localisé comme les micro-déchirures.

IV.2 Analyse du rôle joué par la surface libre sur le développement des micro-volumes

Dans quelle mesure, la présence d'une surface libre influence-t-elle le développement de micro-volumes ? Les micro-volumes se développent-ils à coeur, sous la surface ?

IV.2.1 Caractérisation topographique de surface au niveau des micro-volumes

Les aspects relatifs au relief produits localement à l'échelle microscopique à la suite de sollicitations mécaniques, sont très souvent au coeur des problématiques d'endommagement et notamment d'amorçage de fissures. La microscopie optique interférométrique a été utilisée pour quantifier ce relief au niveau des micro-volumes.

IV.2.1.1 Microscopie optique interférométrique

Certains des micro-volumes étudiés auparavant ont été caractérisés par microscopie optique interférométrique. Un microscope confocal interférométrique TALYSURF CCI 6000 de Taylor Hobson a été utilisé. Son principe de fonctionnement est basé sur l'interférométrie de Michelson. L'utilisation d'un objectif de grandissement x50 conduit à une résolution verticale de l'appareil inférieure au nanomètre, pour une surface analysée de $0,35 \times 0,35 \text{ mm}^2$. Après acquisition des images, des représentations 3D des surfaces étudiées ainsi que des profils ont été générés par post-traitement. Le principe de la mesure consiste à faire interférer un signal lumineux qui est réfléchi à la fois sur un miroir de référence placé dans l'objectif de l'appareil et sur l'échantillon. En déplaçant l'objectif verticalement par l'intermédiaire d'un actionneur piézoélectrique très précis, on obtient un spectre d'interférence pour chaque pixel observé par la caméra CCD du microscope (**Figure IV - 14**). Des cartographies du relief local peuvent alors être proposées.

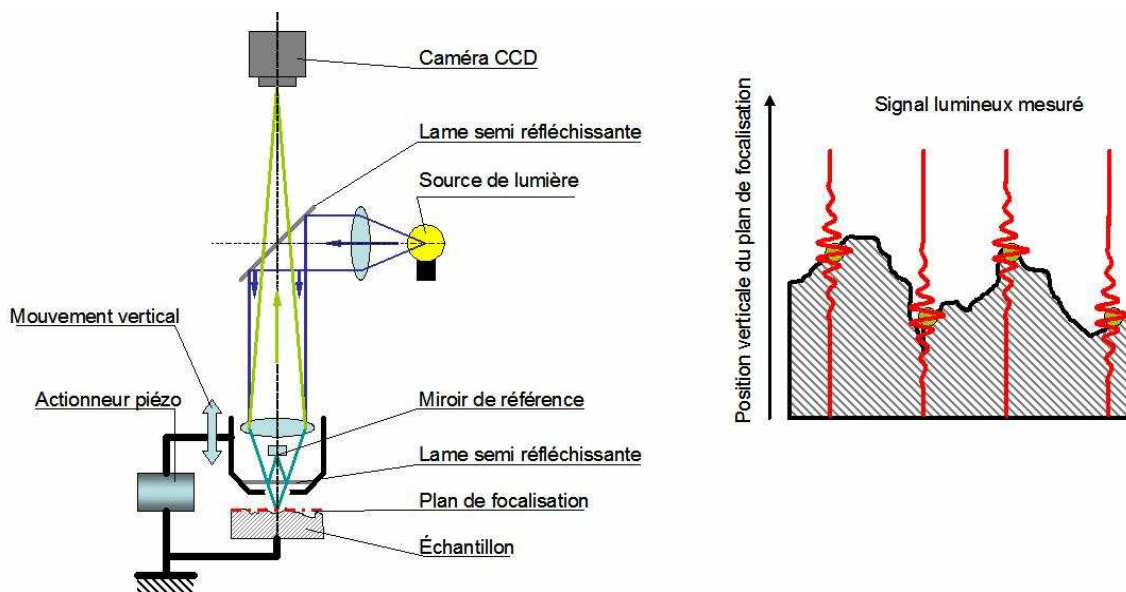


Figure IV - 14 : Principe de fonctionnement du banc Talysurf

IV.2.1.2 Application aux micro-volumes

La Figure IV - 15 a) présente un micro-volume typique qui s'est développé suite à une incompatibilité de transmission du glissement plastique entre les grains 1 et 2 dans une microstructure GG/ γ' fins chargée de manière cyclique. Les résultats du post-traitement généré à l'aide du logiciel TalyMap suite à l'acquisition d'une image du micro-volume, sont illustrées en 2D (Figure IV - 15 b)) et 3D (Figure IV - 15 c)). Le gradient de couleur correspond à la hauteur du relief mesurée en surface (le rouge étant associé au point le plus haut). Enfin, les profils topographiques des marches suivant les plans de coupe 1, 2, 3, 4 et 5 sur la Figure IV - 15 b) sont présentés respectivement dans les figures Figure IV - 15 d), e), f), g) et h).

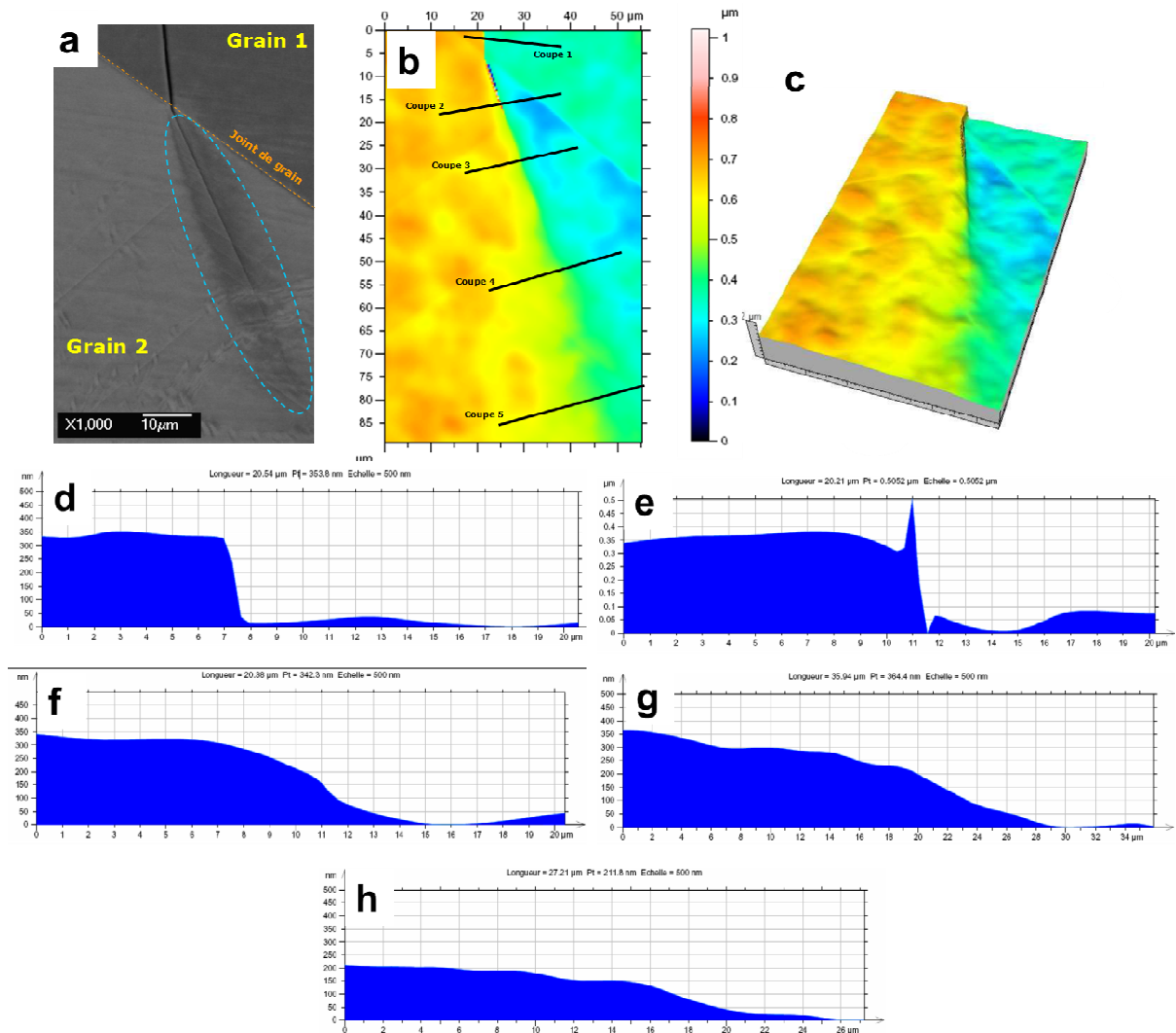


Figure IV - 15 : Caractérisation topographique par microscopie optique interférométrique
 a) micro-volume observé sur une éprouvette GG/ γ' fins sollicitée en fatigue à 20°C jusqu'à ϵ_p cumulée=0,15%
 b) cartographie 2D post-traitée via le logiciel TalyMap
 c) cartographie 3D post-traitée via le logiciel TalyMap
 d) à h) profil topographique suivant les coupes 1 à 5

Dans le grain 1, le relief induit par l'activité de la bande de glissement correspond à une marche dont la hauteur est d'environ 350 nm (coupe 1). Cet ordre de grandeur est typique de celui souvent mesuré par microscopie à force atomique dans les divers matériaux sollicités en fatigue [Man, 2010]. La configuration locale de glissement ($TILT \approx 156^\circ$, $TWIST \approx 69^\circ$) favorise la formation d'un micro-volume au sein duquel une bande de glissement arrive à se développer, au moins partiellement, dans le sens long du micro-volume.

Cette bande correspond à un début de transmission de la déformation plastique au travers du joint de grain, transmission rendue possible suite à la rotation cristallographique progressive dans le micro-volume. C'est la marche générée par cette transmission, qui est visible sur le profil de la **Figure IV - 15 e)**. La rotation cristallographique dans le micro-volume s'atténuant le long de celui-ci (voir **Figure II - 38**), il en est de même des conditions favorisant l'activation du glissement. Les coupes suivantes (**Figure IV - 15 f) à h)**) montrent l'atténuation progressive de la hauteur de marche le long du micro-volume. La marche de hauteur proche de 350 nm est très nette au pied du micro-volume, elle devient plus progressive dans la largeur, profil après profil. Un cisaillement de la surface au voisinage du pied du micro-volume s'est probablement réalisé. Ce type de relief au niveau du joint de grains pourrait clairement favoriser un amorçage de fissure selon le scénario proposé dans la partie III.1.3.2.

De tels micro-reliefs ne peuvent, à eux seuls, expliquer ces rotations cristallines qui se développent au sein des micro-volumes. Il est cependant légitime de penser que l'amplitude de la rotation cristallographique dans le micro-volume pourrait être accentuée par la possibilité d'émergence des bandes de glissement. Il est envisageable que les micro-volumes soient moins marqués à coeur sous la surface, voire inexistants.

IV.2.2 Micro-volumes à coeur

Il a été décidé de procéder à une succession de polissages de la partie utile de cette même micro-éprouvette afin d'étudier comment le micro-volume se développe en profondeur. Pour cela deux polissages ont été réalisés (**Figure IV - 16**). Le premier a permis d'éliminer 12 μm , ce qui correspond à l'extension moyenne des micro-volumes observés dans cette étude. Le second a permis de préparer l'échantillon à 100 μm sous la surface de référence sachant que la taille moyenne des grains de cette microstructure à gros grains (GG) est de 350 μm .

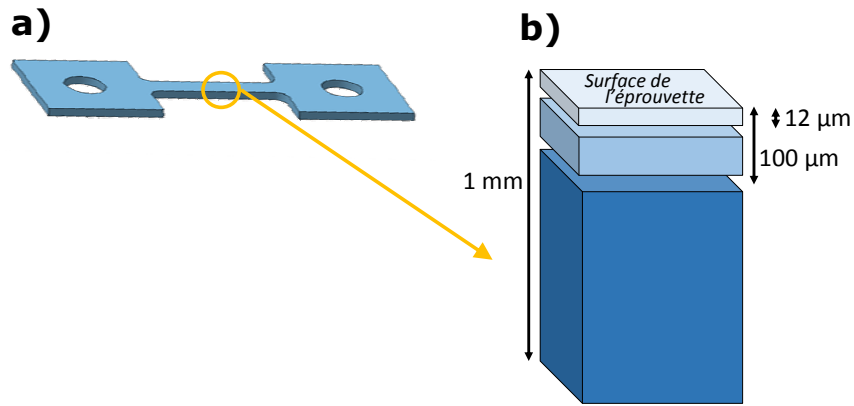


Figure IV - 16 : Polissages successifs réalisés sur l'éprouvette GG/γ' fins pour analyse de micro-volumes dans la profondeur

La Figure IV - 17 illustre les observations réalisées au MEB à la surface de l'éprouvette après les différentes étapes de polissage. Deux grandissements sont proposées pour ces micrographies réalisées en mode électrons rétro-diffusés. Le premier permet de représenter dans son intégralité le joint de macle à partir duquel le micro-volume de la Figure IV - 15 s'est développé. Le second conduit à des vues de détails.

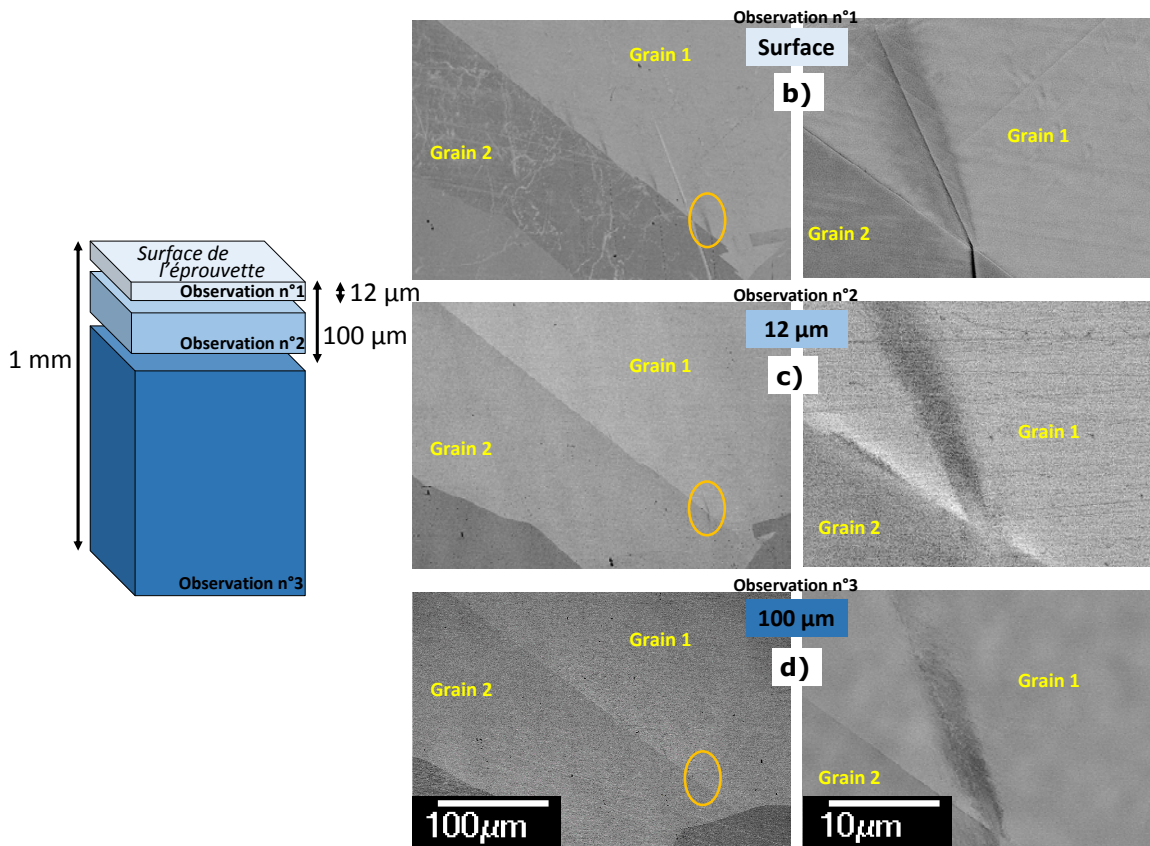


Figure IV - 17 : Observation par microscopie électronique à balayage d'un micro-volume
 b) à la surface
 c) à 12 μm de profondeur
 d) à 100 μm de profondeur

On observe clairement la présence du micro-volume suivi après les deux polissages de 12 μm et 100 μm . Même si la surface libre peut contribuer à une partie des effets de rotation cristalline, elle ne constitue pas le point clef de la formation des micro-volumes.

Enfin, un dernier élément confirmant le fait que la surface libre ne suffit pas à expliquer la présence des micro-volumes est illustré sur la **Figure IV - 18**. Il s'agit d'une analyse topographique obtenue par microscopie optique interférométrique au niveau du joint de macle déjà analysé sur la **Figure IV - 15** mais après un polissage jusqu'à une profondeur de 12 μm . Dans ce cas, contrairement à ce qui avait été obtenu directement après déformation, aucun relief n'apparaît au niveau des micro-volumes (**Figure IV - 18 a**) pourtant visibles par microscopie électronique à balayage en mode électrons rétro-diffusés (**Figure IV - 18 b**).

