



**HAL**  
open science

# Etude de l'influence des procédés de fabrication sur les propriétés mécaniques des alliages de nickel

Jérôme Blaizot

► **To cite this version:**

Jérôme Blaizot. Etude de l'influence des procédés de fabrication sur les propriétés mécaniques des alliages de nickel. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Lyon, 2016. Français. NNT : 2016LYSEI024 . tel-01597744

**HAL Id: tel-01597744**

**<https://theses.hal.science/tel-01597744>**

Submitted on 28 Sep 2017

**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.

N° d'ordre NNT : 2016LYSEI024

**THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON**  
préparée au sein de  
**I'INSA LYON**

Ecole Doctorale ED 162  
Mécanique, Energétique, Génie civil et acoustique (MEGA)

Spécialité de doctorat : Mécanique

Soutenue publiquement le 25/03/2015, par :

**Jérôme BLAI ZOT**

---

Etude de l'influence des procédés de  
fabrication sur les propriétés  
mécaniques des alliages de Nickel

---

Devant le jury composé de :

BELLET, Michel Professeur MINES ParisTech Président  
BILLARDON, René Professeur Messier-Bugatti-Dowty, SAFRAN Rapporteur  
GOURGUES-LORENZON, Anne-Françoise Professeur MINES ParisTech Rapporteure  
ROBIN, Vincent Docteur AREVA Examineur  
NELIAS, Daniel Professeur INSA-LYON Directeur de thèse  
PEREZ, Michel Professeur INSA-LYON Co-Directeur de thèse  
CHAISE, Thibaut Maître de Conférences INSA-LYON Examineur  
CAZOTTES, Sophie Maître de Conférences INSA-LYON Examinatrice



## Département FEDORA – INSA Lyon - Ecoles Doctorales – Quinquennal 2016-2020

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
<b>CHIMIE</b>	<b>CHIMIE DE LYON</b> <a href="http://www.edchimie-lyon.fr">http://www.edchimie-lyon.fr</a>  Sec : Renée EL MELHEM Bat Blaise Pascal 3 <sup>e</sup> etage <a href="mailto:secretariat@edchimie-lyon.fr">secretariat@edchimie-lyon.fr</a> Insa : R. GOURDON	<b>M. Stéphane DANIELE</b> Institut de Recherches sur la Catalyse et l'Environnement de Lyon IRCELYON-UMR 5256 Équipe CDFA 2 avenue Albert Einstein 69626 Villeurbanne cedex <a href="mailto:directeur@edchimie-lyon.fr">directeur@edchimie-lyon.fr</a>
<b>E.E.A.</b>	<b>ELECTRONIQUE, ELECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE</b> <a href="http://edeea.ec-lyon.fr">http://edeea.ec-lyon.fr</a>  Sec : M.C. HAVGOUDOUKIAN <a href="mailto:Ecole-Doctorale.eea@ec-lyon.fr">Ecole-Doctorale.eea@ec-lyon.fr</a>	<b>M. Gérard SCORLETTI</b> Ecole Centrale de Lyon 36 avenue Guy de Collongue 69134 ECULLY Tél : 04.72.18 60.97 Fax : 04 78 43 37 17 <a href="mailto:Gerard.scorletti@ec-lyon.fr">Gerard.scorletti@ec-lyon.fr</a>
<b>E2M2</b>	<b>EVOLUTION, ECOSYSTEME, MICROBIOLOGIE, MODELISATION</b> <a href="http://e2m2.universite-lyon.fr">http://e2m2.universite-lyon.fr</a>  Sec : Safia AIT CHALAL Bat Darwin - UCB Lyon 1 04.72.43.28.91 Insa : H. CHARLES <a href="mailto:Safia.ait-chalal@univ-lyon1.fr">Safia.ait-chalal@univ-lyon1.fr</a>	<b>Mme Gudrun BORNETTE</b> CNRS UMR 5023 LEHNA Université Claude Bernard Lyon 1 Bât Forel 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cédex Tél : 06.07.53.89.13 <a href="mailto:e2m2@univ-lyon1.fr">e2m2@univ-lyon1.fr</a>
<b>EDISS</b>	<b>INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES- SANTÉ</b> <a href="http://www.ediss-lyon.fr">http://www.ediss-lyon.fr</a> Sec : Safia AIT CHALAL Hôpital Louis Pradel - Bron 04 72 68 49 09 Insa : M. LAGARDE <a href="mailto:Safia.ait-chalal@univ-lyon1.fr">Safia.ait-chalal@univ-lyon1.fr</a>	<b>Mme Emmanuelle CANET-SOULAS</b> INSERM U1060, CarMeN lab, Univ. Lyon 1 Bâtiment IMBL 11 avenue Jean Capelle INSA de Lyon 696621 Villeurbanne Tél : 04.72.68.49.09 Fax : 04 72 68 49 16 <a href="mailto:Emmanuelle.canet@univ-lyon1.fr">Emmanuelle.canet@univ-lyon1.fr</a>
<b>INFOMATHS</b>	<b>INFORMATIQUE ET MATHÉMATIQUES</b> <a href="http://infomaths.univ-lyon1.fr">http://infomaths.univ-lyon1.fr</a>  Sec : Renée EL MELHEM Bat Blaise Pascal 3 <sup>e</sup> etage <a href="mailto:infomaths@univ-lyon1.fr">infomaths@univ-lyon1.fr</a>	<b>Mme Sylvie CALABRETTO</b> LIRIS – INSA de Lyon Bat Blaise Pascal 7 avenue Jean Capelle 69622 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72. 43. 80. 46 Fax 04 72 43 16 87 <a href="mailto:Sylvie.calabretto@insa-lyon.fr">Sylvie.calabretto@insa-lyon.fr</a>
<b>Matériaux</b>	<b>MATERIAUX DE LYON</b> <a href="http://ed34.universite-lyon.fr">http://ed34.universite-lyon.fr</a>  Sec : M. LABOUNE PM : 71.70 –Fax : 87.12 Bat. Saint Exupéry <a href="mailto:Ed.materiaux@insa-lyon.fr">Ed.materiaux@insa-lyon.fr</a>	<b>M. Jean-Yves BUFFIERE</b> INSA de Lyon MATEIS Bâtiment Saint Exupéry 7 avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72.43 71.70 Fax 04 72 43 85 28 <a href="mailto:Ed.materiaux@insa-lyon.fr">Ed.materiaux@insa-lyon.fr</a>
<b>MEGA</b>	<b>MECANIQUE, ENERGETIQUE, GENIE CIVIL, ACOUSTIQUE</b> <a href="http://mega.universite-lyon.fr">http://mega.universite-lyon.fr</a>  Sec : M. LABOUNE PM : 71.70 –Fax : 87.12 Bat. Saint Exupéry <a href="mailto:mega@insa-lyon.fr">mega@insa-lyon.fr</a>	<b>M. Philippe BOISSE</b> INSA de Lyon Laboratoire LAMCOS Bâtiment Jacquard 25 bis avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72 .43.71.70 Fax : 04 72 43 72 37 <a href="mailto:Philippe.boisse@insa-lyon.fr">Philippe.boisse@insa-lyon.fr</a>
<b>ScSo</b>	<b>ScSo*</b> <a href="http://recherche.univ-lyon2.fr/scso/">http://recherche.univ-lyon2.fr/scso/</a>  Sec : Viviane POLSINELLI Brigitte DUBOIS Insa : J.Y. TOUSSAINT <a href="mailto:viviane.polsinelli@univ-lyon2.fr">viviane.polsinelli@univ-lyon2.fr</a>	<b>Mme Isabelle VON BUELTZINGLOEWEN</b> Université Lyon 2 86 rue Pasteur 69365 LYON Cedex 07 Tél : 04.78.77.23.86 Fax : 04.37.28.04.48

\*ScSo : Histoire, Géographie, Aménagement, Urbanisme, Archéologie, Science politique, Sociologie, Anthropologie



# Remerciements

Cette thèse de doctorat a été préparée aux laboratoires LaMCoS et MATEIS de l'INSA de Lyon dans le cadre de la chaire AREVA-SAFRAN. Je tiens à remercier avant tout Michel Perez, Daniel Nelias et Thibaut Chaise de m'avoir confié ce travail de thèse. Je souhaiterais également remercier tous les acteurs de la chaire AREVA-SAFRAN (Vincent Robin, Guillaume Tirand, Philippe Gilles, Alain Combescure, Miguel Yescas) qui m'ont permis de réaliser cette thèse dans de très bonnes conditions. J'aimerais également remercier Michel Bellet d'avoir accepté de présider le jury de thèse. Je souhaiterais également remercier Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon et René Billardon d'avoir accepté de rapporter mon travail de thèse. J'aimerais remercier Sophie Cazottes, Thierry Douillard, Florian Mercier, Philippe Chaudet et Paul Valverde pour leur aide concernant la microscopie et les essais mécaniques. Mes remerciements vont également à Isabelle Comby, secrétaire du LaMCoS ainsi qu'aux doctorants et chercheurs : Alexandre, Didier, Yancheng, Wenfeng. Je remercie également les doctorants du laboratoire MATEIS tels que Razzak, Benoit, Paul et Sébastien ainsi qu'aux enseignants chercheurs de MATEIS : Christophe Le Boulot, Jonathan Amodeo et Damien Fabrègue. Je tiens également à remercier mes proches et notamment mon épouse pour leur soutien.



# Résumé

Dans l'industrie nucléaire, différents composants des réacteurs à eau pressurisée sont soudés par le procédé TIG (*Tungsten Inert Gas*). Pour obtenir une résistance à la corrosion et une tenue en service suffisante, ces pièces sont réalisées en alliage de nickel NY690. La compréhension des phénomènes physiques impliqués durant le soudage est nécessaire afin de connaître l'évolution de la microstructure et son influence sur le comportement mécanique. Pour améliorer la qualité des produits soudés, il est crucial de déterminer les contraintes résiduelles après soudage ce qui implique de connaître le comportement mécanique de l'alliage NY690 en chargement monotone et en chargement cyclique.

En effet, le soudage de ces pièces massives dont l'épaisseur est comprise entre 50 et 250 mm nécessite un grand nombre de passes et donc un grand nombre de cycles thermiques. Pour reproduire ces chargements complexes se produisant dans la zone affectée thermiquement, des essais mécaniques ont été réalisés en utilisant la machine Gleeble 3500 et une machine de traction/torsion MTS-809.

Des essais de traction et des essais cycliques ont été réalisés de 25°C à 900°C pour différentes vitesses de déformation et pour différents états microstructuraux. Plus précisément, l'influence de la taille de grain et de la présence des carbures de chrome sur le comportement mécanique a été étudiée dans le but de déterminer les paramètres à prendre en compte pour modéliser le comportement mécanique. Le comportement mécanique en chargement monotone a ensuite été modélisé en fonction de la température, de la déformation, de la vitesse de déformation et de la densité initiale de dislocations en utilisant le formalisme de Kocks, Mecking et Estrin. Le comportement cyclique a été modélisé à 25°C en utilisant la même approche mais en prenant en compte l'effet de la taille de grain sur la limite d'élasticité et sur l'écrouissage cinématique.





## Table des matières

1.	Introduction.....	1
2.	Revue bibliographique.....	3
2.1	Métallurgie des alliages de nickel.....	4
2.1.1	Généralités sur les alliages de nickel.....	4
2.1.2	Microstructure des alliages de nickel.....	5
2.1.3	Elaboration et transformation à chaud.....	6
2.1.4	Soudabilité des alliages de nickel.....	6
2.1.5	L'alliage NY690.....	7
2.2	Description du procédé de soudage.....	9
2.2.1	Définitions.....	9
2.2.2	Les procédés de soudage à l'arc.....	9
2.2.3	Le procédé de soudage TIG.....	10
2.3	Phénomènes physiques impliqués en soudage.....	12
2.3.1	Couplages thermomécaniques.....	13
2.3.2	Effets des cycles thermiques sur la microstructure.....	13
2.3.2.1	Croissance de grains à l'état solide.....	13
2.3.2.2	Précipitation des carbures de chrome.....	15
2.3.2.3	Restauration et recristallisation.....	17
2.3.3	Effets de la microstructure sur le comportement mécanique.....	20
2.3.4	Conséquences du soudage.....	21
2.4	Modélisation du comportement mécanique.....	24
2.4.1	Elasticité.....	24
2.4.2	Déformation d'origine thermique.....	24
2.4.3	Plasticité.....	25
2.4.4	Viscoplasticité.....	27
2.5	Synthèse bibliographique.....	29
3.	Matériaux et méthodes.....	30
3.1	Alliage étudié.....	31
3.2	Diagrammes de phases.....	32
3.3	Traitements thermiques.....	36
3.3.1	Traitements thermiques au four.....	36

3.3.2	Traitements thermiques avec la machine <i>Gleeble 3500</i> .....	36
3.4	Caractérisations microstructurales .....	37
3.4.1	Caractérisation des grains austénitiques .....	37
3.4.2	Caractérisation de la précipitation et des dislocations .....	41
3.5	Essais mécaniques .....	43
3.5.1	Mesures de module de Young.....	43
3.5.2	Essais de traction.....	45
3.5.3	Essais de traction à rupture (à 25°C).....	48
3.5.4	Essais de compression.....	49
3.5.5	Essais de saut de vitesse de déformation.....	49
3.5.6	Essais cycliques.....	50
3.5.7	Dépouillement des résultats .....	52
4.	Caractérisations microstructurales .....	55
4.1	Etat de réception.....	56
4.1.1	Taille de grains.....	56
4.1.2	Précipités .....	57
4.1.3	Microstructure de dislocations.....	58
4.2	Evolution de la microstructure .....	59
4.2.1	Taille de grains.....	59
4.2.2	Cinétique de précipitation des carbures de chrome .....	61
4.3	Etats microstructuraux de référence .....	64
4.4	Synthèse .....	65
5.	Comportement mécanique de l'alliage NY690 .....	66
5.1	Comportement mécanique en chargement monotone.....	67
5.1.1	Comportement mécanique à l'état de réception.....	68
5.1.1.1	Caractéristiques de l'alliage NY690 à 25°C.....	68
5.1.1.2	Influence de la température.....	69
5.1.1.3	Influence de la vitesse de déformation .....	70
5.1.2	Influence de la microstructure .....	72
5.2	Comportement mécanique en chargement cyclique.....	78
5.2.1	Comportement cyclique à l'état de réception et à 25°C.....	80
5.2.2	Influence de la microstructure et de la température.....	83
5.2.2.1	Effets de la microstructure à 25°C.....	83
5.2.2.2	Effets de la température .....	85
5.2.2.3	Effets de la microstructure initiale à 750°C.....	86
5.3	Cinétique de restauration statique .....	89

5.4	Synthèse .....	91
6.	Modélisation du comportement mécanique .....	92
6.1	Chargement monotone .....	93
6.1.1	Modélisation.....	94
6.1.2	Détermination des paramètres .....	98
6.1.3	Résultats et discussions .....	101
6.1.3.1	Influence de la température.....	101
6.1.3.2	Influence de la vitesse de déformation .....	102
6.1.3.3	Influence de la microstructure initiale .....	103
6.1.3.4	Confrontations du modèle à d'autres résultats expérimentaux .....	104
6.1.4	Synthèse .....	105
6.2	Chargement cyclique .....	106
6.2.1	Modélisation.....	106
6.2.1.1	Limite d'élasticité .....	107
6.2.1.2	Ecrouissage isotrope.....	108
6.2.1.3	Ecrouissage cinématique.....	108
6.2.2	Intégration numérique et analyse de sensibilité.....	109
6.2.2.1	Intégration numérique .....	109
6.2.2.2	Analyse de sensibilité .....	109
6.2.3	Détermination des paramètres .....	112
6.2.4	Résultats et discussions .....	115
6.2.4.1	Limite d'élasticité .....	115
6.2.4.2	Transitions élasto-plastiques et effet Bauschinger .....	117
6.2.4.3	Ecrouissage isotrope et cinématique .....	118
6.3	Synthèse .....	120
7.	Conclusions et perspectives .....	121
7.1	Synthèse .....	121
7.2	Perspectives.....	122
8.	Références.....	123
9.	Annexes .....	130
9.1	Annexe 1 – Spécifications de <i>Special Metals</i> pour l'Inconel 690 .....	131
9.2	Annexe 2 – Caractérisation de la texture par EBSD .....	133



## 1. Introduction

Les alliages de nickel sont utilisés dans plusieurs secteurs industriels notamment dans le domaine de l'aéronautique et dans le domaine du nucléaire. L'intérêt de ces alliages pour ces applications industrielles est d'une part leur tenue à chaud et d'autre part leur résistance à la corrosion. Dans l'industrie nucléaire, l'alliage 690 aussi appelé NY690, Inconel 690 ou encore NiCr30Fe est utilisé pour sa résistance à la corrosion sous contraintes, son aptitude au soudage et son coût abordable. L'alliage NY690 est donc utilisé pour différents composants des réacteurs à eau pressurisée tels que les tubes de générateur de vapeur et des pièces de la cuve. Pour assembler ces pièces de forte épaisseur (de 50 mm à 150 mm), le procédé de soudage à l'arc est utilisé en un grand nombre d'étapes provoquant un chargement thermomécanique complexe ainsi que des évolutions microstructurales. Dans le but d'améliorer la qualité des pièces soudées et de déterminer les contraintes et déformations résiduelles, il est nécessaire de connaître le comportement thermomécanique de l'alliage NY690 ainsi que les évolutions microstructurales. La prédiction des contraintes et déformations résiduelles est importante pour la tenue en service et notamment pour la résistance à la corrosion sous contraintes. Cela implique de prédire le comportement thermomécanique dans une large gamme de température (de la température ambiante à la température de fusion) et pour de faibles vitesses de déformation induites par les cycles de chauffage et de refroidissement ( $10^{-4}$  à  $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ).

La problématique générale de cette thèse est donc la prédiction du comportement thermomécanique de l'alliage NY690 pour des sollicitations représentatives du procédé de soudage. Les lois de comportement identifiées doivent pouvoir être ensuite utilisées dans des logiciels de simulation numérique de soudage tels que *Sysweld*. Pour répondre à la problématique posée, il faut pour cela connaître l'influence du procédé de soudage sur les évolutions microstructurales et leurs influences sur le comportement mécanique.

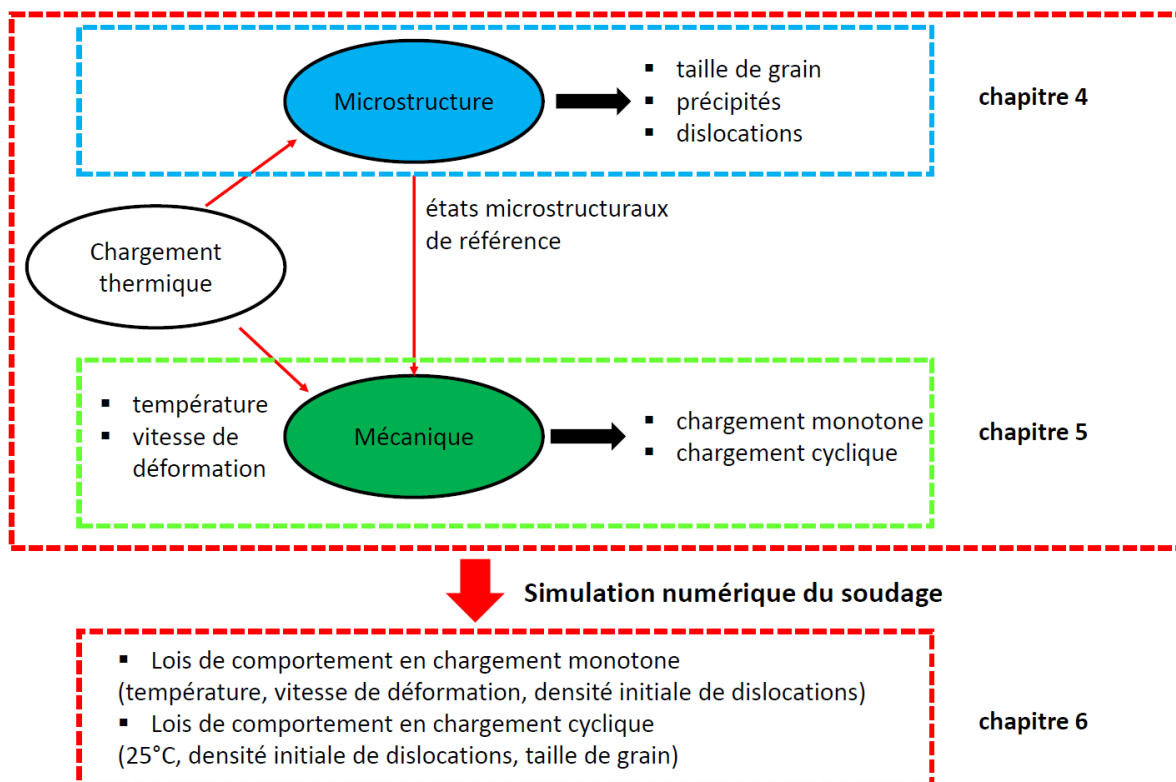
Dans un premier temps, une revue bibliographique sera faite sur les alliages de nickel et le procédé de soudage à l'arc utilisé afin de connaître les phénomènes physiques mis en jeu lors du soudage et également de déterminer des ordres de grandeur notamment au niveau des vitesses de chauffage, vitesses de refroidissement, niveaux de déformation par cycle et des vitesses de déformation (chapitre 2). Une étude bibliographique sera effectuée pour comprendre les effets thermiques sur la microstructure notamment au niveau de la croissance de grains et de la précipitation et leurs impacts sur le comportement mécanique. Au regard de cette synthèse bibliographique et des cycles thermomécaniques rencontrés en soudage, il faudra également cerner les phénomènes physiques prépondérants qui seront étudiés dans cette thèse. Enfin un état de l'art sera fait au niveau de la modélisation physique et mécanique du comportement mécanique et plus particulièrement pour le procédé de soudage.

Dans le chapitre 3, l'alliage NY690 à l'état de réception sera présenté et les moyens d'essais seront définis afin de déterminer les évolutions microstructurales induites par le procédé de soudage et de caractériser le comportement mécanique dans des conditions représentatives du procédé de soudage. Pour cela, des machines hydrauliques tels que la machine *Gleeble* 3500 et la machine MTS 809 traction/torsion seront utilisées respectivement pour réaliser des essais de traction et des essais cycliques à déformation imposée jusqu'à une température de 1000°C.

Dans le chapitre 4, l'alliage NY690 sera caractérisé à l'état de réception afin de caractériser la microstructure et de déterminer la taille de grains et de caractériser les précipités en termes de composition chimique et de morphologie. Les évolutions microstructurales induites par les traitements thermiques seront étudiées ce qui permettra par la suite de définir les états microstructuraux de référence pour la réalisation des essais mécaniques (*fig. 1.1*).

Dans le chapitre 5, l'alliage NY690 sera tout d'abord caractérisé en traction en fonction de la température, de la vitesse de déformation et de la microstructure ce qui permettra également de déterminer les paramètres à prendre en compte pour modéliser le comportement mécanique. Plus particulièrement, l'influence de la température, de la vitesse de déformation et de la microstructure sur la limite d'élasticité et les mécanismes d'écrouissage et de restauration seront étudiés. Des essais cycliques seront également réalisés de 25°C à 900°C en étudiant l'influence de la microstructure dans les mêmes conditions de température et de vitesse de déformation que pour les essais de traction. Il est en effet important compte tenu du chargement thermomécanique complexe induit par le procédé de soudage de caractériser l'influence de la température et de la microstructure aussi bien en chargement monotone qu'en chargement cyclique.

Dans le dernier chapitre, le comportement mécanique de l'alliage NY690 sera tout d'abord modélisé en chargement monotone de 25°C à 1000°C en ayant toujours comme objectif que ce travail puisse être utilisé pour la simulation numérique du procédé de soudage de l'alliage NY690. En s'appuyant sur les résultats obtenus en traction et sur les travaux de thèse antérieurs, le comportement en chargement cyclique sera modélisé. La stratégie globale utilisée dans cette thèse pour étudier et modéliser le comportement mécanique de l'alliage NY690 est illustrée par la figure 1.1.



**Figure 1.1 :** stratégie globale pour étudier et modéliser le comportement mécanique de l'alliage NY690 durant le procédé de soudage.

## 2. Revue bibliographique

L'objectif de cette revue bibliographique est de présenter la métallurgie des alliages de nickel ainsi que le procédé de soudage à l'arc utilisé dans l'industrie nucléaire. Dans une 3<sup>ème</sup> partie, les phénomènes physiques impliqués durant le procédé de soudage seront étudiés incluant les évolutions microstructurales et leurs effets sur le comportement mécanique. Il est également important de détailler les cycles thermiques subis par l'alliage NY690 durant le procédé de soudage car ceux-ci vont engendrer des évolutions microstructurales et affecter le comportement mécanique du joint soudé. Des ordres de grandeur seront donc donnés en termes de vitesses de chauffage, vitesses de refroidissement, niveau de déformation par cycle et vitesse de déformation. Ces données permettent alors de définir les phénomènes physiques potentiels notamment les évolutions microstructurales et conditionnent par ailleurs le choix des essais mécaniques à réaliser. Dans une dernière partie, la méthodologie utilisée en simulation numérique du soudage pour modéliser le comportement mécanique sera détaillée.



## 2.1 Métallurgie des alliages de nickel

Dans cette section, la métallurgie des alliages de nickel sera présentée en portant une attention particulière à la soudabilité de ces alliages et à leurs procédés de fabrication. A la fin de cette section, les spécifications, les principales étapes de fabrication et la microstructure de l'alliage NY690, étudié dans cette thèse, seront données.

### 2.1.1 Généralités sur les alliages de nickel

Deux types de alliages de nickel peuvent être distingués :

- les alliages réfractaires utilisés notamment pour leur résistance à la corrosion
- les alliages super réfractaires : superalliages à durcissement structural utilisés pour leur résistance à chaud

Les alliages réfractaires contiennent une teneur importante en nickel provoquant un accroissement important des propriétés mécaniques à chaud. Les alliages super réfractaires (superalliages) sont des alliages à durcissement structural et contiennent beaucoup d'éléments chimiques avec une teneur en chrome du même ordre que pour les alliages réfractaires. Des éléments tels que le molybdène, le tungstène, le niobium, le tantale et le titane sont ajoutés pour augmenter leur résistance à chaud. Le tableau 2.1 donne les principales nuances d'alliages réfractaires à base de nickel. Ces alliages contiennent le plus souvent majoritairement du nickel et sont très chargés en chrome. L'alliage étudié ici est l'alliage 690 aussi connu sous le nom Inconel 690 (marque commerciale), NY690 (référence Aubert et Duval) ou encore NiCr30Fe (référence AFNOR). La désignation NY690 sera toujours utilisée par la suite. Le tableau 2.2 donne les principales nuances de superalliages. Les superalliages contiennent également majoritairement du nickel mais contiennent également du molybdène, du titane, du niobium et du cobalt.

Nuance	Ni (%pds)	Cr (%pds)	Fe (%pds)	Ti (%pds)
NY845	41	23	Bal.	0.3
In600	Bal.	16	9	0.2
NY690	Bal.	29	9	
In601	Bal.	23	14	1.5
Nimonic 75	Bal.	19.5	<5	
Ha 214	Bal.	16	2.5	4.5

**Tableau 2.1 : principales nuances d'alliages réfractaires**

Nuance	Ni (%pds)	Cr (%pds)	Mo (%pds)	Ti (%pds)	Nb (%pds)	Co (%pds)	Fe (%pds)
NY540	34/40	18/21	3/3.5	2.5/ 3.5	< 0.25	6/11	Bal.
Waspaloy	Bal.	18/21	3.5/5	2.75/ 3.25	1.2/ 1.6	12/15	
In718	50/55	17/21	2.8/ 3.3	0.65/ 1.15	4.75/ 5.5		Bal.

**Tableau 2.2 : principales nuances de superalliages base nickel**

La résistance à la corrosion humide des aciers inoxydables et des alliages de nickel est due à leur passivation. Cette passivation est causée par la formation d'une couche protectrice d'oxydes ou d'hydroxydes à leur surface. L'élément responsable de cela est le chrome en teneur supérieure à 11.5 %pds mais l'efficacité de protection est accrue suivant le milieu corrosif par des additions de molybdène et de cuivre et par l'augmentation de la teneur en nickel. Une des spécifications requises pour l'industrie nucléaire est notamment la résistance à la corrosion sous contraintes qui sera évoqué dans la section 2.1.5. Dans l'industrie nucléaire, le choix du matériau à utiliser est défini par les critères suivants [Harrod *et al.* (2001)] :

- faisabilité avec un procédé de fabrication donné
- résistance à la corrosion
- résistance mécanique

### 2.1.2 Microstructure des alliages de nickel

Les alliages de nickel comportent une matrice austénitique de structure cristallographique cubique à faces centrées (CFC) dans laquelle des carbures ou des phases intermétalliques peuvent être présents.

#### **Alliages réfractaires**

Pour les alliages réfractaires tels que l'alliage NY690, la présence de secondes phases, carbures ou intermétalliques n'est pas souhaitée car elle provoque des hétérogénéités par rapport à la matrice et des incompatibilités de déformations lors de sollicitations mécaniques. Ces alliages (Ni-Cr-Fe) sont en général à l'état complètement adouci c'est-à-dire qu'ils ont subi un revenu après un laminage à chaud leur permettant de conserver une grande ductilité.

#### **Superalliages (Inconel 718)**

La résistance mécanique des superalliages est obtenue par les 3 mécanismes complémentaires :

- **Durcissement de la solution solide** par des éléments comme le molybdène et le tungstène dont l'atome est plus gros que le nickel.
- **Précipitation de carbures** : le carbone en combinaison avec des éléments comme le titane, le niobium ou le chrome forment des carbures qui ont pour effet de renforcer les joints de grains à haute température.
- **Précipitation de phases intermétalliques** de type  $A_3B$  dans lesquelles A est Ni et B est Ti, Al ou Nb.

A l'inverse des alliages Ni-Cr-Fe, le superalliage 718 est donc un alliage à durcissement structural lui conférant une excellente résistance mécanique.

### 2.1.3 Elaboration et transformation à chaud

Les alliages Ni-Fe-Cr ou Ni-Cr sont élaborés par les mêmes techniques que les aciers inoxydables. Ils sont d'abord élaborés au four à arc ou four à induction avec une désoxydation par le carbone sous vide ou sous argon. Une refusion sous laitier électro-conducteur est ensuite réalisée pour minimiser les ségrégations chimiques et la teneur en soufre. Cette étape permet de faciliter les opérations de transformations à chaud ultérieures et d'améliorer la tenue en service [Blanchard (1996)]. Il est important de minimiser les ségrégations chimiques durant l'élaboration de l'alliage car celles-ci vont entraîner un comportement mécanique hétérogène et provoque des contraintes à l'intérieur du matériau. De très faibles teneurs en soufre (de l'ordre du ppm) sont présents dans l'alliage car le soufre migre aux joints de grains et provoque une forte chute de la ductilité à chaud dans les alliages de nickel lors que sa teneur est supérieure à 10 ppm [Murry (1994)].

La transformation à chaud de ces alliages nécessite l'emploi de moyens de transformations puissants et d'outillages adaptés du fait de leur forte résistance à la déformation à chaud. Les premières étapes de la transformation à chaud ont pour objectif d'éliminer les ségrégations des lingots et d'obtenir une microstructure moins grossière. L'objectif est ensuite d'obtenir les dimensions des pièces souhaitées et de maîtriser leur structure comme par exemple la taille de grain. Ces alliages sont mis en forme par forgeage et laminage.

### 2.1.4 Soudabilité des alliages de nickel

Les nuances sans durcissement par précipitation peuvent être soudées par tous les procédés utilisés pour les aciers inoxydables austénitiques : TIG (*Tungsten Inert Gas*), MIG (*Metal Inert Gas*), plasma avec électrodes enrobées et laser. Le soudage est réalisé sous atmosphère inerte pour éviter toute contamination ou oxydation. Lors du soudage, l'apport de chaleur doit-être limité autant que possible et le refroidissement de la zone voisine de la soudure doit-être rapide. Lorsqu'un métal d'apport est nécessaire, la même composition que la nuance du métal de base est utilisée. Dans le cas de l'alliage NY690, le métal d'apport utilisé est l'alliage 52 qui a la même composition mais celui-ci est brut de solidification [Dupont *et al.* (2009), Noecker II et Dupont (2009)].

Les alliages à durcissement structural tels que l'Inconel 718 sont beaucoup plus difficiles à souder que les alliages sans durcissement du fait de la présence des phases durcissantes  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . Cette faible aptitude au soudage est liée à des problèmes de fissurations à chaud de la zone fondue et de la zone affectée thermiquement (ZAT) par le soudage. La fissuration au revenu de durcissement peut également se produire dans la ZAT.

Les problèmes actuels rencontrés pour le soudage de l'alliage NY690 concernent surtout la fissuration à chaud par manque de ductilité. La perte de ductilité est maximale autour de 870°C pour l'alliage NY690. Les causes de la fissuration à chaud des alliages de nickel durant le soudage ne sont pas encore bien connues. Plusieurs hypothèses ont été proposées pour expliquer ce phénomène [Young *et al.* (2008), Dupont *et al.* (2009), Noecker II et Dupont (2009)] :

- glissement aux joints de grains
- fragilité intergranulaire par des éléments chimiques tels que le soufre et le phosphore
- précipitation de carbures de chrome

### 2.1.5 L'alliage NY690

Les alliages de nickel sont utilisés principalement dans la fabrication des tubes générateurs de vapeur ainsi que dans d'autres composants du circuit primaire des réacteurs à eau pressurisée telles que les manchettes d'adaptateur et les plaques de partition. Le choix du matériau à utiliser est défini par les critères suivants [Harrod *et al.* (2001)] :

- résistance à la corrosion sous contraintes en milieu agressif jusqu'à une température de 330°C
- facilité de mise en forme et de soudabilité
- facilité de réparation et d'entretien

L'alliage NY690 a été développé au début des années 80 spécialement pour l'industrie nucléaire afin de remplacer l'alliage 600 qui n'avait pas une résistance à la corrosion sous contraintes suffisante. En effet, les pièces sont soumises à un environnement agressif et à des contraintes qui peuvent être des contraintes résiduelles ou des contraintes d'origine thermique. La teneur en chrome de l'alliage NY690 est beaucoup plus élevée que l'alliage 600 (29 %pds contre 16%pds) pour l'alliage 600. En effet plusieurs études ont montré que la résistance à la corrosion intergranulaire était améliorée en augmentant la teneur en chrome de 20% à 30% pds [Beaunier *et al.* (1979)]. Les spécifications de l'alliage NY690 pour les tubes de générateur de vapeur d'après Harrod *et al.* (2001) sont les suivantes :

<b>Table II. Major Requirements of Alloy 690 Tubing Procurement Specifications</b>	
<b>Element Composition</b>	<b>(wt.%)</b>
Nickel	58.0 MIN
Chromium	28.5–31.0
Iron	9.0–11.0
Manganese	0.50 max
Carbon	0.015–0.025
Cobalt	0.015 (avg.)
Molybdenum	0.2 max
Niobium + Tantalum	0.1 max
Al, Ti, Cu, S, P, Si, B, N	Max values also specified
<b>Room Temperature Mechanical Properties</b>	
MIN 0.2% Yield Strength	276 MPa (40 ksi)
MIN 0.2% Yield Strength	380 MPa (55 ksi)
MIN Tensile Strength	586 MPa (85 ksi)
MIN Elongation in 2 in.	30 %
<b>Thermal Processing Parameters</b>	
Final Mill Anneal	~ 1,080°C MIN
Thermal Treatment	715–732°C × 10 h
Small Radius U-bends—Stress Relief	715–732°C × 2 h

**Tableau 2.3:** spécifications de l'alliage NY690 pour les tubes de générateur de vapeur d'après [Harrod *et al.* (2001)].

Afin d'obtenir les spécifications du cahier des charges de l'alliage NY690 (tableau 2.3), différentes étapes de fabrication sont nécessaires [Diano *et al.* (1989), Harrod *et al.* (2001), Colombié *et al.* (2008)] :

- 1) élaboration au four à l'arc ou au four à induction avec une désoxydation par le carbone sous vide ou sous argon
- 2) refusion sous laitier électro-conducteur pour minimiser les ségrégations chimiques et la teneur en soufre
- 3) forgeage à chaud des lingots
- 4) extrusion à chaud pour la fabrication des tubes [Diano *et al.* (1989), Harrod *et al.* (2001)] ou laminage à chaud pour les plaques de partition
- 5) traitement thermique de mise en solution autour de 1080°C (tableau 2.3)
- 6) vieillissement entre 715°C et 730°C avec un temps de maintien compris entre 5h et 15h

Le traitement de mise en solution est une des étapes les plus importantes durant la fabrication. Ce traitement thermique est effectué sous atmosphère réductrice à une température comprise entre 1060°C et 1125°C pour remettre en solution le carbone dans la matrice austénitique sans accroître la taille de grain. Ce traitement thermique est suivi d'une trempe à l'eau jusqu'à la température ambiante pour éviter la précipitation de carbures de chrome. Le second traitement thermique est effectué entre 715°C et 732°C afin de réaliser une précipitation contrôlée des carbures de chrome et de permettre de chrome de diffuser vers les zones appauvries des joints de grain.

La microstructure de l'alliage NY690 est constituée d'une matrice austénitique de structure cristallographique cubique faces centrées (CFC) avec une taille de grain à l'état de réception comprise entre 29 µm et 42 µm d'après Venkatesh et Rack (1998), Noecker II et Dupont (2009) et Guo *et al.* (2011). Des macles d'origine thermique sont également observées à l'intérieur des grains [Park *et al.* (2007), Guo *et al.* (2011)]. L'alliage NY690 contient des carbures de chrome inter et intragranulaires de type Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> de structure cristallographique CFC et de carbonitrides de titane [Venkatesh et Rack (1998), Noecker II et Dupont (2009), Guo *et al.* (2011)].

## 2.2 Description du procédé de soudage

Dans cette section, quelques définitions au niveau du soudage seront données puis une présentation générale du soudage à l'arc sera effectuée et enfin le procédé de soudage TIG (Tungsten Inert Gas) sera détaillé. C'est en effet, le procédé de soudage à l'arc TIG qui est utilisé pour assembler les pièces en alliage NY690.

### 2.2.1 Définitions

Par définition, une soudure est un assemblage permanent de deux pièces métalliques exécuté par voie thermique avec ou sans fusion du métal [Scandella (2013)]. Le soudage par fusion est un assemblage de pièces avec ou sans métal d'apport avec une fusion partielle des pièces à assembler permettant une reconstitution d'un réseau cristallin commun comme par exemple dans le cas du soudage à l'arc. Une soudure homogène est une soudure pour laquelle les matériaux à assembler sont de même nature. Le soudage multipasse est une procédure qui consiste à faire subir au métal un certain nombre de cycles thermiques notamment pour le soudage de pièces de forte épaisseur.

### 2.2.2 Les procédés de soudage à l'arc

Le procédé de soudage à l'arc consiste à créer un arc électrique entre une électrode et les pièces à assembler afin de conduire à une fusion superficielle et à la formation d'un bain de métal fondu qui se solidifie sans action extérieure [Cazes (1995)]. L'arc est la source de chaleur extérieure produisant localement un flux de chaleur pour obtenir la fusion du métal et la formation d'un cordon de soudure. Chaque point du cordon a connu une séquence échauffement / fusion / refroidissement à laquelle se rapporte la microstructure locale de la soudure et les caractéristiques locales finalement obtenues. L'apport de métal, par fusion naturelle de l'électrode ou effectué séparément, a pour effet de combler la dépression du bain et de former un cordon bombé. La liaison métallique est obtenue par l'intermédiaire du métal provenant de l'électrode, ou du métal déposé, et par l'intermédiaire également des deux zones attenantes dans lesquelles le métal de l'électrode s'est dilué dans le métal de base. Cette opération de soudage à l'arc regroupe 4 procédés (*fig. 2.1*) :

- soudage à électrode enrobée : enrobage de l'âme métallique de l'électrode pour éviter l'oxydation
- soudage avec fils pleins sous protection gazeuse : cas du MIG (**Metal Inert Gas**) où l'électrode est composée d'un fil fusible servant de métal d'apport
- soudage avec une électrode réfractaire sous protection gazeuse : cas du TIG (**Tungsten Inert Gas**) où l'électrode est constituée d'une pointe de tungstène (apport de chaleur mais pas forcément de métal d'apport)
- soudage à arc submergé sous flux solide

Les procédés de soudage à l'arc diffèrent par :

- la nature de l'électrode : baguette, fil fusible ou tige réfractaire
- la nature du milieu, gaz ou vapeur, dans lequel s'établit la décharge électrique

Pour souder les aciers inoxydables, les alliages de nickel et les alliages de titane, le procédé de TIG est couramment utilisé [Murry (1994)] du fait notamment de sa grande flexibilité d'utilisation et de l'inertage de la zone de soudure.

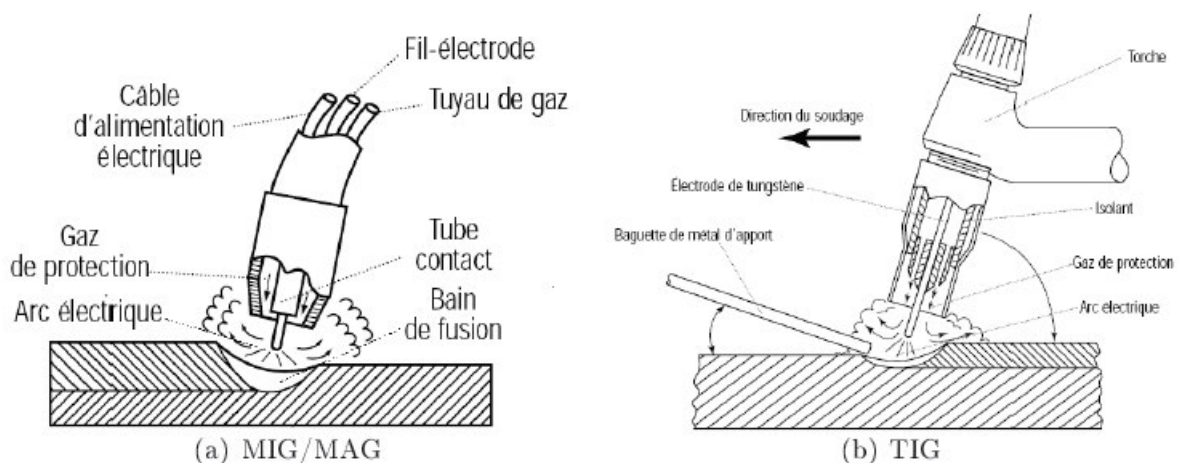


Figure 2.1 : procédés de soudage MIG et TIG d'après [Hamide (2008)].

### 2.2.3 Le procédé de soudage TIG

Les caractéristiques du soudage TIG sont les suivantes [Cazes (1995)] :

- obtention d'une simple fusion caractérisée par sa largeur et sa pénétration
- introduction d'un apport de métal directement dans le bain ou non : fil de même nature que le métal de base
- le métal d'apport n'a aucune liaison avec le circuit de soudage et son taux de dépôt est indépendant de la puissance d'arc
- électrode en tungstène (parfois ajout de thorium : 1 à 2%)
- gaz inerte utilisé : argon ou hélium ou mélange des deux
- courant d'arc :
  - courant continu, polarité directe (continu ou pulsé)
  - courant continu, polarité inverse
  - courant alternatif

L'absence de transfert de métal dans la colonne d'arc assure un comportement très stable de l'arc électrique et un excellent contrôle du bain fondu prévenant de ce fait l'apparition de défauts, tels que les caniveaux, morsures ou autres projections de métal, à l'inverse des procédés de soudage avec électrode fusible. La qualité et la pureté de l'électrode ainsi que celle du gaz inerte sont des éléments essentiels pour maîtriser les conditions de soudage. Dans la majorité des cas, un courant d'arc continu ou pulsé en polarité directe est utilisé. L'utilisation d'un courant d'arc pulsé permet d'effectuer la soudure par fusions successives superposées et parfaitement contrôlées grâce à un gradient de température plus élevé.

Le procédé de soudage TIG a été développé dans les années 1940 et fut utilisé à l'origine pour le soudage d'alliages d'aluminium et de magnésium résistants à la corrosion. L'intérêt de ce procédé de soudage est d'un part la protection du bain fondu par un gaz inerte et d'autre part l'utilisation d'une électrode non fusible assurant une grande flexibilité au procédé. Si l'épaisseur des pièces à souder est supérieure à 1.5 mm, il est indispensable d'utiliser un métal d'apport en fonction de la nature du métal de base et de son épaisseur. Pour l'alliage NY690, l'Inconel 52 est utilisé comme métal d'apport et a une composition identique à l'alliage NY690 mais celui-ci est brut de solidification avec une taille de grain plus grossière d'environ 300  $\mu\text{m}$  [Noecker II et Dupont (2009)]. Pour l'assemblage de pièces de forte épaisseur, le soudage est réalisé en plusieurs étapes successives : le soudage multipasse. C'est une procédure qui conduit à faire subir au métal un certain nombre de cycles thermiques et de ce fait, un point donné de l'ensemble du joint subit une succession de chauffages et de refroidissements. Afin d'évaluer les conséquences au niveau de la microstructure et du comportement mécanique, il est important de connaître notamment l'évolution de la température maximale, les vitesses de chauffage

et de refroidissement. Les phénomènes physiques impliqués durant le procédé de soudage et leurs conséquences sur le comportement mécanique du joint soudé seront développés dans la section suivante.



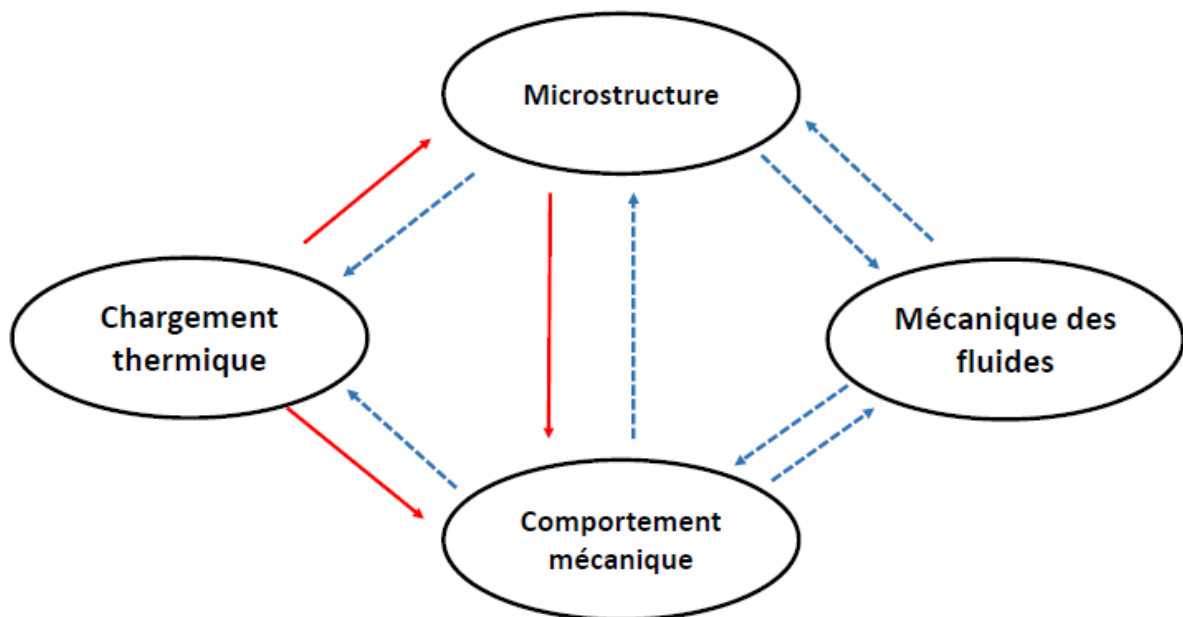
## 2.3 Phénomènes physiques impliqués en soudage

Le soudage à l'arc des alliages métalliques fait intervenir des phénomènes thermiques, mécaniques et microstructuraux lesquels peuvent-être couplés. La figure 2.2 représente les différents couplages entre les phénomènes physiques. Dans le cadre de cette étude, seuls les phénomènes physiques à l'état solide seront étudiés. Le comportement mécanique dans la zone pâteuse (dans l'intervalle de solidification) a notamment été étudié dans le cadre de la thèse de doctorat de Lionel Bouffier pour l'alliage 600 [Bouffier (2013)].

Ces différents phénomènes peuvent-être classifiés suivant différentes catégories :

- Thermique : chauffage – refroidissement du matériau entraînant de la dilatation thermique
- Microstructure :
  - transformation de phases
  - croissance de grains
  - précipitation, coalescence et dissolution des phases stables
  - restauration et recristallisation
  - solidification et ségrégations chimiques
- Mécanique des fluides : écoulement dans la zone fondue
- Mécanique des solides : apparition de contraintes et déformation résiduelles

Les aciers austénitiques et les alliages de nickel ne subissent généralement pas de transformation de phases à l'inverse des aciers ferritiques ou alliages de titane [Colombié *et al.* (2008)].



**Figure 2.2** : phénomènes physiques impliqués en soudage d'après Hamide (2008) : → couplage fort, → couplage faible.

La figure 2.2 fait ressortir 3 couplages majeurs à l'état solide :

- couplages thermomécaniques
- effets thermiques sur la microstructure
- effets de la microstructure sur le comportement mécanique

### 2.3.1 Couplages thermomécaniques

Les flux de chaleur à l'intérieur de la pièce soudée induisent des gradients thermiques provoquant des dilatations thermiques différentielles ce qui engendre des contraintes internes et des déformations résiduelles. Des traitements de détensionnement permettent cependant de relaxer les contraintes [Murry (1994)] par exemple par un recuit de 3h à 600°C. L'apport de chaleur localisé et souvent brutal engendre des vitesses de chauffage et de refroidissement importantes. Le métal est soumis à un chauffage très rapide jusqu'à la température maximale variant, suivant la distance entre le point considéré et la zone fondue, depuis la température initiale du matériau jusqu'à température de début de fusion. Un refroidissement rapide se produit immédiatement après l'arrêt du chauffage engendrant de nouveau des contraintes dans le métal. Compte tenu des faibles vitesses de déformation, la dissipation mécanique peut être considérée comme négligeable. Le traitement mécanique de la déformation d'origine thermique sera notamment développé dans la section 2.4.1.2.

### 2.3.2 Effets des cycles thermiques sur la microstructure

Les effets des cycles thermiques induits par le procédé de soudage sur les évolutions microstructurales seront développés dans cette section. Les phénomènes physiques susceptibles de se produire durant le soudage pour l'alliage NY690 sont les suivants d'après Diano *et al.* (1989), Kai *et al.* (1989), Park *et al.* (2007) et Noecker II et Dupont (2009) :

- 1) croissance de grains
- 2) précipitation, coalescence et dissolution des carbures de chrome
- 3) restauration et la recristallisation

Il est important d'étudier les phénomènes physiques impliqués durant le procédé de soudage car ceux-ci peuvent influencer le comportement mécanique durant le soudage ainsi que la tenue en service.

#### 2.3.2.1 Croissance de grains à l'état solide

Au-delà d'une certaine température, les grains croissent rapidement si la mobilité des joints de grains est suffisante. La force motrice de la croissance de grains est la minimisation de l'énergie libre d'interface du joint de grains. Il faut distinguer 2 types de croissance : croissance normale et croissance anormale de grains [Hillert (1965)]. Dans le cas de la croissance normale de grains, la distribution de taille de grains est relativement uniforme. A l'inverse dans le cas de la croissance anormale de grains, la distribution de taille de grains n'est pas uniforme et certains grains croissent plus vite que les autres. Les premiers travaux donnant une expression analytique de la croissance de grains sont les travaux de Burke et Turnbull (1952) lesquels proposent une loi de croissance parabolique pour la taille de grain moyenne :

$$\bar{R}^2 - R_0^2 = A\gamma t \quad (2.1)$$

Dans cette relation,  $\bar{R}$  est le rayon moyen des grains,  $R_0$  est le rayon initial,  $\gamma$  l'énergie de surface des grains,  $A$  un paramètre dépendant de la température et  $t$  le temps. Cette équation repose sur plusieurs hypothèses :

- l'énergie de surface  $\gamma$  des grains indépendants de la taille des grains
- géométrie simplifiée : grains circulaires
- rayon de courbure des grains proportionnel au diamètre des grains
- vitesse de croissance des grains proportionnelle à la mobilité des joints de grain

Dans le cas de la croissance de grains pour un solide monophasé, Hillert (1965) propose une vitesse de croissance proportionnelle à la différence de pression causée par leurs courbures :

$$v = \frac{dD}{dt} = M \times \Delta p = M\gamma \times \left( \frac{1}{\rho_1} + \frac{1}{\rho_2} \right) \quad (2.2)$$

Dans la relation 2.2, la constante de proportionnalité  $M$  est la mobilité des joints de grains, tandis que  $\rho_1$  et  $\rho_2$  sont les rayons de courbure principaux. En présence de particules de seconde phase (précipités par exemple), la croissance des grains est freinée par ces particules. Cet effet a été pris en compte par Zener qui suppose que la géométrie des grains est la même. Pour des particules uniformes de rayon  $r$  de fraction volumique  $f$ , Zener trouve que la contrainte exercée par les particules sur les joints de grains s'écrit :

$$S = \frac{3f\gamma}{4r} \quad (2.3)$$

En présence de particules de secondes phases, Hillert (1965) propose :

$$v = \frac{dD}{dt} = M \times (\Delta p \pm S) = M\gamma \times \left[ \left( \frac{1}{\rho_1} + \frac{1}{\rho_2} \right) \pm z \right] \text{ avec } z = \frac{S}{\gamma} \quad (2.4)$$

Plus récemment, Razzak (2012) utilise la relation suivante en supposant une distribution aléatoire des précipités :

$$v = \frac{dD}{dt} = M\gamma \left[ \frac{\alpha}{D} - \beta \frac{f}{r} \right] \quad (2.5)$$

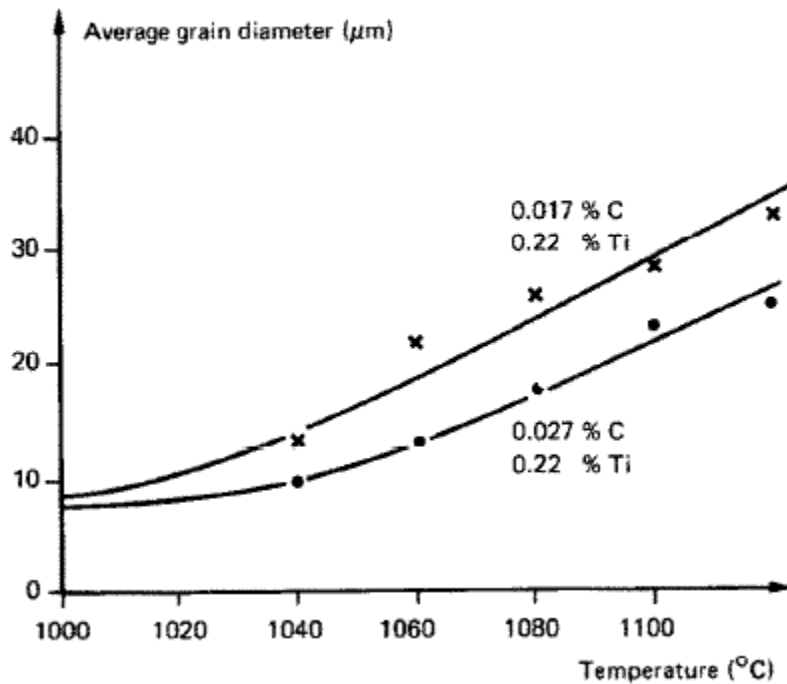
Dans l'équation 2.5,  $D$  est le diamètre du grain,  $f$  la fraction volumique des particules de secondes phases,  $r$  est le rayon de la particule et  $\beta$  est un facteur dépendant de la géométrie des particules.