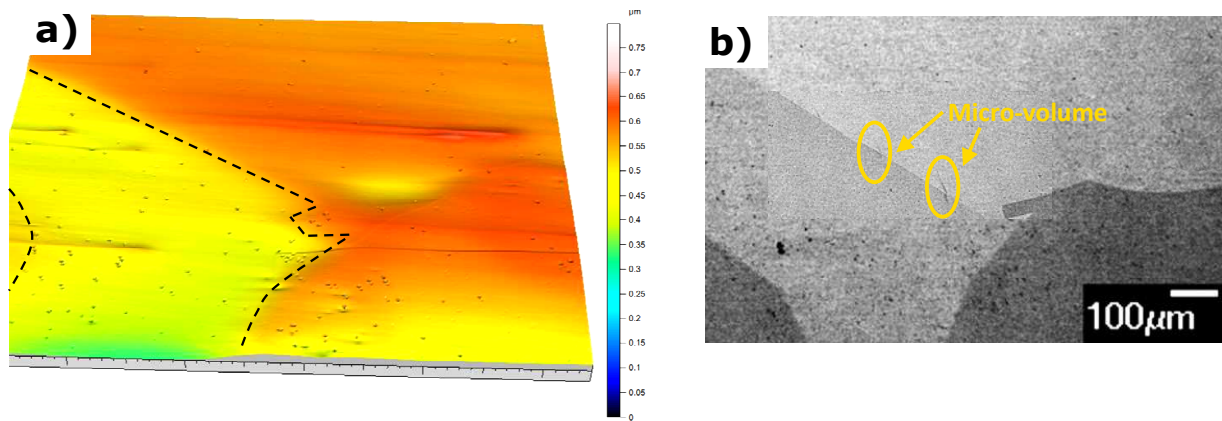


Figure IV - 18 : Caractérisation topographique

a) par microscopie optique interférométrique d'un joint de macle (les joints de grains/macles sont représentés par des traits noirs discontinus)

b) également présenté sur une micrographie obtenue par microscopie électronique à balayage

De nouveau, ces analyses montrent que les micro-volumes (rotations cristallines) peuvent exister sans qu'un relief leur soit associé. Par contre, la composante élastique de la déformation stockée dans les micro-volumes ne s'est pas relaxée suite au polissage ce qui aurait pu se traduire par la génération d'un relief, même de faible amplitude, à la surface de l'éprouvette. D'ailleurs, la cartographie EBSD de ce micro-volume après un polissage d'une profondeur de 100 μm sous la référence (présentée ci-dessous sur la **Figure IV - 19**) montre qu'en profondeur subsiste cette rotation élastique de la maille cristalline et prouve bien cette non relaxation.

Les **Figure IV - 19 b**) et c) sont les cartographies obtenues par EBSD décrivant respectivement l'orientation cristallographique relativement à la direction de traction et les désorientations relatives à l'orientation moyenne par grain. Le profil de désorientation dans un de ces micro-volumes à 100 μm sous la surface est proposé sur la **Figure IV - 19 d**).

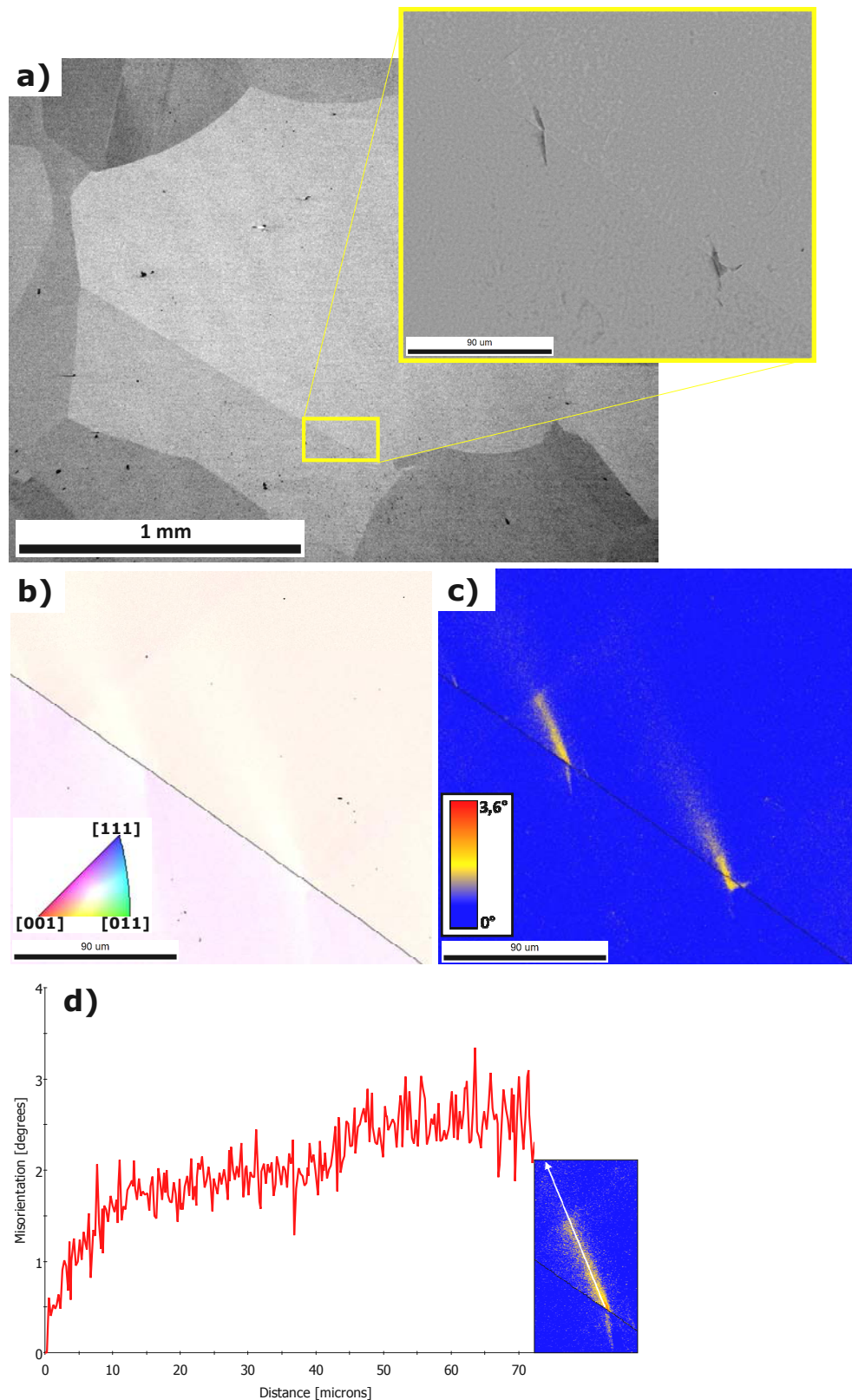


Figure IV - 19 : Analyse EBSD de micro-volumes suite à un polissage d'une profondeur de 100 μm sous la surface libre de l'échantillon

- a) Zone d'analyse
- b) Cartographie des orientations cristallines obtenue par EBSD
- c) Cartographie de désorientation relative à un état non déformé de référence (coeur de grain)
- d) Profil de désorientation dans un micro-volume suivant la direction illustrée par une flèche blanche

L'extension et la rotation cristalline maximale ont diminuées. Le micro-volume ne s'étend plus, en effet, que sur 40 μm au lieu de 60 μm et la rotation maximale est de 3 ° au lieu de 7 ° (Figure IV - 19). La Figure IV - 20 reprend schématiquement ces données.

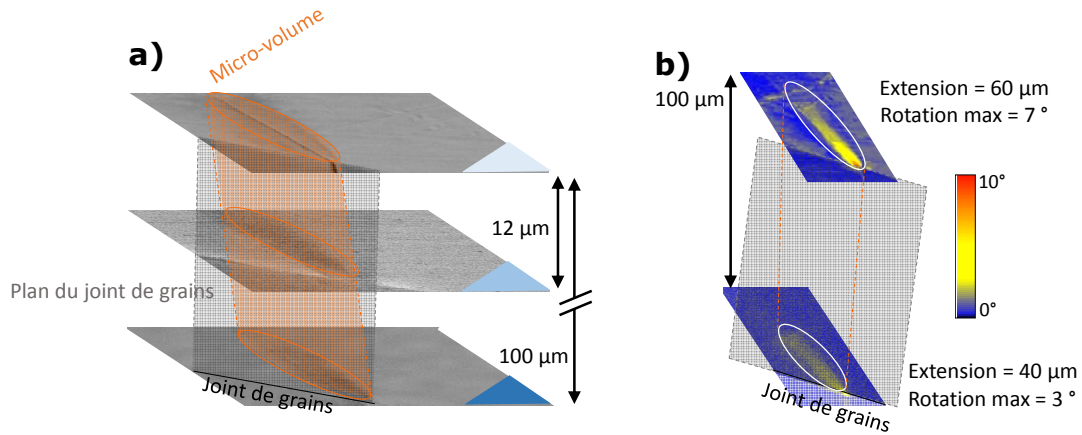


Figure IV - 20 : Reconstruction « 3D » du micro-volume suivi
a) sur la base de micrographies
b) sur la base de cartographies de désorientation relative

Une étude systématique de ce type sur un grand nombre de configurations différentes de micro-volumes serait nécessaire pour conclure quant à l'importance relative de la surface libre dans le développement des micro-volumes. En effet, si le cas étudié tend à montrer que l'émergence en surface du micro-volume s'accompagne d'une augmentation de la rotation, les configurations des grains (taille, surface de coupe, orientation, ...) peuvent aussi fortement contribuer à des variations de champs mécaniques en profondeur susceptibles d'affecter significativement le développement des micro-volumes.

Enfin, il est également intéressant de noter sur la Figure IV - 21 que des traces localisées de plasticité dans les micro-volumes persistent même après un polissage de 100 μm sous la surface de référence. Les flèches noires de cette figure mettent en évidence ces traces localisées de glissement.

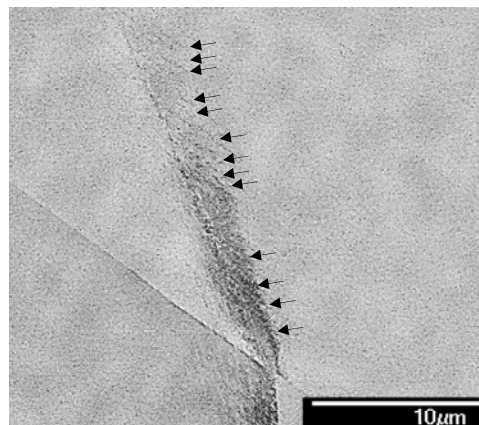


Figure IV - 21 : Mise en évidence de bandes de glissement localisées dans un micro-volume observée après polissage de 100 μm

IV.3 Mesure des niveaux de contraintes dans les micro-volumes

Cette partie a pour objet de répondre à une dernière question qui est :

Quelle est l'amplitude des contraintes dans les micro-volumes ? Dans quelle mesure est-elle supérieure aux niveaux macroscopiquement appliqués à l'éprouvette ?

Pour y répondre la technique relativement récente dite d'EBSD HR (pour haute résolution angulaire) a été utilisée. La description de celle-ci introduira donc cette partie du manuscrit.

IV.3.1 Intercorrélation de clichés EBSD

Les grandes étapes de cette approche sont décrites dans ce paragraphe. Dans un premier temps, la zone à analyser est cartographiée par EBSD de manière spécifique. Il s'agit, en effet, d'acquérir des diagrammes de diffraction de très grande qualité. Pour cela, les conditions opératoires au niveau du MEB et du système EBSD sont optimisées. En particulier, un courant de sonde relativement important et un temps d'acquisition élevé sont privilégiés. L'objectif est d'obtenir en tout point d'une cartographie, un cliché le plus contrasté possible. Chaque diagramme est enregistré en tant qu'image avec la meilleure résolution numérique possible. L'ensemble de ces étapes contribue à ce que la réalisation de telles cartographies soit particulièrement consommatrice en temps et en espace mémoire. Le temps d'acquisition est typiquement cent fois plus important que pour la réalisation d'une cartographie conventionnelle de même taille et avec un pas identique. Il est d'ailleurs important de mentionner que le caractère « haute résolution » de cette approche n'a pas de lien direct avec le pas de la cartographie.

Une fois ces diagrammes acquis, il s'agit de mettre en place une méthode de corrélation d'images dont l'objet est d'établir les champs de déformation associés à la zone cartographiée. Cette approche, relativement récente ([[Wilkinson, 2006](#)], [[Wilkinson, 2009](#)], [[Maurice, 2012](#)], [[Britton, 2012b](#)]) est encore dans une phase d'optimisation. Si les valeurs absolues des déformations et contraintes qui sont évaluées par cette méthode peuvent encore, dans certains cas, être sujets à caution, les tendances générales obtenues ont pu être validées. Le logiciel cross court (CC3) a été utilisé dans cette étude.

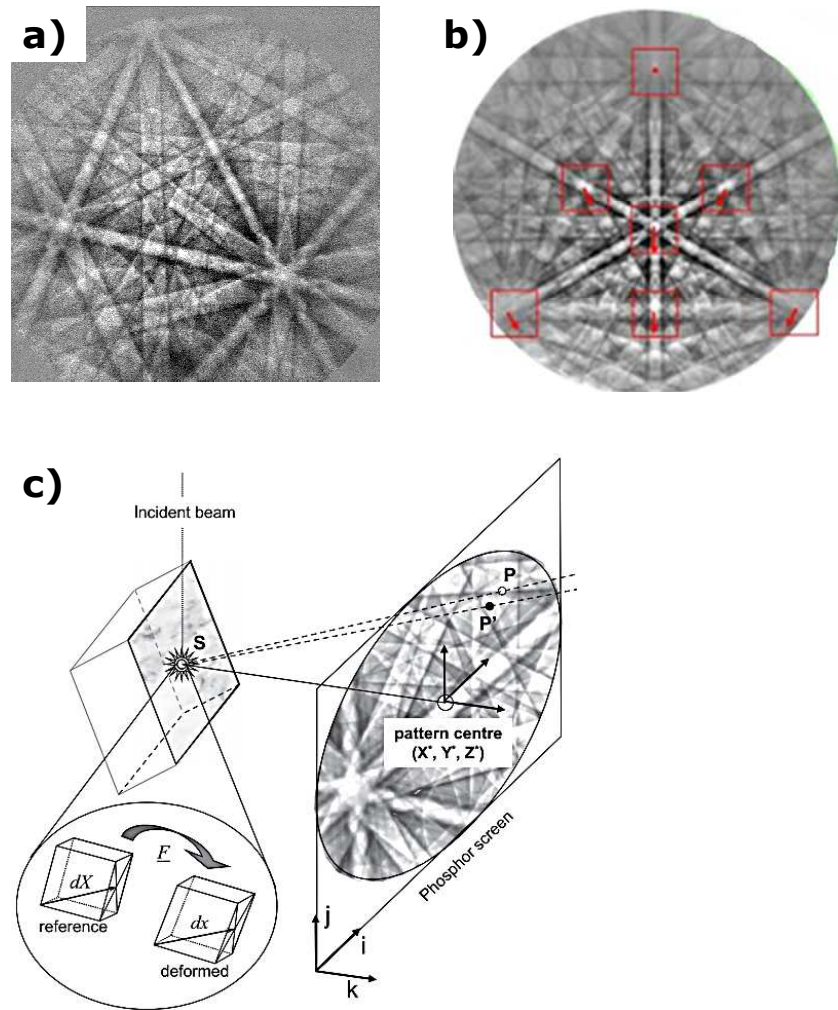


Figure IV - 22 : Diagramme de Kikuchi obtenu par EBSD HR au MEB FEG

a) sur une éprouvette de microstructure Industrielle

b) sites d'intérêts définis pour l'intercorrélation

c) et illustration de l'effet de la déformation d'un matériau se traduisant sur l'écran de phosphore [Maurice, 2012]

Les principales étapes sont les suivantes :

- Les clichés EBSD sont chargés dans le logiciel CrossCourt 3 (CC3).
- Dans chaque grain de la zone d'analyse, un diagramme a été défini comme référence. Ces diagrammes de référence (un par grain) ont bien évidemment été choisis dans les zones non déformées (ou déformées au niveau moyen de la sollicitation mécanique macroscopique) loin des joints de grains, entre les bandes de glissement.
- Des zones particulières du diagramme de diffraction sont choisies pour être suivies lors des phases de corrélation d'images (le nombre et la taille de ces trois zones constituent un des paramètres importants de la mise en oeuvre de ces analyses).
- Le calcul de corrélation est lancé. Il permet d'accéder aux matrices de gradient de déplacements (ou matrice des distorsions (A_{ij})) avec une résolution de l'ordre de 2.10^{-4} .

- Le tenseur gradient des déplacements est ensuite décomposé classiquement en un tenseur des déformations (ε_{ij}) et un tenseur des rotations (W_{ij}) (Equation IV - 1).
- L'utilisation d'une loi de Hooke généralisée, permet ensuite de remonter au tenseur des contraintes élastiques (via l'utilisation des constantes élastiques de l'alliage).

$$\begin{pmatrix} A_{11} & A_{21} & A_{31} \\ A_{12} & A_{22} & A_{32} \\ A_{13} & A_{23} & A_{33} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33} \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} 0 & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{12} & 0 & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{13} & \varepsilon_{23} & 0 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} W_{11} & W_{12} & W_{13} \\ -W_{12} & W_{22} & W_{23} \\ -W_{13} & -W_{23} & W_{33} \end{pmatrix} \quad \text{Equation IV - 1}$$

Il convient, tout de même, de souligner que l'on évalue par cette technique une distorsion relative à une référence et non par rapport à un champ dans l'absolu. De même, les champs établis le sont grain par grain et non à l'échelle d'un agrégat. De récentes études ([Maurice, 2012], [Britton, 2012b]) ont montré certaines limites d'une telle comparaison pour un état « non-déformé » en présence de fortes rotations cristallographiques ($\sim 11^\circ$) associées à de la plasticité. Ces études préconisent de définir une nouvelle cartographie des rotations élastiques obtenue sur la base d'un calcul en chaque pixel de la cartographie EBSD initiale. La réalisation d'une nouvelle intercorrélacion entre les clichés EBSD de la cartographie initiale et ceux de la cartographie recalculée permet de remonter aux vraies déformations élastiques et donc aux champs de contrainte réelles. Un tel « re-calcul » n'est pas, aujourd'hui, possible par l'usage du logiciel CC3. Par conséquent, il est important de garder à l'esprit que l'amplitude des déformations et contraintes qui seront présentées est en partie surestimée. Toutefois, cet aspect n'affecte en rien la forme et l'extension des micro-volumes sur les cartographies des rotations, déformations et contraintes calculées par intercorrélacion des clichés EBSD.

IV.3.2 Application de cette technique aux micro-volumes

Dans cette partie, la technique précédemment décrite a été appliquée au cas d'un micro-volume déjà introduit précédemment (Figure IV - 15 a)).

Un certain nombre de détails relatifs à ce cas sont également reportés dans l'ANNEXE 3.

La Figure IV - 23, présente la cartographie EBSD haute résolution réalisée autour du micro-volume ainsi que le diagramme de kikuchi de référence de chaque grain. A ces clichés (Figure IV - 23 b)) sont superposés les différentes zones d'intérêts suivies, matérialisées par des carrés blancs.