La mobilité des joints de grains  $M$  dépend de la température  $T$  suivant une relation d'Arrhenius :

$$M = M_0 \exp \left( -\frac{Q}{RT} \right) \quad (2.6)$$

Dans la relation 2.6,  $M_0$  est une constante,  $Q$  l'énergie d'activation et  $R$  la constante des gaz parfaits.

L'évolution de la taille de grain au cours du traitement thermique a été quantifiée par Diano *et al.* (1989) pour l'alliage NY690 et pour un temps de maintien de 3 minutes (*fig. 2.3*). Pour un cycle complet de chauffage (111°C/s) et de refroidissement (50°C/s) avec une température maximale de 1330°C, la taille de grain augmente de 30  $\mu\text{m}$  à 100  $\mu\text{m}$  pour l'alliage NY690 d'après Noecker II et Dupont (2009).



**Figure 2.3** : évolution de la taille de grain de l'alliage NY690 après un temps de maintien de 3 minutes d'après Diano *et al.* (1989).

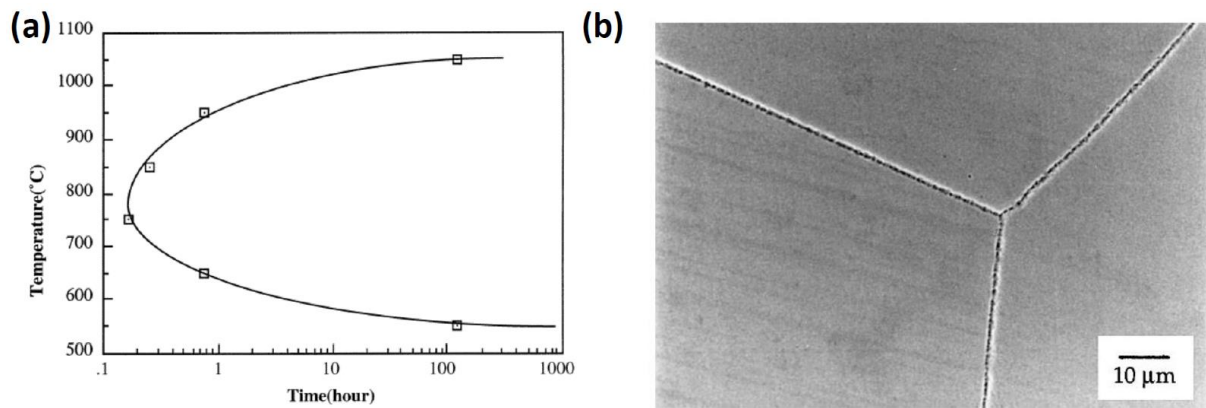
### 2.3.2.2 Précipitation des carbures de chrome

Les aciers austénitiques et les alliages de nickel comportent fréquemment des carbures de chrome aux joints de grains. Dans le cas de l'alliage 690, il s'agit de carbures de chrome du type  $M_{23}C_6$  de structure cristallographique CFC dont la continuité cristallographique avec la matrice est partielle avec [Li *et al.* (2013)]. Plus précisément, les précipités sont cohérents avec le grain à partir duquel ils ont commencé à croître. Un précipité est dit cohérent s'il y a une continuité cristallographique entre les réseaux de la matrice et du précipité. De petits précipités de carbures de chrome de nature chimique identique sont également présents dans la matrice le long des lignes de dislocations ou des joints de macles [Park *et al.* (2007)]. Après 20 minutes à 1150°C, tous les précipités sont dissous dans la matrice et l'alliage devient une solution solide homogène [Kai *et al.* (1989), Park *et al.* (2007)].

Les précipités de carbures de chrome se forment d'abord aux joints de grains et appauvrissent, dans un premier temps, la teneur en chrome à proximité du joint de grain car la diffusion du chrome est beaucoup plus lente que celle du carbone. Pour des temps de maintien plus importants et à des températures plus élevées, le gradient de concentration en chrome diminue rapidement. La précipitation des carbures de chrome a donc été surtout étudiée non pas pour son influence sur les propriétés mécaniques mais pour son influence sur la tenue à la corrosion du fait de l'appauvrissement en chrome à proximité des joints de grains [Kai *et al.* (1989)].

La cinétique de précipitation des carbures de chrome de type  $M_7C_3$  a notamment été étudiée par Wang and Gan (2011) pour l'alliage 600 (*fig. 2.4*). Il faut cependant noter que la précipitation des carbures de chrome de type  $M_7C_3$  dans l'alliage 600 est beaucoup plus rapide que celle des  $M_{23}C_6$  dans les aciers austénitiques et dans l'alliage 690. De manière générale, deux morphologies de carbures de chrome sont observées aux joints de grain [Sabot et Stickler (1969), Kai *et al.* (1989), Park *et al.* (2007)] :

- une précipitation discontinue et grossière aux joints de grains
- une précipitation fine et dense sous forme de colliers (*fig. 2.4*)



**Figure 2.4** : a) cinétique de précipitation des carbures de chrome  $M_7C_3$  dans l'alliage 600 pour obtenir une précipitation continue aux joints de grain b) précipitation fine et régulière des carbures de chrome  $M_7C_3$  dans l'alliage 600 aux joints de grains après 45 minutes à 650°C d'après Wang et Gan (2001).

La cinétique de précipitation des carbures de chrome dépend de la fraction volumique à l'équilibre, de la diffusion des éléments chimiques tels que le chrome et le carbone mais aussi de la désorientation et de la mobilité des joints de grain [Park *et al.* (1994), Li *et al.* (2010)].

### **2.3.2.3 Restauration et recristallisation**

Chaque dislocation provoque une distorsion du réseau cristallin. Cette distorsion mobilise une certaine énergie qui est stockée au voisinage du défaut. Plus un métal est écroui, plus il contient de dislocations et l'énergie stockée est donc plus importante. Au-delà d'une certaine température ( $0.6 \times T_L$ ), l'agitation thermique et la mobilité des atomes et des dislocations permettent au métal de se restaurer par une réorganisation et une annihilation des dislocations [Sakai *et al.* (1988)]. Alors que le glissement de dislocations n'implique ni apport ni évacuation de matière, la montée des dislocations exige un transport de matière par diffusion [Toledano (2007)]. Le mécanisme microscopique à l'origine de la montée des dislocations est l'attraction des lacunes par la zone en compression de la dislocation coin ou bien l'attraction des atomes interstitiels par la zone en extension. La montée des dislocations est un des phénomènes physiques les plus importants de la plasticité car elle permet aux dislocations de changer de plan de glissement et donc de contourner les obstacles et de s'annihiler plus facilement. La force motrice de la restauration et de la recristallisation est la diminution de l'énergie stockée dans le matériau et donc la diminution de la densité de dislocations. Les mécanismes de restauration et de recristallisation dépendent des paramètres thermomécaniques suivants :

- la température
- la vitesse de déformation
- la quantité de déformation
- le temps de maintien
- la microstructure initiale
- l'énergie de faute d'empilement

Plusieurs mécanismes de restauration et de recristallisation peuvent être distingués en fonction des paramètres thermomécaniques :

- la restauration statique
- la recristallisation statique
- la restauration dynamique
- la recristallisation dynamique

#### **Restauration statique**

Les mécanismes statiques tels que la restauration et la recristallisation statiques se produisent en l'absence de vitesse de déformation. Durant la restauration statique, l'énergie stockée dans le métal est tout d'abord abaissée par une diminution de la densité de dislocations du fait de l'annihilation de celles-ci d'une part et par un meilleur arrangement des dislocations d'autre part. Ce réarrangement des dislocations en sous-joint est appelé polygonisation. La restauration commence dès le début du maintien en température et l'adoucissement est d'autant plus rapide que la température est élevée. Le processus de restauration ne permet pas cependant de restituer intégralement les propriétés initiales du matériau c'est-à-dire de retrouver la densité initiale de dislocations (*fig. 2.5*). La restauration statique se produit en deçà d'une déformation minimale critique. Au-delà de cette déformation critique, la recristallisation statique permet de dissiper l'énergie emmagasinée plus rapidement.

#### **Restauration dynamique**

Si les dislocations sont très mobiles comme dans les alliages d'aluminium et les aciers ferritiques, la densité de dislocations augmente tout d'abord puis une réorganisation en microstructure cellulaire de sous-grains s'effectue. La texture évolue peu excepté en très grandes déformations. Au-delà d'un

certain niveau de déformation, le régime stationnaire est atteint et la contrainte d'écoulement n'évolue pas. Dans le domaine stationnaire, la création de dislocations par écrouissage est compensée par l'annihilation des dislocations [Kocks et Mecking (2003), Montheillet (2009)].

### **Recristallisation statique**

De nouveaux grains d'orientation différente apparaissent avec une densité de dislocations plus faible. La recristallisation statique se produit à une température supérieure à celle de la polygonisation. La germination des nouveaux grains se produit en des points dont l'énergie est élevée par exemple les joints triples des joints de grains déformés. La recristallisation nécessite une déformation minimale critique et une période d'incubation. Le nombre de sites favorables à la germination est d'autant plus grand que le taux d'écrouissage initial est élevé. Un écrouissage initial plus important produit des grains de diamètres recristallisés plus faible. Au-dessous d'un taux d'écrouissage critique, la recristallisation ne se produit pas parce qu'il n'existe aucun site dont l'énergie soit suffisante pour favoriser la germination de nouveaux grains. D'après les travaux de Sakai *et al.* (1988), la déformation critique est plus faible que celle de la recristallisation dynamique et serait comprise entre 0.04 et 0.08 pour du nickel pur polycristallin. Les impuretés et les éléments d'addition ont pour effet d'augmenter la température de recristallisation tout en diminuant la mobilité des joints de grains. Les précipités et les inclusions ancrent les joints et freinent la croissance des grains notamment lorsque l'énergie de déformation stockée est faible [Radhakrishnan *et al.* (1998)].

### **Recristallisation dynamique**

La recristallisation dynamique est la germination et la croissance de nouveaux grains dont la force motrice est la diminution de la densité de dislocations de même que pour la recristallisation statique. La recristallisation nécessite un temps d'incubation et une déformation minimale critique. Le temps d'incubation est d'autant plus long que la vitesse de déformation, que l'énergie emmagasinée et que la déformation sont faibles. Il existe deux types de recristallisation dynamique [Montheillet (2009)] :

- la recristallisation dynamique discontinue (DDRX ou RDD) : germination et croissance de nouveaux grains
- la recristallisation dynamique continue (CDRX ou RDC) : génération de nouveaux grains

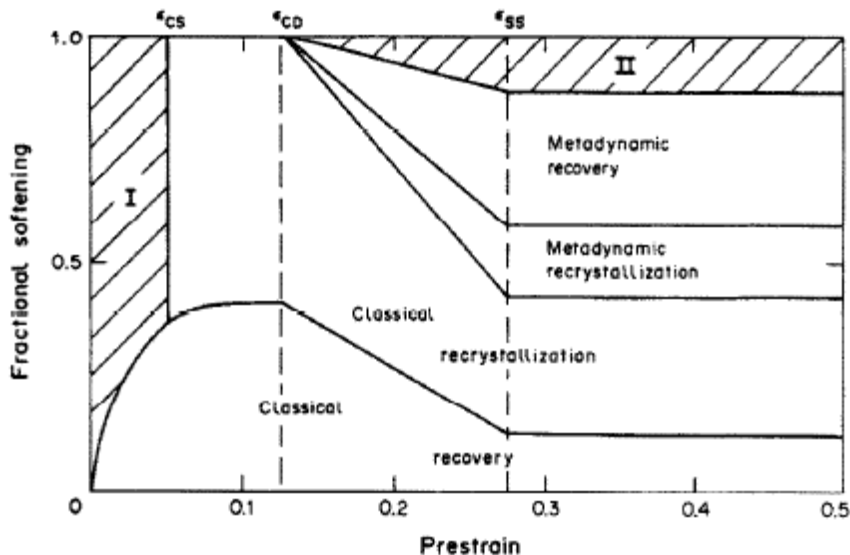
Dans le cas de la recristallisation dynamique continue, une partie des sous-joints formés durant la phase d'écrouissage-restauration dynamique se transforment progressivement en joints en raison des rotations cristallines différentes des sous-grains adjacents. Un autre mécanisme générateur de nouveaux grains est la recristallisation dynamique géométrique. Au cours de la déformation, les grains deviennent de plus en plus dentelés et finissent par se fragmenter lorsqu'une de leur dimension devient suffisamment faible. Dans le cas de la recristallisation dynamique continue, il n'y a qu'un seul maximum au niveau de la courbe contrainte - déformation. Il y a formation de nouvelles parois de dislocations. L'état stationnaire est obtenu pour de grandes valeurs de déformation. La RDC se produit pour les métaux à forte énergie de défaut d'empilement ( $10^{-1} \text{ J.m}^{-2}$ ) tels que les alliages d'aluminium et les aciers ferritiques. Pour les alliages à faible énergie de défaut d'empilement tels que les aciers austénitiques, les alliages de nickel ou les alliages de cuivre, la recristallisation est dynamique discontinue. Après une déformation critique, des germes apparaissent dans la matrice écrouie. Les oscillations au niveau de la courbe contrainte - déformation sont dues à des vagues d'écrouissage et germination de nouveaux grains. La recristallisation dynamique discontinue est caractérisée par des oscillations au niveau de la courbe contrainte - déformation. L'état stationnaire est obtenu pour une déformation vraie supérieure à 1.

## Cas des alliages de nickel

Sakai *et al.* (1988) donnent des informations quantitatives sur la valeur de déformation critique dans le cas du nickel pur polycristallin. Après une déformation à froid, deux mécanismes sont possibles à une température de 780°C :

- $\varepsilon = 0.04$  : restauration statique
- $\varepsilon = 0.08$  : restauration statique jusqu'à 300 s puis recristallisation statique

Dans le cas de la déformation à chaud, la déformation minimum critique pour activer la recristallisation dynamique est comprise entre 0.08 et 0.14 pour du nickel pur polycristallin (*fig. 2.5*). Compte tenu de la présence d'éléments d'additions et de carbures, la température de recristallisation des alliages de nickel est plus élevée que celle du nickel pur. Les éléments d'addition et les carbures aux joints de grains ont un effet direct sur la mobilité des joints de grains ce qui ralentit le processus de recristallisation. Dans le cas de l'alliage NY690, La recristallisation dynamique a notamment été étudiée par Guo *et al.* (2011) et se manifeste entre 970 et 1120°C pour des valeurs de vitesses de déformation comprises entre 0.03 et 3.3 s<sup>-1</sup>.



**Figure 2.5** : effet de la déformation accumulée sur les mécanismes d'adoucissement pour du nickel pur polycristallin d'après Sakai *et al.* (1988).

Pour résumer, la recristallisation dynamique se produit donc dans des conditions de déformation et de vitesses de déformation bien particulières. Cela implique un niveau de déformation suffisamment important et un temps d'incubation. Dans les conditions de soudage à l'arc, il ne semble donc pas que la recristallisation dynamique puisse se produire du fait des faibles niveaux de déformation et des temps de cycles relativement courts. La restauration statique et la restauration dynamique ne nécessitent pas de temps d'incubation ni de déformation critique donc ces phénomènes peuvent se produire dès le début du cycle thermique dans la zone affectée thermiquement par le soudage. La restauration ne permettant pas de dissiper toute l'énergie stockée, l'énergie emmagasinée dans le matériau et la déformation cumulée peuvent alors donner lieu à de la recristallisation statique après plusieurs passes de soudage.

Après avoir identifié les phénomènes physiques pouvant être impliqués durant le soudage, il convient maintenant de s'intéresser aux effets de la microstructure sur le comportement mécanique.



### 2.3.3 Effets de la microstructure sur le comportement mécanique

L'effet majeur de la microstructure sur les propriétés mécaniques concerne d'abord la limite d'élasticité. Les principaux facteurs microstructuraux influençant la limite d'élasticité sont la précipitation, la taille de grain, les éléments en solution solide et la densité de dislocations. Dans le cas de l'alliage 690, il n'y a pas de précipitation durcissante contrairement à l'Inconel 718 par exemple. En l'absence de précipitation durcissante, l'approche la plus simple consiste à sommer les différents effets des facteurs microstructuraux sur la limite d'élasticité  $\sigma_y$  [Iza-Mendia et Gutiérrez (2013)].

$$\sigma_y = \sigma_{y0} + \sigma_{ySS} + \sigma_{yd} + \sigma_{yg} \quad (2.7)$$

Le premier terme  $\sigma_{y0}$  correspond à la limite d'élasticité intrinsèque du métal pur,  $\sigma_{ySS}$  au durcissement des atomes en solution solide,  $\sigma_{yd}$  au durcissement par écrouissage et  $\sigma_{yg}$  est l'effet des joints de grain sur la limite d'élasticité. Les solutés, dislocations, précipités et joints de grains sont des obstacles aux mouvements des dislocations et ont pour effet d'augmenter la limite d'élasticité. Les différents termes s'ajoutent lorsque la densité des obstacles et leur force sont très différentes, l'obstacle le plus faible aux dislocations ajoutant un terme de friction supplémentaire aux dislocations. Lorsque les obstacles produisent des effets du même ordre de grandeur, il convient d'utiliser plutôt une sommation quadratique [Deschamps (2009), Bardel (2014)].

#### **Effets de la taille de grain**

L'évolution de la taille de grain  $d_G$  a un effet bien connu sur la limite d'élasticité des alliages métalliques [Hall (1951), Petch (1953)]. Les joints de grains constituent des obstacles aux déplacements des dislocations notamment pour de faibles déformations [Sinclair *et al.* (2006)]

$$\sigma_{yg} = \frac{k_{HP}}{\sqrt{d_G}} \quad (2.8)$$

La constante de Hall-Petch  $k_{HP}$  dépend de la nature et l'état du cristal.

#### **Durcissement par écrouissage**

La relation entre contrainte d'écoulement et densité de dislocations est donnée par la relation de Taylor :

$$\sigma_{yd0} = M\alpha\mu b\sqrt{\rho_0} \quad (2.9)$$

Dans cette relation,  $M$  est le facteur de Taylor qui vaut environ 3 pour un métal de structure C.F.C,  $\alpha$  est une constante proche de 0.3,  $\mu$  est le module de cisaillement et  $b$  l'amplitude du vecteur de Burgers. Il est important de noter que le module de cisaillement dépend de la température. Par ailleurs, cette relation n'est pas exactement la même pour un monocristal que pour un polycristal. La constante de Taylor permet le passage de la contrainte de cisaillement du monocristal à la contrainte du polycristal.

#### **Effets des atomes en solution solide**

La présence d'atomes étrangers en solution solide introduit des discontinuités ponctuelles dans le réseau cristallin qui freinent le déplacement des dislocations. Suivant la taille des atomes en solution en solide, il existe deux types de solution solide :

- les solutions solides de substitution (atomes de soluté remplaçant des atomes de la matrice) ;
- les solutions solides d'insertion (atomes de soluté insérés entre les sites du réseau cristallin)

Un atome étranger crée une dilatation ou une contraction locale dans le réseau cristallin du fait de la différence de taille. Ces distorsions induisent une force d'interaction entre les atomes et les dislocations. Le durcissement obtenu est particulièrement important dans les cas des solutions solides d'insertion (exemple du carbone dans la ferrite).

### **Effets de la précipitation**

D'après Wang and Gan (2001), la précipitation de carbures de type  $M_7C_3$  aux joints de grains n'a pas d'influence significative sur la limite d'élasticité à 25°C dans le cas de l'alliage 600. Le seul effet significatif des carbures de chrome sur les propriétés mécaniques concerne la ductilité. Le taux de striction (réduction d'aire de l'éprouvette) diminue après la précipitation des carbures (de 73 à 60% à 25°C) tandis que l'allongement à rupture reste inchangé. Les précipités de carbures de chrome jouent également un rôle controversé la fissuration à chaud par manque de ductilité. Les précipités des carbures de chrome auraient un effet positif sur la fissuration par manque de ductilité en ancrant les joints de grains mais un effet négatif en générant localement des contraintes [Noecker II et Dupont (2009), Young (2008)]. Les effets des carbures de chrome sur le comportement mécanique dépendent surtout de leur morphologie et de leur taille [Sabot et Stickler (1969)].

Au regard de l'étude bibliographique réalisée, il est maintenant nécessaire de déterminer des ordres de grandeur en termes de cycles thermiques, de niveau de déformation et de vitesse de déformation afin d'identifier les phénomènes physiques pouvant se produire durant le soudage de l'alliage NY690.

#### **2.3.4 Conséquences du soudage**

La soudure d'un métal comporte plusieurs zones :

- la zone fondue
- la zone affectée thermiquement
- le métal de base

La zone affectée thermiquement correspond à la zone du métal qui a subi des modifications microstructurales dépendant du traitement thermomécanique subi. Dans le cas du soudage multipasse, le métal subit un certain nombre de cycles thermomécaniques. Ainsi, l'ensemble du joint soudé subit une succession de chauffages et de refroidissements dont les conséquences microstructurales dépendent de la température maximale atteinte (*fig. 2.6*). La vitesse de chauffage  $dT/dt$  peut atteindre 150°C/s tandis que la vitesse de refroidissement peut atteindre 100°C/s au cours du premier cycle thermique. La déformation  $\varepsilon_{th}$  et la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}_{th}$  induits par le cycle thermique dépendent des vitesses de chauffage et de refroidissement ainsi que du coefficient de dilatation thermique de l'alliage (§ 2.4.1.2). Le niveau de déformation lors du premier cycle thermique est de 2% avec une vitesse de déformation maximale égale à  $3 \times 10^{-3} s^{-1}$  (*fig. 2.7*).

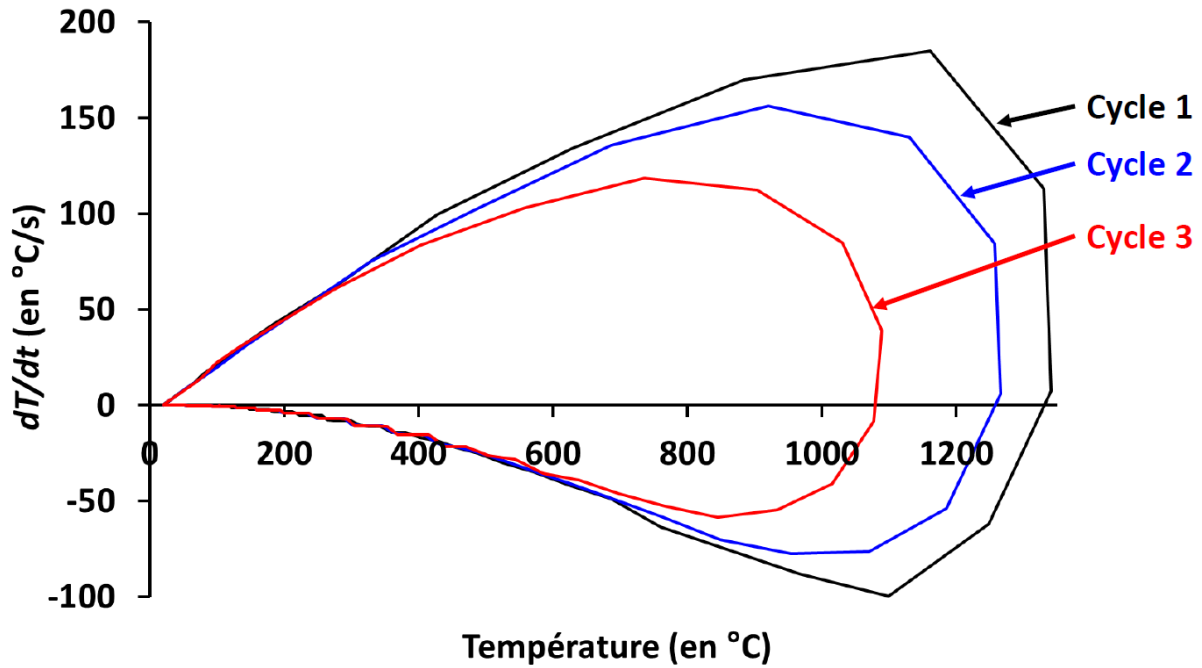


Figure 2.6 : cycles thermiques simulés au cours du procédé de soudage TIG de l'alliage NY690 d'après [Mourgue *et al.* (2014)].

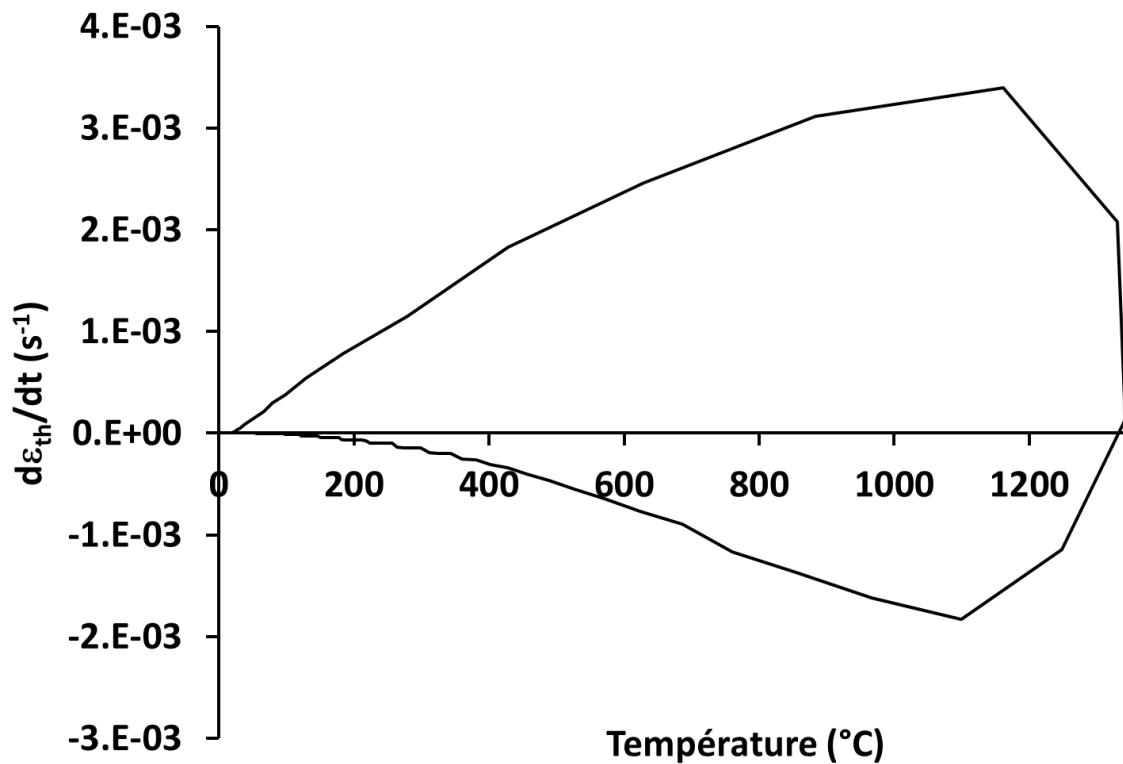


Figure 2.7 : vitesse de déformation calculée induite par le chauffage et le refroidissement lors du 1<sup>er</sup> cycle (déduite de la figure 2.6).

Les grandeurs caractéristiques associées au procédé de soudage TIG de l'alliage NY690 ont été déterminées par AREVA en mesurant l'évolution de la température au niveau joint soudé tel que mentionné notamment par Mourgue *et al.* (2014) :

- vitesse de chauffage : jusqu'à 150 °C/s
- vitesse de refroidissement : jusqu'à 100 °C/s
- déformation par cycle : de 1 à 2%
- vitesse de déformation :  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

Les vitesses de chauffage et de refroidissement sont conformes à celles données par Noecker II et Dupont (2009) qui sont respectivement de 110°C/s et de 50°C/s pour le soudage de l'alliage NY690. Au regard de l'étude bibliographique réalisée, les phénomènes physiques susceptibles de se produire au cours du soudage en premier lieu :

- la croissance de grain
- la coalescence, la dissolution et la précipitation de carbures de chrome
- la restauration

Les niveaux de déformation et de vitesse de déformation sont trop faibles pour que la recristallisation dynamique se produise. En effet, celle-ci se produit se manifeste entre 970 et 1120°C pour des valeurs de vitesses de déformation comprises entre 0.03 et 3.3  $\text{s}^{-1}$  d'après Guo *et al.* (2011). La recristallisation statique nécessite une déformation cumulée de 8% d'après Sakai *et al.* (1988) et d'après Diano *et al.* (1988). En fonction de l'état microstructural du métal de base notamment en termes de dislocation initiale, la recristallisation statique n'est pas à exclure.

Pour la modélisation du comportement mécanique, il est important de noter les faibles niveaux de déformation et de vitesse de déformation. Par ailleurs, l'alliage est successivement déformé en traction en compression avec des niveaux de déformation différents. La modélisation du comportement mécanique doit prendre en compte l'influence de la déformation, de la vitesse de déformation et le caractère cyclique du chargement thermomécanique, pour un état microstructural donné.

## 2.4 Modélisation du comportement mécanique

Dans le cas de la simulation du soudage, les termes d'inertie peuvent être négligés. La résolution du problème mécanique repose sur la résolution des équations de conservation :

$$\operatorname{div}(\sigma) + f_v = 0 \quad (2.10)$$

En pratique, les forces volumiques  $f_v$  sont négligées [Robin (2009)].

Sous l'hypothèse des petites déformations, la déformation totale  $\varepsilon_{tot}$  peut-être décomposée :

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_{el} + \varepsilon_{th} + \varepsilon_p + \varepsilon_{vp} \quad (2.11)$$

La déformation  $\varepsilon_{el}$  est la déformation élastique,  $\varepsilon_{th}$  est la déformation d'origine thermique,  $\varepsilon_p$  est la déformation plastique et  $\varepsilon_{vp}$  est la déformation viscoplastique.

La vitesse de déformation totale s'écrit quant à elle :

$$\dot{\varepsilon}_{tot} = \dot{\varepsilon}_{el} + \dot{\varepsilon}_{th} + \dot{\varepsilon}_p + \dot{\varepsilon}_{vp} \quad (2.12)$$

### 2.4.1 Elasticité

La déformation élastique  $\varepsilon_{el}$  est reliée à la contrainte par la loi de Hooke suivant cette relation :

$$\sigma = E(T) : \varepsilon_{el} \quad (2.13)$$

Dans cette équation,  $E$  est le tenseur d'élasticité d'ordre 4.

### 2.4.2 Déformation d'origine thermique

En l'absence de transformation de phases induisant des variations de volume, la déformation d'origine thermique peut être obtenue à partir de la conservation du volume :

$$\operatorname{tr}(\dot{\varepsilon}) = \operatorname{tr}(\dot{\varepsilon}_{th}) = \nabla \cdot v = -\frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dt} \quad (2.14)$$

Le tenseur  $\dot{\varepsilon}_{th}$  étant sphérique, la déformation d'origine thermique s'écrit :

$$\dot{\varepsilon}_{th} = -\frac{1}{3\rho} \frac{d\rho}{dt} \mathbf{I} \quad (2.15)$$

Dans cette relation,  $\mathbf{I}$  désigne le tenseur unité et  $\rho$  désigne la masse volumique.

Cette équation peut-être aussi être écrite en faisant intervenir la vitesse de chauffage et de refroidissement  $dT/dt$ .

$$\dot{\varepsilon}_{th} = -\frac{1}{3\rho} \frac{d\rho}{dT} \frac{dT}{dt} \mathbf{I} \quad (2.16)$$

### 2.4.3 Plasticité

En faisant l'hypothèse d'un matériau métallique isotrope, le critère de plasticité de von Mises est utilisé. Le critère de von Mises considère des déformations plastiques incompressibles et indépendantes de la part hydrostatique du tenseur des contraintes (seule la partie déviatorique intervient). Le domaine élastique est défini par la relation suivante :

$$f(\sigma) = \sigma_{VM} - \sigma_y < 0 \quad (2.17)$$

Dans cette relation  $\sigma_{VM}$  est la contrainte équivalente de von Mises et  $\sigma_y$  est la limite d'élasticité du matériau. La contrainte équivalente de von Mises fait intervenir uniquement le tenseur déviateur des contraintes  $\mathbf{s}$ . Dans le repère principal des contraintes, la contrainte équivalente de von Mises s'écrit :

$$\sigma_{VM} = \sqrt{\frac{3}{2} \mathbf{s} : \mathbf{s}} = \sqrt{[(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2]} \quad (2.18)$$

$\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  et  $\sigma_3$  sont les contraintes principales dans le repère principal.

Pour une vitesse de déformation donnée, parmi tous les états de contrainte statiquement admissibles, l'état de contrainte réel dissipe la plus forte puissance de déformation plastique. En régime plastique, le point de chargement entraîne la surface de plasticité de telle sorte que  $f(\sigma) = 0$ .

D'un point de vue mécanique, l'écroûissage correspond à une expansion et ou à un déplacement de la surface de charge au cours de la déformation plastique. Il faut distinguer deux types d'écroûissage :

- l'écroûissage isotrope : cela correspond à une expansion de la surface de charge de telle sorte que la surface de charge est une homothétie de la surface de charge initiale
- l'écroûissage cinématique : cela correspond à un déplacement de la surface de charge dont la position de la surface de charge est donnée par une variable force tensorielle  $X$ .

Un des exemples de l'écroûissage cinématique est l'effet Bauschinger : après une déformation en traction, la limite d'élasticité en compression est inférieure à la limite d'élasticité en traction. Dans le cas du soudage multi-passe, le matériau subissant des cycles en traction et en compression, il est nécessaire de prendre en compte ces deux types d'écroûissage [Robin (2009)].

Dans le cas d'un écroûissage isotrope (expansion du domaine élastique), l'écroûissage est gouverné par une variable scalaire : il s'agit de la déformation plastique cumulée définie par la relation suivante :

$$p = \int_0^t \dot{\epsilon}_{p\ eq} dt \quad (2.19)$$

La vitesse de déformation plastique équivalente est donnée par la relation suivante :

$$\dot{p} = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\epsilon}_p : \dot{\epsilon}_p} \quad (2.20)$$

L'augmentation  $R$  de la limite d'élasticité du matériau ne dépend que de la température et de déformation plastique cumulée  $p$ . La limite d'écoulement du métal écroui s'écrit alors :

$$\sigma_0(T, p) = \sigma_y(T) + R(T, p) \quad (2.21)$$

Les lois de comportement classiquement utilisées pour l'érouissage isotrope sont rappelées dans le tableau 2.4. Plusieurs lois d'érouissage isotrope peuvent être utilisées [Depradeux (2004), Lemaitre *et al.* (2009)] :

- loi de Ludwik faisant intervenir une constante  $K$  et l'exposant d'érouissage  $n$
- loi d'érouissage linéaire faisant intervenir le module d'érouissage  $h$
- loi de Voce faisant intervenir deux paramètres  $Q$  et  $b$ .

Lois	Erouissage isotrope
Ludwik	$R = Kp^n$
érouissage linéaire	$R = hp$
Voce	$R = Q[1 - \exp(-bp)]$

**Tableau 2.4** : lois de comportement utilisées pour l'érouissage isotrope.

L'écoulement plastique se produit pour :

$$f(\sigma) = \sigma_{VM} - \sigma_y = 0 \quad (2.22)$$

Dans le cas d'un érouissage cinématique, le critère de plasticité est le suivant :

$$f(\sigma) = J_2(\sigma - \mathbf{X}) - \sigma_y = 0 \quad (2.23)$$

Dans le cas d'un érouissage cinématique, il est nécessaire de prendre en compte le déplacement de la surface de charge caractérisée par la variable d'érouissage  $\mathbf{X}$ . Cette variable indique la position de la surface de charge à un instant donné. Dans ce cas, il faut appliquer le critère de plasticité en prenant en compte le déplacement de la surface de charge. La contrainte équivalent de von Mises ne dépend pas uniquement du tenseur déviateur des contraintes  $s$  mais également du tenseur  $(s - \mathbf{X})$  d'où l'utilisation du deuxième invariant des contraintes  $J_2$ . Deux lois d'érouissage cinématique peuvent être utilisées [Chaboche (2008)] :

- la loi de Prager dépendant d'un seul paramètre  $C$
- la loi d'Armstrong-Frederik faisant intervenir deux paramètres  $C$  et  $D$ .

La loi de Prager décrit le comportement élasto-plastique d'un matériau avec une surface d'écoulement représentée par une variable cinématique linéaire  $\mathbf{X}$  :

$$\dot{\mathbf{X}} = \frac{2}{3} C \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_p \quad (2.24)$$

Dans le cas d'un érouissage cinématique non linéaire, la loi d'Armstrong-Frederik s'écrit :

$$\dot{\mathbf{X}} = \frac{2}{3} C \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_p - D \mathbf{X} \dot{p} \quad (2.25)$$

Le modèle d'Armstrong-Frederick permet de prendre compte mathématiquement l'effet Bauschinger y compris pour des sollicitations multiaxiales. L'effet mémoire du trajet de déformation est considéré à travers un terme de rappel.

Aux hautes températures, la restauration de l'érouissage devient possible au cours du temps en l'absence de vitesse de déformation du fait de la restauration statique. La plasticité n'est donc plus indépendante du temps et le problème mécanique ne peut pas être traité de la même manière.

#### 2.4.4 Viscoplasticité

La viscosité interdit les déformations plastiques instantanées, c'est alors le temps qui pilote la déformation inélastique qui devient alors dépendante de la vitesse de chargement. Le comportement viscoplastique est associé à des phénomènes de diffusion à différentes échelles caractéristiques, celles des dislocations et celles des joints de grains. En viscoplasticité, la vitesse de déformation entraîne généralement une augmentation de la contrainte d'écoulement. Le traitement mécanique de la viscoplasticité implique donc de différencier une contrainte critique ou encore appelée contrainte interne indépendante de la vitesse de déformation et une contrainte dite visqueuse  $\sigma_v$  dépendante de la vitesse de déformation [François *et al.* (2009)].

$$\sigma = \sigma_c(\varepsilon_{vp}) + \sigma_v(\dot{\varepsilon}_{vp}) \quad (2.26)$$

Deux approches permettent de traiter la viscoplasticité pour établir des lois de comportement macroscopiques.

La première approche consiste à passer de l'échelle microscopique à l'échelle macroscopique en décrivant les phénomènes microstructuraux à l'aide de modèles fondés sur la théorie des dislocations, puis à intégrer ceux-ci pour obtenir une loi de comportement globale. La seconde approche, dite approche phénoménologique, consiste à identifier directement les phénomènes à l'échelle macroscopique, et à formuler des modèles dans un cadre thermodynamique. Cette dernière approche considère alors des variables thermodynamiques (variables observables et variables internes), reliées par des relations d'état par l'intermédiaire de potentiels thermodynamiques. Cette approche est généralement utilisée pour la modélisation mécanique du comportement viscoplastique.

La notion de surface de charge n'est plus nécessaire comme en plasticité. Elle est remplacée par une famille de surfaces équipotentielles : ce sont les surfaces de l'espace des contraintes en chaque point desquelles le module de la vitesse de déformation est le même. Le potentiel de dissipation  $\varphi^*$  permet d'évaluer la vitesse de déformation viscoplastique macroscopique pour un état de contrainte et d'écroutissage donné :

$$\dot{\varepsilon}_{vp} = \frac{\partial \varphi^*}{\partial \sigma} \quad (2.27)$$

Le potentiel de dissipation  $\varphi^*$  fait intervenir à la fois le potentiel viscoplastique  $\Omega_{vp}$  et le potentiel de restauration  $\Omega_r$  [Lemaitre *et al.* (2009)] :

$$\varphi^* = \Omega_{vp} + \Omega_r \quad (2.28)$$

Le tableau suivant donne les principales lois viscoplastiques [Nouailhas (1988), Lemaitre *et al.* (2009)] prenant en compte cette fois l'écroutissage avec un seuil d'écoulement viscoplastique  $\sigma_s$  :



Description	Loi viscoplastique
Viscoplasticité avec écrouissage isotrope multiplicatif	$\dot{\varepsilon}_{vp} = \frac{3}{2} \left[ \frac{\langle \sigma_{eq} - \sigma_s \rangle}{K p^{1/n}} \right]^{1/m} \frac{s}{\sigma_{eq}}$
Viscoplasticité avec écrouissage isotrope additif	$\dot{\varepsilon}_{vp} = \frac{3}{2} \left[ \frac{\langle \sigma_{eq} - R - \sigma_s \rangle}{K} \right]^{1/m} \frac{s}{\sigma_{eq}}$
Viscoplasticité avec écrouissage cinématique	$\dot{\varepsilon}_{vp} = \frac{3}{2} \dot{p} \frac{s(\sigma - X)}{J_2(\sigma - X)}$ $\dot{p} = \left[ \frac{\langle J_2(\sigma - X) - \sigma_s \rangle}{K} \right]^{1/m}$

**Tableau 2.5** : principales approches en viscoplasticité.

Le terme  $R$  désigne un terme (scalaire) d'écrouissage isotrope relié à la déformation plastique cumulée  $p$  et la vitesse de déformation cumulée est notée  $\dot{p}$ . Pour le traitement de la viscoplasticité avec écrouissage cinématique, le terme  $s(\sigma - X)$  désigne la partie déviatrice du tenseur  $\sigma - X$  tandis que la notation  $J_2(\sigma - X)$  désigne la contrainte équivalente de von Mises du tenseur  $\sigma - X$ .

Le chargement thermomécanique complexe engendré par le procédé de soudage implique de modéliser le comportement mécanique dans une grande gamme de température et nécessite de prendre en compte également les effets de la vitesse de déformation. Pour modéliser le comportement mécanique, les deux types d'écrouissage isotrope et cinématique doivent être considérés. Toute l'approche développée dans cette section est valable pour une microstructure donnée. Cependant, le procédé de soudage engendre des évolutions microstructurales notamment de la croissance de grains, de la dissolution/ précipitation de carbures de chrome et l'annihilation des dislocations durant la restauration. Ces évolutions microstructurales peuvent modifier le comportement mécanique et doivent donc être prises en compte.

## 2.5 Synthèse bibliographique

Dans cette étude bibliographique, la métallurgie des alliages a été rappelée et les caractéristiques de l'alliage NY690 sont les suivantes :

- matrice austénitique de structure cristallographique CFC contenant des carbures de chrome de type  $M_{23}C_6$  et des nitrures de titane
- la taille de grain (pour toutes les références bibliographiques) est comprise entre 29  $\mu\text{m}$  et 42  $\mu\text{m}$  et les grains contiennent des macles d'origine thermique qui apparaissent durant la croissance des grains
- à l'issue des étapes de mise en forme, l'alliage NY690 subit un traitement de mise en solution à une température comprise entre 1050°C et 1100°C puis un traitement de vieillissement entre 715°C et 730°C permettent une précipitation contrôlée des carbures de chrome

Le procédé de soudage à l'arc TIG est utilisé pour la fabrication des pièces en NY690 du fait de sa grande flexibilité d'utilisation et de la protection du bain fondu par une atmosphère inerte. Du fait de l'épaisseur importante des pièces (50 mm à 150 mm), celle-ci sont soudées en plusieurs passes (20 à 100) ce qui engendre en chargement thermomécanique complexe :

- température : de l'ambiante à la température de fusion (1400°C)
- vitesse de chauffage : jusqu'à 150°C/s
- vitesse de refroidissement : jusqu'à 100°C/s
- nombre de cycles : 5 à 10 cycles au-delà de 700°C
- niveau de déformation par cycle : 1 à 2%
- vitesse de déformation :  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

D'après cette étude bibliographique, les phénomènes physiques pouvant être impliqués durant le procédé de soudage de l'alliage NY690 sont en premier lieu :

- la croissance de grains
- la coalescence, la dissolution et la précipitation de carbures de chrome
- la restauration

Dans le but de déterminer les contraintes et déformations résiduelles, il faut modéliser le comportement mécanique dans une grande gamme de température et prendre en compte :

- l'influence de la vitesse de déformation (viscoplasticité)
- les deux types d'érouissage : isotrope et cinématique
- l'effet de la microstructure sur le comportement mécanique

### 3. Matériaux et méthodes

Afin de pouvoir étudier l'influence du procédé de soudage sur la microstructure et sur le comportement mécanique de l'alliage NY690, l'état de réception est défini en donnant sa composition, les traitements thermiques subis et les caractéristiques mécaniques à 25°C (§3.1). Afin de connaître les phases en présence à l'équilibre en fonction de la température, des calculs thermodynamiques sont effectués à l'aide du logiciel *Thermocalc* pour la composition de l'alliage NY690 (§3.2). Dans le but de caractériser les évolutions microstructurales, il est nécessaire de définir les protocoles à utiliser pour réaliser les traitements thermiques (§3.3) ainsi que les méthodes pour caractériser les évolutions microstructurales (§3.4). Enfin dans une dernière partie, la méthodologie pour réaliser les essais mécaniques et exploiter les résultats obtenus est détaillée (§3.5).

### 3.1 Alliage étudié

L'alliage étudié est l'alliage NY690 élaboré par Aubert et Duval pour AREVA. Cet alliage a été fourni sous forme de chutes de plaque de partition. Après le laminage à chaud, les lingots ont subi un traitement de mise en solution pendant 68 min à 1050°C suivi d'une trempe à l'eau puis un traitement de vieillissement pendant 5h à 725°C suivi d'une trempe à l'air. Le traitement de mise en solution a pour objectif de dissoudre les carbures de chrome sans accroître la taille de grain (*cf. §2.1.5*). Cela permet également d'obtenir des propriétés mécaniques moins hétérogènes du fait des mécanismes de restauration et de recristallisation statique [Sakai *et al.* (1988), Diano *et al.* (1989)]. Le second traitement thermique (725°C pendant 5h) a été effectué afin d'éviter une précipitation cellulaire des carbures de chrome et ainsi d'améliorer la ductilité d'après Sabol et Stickler (1969). Ce traitement thermique permet également au chrome de diffuser vers les zones appauvries notamment à proximité des joints de grains ce qui me permet également une meilleure tenue à la corrosion (*cf. 2.1.5*). Enfin, celui-ci permet l'éliminer les contraintes résiduelles induites par les cycles thermomécaniques antérieurs [Diano *et al.* (1989)].

La composition de l'alliage NY690 est indiquée dans le tableau 3.1. A partir de cette composition chimique, une étude thermodynamique a ensuite été faite pour connaître les phases stables.

	Ni	Cr	Fe	Mn	Si	Ti	Al	C
% pds	59.84	29.16	10.13	0.31	0.34	0.10	0.10	0.017
% at.	57.1	31.5	10.2	0.33	0.27	0.28	0.27	0.084

**Tableau 3.1** : composition de l'alliage NY690 (*certificat à réception*).

Des essais mécaniques ainsi que des caractérisations microstructurales ont tout d'abord été effectués à l'état de réception (*AR : as-received*). Les propriétés mécaniques à l'état de réception sont indiquées dans le tableau suivant :

Température (°C)	$\sigma_{y0.2\%}$ (MPa)	$\sigma_R^{conv}$ (MPa)	Taux de striction (%)	Allongement à rupture (%)
25	266 à 317	640 à 669	58 à 60	49 à 52
350	206	531	57	49

**Tableau 3.2** : propriétés mécaniques à l'état de réception [*réf. certificat fournisseur*].

### 3.2 Diagrammes de phases

Le système Ni-Cr-Fe avec 0.018% pds de carbone a été étudié l'aide du logiciel *Thermocalc 3.0* en utilisant la base de données TCNi5. Plusieurs coupes de ce système ternaire ont été effectuées de 600°C à 1400°C (figs. 3.1 & 3.2). A l'équilibre thermodynamique, trois phases sont présentes : la phase  $\gamma$  riche en nickel, les carbures sous la forme  $M_{23}C_6$  et la phase  $\alpha'$  riche en chrome.

La phase  $\gamma$  de structure cubique face centrée constitue la matrice de base de l'alliage dont la composition chimique est donnée en fonction de la température jusqu'à 1200°C (fig. 3.3). En deçà de 1000°C, la teneur en carbone dans la phase  $\gamma$  décroît rapidement en concomitance avec la précipitation de la phase  $M_{23}C_6$ . La phase austénitique s'appauvrit également en fer et en chrome lorsque la température est inférieure à 700°C à l'équilibre thermodynamique.

Pour des températures inférieures à 700°C, la phase  $\alpha'$  riche en chrome est stable à l'équilibre thermodynamique (fig. 3.1a). Cependant cette phase n'est pas observée à température ambiante pour les alliages nickel – chrome [Blanchard (1996)]. En effet, l'alliage NY690 faisant l'objet de cette étude subit toujours une trempe lors du traitement thermique de mise en solution et de vieillissement empêchant la formation de cette phase (cf. 3.1).

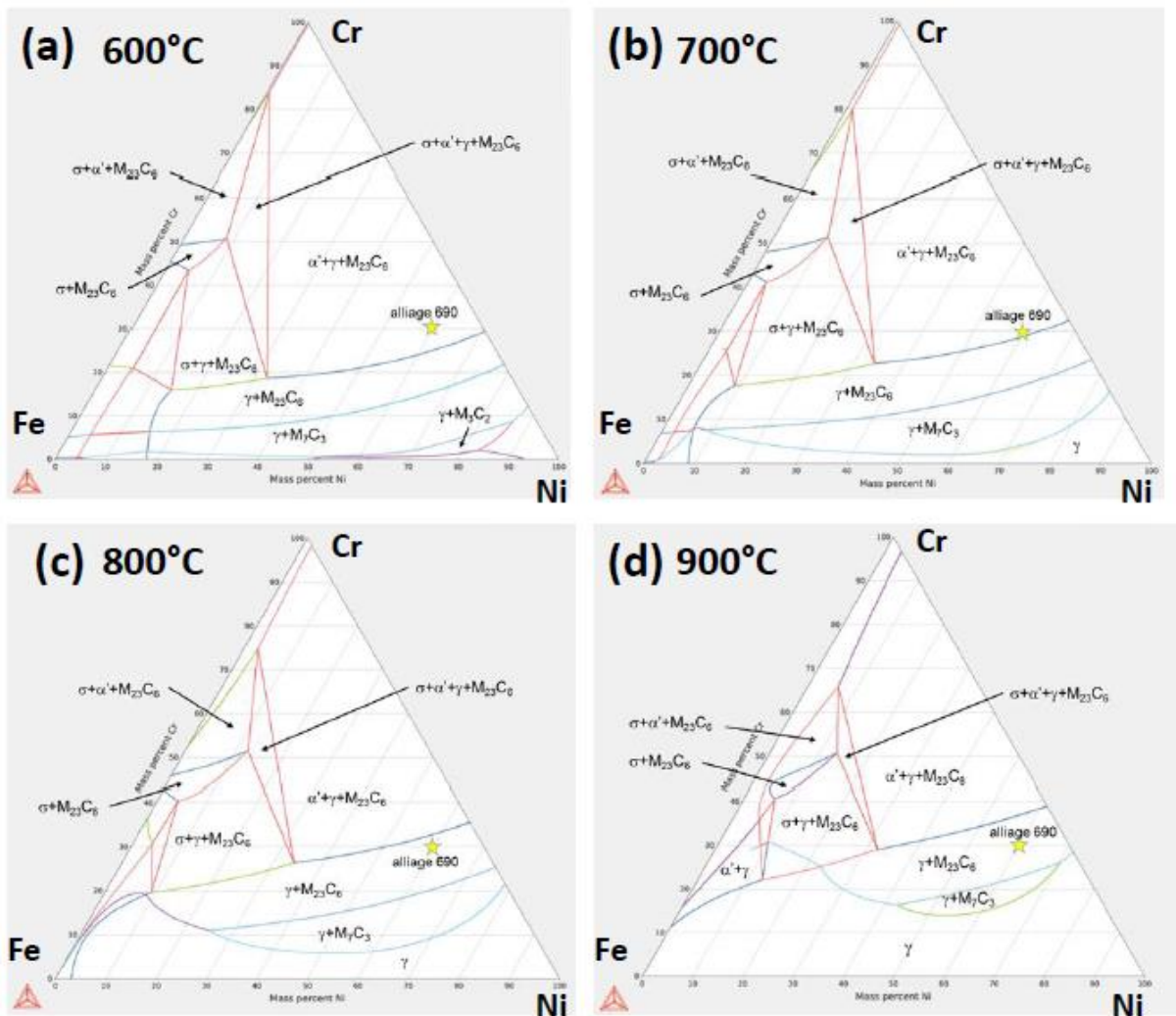
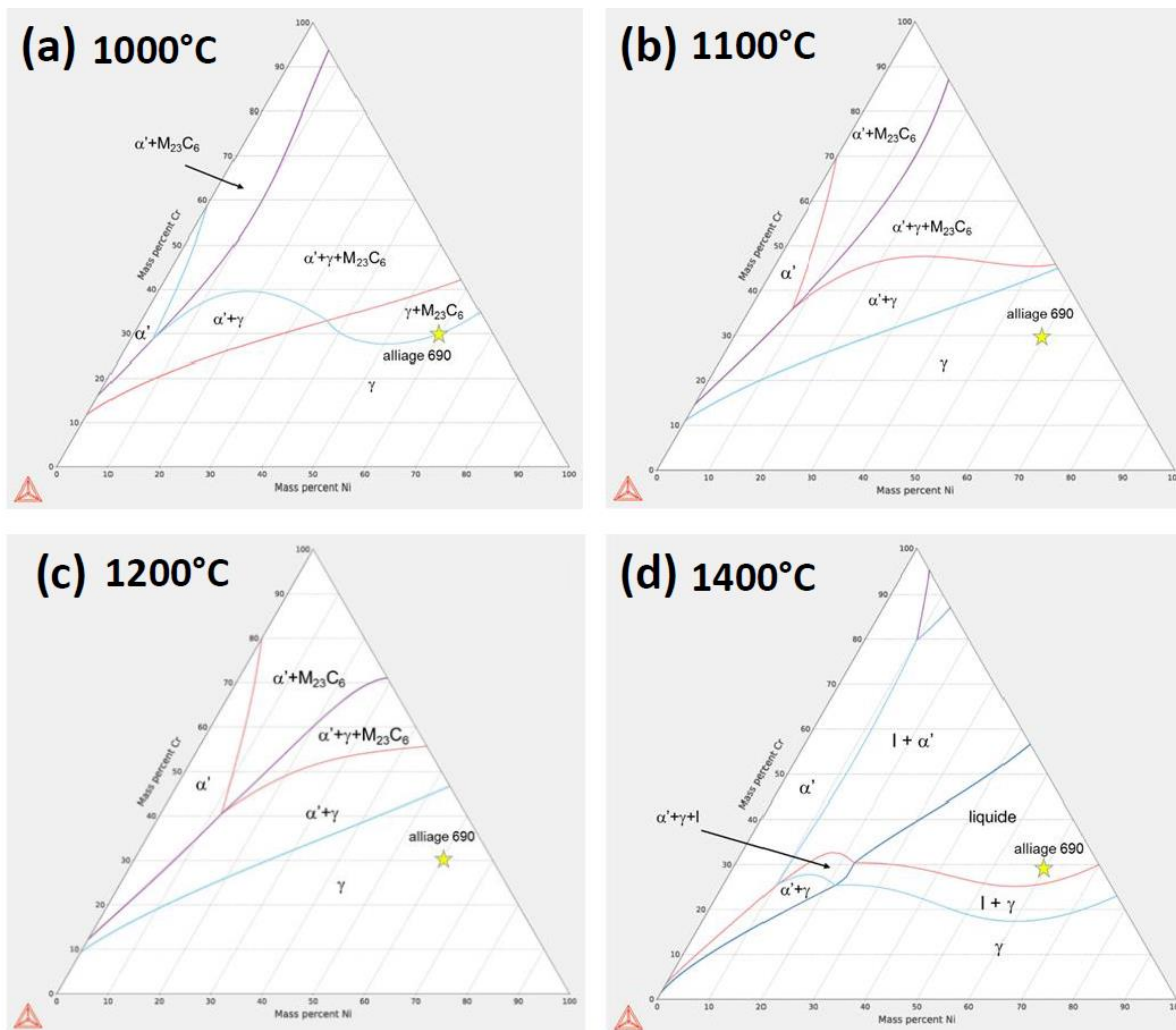


Figure 3.1 : coupe du ternaire Ni-Cr-Fe avec 0.018% de carbone de 600°C à 900°C.

La phase  $M_{23}C_6$  contient majoritairement du chrome et du carbone ainsi que de faibles teneurs en fer et nickel (*fig. 3.4*). A  $900^\circ\text{C}$ , cette phase contient 88% de chrome et 5.7% de carbone. Au fur et à mesure que la température s'élève, la fraction molaire de la phase  $M_{23}C_6$  diminue drastiquement. Le solvus des carbures de chrome  $M_{23}C_6$  calculé par le logiciel *Thermocalc 3.0* est de  $992^\circ\text{C}$  à l'équilibre thermodynamique pour l'alliage NY690. Le traitement de mise en solution réalisé par Aubert & Duval est réalisé à une température de  $1050^\circ\text{C}$  soit environ  $60^\circ\text{C}$  au-dessus du solvus des carbures de chrome. Le traitement de vieillissement est réalisé à une température ( $725^\circ\text{C}$ ) où les carbures de chrome sont stables à l'équilibre thermodynamique. La phase  $M_{23}C_6$  est présente uniquement pour les très fortes teneurs en chrome jusqu'à environ  $1200^\circ\text{C}$ . En-dessous de  $800^\circ\text{C}$ , la fraction molaire de  $M_{23}C_6$  n'évolue pratiquement plus et elle atteint environ 0.4% à l'équilibre thermodynamique.



**Figure 3.2** : coupe du ternaire Ni-Cr-Fe avec 0.018% de carbone de  $1000^\circ\text{C}$  à  $1400^\circ\text{C}$ .

Les coupes du ternaire Ni-Cr-Fe réalisées entre  $600^\circ\text{C}$  et  $900^\circ\text{C}$  montrent que la phase  $\sigma$  est présente uniquement pour des faibles teneurs en nickel donc les alliages de nickel n'en contiennent pas (*fig. 3.1*). Cette phase n'est pas souhaitée car elle affecte grandement la tenue mécanique à chaud des aciers inoxydables [Cunat (2000)].

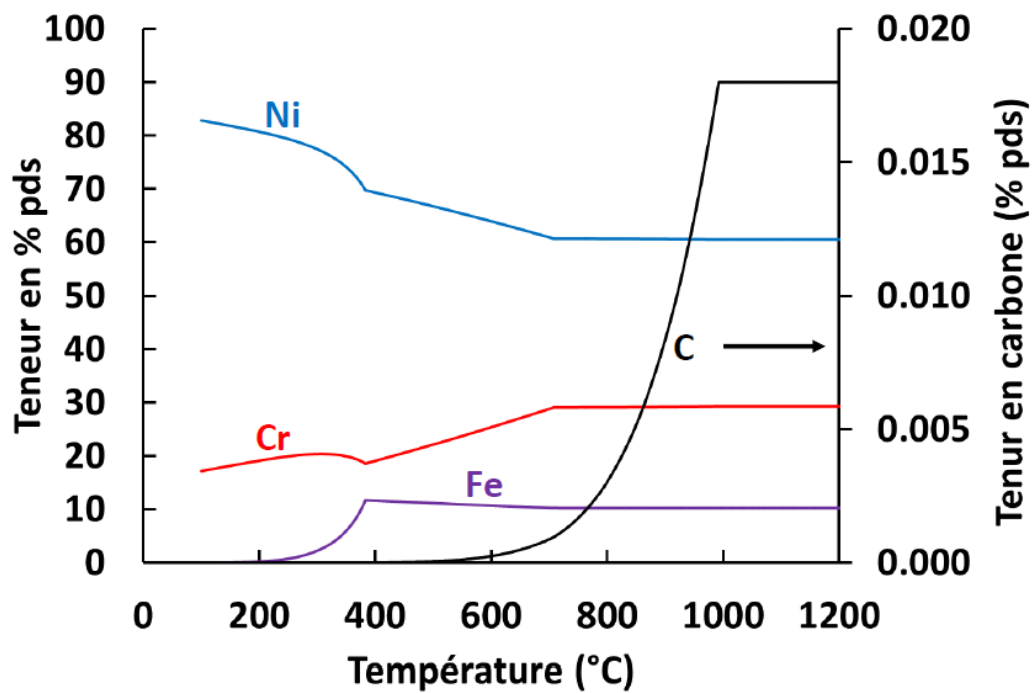


Figure 3.3: composition de la phase  $\gamma$  en fonction de la température

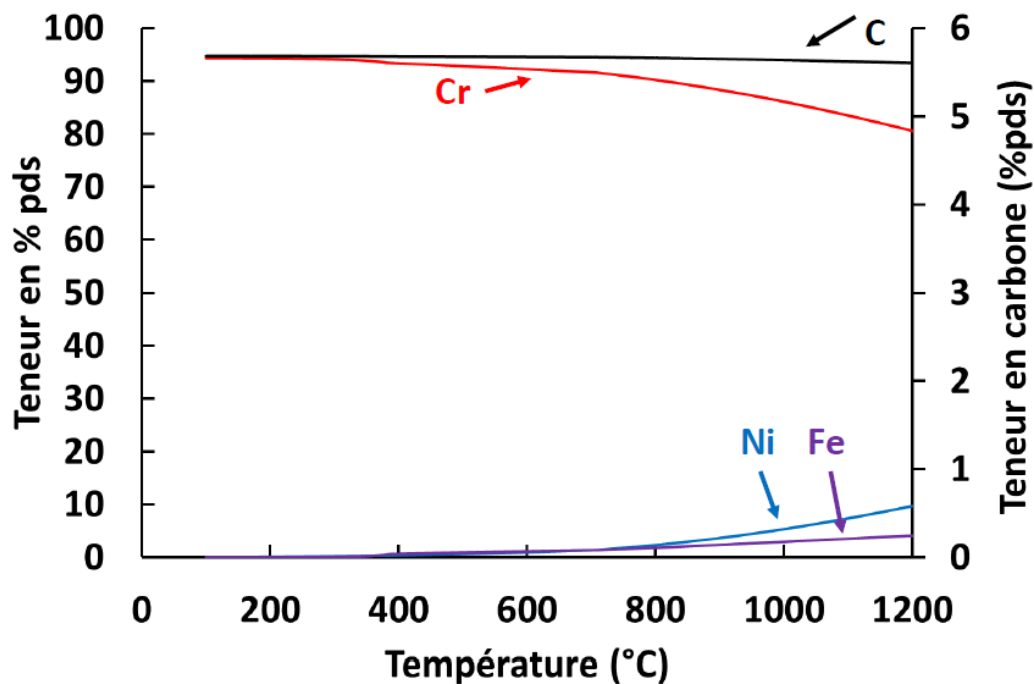
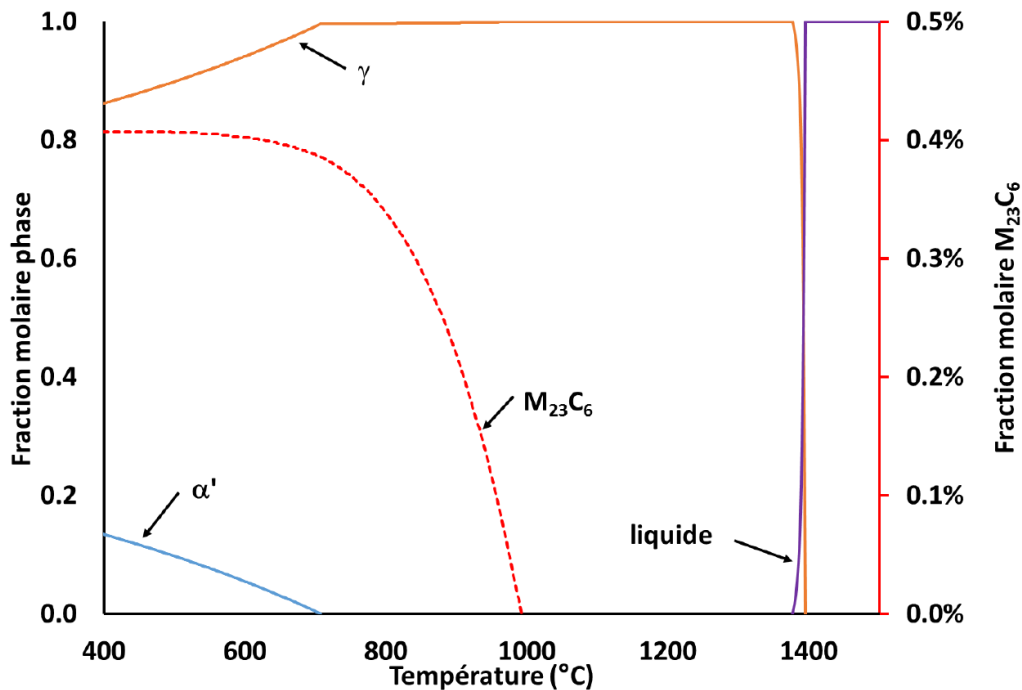


Figure 3.4: composition de la phase  $M_{23}C_6$  en fonction de la température.



**Figure 3.5** : évolution de la fraction molaire des phases en fonction de la température (axe de droite pour la fraction de  $M_{23}C_6$ ).

La fraction molaire des différentes phases en fonction de la température a également été déterminée avec le logiciel *Thermocalc 3.0* pour la composition de l'alliage NY690 (fig. 3.5). L'intervalle de solidification calculé de l'alliage NY690 est compris entre 1376°C et 1394°C mais le calcul thermodynamique ne permet pas de prendre en compte les éléments chimiques minoritaires comme Al, Si ou Mn. L'intervalle de solidification donné par *Special Metals* dans la fiche technique de l'Inconel 690 est : 1343-1377°C [Annexe 1]. Pour la composition de l'alliage NY690, les phases  $\gamma$  et  $M_{23}C_6$  sont stables à l'équilibre thermodynamique avec une température de dissolution de la phase  $M_{23}C_6$  (solvus) proche de 1000°C.



### 3.3 Traitements thermiques

Les éprouvettes peuvent être traitées au four ou par effet Joule en utilisant la machine *Gleeble 3500* du laboratoire MATEIS. Pour les traitements thermiques courts allant de quelques secondes à 15 minutes, la machine *Gleeble 3500* est utilisée car elle permet un contrôle précis de la vitesse de chauffage, de la vitesse de refroidissement, du temps de maintien, de la température de consigne et de la force.

#### 3.3.1 Traitements thermiques au four

Les éprouvettes sont placées dans un four *Naberthem* avec un inertage sous argon à la température souhaitée, lequel est au préalable maintenu à la température de consigne. Ce four permet de réaliser des traitements thermiques jusqu'à une température de 1200°C avec une surpression d'argon de 0.5 Bar.

#### 3.3.2 Traitements thermiques avec la machine *Gleeble 3500*

Le principe de ce traitement thermique est de chauffer l'éprouvette par effet Joule jusqu'à une vitesse de chauffage de 100°C/s tout en contrôlant la force et l'atmosphère. Pour réaliser cela, une éprouvette à réduction de section sur 40 mm est utilisée sur laquelle est placée 2 thermocouples. Un thermocouple de contrôle est placé au centre tandis qu'un 2<sup>ème</sup> thermocouple est placé à 5 mm du centre de l'éprouvette. Ce traitement thermique permet d'obtenir une microstructure homogène sur une distance d'environ 10 mm qui correspondra par la suite à la distance mesurée par l'extensomètre pour les essais mécaniques ultérieurs. Ce traitement thermique permet aussi de localiser la déformation dans la zone centrale de l'éprouvette du fait d'une limite d'élasticité plus faible (densité de dislocations plus faible, taille de grain plus importante). Ce protocole permet ainsi de caractériser la cinétique de phénomènes physiques pour des durées extrêmement courtes. La procédure utilisée est la suivante :

- installation de l'éprouvette (*fig. 3.6*)
- mise sous vide jusqu'à  $p = 4 \times 10^{-4}$  Bar
- chauffage à 100°C/s sous effort constant :  $F=0.1$  kN
- maintien à la température de consigne (sous effort constant :  $F=0.1$  kN)
- mise à l'air et trempe eau (sous effort constant :  $F=0.1$  kN)

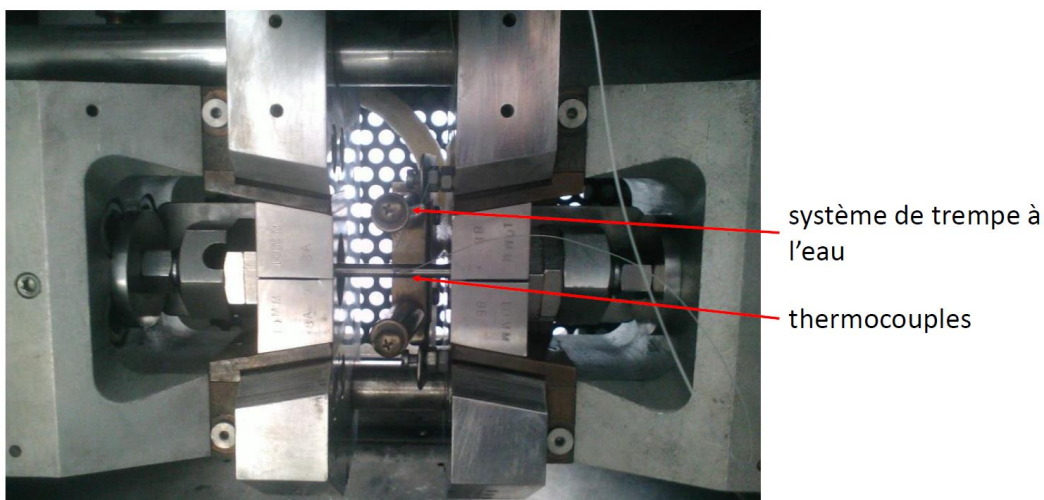


Figure 3.6: machine *Gleeble 3500* avec le système de trempe à l'eau.

### 3.4 Caractérisations microstructurales

L'étude thermodynamique de l'alliage NY690 a montré que le métal de base était constitué d'une matrice austénitique dans laquelle quelques précipités de type  $M_{23}C_6$  sont présents. Les paramètres microstructuraux susceptibles d'évoluer lors du soudage sont :

- les grains austénitiques (taille et orientation)
- le réseau de dislocations (densité et arrangement)
- les précipités  $M_{23}C_6$  (morphologie, taille, taux de recouvrement des joints de grains)

Il convient donc de caractériser au mieux ces paramètres microstructuraux.

#### 3.4.1 Caractérisation des grains austénitiques

##### *Caractérisation par microscopie optique et analyse d'images*

Les échantillons sont tout d'abord enrobés dans une résine époxy puis polis en suivant les étapes ci-dessous :

- 1) Grade P 280/320 : 30 s
- 2) Grade P 400/800 : 30 s
- 3) Grade P 600/1200 : 30 s
- 4) Grade P 800/2400 : 1 min
- 5) Grade P 4000 : 1 min

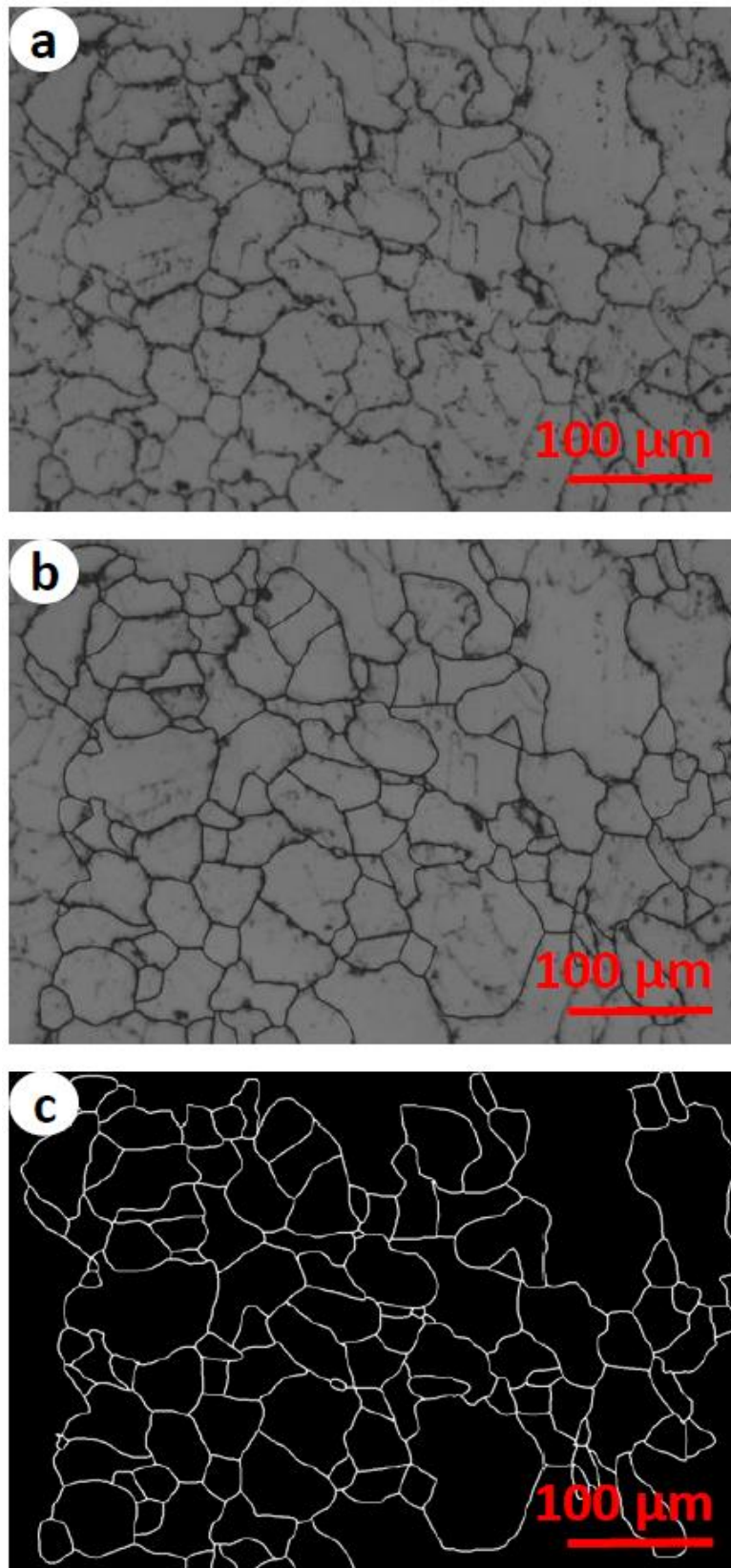
Une polisseuse semi-automatique a été utilisée pour les étapes ultérieures avec les paramètres suivants :

- particules de diamant de taille 3  $\mu\text{m}$  puis 1  $\mu\text{m}$
- force exercée par le porte échantillon :  $F = 5$  à 10 N
- vitesse en tour/min :  $v = 200$  à 250 tr/min
- durée du polissage :  $t \sim 2$  min

La microstructure est ensuite révélée par attaque électrolytique à l'aide d'un dispositif commercial Struers *Lectropol*. La solution utilisée est 25% d'acide phosphorique concentré et 250 mL d'acide nitrique concentré et 50% d'eau. Les paramètres optimaux pour observer les grains en microscopie optique sont les suivants :

- $U = 2.5$  V
- $t = 20$  s
- $T = 25^\circ\text{C}$

Après observation au microscope optique, la taille de grain est ensuite déterminée par analyse d'images en utilisant le logiciel *Image J* (fig. 3.7). A partir de l'image brute, le contour des grains est déterminé, puis, l'image est seuillée et binarisée. Le tracé des contours des grains est une étape cruciale pour déterminer l'aire des grains, car les grains doivent être bien fermés pour que la mesure soit correcte. Connaissant l'échelle, le logiciel détermine l'aire de chaque grain. L'avantage de cette méthode est que les échantillons peuvent être rapidement analysés en plusieurs endroits de la surface.

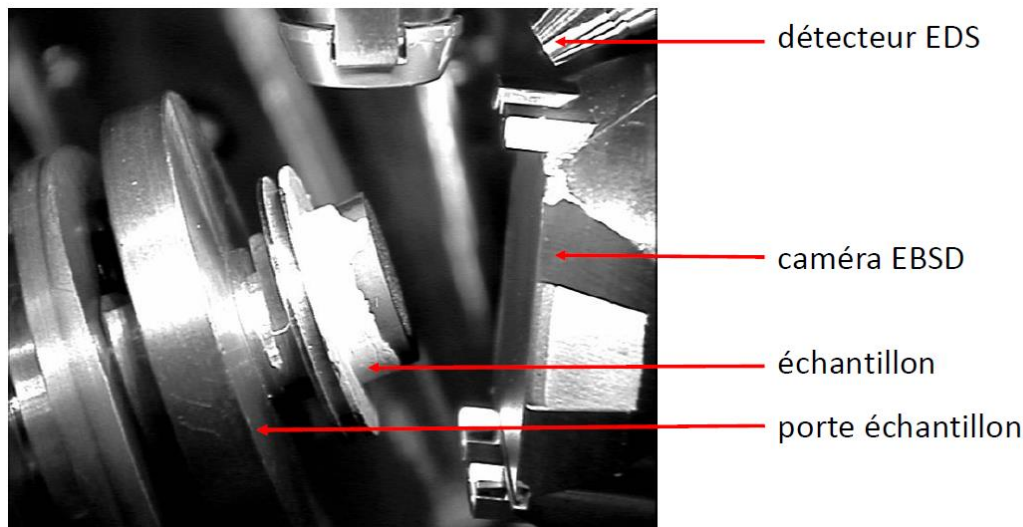


**Figure 3.7:** détermination de la taille de grain à l'état de réception par analyse d'images avec le logiciel *Image J* : a) micrographie optique après attaque électrolytique, tracé des contours des grains avec *Image J* (b) et image binaire des grains après seuillage (c).

### Caractérisation au microscope électronique à balayage par EBSD

La diffraction des électrons rétrodiffusés (*Electron BackScattered Diffraction, EBSD*) dans un microscope électronique à balayage (MEB) permet de cartographier la structure cristallographique des échantillons (*fig. 3.8*). Afin de favoriser la rétrodiffusion, l'échantillon est incliné avec un angle de 70°. La tension d'accélération des électrons est de 20 kV et la distance de travail est de 13 mm. Le signal provient d'une épaisseur inférieure à 100 nm et la surface de l'échantillon ne doit pas être écaillée par le polissage. Une excellente qualité de surface est donc requise. Après les étapes de polissage mécanique jusqu'à l'étape 1 µm, les échantillons ont été polis électrochimiquement à l'aide du *Lectropol Struers* avec la solution présentée plus haut et en utilisant les paramètres suivants :

- $U = 40 \text{ V}$
- $t = 2 \text{ à } 5 \text{ s}$
- $T = 25^\circ\text{C}$



**Figure 3.8** : montage expérimental pour la caractérisation par EBSD.

La détermination de la taille de grain par micrographie optique et par EBSD donne des résultats sensiblement différents en termes de distribution et de taille moyenne (*fig. 3.9*). Néanmoins, le diamètre équivalent moyen ( $D$ ) des grains est relativement proche pour les deux méthodes utilisées. Le diamètre équivalent moyen est calculé à partir de l'aire moyenne ( $A$ ) en supposant une forme sphérique des grains. La principale différence entre les deux méthodes de détermination de la taille de grain est due au maillage car il n'est pas toujours possible en microscopie optique de dissocier un joint de grain d'un joint de macle. Cela a pour effet de sous-estimer la taille de gros grains en optique et de modifier ainsi la distribution de taille de grain. La détermination de la taille de grain par EBSD est aussi plus précise pour la détermination des grains de petite taille c'est-à-dire inférieure à 10 µm. En effet, il est difficile par observation optique de caractériser simultanément des grains de taille très différente.

AR	Micrographie optique	EBSD
Nombre de grains	891	1930
$A$ (µm <sup>2</sup> )	2240	1480
$D$ (µm)	53	43

**Tableau 3.3** : détermination de la taille de grain en optique et par EBSD, à l'état de réception.

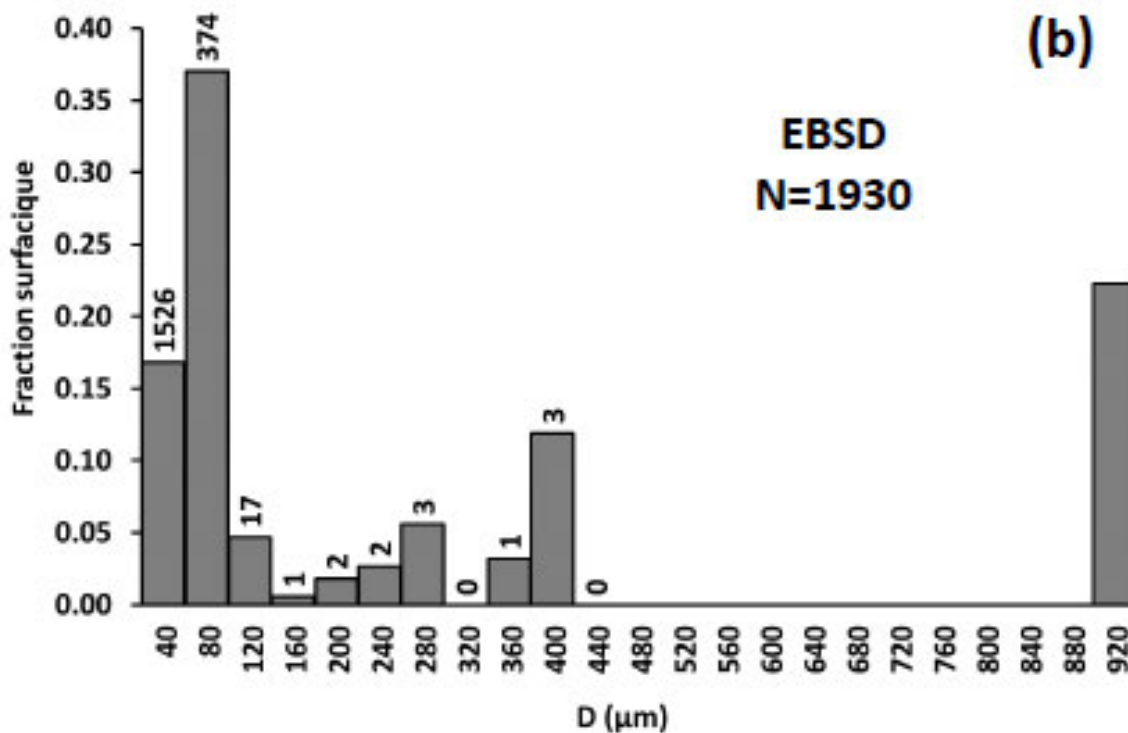
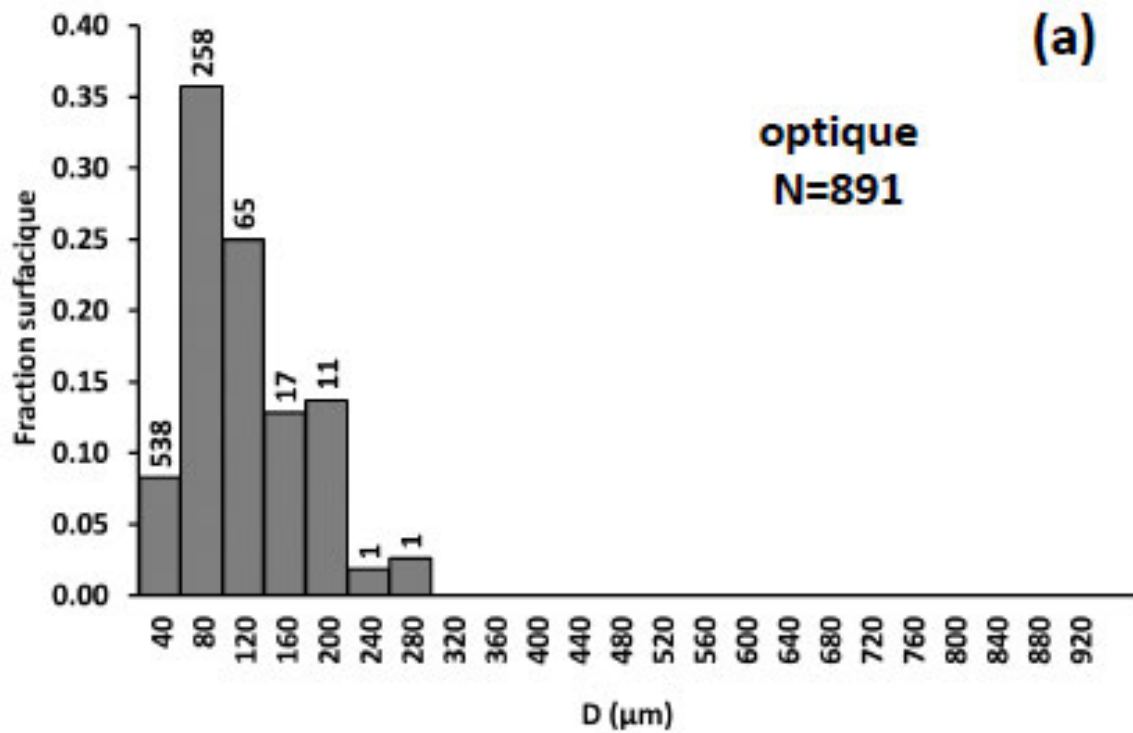


Figure 3.9 : détermination de la taille de grain par micrographie optique (a) et par EBSD (b) à l'état de réception.

### 3.4.2 Caractérisation de la précipitation et des dislocations

La précipitation des carbures de chrome a été caractérisée à l'aide du MEB et du microscope électronique en transmission (MET). Les microstructures de dislocations ont été caractérisées au MET à l'état de réception.

#### **Caractérisation par MEB**

Pour caractériser les différents précipités présents dans la matrice, des observations au microscope électronique à balayage en contraste chimique et topographique sont effectuées. La localisation et la morphologie des précipités ont été observées au MEB SUPRA 5VP après une légère attaque électrochimique afin de révéler les carbures de chrome. Les réglages suivants ont été utilisés :

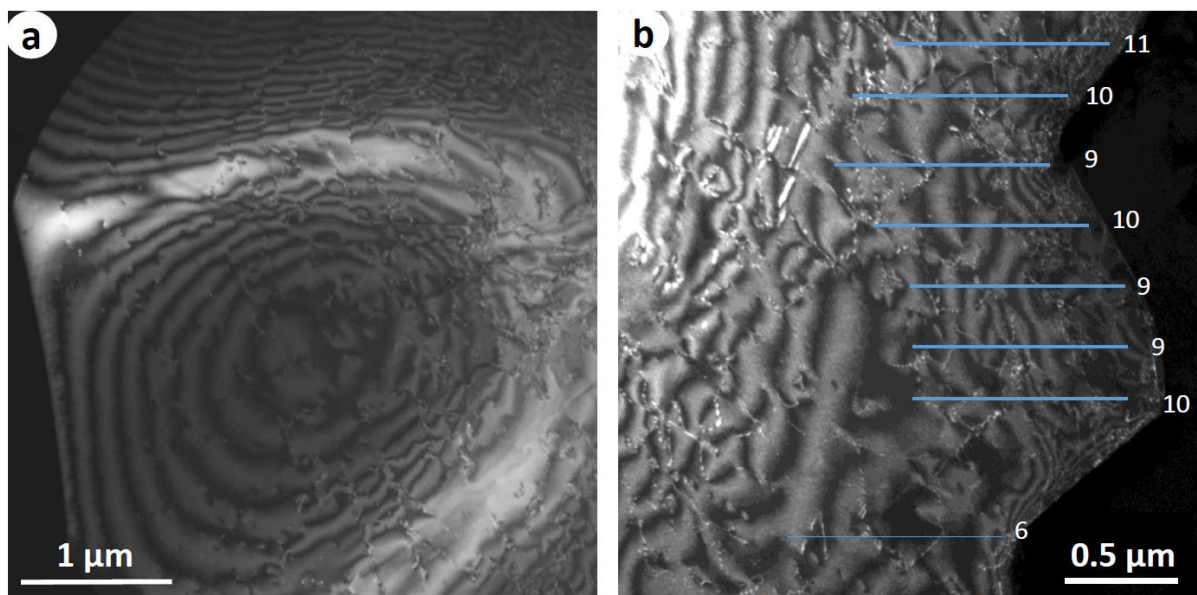
- $U = 2.5 \text{ V}$
- $t = 10 \text{ s}$
- $T = 25^\circ\text{C}$

Une tension d'accélération de 10 kV a été utilisée avec une distance de travail de 8 mm. La composition chimique des précipités peut être également analysée par EDS (*Energy dispersive spectrometry*) avec une limite de résolution de l'ordre de 500 nm à 10 kV.

#### **Caractérisation par MET**

La composition chimique des carbures intergranulaires et leur relation d'orientation avec la matrice ont pu être déterminés en utilisant le MET. Pour cela, les échantillons ont subi un amincissement électrochimique à 30 V dans une solution contenant 20% HClO<sub>4</sub> and 80% C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH (fraction volumique) à -40°C. Les observations ont été faites à l'aide du MET JEOL 2010 FEG du CLYM (Centre Lyonnais de Microscopie) équipé d'un détecteur HAADF (high-angle annular dark-field) et avec une tension d'accélération des électrons de 200 kV. Des observations en mode STEM HAADF/ADF ont permis de clairement visualiser la position des carbures dans la microstructure. Des analyses EDX ont également permis de déterminer précisément la composition chimique des précipités. La structure cristallographique des précipités a été confirmée par Diffraction Electronique.

Le réseau de dislocations a également été observé au MET en mode deux ondes sur l'échantillon AR. Afin de déterminer la densité de dislocations, l'épaisseur des lames doit être connue. Celle-ci a été déterminée à l'aide des franges d'extinction visibles en orientation deux ondes, qui témoignent de l'épaisseur locale de la lame mince (*fig. 3.10a*). L'épaisseur est reliée à un paramètre tabulé, la distance d'extinction, qui dépend de l'orientation de l'échantillon [Williams et Carter (2009)]. La densité de dislocation est ensuite calculée à l'aide de la méthode des interceptés illustrée figure 3.10b [Norfleet *et al.* (2008), Panait *et al.* (2010)]. Cette méthode de mesure est généralement utilisée pour la détermination de la densité de dislocations par MET. L'incertitude de mesure via ce type de calcul est assez élevée, la technique permet d'estimer un ordre de grandeur de la densité de dislocations. Pour l'échantillon AR, une estimation de la densité initiale de dislocations est  $\rho_0 = (3 \pm 2)10^{13} \text{ m}^{-2}$ .



**Figure 3.10** : caractérisation de l'épaisseur de la lame mince (a) et de la densité initiale de dislocations (b) au MET à l'état de réception.

## 3.5 Essais mécaniques

Dans cette partie, les protocoles utilisés pour déterminer le module de Young par différentes méthodes sont présentés ainsi que le protocole des essais en chargement monotone et en chargement cyclique. Pour ces essais, la déformation est toujours contrôlée par un extensomètre afin de maintenir une vitesse de déformation constante. Un vidéo-extensomètre a été utilisé pour contrôler la déformation jusqu'à la rupture.

### 3.5.1 Mesures de module de Young

#### **Mesures de module de Young par un essai de traction simple**

Pour déterminer le module d'élasticité à partir d'essais de traction simple, un extensomètre longitudinal est utilisé pour mesurer précisément l'allongement de l'éprouvette (*section 3.3.2*). L'utilisation d'un extensomètre permet de s'affranchir de la rigidité de la machine. Pour éviter un moment de flexion parasite, l'éprouvette doit être parfaitement alignée. Le module de Young a été déterminé par cette méthode en utilisant les machines *Gleeble 3500* (de 25°C à 1000°C). La machine *Gleeble 3500* est une machine hydraulique permettant de réaliser des essais mécaniques uniaxiaux à déformation contrôlée à différentes températures et vitesses de déformation. Le module de Young est déterminé par régression linéaire en traçant l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation élastique.

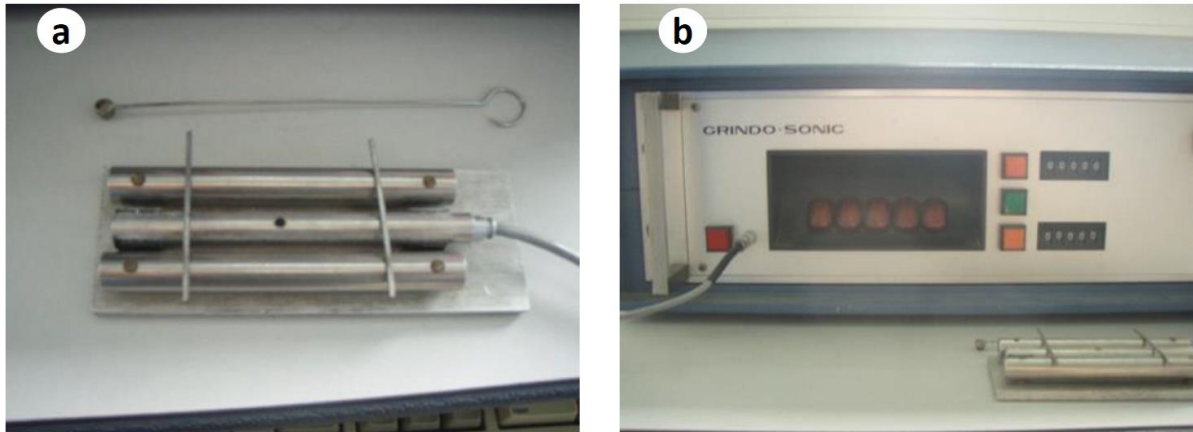
#### **Mesures de module de Young par la méthode des fréquences propres de vibration**

Le principe consiste à déterminer les fréquences de résonance d'échantillons soumis à des vibrations transversales, longitudinales ou de torsion. Les deux premiers modes de vibration permettent de calculer le module de Young tandis que le troisième mode de vibration permet de calculer le module de cisaillement. L'utilisation du mode de vibration transversal pour la détermination du module de Young comporte de nombreux avantages : cette vibration est la plus reproductible, la plus facilement excitée et également la plus nette [Pattou et Trutt (1962)]. Le principe de cette mesure est de mettre en vibration l'échantillon en frappant celui-ci avec un petit marteau sur un banc de flexion 2 points (*fig. 3.11*). Pour effectuer cette mesure, une plaque rectangulaire de dimensions suivantes a été choisie :

- Longueur ( $L$ ) = 40 mm
- Largeur ( $l$ ) = 10 mm
- Epaisseur ( $e$ ) = 4 mm

Pour déterminer le module de Young par cette méthode, le ratio  $L/e$  doit être aussi grand que possible afin de limiter le mode de torsion liée au mouvement de rotation de l'éprouvette. Les surfaces de l'échantillon doivent être planes et parallèles à  $\pm 0.1\%$  d'après la norme *ASTM E1876-01*.





**Figure 3.11** : dispositif expérimental de mesure du module de Young par la méthode des fréquences propres a) banc de flexion b) appareil de mesure *Grindo Sonic*

Pour une plaque rectangulaire en flexion, la relation reliant la fréquence de vibration transversale au module d'élasticité est donnée par l'équation suivante (ASTM E1876-01) :

$$E = 0.9465 \times \left( \frac{mf_0^2}{l} \right) \times \left( \frac{L}{e} \right)^3 \times T \quad (3.1)$$

Dans cette expression,  $E$  est le module de Young (Pa),  $m$  la masse (g),  $l$  la largeur (mm),  $L$  la longueur (mm),  $L$  l'épaisseur (mm),  $f_0$  la fréquence de résonance de la barre (Hz) et  $T$  un facteur de correction, donné par l'équation (3.2). Le facteur de correction prend en compte la dimension finie de la barre et le mode de torsion.

$$T = 1 + 6.585(1 + 0.0752\nu + 0.8109\nu^2) \times \left( \frac{e}{l} \right)^2 - 0.868 \left( \frac{e}{l} \right)^4 - \left[ \frac{8.340(1 + 0.2023\nu + 2.173\nu^2) \times \left( \frac{e}{l} \right)^4}{1 + 6.338(1 + 0.1408\nu + 1.536\nu^2) \times \left( \frac{e}{l} \right)^2} \right] \quad (3.2)$$

Si le facteur de forme  $L/e > 20$ , il est alors possible de s'affranchir du coefficient de Poisson et le facteur de correction s'écrit alors :

$$T = 1 + 6.585 \times \left( \frac{e}{l} \right)^2 \quad (3.3)$$

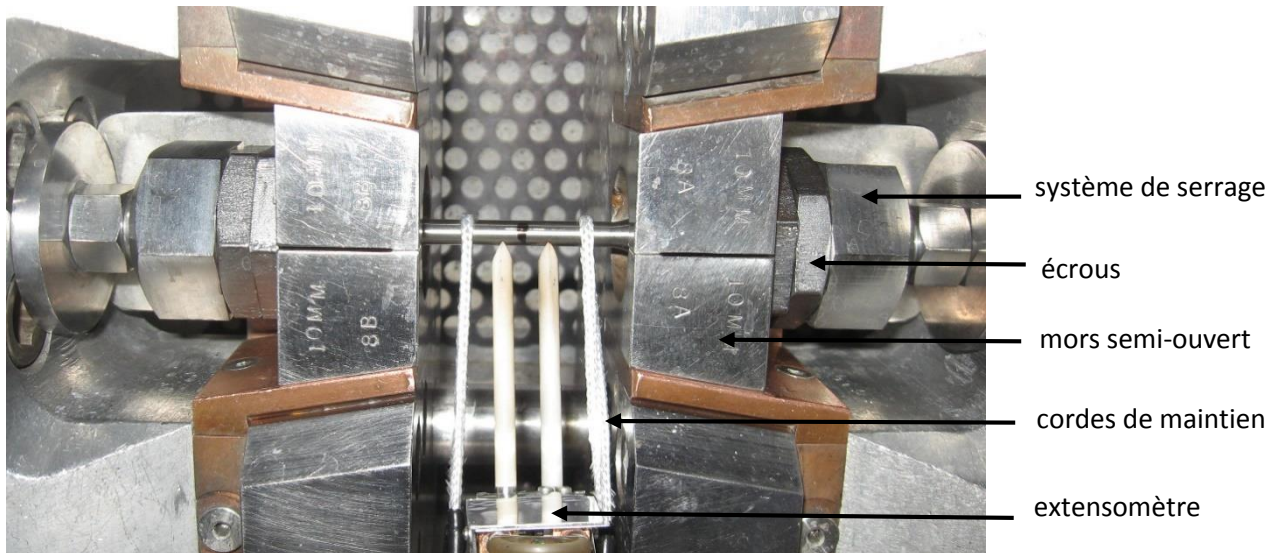
Cette mesure est simple à réaliser et très reproductible avec une incertitude de mesure de seulement 0.5%. Le module de Young a été mesuré sur 3 plaques rectangulaires de même géométrie à 25°C (cf. tableau 3.4).

$L$ (mm)	$L$ (mm)	$e$ (mm)	$f_0$ (Hz)	$E$ (GPa)
39.81	9.99	3.99	12658	209
39.79	9.97	3.99	12706	210
39.81	9.99	3.99	12723	211

**Tableau 3.4** : valeurs de module de Young à 25°C par la méthode des fréquences propres de vibration.

### 3.5.2 Essais de traction

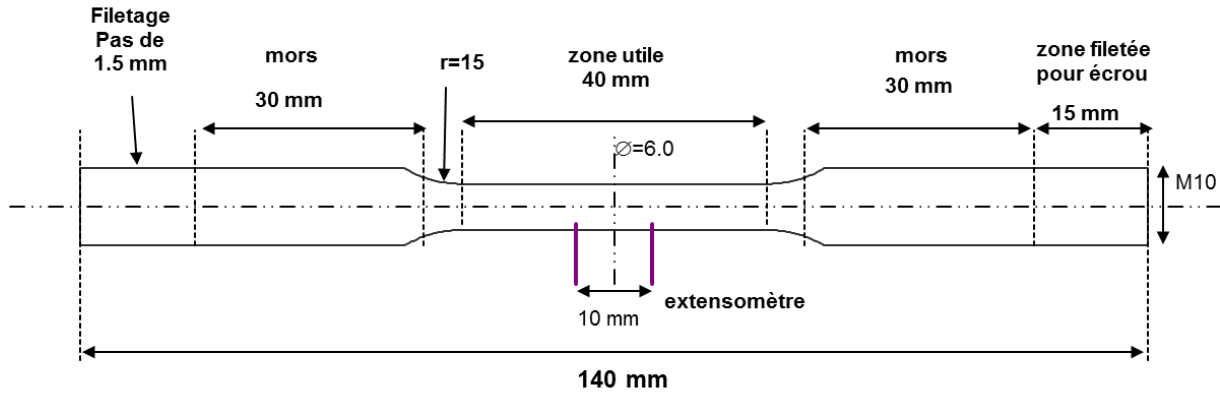
Les essais de traction ont été effectués de 25°C à 1100°C en utilisant la machine *Gleeble 3500*. Cette machine a été utilisée puisqu'elle permet de réaliser des essais de traction à différentes températures en contrôlant la température et la vitesse de déformation (cf. section 3.5.1). La déformation est imposée avec un extensomètre longitudinal (HZT 071) jusqu'à une valeur de déformation vraie égale à 0.20. Cette valeur de déformation a été choisie d'une part pour éviter l'endommagement de l'extensomètre et d'autre part avant que la striction ne se produise. Le dispositif expérimental utilisé est présenté sur la figure 3.12. Un extensomètre mesure la déformation sur environ 10 mm dans la partie centrale de l'éprouvette. Des cordes en céramique reliées à des ressorts permettent de maintenir les pointes de l'extensomètre en contact avec l'éprouvette. Un asservissement permet de maintenir constant la vitesse de déformation durant l'essai. L'éprouvette est chauffée par effet Joule et un thermocouple placé au centre de l'éprouvette permet de contrôler la température dans la partie centrale de l'éprouvette. Avant de réaliser ces essais de traction à chaud, il faut tout d'abord définir la géométrie de l'éprouvette, choisir les mors, la cellule de force et l'extensomètre.



**Figure 3.12:** machine *Gleeble 3500* utilisée pour les essais de traction monotone avec un extensomètre longitudinal HZT 071.

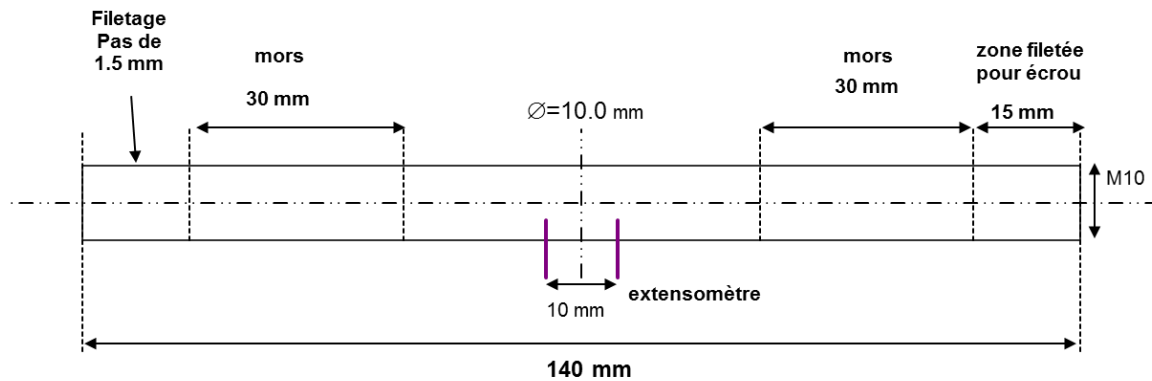
#### Choix de la géométrie :

Pour ces essais, une éprouvette cylindrique à réduction de section est utilisée pour localiser les efforts dans la zone centrale de l'éprouvette (fig. 3.13). La géométrie a été choisie pour utiliser aussi bien des mors semi-ouverts que des mors pleins limitant la longueur de la zone utile de l'éprouvette. La longueur de la zone utile a été choisie à 40 mm (la plus grande possible) afin d'obtenir un faible gradient thermique dans l'éprouvette (5 à 7°C à 5 mm du centre). La géométrie de l'éprouvette a donc été choisie pour d'une part localiser les efforts dans la partie centrale de l'éprouvette et d'autre part minimiser le gradient thermique dans la zone de mesure.



**Figure 3.13** : géométrie éprouvette des essais de traction de 25°C à 750°C.

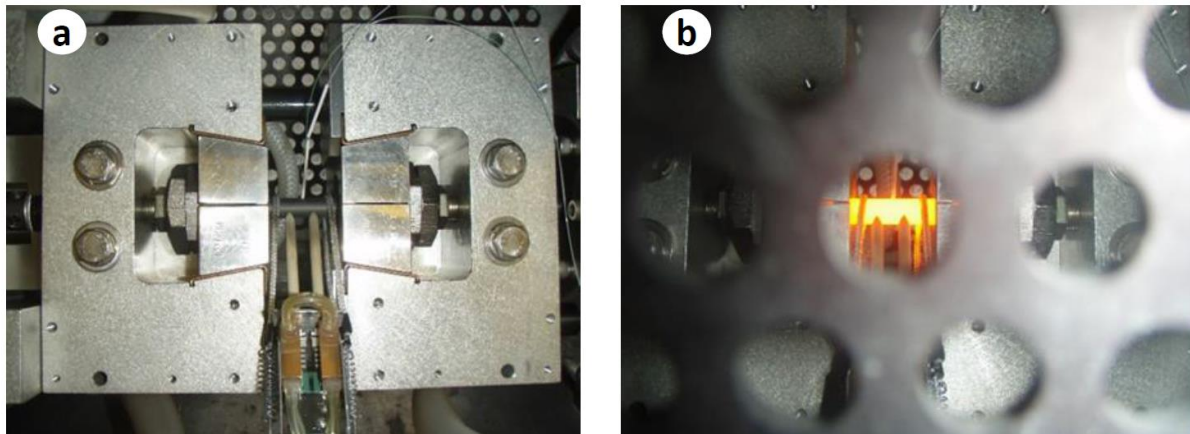
De 800°C à 1100°C, une éprouvette cylindrique sans réduction de section de diamètre 10 mm a été utilisée (*fig. 3.14*). Des essais préliminaires effectués avec des éprouvettes cylindriques ont montré que la localisation de la déformation se faisait toujours dans la zone centrale de l'éprouvette. En deçà de 800°C, la déformation se localise au niveau du filetage. Une éprouvette de section 10 mm a été choisie afin de maximiser les efforts mis en jeu à haute température.



**Figure 3.14** : géométrie éprouvette des essais de traction de 800°C à 1100°C.

#### Choix de la cellule de force :

Une cellule de force de 100 kN est utilisée pour les essais de traction effectués entre 25°C et 1000°C. Compte tenu de très faibles efforts mis en jeu à haute température (2 kN à 1100°C), une cellule de force de 22 kN a été utilisée à 1000°C et 1100°C (*fig. 3.15*). Les essais de traction effectués avec cette cellule de force ont permis de valider les essais de traction réalisés à 1000°C avec la cellule de force 100 kN.



**Figure 3.15** : dispositif expérimental pour les essais à 1000°C et 1100°C avec la cellule de force 22 kN.

#### Choix des mors :

Plusieurs types de mors peuvent être utilisés :

- des mors en acier ou en cuivre
- des mors pleins ou semi-ouverts

Des mors semi-ouverts en acier ont été choisis car ils permettent d'obtenir le plus faible gradient thermique dans la zone centrale de l'éprouvette pour deux raisons principales :

- l'acier a une plus faible conductivité thermique que le cuivre
- la zone de contact se fait sur à peine 5 mm contre 30 mm pour des mors pleins.