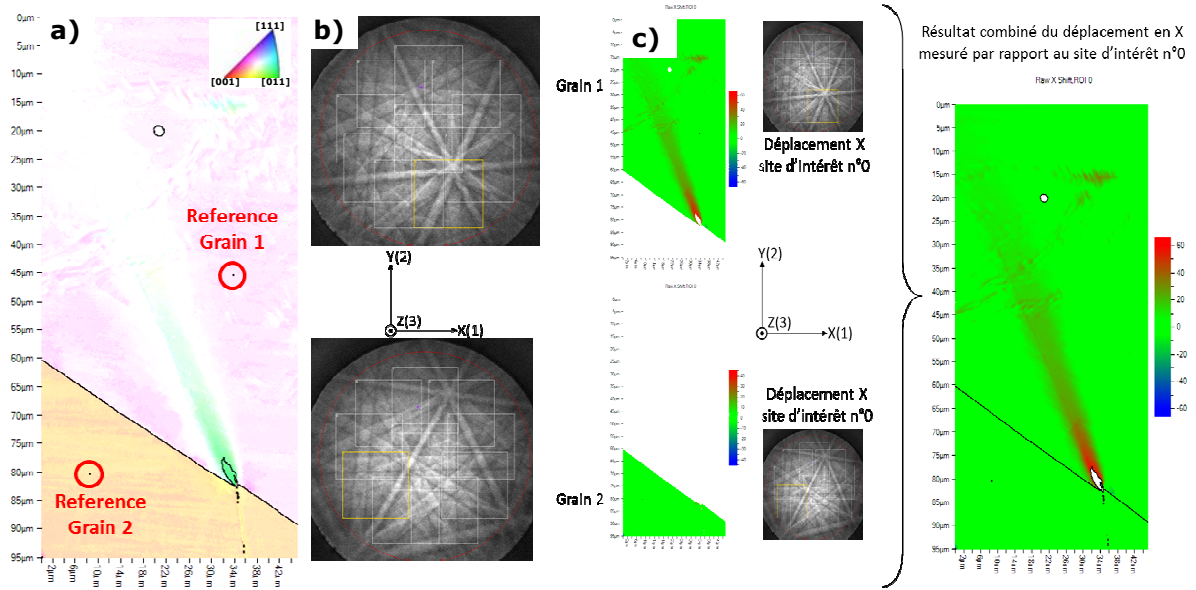


Figure IV - 23 : Présentation du micro-volume étudié suivant la méthodologie détaillée précédemment

- a) une cartographie EBSD HR et la localisation des points de référence
- b) les diagrammes de kikuchi de référence et les zones d'intérêt définies pour la mesure des déplacements en X et en Y
- c) la cartographie des déplacements en X dans chaque grain

A titre d'exemple, la Figure IV - 23 c) illustre les déplacements mesurés suivant X dans chaque grains pour la zone d'intérêt. La matrice de distorsion (A_{ij}) a été établie et les tenseurs de déformation élastique (ϵ_{ij}) (respectivement pour les déformations normales et de cisaillement) et de rotation (W_{ij}) ont été extraits. La représentation graphique des amplitudes de déformation et de rotation dans chaque grain est l'objet de la Figure IV - 24.

Enfin le tenseur des contraintes (suivant les axes principaux : Figure IV - 25 a)) a été calculé en utilisant une loi de Hooke généralisée dans le cadre d'une élasticité cubique. Il convient, à ce stade, de noter que les constantes élastiques utilisées pour ce calcul sont celles de l'Inconel 738 LC (un superalliage possédant une fraction volumique en précipités γ' très proche de celle de l'Udimet 720) obtenues dans [Hermann, 1996].

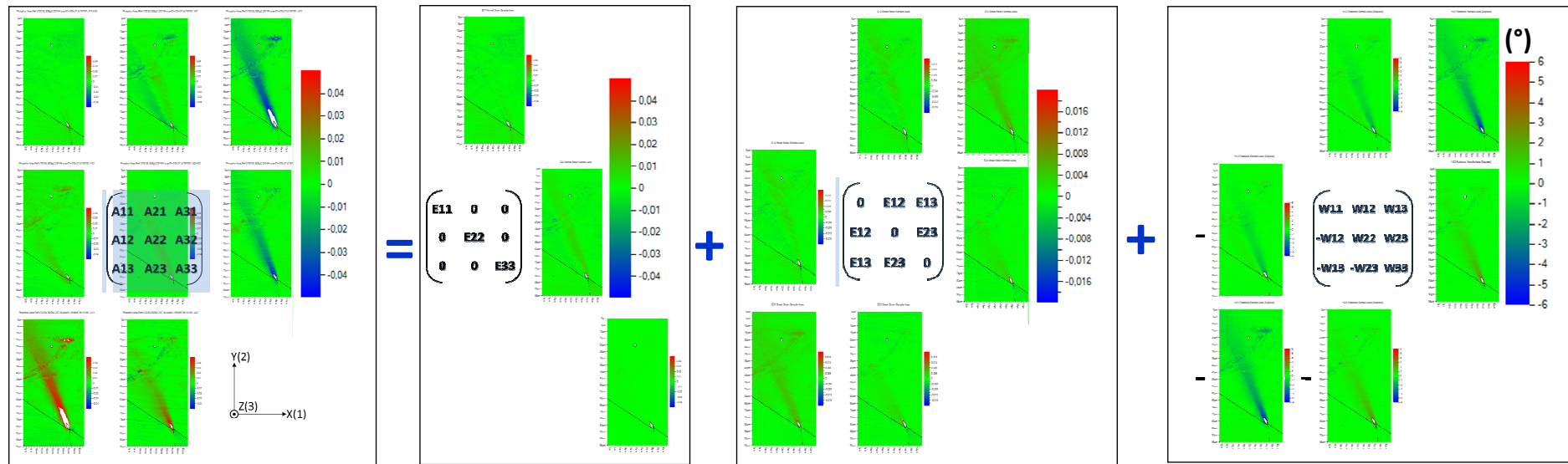


Figure IV - 24 : Cartographies obtenues par calcul via le logiciel Cross-Court 3 : Composantes des tenseurs de distorsion (A_{ij}), de déformation (ϵ_{ij}) et de rotation (W_{ij}) introduits dans l'Equation IV - 2

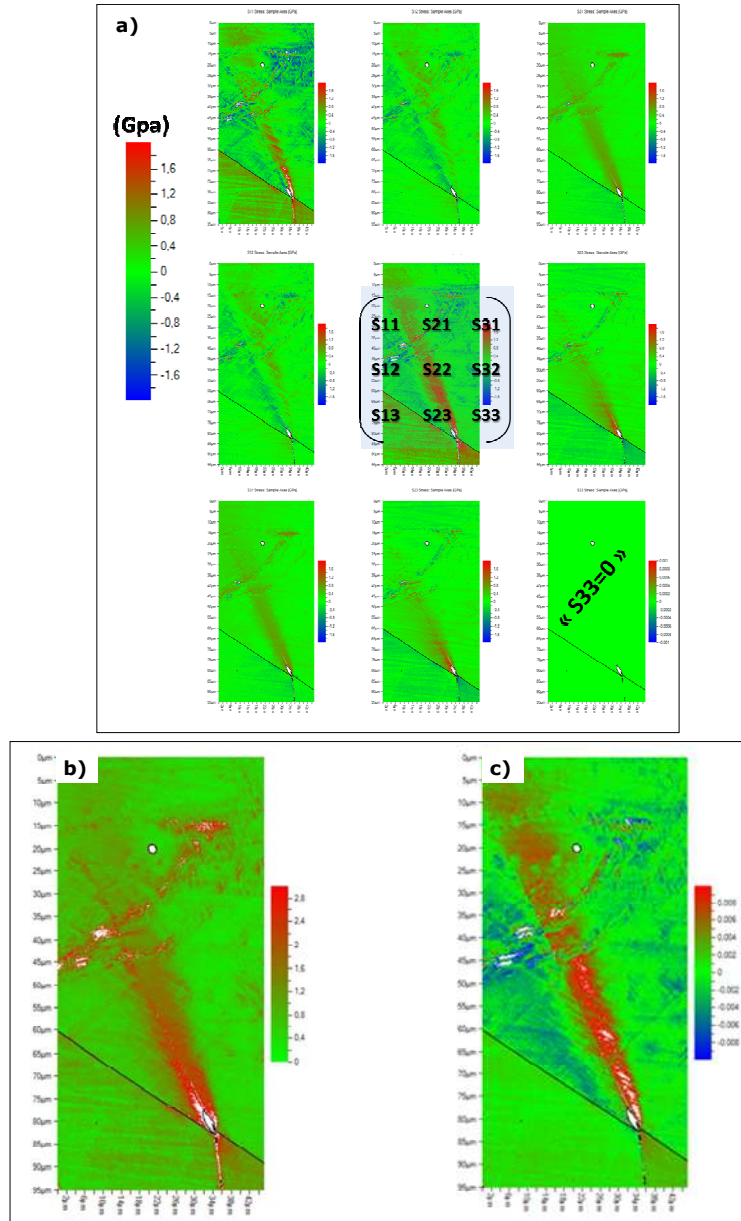


Figure IV - 25 : Cartographies associées aux tenseurs des contraintes

a) suivant les axes principaux

b) contraintes de von Mises

c) Agrandissement de S_{22}

Ces cartographies montrent clairement des contraintes élevées au sein du micro-volume, en particulier dans la direction de traction (Figure IV - 25 c)- S_{22}). Ces valeurs maximales sont probablement trop élevées compte tenu de la méthode d'évaluation et un « re-calcul » serait nécessaire pour approcher les vraies valeurs. Cependant, la localisation et la direction des contraintes les plus importantes restent pertinentes. De plus, des contrastes importants apparaissent, notamment de part et d'autre du micro-volume. Sur la Figure IV - 25 c), des états de contrainte positifs et négatifs se développent, ce qui ne peut-être que favorable à termes pour l'apparition d'un endommagement.

IV.4 Quelques pistes pour améliorer l'alliage vis-à-vis de la formation de micro-volumes

Les micro-volumes pouvant être à l'origine de l'amorçage de fissures lors de sollicitations cycliques, il paraît primordial de tenter de répondre aux deux questions suivantes :

Comment améliorer l'alliage vis-à-vis de l'apparition de ces micro-volumes ? Est-il possible d'annuler, sinon de retarder, leur apparition et leur développement ?

Plusieurs pistes, plus ou moins faciles à mettre en oeuvre, notamment industriellement, peuvent être envisagées. Deux d'entre elles sont évoquées et détaillées ci-dessous.

La première voie qui pourrait être explorée en vue de l'amélioration de l'alliage vis à vis de l'apparition des micro-volumes concerne l'état de précipitation γ' . Il a été démontré (III.3.3) qu'une précipitation fine et dense facilite la nucléation et l'extension de micro-volumes confinés au voisinage de certains joints de grains. A l'inverse, aucun micro-volume n'a été observé dans des alliages uniquement durcis par solution solide. Une microstructure d'Udimet 720 présentant une couche de déplétion en précipités γ' au voisinage des joints de grains pourrait être moins sensible à la nucléation des micro-volumes. Il s'agirait, par exemple, de viser une zone de déplétion telle que celle illustrée sur la **Figure IV - 26** concernant l'alliage 718 (déplétion en γ'' dans ce cas).

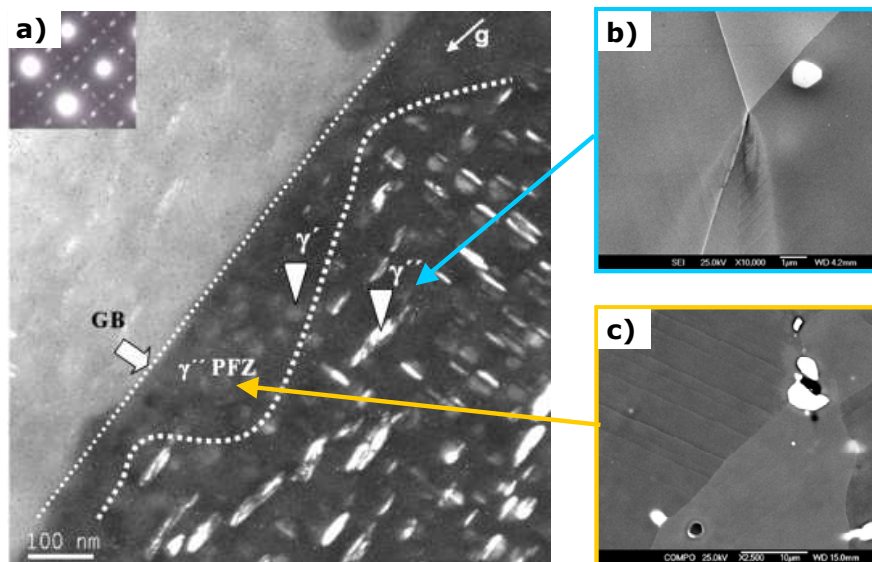


Figure IV - 26 : Zone de déplétion en précipités γ'' dans l'alliage 718

a) Micrographie d'alliage 718 présentant une zone de déplétion aux joints de grains tirée de [Kitaguchi, 2012]

b) et c) Pour rappel : formation de micro-volumes dans cet alliage en présence d'une précipitation $\gamma' + \gamma''$ fine et dense ; aucun micro-volume en l'absence de cette précipitation $\gamma' + \gamma''$.

Des traitements thermiques permettant de générer de telles couches de déplétion aux joints de grains existent et sont industriellement envisageables. Ils sont en particulier associés à des modes de refroidissement post mise en solution relativement lents, ce qui conduirait à des microstructures de précipitation γ' grossières. Or il a été montré dans la partie I.3.2 que plus les précipités γ' secondaires intragranulaires sont fins, meilleure est la limite d'élasticité de l'alliage. De même, il a été présenté dans cette partie que la présence d'une couche de déplétion aux joints de grains influence négativement la limite d'élasticité et la limite à rupture. Par conséquent, si l'introduction d'une couche de déplétion aux joints de grains constitue une voie intéressante vis-à-vis de l'apparition des micro-volumes, cela nuit à d'autres propriétés mécaniques de l'alliage Udimet 720.

La seconde voie d'amélioration de l'alliage vis-à-vis de l'apparition des micro-volumes est d'essayer de tirer parti des différences de processus de déformation en fonction de la température. Il a été montré (partie III - 5) que les mécanismes de plasticité à l'origine de la formation des micro-volumes sont ceux qui impliquent du glissement planaire, type de glissement majoritaire dans la plage de températures [20 °C et 500 °C]. Par contre, au-delà de 700 °C, très peu de micro-volumes se développent aux joints de grains de l'alliage (**Figure III - 32**). Une idée pourrait être de pré-déformer l'alliage à 700°C pour générer des structures de dislocations moins favorables au développement des micro-volumes. Suivant la stabilité à 465°C de telles microstructures, un retard du développement de micro-volumes lors de la déformation aux températures intermédiaires pourrait être obtenu.

Enfin, il faut garder à l'esprit que plus le matériau sera à grains fins, plus le développement de micro-volumes sera probablement difficile. Le cumul de déformation à l'extrémité de bandes de glissement dans un petit grain sera plus faible que dans le cas de gros grains, favorisant moins l'apparition de micro-volumes.

IV.5 Synthèse du chapitre IV

Des analyses complémentaires, ponctuelles, ont été proposées dans ce chapitre pour mieux préciser et comprendre les conditions de formation des micro-volumes.

1/ Comment évoluent les micro-volumes au cours d'une traction monotone ?

Des essais de traction monotone développés *in situ* avec suivi EBSD ont été réalisés. Les analyses quantitatives réalisées à partir de ces expériences ont notamment montré que l'extension et la rotation cristalline augmentent avec le niveau de déformation dans un premier temps. Au delà d'un certain taux de déformation, la croissance des micro-volumes et leur multiplication conduit à des effets de coalescence.

2/ En serait-il de même lors d'un essai cyclé ?

Pour des niveaux de déformation plastique faibles (inférieurs à 0,5%) il est difficile de distinguer les micro-volumes formés en traction monotone et en fatigue. En traction, lorsque la déformation croît, le nombre de micro-volumes qui se forment le long de quelques joints de grains augmente considérablement. La multiplication des micro-volumes petits et plus grands ainsi que les effets de coalescence, conduisent à un état de contrainte tout au long du joint probablement suffisamment homogène pour ne pas favoriser la formation de fissures. Au contraire, dans le cas de la fatigue, le cumul de déformation cycle après cycle sur un nombre plus restreint de bandes de glissement contribue au processus de micro-déchirure et à terme, à la formation de fissures.

3/ Les micro-volumes correspondent-ils uniquement à un mécanisme de déformation surfacique ?

Les analyses réalisées en profondeur par polissages successifs montrent clairement l'existence de micro-volumes « à coeur ». La surface libre pourrait éventuellement faciliter les effets de rotation cristalline pour certaines configurations géométriques.

4/ Quelle est l'amplitude des niveaux localisés de contrainte dans les micro-volumes ?

Des évaluations de contraintes locales au voisinage des micro-volumes ont été faites via des mesures de corrélation d'images de diffraction en EBSD (EBSD HR). Si les valeurs absolues calculées doivent être considérées avec prudence, la forme des champs de déformation et de contrainte va dans le sens d'incompatibilités locales susceptibles de favoriser l'endommagement.

5/ Comment améliorer l'alliage vis-à-vis de l'apparition de ces micro-volumes ?

Deux voies d'optimisation ont été envisagées.

La première consiste à générer une déplétion en précipités γ' le long des joints de grains afin de limiter, voire de supprimer, les effets de confinement des champs mécaniques par les précipités. Une telle microstructure peut être obtenue par la réalisation de traitements thermiques suivis de trempes peu sévères. S'il est possible que cette voie soit bénéfique vis-à-vis de l'apparition des micro-volumes et de la résistance à l'amorçage de fissures de fatigue, il conviendrait de s'assurer que des abattements significatifs d'autres caractéristiques mécaniques n'apparaissent pas en parallèle.

La seconde voie évoquée, plus hypothétique d'un point de vue applicatif, consisterait à introduire dans l'alliage une structure de dislocations peu favorable au développement des micro-volumes avant que celui-ci ne soit sollicité classiquement lors de son usage. Un pré-chargement mécanique à plus haute température ($\approx 700^\circ\text{C}$) qui limite drastiquement la formation de micro-volumes, est proposé. Il resterait néanmoins nécessaire de vérifier que les structures de dislocations formées à 700°C restent stables à 465°C .

IV.6 Références bibliographiques

[Britton, 2012b] T.B. Britton, A.J. Wilkinson,

"High resolution electron backscatter diffraction measurements of elastic strain variations in the presence of larger lattice rotations "

Ultramicroscopy 114, 82–95,(2012).

[Hermann, 1996] W. Hermann, H.G. Sockel, J. Han, A. Bertram,

"Elastic properties and determination of elastic constants of nickel-base superalloys by a free-free beam technique",

TMS, Superalloys 1996, Seven Springs, PA, USA, 229-238, (1996).

[Kitaguchi, 2012] H. Kitaguchi,

"Chapter 2 : Microstructure-Property Relationship in Advanced Ni-Based Superalloys",
Metallurgy - Advances in Materials and Processes", book edited by Y. Pardhi, (2012).

[Man, 2010] J. Man, M. Valtr, A. Weidner, M. Petrenec, K. Obrtlík, J. Polák,

"AFM study of surface relief evolution in 316L steel fatigued at low and high temperatures",

Procedia Engineering 2, 1625–1633, (2010).

[Maurice, 2012] C. Maurice, J. H. Driver, R. Fortunier,

"On solving the orientation gradient dependency of high angular resolution EBSD",

Ultramicroscopy 113, 171–181, (2012).

[Villechaise, 2012] P. Villechaise, J. Cormier, T. Billot, J. Mendez,

"Mechanical behaviour and damage processes of Udimet 720 Li : Influence of localized plasticity at grain boundaries",

TMS, Superalloys 2012, Seven Springs, PA, USA, (2012).

[Wilkinson, 2006] A.J. Wilkinson, G. Meaden, D.J. Dingley,

"High resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: New levels of sensitivity",

Ultramicroscopy, 106, 307-313, (2006).

[[Wilkinson, 2009](#)] A.J. Wilkinson, G. Meaden, D.J. Dingley,
"Mapping strains at the nanoscale using electron backscatter diffraction",
Superlattices and Microstructures 45, 285-294, (2009).

- Conclusions et Perspectives générales -

La compréhension des mécanismes de déformation et d'endommagement à chaud des superalliages à base de Nickel utilisés pour la fabrication des disques de turbine est une des conditions *sine qua non* pour envisager leur optimisation vis à vis des différentes sollicitations thermomécaniques qu'ils subissent en service. Cette étude s'est focalisée sur les conditions représentatives de celles rencontrées par l'alésage des disques. Il s'agit principalement de sollicitations cycliques dans un domaine de températures qualifié d'intermédiaire autour de 465 °C. Les principaux résultats issus de ces travaux sont repris dans cette synthèse autour de deux axes :

- l'analyse du comportement mécanique (en traction monotone et fatigue oligocyclique) macroscopique de l'alliage en relation avec les paramètres microstructuraux.
- l'étude des micro-mécanismes de déformation et d'endommagement favorisant l'amorçage de fissures intergranulaires dans le cadre de sollicitations cycliques.

Dans un premier temps, une campagne d'essais de fatigue pilotés en déformation a été réalisée à 20 °C et 465 °C sur différentes microstructures de l'alliage Udimet 720. Les états métallurgiques considérés concernaient une microstructure bimodale utilisée industriellement ainsi que plusieurs microstructures à gros grains qualifiées d'« académiques » dont l'objectif était d'aider à la compréhension des processus étudiés. Les paramètres microstructuraux variant d'une microstructure à l'autre sont la taille moyenne de grains, la fraction volumique et la taille moyenne des précipités intragranulaires et par conséquent les distances inter-précipités. Que ce soit en traction monotone ou en fatigue LCF, la taille de grains moyenne apparaît comme le facteur le plus influent sur les propriétés mécaniques. Pour une taille donnée de grains, plus la précipitation est fine, meilleures sont la limite d'élasticité et la limite à rupture en traction ainsi que la durée de vie en fatigue, que ce soit à 20 °C ou à 465 °C. En revanche, la ductilité d'une microstructure à précipitation fine est clairement plus faible. Ceci contribue aux faibles durées de vie obtenues lors des essais de fatigue sur une telle microstructure. Pour toutes les microstructures, de fortes irrégularités de comportement cyclique ont été mises en évidence à 20 °C comme à 465 °C. Les phénomènes observés, attribués aux effets de type Portevin-Le Chatelier, conduisent dans certains cas à une chute considérable de la contrainte moyenne.

Enfin, quelles que soient la température (20 °C ou 465 °C) et la microstructure, l'amorçage de fissures (secondaires et fissure fatale) implique principalement des joints de macle avec production de grandes facettes planes sur le faciès de rupture.

Le cadre général étant fixé, la majeure partie des travaux de cette thèse a été dirigée vers la compréhension des mécanismes à l'origine de l'amorçage des fissures. Pour cela de nombreux essais interrompus ont été réalisés sur des micro-éprouvettes plates dont la partie utile a été intégralement cartographiée par EBSD au préalable. Des analyses quantitatives de l'activité de glissement selon les grains ont été développées pour des états de déformation (chargement monotone ou cyclique) toujours « compatibles » avec le domaine d'amplitudes de la fatigue LCF. Les paramètres analysés concernaient le facteur de Schmid, la fraction de grains déformés, le glissement simple ou multiple ou bien encore le nombre de bandes de glissement activées.

Il apparaît que les mécanismes de déformation à 20 °C et à 465 °C en traction monotone et en fatigue sont similaires.

Les possibilités de transmission des bandes de glissement au travers des joints de grains constituent le cœur de ce travail de thèse. Dans plus de 90 % des configurations intergranulaires, la déformation plastique se transmet facilement entre grains. Au contraire, pour un faible pourcentage de cas, la transmission des bandes de glissement ne peut se faire. On assiste alors à un processus de rotation cristalline très localisé au sein de petites zones que l'on a dénommées « micro-volumes » et qui se forment à l'extrémité des bandes de glissement dans le grain voisin. Ce processus observé pour quelques joints de grains seulement a été détecté à la surface de toutes les éprouvettes déformées à 20 °C et 465 °C, en traction monotone et en fatigue, quelle que soit la microstructure. La réalisation de polissages successifs a, en outre, permis de montrer le caractère volumique de telles zones. Les multiples cartographies EBSD réalisées ont montré que la rotation de la maille cristalline atteint souvent 10 ° au niveau de l'intersection joint de grains/bande de glissement et s'atténue lorsqu'on s'en éloigne en surface et dans la profondeur. Ces micro-volumes s'accompagnent parfois de plasticité qui s'y développe de manière confinée.

Des traces d'endommagement allant de micro-déchirures locales du joint de grains à des fissures ont été constatées comme s'étant développées depuis de tels micro-volumes. Les configurations locales pour lesquelles la bande de glissement à l'origine du micro-volume est associée à un joint de macle se sont avérées particulièrement favorables pour la formation de fissures longues. Le caractère nocif en fatigue de ces micro-volumes ayant été montré, des analyses ont été réalisées afin d'identifier les conditions favorisant leur apparition et leur développement. Ni la désorientation de grain à grain, ni les niveaux de facteur de Schmid ne permettent d'expliquer le processus. Il s'est avéré que les conditions importantes à considérer concernent les configurations entre systèmes de glissement de part et d'autre du joint de grains.

L'angle de TWIST entre systèmes de glissement activés de part et d'autre du joint de grains est apparu, de ce point de vue, comme le paramètre déterminant. Au-delà de 55 °, des micro-volumes ont systématiquement été observés.

L'existence de ce processus pour d'autres superalliages a été démontrée. Il apparaît cependant que seules les microstructures à précipitation fine développent des micro-volumes, les alliages durcis uniquement par solution solide ne s'y prêtant pas.

Le caractère planaire des bandes de glissement est également favorable au développement des micro-volumes. Des analyses effectuées dans une large gamme de températures [20 °C – 750 °C] ont d'ailleurs permis de montrer qu'à partir de 500 °C / 550 °C, la formation de micro-volumes devient de plus en plus rare, le glissement devenant de moins en moins planaire.

Deux pistes d'amélioration de l'alliage pour son application aux disques de turbine dans le domaine des températures intermédiaires ont été proposées. Deux d'entre elles seront évoquées pour conclure ces travaux de thèse.

La première consisterait à générer des microstructures présentant une couche de déplétion en précipités au voisinage des joints de grains. L'absence de précipités dans une bande voisine au joint de grains éviterait une trop grande localisation de la déformation plastique au niveau des bandes de glissement et limiterait, voire éviterait, la formation des micro-volumes. Une seconde piste impliquerait une pré-déformation de l'alliage à 700 °C afin d'y introduire des structures de dislocations qui ne permettent pas le développement de micro-volumes. Il faudrait cependant que de telles structures restent stables à plus basses températures et que l'étape de pré-déformation ne pré-endommage pas l'alliage.

Dans tous les cas, il conviendrait de vérifier qu'une amélioration de l'alliage vis à vis des propriétés cycliques à 465 °C ne contribue pas à dégrader d'autres propriétés notamment vis-à-vis de celles engendrant des mécanismes viscoplastiques de déformation.

- ANNEXES -

- Annexe 1 -

Procédés d'élaboration de l'Udimet 720

- Cette annexe présente les deux procédés d'élaboration les plus utilisés pour les superalliages polycristallins utilisés pour la confection des disques de turbine, notamment l'Udimet 720.

Annexe 1. Procédés d'élaboration de l'Udimet 720

Deux procédés permettent l'obtention de disques de turbine HP en Udimet 720. Ces deux procédés sont la mise en forme d'un lingot coulé puis forgé (1.1) ou la voie de la métallurgie des poudres (1.2).

1.1 La voie coulée-forgée

Le développement de superalliages toujours plus performants et donc de plus en plus alliés n'a pu avoir lieu qu'en parallèle de la maîtrise des procédés d'élaboration sous vide et de refusion afin de limiter les risques de ségrégation chimique durant la phase de solidification. Les différentes étapes de la gamme de fabrication des disques de turbine par la voie coulée forgée sont décrites ci-dessous et illustrées sur la **Figure 3** :

Tout d'abord l'alliage de base et les éléments d'alliage sont associés par fusion par induction sous vide. C'est l'étape de VIM (Vacuum Induction Melting). Cette étape est particulièrement importante dans le but d'introduire des éléments réactifs avec l'air (Ti, Al, ...).

S'en suivent deux étapes de refusion supplémentaires dans le but d'homogénéiser la chimie et la microstructure de solidification : le procédé de refusion sous laitier électroconducteur (ESR : Electro Slag Remelting) puis le procédé de refusion à arc sous vide (VAR : Vacuum Arc Remelting).

Commence alors une succession de séquences de forgeage à chaud aboutissant en un demi-produit qui subit une série de contrôles chimiques, microstructuraux et par ultrasons. A ce stade la billette possède une microstructure plus ou moins homogénéisée et partiellement mise en forme avant l'étape finale de forgeage.

La billette est alors débitée avant d'être matricée au plus près des cotes finales du disque.

Enfin le disque dans son état brut de forge est traité thermiquement puis usiné.

Ce procédé est bien moins onéreux que la métallurgie des poudres présentée par la suite (paragraphe 1.2). En revanche, des ségrégations chimiques ([Genereux, 2000], [Wlodek, 1994]) peuvent résulter de cette voie de même que des hétérogénéités locales de taille de grains pouvant être associées à des recristallisations incomplètes ou à des processus de croissance anormale de grains [Flageolet, 2010].

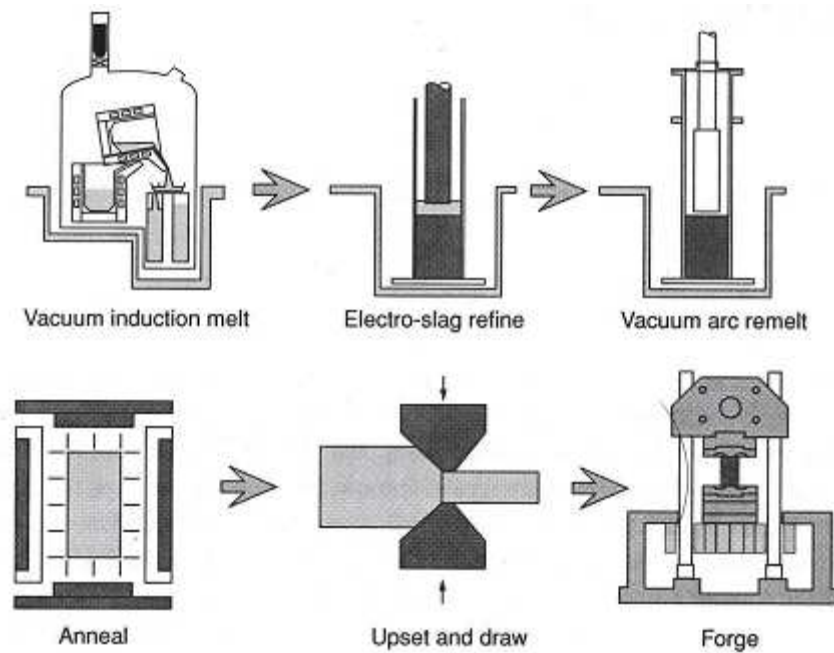


Figure 3 : Mise en forme par la voie coulée-forgée [Reed, 2006]

1.2 La métallurgie des poudres

L'ajout, toujours plus important, d'éléments chimiques dans le but de développer des alliages plus performants a des conséquences majeures sur leur élaboration. Cette évolution des compositions chimiques résulte, en effet, en :

- une diminution de la ductilité des nouveaux alliages les rendant plus difficiles à forger et plus sensibles à la fissuration de trempe [Le Baillif, 2015].
- une sensibilité accrue aux ségrégations chimiques d'éléments lors de la solidification.

Afin de palier à ces problématiques d'élaboration, la métallurgie des poudres a fait son apparition et s'avère particulièrement attractive pour élaborer ces alliages très chargés chimiquement. En effet, par ce biais, les ségrégations générées à l'élaboration sont associées à la formation de dendrites de solidification des particules de poudre dont la taille avoisine le micron. La métallurgie des poudres permet donc d'obtenir des alliages plus « propres », homogènes mais aussi plus ductiles [Dubiez-Le Goff, 2003]. Les différentes séquences (illustrées sur la Figure 4) d'élaboration par métallurgie des poudres sont décrites par la suite.

La poudre est obtenue par atomisation sous gaz inerte (principalement de l'argon), ou par pulvérisation centrifuge. Au cours de l'atomisation de petites gouttes de métal liquide se solidifient sous une forme sphérique lors de leur projection. Le fait que la vitesse de solidification soit importante limite le risque de ségrégations.

La poudre ainsi obtenue est, par la suite, tamisée afin d'en ôter les éventuels résidus de céramique issus des creusets et/ou des outillages. Il en résulte une poudre d'une taille typique de 75 μm .

Il existe deux moyens de mettre en œuvre la poudre ainsi tamisée avant le forgeage :

- l'extrusion, peu utilisée pour l'application décrite dans ce manuscrit
- la compaction isostatique à chaud (CIC)

Lors de la CIC, les poudres sont introduites dans un conteneur (en acier inoxydable) pour y subir une étape de dégazage dont le but est, entre autre, de séparer les particules de poudre. Le conteneur est alors scellé ou « mis sous gaine » puis transféré dans l'enceinte de CIC.

L'action de la contrainte associée à celle de la température résulte en une compaction des poudres du conteneur. Ensuite, un filage est effectué dans une presse dans le but de disperser les inclusions céramiques. A cette étape, l'alliage est relativement ductile et de microstructure très homogène.

Enfin, le forgeage à chaud (isotherme) est réalisé afin de mettre en forme l'alliage au plus près des cotes finales du disque. Du fait des plus faibles tailles des grains comparativement à une voie coulée forgée, des presses moins puissantes peuvent être employées pour la mise en forme. Le disque dans son état brut de forge est finalement traité thermiquement puis usiné.

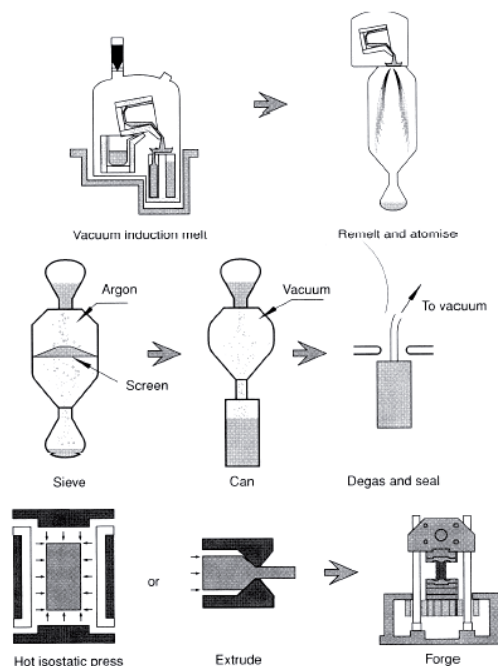


Figure 4 : Procédé d'élaboration par métallurgie des poudres [Reed, 2006]

1.3 Références bibliographiques

[Dubiez-Le Goff, 2004] S. Dubiez-Le Goff,

"Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud",

Thèse de l'Ecole nationale supérieure des mines de Paris, France, (2003).

[Flageolet, 2010] B. Flageolet, O. Yousfi, Y. Dahan, P. Villechaise, J. Cormier,

"Characterization of microstructure containing abnormal grain growth zones in alloy 718",

7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, Pittsburgh, PA, USA, 595-606, (2010).

[Genereux, 2000] P. D. Genereux, C. A. Borg,

"Characterization of freckles in a high strength wrought nickel superalloy",

TMS (Ed.), Superalloys 2000, TMS, Seven Springs, PA, USA, 19-27, (2000).

[Le Baillif, 2015] P. Le Baillif,

"Optimisation de la microstructure du PER72W : modélisation du comportement mécanique et évolution de la microstructure en cours de trempe",

Thèse de l'Ecole nationale supérieure des mines d'Albi-Carmaux, France, (2015).

[Reed, 2006] R.C. Reed,

"The Superalloys - Fundamentals and Applications",

Cambridge University Press, Cambridge, UK, (2006).

[Wlodek, 1994] S.T.Wlodek, R.D. Field,

"Freckles in cast and wrought products",

7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, Pittsburgh, PA, USA, 167-176, (1994).