#### Procédure des essais de traction à chaud :

La procédure suivante est utilisée avec les mêmes réglages d'asservissement pour tous les essais au-delà de 25°C :

- légère mise en traction
- montée à la température souhaitée à  $25^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  sous effort constant
- stabilisation de la température pendant 10 s
- réalisation de l'essai de traction à une vitesse de déformation désirée

Les réglages d'asservissement choisis sont les suivants :

- gain proportionnel :  $k_p = -0.5$  (-0.3 par défaut)
- gain intégral :  $k_i = -0.3$  (-0.1 par défaut)

Une légère mise en traction est effectuée avant même le lancement du programme d'essai pour éviter une mise en compression de l'éprouvette au démarrage de l'essai et lors du chauffage. L'effort est maintenu à 0.6 kN durant le chauffage de l'éprouvette. Pour les essais au-dessus de 800°C, l'effort est maintenu à 0.1 kN. Une stabilisation de la température pendant 10 s permet de stabiliser et d'homogénéiser la température. L'influence du temps de maintien avant le déroulement de l'essai de traction a été étudiée à 750°C et à 900°C pour des valeurs comprises entre 10 s et 1000 s. Aucune influence significative du temps de maintien n'a été observée. Même pour un chauffage de 25°C/s, un léger dépassement de la consigne en température est en effet observé au début du palier. Après une mise à zéro de la valeur de force et du déplacement de l'extensomètre, une déformation vraie de 0.20 est imposée à l'éprouvette à la vitesse de déformation souhaitée. Les essais de traction ont été réalisés jusqu'à 1100°C à une vitesse de déformation de  $10^{-4}\text{s}^{-1}$ .

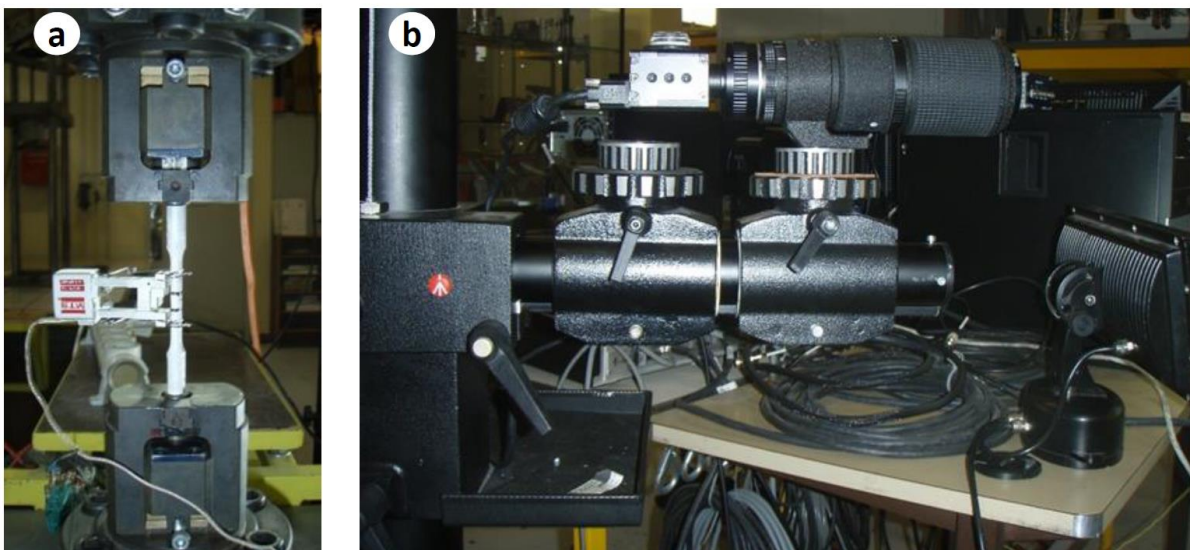
### 3.5.3 Essais de traction à rupture (à 25°C)

Un dispositif expérimental a été mis en place afin de caractériser le comportement mécanique à rupture pour différents états microstructuraux caractérisés dans la section suivante. La machine hydraulique *Schenck* avec une cellule de force de 250 kN a été utilisée pour réaliser les essais de traction à rupture (fig. 3.16). En effet, la machine *Gleeble 3500* ne permet pas de contrôler la vitesse de déformation jusqu'à la rupture. La machine hydraulique *Schenck* a donc été utilisée pour réaliser ces essais à l'aide de deux extensomètres :

- un extensomètre à couteaux mesurant la déformation sur une longueur de 25 mm
- un vidéo-extensomètre est utilisé pour mesurer la déformation sur environ 10 mm

L'extensomètre à couteaux permet de contrôler la vitesse de déformation jusqu'à 15% de déformation. Le vidéo-extensomètre mesure la déformation du début de l'essai jusqu'à la rupture et contrôle la déformation au-delà de 15% de déformation. La zone de mesure du vidéo-extensomètre correspond à la zone thermiquement homogène pour les traitements thermiques préalablement effectués sur la machine *Gleeble 3500* (cf. section 3.3.2). Les éprouvettes sont préalablement peintes en blanc et des marquages en noir sont effectués à plus ou moins 5 mm du centre ce qui permet la mesure par le vidéo-extensomètre. A chaque instant de l'essai, il est également possible de mesurer le diamètre dans la zone centrale de l'éprouvette. A ce stade, il n'est pas possible d'acquérir les images du vidéo-extensomètre au cours de l'essai. Les essais à rupture sont réalisés trois fois pour chaque état microstructural étudié. Les différentes étapes de l'essai de traction à rupture sont les suivantes :

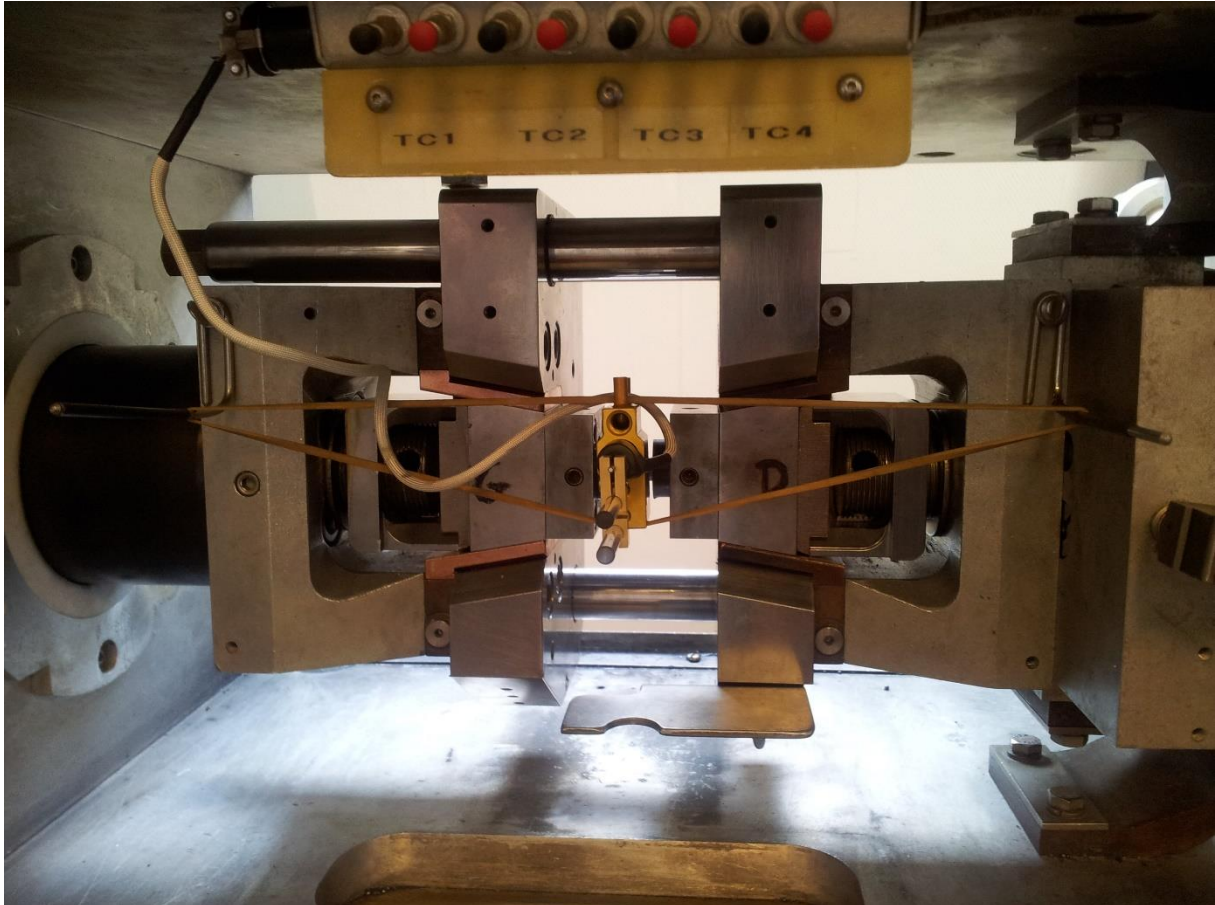
- 1) asservissement de la force à 0 N
- 2) déformation imposée sous le contrôle d'un extensomètre à couteaux jusqu'à 15%
- 3) maintien en déplacement permettant de retirer l'extensomètre
- 4) déformation imposée sous le contrôle un vidéo-extensomètre jusqu'à rupture



**Figure 3.16:** machine hydraulique Schenck 250 kN avec extensomètre MTS (a) et vidéo-extensomètre (b).

### 3.5.4 Essais de compression

Dans le but d'obtenir une loi de comportement complète pour la simulation numérique du soudage, des essais de compression ont également été réalisés. Dans les conditions de soudage, la pièce est en effet successivement sollicitée en traction et en compression. Des essais de compression ont donc été réalisés à l'aide de la machine *Gleeble 3500* et d'une cellule de force de 100 kN (*fig. 3.17*). Pour cela, des cylindres de diamètre  $d_0 = 9$  mm et de longueur  $l_0 = 15$  mm ont été déformés à température ambiante à une vitesse de déformation comprise entre  $10^{-3}$  et  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ . Un extensomètre radial mesure l'évolution du diamètre de l'éprouvette et permet de contrôler la vitesse de déformation. La machine *Gleeble 3500* permet de réaliser des essais de compression jusqu'à une vitesse de déplacement de 1 m/s.



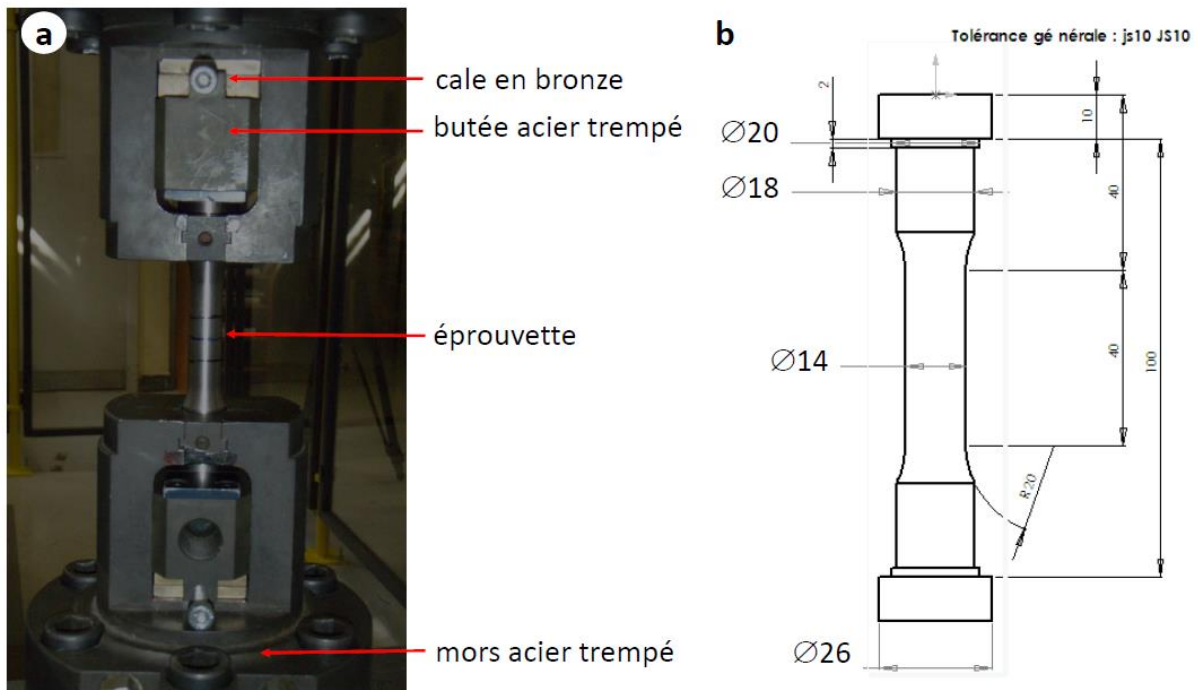
**Figure 3.17** : dispositif expérimental utilisé pour les essais de compression.

### 3.5.5 Essais de saut de vitesse de déformation

Des essais de saut de vitesse de déformation ont également été réalisés en traction et en compression à  $25^\circ\text{C}$  permettant de caractériser plus finement l'effet de la vitesse de déformation. En traction, les essais de saut de vitesse ont été effectués à l'aide de la machine hydraulique *Schenck* (*fig. 3.16*) pour une vitesse de déformation comprise entre  $10^{-4}$  et  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ . Ces essais ont été effectués sur la machine *Schenck* car les réglages d'asservissement permettent de faire des essais de traction jusqu'à une vitesse de déformation de  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  en contrôlant la vitesse de déformation. Des essais de saut de vitesse en compression ont également été réalisés en utilisant la machine *Gleeble* (*fig. 3.17*) pour une vitesse de déformation comprise entre  $10^{-3}$  et  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ .

### 3.5.6 Essais cycliques

Des essais cycliques préliminaires ont été réalisés à l'état de réception en utilisant la machine hydraulique *Schenck* avec un dispositif similaire aux essais de traction à rupture (fig. 3.18a) ainsi que la machine hydraulique MTS 809 traction/torsion. La machine hydraulique *Schenck* était la seule machine permettant de faire des essais cycliques en traction – compression en début de campagne d'essais. Pour ces essais cycliques, une éprouvette de diamètre 14 mm et de longueur de zone utile de 40 mm est utilisée (fig. 3.18b). Cette machine ne permet pas de contrôler la rotation de l'éprouvette et la déformation des cales en bronze engendre du jeu (déplacement parasite quand la force change de signe).

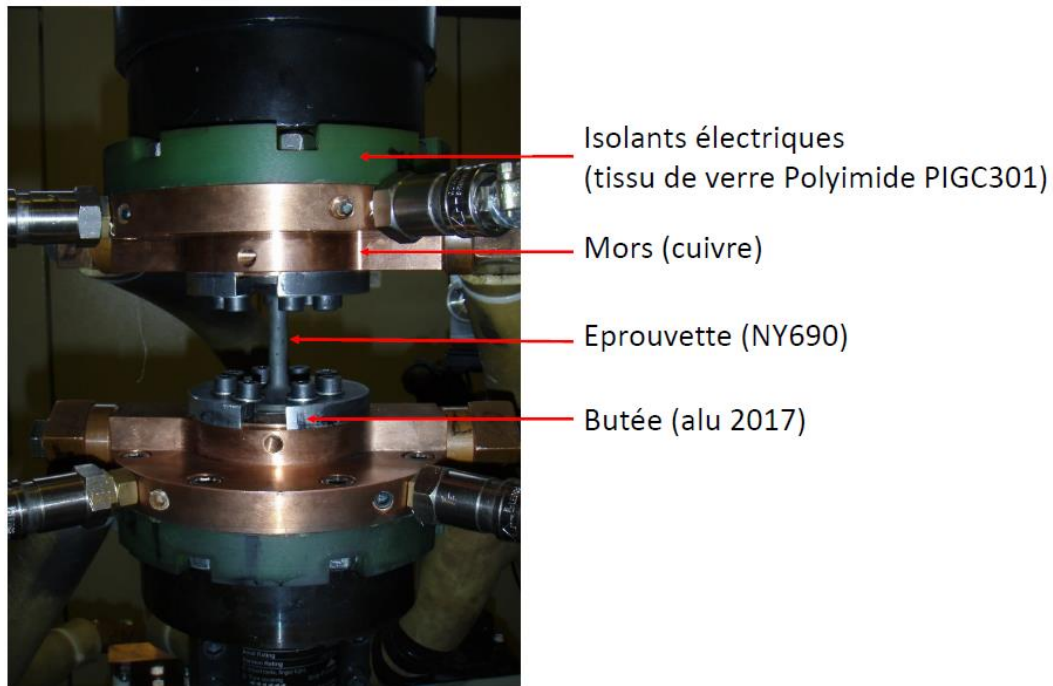


**Figure 3.18** : montage expérimental de la machine *Schenck* (a) et éprouvette utilisée pour les essais cycliques (b).

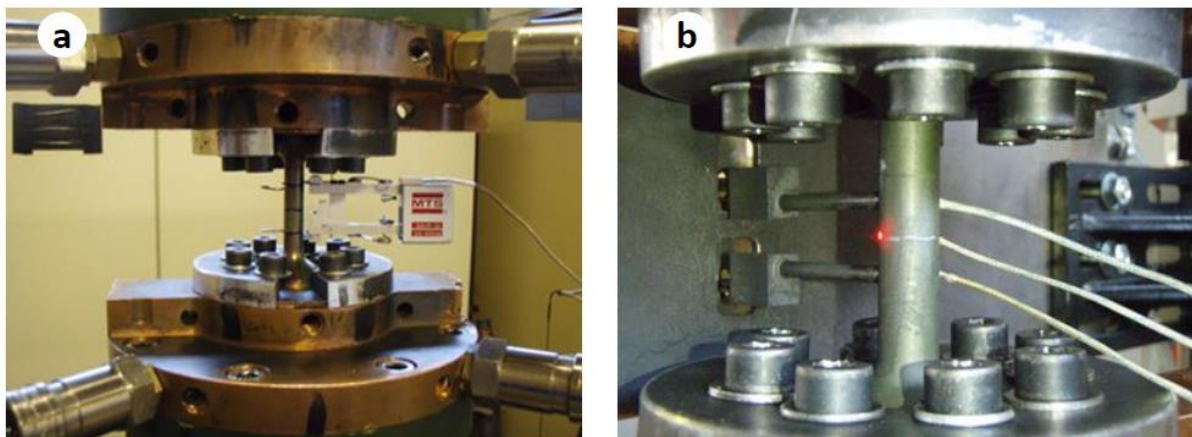
Pour étudier l'influence de la microstructure sur le comportement cyclique de l'alliage NY690, des essais cycliques ont été réalisés à l'aide de la machine *MTS-809* avec une cellule de force de 100 kN (fig. 3.19). Cette machine permet de réaliser des essais cycliques multiaxiaux avec des capteurs de déplacement et de rotation. Les mors hydrauliques ainsi que la géométrie du montage utilisé permettent également de limiter le jeu dans les mors. Le système de chauffage utilisé a été mis en place lors de la thèse de D. Maissonette [Maissonette (2010), Maissonette (2011)]. Il consiste à connecter une armoire électrique (intensité maximale de 5000 A sous une tension 2-10 V) à des mors en cuivre spécialement conçus et isolés électriquement du bâti par des entretoises en tissu de verre Polyimide PIGC301.

Les essais cycliques ont été réalisés, à l'état de réception, de 25°C à 900°C à une vitesse de déformation imposée de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . L'influence de la microstructure sur le comportement cyclique a été étudiée à 25°C et à 750°C. Les traitements thermiques ont été réalisés au four avec un inertage sous argon et un échantillon témoin est placé dans le four pour caractériser l'état microstructural obtenu (section 3.3). Pour les essais à température ambiante, la déformation est imposée par un extensomètre longitudinal mesurant la déformation sur une longueur de 25 mm (fig. 3.18a). Pour limiter les risques de flambage, une éprouvette de longueur utile de 42 mm et de diamètre 10 mm est utilisée (fig. 3.19a).

A température ambiante, 20 cycles de déformation à  $\pm 1\%$  sont effectués pour chaque état microstructural.



**Figure 3.19** : machine MTS-809 traction/torsion utilisée pour les essais cycliques de 25°C à 900°C.

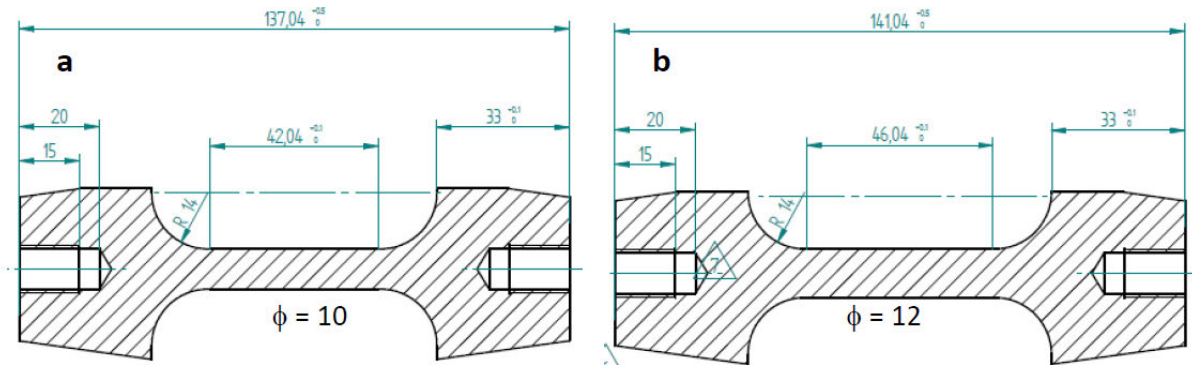


**Figure 3.20** : montage expérimental (MTS-809) pour les essais cycliques à température ambiante (a) et à chaud (b).

Pour les essais cycliques à chaud, la déformation est imposée par un extensomètre mesurant la déformation sur une longueur de 15 mm (*fig. 3.20b*). L'éprouvette subit 10 cycles en imposant une déformation de  $\pm 0.5\%$ . Une éprouvette cylindrique, avec réduction de section, de longueur utile de 45 mm et de diamètre de 12 mm est utilisée pour réaliser ces essais (*fig. 3.21b*). La géométrie de l'éprouvette a été modifiée afin d'augmenter les efforts mis en jeu et de limiter les risques de flambage à haute température. Toutes les éprouvettes ont subi un traitement de pré-oxydation pendant 8 h à 800°C afin que l'émissivité soit constante durant l'essai cyclique. En effet, les variations d'émissivité causées par l'oxydation au-delà de 600°C rendrait particulièrement délicat le contrôle de la température par pyrométrie. Avant de réaliser l'essai cyclique, l'éprouvette est tout d'abord chauffée par effet Joule à une vitesse de chauffage de 20°C/s puis maintenue pendant 100 s à la température



de consigne. La température est mesurée et contrôlée par un pyromètre de longueur d'onde 1.6  $\mu\text{m}$  préalablement calibré à partir des mesures de température de la machine *Gleeble 3500*.



**Figure 3.21** : géométrie des éprouvettes utilisées pour les essais cycliques à 25°C (a) et à chaud (b) pour la machine hydraulique traction torsion MTS-809.

### 3.5.7 Dépouillement des résultats

Pour caractériser le comportement en traction et en traction/compression de l'alliage, des corrections doivent être faites que ce soit pour l'allongement ou pour la contrainte. L'allongement doit être ramené à la longueur actuelle de l'échantillon. Pour déterminer la déformation vraie, il est nécessaire d'intégrer l'allongement relatif pour déterminer la déformation vraie à chaque instant :

$$\varepsilon = \int_{l_0}^{l_0 + \Delta l} \frac{dl}{l} = \ln \left( 1 + \frac{\Delta l}{l_0} \right) \quad (3.4)$$

De même pour la contrainte vraie, il convient de ramener la force de l'échantillon à la surface actuelle de l'échantillon.

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (3.5)$$

Pour de faibles déformations ( $\varepsilon < 0.20$ ), la surface est calculée en supposant que le volume se conserve :

$$S_0 l_0 = S \times (l_0 + \Delta l) \quad (3.6)$$

La contrainte vraie est calculée à partir de l'équation (3.7) :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \times \left( 1 + \frac{\Delta l}{l_0} \right) \quad (3.7)$$

La déformation plastique est calculée par la relation suivante en faisant l'hypothèse des petites déformations :

$$\varepsilon_p = \varepsilon - \sigma/E \quad (3.8)$$

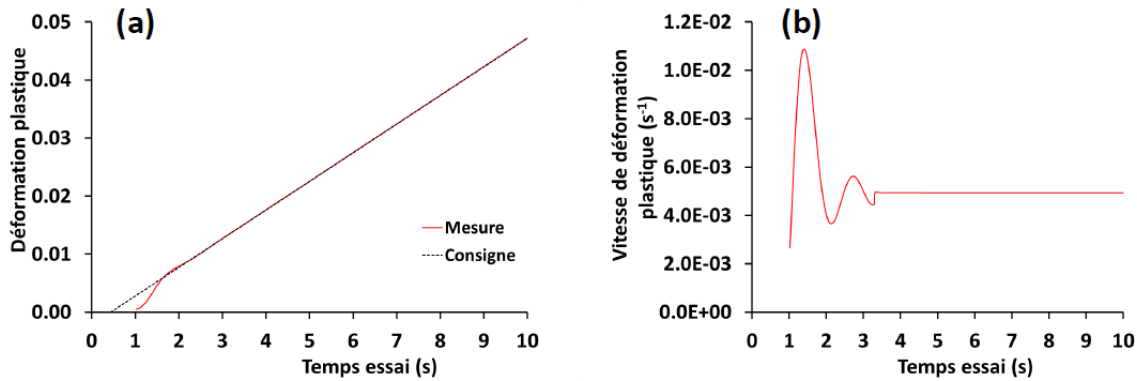
Pour calculer la vitesse de déformation plastique en début d'essai, un ajustement polynomial de la déformation en fonction du temps est effectué (fig. 3.22) :

$$\varepsilon_p = b_0 + b_1 t + b_2 t^2 + \dots + b_n t^n \quad (3.9)$$

La vitesse de déformation plastique est calculée en dérivant la fonction polynomiale obtenue :

$$\dot{\varepsilon}_p = b_1 + 2b_2 t + \dots + n b_n t^{n-1} \quad (3.10)$$

Le calcul de la vitesse de déformation plastique mesurée est nécessaire pour la compréhension des effets de la vitesse de déformation (cf. section 5.1.3).



**Figure 3.22** : réponse de la machine *Gleeble* 3500 pour une vitesse de déformation imposée constante égale à  $5 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$  en utilisant l'extensomètre HZT 071 : a) courbe déformation vs. Temps, b) calcul de la vitesse de déformation vs. temps.

Pour analyser le comportement mécanique (*cf. section 5.1*) et modéliser celui-ci (*cf. section 6.1*) en fonction de la température et de la vitesse de déformation, il est nécessaire de calculer le taux d'écoulement défini par la relation suivante :

$$\Theta = \frac{d\sigma}{d\varepsilon_p} \quad (3.11)$$

Le taux d'écoulement est calculé de la même manière en effectuant tout d'abord un ajustement polynomial de la contrainte vraie en fonction de la déformation plastique afin de minimiser le bruit de mesure.

$$\sigma = a_0 + a_1\varepsilon_p + a_2\varepsilon_p^2 + \dots + a_n\varepsilon_p^n \quad (3.12)$$

Le taux d'écoulement est finalement déterminé en utilisant l'équation suivante :

$$\Theta = a_1 + 2a_2\varepsilon_p + \dots + na_n\varepsilon_p^{n-1} \quad (3.13)$$

Pour les essais de traction à rupture, il est nécessaire de corriger les valeurs de contrainte à rupture du fait du développement de la striction. Si la réduction de section produit un affaiblissement plus important que l'écoulement au cours de l'essai, la déformation est instable et la déformation se localise. L'écoulement diminuant au fur et à mesure que la température augmente, la striction se développe plus rapidement à chaud. Si la striction est très peu prononcée, il est possible de ramener l'effort à la surface réelle de l'échantillon. Dans le cas contraire, il est nécessaire de corriger la valeur de l'effort [Jaoul (1965), Maissonette (2010)]. En effet, dans la zone où s'est amorcée la striction, le volume soumis à la déformation n'a plus une forme cylindrique et n'est donc plus soumis à un état de tension simple. L'hypothèse de base, formulée par Bridgman est que dans la section minimale de l'éprouvette, la déformation est homogène et se compose d'un allongement et de deux contractions transversales égales. En écrivant les équations d'équilibres, il est possible alors de déterminer la valeur de contrainte longitudinale  $\sigma_z$ . Bridgman obtient l'équation suivante pour déterminer la contrainte dans la zone de striction :

$$\sigma_z = \frac{\sigma}{(1 + 2R/a)\ln(1 + a/2R)} \quad (3.14)$$

Dans cette équation,  $\sigma$  est la contrainte en traction simple,  $a$  le rayon de la section minimale et  $R$  est le rayon du contour de la zone de la striction. Pour le dépouillement des essais de traction à rupture, la contrainte vraie et la déformation vraie sont calculées jusqu'au début de la striction ( $\varepsilon = 0.30$ ). Lorsque la striction commence, le calcul du facteur de Bridgman implique de connaître à chaque instant les valeurs de  $a$  et de  $R$ , lesquelles n'ont pas pu être mesurées au cours de l'essai (§ 3.5.3). La

correction de Bridgman (eq. 3.14) est donc utilisée uniquement pour déterminer la contrainte vraie à rupture à 25°C. La contrainte conventionnelle à rupture est le ratio de la force maximale sur la section initiale (eq. 3.15) :

$$\sigma_R^{conv} = \sigma_{max} = \frac{F_{max}}{S_0} \quad (3.15)$$

La contrainte vraie à la rupture est donnée par l'équation suivante :

$$\sigma_R^{vraie} = \frac{F_R}{S_R(1 + 2R/a)\ln(1 + a/2R)} \quad (3.16)$$

La contrainte vraie à rupture est calculée à partir de la force à la rupture, de la section à rupture et du facteur de correction de Bridgman.

Le taux de striction Z est déterminé par la relation suivante :

$$Z = 100 \times \frac{(S_0 - S_R)}{S_0} \quad (3.17)$$

## 4. Caractérisations microstructurales

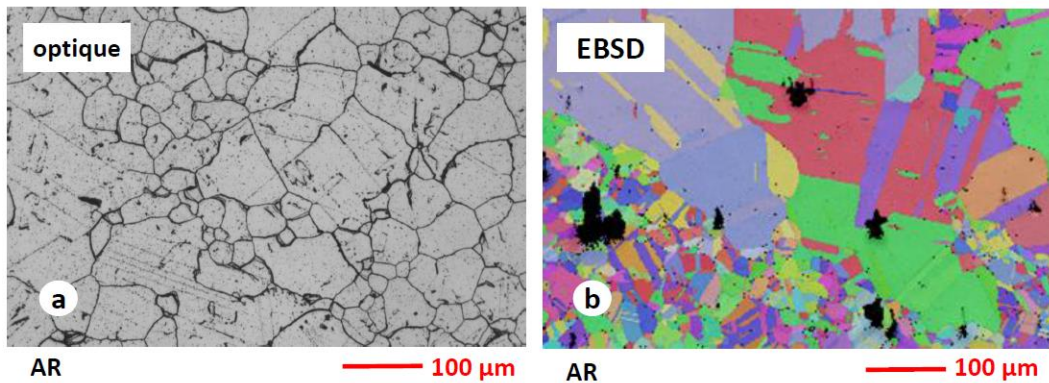
Dans cette partie, la microstructure sera tout d'abord caractérisée à l'état de réception afin de mettre en évidence les paramètres microstructuraux à étudier à savoir la taille de grain et la présence de carbures de chrome. Dans une deuxième partie, l'évolution de ces paramètres au cours du traitement thermique (*pour des températures comprises entre 700°C et 1200°C*) sera étudiée ce qui permettra dans une troisième partie de déterminer les états microstructuraux de référence correspondant à différents traitements thermiques. L'effet de la microstructure sur le comportement mécanique sera par la suite étudié pour ces états microstructuraux de référence dans le chapitre suivant.

## 4.1 Etat de réception

A l'état de réception, la microstructure a été caractérisée par différentes méthodes afin de connaître la taille de grain (taille et distribution), les précipités en présence (composition chimique, fraction surfacique, taux de recouvrement aux joints de grains) et la densité initiale de dislocations ainsi que les structures de dislocations.

### 4.1.1 Taille de grains

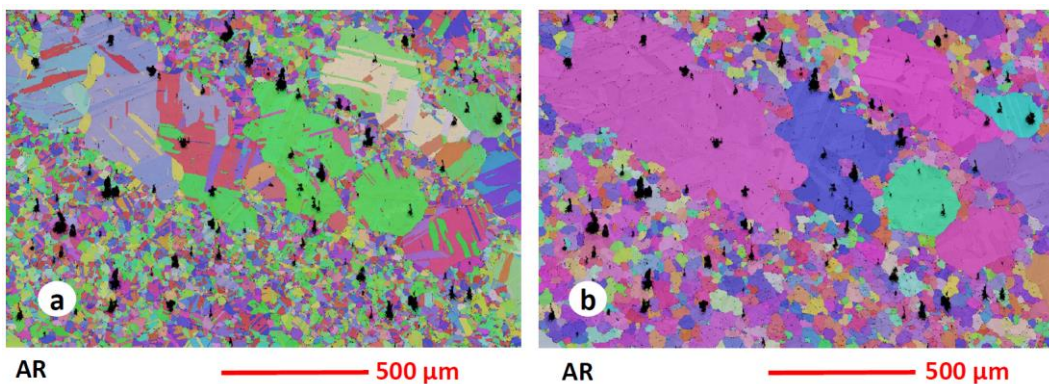
La taille de grain moyenne est comprise entre 30  $\mu\text{m}$  et 50  $\mu\text{m}$  mais avec une forte hétérogénéité (fig. 3.7, §3.4.1). Les valeurs de taille de grains sont similaires à celles obtenues par Venkatesh et Rack (1998) et par Noecker II et Dupont (2009) pour cet alliage qui sont respectivement de 39  $\mu\text{m}$  et de 29  $\mu\text{m}$ . Les grains contiennent également de nombreuses macles et la fraction surfacique des domaines maclés représente environ 80% (fig. 4.1). Le traitement par EBSD permet de reconstruire les grains primaires en représentant les domaines maclés par la même orientation que le grain primaire (fig. 4.2). A réception, la taille moyenne des grains et des zones maclées est respectivement de 43  $\mu\text{m}$  et 17  $\mu\text{m}$  (tableau 4.1).



**Figure 4.1** : microstructure de l'alliage NY690 à l'état de réception après attaque électrolytique en optique (a) et carte EBSD en figure de pôle inverse (IPF Z) (b).

Etat	Taille de grains ( $\mu\text{m}$ )	Taille des domaines maclés ( $\mu\text{m}$ )	Fraction surfacique de domaines maclés (%)
AR	43	17	82

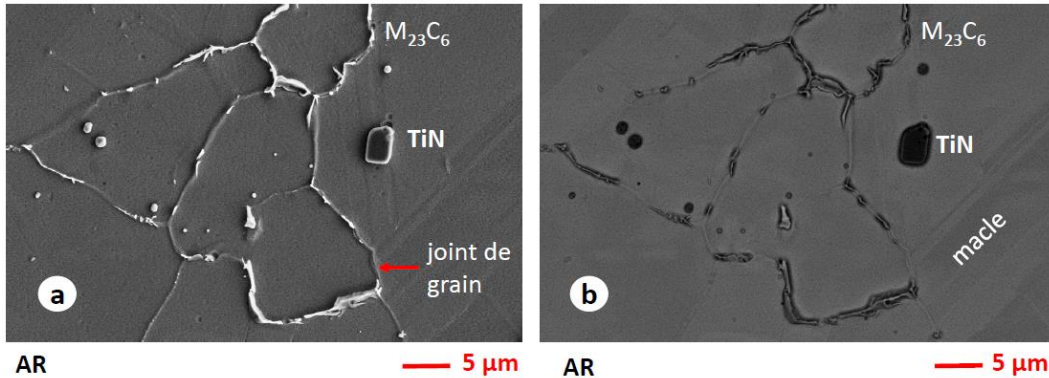
**Tableau 4.1** : caractérisation de la taille de grains et des zones maclées à l'état de réception.



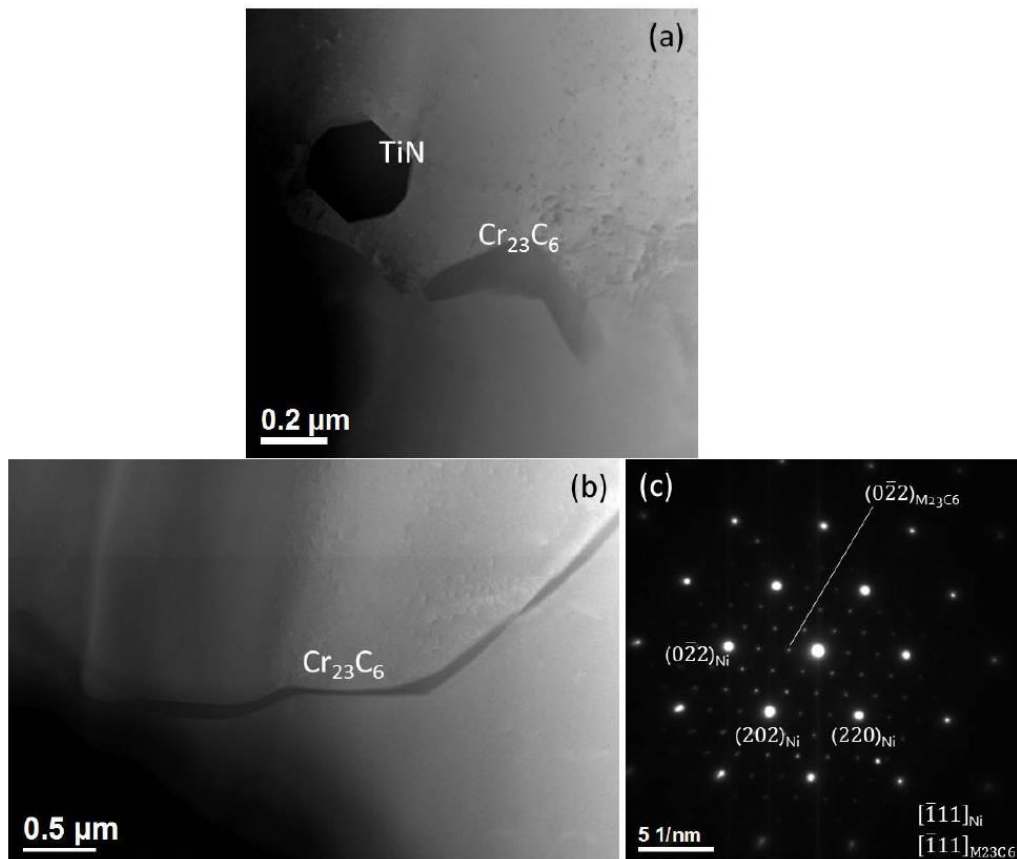
**Figure 4.2** : cartes EBSD en figure de pôle inverse (IPF Z) à l'état de réception (a) Orientations réelles, (b) reconstruction des grains primaires (les domaines maclés sont représentés avec la même orientation que le grain primaire).

#### 4.1.2 Précipités

A l'état de réception, des carbures de chrome de taille grossière (épaisseur de l'ordre du  $\mu\text{m}$ ) sont présents de manière irrégulière aux joints de grains ainsi que des nitrures de titane dont la taille est comprise entre 0.1 et 5  $\mu\text{m}$  (fig. 4.3). Les précipités aux joints de grains ont pu être identifiés comme des carbures de chrome de type  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  partiellement cohérents avec la matrice (fig. 4.4) avec une taille de maille trois fois supérieure à la matrice ce qui est conforme aux résultats de la littérature [Sabot and Stickler (1969), Li *et al.* (2013)]. La plupart des carbures de chrome forment une couche discontinue aux joints de grains tandis que certains sont à l'intérieur des grains et sont de forme sphérique. La fraction surfacique des précipités intergranulaires est de l'ordre de 10% avec un taux de recouvrement des joints de grains de l'ordre de 60%.



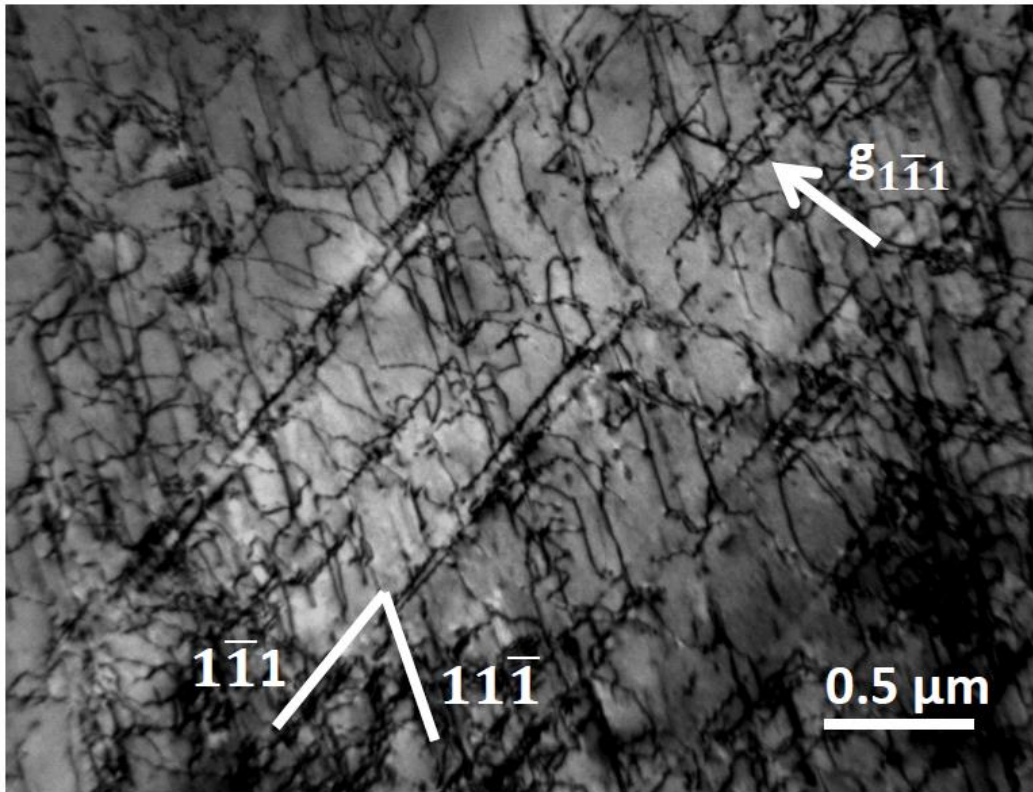
**Figure 4.3** : caractérisation de la précipitation à l'état de réception au MEB en contraste topographique (a) et en contraste chimique (b).



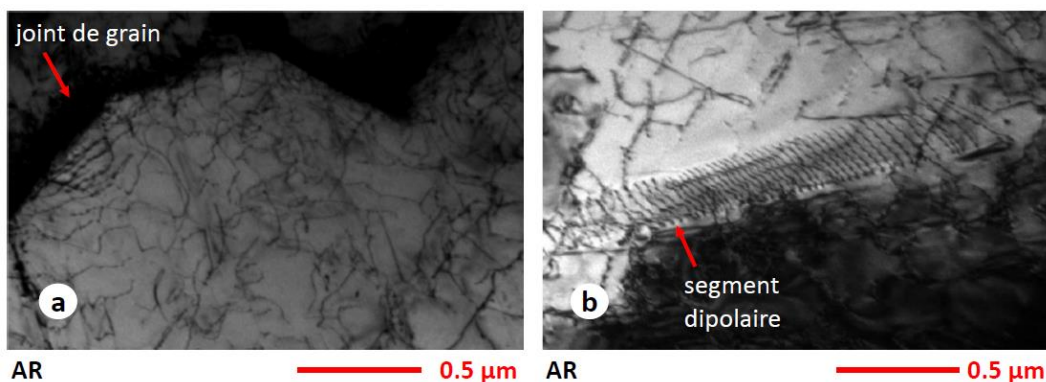
**Figure 4.4** : micrographie au MET HAADF de l'échantillon AR avec la présence de TiN et  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  aux joints de grains (a), film continu de  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  (b), cliché de diffraction de précipités cohérents  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  avec la matrice orientée  $[-111]$  (c).

### 4.1.3 Microstructure de dislocations

Une observation au MET en mode deux ondes (*fig. 4.5*) a permis d'observer la structure des dislocations de l'état de réception. Des bandes de glissement planaire sur les plans  $\{111\}$  ont été observées ainsi que des segments dipolaires caractéristiques des alliages à faible énergie de défaut d'empilement [Li *et al.* (2011)]. Les segments dipolaires sont des arrangements de dislocations causés par le glissement planaire (*fig. 4.6b*). L'accumulation de dislocations est également visible aux joints de grains à l'état de réception (*fig. 4.6a*).



**Figure 4.5** : structures de dislocations à l'état de réception. Les lignes de dislocations sont observées dans les plans  $\{111\}$ .



**Figure 4.6** : microstructures de dislocations au MET en mode deux ondes à l'état de réception : joint de grain (a), segment dipolaire (b).

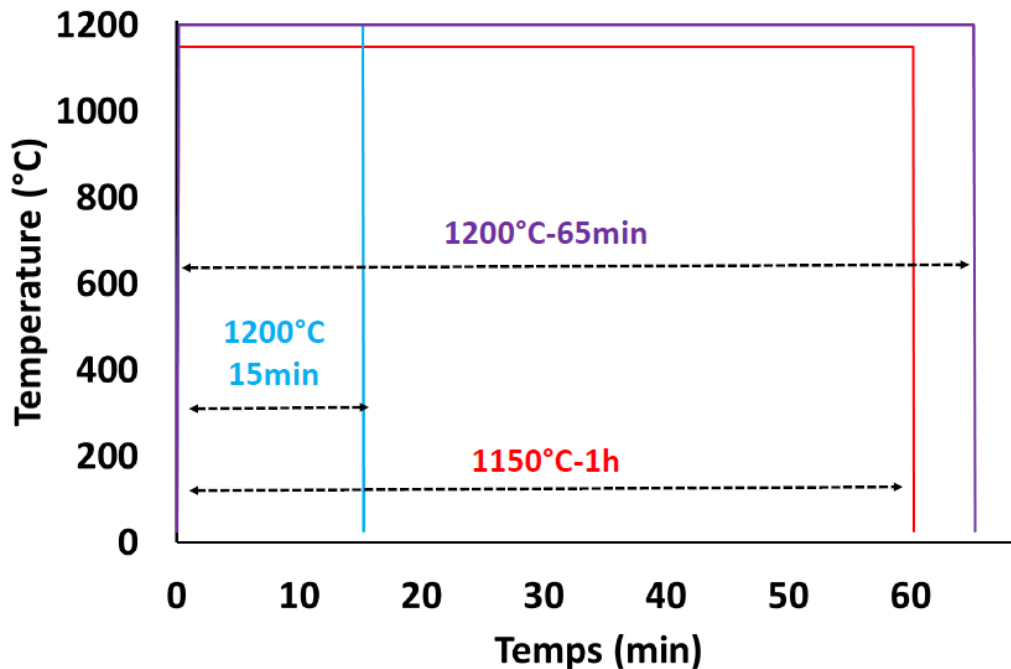
## 4.2 Evolution de la microstructure

### 4.2.1 Taille de grains

Afin d'étudier la cinétique de croissance de grain, des traitements thermiques ont été effectués entre 800°C et 1200°C en utilisant la machine *Gleeble 3500* (cf. section 3.3.2). Aucune croissance de grains n'a été observée en-dessous de 1000°C (maintien de 30 min à 900°C). Trois traitements thermiques ont donc été choisis au-delà de 1000°C afin de caractériser la taille de grain par EBSD dans une large gamme (fig. 4.7). Une large zone des échantillons traités thermiquement a été analysée (entre 6 et 24 mm<sup>2</sup>) afin d'obtenir une distribution de taille de grain représentative de la microstructure (tableau 4.2). La taille de grain est comprise entre 78 µm et 364 µm avec une forte dispersion de la taille de grain quels que soit les échantillons observés (fig. 4.8). Cette caractérisation de la taille de grain par EBSD permettra par la suite de sélectionner les traitements thermiques de référence (cf. section 4.3) afin de caractériser l'effet de la taille de grain sur le comportement mécanique.

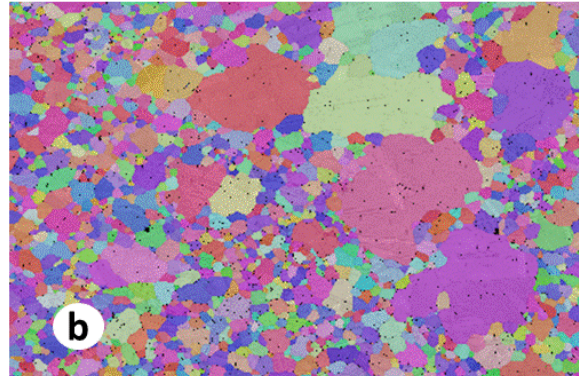
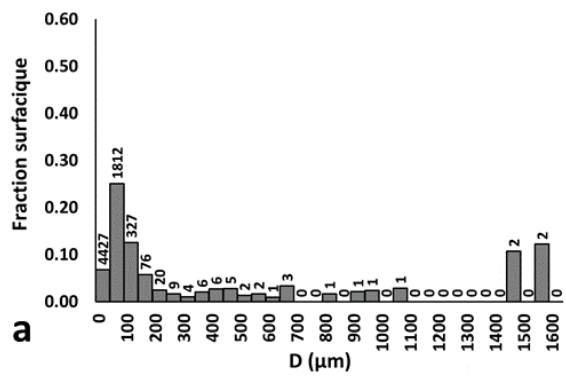
T (°C)	Temps de maintien (min)	Zone analysée (mm <sup>2</sup> )	Taille de grain (µm)
1150	60	24	78
1200	15	17	153
1200	65	6	364

**Tableau 4.2** : caractérisation de la taille de grain par EBSD au cours du traitement thermique (four avec inertage sous argon) pour une taille de grain initiale de 43 µm.



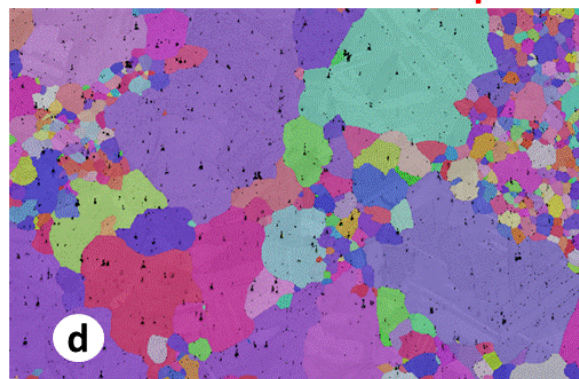
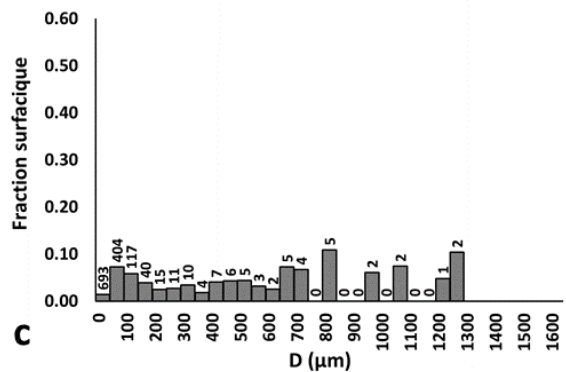
**Figure 4.7** : traitements thermiques réalisés au four pour caractériser l'évolution de la taille de grains.





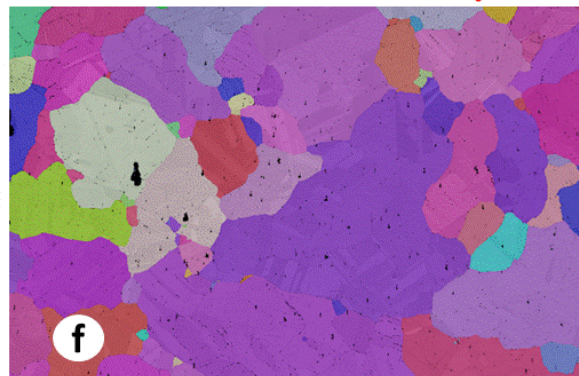
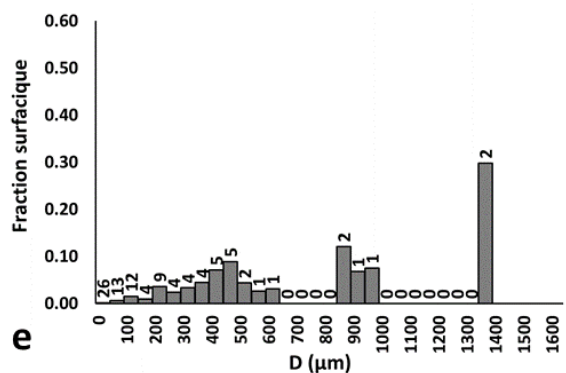
**1150°C-60min N=6708**

**1150°C-60min 500 μm**



**1200°C-15min N=1338**

**1200°C-15min 500 μm**



**1200°C-65min N=96**

**1200°C-65min 500 μm**

**Figure 4.8 :** a) distribution de la taille de grain après 1h à 1150°C, b) carte EBSD IPF Z après 1h à 1150°C, c) distribution de la taille de grain après 15min à 1200°C, d) carte EBSD IPF Z après 15min à 1200°C, e) distribution de la taille de grain après 65min à 1200°C, f) carte EBSD après 65min à 1200°C.

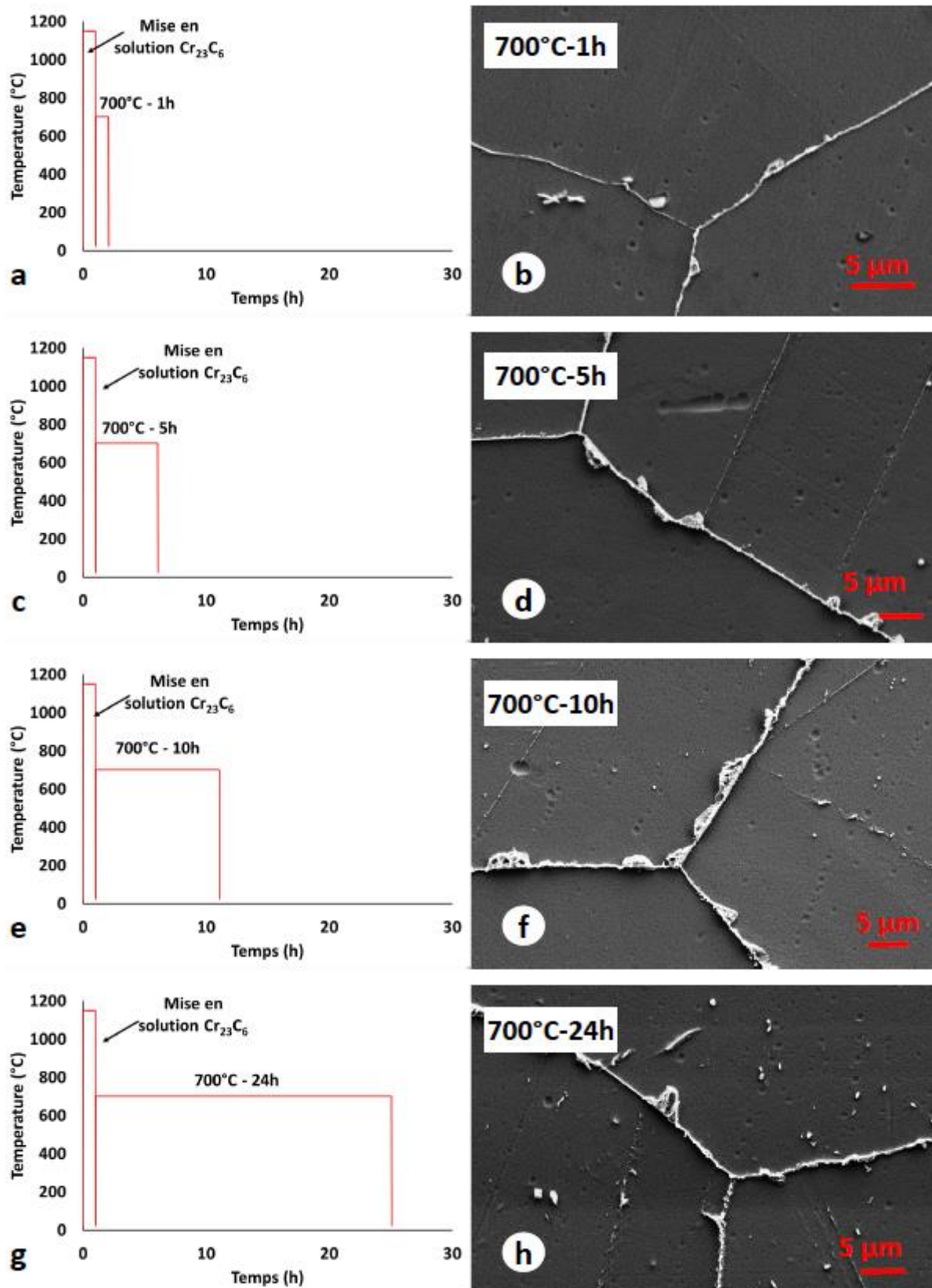
#### 4.2.2 Cinétique de précipitation des carbures de chrome

La cinétique de précipitation des carbures de chrome a été étudiée à 700°C et à 900°C après un traitement thermique préalable de mise en solution à 1150°C pendant 1h (*sous flux d'argon*). La température de 700°C a été choisie car elle permet d'observer les différents types de précipités et elle correspond à la température de début de précipitation de la phase Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. D'après Wang et Gan (2001), la cinétique de précipitation est maximale entre 800°C et 900°C, la cinétique de précipitation a donc été étudiée à 900°C. La cinétique de précipitation dépend à la fois de la fraction de phase de Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> à l'équilibre et de la diffusion chimique des éléments chimiques. La fraction de la phase Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> à l'équilibre diminue fortement à partir de 850°C d'après les calculs effectués à l'aide du logiciel *Thermocalc*.

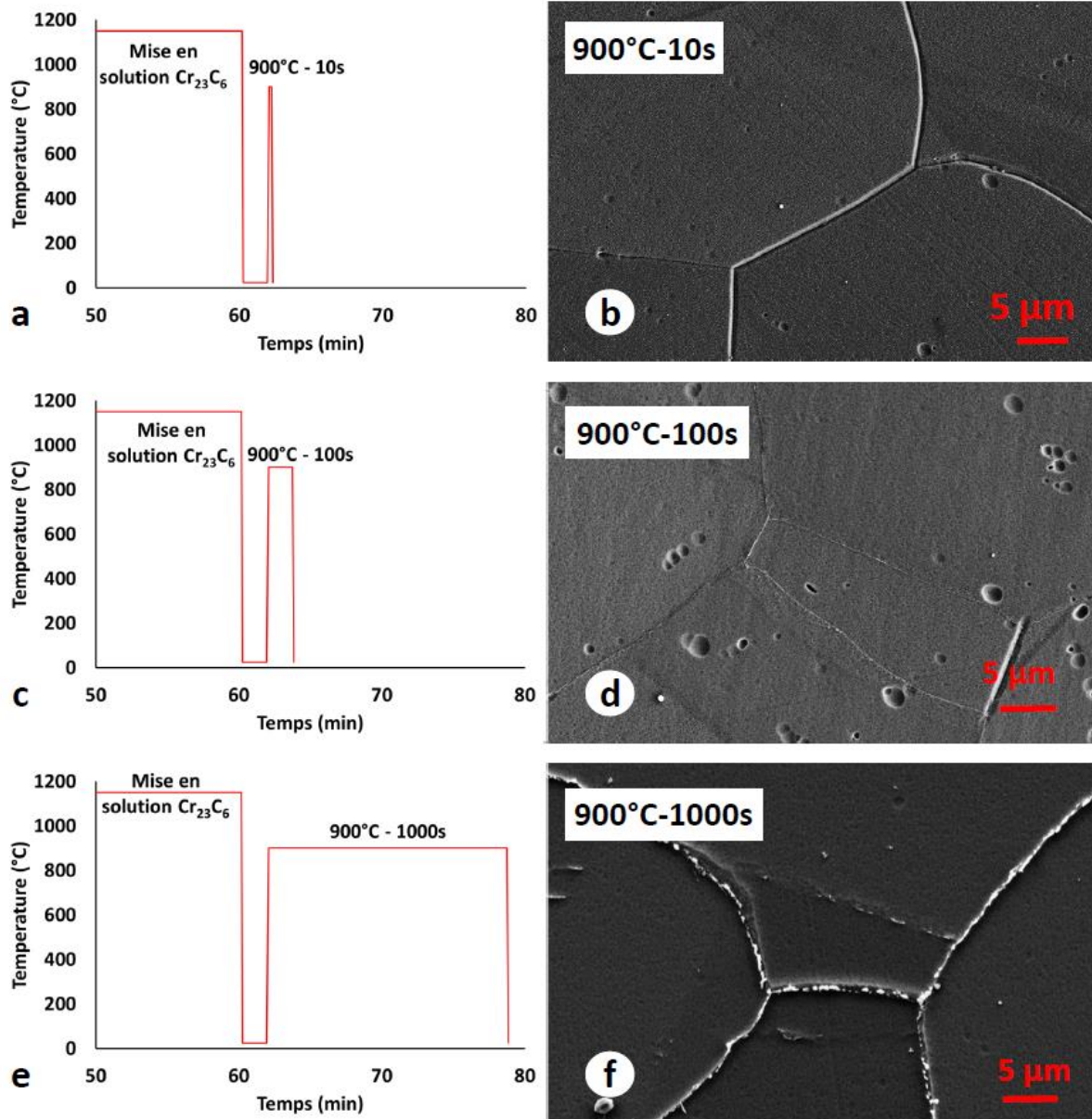
Pour caractériser la cinétique de précipitation à 700°C (*fig. 4.9*) et à 900°C (*fig. 4.10*), les échantillons ont été observés au MEB pour les différents traitements thermiques réalisés au four. Après 1h de traitement thermique à 700°C, un fin ruban de précipités est visible avec de rares précipités plus grossiers (*fig. 4.9b*). Une fine précipitation est observée aux joints de macles après 5h avec quelques précipités plus gros dont la taille est proche de 1 µm (*fig. 4.9d*). Une précipitation discontinue et grossière de carbures de chrome dont la taille semble croître est observée après 10h et 24h (*fig. 4.9f et h*).

Quelques précipités de taille 0.1µm apparaissent durant le traitement thermique de 100 s à 900°C (*fig. 4.10d*). Après 1000 s à 900°C, une précipitation fine et régulière des carbures de chrome est observée aux joints de grains (*fig. 4.10f*). Celle-ci est analogue à celle observée par Wang et Gan (2001) pour l'alliage Ni600 après un traitement thermique de 45 min à 650°C. Cette morphologie en collier diffère complètement de celle observée à l'état de réception et à 700°C qui était grossière et irrégulière.

En conclusion, deux types de précipitation ont été observés et caractérisés après des traitements thermiques à 700°C et à 900°C. Cette caractérisation microstructurale permet maintenant de sélectionner les traitements thermiques adéquats pour caractériser l'influence des carbures de chrome sur le comportement mécanique (*cf. section 4.3*).



**Figure 4.9 :** profils thermiques (a, c, e, g) et caractérisation de l'état de précipitation au MEB (b, d, f, h) à 700°C pour des temps de maintien compris entre 1h et 24h.



**Figure 4.10** : profils thermiques (a, c, e) et caractérisation de l'état de précipitation au MEB (b, d, f) à 900°C pour des temps de maintien compris entre 10 s et 1000 s.

### 4.3 Etats microstructuraux de référence

Afin d'étudier l'influence de la taille de grain et de la présence de carbures de chrome sur le comportement mécanique, plusieurs états microstructuraux de référence sont étudiés. L'influence de la taille de grain sur le comportement mécanique est étudiée en faisant varier la durée et la température de mise en solution. Ces états microstructuraux sont notés SS (*solid solution*) et la taille de grain est par ailleurs indiquée (*tableau 4.3*). Pour caractériser l'influence de la présence des carbures de chrome, un traitement thermique à 900°C pendant 1000 s est effectué, précédé d'une mise en solution des carbures de chrome à 1150°C pendant 1 h (*tableau 4.3*). Cet état microstructural sera noté par la suite FP (*fully precipitated*) dont la taille de grain est très proche de l'échantillon SS (90  $\mu\text{m}$ ). Le traitement thermique FP permet d'obtenir une précipitation fine et régulière aux joints de grain (§ 4.2.2) identique à celle obtenue par Wang and Gan (2001) pour l'Inconel 600. Cette morphologie de précipitation est susceptible d'être observée au cours du soudage d'où l'intérêt d'étudier son influence sur le comportement mécanique. L'influence de la microstructure sur le comportement en chargement monotone sera étudiée à 25°C et à 750°C dans le but d'identifier les paramètres microstructuraux à prendre en compte pour modéliser le comportement mécanique (§ 5.1.2).

Pour quantifier la cinétique de restauration statique dont les résultats seront présentés dans la section 5.3.2, un traitement thermique préalable à 800°C pendant 24h est effectué sur toutes les éprouvettes afin de restaurer l'alliage sans pour autant accroître la taille de grain. En effet, la cinétique de restauration statique dépend la déformation plastique cumulée antérieure d'où la nécessité d'imposer un traitement thermique préalable à toutes les éprouvettes avant la réalisation d'essais de traction et des traitements thermiques.

Référence	Traitement thermique	Essais de traction à rupture	Essais de traction	Densité initiale de dislocations ( $\text{m}^{-2}$ )
AR (50 $\mu\text{m}$ )		25°C (triplé)	25°C, 750°C	$3 \times 10^{13}$
SS (75 $\mu\text{m}$ )	AR + 1150°C-15min <sup>a</sup>		25°C, 750°C	$1.5 \times 10^{13}$
SS (90 $\mu\text{m}$ )	AR + 1150°C-1h <sup>b</sup>	25°C (triplé)	25°C, 750°C	$1.5 \times 10^{13}$
SS (340 $\mu\text{m}$ )	AR + 1200°C-90min <sup>a</sup>		25°C, 750°C	$1.5 \times 10^{13}$
FP (105 $\mu\text{m}$ )	AR + 1150°C-1h + 900°C-1000s <sup>b</sup>	25°C (triplé)	25°C, 750°C	$1.5 \times 10^{13}$

**Tableau 4.3** : états microstructuraux de référence pour caractériser l'influence de la taille de grain et de la présence des carbures de chrome sur le comportement mécanique en traction monotone.

<sup>a</sup> : traitement thermique réalisé une fois en utilisant un four avec inertage sous argon

<sup>b</sup> : traitement thermique réalisé trois fois en utilisant la machine Gleeble

Pour étudier l'influence de la taille de grain sur la limite d'élasticité et sur le comportement en chargement cyclique, les traitements thermiques ont été modifiés afin d'obtenir trois tailles de grain très différentes (*tableau 4.4*). Afin de caractériser finement l'effet de la taille de grain, une large zone des échantillons (6 à 24  $\text{mm}^2$ ) a été analysée par EBSD (*cf. section 4.2.1*). Par ailleurs, des éprouvettes plus massives (de diamètre  $d_0 = 10 \text{ mm}$ ) qu'en traction ( $d_0 = 6 \text{ mm}$ ) sont utilisées afin d'obtenir une

réponse mécanique représentative de la taille de grain étudiée. Compte tenu de la taille des éprouvettes et du protocole de traitement thermique utilisé (§ 3.3.1), les valeurs de taille de grain diffèrent un peu de celles obtenues précédemment (tableau 4.3). Ces traitements thermiques permettront de mettre en évidence l'effet de la taille de grain et de la présence de carbures de chrome sur le comportement cyclique à 25°C et à 750°C (§ 5.2.2).

Référence	Traitement thermique au four	Essais cycliques	Densité initiale de dislocations (m <sup>-2</sup> )
AR (50 µm)		25°C, 750°C	1.0 × 10 <sup>13</sup>
SS (78 µm)	AR + 1150°C-1h	25°C, 750°C	6.0 × 10 <sup>12</sup>
SS (153 µm)	AR + 1200°C-15 min	25°C, 750°C	6.0 × 10 <sup>12</sup>
SS (364 µm)	AR + 1200°C-65 min	25°C	6.0 × 10 <sup>12</sup>
FP (78 µm)	AR + 1150°C-1h + 900°C-1000s	25°C, 750°C	6.0 × 10 <sup>12</sup>

**Tableau 4.4 :** états microstructuraux de référence pour caractériser l'influence de la taille de grain et de la présence des carbures de chrome sur la limite d'élasticité et sur le comportement en chargement cyclique.

#### 4.4 Synthèse

Dans ce chapitre, les caractérisations microstructurales réalisées ont permis :

- de caractériser par microscopie optique et par EBSD l'alliage NY690 à l'état de réception afin de déterminer une valeur moyenne de taille de grain (50 µm) ainsi que la taille et la fraction surfacique des domaines maclés
- d'identifier la présence de carbures de chrome de type Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> à l'état de réception principalement localisés aux joints de grains avec une fraction surfacique de l'ordre de 10% et avec un taux de recouvrement de l'ordre de 60%
- d'observer la structure des dislocations de l'état de réception qui est constituée de bandes de glissement planaires sur les plans {111}
- de caractériser l'évolution de la taille de grain au-delà de 1000°C
- de caractériser la cinétique de précipitation des carbures de chrome à 700°C et à 900°C et de montrer que la précipitation est grossière et discontinue à 700°C après 10h et 20h tandis que celle-ci est fine et régulière après 17 min à 900°C
- de définir des états microstructuraux de référence pour l'étude de l'influence de la taille de grain et de la présence de carbures de chrome sur le comportement mécanique en chargement monotone et en chargement cyclique

## 5. Comportement mécanique de l'alliage NY690

Dans ce chapitre, le comportement mécanique de l'alliage NY690 est étudié dans des conditions représentatives du procédé de soudage c'est-à-dire dans une large gamme de température (de 25°C à 1000°C) et pour une vitesse de déformation comprise entre  $10^{-4}$  et  $4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Compte du chargement thermomécanique complexe occasionné par le soudage notamment dans la zone affectée thermiquement, les essais mécaniques sont réalisés aussi bien en chargement monotone qu'en chargement cyclique. Les paramètres microstructuraux qui sont susceptibles d'évolutions au cours du soudage sont la densité de dislocations, la taille de grain et la fraction volumique de carbures de chrome. L'influence de la taille de grain et de la présence de carbures de chrome sur le comportement mécanique est étudiée à 25°C et à 750°C aussi bien en chargement monotone qu'en chargement cyclique. En effet, dans le but de pouvoir identifier une loi de comportement dépendante de la microstructure, il est nécessaire de caractériser l'influence de la microstructure à température ambiante et à chaud. L'influence de la microstructure initiale et de la vitesse de déformation a été étudiée à 750°C car c'est à partir de cette température que les propriétés mécaniques de l'alliage NY690 évoluent fortement (§ 5.1.1.2). En effet, c'est à partir de 750°C pour les alliages de nickel que la restauration débute pour des temps de maintien supérieurs à 100 s [Sakai *et al.* (1988)].

## 5.1 Comportement mécanique en chargement monotone

Dans cette section, l'influence de la vitesse de déformation et de la température sur le comportement en traction (limite d'élasticité, écrouissage) a été caractérisée entre 25°C et 1000°C à l'état de réception (§ 5.1.1). L'essai de traction est toujours réalisé après un chauffage à 25°C/s jusqu'à la température de consigne et après un maintien de 10 s (*afin d'éviter notamment un dépassement de la température de consigne en début d'essai*). Le 1<sup>er</sup> objectif est de quantifier plus particulièrement l'effet de la température et de la vitesse de déformation sur les mécanismes d'écrouissage et de restauration. En effet, la vitesse de déformation joue un rôle important sur ces mécanismes [Zener et Hollomon (1944), Estrin (2007)]. Ceci est effectué dans le but d'identifier une loi de comportement incluant la température, la vitesse de déformation et les paramètres microstructuraux clés et pouvant être utilisée pour la simulation numérique du procédé de soudage. Le chapitre précédent a montré que les paramètres microstructuraux clés étaient la taille de grain, la présence de carbures de chrome et la densité de dislocations. Le 2<sup>ème</sup> objectif est donc de caractériser l'influence de la taille de grain et la présence de carbures de chrome sur le comportement mécanique.

L'influence de la taille de grain sur le comportement en traction est quantifiée à 25°C et à 750°C pour une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (§ 5.1.2) qui correspond à celle qui est observée lors du soudage. En effet, les travaux de Sinclair *et al.* (2006) montre que la taille de grain a une influence sur l'écrouissage isotrope particulièrement lorsque celle-ci est inférieure à 50 µm. L'objectif est donc de savoir si l'effet de la taille de grain sur l'écrouissage isotrope est négligeable pour des valeurs de taille de grain supérieures à 50 µm et pour l'alliage NY690. Dans la gamme de température étudiée (25°C-1000°C), la croissance de grains est négligeable d'après les résultats de Diano *et al.* (1989) du fait de l'ancrage des joints de grains par les carbures de chrome [Noecker II et Dupont (2009)]. L'effet de la taille de grain sur la limite d'élasticité [Hall (1951), Petch (1953)] est également quantifié. L'influence de la taille de grain sur la limite d'élasticité et sur l'écrouissage isotrope à chaud est relativement méconnue d'où l'intérêt de quantifier leurs effets également à 750°C. Cette température a été définie à partir de la caractérisation mécanique de l'alliage NY690 en fonction de la température (§ 5.1.1.2). L'influence de la taille de grain a été étudiée pour une valeur moyenne comprise entre 75 µm et 340 µm correspondante à la gamme de variation observée lors du soudage [Noecker II et Dupont (2009)].

L'effet de la présence de carbures de chrome aux joints de grain est également étudié à 25°C et à 750°C pour une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (§ 5.1.2) car la fraction volumique et la morphologie des carbures de chrome peuvent évoluer lors du soudage (§ 4.2.2). L'état de précipitation de carbures de chrome choisi est celui qui est susceptible d'avoir le plus d'influence sur le comportement mécanique (§ 4.3). L'impact de la présence de carbures de chrome Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> sur la limite d'élasticité, les caractéristiques à rupture et sur l'écrouissage est relativement méconnu pour cet alliage NY690. Il est nécessaire de quantifier l'effet de la présence de carbures de chrome sur le comportement mécanique.

Enfin, le 3<sup>ème</sup> objectif est de quantifier la cinétique de restauration statique après des traitements thermiques allant de 650°C à 900°C (*pour des temps de maintien compris entre 10 et 10 000 s*) en suivant la même méthodologie que Luton *et al.* (1980). La cinétique de restauration statique est étudiée après une faible déformation à 25°C ( $\varepsilon = 0.04$ ) correspondante au niveau de déformation observée pour quelques cycles de soudage. La cinétique de restauration statique est liée à l'évolution de la densité de dislocations en l'absence de sollicitations mécaniques. Cette étude permet aussi une décomposition de l'effet du temps de maintien et de la vitesse de déformation sur les mécanismes de restauration (§5.3.2).

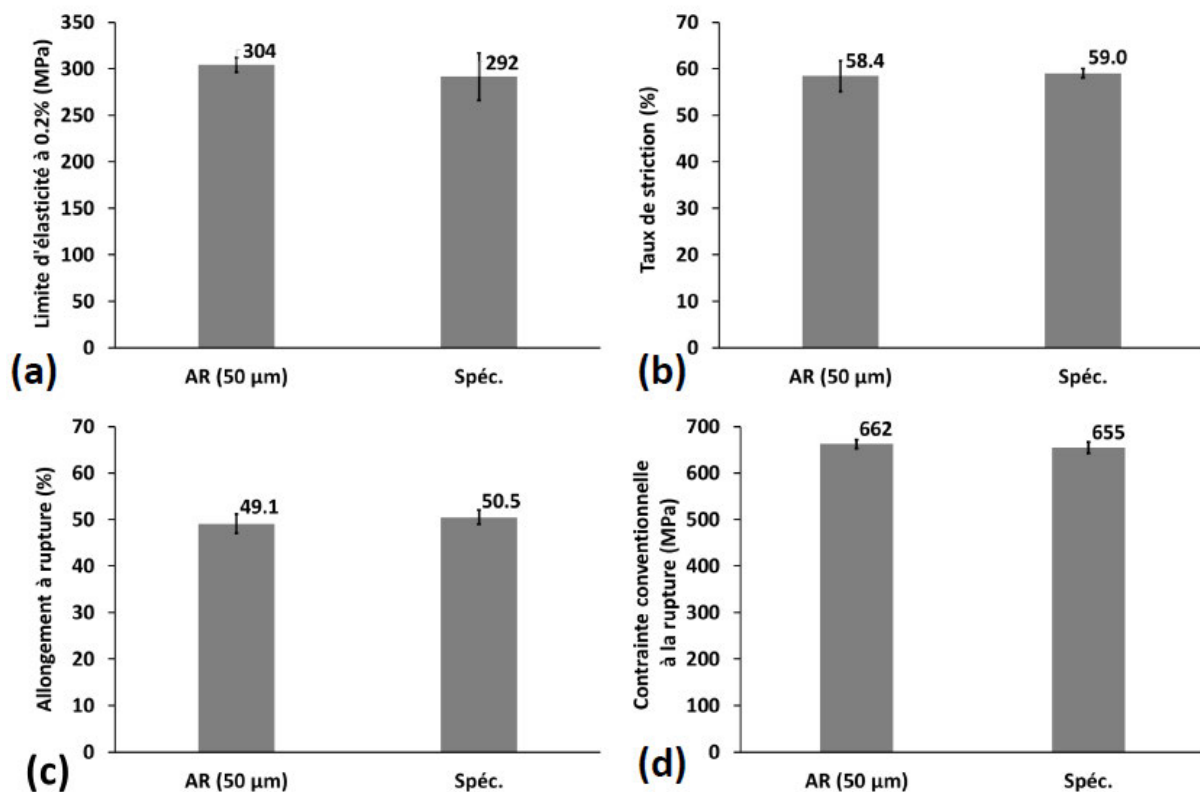


### 5.1.1 Comportement mécanique à l'état de réception

Avant d'étudier l'influence de la microstructure sur le comportement en traction, l'alliage NY690 a tout d'abord été caractérisé à l'état de réception afin de déterminer les différents régimes d'érouissage en fonction de la température et de la vitesse de déformation. Les caractéristiques à rupture ont également été déterminées et comparées avec les spécifications du certificat de l'alliage NY690 à l'état de réception.

#### 5.1.1.1 Caractéristiques de l'alliage NY690 à 25°C

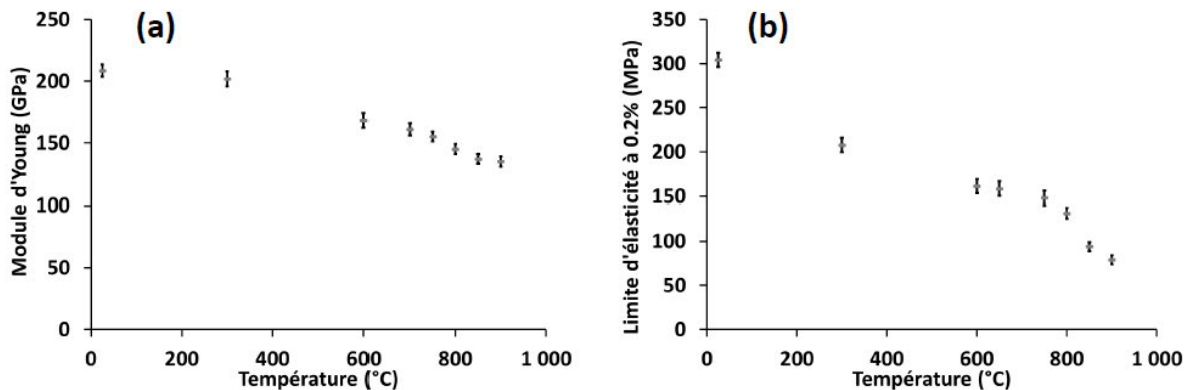
La limite d'élasticité de l'alliage NY690 à réception est de 300 MPa à 25°C (fig. 5.1.a), celle-ci est cohérente avec celle du certificat (266 à 317 MPa). Le taux de striction, l'allongement à rupture et la contrainte conventionnelle à rupture sont déterminés (cf. section 3.5.3 et 3.5.7) en réalisant trois fois les essais de traction à rupture. Cet alliage est très ductile comme c'est le cas pour les alliages de nickel non durcis par la précipitation, donnant une très bonne aptitude au soudage (§ 2.1.4). Les caractéristiques à rupture sont également conformes aux spécifications du certificat (fig. 5.1).



**Figure 5.1** : caractéristiques à l'état de réception à 25°C et à une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  : limite d'élasticité à 0.2%, b) taux de striction, c) allongement en rupture, d) contrainte conventionnelle à rupture.

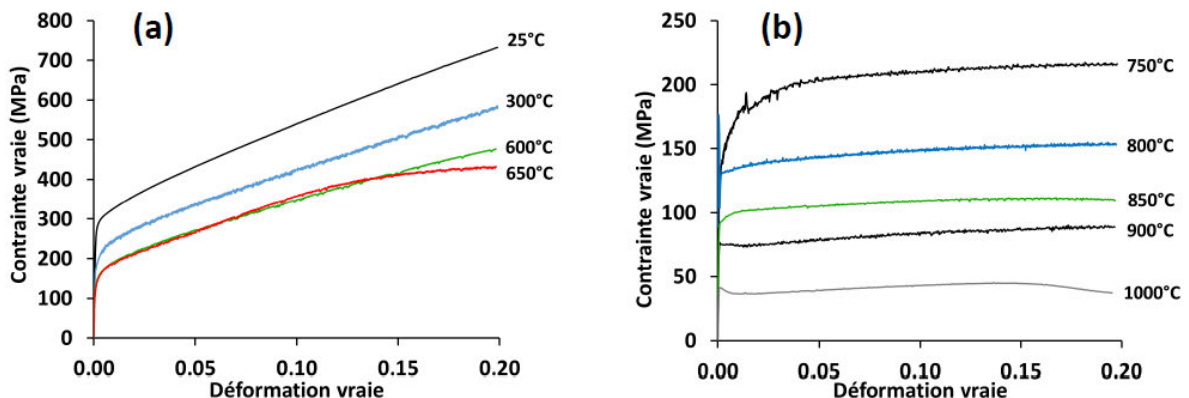
### 5.1.1.2 Influence de la température

L'influence de la température a été étudiée sur le comportement en traction de 25°C à 1100°C à une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à l'état de réception. La valeur de limite d'élasticité à 0.2% diminue significativement de 300 MPa à 25°C à 200 MPa à 300°C. Celle-ci diminue faiblement entre 300°C (206 MPa) et 750°C (150 MPa) pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  puis diminue fortement au-delà de 750°C (fig. 5.2b). L'effet de la température sur la limite d'élasticité sera discuté le chapitre suivant (§ 6.1.3). Le module de Young est également déterminé en fonction de la température ce qui est nécessaire pour exploiter les courbes de traction et modéliser le comportement mécanique (fig. 5.2a).



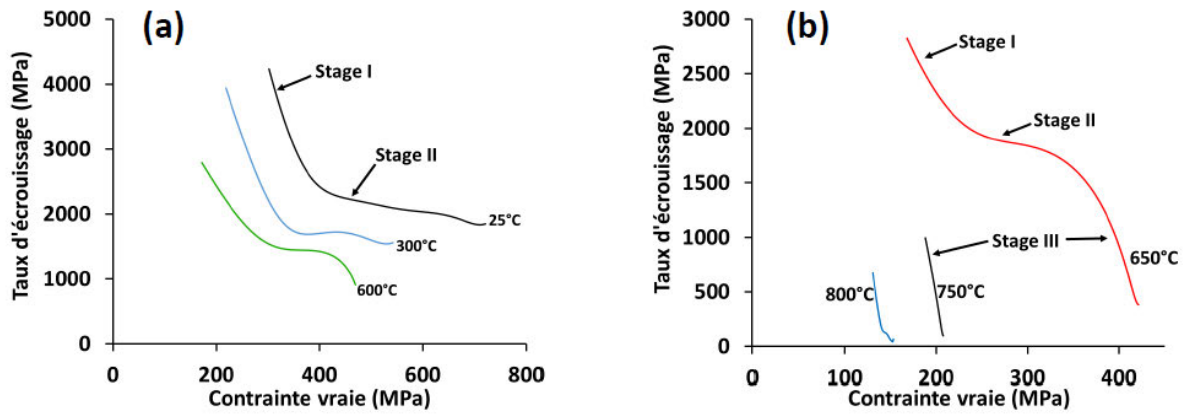
**Figure 5.2 :** évolution du module de Young (a) de la limite d'élasticité à 0.2% en fonction de la température à une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , à l'état de réception.

De 25°C à 600°C, l'écouissage est relativement linéaire excepté en tout début de déformation (fig. 5.3a). Un régime stationnaire est atteint à partir de 650°C pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . A partir de 800°C, le comportement mécanique est presque parfaitement viscoplastique avec un faible écouissage (fig. 5.3b).



**Figure 5.3 :** courbes contrainte vraie – déformation vraie à une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  de 25°C à 650°C (a) et de 750°C à 1000°C (b), à l'état de réception.

Entre 25°C et 600°C, l'évolution du taux d'écouissage montre deux régimes (fig. 5.4). Le premier régime est caractérisé par un taux d'écouissage élevé qui diminue rapidement jusqu'à 2000 MPa. Dans le deuxième régime, le taux d'écouissage est à peu près constant pour une déformation supérieure à 0.02. Entre 500°C et 700°C, la limite d'élasticité et le taux d'écouissage évoluent peu si bien que le comportement mécanique est relativement proche à 600°C et à 650°C. Cependant, un troisième régime apparaît à 650°C au cours duquel le taux d'écouissage diminue linéairement en fonction de la contrainte, cela peut être attribué au début de la restauration dynamique [Venkatesh et Rack (1998)].



**Figure 5.4** : courbes d'écroûissage entre 25°C et 600°C (a) et entre 650°C et 800°C (b) à une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{s}^{-1}$  à l'état de réception.

### 5.1.1.3 Influence de la vitesse de déformation

#### Influence de la vitesse de déformation à 25°C

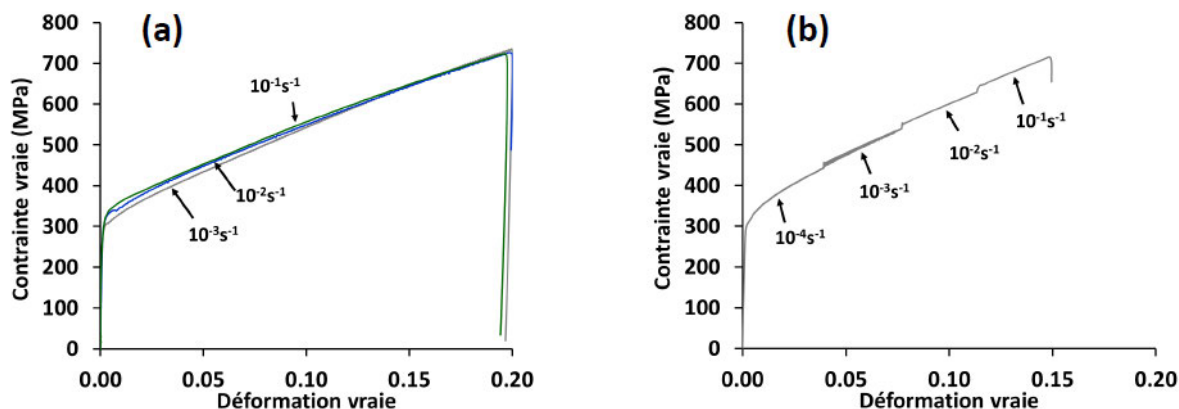
Les courbes contrainte – déformation en compression sont présentées en figure 5.5a en fonction de la vitesse de déformation. Le coefficient de sensibilité à la vitesse est relativement faible à 25°C dans le régime quasi-statique et peut être défini par la relation suivante :

$$\lambda = \left. \frac{\partial(\ln \sigma)}{\partial(\ln \dot{\epsilon}_p)} \right|_{\epsilon, T} \quad (5.1)$$

Le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation diminue faiblement en fonction de la déformation plastique à 25°C (*tableau 5.1*). Dans les essais de saut de vitesse de déformation (*fig. 5.5b*), l'augmentation de contrainte est d'environ 10 MPa à chaque saut de vitesse. L'influence de la vitesse de déformation (de  $10^{-4} \text{s}^{-1}$  à  $10^{-2} \text{s}^{-1}$ ) sur la limite d'élasticité et sur le taux d'écroûissage peut donc être négligée à 25°C

Déformation plastique	0.03	0.05	0.10	0.15
$\lambda$	0.010	0.011	0.005	0.001

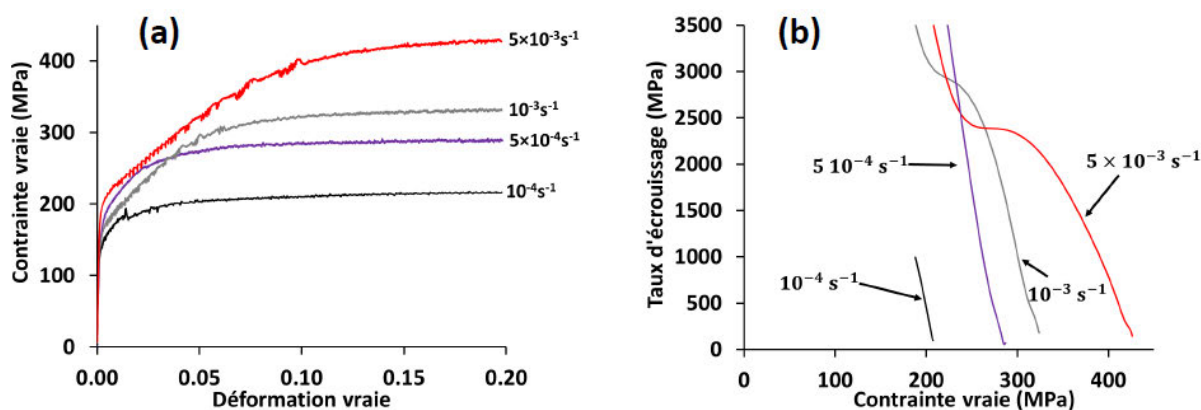
**Tableau 5.1**: valeur de coefficient de sensibilité à la vitesse en fonction de la déformation plastique.



**Figure 5.5 :** courbes contrainte – déformation en compression (a) et essais de saut de vitesse en traction (b).

### ***Influence de la vitesse de déformation à 750°C***

Du fait des incertitudes de mesure à l'état de réception dues aux hétérogénéités microstructurales, il est difficile de quantifier précisément l'effet de la vitesse de déformation sur la limite d'élasticité. La vitesse de déformation semble néanmoins avoir une faible influence sur la limite d'élasticité à 0.2% mais celle-ci a une influence significative sur l'écrouissage et sur la contrainte en régime stationnaire à 750°C (fig. 5.6a). En effet, la contrainte en régime stationnaire est de 205 MPa à une vitesse de déformation de  $10^{-4} s^{-1}$  et elle est de 435 MPa à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-3} s^{-1}$ . Par ailleurs, seul le troisième régime de déformation apparaît à la plus faible vitesse de déformation. Les régimes I et II sont présents pour les vitesses de déformation de  $10^{-3}$  et  $5 \times 10^{-3} s^{-1}$ . Cela montre l'effet important de la vitesse de déformation sur les mécanismes de la déformation plastique (fig. 5.6b).

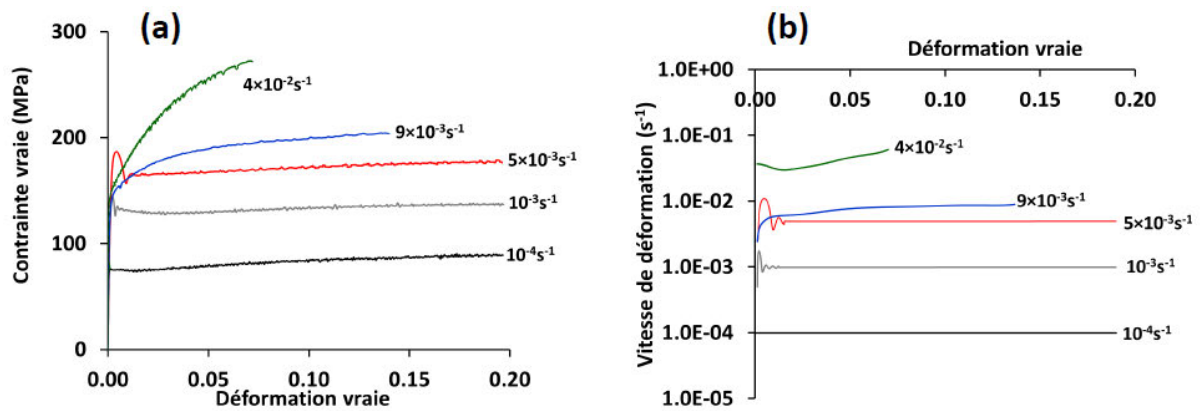


**Figure 5.6 :** courbes contrainte – déformation (a) et courbes d'écrouissage (b) à 750°C en fonction de la vitesse de déformation à l'état de réception.

### ***Influence de la vitesse de déformation à 900°C***

L'écrouissage est relativement faible à 900°C et la contrainte dépend principalement de la vitesse de déformation. Une variation anormale de la contrainte apparaît au début de la déformation plastique, particulièrement à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-3} s^{-1}$  (fig. 5.7a). Ces oscillations sont clairement causées par une variation de la vitesse de déformation au début de l'essai de traction, comme le montre la figure 5.7b (§ 3.5.7). A une vitesse de déformation de  $9 \times 10^{-3} s^{-1}$ ,

l'augmentation de la contrainte est également une conséquence de l'augmentation de la vitesse de déformation. L'érouissage est seulement significatif à une vitesse de déformation de  $4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  ce qui met en évidence l'effet combiné de la température et de la vitesse de déformation qu'il faudra par la suite prendre en compte pour la modélisation du comportement mécanique (cf. § 6.1).



**Figure 5.7** : courbes contrainte – déformation en fonction de la vitesse de déformation (a) et calcul de la vitesse de déformation plastique (b) à 900°C.

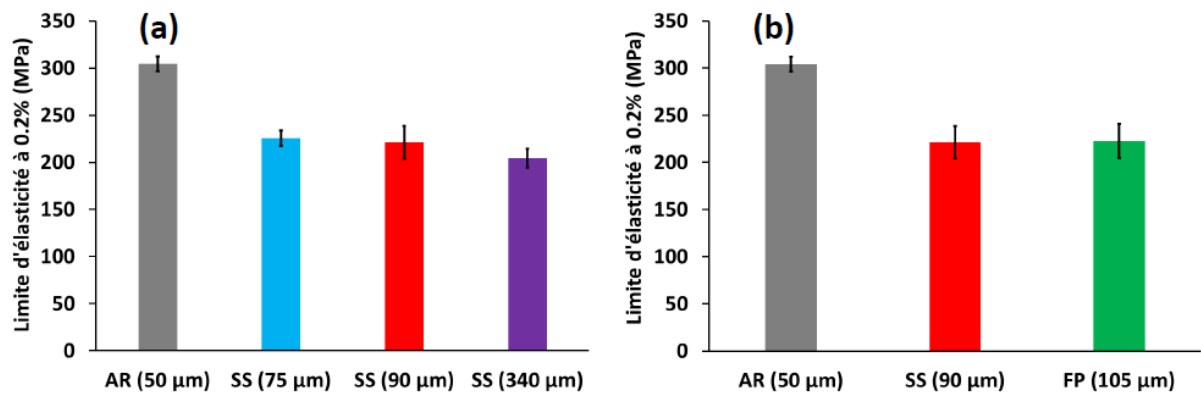
### 5.1.2 Influence de la microstructure

L'influence de la taille de grain et de la présence de carbures de chrome sur le comportement en traction monotone a été étudiée à 25°C et à 750°C pour une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  afin de quantifier leurs effets sur la limite d'élasticité et sur l'érouissage. Des essais de traction à rupture ont également été réalisés afin de mettre en évidence un éventuel effet des carbures de chrome sur les caractéristiques à rupture.

#### a) Effets de la microstructure sur la limite d'élasticité

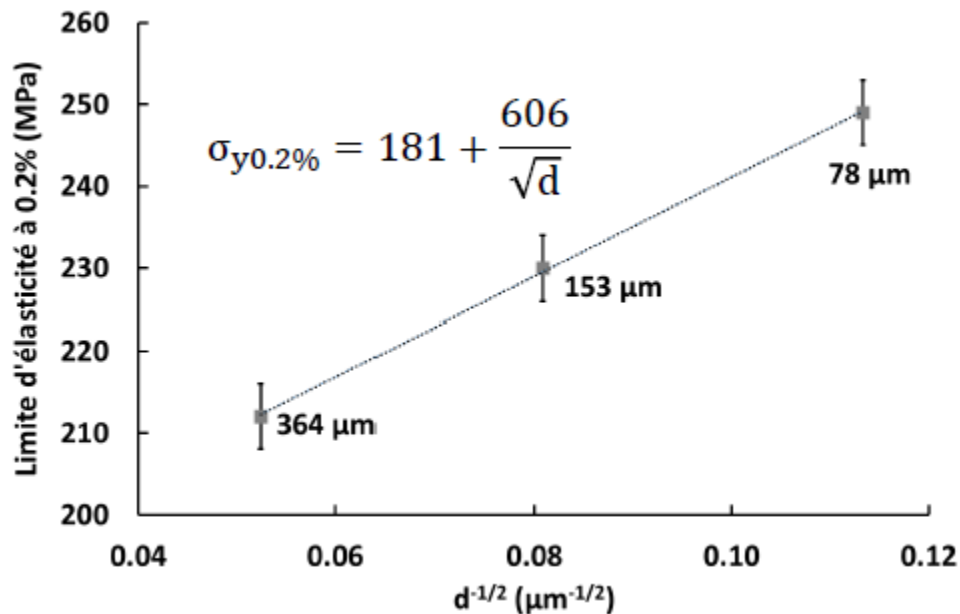
L'influence de la taille de grain sur la limite d'élasticité à 25°C est relativement faible (*pour une taille de grain moyenne supérieure à 75  $\mu\text{m}$* ) avec une constante de Hall-Petch estimée à  $0.61 \text{ MN} \cdot \text{m}^{-3/2}$  (figs. 5.8 et 5.9). Pour le nickel pur polycristallin, la constante de Hall-Petch est de  $0.16 \text{ MN} \cdot \text{m}^{-3/2}$  d'après Thompson (1975). D'après Shaw *et al.* (2008), cette différence est due à l'effet de durcissement par solution solide.

La limite d'élasticité plus élevée pour l'échantillon AR s'explique surtout par une densité de dislocation initiale de dislocations plus élevée. Celle-ci est en effet estimée à  $3 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$  pour l'échantillon AR (cf. §4.1.3) et à  $1.5 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$  pour les échantillons FP et SS. Les carbures de chrome n'ont clairement aucun effet sur la limite d'élasticité du fait de leur taille grossière et de leur position aux joints de grains (fig. 5.8b). La limite d'élasticité dépend donc principalement de la densité initiale de dislocations.

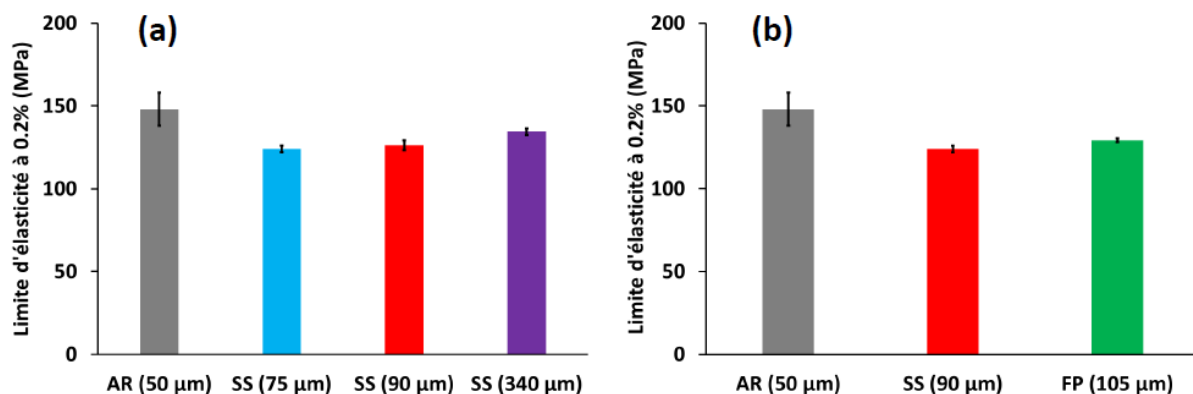


**Figure 5.8** : effet de la taille de grain (a) et de la précipitation des carbures de chrome (b) sur la limite d'élasticité à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  et à 25°C.

Il est important de noter la dispersion significative de la limite d'élasticité (*fig. 5.8a*) qui est principalement due aux hétérogénéités de taille de grain aussi bien pour les échantillons AR que pour les échantillons SS et FP (§4.1.1 et §4.2.1). Afin de mieux quantifier l'effet de la taille de grain sur la limite d'élasticité, d'autres essais mécaniques ont été effectués à 25°C (§3.5.6 et § 4.3) à partir d'éprouvettes plus massives et avec une mesure de la déformation sur 25 mm (*fig. 5.9*). A 750°C, la limite d'élasticité est peu dépendante de la taille de grain pour des valeurs moyennes comprises entre 75 μm et 340 μm (*tableau 5.3 et fig. 5.10a*). De même, la présence de carbures de chrome n'occasionne aucune modification de la limite d'élasticité à 750°C (*fig. 5.10b*). Par ailleurs, l'incertitude de mesure sur la limite d'élasticité pour les échantillons SS et FP est relativement faible à cette température.



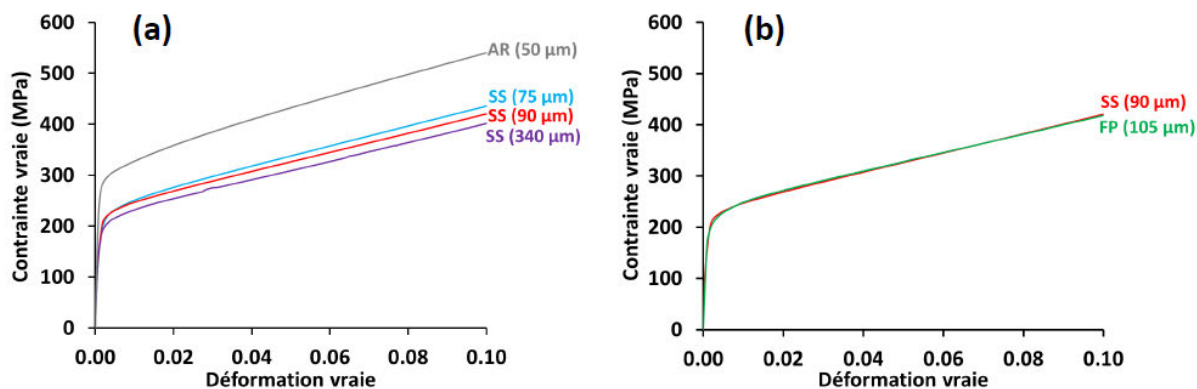
**Figure 5.9** : détermination de la constante de Hall-Petch à 25°C pour des valeurs moyennes de taille de grain comprises entre 78 μm et 364 μm.



**Figure 5.10** : effet de la taille de grain (a) et de la précipitation des carbures de chrome (b) sur la limite d'élasticité à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et à  $750^\circ\text{C}$ .

### b) Effets de la microstructure sur l'érouissage

La figure 5.11 montre un très faible effet de la taille de grain sur l'érouissage en traction simple. Une plus grande taille de grain provoque une légère diminution du taux d'érouissage à  $25^\circ\text{C}$  (tableau 5.2) du fait de leur taille grossière tel que mentionné par Sinclair *et al.* (2006). Le taux d'érouissage moyen diminue faiblement de 2065 MPa pour l'échantillon AR à 1900 MPa pour l'échantillon SS (340 μm). L'érouissage est relativement linéaire après une déformation de 0.02 et plus particulièrement pour les échantillons SS et FP. La présence de carbures de chrome aux joints de grain n'a pas d'effet sur l'érouissage en chargement monotone (*fig. 5.11b*). En effet, les courbes contrainte – déformation des échantillons SS (90 μm) et FP (105 μm) sont rigoureusement identiques.

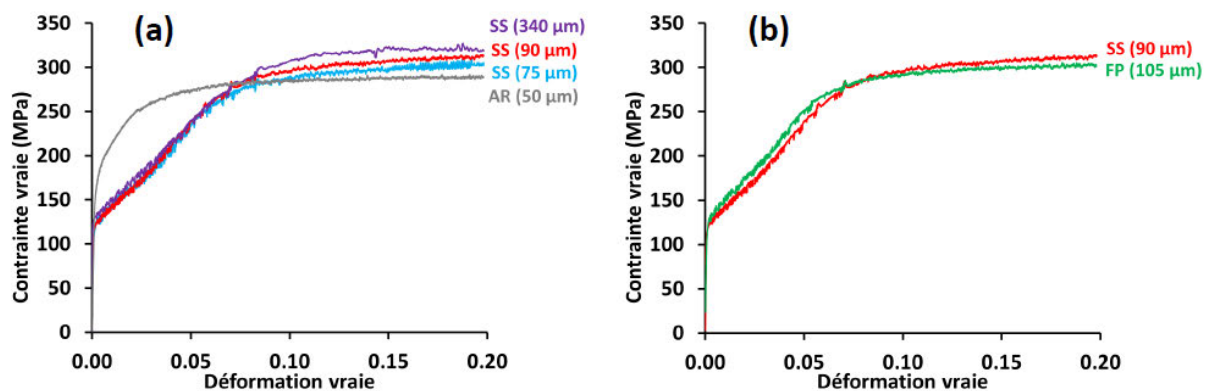


**Figure 5.11** : effet de la taille de grain (a) et de la précipitation des carbures de chrome (b) sur le comportement en traction de l'alliage NY690 à  $25^\circ\text{C}$  pour une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

Etat microstructural	Taille de grain moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Limite d'élasticité à 0.2% (MPa)	Taux d'érouissage (MPa)
AR (50 $\mu\text{m}$ )	50	305 $\pm$ 10	2065 $\pm$ 25
SS (75 $\mu\text{m}$ )	75	225 $\pm$ 10	1970 $\pm$ 25
SS (90 $\mu\text{m}$ )	90	220 $\pm$ 15	1885 $\pm$ 30
SS (340 $\mu\text{m}$ )	150	205 $\pm$ 10	1900 $\pm$ 30
FP (105 $\mu\text{m}$ )	105	225 $\pm$ 15	1850 $\pm$ 15

**Tableau 5.2 :** effet de la taille de grain sur la limite d'élasticité et sur le taux d'érouissage à 25°C et à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ .

A 750°C, la taille de grain et la précipitation des carbures de chrome ont très peu d'effet sur l'érouissage (*fig. 5.12*). Une augmentation de la taille provoque un léger accroissement de la contrainte en régime stationnaire de l'ordre de 20 MPa (*tableau 5.3*). Les courbes contraintes – déformations diffèrent uniquement pour l'échantillon AR qui a une densité de dislocations plus élevée. La différence de comportement mécanique entre l'éprouvette AR et les autres éprouvettes peut s'expliquer par la manifestation de l'effet Portevin Le-Chatelier. En effet, des décrochements apparaissent sur les courbes contraintes - déformation uniquement pour les échantillons SS et FP. Une plus faible densité de dislocations peut promouvoir l'effet Portevin Le-Chatelier (PLC) en début d'essai du fait de l'interaction entre les atomes de soluté et les dislocations mobiles. L'effet PLC encore appelé vieillissement dynamique est observé entre 300°C et 750°C avec les plus forts décrochements entre 500°C et 700°C pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{s}^{-1}$ . L'effet PLC sur le comportement mécanique sera discuté dans le chapitre suivant (§ 6.1.3.3) notamment à 750°C et pour différents états microstructuraux.