- Annexe 2 -

Etude préliminaire sur la manifestation de l'effet Portevin-Le Châtelier (PLC)

- Une étude préliminaire aux essais de la thèse a été réalisée afin de caractériser les conditions d'apparition de l'effet Portevin-Le Châtelier se situant dans la plage visée des sollicitations thermomécaniques pour les essais de la thèse. Cette annexe présente la démarche adoptée et les principaux résultats obtenus.

Annexe 2. Etude préliminaire sur la manifestation de l'effet Portevin-Le Chatelier (PLC)

2.1 Matrice d'essais

2.1.1 Matière utilisée

La matière utilisée lors de ces essais est différente de celle utilisée pour le reste des essais de la thèse. Les éprouvettes ont, en effet, été prélevées dans des barres de 80 mm de diamètre. Ces barres ont été livrées par Aubert & Duval à l'état forgé SMX, écrouité. Par la suite la matière a été traitée thermiquement suivant le traitement présenté dans la Figure I - 13 afin de conférer à l'alliage la microstructure Industrielle. Suite au prélèvement, le même protocole de préparation des éprouvettes que celui présenté dans la partie I.4.1.1 a été utilisé.

2.1.2 Essais réalisés

Des essais ont été lancés afin d'étudier l'apparition de l'effet PLC dans la plage thermique et mécanique qui est celle des essais de la thèse à proprement parler. Dans la littérature le couple température/vitesse de déformation est présenté comme le paramètre principal d'activation de l'effet PLC ([Mazière, 2007], [Gospinath, 2009], [Max, 2014]). Aussi, ce sont ces deux paramètres qui ont été ajustés dans la matrice des essais de traction présentée dans le **Tableau 2 - 1**. Les essais de traction constituent, effectivement, le moyen le plus simple de mettre en évidence cet effet de part les discontinuités de contrainte observables sur la courbe de réponse $\sigma=f(\epsilon)$.

6 Essais de traction (pilotes en déformation)	
Température	Vitesse de déformation
400 °C	10^{-3}s^{-1}
450 °C	10^{-2}s^{-1}
450 °C	10^{-3}s^{-1}
450 °C	10^{-4}s^{-1}
465 °C	10^{-2}s^{-1}
465 °C	10^{-3}s^{-1}

Tableau 2 - 1 : Matrice des essais de traction réalisés dans le cadre des essais d'étude de la manifestation de l'effet PLC

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine Wolpert-Zwick équipée d'un extensomètre à couteaux Maytec.

Les essais ont été pilotés en déformation depuis l'extensomètre durant la phase de déformation élastique et les premiers stades de déformation plastique puis l'extensomètre a été retiré (sa course étant limitée, d'où un risque de l'endommager lors de la rupture de l'éprouvette).

La suite de l'essai a donc été pilotée en déplacement.

Il convient de noter que l'essai le plus rapide (réalisé à une vitesse de 10^{-2} s^{-1}) a été entièrement piloté en déplacement. La valeur de vitesse de déformation de 10^{-2} s^{-1} correspond donc à une vitesse de sollicitation en début de régime plastique. La courte durée de celui-ci ne permet pas un retrait contrôlé de l'extensomètre au cours de l'essai.

2.2 Principaux résultats

Les courbes issues des essais de la matrice du **Tableau 2 - 1** sont présentées sur la **Figure 2 - 1**.

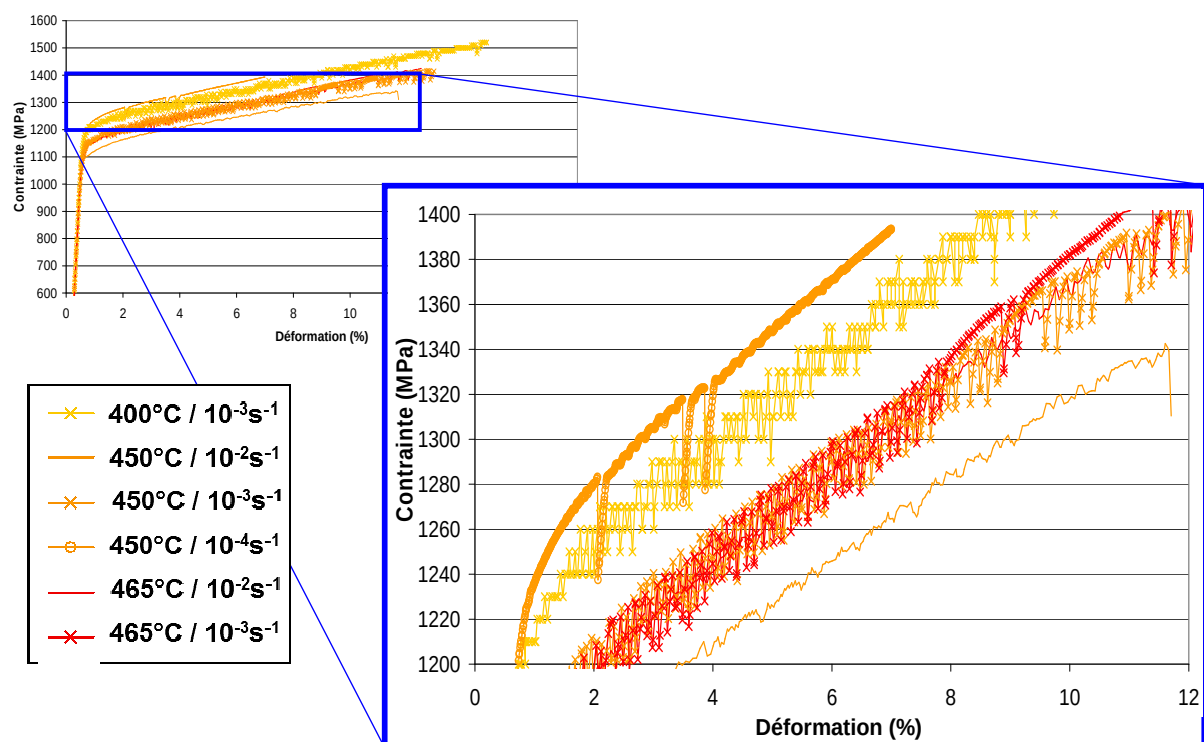


Figure 2 - 1 : Courbes de tractions présentant des instabilités de type PLC

On peut constater des instabilités mécaniques caractéristiques de l'effet PLC sur toutes les courbes d'essais réalisés à 465°C. Des émissions acoustiques ont également été notées pour tous ces essais, renforçant l'analyse d'une manifestation de l'effet PLC. Il demeure néanmoins difficile

d'analyser l'amplitude et/ou la périodicité de ces sauts de contrainte tant ceux-ci sont dépendants des paramètres PID (Proportionnel Intégral Dérivé) utilisés lors des essais de traction.

Par ailleurs, une sensibilité inverse du matériau à la vitesse de déformation a été constatée dans la plage de température testée ici [400°C ; 465°C]. La sensibilité à la vitesse de déformation (aussi notée SRS dans la littérature [Graff, 2006], de l'anglais Strain Rate Sensitivity) est habituellement positive pour les alliages métalliques. C'est d'ailleurs le cas de l'Udimet 720Li dans une large gamme de température [Gopinath, 2009]. Un coefficient de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation négatif a pourtant été constaté sur les essais précédemment présentés. Cela est notamment illustré à 450°C sur la Figure 2 - 2.

On attribue ce comportement inhabituel vis-à-vis de la vitesse de déformation à la présence de l'effet Portevin-Le Chatelier dans la plage testée. Une telle observation vient donc confirmer d'une part ce que l'on a observé sur les courbes de la Figure 2 - 1, d'autre part les résultats de Gopinath et al. dans [Gopinath, 2009] (voir Figure 2 - 3).

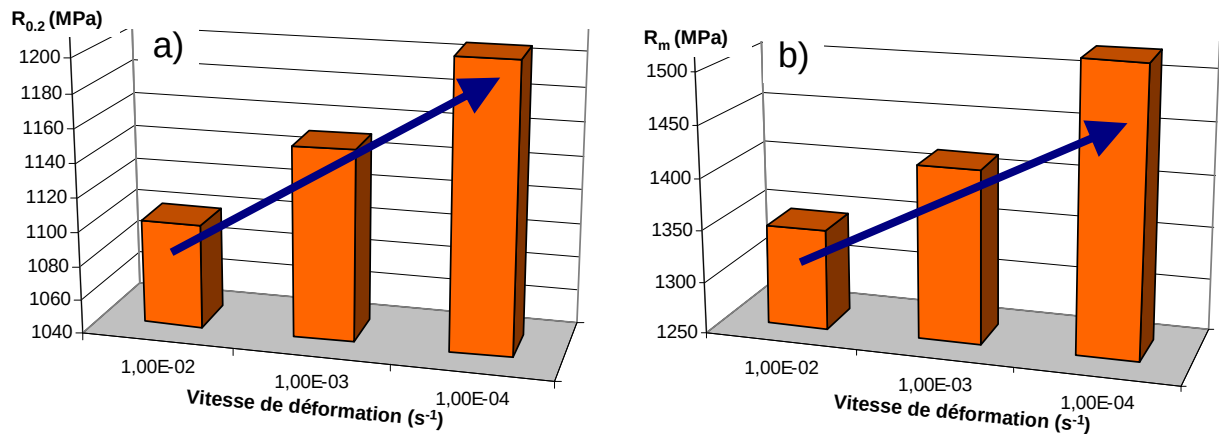


Figure 2 - 2 : Sensibilité inversée du matériau à la vitesse de déformation à 465°C

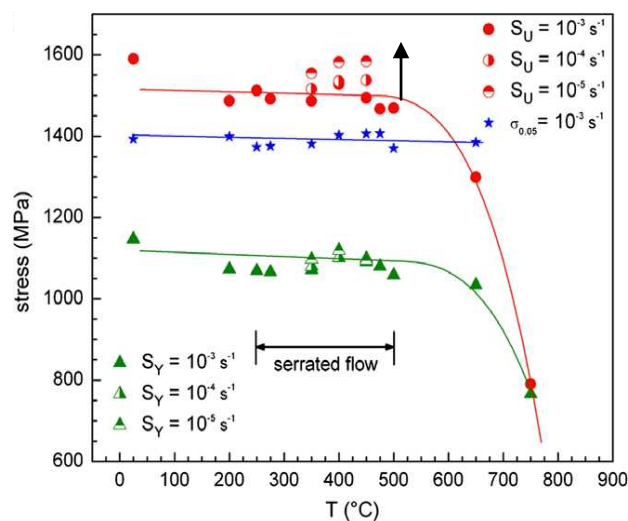


Figure 2 - 3 : Résultats des essais de traction issus de [Gopinath, 2009]

Précisons que le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation se calcule comme suit [Graff, 2006] :

$$SRS = [\Delta\sigma / \Delta\log(\dot{\epsilon})] T.\epsilon_p$$

Equation 2 - 1

2.3 Enseignements pour les essais de la thèse

L'activation d'un tel phénomène n'est pas « instantanée » lors d'un essai de traction monotone mais a lieu après un certain niveau atteint de déformation plastique qui dépend du couple température de l'essai/vitesse de déformation. Les valeurs de déformation totale critique d'apparition du phénomène PLC de chaque courbe ont été superposées sur le graphique de la Figure 2 - 4.

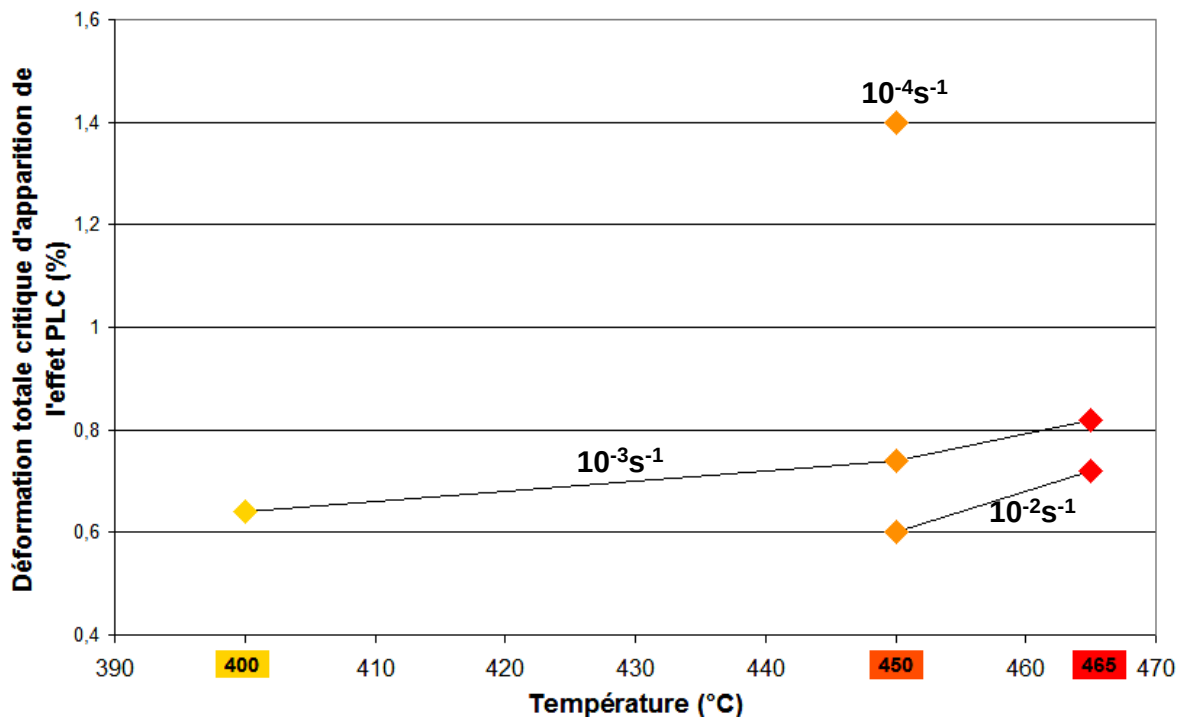


Figure 2 - 4 : Amplitude de déformation totale pour laquelle l'effet PLC commence à se manifester

On constate ici que la valeur de cette déformation totale critique croît avec une augmentation de la température d'essai et avec une diminution de la vitesse de déformation. Si l'on focalise l'analyse sur les résultats obtenus à 465°C (température des essais de la thèse) on constate que pour une vitesse de déformation de 10⁻³ s⁻¹ la valeur critique d'apparition du phénomène est supérieure à 0,8 %. Celle-ci est d'ailleurs probablement beaucoup plus élevée pour une vitesse de déformation de 10⁻⁴ s⁻¹. L'ordre de grandeur de cette valeur de $\epsilon_t = 0,8\%$ est totalement compatible avec les niveaux de déformation imposés lors des essais de fatigue LCF.

Afin de limiter le risque d'apparition de cet effet, deux niveaux de déformation totale imposée lors des essais de fatigue oligocyclique ont donc été choisis inférieurs à la valeur critique ($\epsilon_t=0,43\%$ et $\epsilon_t=0,7\%$). Il faut néanmoins garder à l'esprit que l'établissement d'une structure de déformation cyclique (i.e. sous sollicitation de fatigue) peut modifier les seuils de déclenchement du PLC. A notre connaissance, l'impact d'une pré-déformation cyclique sur l'occurrence de l'effet PLC est très peu documenté dans la littérature ouverte.

2.4 Références bibliographiques

[Graff, 2006] S. Graff,

"Comportement viscoplastique des alliages de zirconium dans la gamme de températures 20°C-400°C: caractérisation et modélisation des phénomènes de vieillissement",
Thèse de l'Ecole des Mines de Paris, France, (2006).

[Gospinath, 2009] K. Gopinath, A.K. Gogia, S.V. Kamat, U. Ramamurty,

"Dynamic strain ageing in Ni-base superalloy 720Li",
Acta Materialia 57, 1243–1253, (2009).

[Mazière, 2007] M. Mazière,

"Eclatement des disques de Turbomachines",
Thèse de l'Ecole des Mines de Paris, France, (2007).

[Max, 2014] B. Max, B. Viguier, E. Andrieu, J.M. Cloue

"A Re-examination of the Portevin-Le Chatelier Effect in Alloy 718 in Connection with Oxidation-Assisted Intergranular Cracking",
Metallurgical and Materials Transactions A 45, 12, 5431-5441, (2014).

- Annexe 3 -

Présentation détaillée d'une analyse des champs locaux de déformation et de contraintes résiduelles par inter corrélation de clichés EBSD HR

- Cette annexe détaille l'analyse des champs locaux de contrainte/déformation réalisée dans la partie IV.3 du chapitre IV. Des cartographies des différentes composantes des tenseurs de contrainte et déformation sont notamment proposées.

Annexe 3. Présentation détaillée d'une analyse des champs locaux de déformation et de contrainte par inter corrélation de clichés EBSD HR

Cette annexe se veut le complément de l'analyse des champs locaux de contrainte/déformation au coeur des micro-volumes, déjà présentée dans le chapitre IV (partie IV.3).

De fortes distorsions du réseau cristallin ayant été mesurées par EBSD dans les micro-volumes, il a été proposé de tenter de remonter aux amplitudes locales de contrainte et de déformation par intercorrélation de clichés EBSD (voir IV.3.1).

3.1 Obtention de la matrice A_{ij} de distorsion

Les diagrammes de diffraction obtenus en chaque point de la zone à analyser sont comparés à un diagramme « de référence » obtenu dans une zone non déformée, ou plus exactement, déformée au cours de l'essai puis déchargée élastiquement. un point de référence par grain est choisi loin de toute trace de glissement. Pour qu'une telle comparaison (ou corrélation) soit fiable, elle est réalisée suivant différentes zones d'intérêt des diagrammes de diffraction. Un nombre de 10 sites d'intérêt par diagramme est un bon compromis entre le temps de calcul et la précision du résultat. La **Figure 3 - 1** illustre la localisation de ces 10 sites sur un diagramme de kikuchi.