**Figure 5.12 :** effet de la taille de grain (a) et des carbures de chrome (b) sur le comportement en traction de l'alliage NY690 à 750°C et pour une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ .

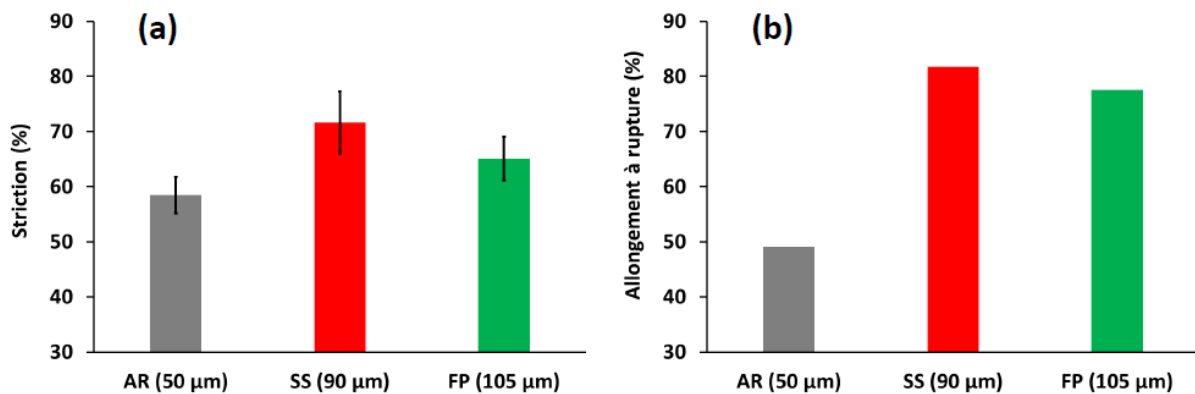


Etat microstructural	Taille de grain moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Limite d'élasticité à 0.2% (MPa)	Contrainte en régime stationnaire (MPa)
AR (50 $\mu\text{m}$ )	50	150 $\pm$ 10	280 $\pm$ 5
SS (75 $\mu\text{m}$ )	75	124 $\pm$ 2	298 $\pm$ 2
SS (90 $\mu\text{m}$ )	90	126 $\pm$ 3	306 $\pm$ 2
SS (340 $\mu\text{m}$ )	150	134 $\pm$ 2	322 $\pm$ 2
FP (105 $\mu\text{m}$ )	105	129 $\pm$ 1	299 $\pm$ 2

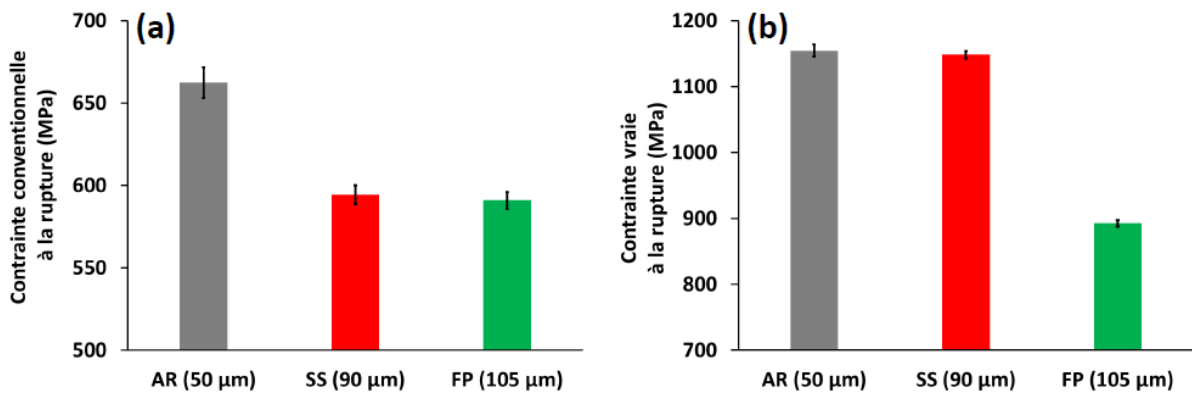
**Tableau 5.3 :** effet de la taille de grain sur la limite d'élasticité et sur la contrainte en régime stationnaire à 750°C et à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ .

### c) Effets de la microstructure sur le comportement à rupture

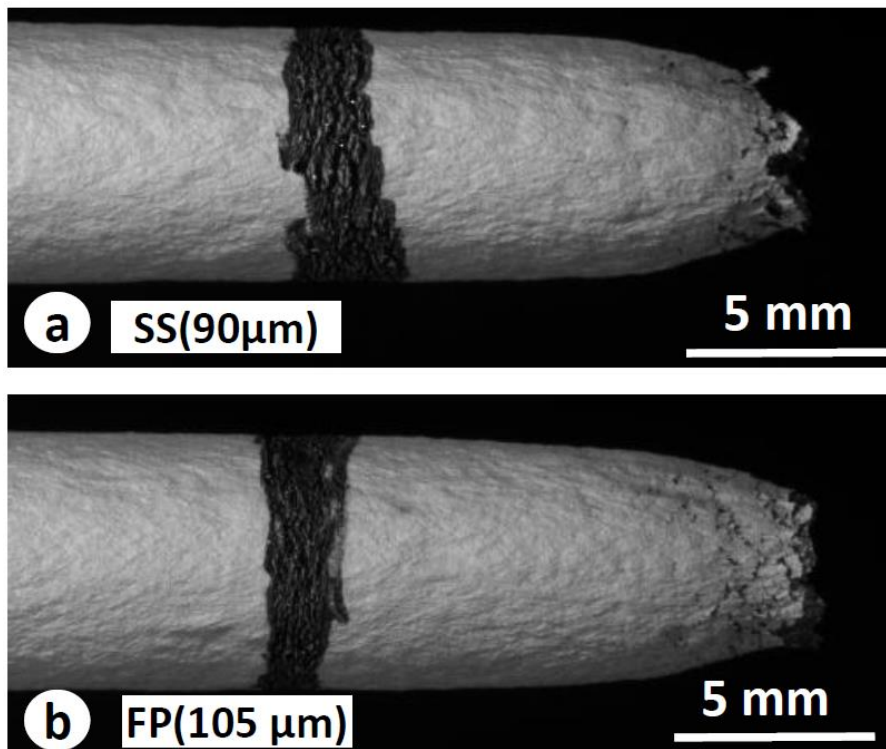
La présence de carbures de chrome aux joints de grains a peu d'incidence sur les valeurs de striction et d'allongement à rupture à 25°C (fig. 5.13) ce qui est conforme aux résultats obtenus par Wang et Gan (2001) pour l'alliage Inconel 600 (de composition proche du NY690). La rupture est ductile avec un profil de rupture similaire pour les éprouvettes SS (90  $\mu\text{m}$ ) et FP (105  $\mu\text{m}$ ) comme le montre la figure 5.15. Tandis que la valeur de contrainte conventionnelle à rupture est similaire (fig. 5.14a) pour les états microstructuraux SS (90  $\mu\text{m}$ ) et FP (105  $\mu\text{m}$ ), la contrainte vraie à rupture est beaucoup plus faible pour l'éprouvette avec carbures de chrome (fig. 5.14b). Cela est dû à une forte diminution de l'effort juste avant la rupture pour l'échantillon FP (105  $\mu\text{m}$ ).



**Figure 5.13 :** influence de la microstructure sur le comportement à la rupture à 25°C : striction (a), allongement à rupture mesuré par vidéo-extensométrie (§ 3.5.3) (b).



**Figure 5.14** : influence de la microstructure sur le comportement à la rupture à 25°C : contrainte conventionnelle à rupture (a) et contrainte vraie à rupture (b).



**Figure 5.15** : Striction à rupture observée par vidéo-extensométrie (§ 3.5.3) pour les échantillons SS (90 μm) (a) et FP (105 μm) (b).

En conclusion, l'influence de la taille de grain et de la présence des carbures de chrome a une influence mineure sur le comportement mécanique à 25°C et à 750°C en chargement monotone. A température ambiante, la faible influence de la taille de grain sur la limite d'élasticité et sur l'écroissage est due à une valeur moyenne grossière (taille moyenne supérieure à 50 μm). Les carbures de chrome n'ont clairement aucun effet sur la limite d'élasticité et sur l'écroissage isotrope du fait de leur taille grossière et de leur position aux joints de grains. Du fait de l'activation thermique des mécanismes de restauration, les interactions avec les joints de grains ne sont plus des obstacles aux déplacements des dislocations à 750°C. Les résultats montrent que le comportement mécanique est principalement dépendant de la densité initiale de dislocations.

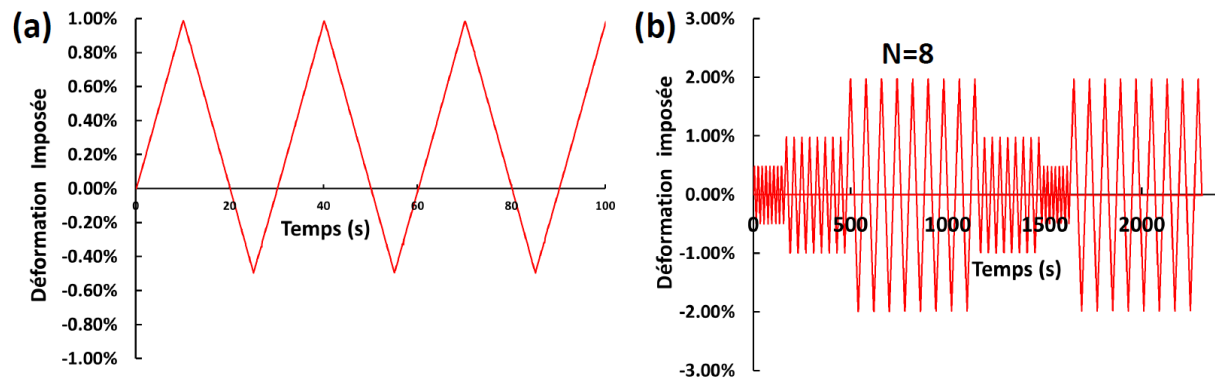
## 5.2 Comportement mécanique en chargement cyclique

Dans cette partie, l'influence de la température et de la microstructure sur le comportement cyclique est également étudiée. L'objectif est de quantifier l'effet de la taille de grain et de la présence de carbures de chrome sur l'érouissage cinématique. Les essais cycliques préliminaires ont été tout d'abord réalisés à l'état de réception pour différents types de chargement à déformation imposée (chargement symétrique et non symétrique, chargement à niveau de déformation variable). Cette série d'essais a permis ensuite d'adapter la géométrie et le dispositif expérimental pour caractériser l'influence de la température et de la microstructure sur le comportement cyclique.

Le tableau 5.4 indique les essais cycliques préliminaires réalisés sur la machine Schenck – 250 kN à l'état de réception. Pour vérifier la répétabilité de l'essai cyclique, le premier essai à  $\pm 2\%$  de déformation a été dupliqué. Les essais cycliques AR 1, AR 2 et AR 3 ont aussi pour objectif de caractériser le durcissement cyclique et de déterminer le nombre de cycles pour atteindre le régime stabilisé [Chaboche (2008)]. Des essais cycliques avec un chargement non symétrique ( $\varepsilon = 1\%$  en traction et  $\varepsilon = -0.5\%$  en compression) ont également été réalisés puisque dans les conditions réelles de soudage, le chargement cyclique n'est pas nécessairement symétrique (fig. 5.16a). Dans le but de valider les lois de comportement identifiées, des essais cycliques à chargements croissants et décroissants ont également été réalisés à l'état de réception (fig. 5.16b).

Référence	T (°C)	Niveau de déformation (%)
AR 1	25	$\pm 2$
AR 2	25	$\pm 2$
AR 3	25	$\pm 1$
AR 4	25	+ 1 - 0.5
AR 5	25	$\pm (0.5 - 1 - 2 - 1 - 0.5 - 2)$

**Tableau 5.4 :** essais cycliques réalisés sur la machine hydraulique Schenck-250 kN à l'état de réception à 25°C et à une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .



**Figure 5.16 :** a) déformation imposée en fonction du temps pour l'essai AR 4, b) déformation imposée en fonction du temps pour l'essai AR 5.

L'influence de la taille de grain et de la présence des carbures de chrome sur le comportement cyclique (*tableau 5.5*) a également été étudiée à 25°C et à 750°C à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  et en utilisant la machine hydraulique traction/torsion MTS-809 (§ 3.5.6) disposant d'un chauffage par effet Joule [Maisonnette (2010), Maisonnette (2011)]. Dans le but de valider les résultats obtenus, des essais cycliques avec des chargements croissants et décroissants (*tableau 5.6*) ont été effectués pour les éprouvettes SS (78  $\mu\text{m}$ ) et SS (153  $\mu\text{m}$ ).

Pour réaliser les essais cycliques à chaud, l'éprouvette est chauffée jusqu'à la température de consigne à une vitesse de chauffage de 20°C/s. L'essai cyclique commence après un temps de maintien de 100 s à la température de consigne afin de stabiliser la température dans l'éprouvette (§ 3.5.6). L'influence de la température sur le comportement cyclique a été étudiée de 25°C à 900°C à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  à l'état de réception (*tableau 5.5*).

Référence	T (°C)	Niveau de déformation (%)
AR (50 $\mu\text{m}$ )	25	$\pm 1.0$
	750	$\pm 0.5$
	850	$\pm 0.5$
	900	$\pm 0.5$
SS (78 $\mu\text{m}$ )	25	$\pm 1.0$
	750	$\pm 0.5$
SS (153 $\mu\text{m}$ )	25	$\pm 1.0$
	750	$\pm 0.5$
SS (364 $\mu\text{m}$ )	25	$\pm 1.0$
	750	$\pm 0.5$
FP (105 $\mu\text{m}$ )	25	$\pm 1.0$
	750	$\pm 0.5$

**Tableau 5.5** : matrice d'essais pour caractériser l'influence de la microstructure et de la température sur le comportement cyclique à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ .

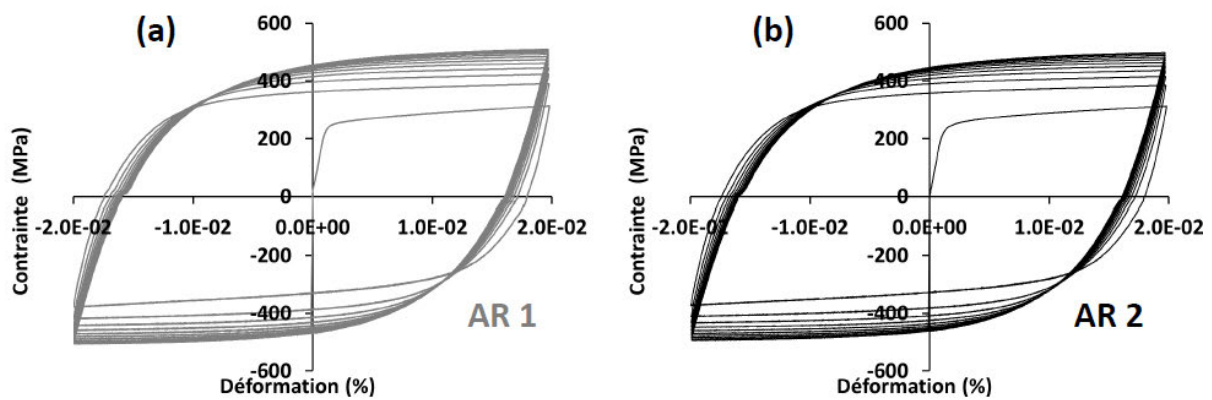
Référence	T (°C)	Niveau de déformation (%)
SS (78 $\mu\text{m}$ )	25	$\pm (0.3 - 0.6 - 0.9 - 0.6 - 0.3 - 0.9)$
SS (153 $\mu\text{m}$ )	25	$\pm (0.3 - 0.6 - 0.9 - 0.6 - 0.3 - 0.9)$

**Tableau 5.6** : essais cycliques de validation à 25°C et à une vitesse de déformation  $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  pour les états microstructuraux SS (78  $\mu\text{m}$ ) et SS (153  $\mu\text{m}$ ).

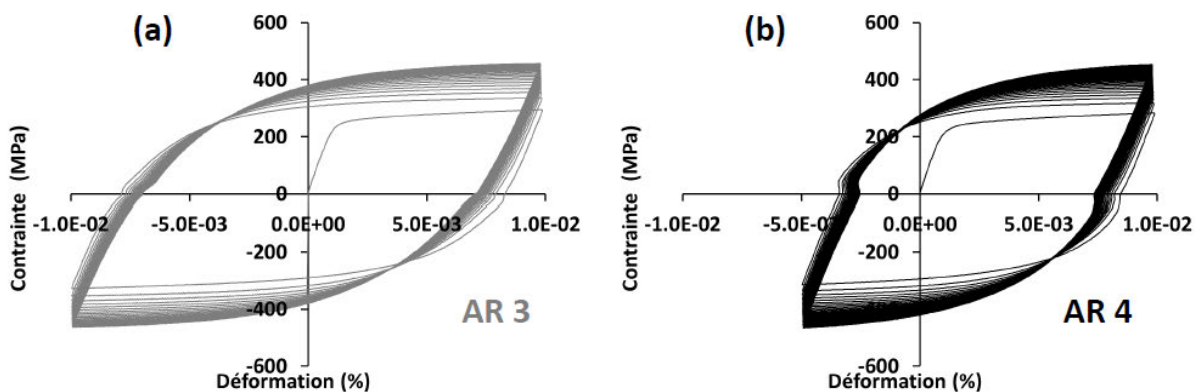
### 5.2.1 Comportement cyclique à l'état de réception et à 25°C

Les valeurs de limite d'élasticité sont bien inférieures à celles obtenues précédemment (*tableau 5.2*) avec des valeurs comprises entre 257 MPa et 270 MPa (*tableau 5.7*). Ces valeurs peuvent être causées par une taille de grain bien supérieure à 50  $\mu\text{m}$  et ce point sera discuté dans le chapitre suivant (§ 6.2.4).

A l'état de réception, un fort durcissement cyclique est observé de l'ordre de 250 MPa pour les essais AR 1 et AR 2 au bout de 10 cycles. Les mêmes niveaux de contraintes sont observés en traction et en compression durant un chargement pour les essais AR 1 et AR 2. En chargement non symétrique (*fig. 5.18b*), le même niveau de contrainte est observé en traction et en compression mais avec un important jeu dans les mors. Ce jeu dans les mors est probablement dû à une déformation des cales en bronze (*cf. fig. 3.18, § 3.5.6*) ce qui a conduit à utiliser la machine MTS-809 pour l'étude de l'influence et la microstructure sur le comportement cyclique à 25°C (§ 5.2.2.). Le durcissement cyclique est un peu plus faible en chargement non symétrique qu'en chargement symétrique (*tableau 5.7*).



**Figure 5.17** : répétabilité de l'essai cyclique AR 1 (a) et AR 2 (b) réalisé sur la machine hydraulique Schenck 250 kN en imposant 10 cycles de  $\pm 2\%$  à une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .



**Figure 5.18** : essais cycliques réalisés sur la machine hydraulique Schenck 250 kN en chargement symétrique  $\pm 1\%$  (a) et en chargement non symétrique  $+1\% - 0.5\%$  (b) à une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  à l'état de réception à 25°C.

Réf.	$\sigma_{y0.2\%}$ (MPa)	$\sigma_{\max N=1}$ (MPa) <sup>1</sup>	$\sigma_{\max N=10}$ (MPa) <sup>2</sup>	$\Delta\sigma$ (MPa) <sup>3</sup>
AR 1	263	320	514	251
AR 2	262	342	503	241
AR 3	270	297	422	152
AR 4	257	286	394	137

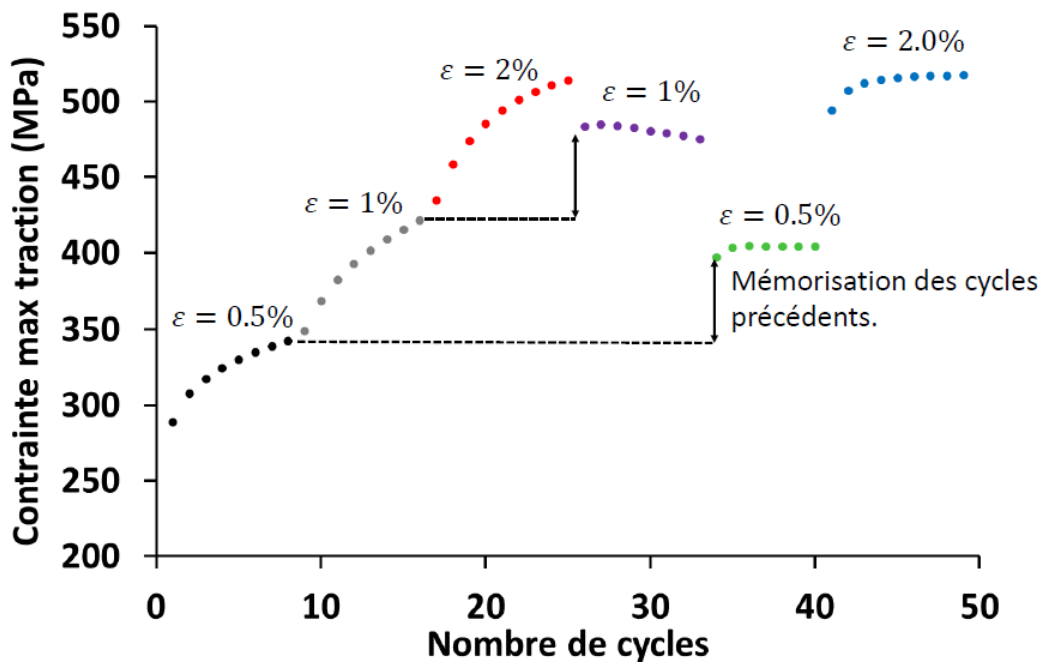
**Tableau 5.7** : valeurs de limite d'élasticité et de durcissement cyclique à l'état de réception.

<sup>1</sup>:  $\sigma_{\max N=1}$  est la contrainte vraie maximale lors de la première rampe en traction

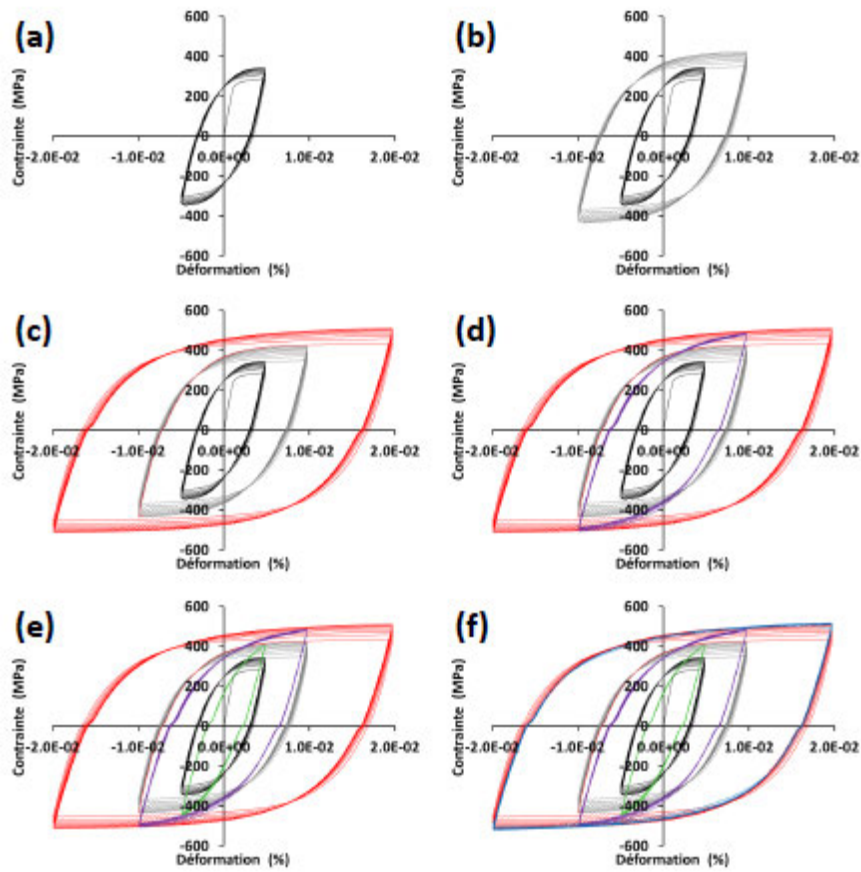
<sup>2</sup>:  $\sigma_{\max N=20}$  est la contrainte vraie maximale en traction au bout de 10 cycles

<sup>3</sup>:  $\Delta\sigma$  est le durcissement cyclique calculé par la relation  $\sigma_{\max N=10} - \sigma_{y0.2\%}$

Lors des essais cycliques effectués à différents niveaux de déformation imposée, l'amplitude des cycles dépend fortement des cycles précédents. Du fait de la déformation plastique cumulée et donc de l'accroissement de la densité de dislocations, les cycles se stabilisent plus rapidement (fig. 5.20). Lors que le niveau de déformation imposée décroît à nouveau, le niveau de contrainte atteint (par exemple 2<sup>ème</sup> série de cycles de déformation à  $\pm 0.5\%$ ) est plus important que lors de la 1<sup>ère</sup> série comme le montrent les figures 5.19d et 5.20. Les essais cycliques à plusieurs niveaux de déformations permettent de mettre en évidence l'effet mémoire [Nouailhas (1988), Chaboche (2008)]. Cette mémorisation de la déformation antérieure a également été observée pour l'acier austénitique 316L [Nouailhas (1988)].



**Figure 5.19** : évolution de la contrainte maximale en traction au cours de chargement cyclique croissant et décroissant (cf. fig. 5.20) de l'alliage NY690 à l'état de réception, à 25°C et à une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

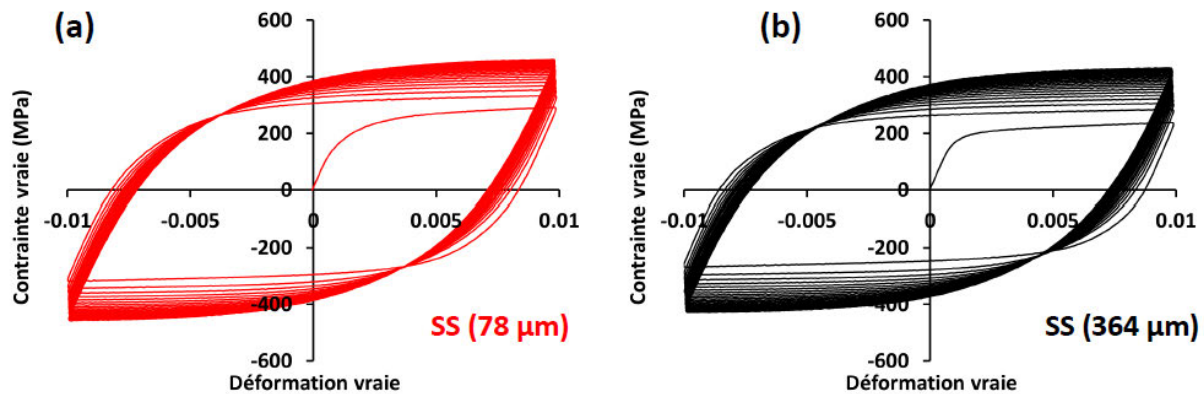


**Figure 5.20** : essais cycliques réalisés sur la machine hydraulique Schenck 250 kN à l'état de réception , à 25°C et à une vitesse de déformation de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  avec des chargements croissants et décroissants : 8 cycles  $\pm 0.5\%$  (a), 8 cycles  $\pm 1.0\%$  (b), 8 cycles  $\pm 2.0\%$  (c), 8 cycles  $\pm 1.0\%$  (d), 8 cycles  $\pm 0.5\%$  (e), 8 cycles  $\pm 2.0\%$  (f).

## 5.2.2 Influence de la microstructure et de la température

### 5.2.2.1 Effets de la microstructure à 25°C

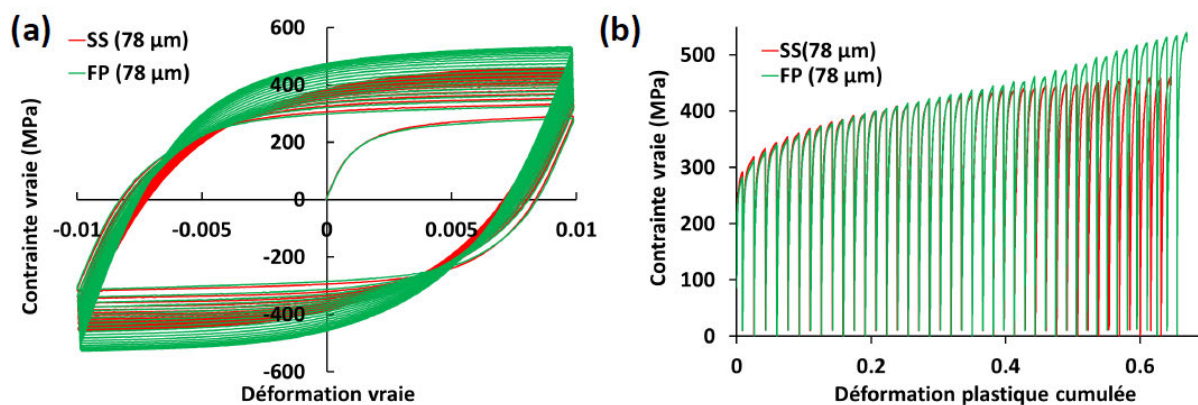
Une plus grande taille de grain a pour effet de diminuer légèrement la limite d'élasticité (fig. 5.9) comme évoqué précédemment (§5.1.2). La première transition élasto-plastique est progressive pour l'échantillon SS (78  $\mu\text{m}$ ) ce qui peut être attribué aux hétérogénéités de taille de grain (cf. § 4.2.1). La contrainte maximale en régime stabilisé diminue sensiblement lorsque la taille de grain augmente (fig. 5.21) cependant le durcissement cyclique total  $\sigma_{\max N=20} - \sigma_{y0.2\%}$  dépend peu de la taille de grain (cf. tableau 5.8).



**Figure 5.21** : influence de la taille de grain sur le comportement cyclique à 25°C et à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  : a) 78  $\mu\text{m}$ , b) 364  $\mu\text{m}$ .

Le comportement mécanique des alliages métalliques contenant des précipités dépend des paramètres régissant les interactions dislocations / précipités c'est-à-dire la taille et la fraction volumique des précipités ainsi que des structures cristallines respectives de la matrice et du précipité comme mentionné par Magnin *et al.* (1984) et plus récemment par Bardel *et al.* (2015). La figure 5.22 montre l'influence de présence des carbures de chrome sur le comportement cyclique. Ceux-ci ont une très faible influence sur la limite d'élasticité et sur les premiers cycles du fait de leur présence aux joints de grain, de leur taille grossière (quelques  $\mu\text{m}$ ) et de leur faible fraction volumique [Wang and Gan (2001), Magnin *et al.* (1984)] néanmoins ils provoquent un durcissement cyclique important au-delà d'une dizaine de cycles. Le durcissement cyclique par les carbures de chrome a également été observé pour l'alliage 617 [Bhanu Sankara Rao *et al.* (1988)], qui a également une teneur en chrome élevée (23 % pds) mais qui contient aussi du cobalt et molybdène. Le durcissement cyclique causé par la présence de carbures de chrome peut être dû à une accumulation de dislocations au voisinage des carbures de chrome causant de l'écroutissage cinématique. Les essais cycliques pour l'état microstructural FP ont été dupliqués et les résultats montrent une très bonne répétabilité des traitements thermiques (1150°C-1 h + 900°C-1000 s) et de l'essai cyclique (fig. 5.23). Les valeurs de limite d'élasticité et des contraintes maximales en traction pour 1 et 20 cycles sont en effet très proches avec une différence de seulement 3 MPa pour la limite d'élasticité (cf. tableau 5.8).





**Figure 5.22** : effet de la précipitation des carbures de chrome en chargement cyclique sur le comportement cyclique à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  et à  $25^\circ\text{C}$  : a) courbes contrainte vraie - déformation vraie, b) courbes contrainte vraie – déformation plastique cumulée.

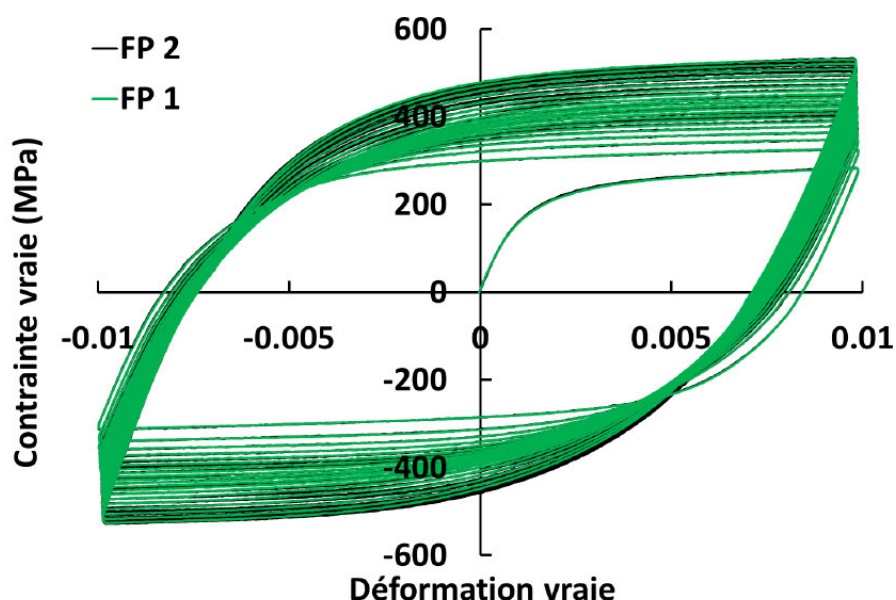
Réf.	$\sigma_{y0.2\%}$ (MPa)	$\sigma_{\max N=1}$ (MPa) <sup>1</sup>	$\sigma_{\max N=20}$ (MPa) <sup>2</sup>	$\Delta\sigma$ (MPa) <sup>3</sup>
AR (50 μm)	311	335	510	199
SS (78 μm)	249	292	459	210
SS (153 μm)	231	253	447	216
SS (364 μm)	212	239	429	217
FP (78 μm)	240 / 243	281 / 284	521 / 530	281 / 287

**Tableau 5.8** : influence de la microstructure sur le durcissement cyclique à  $25^\circ\text{C}$ .

<sup>1</sup> :  $\sigma_{\max N=1}$  est la contrainte vraie maximale lors de la première rampe en traction

<sup>2</sup> :  $\sigma_{\max N=20}$  est la contrainte vraie maximale en traction au bout de 20 cycles

<sup>3</sup> :  $\Delta\sigma$  est le durcissement cyclique calculé par la relation  $\sigma_{\max N=20} - \sigma_{y0.2\%}$

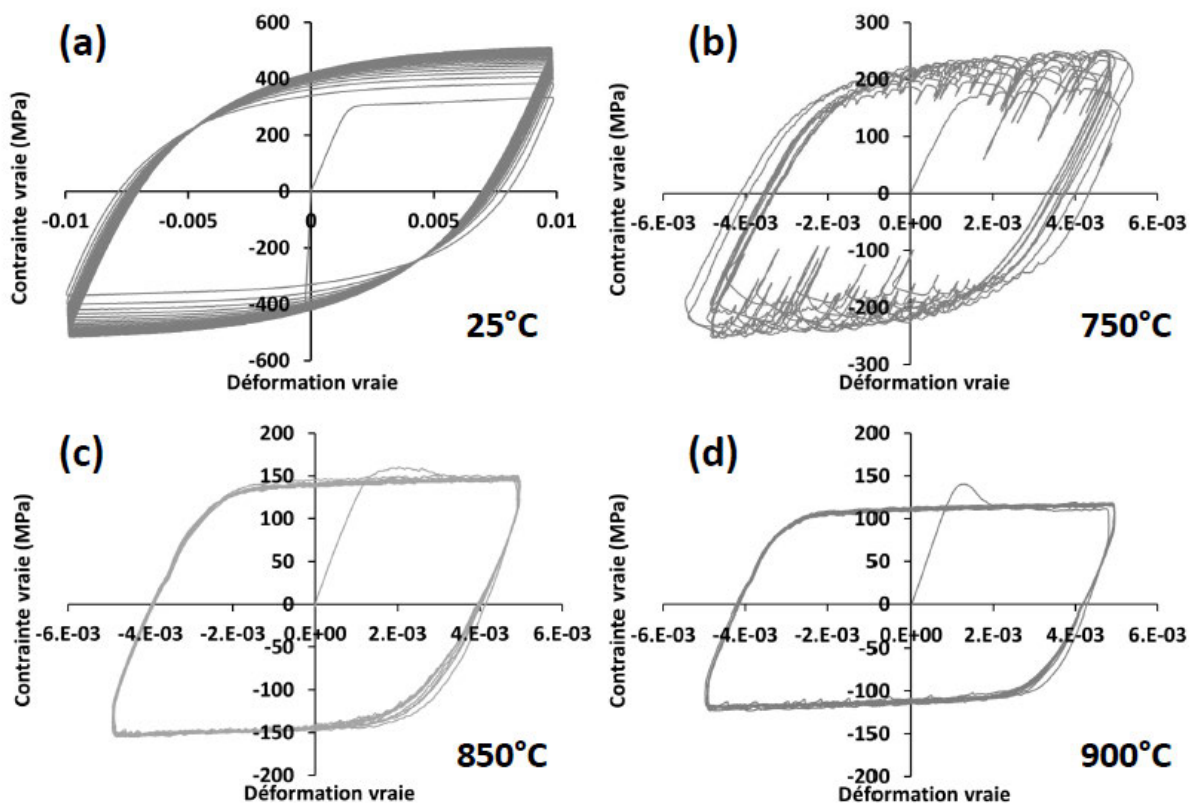


**Figure 5.23** : répétabilité de l'essai cyclique à  $25^\circ\text{C}$  et à vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  réalisé pour l'état microstructural FP (78 μm).

### 5.2.2.2 Effets de la température

A 750°C et pour une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , l'écroissage est relativement important avec de forts décrochements de l'effort, attribués à l'effet PLC comme c'était le cas en traction. Du fait des interactions entre les dislocations et les éléments en solution solide à savoir le chrome et le carbone occasionnant une sensibilité inverse à la vitesse de déformation, d'importants décrochements de la contrainte sont visibles sur les figures 5.24b et 5.25. Le vieillissement dynamique en sollicitations cycliques a également été observé pour l'alliage 617 à 750°C d'après Bhanu Sankara Rao *et al.* (1988) et persiste pour un grand nombre de cycles. Récemment, le vieillissement dynamique a également été observé pour d'autres alliages de nickel et base chrome dans une grande gamme de température (300-800°C) par Chaboche *et al.* (2013). Le vieillissement dynamique provoquerait un durcissement cyclique lent mais très prononcé dans cette gamme de température. La persistance de l'effet PLC malgré une déformation plastique cumulée conséquente pourrait être liée à une densité de dislocations plus faible qu'en chargement monotone (*cf. section 5.1.1*). L'effet PLC se produit dans des conditions de température et de vitesse de déformation précise et dépend beaucoup des conditions d'essais. L'utilisation d'un extensomètre pour imposer la déformation exacerbe grandement l'effet PLC aussi bien pour les essais de traction que pour les essais cycliques. Du fait du chargement complexe rencontré en soudage, l'effet PLC est supposé ne pas se produire et donc avoir peu d'influence sur le comportement mécanique.

Le durcissement cyclique est encore marqué à 750°C (*fig. 5.24b*) mais est très faible à 850°C (*fig. 5.24c*) du fait des mécanismes de restauration tels que la montée des dislocations et du glissement dévié [Estrin (2007)] (§ 6.1.1). Un petit pic visible en début d'essai à 850°C et à 900°C semble être liée à une variation de la vitesse de déformation comme cela a été observé en traction à 900°C (*cf. §5.1.1.3*).



**Figure 5.24** : effet de la température sur le comportement cyclique de 25°C à 900°C à l'état de réception et à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  : a) 25°C, b) 750°C, c) 850°C, d) 900°C.

### 5.2.2.3 Effets de la microstructure initiale à 750°C

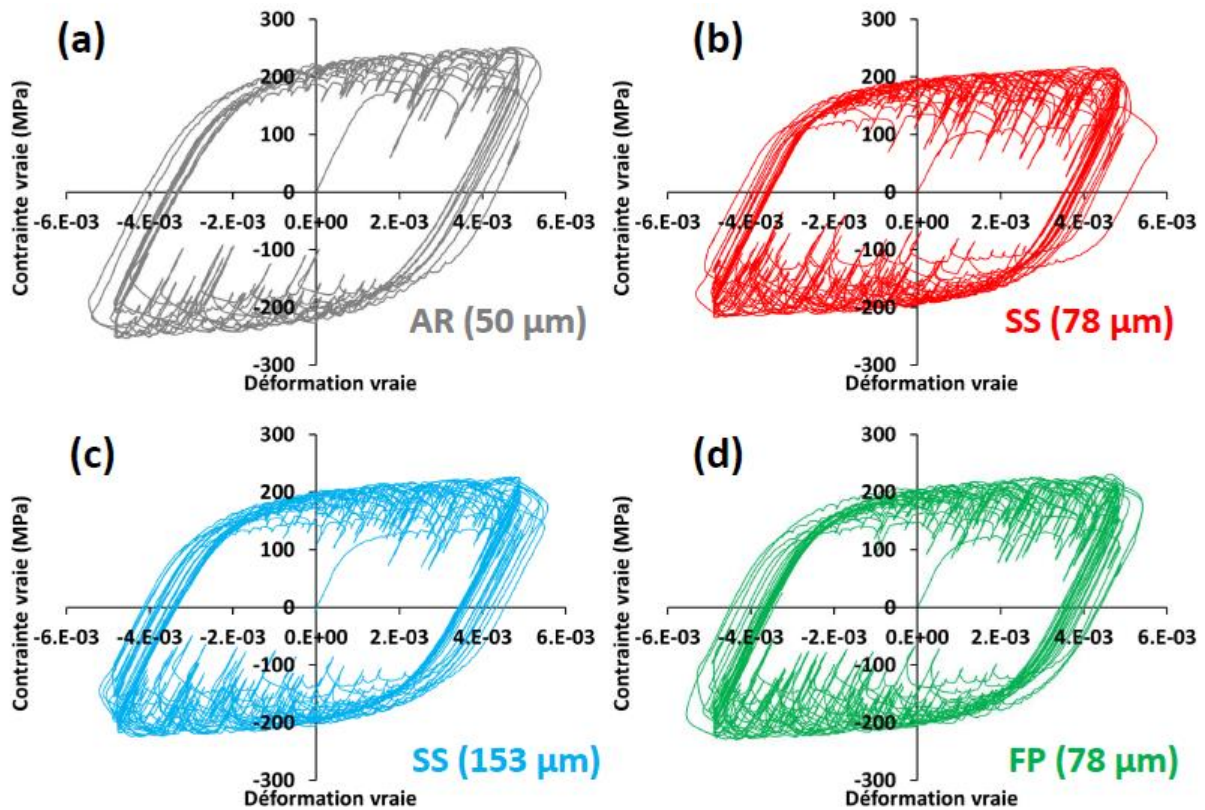
A 750°C, le comportement cyclique semble relativement peu dépendant de la taille de grain et de la présence de carbures de chrome avec un effet PLC marqué pour tous les états microstructuraux (fig. 5.25). La limite d'élasticité et les contraintes maximales en traction et en compression sont cependant plus élevées à l'état de réception (AR). Afin de mieux exploiter les courbes d'essais cycliques, l'enveloppe est déterminée mais en conservant une marge de 10 MPa afin de ne pas dénaturer les courbes expérimentales (fig. 5.26). L'évolution de la contrainte maximale en traction au cours de l'essai cyclique à 750°C est également représentée pour chaque état microstructural. Du fait des incertitudes de mesure, le comportement cyclique semble relativement similaire pour les échantillons SS (78 µm), SS (153 µm) et FP (78 µm) pour les 20 premiers cycles (fig. 5.27).

L'évolution de la contrainte maximale en chargement cyclique est similaire au comportement observé en traction avec une saturation plus rapide pour l'échantillon AR (fig. 5.27b) à 750°C. Par ailleurs, la contrainte de saturation est de 250 MPa ce qui est très proche de la valeur de contrainte en régime stationnaire en traction qui est de 278 MPa. A l'inverse, les valeurs de contrainte de saturation pour les échantillons SS et FP sont très inférieures aux valeurs de contrainte en régime stationnaire en traction (fig. 5.27b). En effet, la valeur de contrainte maximale en traction au bout de 20 cycles est de 220 MPa tandis que la valeur de  $\sigma_{ss}$  est supérieure à 300 MPa en traction pour les échantillons SS (cf. tableau 5.9). Les échantillons SS et FP ayant une densité initiale de dislocations plus faible manifeste un durcissement cyclique et un effet PLC plus marqué qu'à l'état de réception. Ceci semble confirmer les résultats de Chaboche *et al.* (2013) attestant d'un durcissement cyclique lent et persistant provoqué par l'effet PLC.

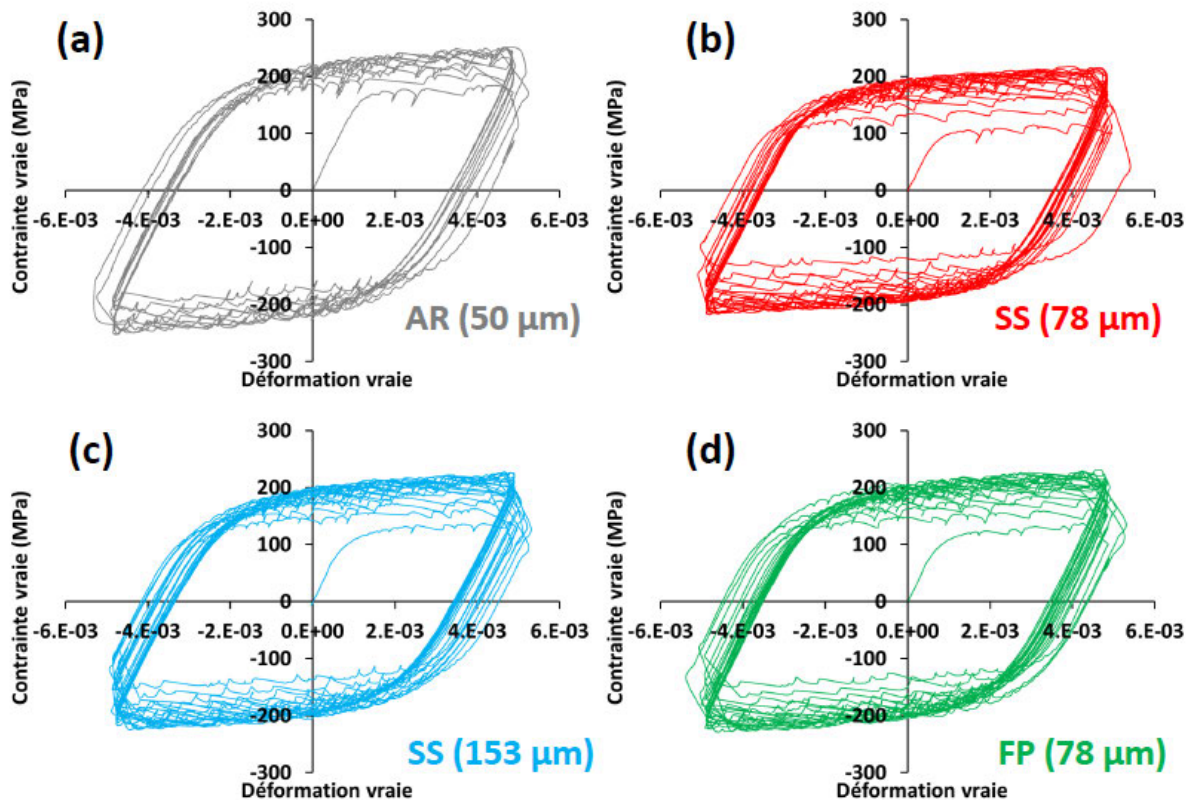
Etat microstructural	$\sigma_{\max N=10}$ (MPa)	$\sigma_{\max N=20}$ (MPa)	$\sigma_{ss}$ Traction (MPa)
AR (50 µm)	249		280
SS	210 à 212	216 à 221	298 à 322
FP	213	230	299

**Tableau 5.9 :** valeur de contrainte maximale en traction au bout de 10 cycles et de 20 cycles et de contrainte en régime stationnaire en traction à 750°C et à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

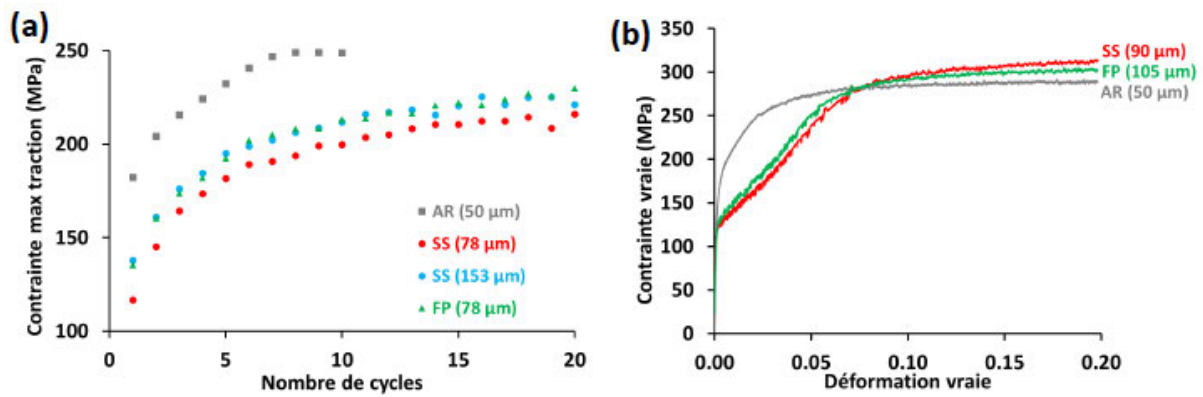
Du fait de l'activation des mécanismes de restauration, les interactions dislocations/carbures de chrome et dislocations/joints de grains semblent avoir beaucoup moins d'influence sur le comportement mécanique à 750°C. En chargement monotone comme en chargement cyclique, la taille de grain et la présence de carbures de chrome ont donc peu d'effets sur le comportement mécanique à 750°C. Le comportement mécanique dépend principalement de la densité initiale des dislocations et des interactions dislocations / dislocations et des interactions dislocations / soluté dans les conditions d'essais.



**Figure 5.25 :** effet de la microstructure sur le comportement cyclique à 750°C à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ .



**Figure 5.26 :** effet de la microstructure sur le comportement cyclique à 750°C à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  en conservant uniquement l'enveloppe.



**Figure 5.27** : évolution de la contrainte maximale en traction en chargement cyclique (a) et courbes contrainte – déformation en traction (b) à 750°C et à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  pour différents états microstructuraux.

A partir de la caractérisation du comportement cyclique en fonction de la température et de la microstructure, les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- à 25°C, un durcissement cyclique important est observé pour tous les états microstructuraux de référence avec une forte influence de la présence de carbures de chrome sur le durcissement cyclique au-delà de 10 cycles,
- à 25°C, la taille de grain a pour effet de diminuer la limite d'élasticité et de diminuer la contrainte de saturation,
- à 750°C, l'effet Portevin – Le Chatelier est observé dans les conditions d'essais à 750°C mais celui-ci est plus marqué avec une saturation des amplitudes plus lente pour les échantillons SS et FP à vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,
- à 750°C, le durcissement cyclique est significatif tandis que celui-ci est négligeable à 850°C et à 900°C pour une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et à l'état de réception.

L'influence de la microstructure, de la vitesse de déformation et de la température sur le comportement mécanique a donc été étudiée mais il est également nécessaire d'étudier l'influence du traitement thermique. Celui-ci a pour effet de modifier la taille de grain (§ 4.2.1) et l'état de précipitation des carbures de chrome (§ 4.2.2) dont l'impact sur le comportement en traction (§ 5.1.2) et en chargement cyclique a été quantifié dans ce chapitre. Le traitement thermique a également pour effet de restaurer l'alliage par restauration statique ou recristallisation statique. La recristallisation statique n'a pas été étudiée ici car une déformation cumulée de 8% est nécessaire pour activer ce processus de restauration [Sakai *et al.* (1988)] or en soudage, les niveaux de déformation plastique par cycle sont relativement faibles (1 à 2%). Dans les conditions de soudage et lors du traitement thermique de détensionnement, le métal peut également se restaurer du fait de la restauration statique qui a pour effet de diminuer la densité de dislocations.

### 5.3 Cinétique de restauration statique

La cinétique de restauration statique a été étudiée entre 650°C et 900°C avec des temps de maintien compris entre 10 s et 1000 s (*tableau 5.9*), après un traitement thermique préliminaire à 800°C pendant 24h. En effet, la cinétique de restauration statique dépend de l'énergie emmagasinée dans le métal [Sakai *et al.* (1988)]. Tous les traitements thermiques ont été effectués dans le domaine de température où la croissance de grains est négligeable c'est-à-dire pour une température inférieure à 1000°C (*cf.* 4.2.1). La méthode utilisée pour déterminer la cinétique de restauration statique est la suivante :

- 1) traitement thermique à 800°C pendant 24h au four pour restaurer l'alliage (§ 3.3.1)
- 2) déformation imposée jusqu'à 0.04 à 25°C et à une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (§ 3.5.2)
- 3) traitement thermique : chauffage à 100°C/s, maintien à la température de consigne puis trempe à l'eau sous effort nul (§ 3.3.2)
- 4) déformation supplémentaire de 0.04 à 25°C et à une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$

T (°C)	Temps de maintien (s)				Déformation initiale
650		$10^2$		$10^4$	0.04
750	10	$10^2$	$10^3$	$10^4$	0.04
900	10		$10^3$		0.04

**Tableau 5.10** : matrice d'essais pour caractériser la cinétique de restauration statique de 650°C à 900°C à une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

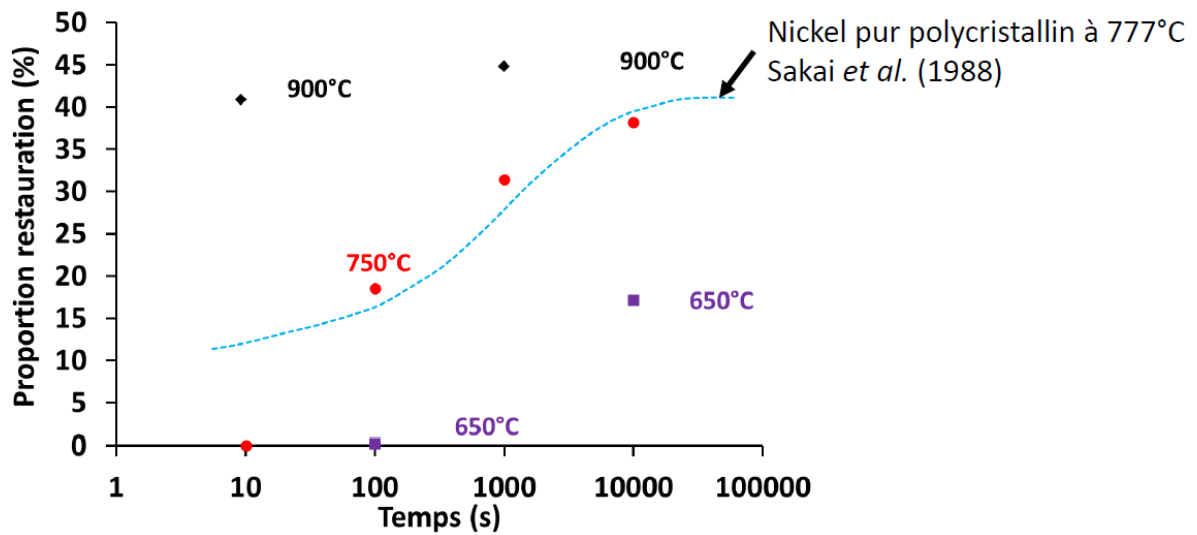
La proportion de restauration statique  $f_{rs}$  est calculée de la manière suivante [Luton *et al.* (1980)] :

$$f_{rs} = \frac{\sigma_{y1} - \sigma_{y0}}{\sigma_{max} - \sigma_{y0}} \quad (5.1)$$

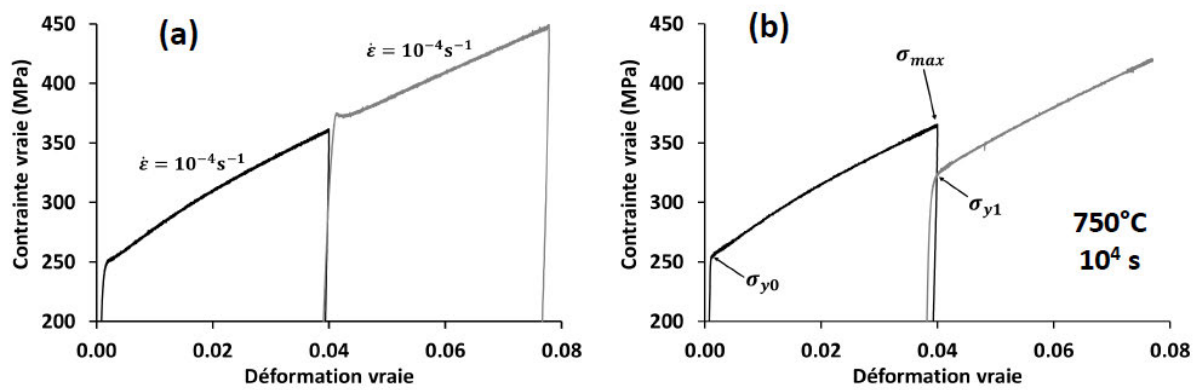
Dans l'équation 5.1,  $\sigma_{y0}$  représente la limite d'élasticité mesurée après un traitement thermique de 800°C pendant 24h (mesurée à l'étape 2).  $\sigma_{max}$  est la valeur de contrainte vraie maximale mesurée durant le premier essai de traction (étape 2) tandis que  $\sigma_{y1}$  est la limite d'élasticité déterminée à l'étape 4 après le traitement thermique (*cf.* *fig.* 5.29). En l'absence de restauration statique,  $\sigma_{y1}$  est très proche de  $\sigma_{max}$  comme le montre la figure 5.29a.

Pour tous les essais réalisés, la proportion de restauration statique ne dépasse pas les 50% (*fig.* 5.28), en effet ce processus de restauration ne permet pas de restituer intégralement les propriétés initiales du matériau [Jaoul (1965), Luton *et al.* (1980)]. La proportion de restauration statique croit de manière exponentielle en fonction du temps de maintien (*fig.* 5.28) avec un temps d'incubation d'au moins 10 secondes à 750°C et d'au moins 100 secondes à 650°C. La cinétique de restauration statique à 750°C pour l'alliage NY690 après une déformation totale de 0.04 est similaire à celle obtenue par Sakai *et al.* (1988) pour du nickel pur polycristallin. A 900°C, l'alliage se restaure pour de très faibles temps de maintien avec une proportion de restauration voisine de 40%.

Pour évacuer les contraintes résiduelles lors du soudage, un traitement thermique de détensionnement est fréquemment réalisé à une température voisine de 650°C durant 3h. D'après les résultats obtenus, ce traitement thermique entraînerait donc une diminution sensible de la limite d'élasticité.



**Figure 5.28** : cinétique de restauration statique après une déformation vraie de 0.04 à une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{s}^{-1}$ .



**Figure 5.29** : courbes contrainte – déformation ( $25^\circ\text{C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{s}^{-1}$ ) sans traitement thermique (a) et avec un traitement thermique de 10 000 s à  $750^\circ\text{C}$ .

## 5.4 Synthèse

Le comportement mécanique de l'alliage NY690 en fonction de la température peut être divisé en 3 domaines :

- 25°C-650°C : comportement élasto-plastique avec un écrouissage linéaire et peu dépendant de la vitesse de déformation
- 650°C-900°C : comportement élasto-plastique avec une saturation de l'écrouissage du fait de l'activation des mécanismes de restauration dépendant par ailleurs de la vitesse de déformation
- au-delà de 900°C : comportement élasto-viscoplastique avec un écrouissage négligeable

Le comportement en chargement cyclique a été caractérisé à 25°C, 750°C, 850°C et à 900°C :

- à 25°C : le durcissement cyclique est important (*de l'ordre de 200 MPa pour une amplitude de déformation de 1%*) avec une lente stabilisation pour tous les états microstructuraux de référence étudiés
- à 750°C : le durcissement cyclique est encore conséquent avec d'importants décrochements sur les courbes cycliques qui peuvent être attribués à l'effet Portevin Le-Chatelier
- à 850°C et à 900°C : le durcissement cyclique est négligeable et le comportement mécanique est similaire à celui observé en chargement monotone

L'effet Portevin – Le Chatelier se manifeste dans les conditions d'essais (asservissement à vitesse de déformation constante) en chargement monotone et en chargement cyclique entre 300°C et 750°C. Le comportement mécanique en traction et en chargement cyclique est nettement différent pour les échantillons SS ayant une densité de dislocations plus faible qu'à l'état de réception à 750°C et pour une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ . Cette plus faible densité de dislocations peut favoriser l'effet PLC pour les échantillons SS et FP. L'effet PLC nécessite des conditions particulières en termes de température et de vitesse de déformation et implique également que les bandes de localisation puissent traverser l'échantillon. Compte tenu du chargement thermomécanique complexe se produisant durant le soudage, il est peu probable que l'effet Portevin – Le Chatelier puisse se produire. Les résultats des essais mécaniques en traction en chargement cyclique montrent que le comportement mécanique de l'alliage NY690 dépend surtout de la densité initiale de dislocations et de la taille de grain.

Les effets de la taille de grain sur le comportement mécanique sont les suivants :

- à 25°C : une augmentation de la taille de grain diminue faiblement la limite d'élasticité avec une constante de Hall-Petch de  $0.61 \text{ MN} \cdot \text{m}^{-3/2}$
- à 25°C : la taille de grain a un effet négligeable sur le comportement en traction excepté en tout début d'essai où la transition élasto-plastique dépend fortement des hétérogénéités de taille de grain
- à 25°C et en chargement cyclique : une augmentation de la taille de grain diminue faiblement la contrainte de saturation
- à 750°C : la taille de grain a une faible influence sur le comportement mécanique aussi bien traction qu'en chargement cyclique

La présence de carbures de chrome  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  n'a pas d'influence sur la limite d'élasticité et sur le comportement mécanique en traction. Cependant, la présence de carbures de chrome provoque un durcissement cyclique important au-delà de 10 cycles à 25°C.



## 6. Modélisation du comportement mécanique

Le procédé de soudage à l'arc induit des variations intenses de température provoquant la fusion superficielle des pièces à assembler. Les gradients thermiques génèrent de la dilatation différentielle et de la déformation plastique qui sont à l'origine de l'apparition de contraintes et de déformations résiduelles. La vitesse de déformation dépend de la vitesse de chauffage et de refroidissement et celle-ci n'excède pas  $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Du fait de l'épaisseur importante des pièces (> 50 mm), un grand nombre de passes est réalisé pour souder les pièces ce qui génère 5 à 10 cycles thermiques. Dans le but d'améliorer la qualité des pièces soudées, il est nécessaire de pouvoir prédire les déformations et les contraintes résiduelles ce qui implique de connaître le comportement mécanique de l'alliage NY690. L'objectif de ce chapitre est donc de modéliser le comportement mécanique de l'alliage NY690 en chargement monotone et en chargement cyclique. Le comportement mécanique en chargement monotone (§ 6.1) est modélisé en fonction de la température et de la vitesse de déformation en utilisant comme variable interne la densité de dislocations. La même approche est utilisée pour modéliser le chargement cyclique à 25°C mais en considérant également l'effet de la taille de grain sur la limite d'élasticité et sur l'écrouissage cinématique (§ 6.2).

## 6.1 Chargement monotone

Dans cette section, le comportement mécanique est modélisé en fonction de la température, de la vitesse de déformation et de la densité initiale de dislocations [Blaizot *et al.* (2015)]. Le comportement mécanique est modélisé en utilisant l'approche phénoménologique de Kocks, Mecking et Estrin (KME) [Mecking et Kocks (1981), Estrin et Mecking (1984), Estrin (1998), Kocks et Mecking (2003), Estrin (2007)] en considérant une seule variable interne qui est la densité de dislocations (§ 6.1.1). L'identification des paramètres est réalisée dans la section suivante (§ 6.1.2) après une présentation des différents régimes de la déformation plastique. Dans la section 6.1.3, les courbes de traction sont simulées en fonction de la température de 25°C à 1000°C (§ 6.1.3.1) et en fonction de la vitesse de déformation plastique qui est comprise entre  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (§ 6.1.3.2). Les courbes de traction sont également simulées à 25°C et à 750°C à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  pour différents états microstructuraux mettant en jeu une densité initiale de dislocations différente (§ 6.1.3.3). Enfin, les résultats de la simulation sont confrontés à d'autres résultats expérimentaux de la littérature de 200°C à 1000°C et à une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (§ 6.1.3.4).

### 6.1.1 Modélisation

Le tenseur de la vitesse de déformation totale  $\dot{\varepsilon}_{ij}$  est donné par la somme du tenseur de la vitesse de déformation élastique et de la vitesse de déformation plastique  $\dot{\varepsilon}_{ij}^p$ . Un formalisme non tensoriel est utilisé pour modéliser le comportement mécanique en considérant la contrainte équivalente de von Mises et la vitesse de déformation cumulée. La vitesse de déformation plastique cumulée est donnée par l'équation suivante dans le cas général :

$$\dot{\varepsilon}_p = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\varepsilon}_{ij}^p \dot{\varepsilon}_{ij}^p} \quad (6.1)$$

La contrainte équivalente de von Mises  $\sigma$  est reliée au tenseur déviateur des contraintes  $S_{ij}$  :

$$\sigma = \sqrt{\frac{3}{2} S_{ij} S_{ij}} \quad (6.2)$$

Mecking et Kocks (1981), Estrin et Mecking (1984), Estrin (1998), Kocks et Mecking (2003) et Estrin (2007) proposent un traitement phénoménologique de la déformation plastique en utilisant un seul paramètre microstructural  $\rho$  représentant la densité de dislocations. La contrainte d'écoulement  $\sigma$  est fonction de la vitesse de déformation plastique  $\dot{\varepsilon}_p$  et de la température  $T$  selon :

$$\sigma = \sigma(\rho, \dot{\varepsilon}_p, T) = \hat{\sigma}(\rho) \left( \frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_0^G(T)} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (6.3)$$

Dans cette expression, valable pour une microstructure donnée,  $\hat{\sigma}(\rho)$  représente la contrainte requise pour le glissement des dislocations,  $m$  est un paramètre de sensibilité à la vitesse de déformation et  $\dot{\varepsilon}_0^G(T)$  est une grandeur caractéristique du mécanisme de glissement. Celle-ci dépend de la température suivant une loi d'Arrhenius pour laquelle  $\dot{\varepsilon}_{00}^G$  est une constante et  $Q_G$  est l'énergie d'activation du mécanisme de glissement des dislocations :

$$\dot{\varepsilon}_0^G = \dot{\varepsilon}_{00}^G \exp\left(-\frac{Q_G}{R_g T}\right) \quad (6.4)$$

Selon le modèle KME [Mecking et Kocks (1981), Estrin et Mecking (1984)], l'évolution de la densité de dislocations en fonction de la déformation plastique est donnée par :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon_p} = h\sqrt{\rho} - r\rho \quad (6.5)$$

$h$  est un terme de stockage des dislocations lié à l'écroissage et  $r$  est un terme d'annihilation liée à la restauration dynamique dont l'expression est donnée ci-dessous [Estrin (2007)] :

$$r = r_0 \left( \frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_0^C} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (6.6)$$

L'exposant  $n$  est un paramètre de sensibilité à la vitesse de déformation,  $r_0$  est une constante et  $\dot{\varepsilon}_0^C$  est une grandeur caractéristique de la montée de dislocations qui peut également être représentée par une équation d'Arrhenius pour laquelle  $\dot{\varepsilon}_{00}^C$  est une constante et  $Q_C$  est l'énergie d'activation liée aux mécanismes de montée des dislocations (eq. 6.7).

$$\dot{\varepsilon}_0^C = \dot{\varepsilon}_{00}^C \exp\left(-\frac{Q_C}{R_g T}\right) \quad (6.7)$$

La dépendance du paramètre de restauration dynamique  $r$  à la vitesse de déformation plastique et à la température est donné par :

$$r = K_r(\dot{\varepsilon}_p)^{-1/n} \times \exp\left(-\frac{Q_c}{nR_g T}\right) \quad (6.8)$$

avec

$$K_r = r_0(\dot{\varepsilon}_{00}^c)^{+1/n} \quad (6.9)$$

La densité de dislocations moyenne est utilisée comme unique variable interne en considérant un matériau polycristallin isotrope. L'analyse par EBSD a montré que l'alliage NY690 ne présentait pas de texture particulière à l'état de réception (Annexe 2). En supposant un réseau périodique de dislocations, une équation similaire à celle de Taylor (1934) est utilisée pour relier la contrainte d'écoulement à la densité de dislocations :

$$\hat{\sigma} = \hat{\sigma}_y^d + \hat{R} \quad (6.10)$$

Le terme  $\hat{\sigma}_y^d$  représente la contribution du réseau de dislocations pour la limite d'élasticité qui dépend uniquement de la densité de dislocations initiale  $\rho_0$  :

$$\hat{\sigma}_y^d = M\alpha\mu b\sqrt{\rho_0} \quad (6.11)$$

$M$  est le facteur de Taylor,  $\alpha$  est la constante de durcissement de la forêt,  $\mu$  est le module de cisaillement et  $b$  est l'amplitude du vecteur de Burgers. L'écrouissage  $\hat{R}$  peut-être défini en accord avec les équations 6.10 et 6.11 :

$$\hat{R} = M\alpha\mu b(\sqrt{\rho} - \sqrt{\rho_0}) \quad (6.12)$$

En combinant les équations 6.5, 6.11 et 6.12, l'équation de Voce (1948) peut être obtenue pour une vitesse de déformation plastique constante. Cette équation permet de décrire le comportement mécanique lorsque la compétition entre l'écrouissage et la restauration dynamique est prépondérante ce qui correspond au régime III précédemment défini dans la section § 5.1.1.2 (fig. 6.1).

$$R = (\sigma_{SS} - \sigma_y) \left(1 - \exp\left(-\frac{\varepsilon_p}{\varepsilon_{tr}}\right)\right) \quad (6.13)$$

La rapidité avec laquelle la contrainte en régime stationnaire  $\sigma_{SS}$  est atteinte dépend du terme  $\varepsilon_{tr}$  :

$$\varepsilon_{tr} = \frac{\sigma_{SS}}{\theta_{II}} = \frac{2}{r} \quad (6.14)$$

$\theta_{II}$  le taux d'écrouissage dans le régime II (fig. 6.1) donné par l'équation suivante :

$$\theta_{II} = \frac{1}{2}\alpha\mu b M h \left(\frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_{00}^G}\right)^{\frac{1}{m}} \exp\left(\frac{Q_G}{mR_g T}\right) \quad (6.15)$$

En dessous de 650°C à une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , le paramètre de restauration dynamique peut être négligé ce qui correspond à une valeur seuil :  $r_0 = 45$ . La transition entre le régime II et le régime III dépend de la vitesse de déformation et elle est définie à partir de la valeur du paramètre de restauration dynamique. L'intégration de l'équation 6.5 en négligeant le paramètre de restauration dynamique donne :

$$\theta_{II} = \frac{1}{2}\alpha\mu b M h_0 \quad (6.16)$$

$h_0$  est le coefficient d'écroissage lié au stockage des dislocations dans le régime II lequel est prépondérant entre 25°C et 650°C pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (fig. 6.1a). Dans ce régime, le coefficient d'écroissage  $h_0$  dépend peu de la température et de la vitesse de déformation et définit la pente de l'écroissage linéaire :

$$R = \sigma - \sigma_y = \left( \frac{1}{2} \alpha \mu b M h_0 \right) \varepsilon_p \quad (6.17)$$

La contrainte en régime stationnaire  $\sigma_{SS}$  dépend à la fois des mécanismes de montée et de glissement des dislocations et plus précisément du ratio  $h/r$ .  $\sigma_{SS}$  est une fonction de la température et de la vitesse de déformation avec une expression similaire à celle proposée par Sellars and McTegart (1966) :

$$\sigma_{SS} = K(\dot{\varepsilon}_p)^{\lambda_{SS}} \exp\left(\frac{Q}{R_g T}\right) \quad (6.18)$$

avec

$$K = M \alpha \mu b \frac{h}{r_0} (\varepsilon_{00}^G)^{-1/m} (\varepsilon_{00}^C)^{-1/n} \quad (6.19)$$

$$\lambda_{SS} = \frac{1}{n} + \frac{1}{m} \quad (6.20)$$

et

$$Q = \frac{Q_c}{n} + \frac{Q_G}{m} \quad (6.21)$$

Le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation en régime stationnaire  $\lambda_{SS}$  dépend fortement de la température [Estrin (2007), Khan et Liu (2012)] d'où l'utilisation d'une fonction d'Erreur pour calculer  $\lambda_{SS}$  en fonction de la température.

$$\lambda_{SS} = \frac{\lambda_{SS0}}{2} [1 + \text{erf}(A \times T + B)] \quad (6.22)$$

En combinant les équations 6.3, 6.4 et 6.11, la limite d'élasticité peut être obtenue :

$$\frac{\sigma_y}{\mu} = M \alpha b \sqrt{\rho_0} \left( \frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_{00}^G} \right)^{\frac{1}{m}} \exp\left(\frac{Q_G}{m R_g T}\right) \quad (6.23)$$

En deçà de 800°C, l'équation 6.23 peut être simplifiée en négligeant l'influence de la vitesse de déformation :

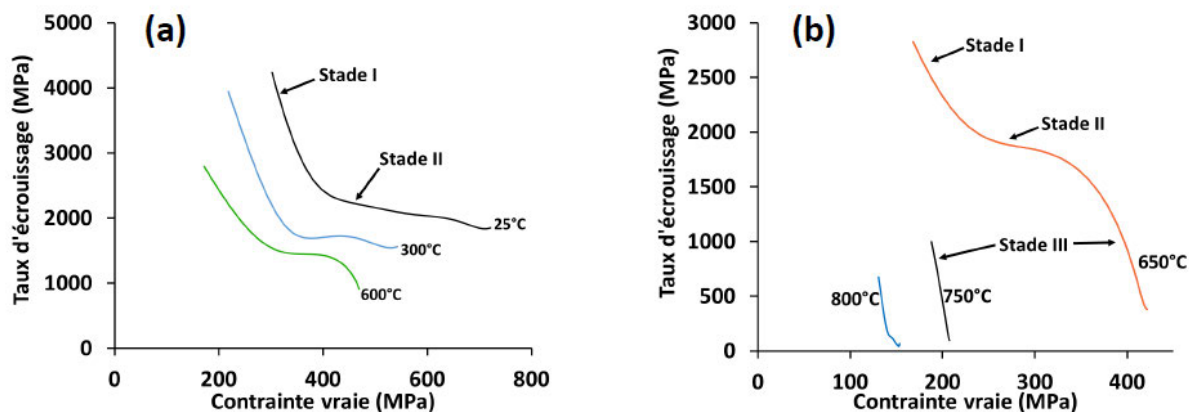
$$\frac{\sigma_y}{\mu} = M \alpha b \sqrt{\rho_0} \exp\left(\frac{Q_Y}{R_g T}\right) \quad (6.24)$$

Deux cas ont été analysés pour simuler le comportement mécanique :

- 1) Ecroissage prédominant (régime II)
- 2) Compétition entre écroissage et restauration dynamique (régime III)

Le régime II se produit entre 25°C et 650°C à une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (fig. 6.1a) et se caractérise par un écroissage linéaire dépendant du module de cisaillement et du paramètre  $h_0$ . Le 3<sup>ème</sup> régime (fig. 6.1b) donne lieu à un régime asymptotique (loi de Voce) dépendant de  $\sigma_{SS}$  et de  $r$ , lesquels dépendent à la fois de la température et de la vitesse de déformation plastique (cf. § 5.1.1). La transition entre les stages II et III se produit à une température de 650°C pour une vitesse de

déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  ce qui correspond à une valeur de  $r$  égale à 45. Les équations utilisées pour le calcul de la limite d'élasticité et de la variable d'érouissage  $R$  sont rappelés dans les tableaux 6.2 et 6.3. La méthode de détermination des paramètres ajustables est présentée dans la section suivante.



**Figure 6.1** : courbes d'érouissage entre 25°C et 600°C (a) et entre 650°C et 800°C (b) à une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à l'état de réception.

T (°C)	Limite d'élasticité
25- 800	$\sigma_y = M\alpha\mu b\sqrt{\rho_0} \exp\left(\frac{Q_Y}{R_g T}\right)$
800- 1000	$\sigma_y = M\alpha\mu b\sqrt{\rho_0} \left(\frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_{G00}}\right)^{\frac{1}{m}} \exp\left(\frac{Q_G}{mR_g T}\right)$

**Tableau 6.2** : équations utilisées pour le calcul de la limite d'élasticité

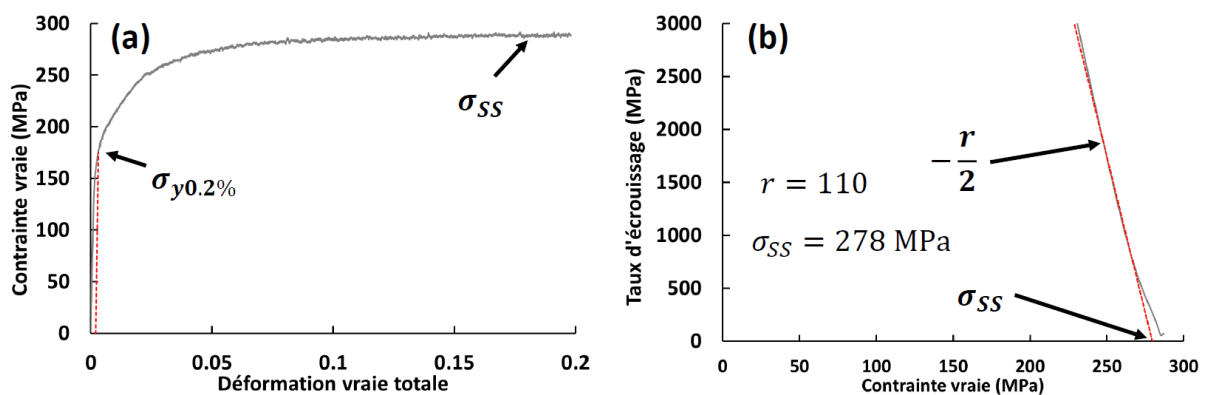
Paramètre	Equation
Variable d'érouissage	si $r < r_0$ alors $R = \frac{M\alpha\mu b h_0}{2} \varepsilon_p$ sinon $R = (\sigma_{ss} - \sigma_y) \left(1 - \exp\left(-\frac{r}{2} \varepsilon_p\right)\right)$
Coefficient d'érouissage	$h_0 = 130 \times 10^6 \text{ m}^{-1}$
Paramètre de restauration dynamique	$r = K_r (\dot{\varepsilon}_p)^{-1/n} \times \exp\left(-\frac{Q_c}{nR T}\right)$
Coefficient de sensibilité à la vitesse en régime stationnaire	$\lambda_{ss} = \frac{\lambda_{ss0}}{2} [1 + \text{erf}(A \times T + B)]$
Contrainte d'écoulement en régime stationnaire	$\sigma_{ss} = K (\dot{\varepsilon}_p)^{\lambda_{ss}} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)$

**Tableau 6.3** : équations pour la modélisation de la plasticité en fonction de la température et de la vitesse de déformation.

### 6.1.2 Détermination des paramètres

Dans cette partie, la limite d'élasticité  $\sigma_y$ , le paramètre de restauration dynamique  $r$ , la contrainte en régime stationnaire  $\sigma_{SS}$ , la sensibilité à la vitesse de déformation dans le régime stationnaire  $\lambda_{SS}$  et le coefficient d'érouissage  $h_0$  doivent être déterminés. La limite d'élasticité est déterminée à partir des courbes contrainte – déformation en considérant toujours un seuil de plasticité de 0.2%. En effet, l'incertitude de mesure sur la limite d'élasticité augmente fortement si le seuil de plasticité est en-deçà de 0.2%. Le paramètre  $r$  et la contrainte en régime stationnaire sont calculés à partir des courbes donnant l'évolution du taux d'érouissage  $\Theta$  en fonction de la contrainte vraie  $\sigma$  (fig. 6.2). Les méthodes de calcul de la déformation plastique, de la vitesse de déformation plastique, de la contrainte vraie et du taux d'érouissage ont été données dans la section 3.5.7. La relation entre  $\Theta$ ,  $\sigma$ ,  $\sigma_{SS}$  et  $r$  est obtenue par dérivation de l'équation 6.13 :

$$\Theta = \frac{r\sigma_{SS}}{2} - \frac{r}{2} \sigma \quad (6.25)$$



**Figure 6.2** : illustration de la méthode de détermination de  $r$  et de  $\sigma_{SS}$  à 750°C pour une vitesse de déformation plastique de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à partir des courbes  $\Theta - \sigma$  (b) obtenues à partir des courbes  $\sigma - \varepsilon$  (a).

Les valeurs d'énergie d'activation  $Q_Y$  et  $Q_G$  intervenant dans le calcul de la limite d'élasticité (eq. 6.23, 6.24) sont obtenues en traçant  $\ln(\sigma_y/\mu)$  en fonction de l'inverse de la température (fig. 6.3a). Par un raisonnement analogue, la sensibilité de la limite d'élasticité à la vitesse de déformation  $1/m$  (eq. 6.23) est obtenue en traçant  $\ln(\sigma_y/\mu)$  en fonction de  $\ln(\dot{\varepsilon})$  à partir des résultats obtenus à 900°C et à 1000°C.

La valeur d'énergie d'activation  $Q$  ainsi que la constante  $K$  intervenant dans l'expression de la contrainte en régime stationnaire  $\sigma_{SS}$  (eq. 6.18) sont calculées en procédant de la même manière (fig. 6.3b). Les valeurs de  $K_r$ ,  $n$  et  $Q_c$  intervenant dans le calcul du paramètre de restauration dynamique  $r$  (eq. 6.8) sont également obtenues en traçant  $\ln(r)$  en fonction de l'inverse de température et en fonction de la vitesse de déformation plastique (fig. 6.4).

Le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation dans le régime stationnaire  $\lambda_{SS}$  est calculé en considérant tous les résultats obtenus entre 650°C et 1000°C en procédant de la même manière que précédemment (fig. 6.5a). Un ajustement des données obtenues est ensuite effectué en utilisant l'équation 6.22 permettant alors de calculer les valeurs de  $\lambda_{SS0}$ ,  $A$  et  $B$  (fig. 6.5b).

En dessous de 650°C, le taux d'érouissage dépend uniquement du module de cisaillement et le ratio  $\Theta/\mu$  est environ de  $(2.4 \pm 0.1)10^{-2}$ . A partir de l'équation 6.16, la valeur du paramètre  $h_0$  peut donc être déterminée entre 25°C et 650°C.

Tous les paramètres identifiés sont donnés dans le tableau 6.4 ainsi que les propriétés physiques de l'alliage NY690.

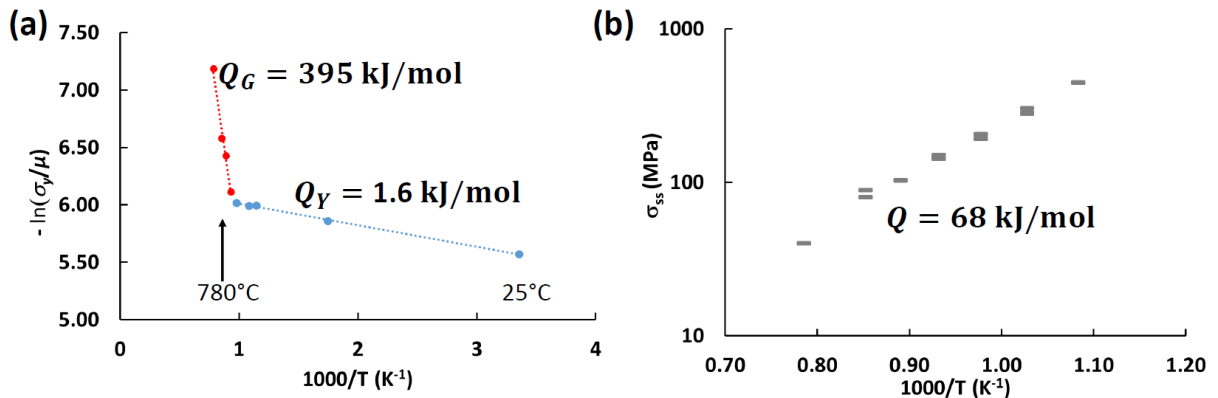


Figure 6.3 : a) détermination de  $Q_Y$  et  $Q_G$  intervenant dans le calcul de la limite d'élasticité, b) détermination de  $Q$  intervenant dans le calcul de la contrainte en régime stationnaire (eq. 6.18).

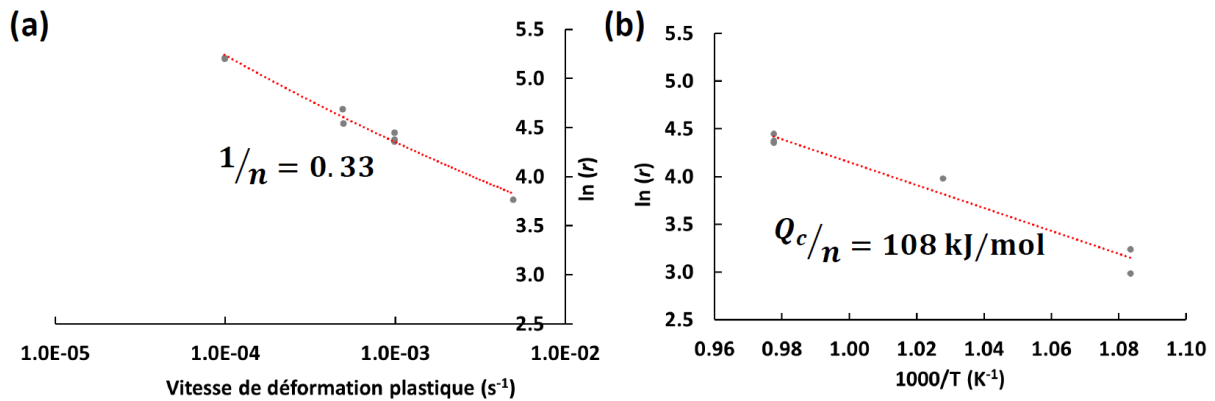


Figure 6.4 : détermination du paramètre  $n$  à 750°C (a) et de la valeur d'énergie d'activation  $Q_c$  (b) intervenant dans l'expression du paramètre de restauration dynamique (eq. 6.8).

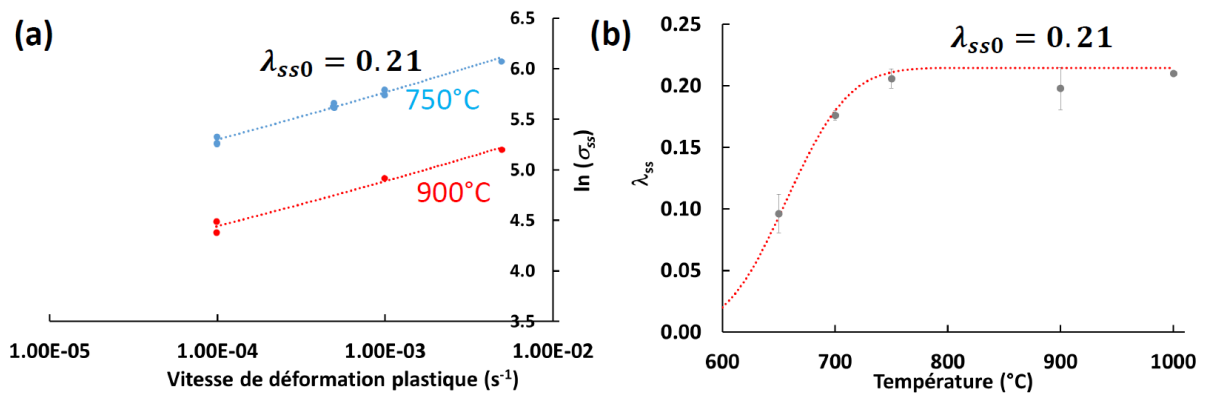


Figure 6.5 : illustration de la méthode de détermination de  $\lambda_{ss}$  (a) et ajustement des données expérimentales par l'équation 6.22 donnant les valeurs de  $\lambda_{ss0}$ ,  $A$  et  $B$  (b).



Paramètre	Valeur
<i>Propriétés physiques</i>	
$M$	3 [Sinclair <i>et al.</i> (2006)]
$\alpha$	0.5 [Madec <i>et al.</i> (2002)]
$E$	$210 - 0.017 \times T - 7.9 \cdot 10^{-5} \times T^2$ (GPa) <sup>a</sup>
$\mu$	$80.7 - 0.0266 \times T$ (GPa) <sup>b</sup>
$b$	0.252 nm <sup>c</sup>
Paramètres ajustables (déterminés à partir des données expérimentales)	
$h_0$	$130 \times 10^6 \text{ m}^{-1}$
$r_0$	45
$K$	0.52 MPa
$Q$	68 kJ/mol
$Q_C$	330 kJ/mol
$Q_G$	395 kJ/mol
$Q_y$	1.6 kJ/mol
$m$	7.0
$n$	3.05
$\dot{\epsilon}_{00}^G$	$6.1 \times 10^{14} \text{ s}^{-1}$
$\lambda_{ss0}$	0.21
$K_r$	$2.7 \cdot 10^6$
$A$	$0.016 \text{ K}^{-1}$
$B$	-15.2

<sup>a</sup>Température en °C, valeurs déterminées expérimentalement (§ 5.1.1.2)

<sup>b</sup>Température en °C, spécifications de *Special Metals* pour l'Inconel 690 (Annexe 1)

<sup>c</sup>Valeur mesurée par MET.

**Tableau 6.4** : valeur des propriétés physiques et des paramètres ajustables.

### 6.1.3 Résultats et discussions

Dans cette section, une comparaison est faite entre les résultats expérimentaux et ceux de la simulation de 25°C à 1000°C (*fig. 6.6*) et pour une vitesse de déformation comprise entre  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (*fig. 6.7*) pour l'alliage NY690 à réception. Les courbes de traction sont également simulées à 25°C et à 750°C pour deux états microstructuraux de référence (*fig. 6.8*) :

- à réception dont la taille de grain moyenne est de 50  $\mu\text{m}$  et dont la densité initiale de dislocations est de  $(3 \pm 2)10^{13} \text{ m}^{-2}$  : AR (50  $\mu\text{m}$ )
- après une mise en solution à 1150°C pendant 1h dont la taille de grain moyenne est de 90  $\mu\text{m}$  et dont la densité initiale de dislocations est estimée à  $1.5 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$  : SS (90  $\mu\text{m}$ )

Pour simuler le comportement mécanique en traction en fonction de la température, de la vitesse de déformation et de la densité initiale de dislocations, les équations du tableau 6.2 sont utilisées pour calculer la limite d'élasticité et la variable d'écrouissage  $R$ . La variable d'écrouissage  $R$  est calculée en considérant un paramètre d'écrouissage  $h_0$  constant entre 25°C et 650°C et en utilisant l'équation 6.17. Au-delà de 650°C, la variable d'écrouissage  $R$  est calculée à partir de l'équation 6.13 connaissant les valeurs de  $r$  (*eq. 6.8*),  $\sigma_{SS}$  (*eq. 6.18*) et  $\lambda_{SS}$  (*eq. 6.22*) dont les expressions ont été rappelées dans le tableau 6.3. Les propriétés physiques de l'alliage NY690 et les paramètres ajustables déterminés à partir des données expérimentales ont été donnés dans le tableau 6.4.

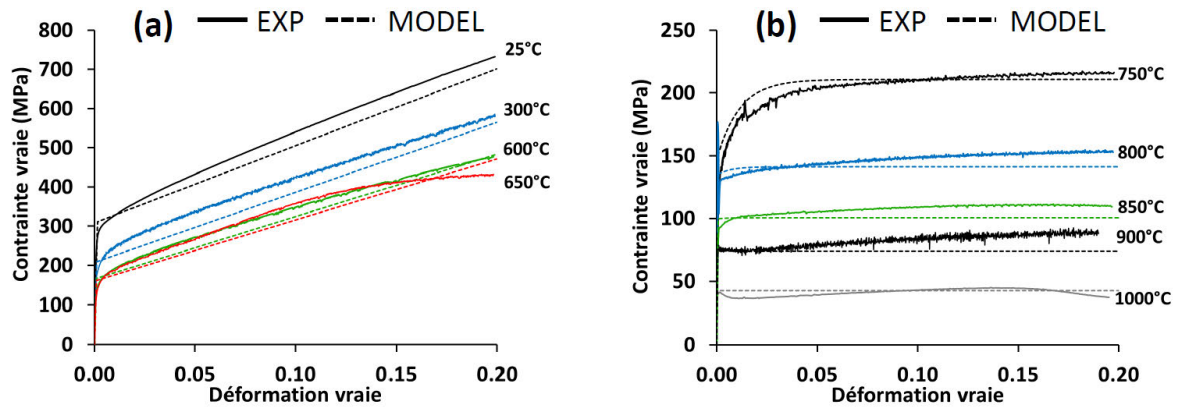
#### 6.1.3.1 Influence de la température

La limite d'élasticité simulée est relativement proche des résultats expérimentaux entre 25°C et 1000°C à une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  pour les échantillons AR (*fig. 6.6*). La chute rapide de la limite d'élasticité au-delà de 750°C est liée aux mécanismes de restauration (montée des dislocations assisté par le glissement) [Frost et Ashby (1982), Estrin (2007)]. En considérant un écrouissage linéaire, les courbes de traction sont simulées de 25°C à 650°C avec un bon accord avec les données expérimentales (*fig. 6.6a*). Un meilleur accord entre la simulation et les données expérimentales pourrait être obtenu en considérant le 1<sup>er</sup> régime au cours duquel le taux d'écrouissage diminue fortement au début de la déformation plastique. L'existence de ce régime peut être attribuée aux hétérogénéités locales de la microstructure c'est-à-dire la dispersion de la taille et de la densité de dislocations. D'ailleurs, le comportement mécanique en traction à 25°C après une mise en solution à 1150°C pendant une heure (SS-90  $\mu\text{m}$ ) est nettement mieux modélisé ce qui conforte l'hypothèse précédente.

La restauration dynamique commence à 650°C pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  du fait de la montée des dislocations, assistée par le glissement des dislocations [Frost et Ashby (1982), Estrin (2007)]. La transition entre le 2<sup>ème</sup> régime (*eq. 6.17*) et le 3<sup>ème</sup> régime (*eq. 6.13*) est prise en compte en considérant une valeur seuil du paramètre de restauration dynamique  $r_0$  (*tableau 6.3*). La transition entre le 2<sup>ème</sup> et 3<sup>ème</sup> régime dépend du ratio  $h/r$  (*eq. 6.5*) et donc de la température mais aussi de la vitesse de déformation plastique. Il existe en effet une équivalence entre l'effet de la vitesse de déformation plastique et l'effet de la température qui est connue depuis fort longtemps [Zener et Hollomon (1944)].

La contrainte vraie est correctement prédite pour les échantillons AR entre 750°C et 1000°C en utilisant la loi de Voce (*fig. 6.6b*). La rapidité avec laquelle le régime stationnaire est atteint est caractérisée par le terme  $2/r$ . Le paramètre de restauration dynamique  $r$  est calculé en fonction de la température et de la vitesse de déformation plastique (*eq. 6.8*) et fait intervenir les mécanismes de montée des dislocations. L'énergie d'activation du paramètre de restauration dynamique  $Q_c/n$  est de 108 kJ/mol. Celle-ci est très proche de l'énergie d'activation de la migration de lacunes, déterminée par Chambron

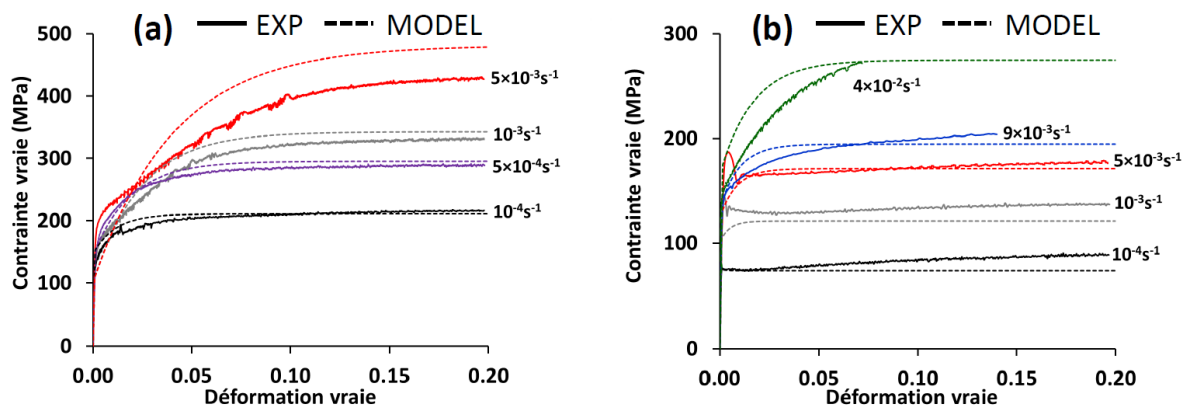
et Caplain (1974) pour l'alliage Ni30Fe qui est de 106 kJ/mol ce qui conforte le calcul du paramètre de restauration dynamique. En effet, la migration des lacunes favorise la montée des dislocations et donc l'annihilation des dislocations, mentionné par de nombreux travaux tels que Frost et Ashby (1982), Estrin (2007) et récemment par Galindo-Nava et Rivera-Díaz-del-Castillo (2013). L'énergie d'activation de la contrainte en régime stationnaire reporté par Bi *et al.* (2010) de l'alliage NY690 est de 360 kJ/mol ce qui correspond à la valeur moyenne de  $Q_C$  and  $Q_G$ , déterminée expérimentalement.



**Figure 6.6** : courbes simulées entre 25°C et 650°C (a) et entre 750°C et 1000°C (b) à une vitesse de déformation de  $10^{-4} s^{-1}$ .

### 6.1.3.2 Influence de la vitesse de déformation

La vitesse de déformation joue un rôle majeur sur l'érouissage, notamment à 750°C, ce qui est illustré par la figure 6.7a. Une plus forte vitesse de déformation retarde le 3<sup>ème</sup> régime en augmentant la contrainte en régime stationnaire  $\sigma_{SS}$  et en diminuant le coefficient de restauration dynamique  $r$ . L'annihilation des dislocations est plus facile à faible vitesse de déformation du fait de la diffusion des lacunes. Le coefficient de sensibilité à la vitesse en régime stationnaire  $\lambda_{SS}$  augmente fortement au-delà d'une température seuil qui est de 650°C du fait du début de la restauration dynamique. Un pic de contrainte est observé à 900°C (*fig. 6.7b*) à une vitesse de déformation de  $10^{-3} s^{-1}$  et  $5 \times 10^{-3} s^{-1}$  de ce qui est clairement dû à des variations de la vitesse de déformation (*cf. § 5.1.1.3*). A 900°C, la transition entre le 3<sup>ème</sup> régime et le régime parfaitement plastique est correctement modélisée en fonction de la vitesse de déformation.



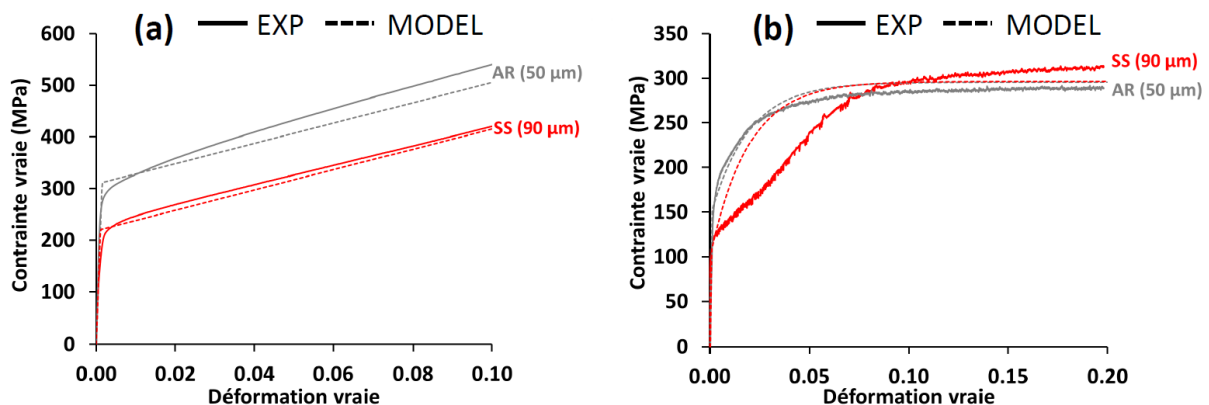
**Figure 6.7** : courbes simulées à 750°C (a) et à 900°C (b) pour différentes vitesses de déformation.

### 6.1.3.3 Influence de la microstructure initiale

La limite d'élasticité est correctement prédite à 25°C et à 750°C (fig. 6.8) en considérant uniquement la densité initiale de dislocations pour les échantillons AR (50  $\mu\text{m}$ ) et SS (90  $\mu\text{m}$ ). A partir de 750°C, la limite d'élasticité dépend peu de la densité initiale de dislocations (fig. 6.9). Ainsi, la limite d'élasticité de l'échantillon AR (50  $\mu\text{m}$ ) est très proche de celle de SS (90  $\mu\text{m}$ ). L'étude de la cinétique de restauration statique (§ 5.3) a en effet montré que celle-ci débutait pour des temps très courts (entre 10 et 100 s) pour une déformation plastique initiale de 0.038, comme l'atteste par ailleurs les résultats de Sakai *et al.* (1988) pour du nickel pur polycristallin. Cette restauration de l'écrouissage se manifeste du fait de l'activation de la montée des dislocations assistée par le glissement [Frost et Ashby (1982), Estrin (2007)] et celle-ci est d'autant plus rapide que la densité initiale de dislocations est grande [Sakai *et al.* (1988)].

Les courbes de traction simulées à 25°C sont également très proches des courbes expérimentales particulièrement pour l'échantillon SS (90  $\mu\text{m}$ ) pour lequel l'écrouissage est linéaire dès le début de la déformation plastique (fig. 6.8a). Ces résultats montrent que la taille de grain moyenne a un effet négligeable sur le taux d'écrouissage (pour des valeurs supérieures à 50  $\mu\text{m}$ ) comme mentionné par Sinclair *et al.* (2006).

A 750°C, la contrainte simulée en régime stationnaire est également un peu plus faible pour l'échantillon SS (90  $\mu\text{m}$ ) car l'accroissement de la taille de grain a pour effet d'augmenter la valeur de  $\sigma_{SS}$  ce qui n'est pas pris en compte. La plus faible densité de dislocations ( $1.5 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ ) des échantillons SS conduit à un plus fort coefficient d'écrouissage de l'ordre de 2300 MPa ainsi qu'à des décrochements de l'effort. Ce comportement mécanique peut être attribué au vieillissement dynamique et le taux d'écrouissage est plus élevé que celui observé dans le 2<sup>ème</sup> régime qui est de l'ordre de 1500 MPa à 750°C. Le vieillissement dynamique se produit entre 300°C et 750°C avec les plus forts décrochements entre 500°C et 750°C. Le vieillissement dynamique a également été observé pour d'autres alliages de nickel entre 300°C et 800°C [Chaboche *et al.* (2013)]. Il se produit dans des conditions spécifiques de température et de vitesse de déformation du fait des interactions entre les dislocations mobiles et les atomes de solutés. Dans le cas du chargement thermomécanique complexe se produisant durant le procédé de soudage multi-passe, l'occurrence de ce phénomène est peu probable. Les interactions entre les atomes de soluté et les dislocations ont donc été négligées.



**Figure : 6.8** : courbes simulées à 25°C et à 750°C pour les échantillons AR (50  $\mu\text{m}$ ) et SS (90  $\mu\text{m}$ ) à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  ayant une densité initiale de dislocations respectivement de  $3 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$  et  $1.5 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ .

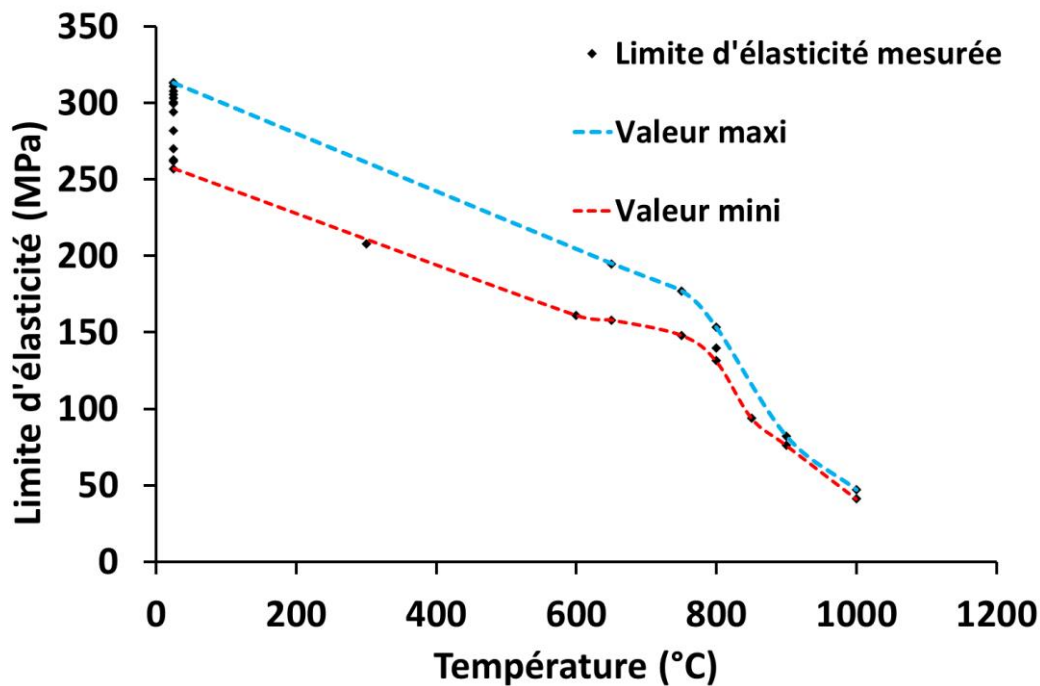


Figure 6.9 : dispersion de la limite d'élasticité à un seuil de 0.2% de 25°C à 1000°C pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et à l'état de réception.

#### 6.1.3.4 Confrontations du modèle à d'autres résultats expérimentaux

Dans cette partie, les courbes de traction sont simulées à une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et confrontées aux résultats expérimentaux de Venkatesh et Rack (1998). Ces résultats sont obtenus pour l'alliage NY690 ayant une microstructure similaire à celle de l'état AR (*taille de grain d'environ 40  $\mu\text{m}$  et des carbures de chrome présents de manière irrégulière aux joints de grains mais densité initiale de dislocations non connue*).

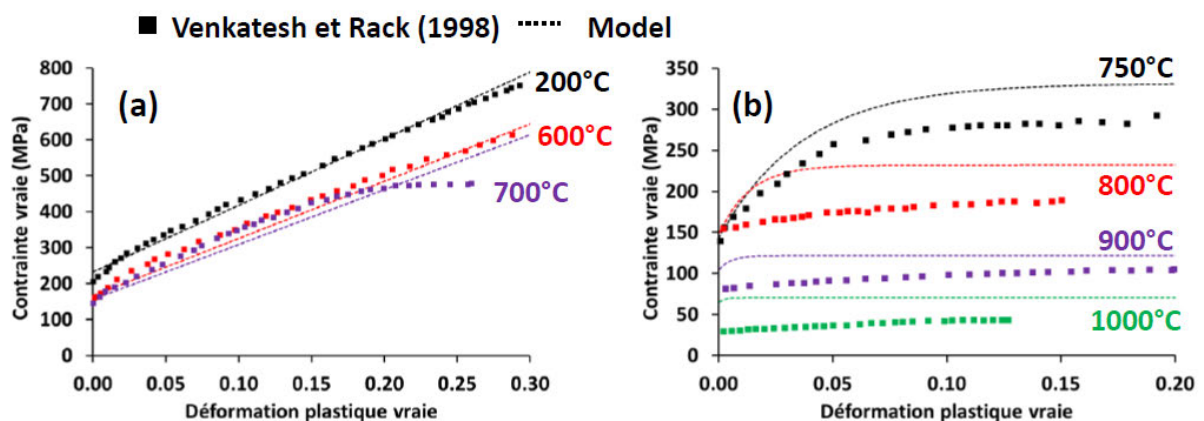


Figure 6.10 : courbes contrainte vraie – déformation plastique vraie simulées à une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  permettant une comparaison avec les résultats obtenus par Venkatesh et Rack (1998) entre 200°C et 700°C (a) et entre 750°C et 1000°C (b).