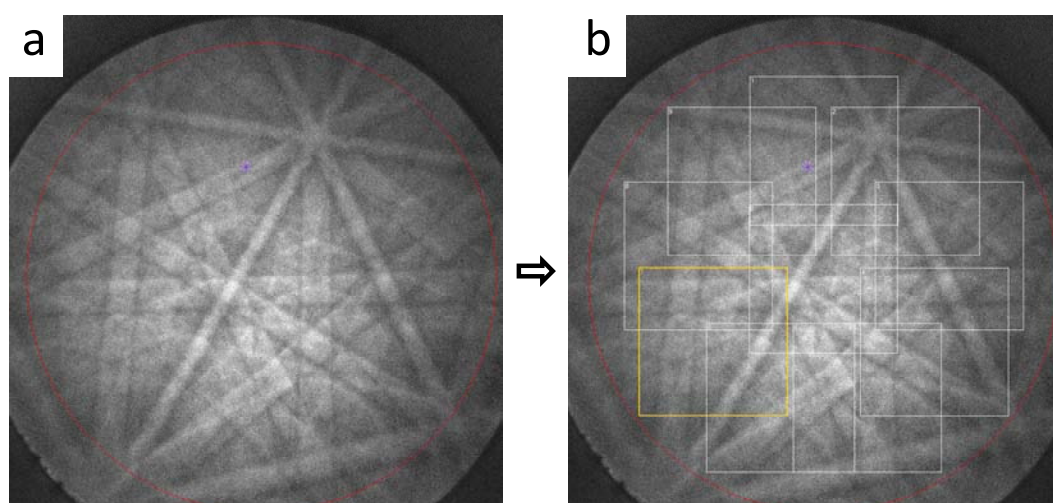


Figure 3 - 1 : Diagramme de kikuchi

a) de référence

b) choix des 10 zones d'intérêt à partir desquelles le calcul de corrélation est réalisé

Il est alors possible de tracer la cartographie des déplacements en X et en Y par rapport à la référence choisie dans chaque grain et ceci pour chaque zone d'intérêt choisie dans le diagramme

(Figure 3 - 2). Cette annexe se focalisera sur le cas présenté dans la Figure IV - 23 du chapitre IV. La direction X est celle du chargement mécanique macroscopiques.

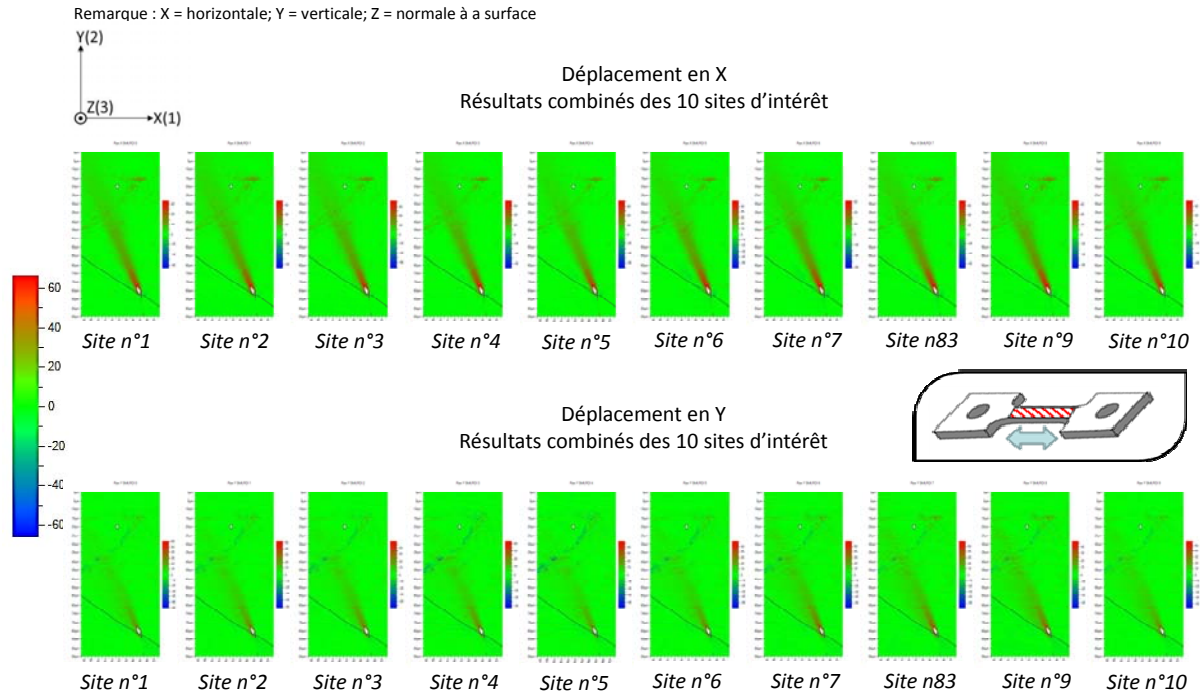


Figure 3 - 2 : Cartographie des déplacements en X et en Y pour les 10 zones d'intérêt suivies dans les diagrammes de diffraction

Sur la base de ces déplacements en X et en Y, le logiciel Cross-Court 3 (voir IV.3.1) reconstruit la matrice de distorsion A_{ij} . La Figure 3 - 3 est la cartographie associée à chacune des composantes de cette matrice, à l'exception de la composante A_{33} qui ne peut pas être évaluée expérimentalement.

3.2 Obtention des matrices des déformations ϵ_{ij} et des rotations W_{ij} élastiques

Cette matrice de distorsion A_{ij} peut être séparée en deux tenseurs de déformation élastique (ϵ_{ij}) (respectivement pour les déformations normales et de cisaillement) ainsi qu'en un tenseur de rotation (W_{ij}) comme rappelé ci-dessous (Equation issue du chapitre IV).

$$\begin{pmatrix} A_{11} & A_{21} & A_{31} \\ A_{12} & A_{22} & A_{32} \\ A_{13} & A_{23} & A_{33} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \epsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \epsilon_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_{33} \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} 0 & \epsilon_{12} & \epsilon_{13} \\ \epsilon_{12} & 0 & \epsilon_{23} \\ \epsilon_{13} & \epsilon_{23} & 0 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} W_{11} & W_{12} & W_{13} \\ -W_{12} & W_{22} & W_{23} \\ -W_{13} & -W_{23} & W_{33} \end{pmatrix} \quad \text{Equation IV - 3}$$

Les composantes des matrices des déformations normales et de cisaillement ainsi que celles de la matrice de rotation sont cartographiées respectivement dans la **Figure 3 - 4**, la **Figure 3 - 5** et la **Figure 3 - 6** pour trois échelles différentes.

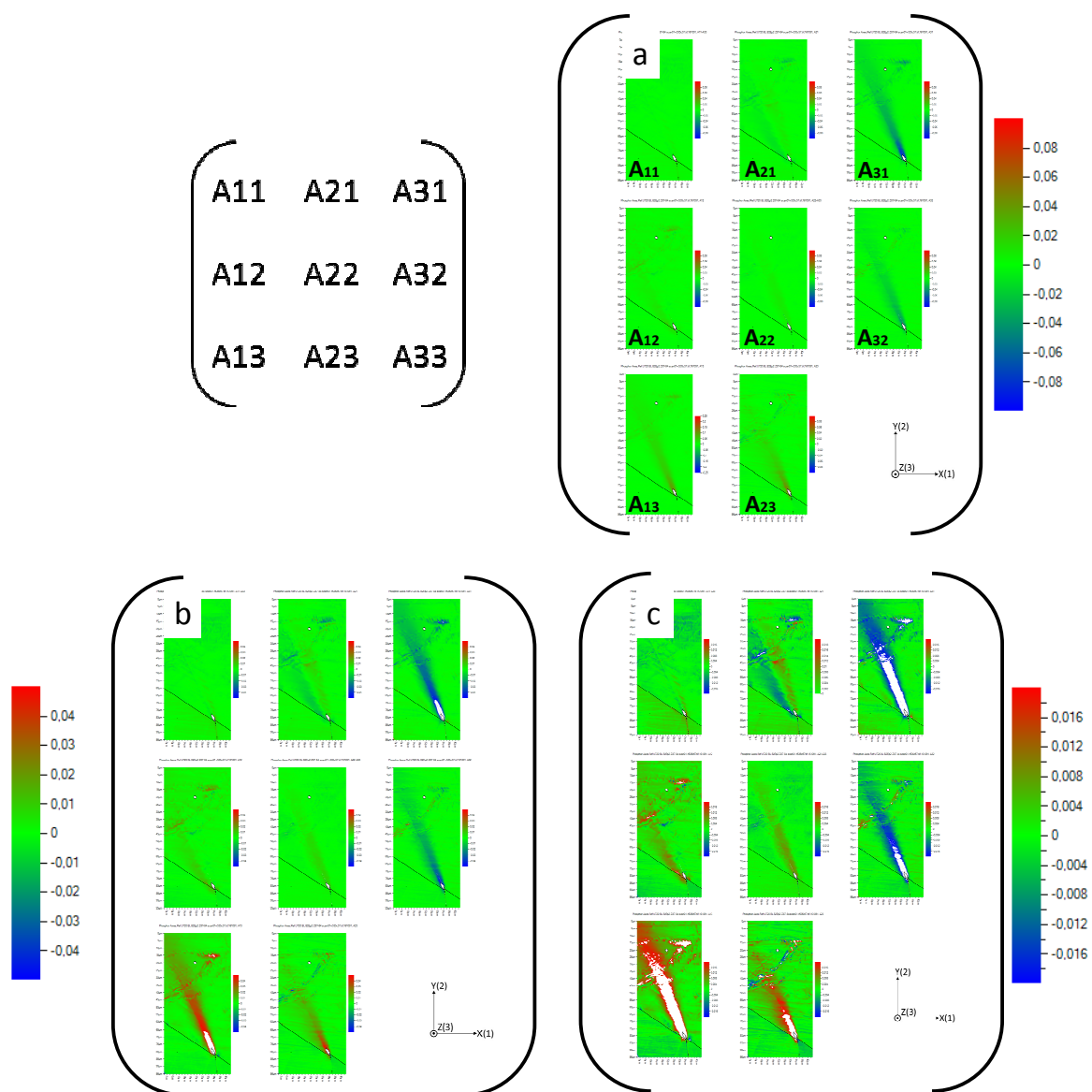


Figure 3 - 3 : Cartographie des composantes de la matrice de distorsion A_{ij} pour trois échelles différentes dont le maximum est fixé à

- a) 10%
- b) 5%
- c) 2%

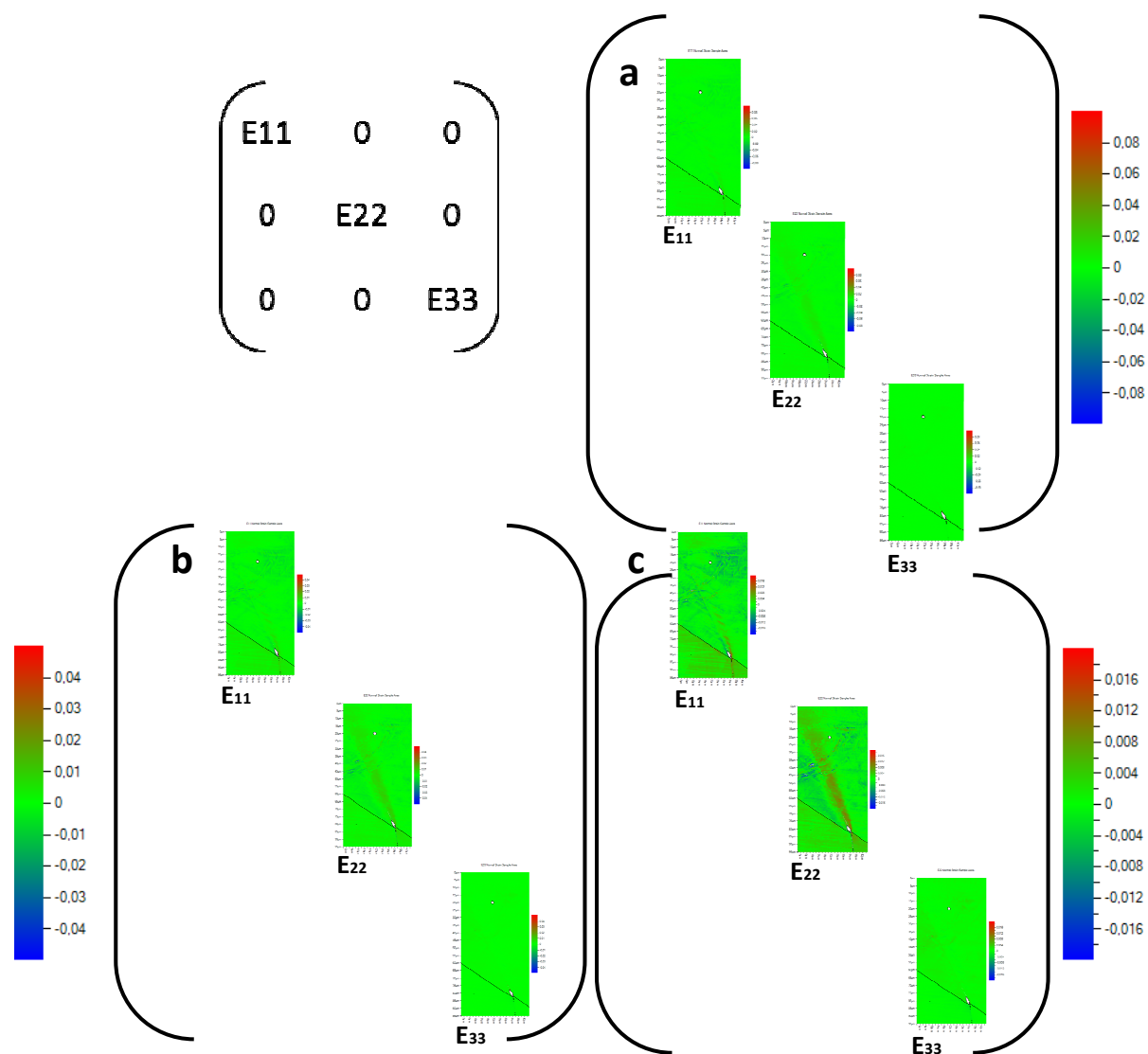


Figure 3 - 4 : Cartographie des déformations normales à différentes échelles dont le maximum est fixé à
a) 10%
b) 5%
c) 2%

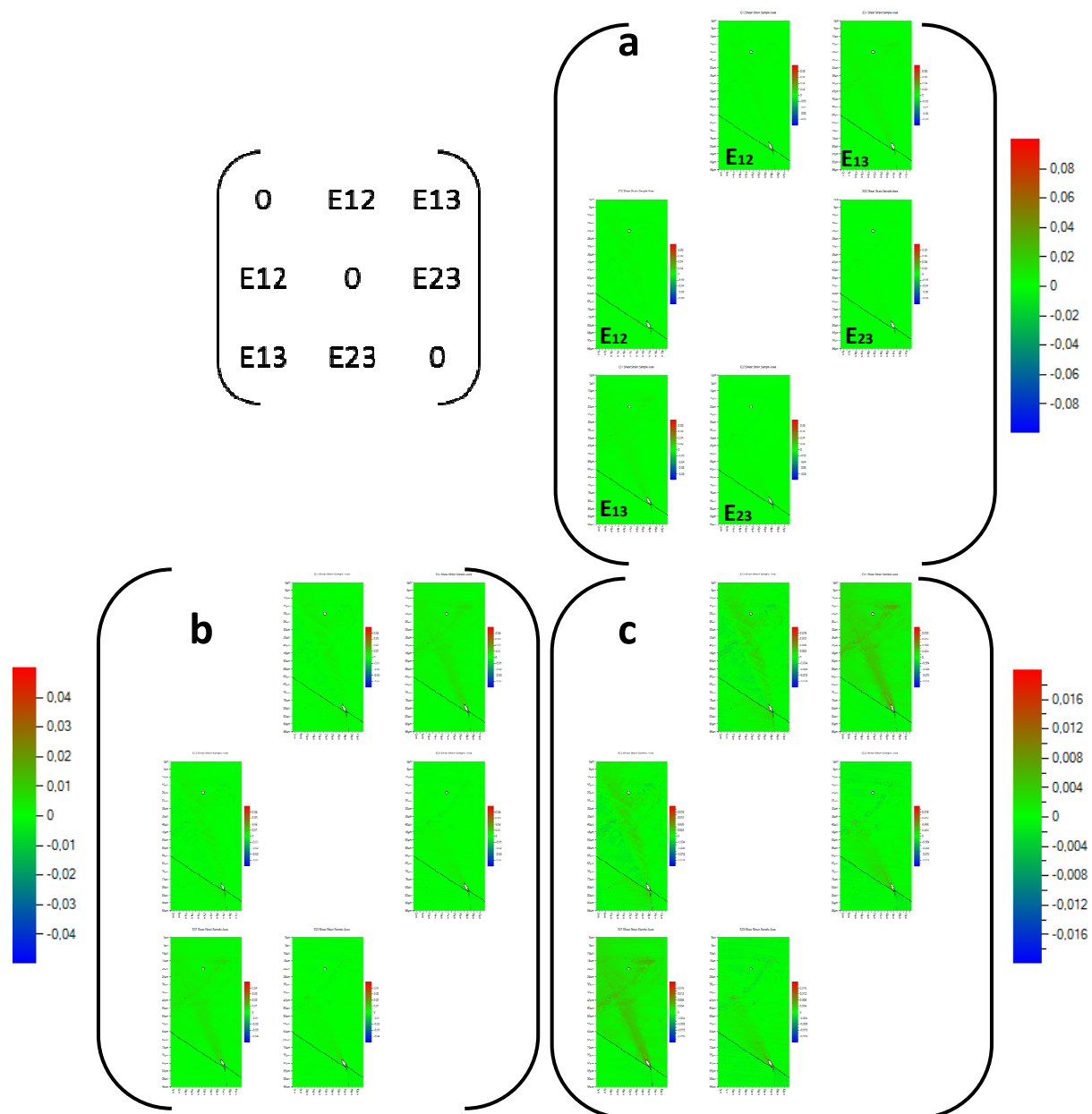


Figure 3 - 5 : Cartographie des déformations de cisaillement à différentes échelles dont le maximum est fixé à

- a) 10%
- b) 5%
- c) 2%

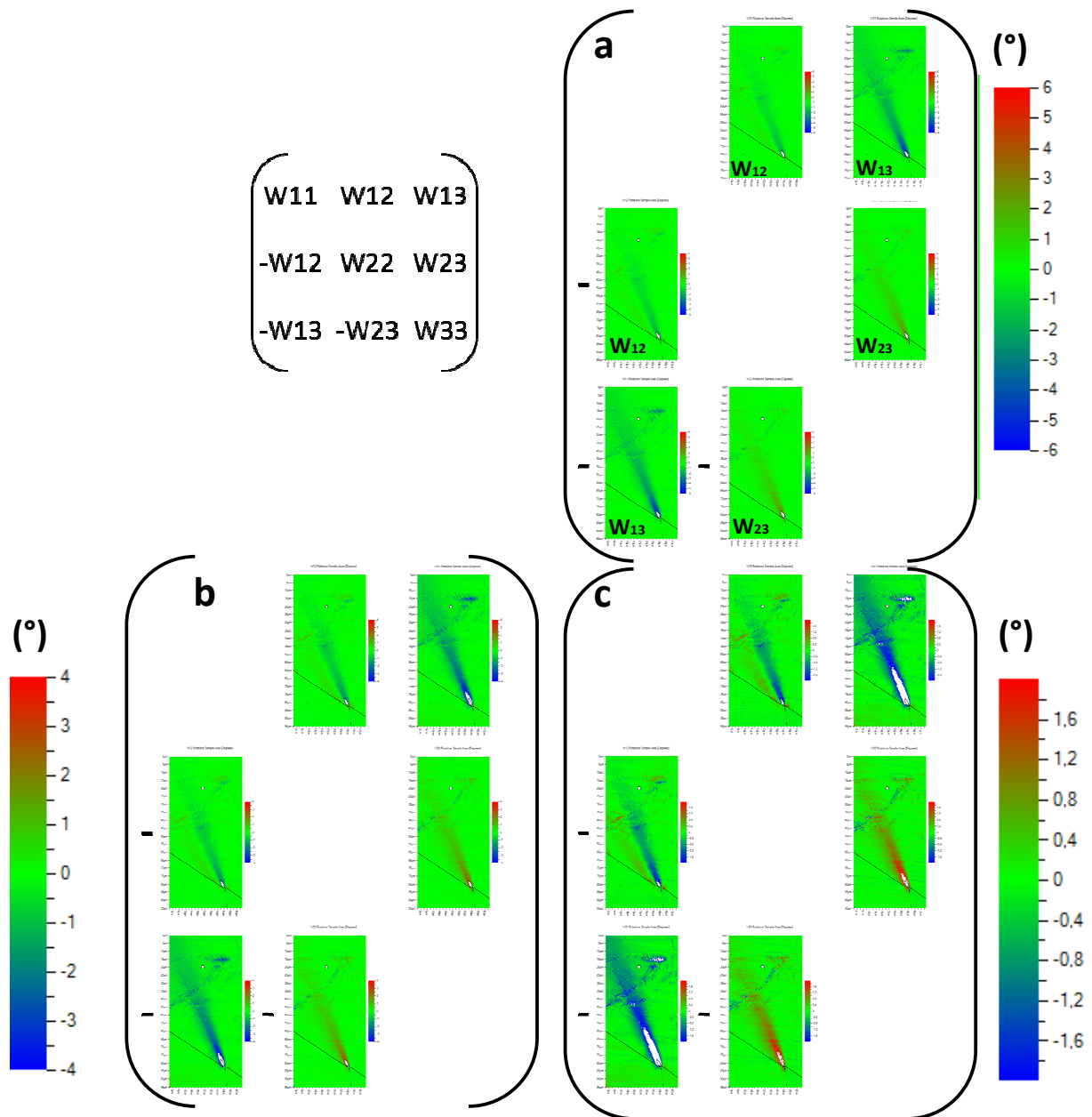


Figure 3 - 6 : Cartographie des composantes de la matrice de rotation à différentes échelles dont la rotation maximale est fixée à

- a) 6°
- b) 4°
- c) 2°

3.3 Obtention de la matrice des contraintes élastiques

Il est finalement possible de remonter au tenseur des contraintes élastiques par une simple loi de Hooke généralisée d'un matériau à symétries cubiques. Les trois constantes élastiques C_{ij} qui ont été utilisées pour ce calcul sont celles de l'In738 LC [Hermann, 1996] (un superalliage à base de Nickel possédant une fraction volumique en précipités γ' très proche de celle de l'Udimet 720). En effet, de l'ambiante jusqu'à environ 850°C, peu de différences sont observées sur les valeurs C_{ij} pour les superalliage à base de Ni, qu'ils soient durcis ou non par précipitation et qu'ils soient polycristallins, à solidification dirigée ou monocristallins.

3.3.1 Rappel sur les limites des amplitudes de contrainte calculées

Il convient tout de même de souligner que l'on mesure, par cette technique, une distorsion de réseau relative à une référence et non par rapport à un champ dans l'absolu.

Comme cela a été mentionné dans la partie IV.4.2, de récentes études montrent les limites d'une telle comparaison pour un état « non-déformé » dans le cadre de l'étude de fortes rotations cristallographiques associées à de la plasticité ce qui est le cas des micro-volumes. Ces études préconisent de définir une nouvelle cartographie des rotations élastiques obtenue sur la base d'un calcul en chaque pixel de la cartographie EBSD initiale.

La réalisation d'une nouvelle intercorrélation entre les clichés EBSD de la cartographie initiale et ceux de la cartographie recalculée permettrait de remonter aux vraies déformations élastiques et donc aux champs de contrainte réels. Un tel « re-calcul » est l'objet d'une future version du logiciel CC3. Par conséquent, il est important de garder à l'esprit que les niveaux de contrainte qui seront présentés dans la suite de cette annexe sont surestimées par rapport aux amplitudes qui seraient obtenues suite à un tel re-calcul.

3.3.2 Cartographies des champs de contrainte

La **Figure 3 - 7** est la cartographie des composantes du tenseur des contraintes élastiques appliquée à la configuration cristallographique présentée au début de cette annexe. La **Figure 3 - 8** représente les contraintes de von Mises.

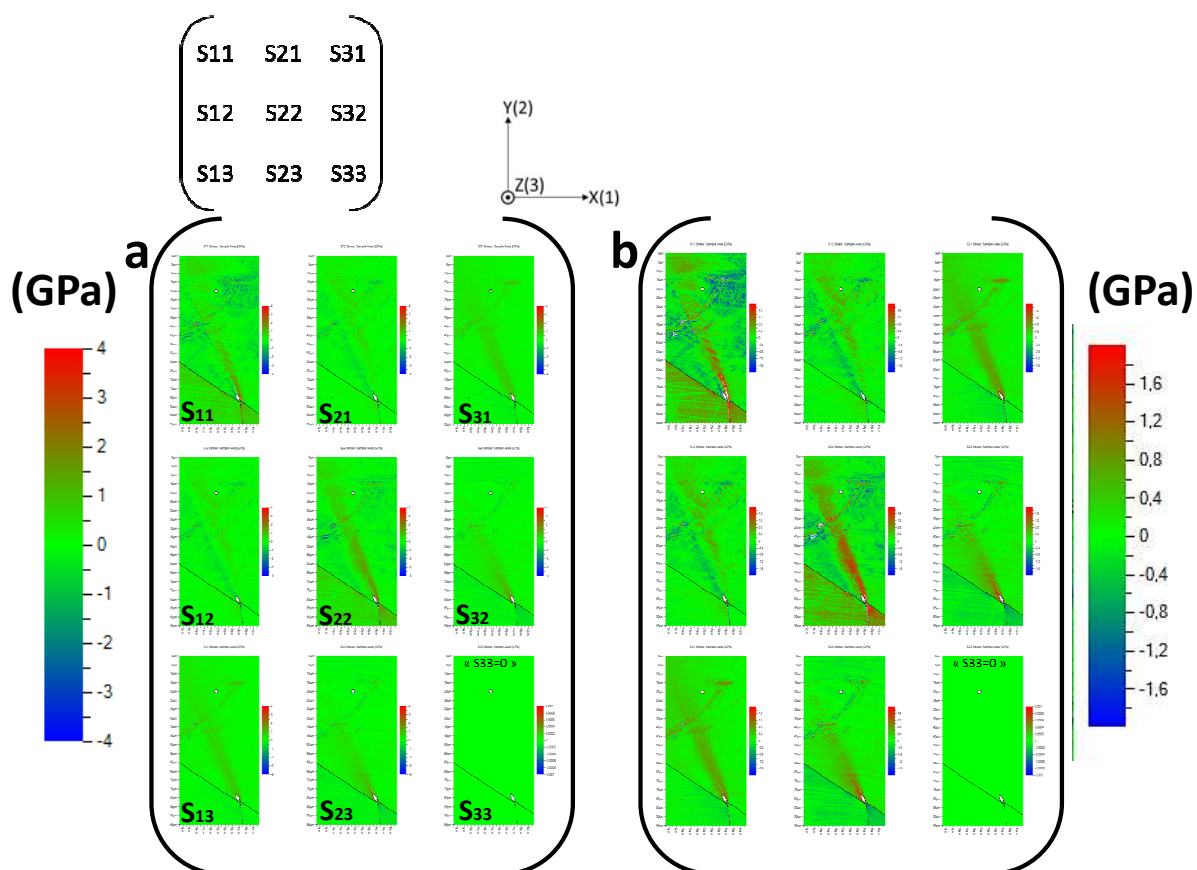


Figure 3 - 7 : Cartographie des composantes du tenseur des contraintes élastiques pour deux échelles de représentation

- a) maximum : 4 GPa
b) maximum : 2 GPa

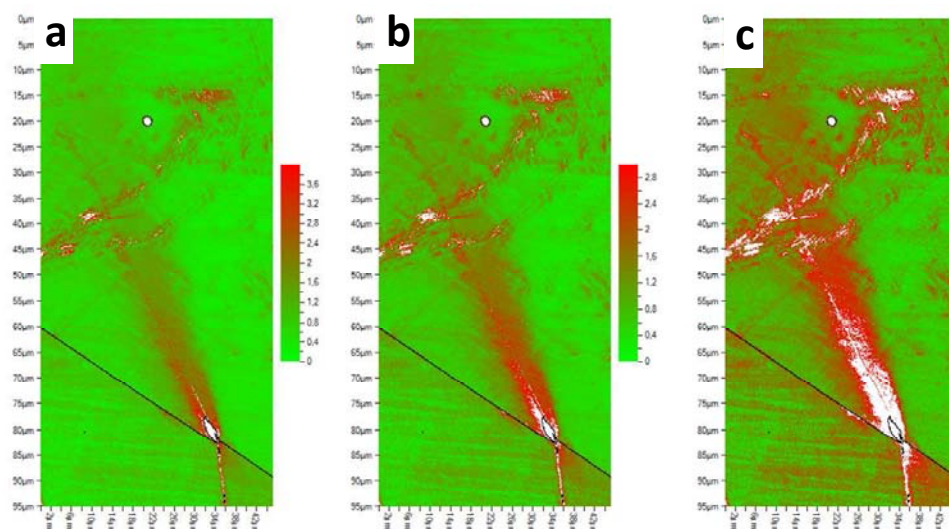


Figure 3 - 8 : Cartographie des contraintes de von Mises à différentes de l'échelle est fixé à

- a) 4 GPa
b) 3 GPa
c) 2 GPa

3.4 Référence bibliographique

[[Hermann, 1996](#)] W. Hermann, H.G. Sockel, J. Han, A. Bertram,
"Elastic properties and determination of elastic constants of nickel-base superalloys y a free-free
beam technique",
TMS, Superalloys 1996, Seven Springs, PA, USA, 229-238, (1996).

- Annexe 4 -

Impact de la géométrie 3D du joint de grains/macle sur la valeur calculée de l'angle de TWIST α entre systèmes de glissement activés de part et d'autre de l'interface

- Cette annexe se propose de critiquer l'hypothèse choisie d'utiliser un plan de joint de grains vertical dans le calcul des angles de TWIST dans ce manuscrit de thèse. En outre, des comparaisons y sont faites avec des angles de TWIST « réels » dont le calcul a été rendu possible lorsque l'interface intergranulaire correspond à un joint de macle.
- La sensibilité de l'angle de TWIST à la géométrie 3D du plan de joint de grains, ainsi que la valeur critique de TWIST au delà de laquelle la transmission du glissement entre grains voisins n'est plus possible, sont également discutées.

Annexe 4. Impact de la géométrie 3D du joint de grains/macle sur la valeur calculée de l'angle de TWIST α entre systèmes de glissement activés de part et d'autre de l'interface

4.1 Calcul de l'angle de TWIST

4.1.1 Hypothèse de calcul de Zhai et al.

Dans leurs travaux sur la propagation de fissures courtes dans les alliages d'Aluminium, Zhai et al. [Zhai, 2005] introduisent les notions d'angles de TWIST et de TILT (respectivement noté α et β) entre systèmes de glissement activés de part et d'autre d'un joint de grains. L'angle α de TWIST est défini comme l'angle entre les deux lignes (ab) et (ac) d'intersection des systèmes de glissement activés avec le plan du joint de grains **Figure 4 - 1**. L'angle β de TILT est lui présenté comme l'angle entre les deux lignes d'intersection des systèmes de glissement activés avec la surface de l'échantillon.

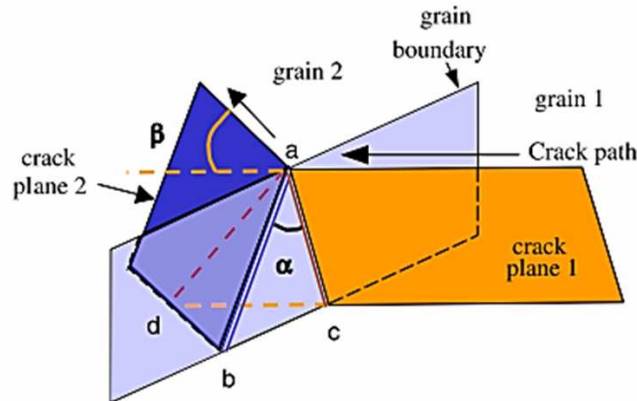


Figure 4 - 1 : Illustration des angles de TWIST et TILT (respectivement noté α et β) issue des travaux de Zhai et al.

Afin de calculer l'angle de TWIST, Zhai et al. ont pris pour hypothèse de simplification le fait que le plan du joint de grains est vertical et donc orthogonal à la surface. De ce fait les angles α et β peuvent être calculés comme présenté dans l'Equation 4 - 1 ci-dessous :

$$\begin{aligned}\alpha &= \arccos([E] \times [N_1] \cdot [E] \times [N_2]) \\ \beta &= \arccos([Z] \times [N_1] \cdot [Z] \times [N_2])\end{aligned}\quad \text{Equation 4 - 1}$$

où $[E]$, $[Z]$, $[N_1]$ et $[N_2]$ sont respectivement les vecteurs unitaires normaux au plan du joint de grain, la surface, et aux des deux systèmes de glissement.

Alors que les données [N1] et [N2] peuvent être définies suite à une analyse par EBSD (voir II.3.2.1) et que [Z] est fixé, il n'est pas possible de déterminer [E], d'où l'hypothèse de verticalité du plan du joint de grains.

4.1.2 Cas particulier des joints de macle

Si l'hypothèse de verticalité est une nécessité concernant le calcul de l'angles de TWIST au niveau de joints de grains de géométrie aléatoire, elle ne s'avère pas nécessaire dans le cadre de joints de macles. En effet, les plans de ces joints particuliers sont du type {111} comme ceux des systèmes de glissement activés dans les grains déformés. Aussi, une fois le système de glissement associé à ce plan identifié, il est possible d'en déterminer la géométrie 3D. Par conséquent, la valeur réelle de l'angle de TWIST entre systèmes de glissement activés de part et d'autre du joint devient accessible. Dans l'intégralité de ce manuscrit de thèse, l'hypothèse de Zhai a été appliquée au calcul des angles de TWIST. C'est notamment le cas de la configuration étudiée dans la **Figure III - 21** (rappelée dans la **Figure 4 - 2 a)**) pour laquelle l'angle de TWIST de la configuration ayant permis la transmission du glissement (en vert) est de 35° alors que celui associé au développement d'un micro-volume est de 62° (voir aussi **Figure 4 - 2 c)**).

La suite de cette annexe s'attarde sur l'étude de l'évolution de ces valeurs d'angles α lorsque l'on modifie la géométrie 3D du plan du joint de macle. Des modélisations des configurations cristallographiques ont été réalisées en parallèle, sous Abaqus/CAE, pour faciliter la visualisation des angles de TWIST. Cet outil a été développé en parallèle dans les travaux de thèse de Genée et al. [Genée, 2016].

4.2 Influence de la géométrie du plan du joint de grains sur les valeurs calculées d'angle de TWIST

Le **Tableau 4 - 1** récapitule les valeurs de TWIST des configurations « verte » et « rouge » pour différentes géométries 3D de plan de joint de grains dont certaines sont également représentées schématiquement sur la **Figure 4 - 2**. On retrouve la configuration associée aux travaux de Zhai (**Figure 4 - 2 c)**) pour laquelle le plan joint de grains suivant lequel sont calculés les angles de TWIST est vertical mais incliné de 63° autour de $\vec{z}$ par rapport à $\vec{x}$. Ce cas, qui est celui présenté dans le manuscrit de thèse permet de mettre en évidence le rôle majeur joué par l'angle de TWIST sur la transmission ou non du glissement entre grains voisins.

Rotation autour de $\vec{z}$	Rotation autour de la trace en surface	Angle TWIST configuration verte	Angle TWIST configuration rouge	Fig.
90°	0°	60°	41°	4 - 2 b)
63°	0°	35°	62°	4 - 2 c)
10°	0°	68°	85°	-
80°	0°	49°	48°	-
63°	43°	41°	74°	4 - 2 d)

Tableau 4 - 1 : Récapitulatif des valeurs d'angles de TWIST calculées

Bien évidemment, de la valeur de l'angle autour de $\vec{z}$ entre la trace du plan du joint de grains et $\vec{x}$, dépendent les valeurs des angles de 'TWIST' calculés. Seule la configuration dont l'angle de rotation est de 63 ° est représentative de ce qui a été observé expérimentalement (**Figure 4 - 2 a)**). De plus, il est possible d'affiner le calcul des angles de 'TWIST' entre systèmes de glissement dans ce cas précis en ne considérant plus un plan de joint de grains vertical mais en recherchant les composantes réelles de son vecteur normal. Le résultat de ce calcul est intégré à la dernière ligne du **Tableau 4 - 1** et est illustré sur la **Figure 4 - 2)**. Les valeurs intrinsèques des angles de TWIST calculés diffèrent un peu de celles obtenues avec l'hypothèse d'un joint de grain vertical. Pour la configuration « verte » pour laquelle la transmission du glissement est possible, l'angle de TWIST passe de 35 ° à 41 °. Pour la configuration « rouge » avec formation d'un micro-volume, il passe de 62 ° à 74 ° ce qui est largement supérieur à la valeur de transition de 55 ° au delà de laquelle les micro-volumes apparaissent.

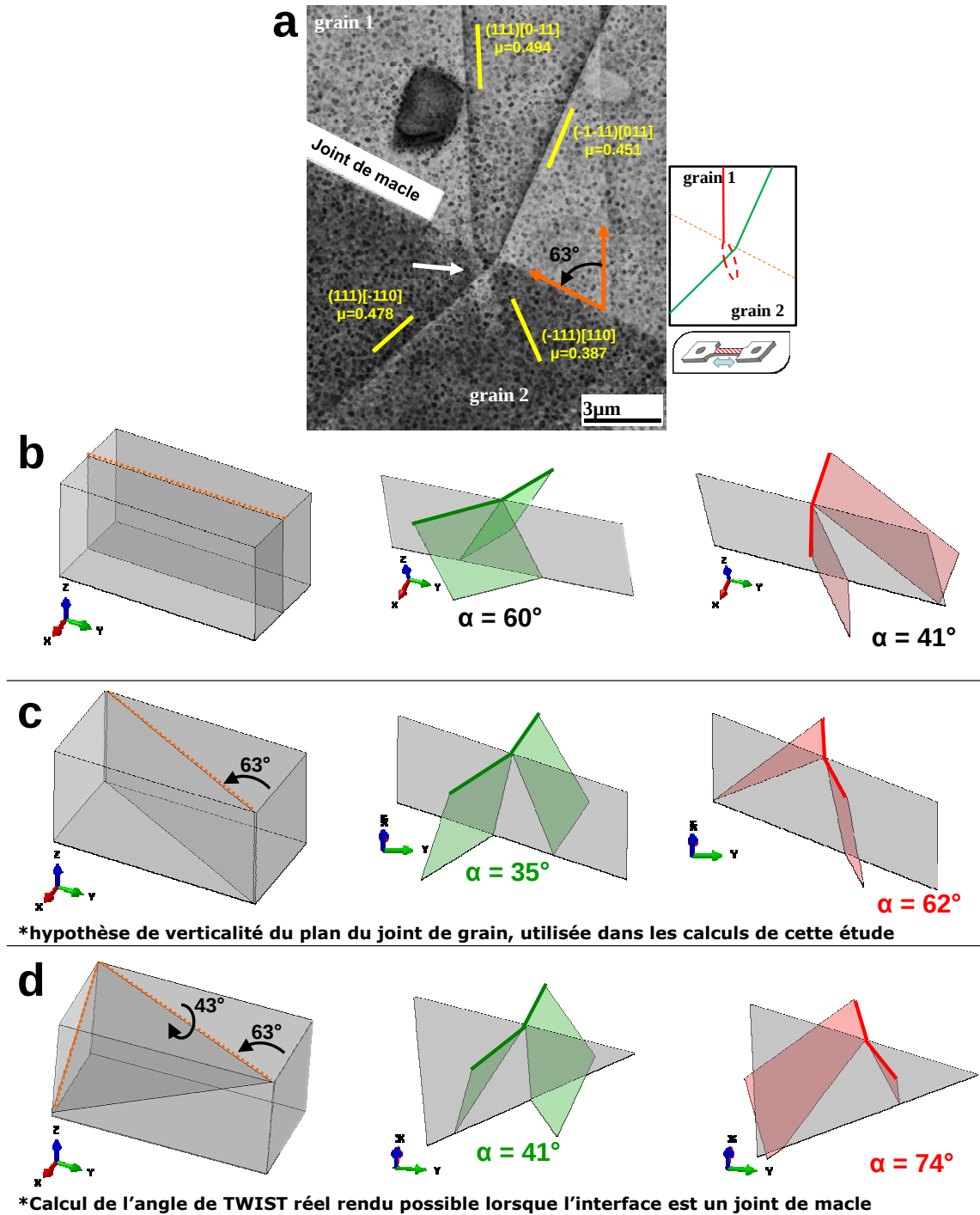


Figure 4 - 2 : Calcul de l'angle de TWIST entre plans de glissement activés de part et d'autre d'un joint de macle

- a) configuration cristalline étudiée
- b) calcul réalisé avec un joint de macle vertical et coplanaire avec le plan formé par les vecteurs $\vec{y}$ et $\vec{z}$
- c) calcul réalisé avec un joint de macle vertical mais après rotation de 63° autour de $\vec{z}$ par rapport à $\vec{x}$
- d) calcul réalisé avec un joint de macle incliné de 63° autour de $\vec{z}$ par rapport à $\vec{x}$ et de 43° autour de la trace du plan en surface

4.3 Mise en perspective de ces résultats avec la méthodologie utilisée de manière systématique dans la thèse

Afin de porter un regard critique sur la méthodologie utilisée systématiquement dans le calcul des angles de TWIST dans la thèse (plan de joint de grains vertical, **Figure 4 - 2 c**)), la variabilité de l'amplitude des angles de TWIST a été étudiée relativement à l'inclinaison du plan de joint de grains/macle. La **Figure 4 - 3** représente les valeurs des angles de TWIST des configurations verte et rouge pour un plan de joint de grains tourné de 63° autour de $\vec{z}$ par rapport à $\vec{x}$, en fonction de l'angle ρ par pas de 5° . Cet angle est défini entre la normale au plan de joint de grains et la normale à la surface.

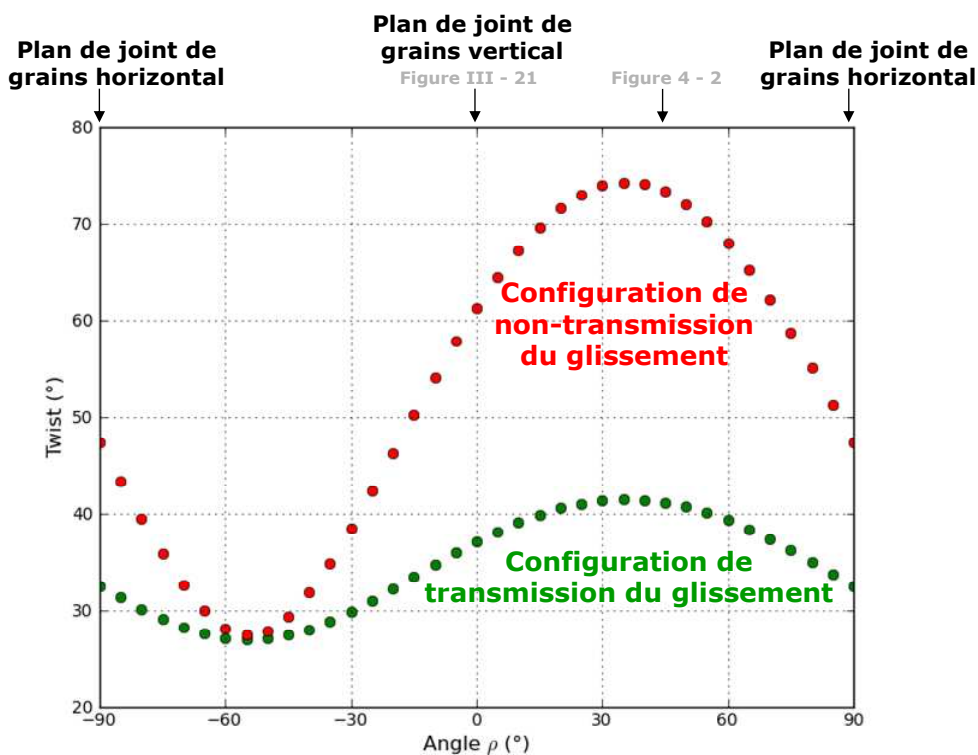
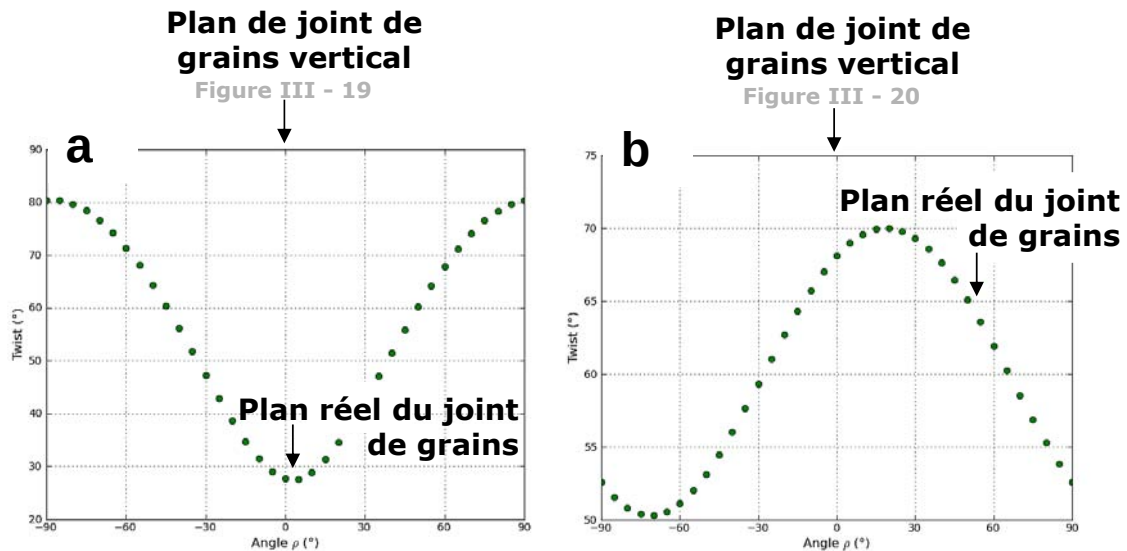


Figure 4 - 3 : Evolution des angles de TWIST avec la géométrie 3D du plan de joint de grains

Ce graphique permet de mettre en évidence combien l'angle de TWIST peut être dépendant de l'orientation 3D du plan du joint de grains selon les configurations de transmission ou non du glissement. Afin d'alimenter cette analyse de l'influence de l'hypothèse de verticalité du plan du joint de grains sur les valeurs calculées d'angle de TWIST, il a été décidé de procéder à une réestimation de deux configurations déjà traitées dans le manuscrit de thèse. Configurations correspondant à la **Figure III - 18** et la **Figure III - 19**.

Au même titre que ce qui vient d'être présenté sur la configuration de la **Figure III - 20** ces deux configurations mettent en jeu des grains séparés par un joint de macle (du type $\{111\}$) dont il est possible de déterminer l'inclinaison dans la profondeur de l'éprouvette. En s'affranchissant de l'hypothèse de verticalité du plan du joint de grains on obtient donc les ré-évaluations suivantes :

- Dans le cas de la configuration de transmission du glissement entre grains voisins (**Figure III - 18**) l'angle calculé de TWIST entre des systèmes de glissement passe de 28° (plan vertical) à 27° (plan réel) comme cela est illustré sur la **Figure 4 - 4 a**).
- Dans le cas de la configuration de non transmission du glissement entre grains voisins (**Figure III - 19**) l'angle calculé de TWIST entre les systèmes de glissement passe de 70° (plan vertical) à 64° (plan réel) comme cela est illustré sur la **Figure 4 - 4 b**).



Dans ce cas, comme dans le cas précédent, le calcul des angles réels de TWIST entre systèmes de glissement activés de part et d'autre d'un joint de macle ne remet absolument pas en question la conclusion selon laquelle c'est cet angle qui pilote la transmission ou non du glissement aux joints de grains/macle. En revanche, la valeur seuil de 45° , présentée dans la partie III.6 comme la valeur de transition entre transmission et non transition du glissement, semble légèrement différer si l'on considère les cas ré-évalués.

La **Figure 4 - 5** schématise le décalage introduit par la prise en compte de l'inclinaison réelle des plans de joints de macle. La transition entre transmission et non transmission est décalée vers 50° - 55° .

Cette valeur nécessite d'être affinée avec un nombre accru de configurations recalculées dans le cas de plans de macle.

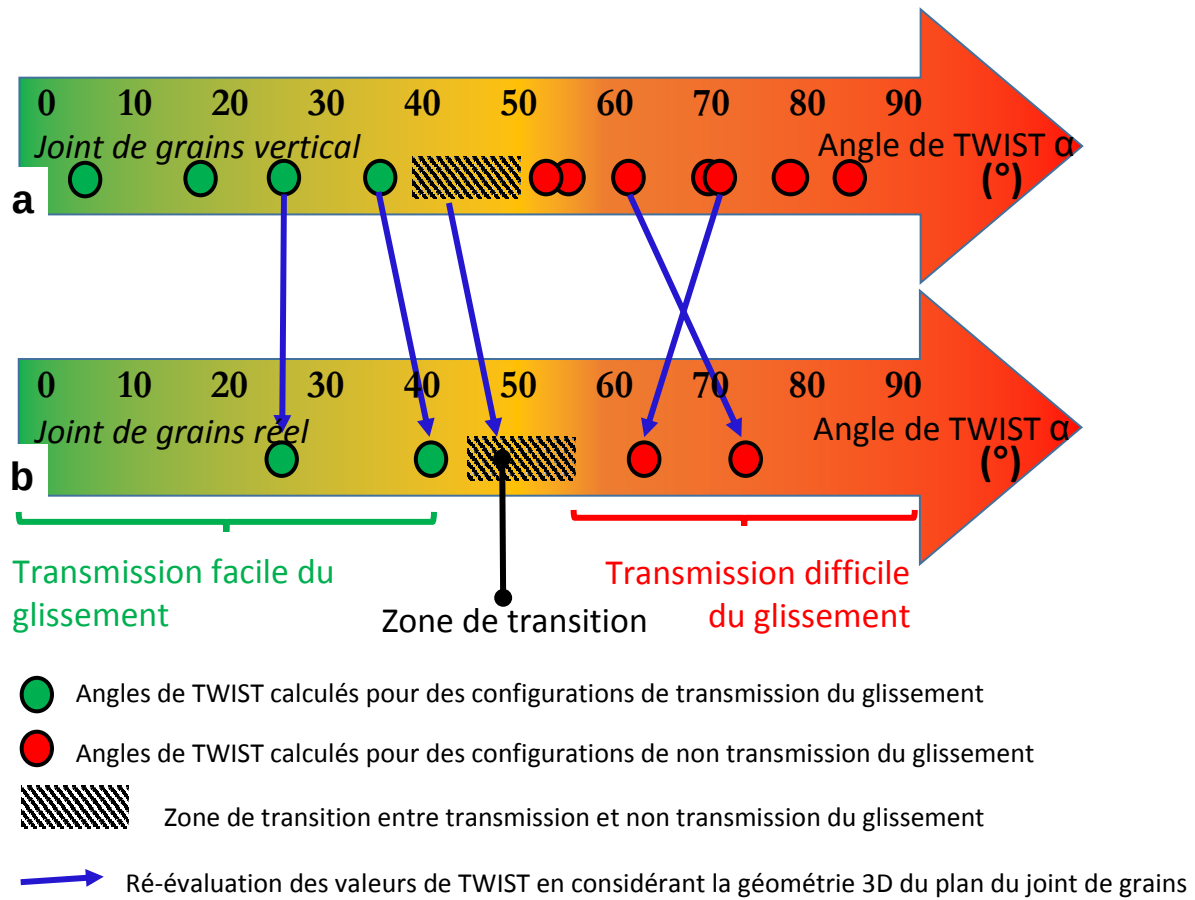


Figure 4 - 5 : Récapitulatif des angles de TWIST calculés pour
a) un joint de grains de plan vertical
b) un joint de grains de plan connu en 3D

4.4 Références bibliographiques

[Genée, 2016] J. Genée,

"Modélisation et simulation numérique de la localisation de la déformation plastique dans des matériaux métalliques sous changement cyclique ",

Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Poitiers, France, (2016).

[Zhai, 2005] T. Zhai, X.P. Jiang, J.X. Li, M.D. Garratt, G.H. Bray,

"The grain boundary geometry for optimum resistance to growth of short fatigue cracks in high strength Al-alloys",

International Journal of Fatigue, 27, 1202–1209, (2005).

Mécanismes de déformation et d'amorçage de fissures dans l'Udimet 720Li en relation avec les paramètres microstructuraux

Cette étude s'est focalisée sur la compréhension des mécanismes de déformation et d'endommagement d'un superalliage à base de Nickel (Udimet 720Li) utilisé pour la confection de disques de turbine haute pression soumis à des sollicitations monotones et cycliques à des températures inférieures à 500 °C.

L'amorçage de fissures de fatigue à 20 °C et 465 °C a été systématiquement observé suivant des facettes cristallographiques pour différents états métallurgiques. Une étude quantitative des traces de glissement plastique en surface a permis de montrer que cet endommagement est la conséquence d'une non transmission de la déformation plastique entre grains voisins. Plus précisément, un mécanisme de rotation cristalline localisée au sein de micro-volumes à l'extrémité de bandes de glissement dans le grain voisin a été identifié à l'origine des fissures.

Les configurations cristallographiques favorisant ce processus impliquent notamment les relations entre systèmes de glissement de part et d'autre du joint de grains (angle de TWIST), ou encore la présence d'une précipitation fine participant au confinement des bandes de glissement.

Deformation mechanisms and fatigue crack initiation in Udimet 720Li superalloy in relation with microstructure

This study contributes to the understanding of the deformation and damage mechanisms in a Nickel-based superalloy (the Udimet 720Li) used for the manufacturing of aeroengines high pressure turbine disks submitted to monotonic and cyclic loadings at temperatures below 500 °C under service conditions.

Fatigue crack initiation at 20 °C and 465 °C was systematically observed at large crystallographic facets whatever the microstructure. An extensive quantitative study of the slip activity at the surface showed that crack initiation results from a difficult slip transmission between neighbouring grains. In more details, a localized crystallographic rotation confined in micro-volumes detected at the tip of slip bands interacting with the grain boundary were identified to trigger crack initiation.

The crystallographic configurations favouring such a process are closely related to the TWIST angle between active slip systems on each side of the grain boundary and to a dense and fine precipitation confining the plasticity.

Mots-clés

Amorçage de fissures de fatigue;
Transmission du glissement;
Plasticité localisée;
Joints de grains;
Superalliages à base de Nickel;
EBSD

Key words

Fatigue crack initiation;
Slip transmission;
Localized plasticity;
Grain boundaries;
Ni-based superalloys;
EBSD