De 200°C à 700°C, les courbes simulées sont très proches des courbes expérimentales jusqu'à une déformation plastique vraie de 0.30 (fig. 6.10a). De 750°C à 1000°C, les valeurs de contrainte calculées en fonction de la déformation plastique surestiment un peu les valeurs expérimentales (fig. 6.10b). Il

est fort probable que cet écart soit dû aux conditions d'essais puisque la vitesse de déformation n'a pas été contrôlée par un extensomètre ce qui conduit à une vitesse de déformation réelle plus faible que  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Cette confrontation aux résultats de Venkatesh et Rack (1998) permet une validation de la modélisation du comportement en chargement monotone par l'utilisation de données expérimentales indépendantes.

#### 6.1.4 Synthèse

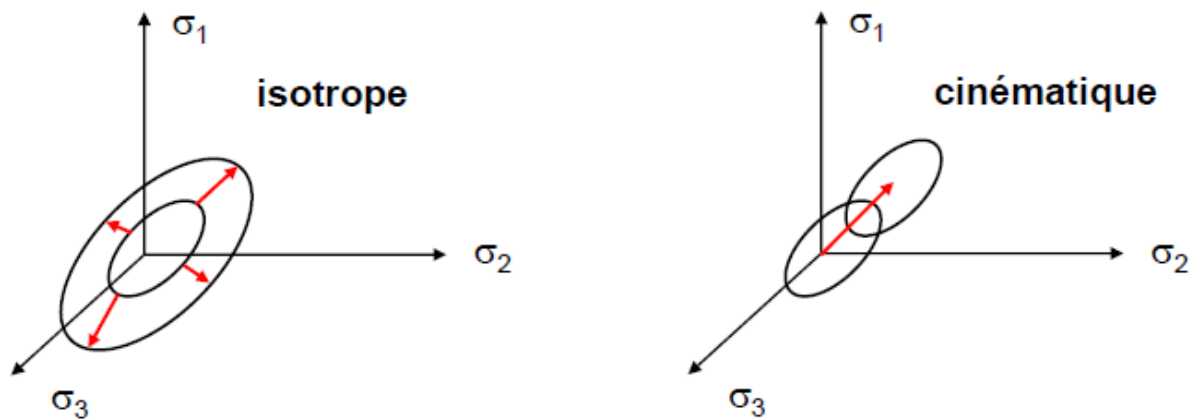
Dans cette partie, la limite d'élasticité  $\sigma_y$  et la variable d'écroissage  $R$  ont pu être modélisées en fonction de la température, de déformation plastique, de la vitesse de déformation plastique et en fonction de la densité initiale de dislocations. L'approche phénoménologique KME a permis de modéliser le comportement mécanique en chargement monotone de 25°C à 1000°C et dans une large gamme de vitesse de déformation (de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) et pour différents états microstructuraux en considérant la densité initiale de dislocations. Cette approche a pu être validée par des données expérimentales indépendantes provenant de Venkatesh et Rack (1998).

## 6.2 Chargement cyclique

En s'appuyant sur la modélisation du comportement en chargement monotone (§ 6.1) [Blaizot *et al.* (2015)] et sur les travaux de thèse de Didier Bardel [Bardel *et al.* (2015)], le comportement cyclique est modélisé à 25°C pour une dizaine de cycles en considérant deux variables microstructurales : la densité de dislocation et la taille de grain. Tandis que la taille de grain a peu d'influence sur l'écroissage en chargement monotone (§ 5.1.2), celle-ci a un effet non négligeable sur le comportement cyclique notamment au niveau des amplitudes de contrainte (§ 5.2.1).

### 6.2.1 Modélisation

Le même formalisme que précédemment (§ 6.1.1) est utilisé pour modéliser le comportement mécanique en chargement cyclique. En chargement monotone, seul l'écroissage isotrope  $R$  est considéré avec un critère de plasticité reposant sur un accroissement de la densité de dislocations et donc de la surface de charge. En chargement cyclique, il convient de dissocier l'écroissage isotrope et l'écroissage cinématique  $X$  du fait de l'effet Bauschinger (fig. 6.11). L'effet Bauschinger se manifeste par une modification des courbes d'écroissage et par une limite d'élasticité plus basse en compression après une déformation en traction.



**Figure 6.11** : illustration de l'écroissage isotrope (a) et de l'écroissage cinématique (b) en chargement cyclique.

Dans le cas général en chargement cyclique, le critère de plasticité est le suivant [Chaboche (2008)] :

$$f(\sigma) = J_2(\sigma - \mathbf{X}) - (\sigma_y + R) = 0 \quad (6.26)$$

Dans le cas d'un écroissage cyclique, il est nécessaire de prendre en compte le déplacement de la surface de charge caractérisé par la variable d'écroissage  $\mathbf{X}$ . Cette variable indique la position de la surface de charge à un instant donné. Dans ce cas, il faut appliquer le critère de plasticité en prenant en compte le déplacement de la surface de charge d'où l'utilisation du deuxième invariant des contraintes  $J_2$  ( $J_2 = \frac{1}{2} A_{ij} A_{ij}$ ) avec  $\mathbf{A}$  la partie déviatorique du tenseur  $\sigma - \mathbf{X}$ .

Pour simplifier l'approche développée ici, un chargement unidirectionnel est considéré ce qui conduit à l'expression suivante pour le critère de plasticité :

$$f(\sigma) = |\sigma - X| - (\sigma_y + R) = 0 \quad (6.27)$$

Pour  $f(\sigma) \leq 0$ , la contrainte  $\sigma$  est définie par la loi de Hooke en faisant par ailleurs l'hypothèse des petites déformations :

$$\sigma = E(\varepsilon - \varepsilon_p) \quad (6.28)$$

$\varepsilon$  est la déformation vraie totale,  $\varepsilon_p$  est la déformation plastique vraie et  $E$  est le module de Young.

Pour une vitesse de déformation donnée, parmi tous les états de contrainte plastiquement admissibles, l'état de contrainte réel dissipe la plus forte puissance de déformation plastique [Chaboche (2008)]. Le multiplicateur plastique est déterminé à partir de la condition de cohérence  $f = \dot{f} = 0$ .

$$\dot{\varepsilon}_p = \dot{\lambda} \frac{\partial f}{\partial \sigma} = \dot{\lambda} \times \text{Sign}(\sigma - X) \quad (6.29)$$

L'inconnue du problème est le multiplicateur plastique  $\dot{\lambda}$  aussi défini comme la norme de la vitesse de déformation plastique :

$$\dot{\lambda} = |\dot{\varepsilon}_p| = \dot{p} \quad (6.30)$$

Il convient maintenant de définir la limite d'élasticité  $\sigma_y$ , la variable d'écroissage isotrope  $R$  ainsi que la variable d'écroissage cinématique  $X$ .

### 6.2.1.1 Limite d'élasticité

La modélisation de la limite d'élasticité est enrichie par rapport à la section précédente (§ 6.1.1.) en considérant également l'effet de la taille de grain  $\sigma_{yg}$ , le durcissement par solution solide  $\sigma_{ySS}$  ainsi que la contribution du nickel pur  $\sigma_{y0}$ .

$$\sigma_y = \sigma_{y0} + \sigma_{ySS} + \sigma_{yg} + \sigma_{yd0} \quad (6.31)$$

La contribution par le durcissement de la forêt  $\sigma_{yd0}$  est rappelée ci-dessous :

$$\sigma_{yd0} = M\alpha\mu b\sqrt{\rho_0} \quad (6.32)$$

A partir des travaux de Roth *et al.* (1997), la contribution du nickel pur  $\sigma_{y0}$  est estimée à 16 MPa. La contribution de la solution solide est définie d'après Gypen et Deruyttere (1977) par la relation suivante :

$$\sigma_{ySS} = \left( \sum_i k_i^{1/n} \times X_i \right)^n \quad (6.33)$$

La contribution  $\sigma_{ySS}$  est estimée à 200 MPa à 25°C par Roth *et al.* (1997) pour l'alliage NY690. Cette valeur de  $\sigma_{ySS}$  semble être clairement surestimée puisqu'elle correspond à la limite d'élasticité  $\sigma_y$  de l'alliage NY690 à l'état de solution solide ayant une taille de grain de 360  $\mu\text{m}$ .

L'effet de la taille de grain  $d_G$  sur la limite d'élasticité est donné par l'équation de Hall-Petch [Hall (1951), Petch (1953)] :

$$\sigma_{yg} = \frac{k_{HP}}{\sqrt{d_G}} \quad (6.34)$$

La constante de Hall-Petch  $k_{HP}$  a été estimée dans la section 5.1.2 à 0.61 MN. m<sup>-3/2</sup>.



### 6.2.1.2 Ecrouissage isotrope

La variable d'écrouissage isotrope  $R$  est définie de la même manière que pour la modélisation du comportement mécanique en chargement monotone (§ 6.1.1) :

$$R = M\alpha\mu b(\sqrt{\rho} - \sqrt{\rho_0}) \quad (6.35)$$

De même, la loi d'évolution de la densité de dislocations est donnée par Kocks, Mecking et Estrin par la relation suivante [Mecking et Kocks (1981), Estrin et Mecking (1984)] :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon_p} = M(h\sqrt{\rho} - r\rho) \quad (6.36)$$

En chargement cyclique, il est nécessaire de prendre en compte un terme d'annihilation des dislocations  $r\rho$  même à 25°C du fait de la saturation de l'écrouissage isotrope [Chaboche (2008)]. L'effet de la taille de grain sur l'écrouissage isotrope est toujours négligé compte tenu des résultats expérimentaux obtenus pour une taille de grain supérieure à 50  $\mu\text{m}$  (§ 5.1.2) ce qui est en accord avec les résultats obtenus par Sinclair *et al.* (2006).

### 6.2.1.3 Ecrouissage cinématique

L'origine microstructurale de l'écrouissage cinématique est dû à l'empilement de dislocations au niveau des obstacles qu'il s'agisse de joints de grains ou de précipités [Sinclair *et al.* (2006), Bardel *et al.* (2015)]. Afin de simplifier l'approche pour modéliser le comportement cyclique lors des 10 premiers cycles, seul l'effet des joints de grain sur l'écrouissage cinématique sera pris en compte (§ 5.2.2). Le blocage des dislocations aux joints de grains permet un durcissement de l'alliage (effet Hall-Petch) mais peut également engendrer de l'écrouissage cinématique. En effet, les dislocations  $n_G$  arrivant aux joints de grains voient un champ de contrainte dû aux dislocations déjà bloquées plus important dans le sens de sollicitation que dans le sens de désancrage où aucun champ de surcontrainte n'est présent. Une forme simple, proposée par Sinclair *et al.* (2006) pour modéliser le lien entre le nombre de dislocations stockées aux joints de grains pour une bande de glissement donnée  $n_G$  et la variable d'écrouissage cinématique  $X_G$  est :

$$X = X_G = M \frac{\mu b}{d_G} n_G \quad (6.37)$$

Dans le cas général, pour une constante de tension de ligne  $\beta$  différente de 0.5, Bardel *et al.* (2015) obtient l'expression suivante :

$$X = X_G = M \frac{2\beta\mu b}{d_G} n_G \quad (6.38)$$

Sinclair *et al.* (2006) propose l'équation suivante pour décrire l'évolution  $n_G$  dans laquelle  $n_G^*$  représente le nombre maximal de dislocations stockées aux joints de grains et  $\lambda_G$  représente la distance entre les plans de glissement pour une bande de glissement donnée :

$$\frac{\partial n_G}{\partial \varepsilon_p} = M \frac{\lambda_G}{b} \left( 1 - \frac{n_G}{n_G^*} \right) \quad (6.39)$$

Cette loi d'évolution du nombre de dislocations stockées aux joints de grains a été adaptée par Bardel *et al.* (2015) en remplaçant le terme  $n_G^*$  par  $n_G^* \times \text{Sign}(\dot{\varepsilon}_p)$  afin de prendre en compte les effets cycliques.

$$\frac{\partial n_G}{\partial \varepsilon_p} = M \frac{\lambda_G}{b} \left( 1 - \frac{n_G}{n_G^* \times \text{Sign}(\dot{\varepsilon}_p)} \right) \quad (6.40)$$

## 6.2.2 Intégration numérique et analyse de sensibilité

Les équations précédentes sont intégrées dans le logiciel de précipitation **PreciSo**, développé par Perez *et al.* (2008) et par Bardel *et al.* (2014). Ce logiciel permet de prédire la précipitation de phases, important pour les alliages à durcissement structural, la limite d'élasticité et le comportement cyclique [Bardel *et al.* (2015)].

### 6.2.2.1 Intégration numérique

A partir des équations précédentes, le système d'équations différentielles suivant peut-être obtenu pour lequel la principale inconnue du problème est le multiplicateur plastique  $\dot{\lambda}$  :

$$\left\{ \begin{array}{l} \dot{\sigma} = E[\dot{\varepsilon} - \dot{\lambda} \times \text{Sign}(\sigma - X)] \\ \dot{\rho} = M[h\sqrt{\rho} - r\rho]\dot{\lambda} \\ \dot{n}_G = M \frac{\lambda_G}{b} \left[ \text{Sign}(\sigma - X) - \frac{n_G}{n_G^*} \right] \dot{\lambda} \\ \dot{X} = \frac{2M^2 \lambda_G \beta \mu}{d_G} \left[ \text{Sign}(\sigma - X) - \frac{n_G}{n_G^*} \right] \dot{\lambda} \\ \dot{R} = \frac{M\alpha\mu b}{2\sqrt{\rho}} \dot{\rho} \end{array} \right. \quad (6.41)$$

Pour faciliter la résolution du problème, une intégration explicite en temps est réalisée à l'aide d'un algorithme RK45 [Hairer *et al.* (1993)]. L'inconnue du problème  $\dot{\lambda}$  est déduite de la condition de consistance  $f = \dot{f} = 0$  et celle-ci est mise à jour à chaque pas de temps :

$$\dot{\lambda} = \frac{\text{Sign}(\sigma - X)E\dot{\varepsilon}}{\left( E + \frac{\dot{R}}{\dot{\lambda}} + \text{Sign}(\sigma - X) \left[ \frac{\dot{X}}{\dot{\lambda}} \right] \right)} \quad (6.42)$$

### 6.2.2.2 Analyse de sensibilité

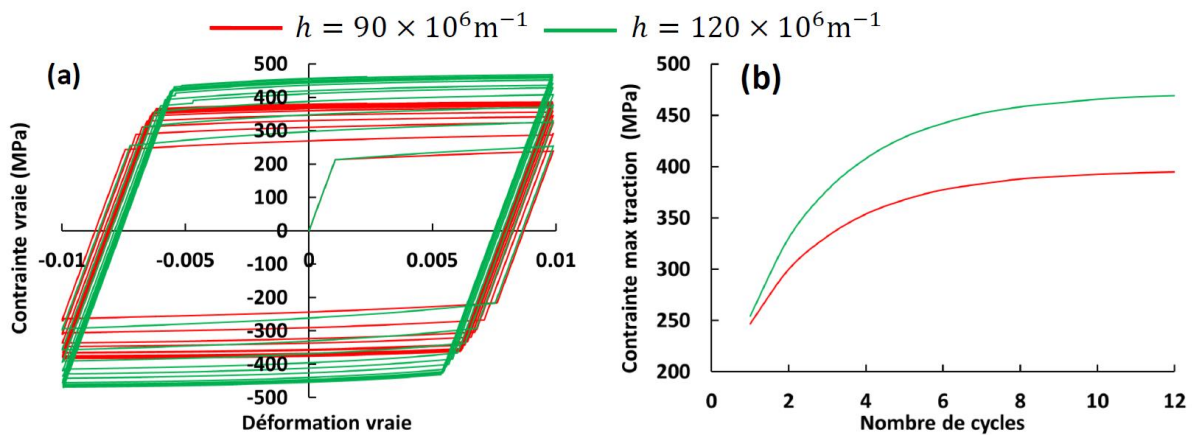
Pour modéliser le comportement cyclique, les paramètres à identifier sont  $h$  et  $r$  pour l'écroissage isotrope ainsi que  $n_G^*$  et  $\lambda_G$  pour l'écroissage cinématique. Afin de faciliter l'identification des paramètres, une analyse de sensibilité a été effectuée pour un jeu de paramètres initiaux donné dans le tableau 6.5 pour une valeur de limite d'élasticité  $\sigma_y$  fixée à 200 MPa.

#### Ecrouissage isotrope

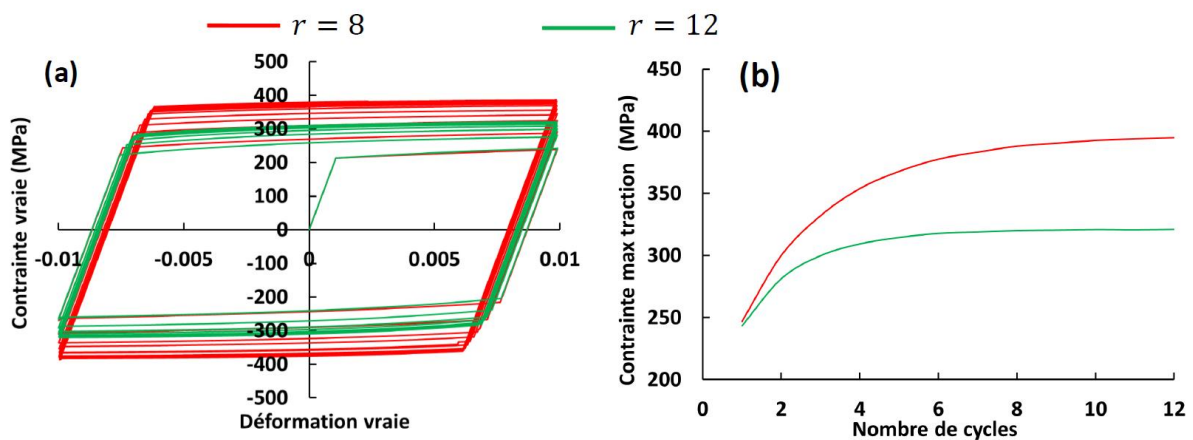
En chargement cyclique, l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation plastique dépend principalement de la valeur du paramètre  $h$  lors de la 1<sup>ère</sup> rampe en traction (eq. 6.16 dans § 6.1.1) ce qui est illustré par les figures 6.12 et 6.13. La saturation de la variable d'écroissage isotrope  $R$  conduit à une stabilisation du durcissement cyclique (en l'absence d'écroissage cinématique) et ne dépend que du ratio  $h/r$  (eqs. 6.18 et 6.19 dans § 6.1.1). Autrement dit, plusieurs combinaisons de  $h$  et de  $r$  peuvent donner la même valeur de contrainte asymptotique pour un jeu de paramètres donnés ce qui rend difficile l'identification numérique de ces paramètres (fig. 6.14). L'analyse de sensibilité montre par ailleurs qu'il faut identifier les paramètres d'écroissage isotrope à partir des premiers cycles (fig. 6.14).

Paramètre	Valeur
$h$	$90 \times 10^6 \text{ m}^{-1}$
$r$	8
$n_G^*$	150
$\lambda_G$	$2 \times 10^{-6}$
$\rho_0$	$1 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$
$d_G$	200 $\mu\text{m}$
$\sigma_y$	200 MPa

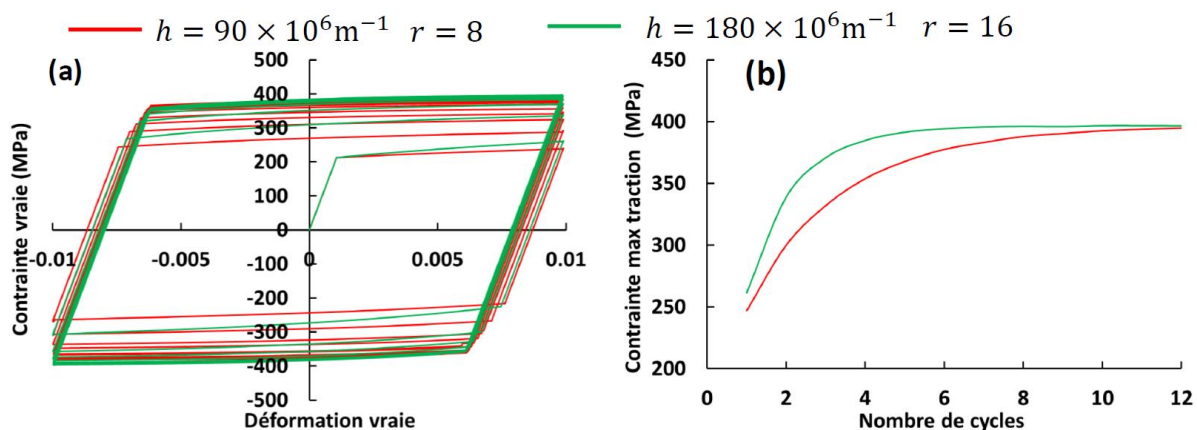
**Tableau 6.5 :** jeu de paramètres initiaux pour l'analyse de sensibilité, obtenu par un ajustement des courbes cycliques.



**Figure 6.12 :** effet du paramètre  $h$  sur la simulation du comportement cyclique : a) courbes contrainte – vraie simulées, b) évolution de la contrainte maximale simulée en fonction du nombre de cycles.



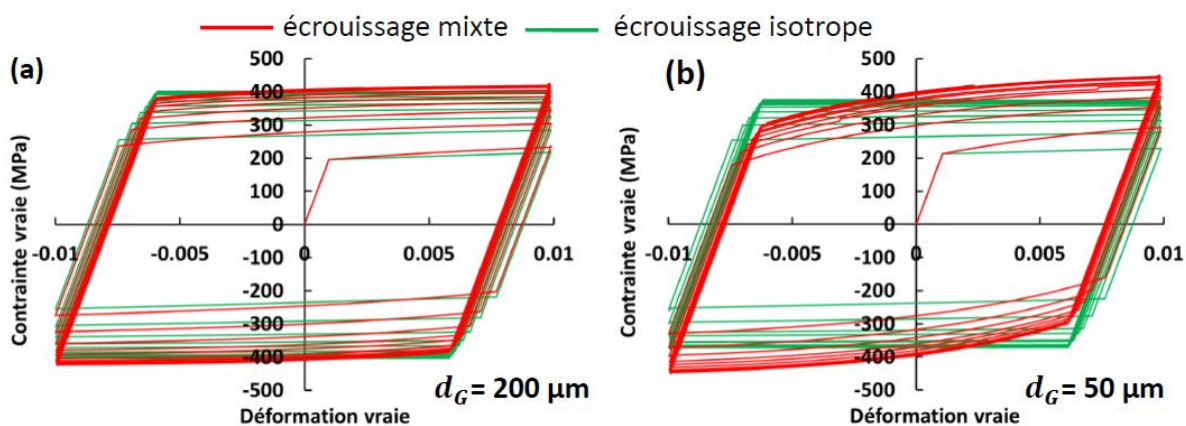
**Figure 6.13 :** effet du paramètre  $r$  sur la simulation du comportement cyclique : a) courbes contrainte – vraie simulées, b) évolution de la contrainte maximale simulée en fonction du nombre de cycles.



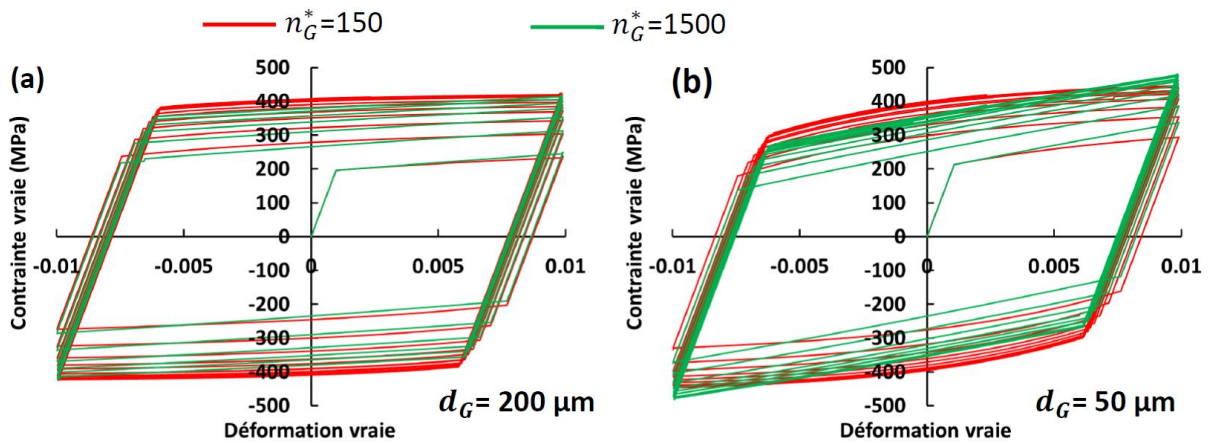
**Figure 6.14** : effet des paramètres  $h$  et  $r$  sur la simulation du comportement cyclique pour un ratio  $h/r$  identique : a) courbes contrainte – vraie simulées, b) évolution de la contrainte maximale simulée en fonction du nombre de cycles.

### Écrouissage cinématique

En utilisant le même jeu de paramètres que précédemment, le calcul est effectué en ne conservant que la contribution isotrope et cela pour deux tailles de grain ( $50 \mu\text{m}$  et  $200 \mu\text{m}$ ) afin de mettre en évidence l'effet de la taille de grain sur l'écrouissage cinématique. Pour une taille de grain de  $200 \mu\text{m}$ , la simulation du comportement cyclique en ne conservant que l'écrouissage isotrope donne des résultats très proches que celle incluant l'écrouissage cinématique (fig. 6.15a). A l'inverse, une taille de grain de  $50 \mu\text{m}$  a une influence importante sur l'écrouissage cinématique (eq. 6.38) comme le montre la figure 6.15b. Cette simulation montre donc que l'écrouissage est isotrope pour les plus fortes tailles de grain (supérieur à  $200 \mu\text{m}$ ) et qu'il est mixte pour une taille de grain comprise entre  $50 \mu\text{m}$  et  $200 \mu\text{m}$ . La saturation de l'écrouissage cinématique dépend quant à elle du nombre maximal de dislocations aux joints de grains  $n_G^*$  (eq. 6.40) ce qui est illustré par la figure 6.16. Pour une valeur élevée de  $n_G^*$  ( $1500$ ), l'équation 6.38 conduit à un écrouissage cinématique linéaire dont la pente est inversement proportionnelle à la taille de grain. Cette analyse de sensibilité montre la robustesse du modèle d'écrouissage cyclique et permet par ailleurs de définir une stratégie d'identification.



**Figure 6.15** : courbes contrainte vraie – déformation vraie simulées en chargement cyclique avec et sans écrouissage cinématique pour une taille de grain de  $200 \mu\text{m}$  (a) et pour une taille de grain de  $50 \mu\text{m}$  (b).



**Figure 6.16** : courbes contrainte vraie – déformation vraie simulées en chargement cyclique avec et sans saturation de l’écrouissage cinématique pour une taille de grain de  $200 \mu\text{m}$  (a) et pour une taille de grain de  $50 \mu\text{m}$  (b).

### 6.2.3 Détermination des paramètres

#### Identification des paramètres d’écrouissage isotrope et cinématique

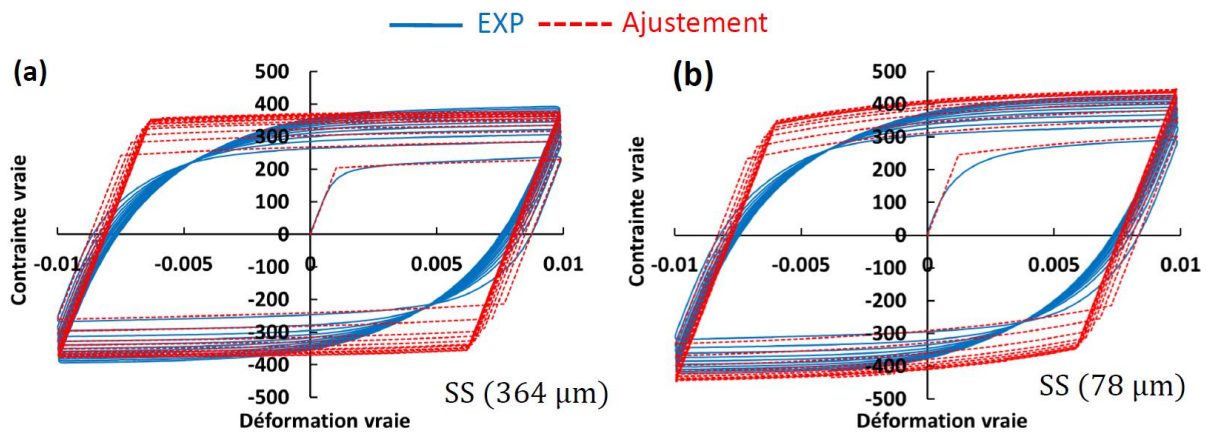
L’analyse de sensibilité permet maintenant de définir une stratégie d’identification robuste pour les paramètres d’écrouissage isotrope et cinématique à partir des essais cycliques réalisés pour différents états microstructuraux de référence rappelés ci-dessous :

- après une mise en solution à  $1150^\circ\text{C}$  pendant 1 h dont la taille de grain moyenne est de  $78 \mu\text{m}$  et dont la densité initiale de dislocations est estimée à  $6 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$ : SS ( $78 \mu\text{m}$ )
- après une mise en solution à  $1200^\circ\text{C}$  pendant 65 min dont la taille de grain moyenne est de  $364 \mu\text{m}$  et dont la densité initiale de dislocations est estimée à  $6 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$ : SS ( $364 \mu\text{m}$ )

La stratégie d’identification consiste à :

- identifier les paramètres d’écrouissage isotrope pour l’échantillon SS ( $364 \mu\text{m}$ )
- identifier les paramètres d’écrouissage cinématique pour l’échantillon SS ( $78 \mu\text{m}$ ).

Le paramètre d’écrouissage  $h$  est déterminé à partir de l’évolution de la contrainte en fonction de la déformation plastique lors de la 1<sup>ère</sup> rampe en traction tandis que le paramètre  $r$  est calculé à partir de la contrainte de saturation (fig. 6.17a). Les paramètres d’écrouissage cinématique  $\lambda_G$  et  $n_G^*$  sont déterminés à partir de la forme des courbes d’écrouissage cyclique (fig. 6.17b). Les propriétés physiques ainsi que les paramètres identifiés sont donnés dans le tableau 6.6. Les données d’entrée pour la modélisation de la plasticité cyclique sont la densité initiale de dislocations  $\rho_0$  et la taille de grain  $d_G$ .



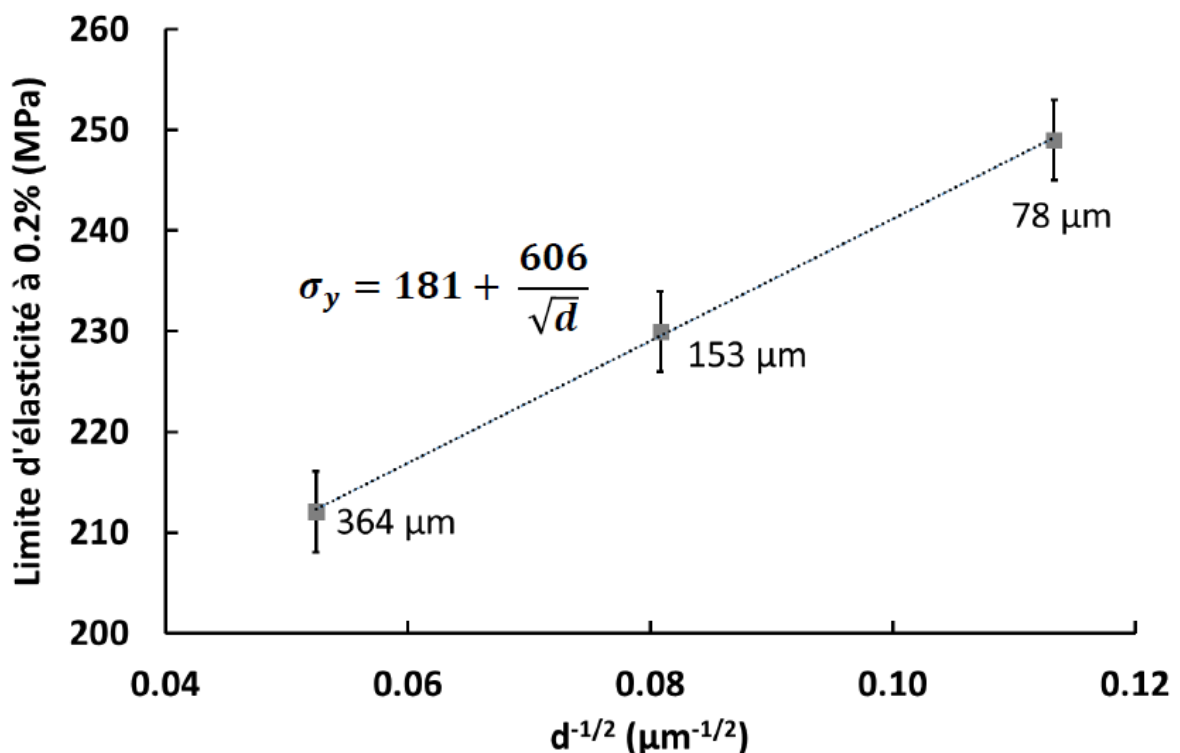
**Figure 6.17** : identification des paramètres d'écrouissage isotrope (a) et identification des paramètres d'écrouissage cinématique.

Paramètre	Valeur	Référence
Propriétés physiques		
$M$	3	Sinclair <i>et al.</i> (2006)
$\alpha$	0.35	Madec <i>et al.</i> (2002)
$E$	210 GPa	§ 3.5.1
$\mu$	79.3 GPa	Annexe 1
$b$	0.252 nm	MET
$\beta$	0.5	Brown et Stobbs (1971)
Paramètres ajustables (déterminés à partir des données expérimentales)		
$h$	$82 \times 10^6 \text{ m}^{-1}$	Ajustement SS (364 μm)
$r$	8	Ajustement SS (364 μm)
$n_G^*$	150	Ajustement SS (78 μm)
$\lambda_G$	$2 \times 10^{-6}$	Ajustement SS (78 μm)

**Tableau 6.6** : propriétés physiques et paramètres d'écrouissage isotrope et cyclique pour la modélisation du comportement cyclique.

## Identification des paramètres pour la limite d'élasticité

Dans la section 6.2.1.1., les différentes sources de durcissement de la limite d'élasticité ont été données (*contribution du nickel pur*  $\sigma_{y0}$ , *effet Hall-Petch*  $\sigma_{yg}$ , *durcissement par solution solide*  $\sigma_{ySS}$ , *durcissement par la forêt*  $\sigma_{yd0}$ ). Comme évoqué précédemment, la contribution du nickel pur est estimée à 16 MPa à partir des travaux de Roth *et al.* (1997). La constante de Hall-Petch  $k_{HP}$  a été estimée dans la section 5.1.2 à  $0.61 \text{ MN} \cdot \text{m}^{-3/2}$  et la contribution  $\sigma_{yd0}$  est connue. La principale inconnue est le durcissement par solution solide dont la valeur est surestimée dans la littérature [Roth *et al.* (1997)]. A partir des résultats expérimentaux (*fig. 6.18*), le terme  $\sigma_y - \sigma_{yg}$  est estimé à 180 MPa à l'état de solution solide SS (§4.3). En considérant une densité initiale de dislocations de  $6 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$  pour ces échantillons, la contribution de la solution solide  $\sigma_{ySS}$  est estimée à 112 MPa. Les paramètres utilisés pour le calcul de la limite d'élasticité à 25°C sont rappelés dans le tableau 6.7. Les données d'entrée du modèle pour le calcul de la limite d'élasticité sont la taille de grain  $d_G$  et la densité initiale de dislocations  $\rho_0$ .



**Figure 6.18** : détermination de la constante de Hall-Petch à 25°C pour des valeurs moyennes de taille de grain comprises entre 78  $\mu\text{m}$  et 364  $\mu\text{m}$  (à l'état de solution solide) et de la contribution  $\sigma_y - \sigma_{yg}$ .

Paramètre	Valeur	Référence
<i>Propriétés physiques</i>		
$M$	3	Sinclair <i>et al.</i> (2006)
$\alpha$	0.35	Madec <i>et al.</i> (2002)
$E$	210 GPa	§ 3.5.1
$\mu$	79.3 GPa	Annexe 1
$b$	0.252 nm	MET
$\sigma_{y0}$	16 MPa	Roth <i>et al.</i> (1997)
Paramètres ajustables (déterminés à partir des données expérimentales)		
$k_{HP}$	0.61 MN.m <sup>-3/2</sup>	Fig. 6.15
$\sigma_{ySS}$	112 MPa	Fig. 6.15

**Tableau 6.7** : propriétés physiques et paramètres pour le calcul de la limite d'élasticité.

## 6.2.4 Résultats et discussions

A partir des paramètres identifiés, le comportement mécanique en chargement cyclique est simulé à 25°C pour une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et pour deux états microstructuraux de référence (§ 4.3) :

- à réception dont la taille de grain moyenne est de 50  $\mu\text{m}$  et dont la densité initiale de dislocations  $\rho_0$  est estimée à  $1.0 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$  : AR (50  $\mu\text{m}$ )
- après une mise en solution à 1150°C pendant 1h dont la taille de grain moyenne est de 153  $\mu\text{m}$  et dont la densité initiale de dislocations  $\rho_0$  est estimée à  $6 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$  : SS (153  $\mu\text{m}$ )

### 6.2.4.1 Limite d'élasticité

La limite d'élasticité est tout d'abord calculée en fonction de la densité initiale et de la taille de grain (*fig. 6.19*) pour les échantillons AR (50  $\mu\text{m}$ ) et SS (153  $\mu\text{m}$ ). Pour une densité initiale de dislocations de  $1.5 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$  et une taille de grain de 50  $\mu\text{m}$ , la limite d'élasticité calculée à l'état de réception correspondant à la valeur expérimentale obtenue à 25°C. La limite d'élasticité à l'état de réception donnée par Aubert & Duval est comprise entre 266 MPa et 317 MPa. En supposant que cette dispersion soit uniquement due aux hétérogénéités de taille de grain, la taille de grain correspondante peut être estimée à partir de l'équation 6.31. Cela donnerait une dispersion moyenne de taille de grain comprise entre 30 et 120  $\mu\text{m}$  à l'état de réception (*eq. 6.31*) ce qui est cohérent avec les distributions de taille de grain à l'état de réception. Cette dispersion de taille de grain pourrait expliquer également les dispersions de limite d'élasticité de 25°C à 750°C à l'état de réception (*fig. 6.9*). L'effet des joints de macles sur la limite d'élasticité n'a pas pu être quantifié puisque les échantillons AR et SS présentaient des fractions surfaciques de domaines maclés similaire (entre 70 et 80%). D'après Shaw *et al.* (2008), les joints de macles joueraient le même rôle que les joints de grain et pourraient donc augmenter la



limite d'élasticité. Le fait d'avoir négligé la contribution des joints de macles entrainerait donc une surestimation de la constante de Hall-Petch et pourrait donc expliquer les écarts entre le nickel pur ( $k_{HP} = 0.16 \text{ MN.m}^{-3/2}$ ) et l'alliage NY690 ( $k_{HP} = 0.61 \text{ MN.m}^{-3/2}$ ).

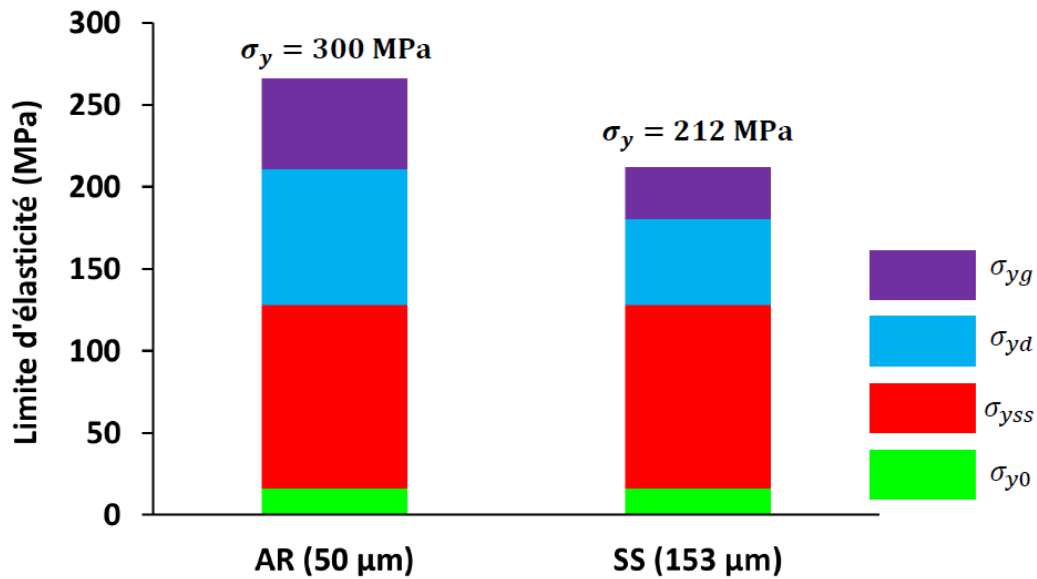


Figure 6.19 : prédiction de la limite d'élasticité pour les échantillons AR (50  $\mu\text{m}$ ) et SS (153  $\mu\text{m}$ ) à 25°C en fonction de la densité initiale de dislocations et de la taille de grain.

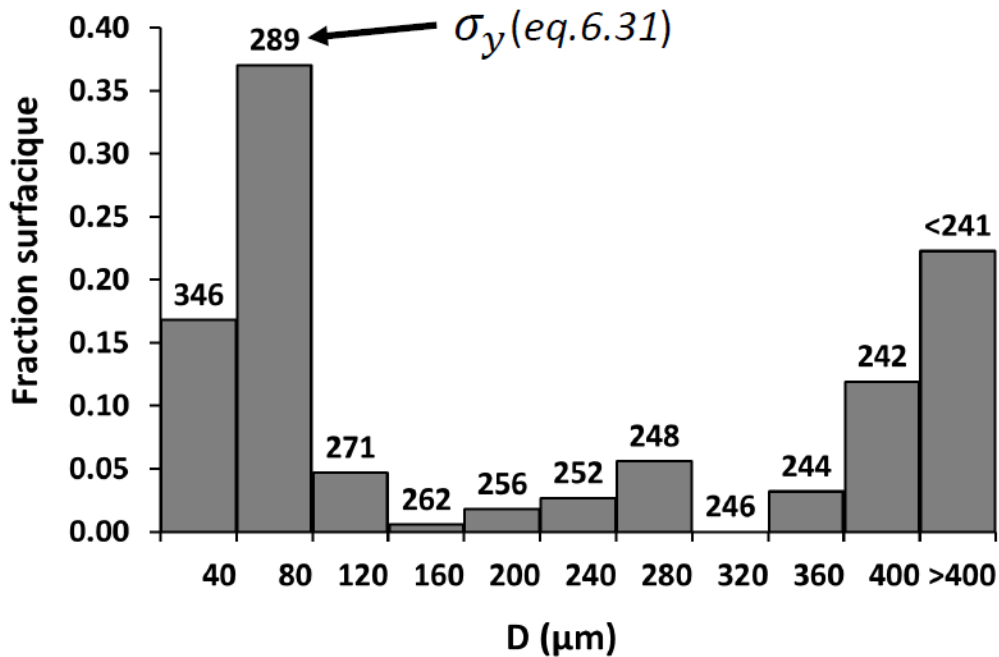
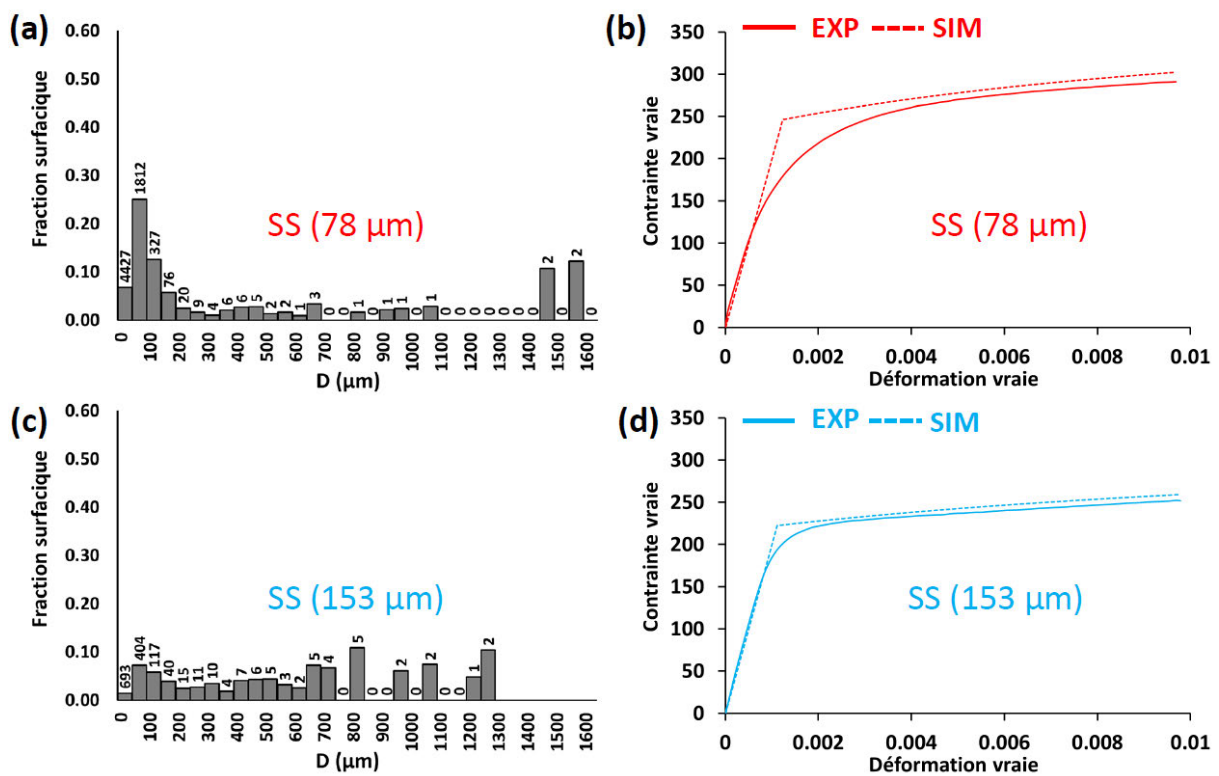


Figure 6.20 : effet de la distribution de taille de grain sur la limite d'élasticité calculée à partir de l'équation 6.31.

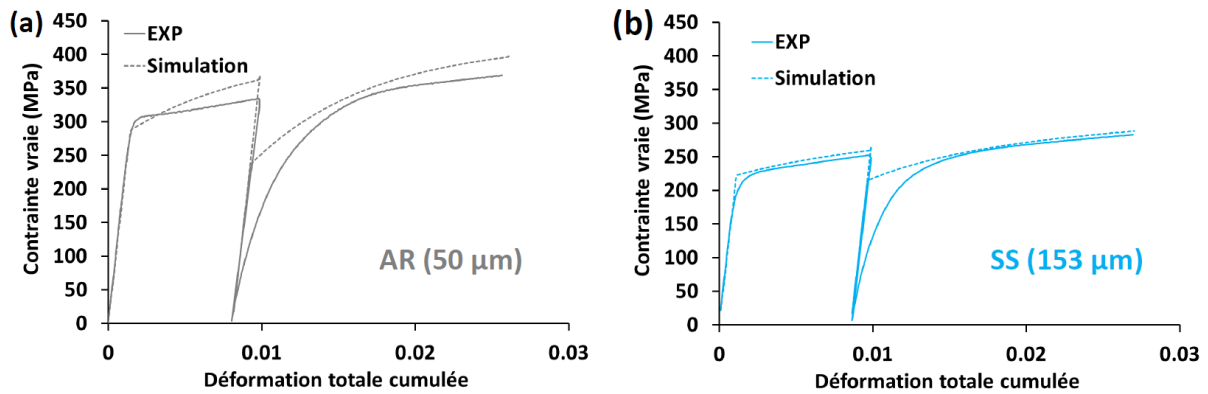
### 6.2.4.2 Transitions élasto-plastiques et effet Bauschinger

La 1<sup>ère</sup> transition élasto-plastique dépend fortement des hétérogénéités de taille de grain notamment pour l'échantillon SS (78  $\mu\text{m}$ ) dont la dispersion est très hétérogène (fig. 6.21) ce qui occasionne des modifications locales de la limite d'élasticité. Pour améliorer la prédiction de la 1<sup>ère</sup> transition élasto-plastique, il faudrait donc prendre en compte la distribution de taille de grain.

L'effet Bauschinger se manifeste à partir du 1<sup>er</sup> chargement en compression et ne consiste pas seulement à une diminution de la limite d'élasticité en compression. L'effet Bauschinger se manifeste surtout par une courbe d'écroutissage complètement différente en traction avec une transition élasto-plastique progressive (fig. 6.22). La modélisation du comportement cyclique permet d'estimer la diminution de la limite d'élasticité après un 1<sup>er</sup> chargement en traction : celle-ci chute de 125 MPa à l'état de réception et de 45 MPa pour l'échantillon SS (153  $\mu\text{m}$ ). Expérimentalement, il est difficile de définir clairement une limite d'élasticité en compression et de quantifier l'effet Bauschinger comme le montre la figure 6.22. La transition de comportement élastique-plastique (très progressive) ne peut pas être modélisée par une approche à champ moyen.



**Figure 6.21** : effet de la distribution de la taille de grain sur la 1<sup>ère</sup> transition élasto-plastique à 25°C : a) distribution de taille de grain de l'échantillon SS (78  $\mu\text{m}$ ), b) courbe cyclique expérimentale et simulée pour l'échantillon SS (78  $\mu\text{m}$ ), c) distribution de taille de grain de l'échantillon SS (153  $\mu\text{m}$ ), d) courbe cyclique expérimentale et simulée pour l'échantillon SS (153  $\mu\text{m}$ ).

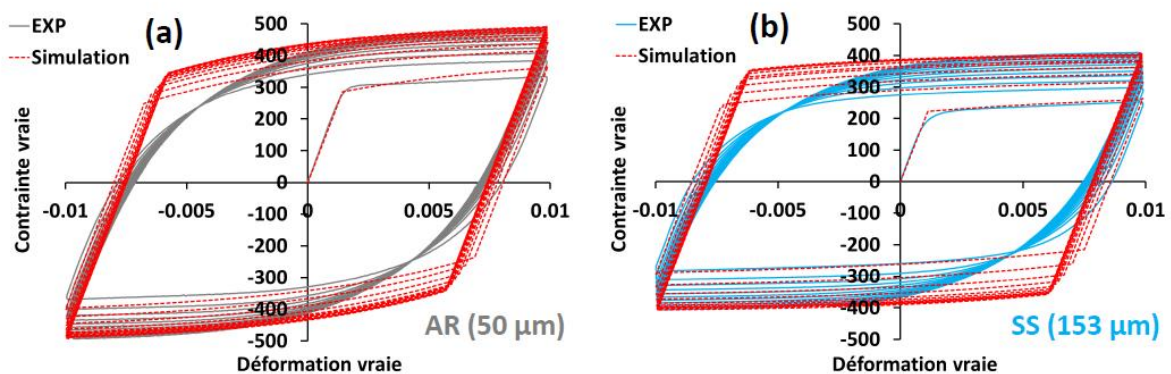


**Figure 6.22 :** a) courbes contrainte vraie absolue vs. déformation totale cumulée pour l'état AR, b) courbes contrainte vraie absolue vs. déformation totale cumulée pour l'état SS (153  $\mu\text{m}$ ).

### 6.2.4.3 Ecrouissage isotrope et cinématique

En considérant l'accumulation de dislocations aux joints de grains à l'origine de l'écrouissage cinématique, le comportement mécanique de l'alliage NY690 est simulé en chargement cyclique pour les échantillons AR (50  $\mu\text{m}$ ) et SS (153  $\mu\text{m}$ ). Les résultats de la simulation obtenus sont relativement proches des courbes simulées (*fig. 6.23*) excepté au niveau de la transition élasto-plastique comme évoqué précédemment (§ 6.2.4.2). Par ailleurs, la valeur de contrainte de saturation calculée correspond bien à la valeur expérimentale pour les deux états microstructuraux AR (50  $\mu\text{m}$ ) et SS (153  $\mu\text{m}$ ). Il est intéressant également de comparer la simulation et les données expérimentales mais en négligeant cette fois-ci l'écrouissage cinématique (*fig. 6.24*). Le fait de négliger l'écrouissage cinématique modifie la forme des courbes d'écrouissage mais aussi la valeur de contrainte de saturation et cet effet est d'autant plus fort que la taille de grain est petite. Une faible taille de grain a une composante d'écrouissage cinématique plus forte ce qui conduit à une valeur de saturation plus élevée ce qui est en parfait accord avec les conclusions de Morrison et Moosbrugger (1998).

Il est important de noter par ailleurs la différence majeure entre le comportement cyclique et le comportement en chargement monotone (*fig. 6.25*). Ces résultats laissent supposer une annihilation des dislocations beaucoup plus importante en chargement cyclique ce qui peut être causé par le glissement dévié [Mughrabi (2009)]. L'effet des carbures de chrome sur le comportement cyclique a été négligé car il apparaît au bout d'une dizaine de cycles. Pour la simulation numérique du soudage, le comportement cyclique est modélisé pour les 10 premiers cycles.



**Figure 6.23 :** a) courbes cycliques simulée et expérimentale à 25°C, à l'état de réception, à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et pour 12 cycles, b) courbes cycliques simulée et expérimentale à 25°C, à l'état SS (153  $\mu\text{m}$ ), à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et pour 12 cycles.

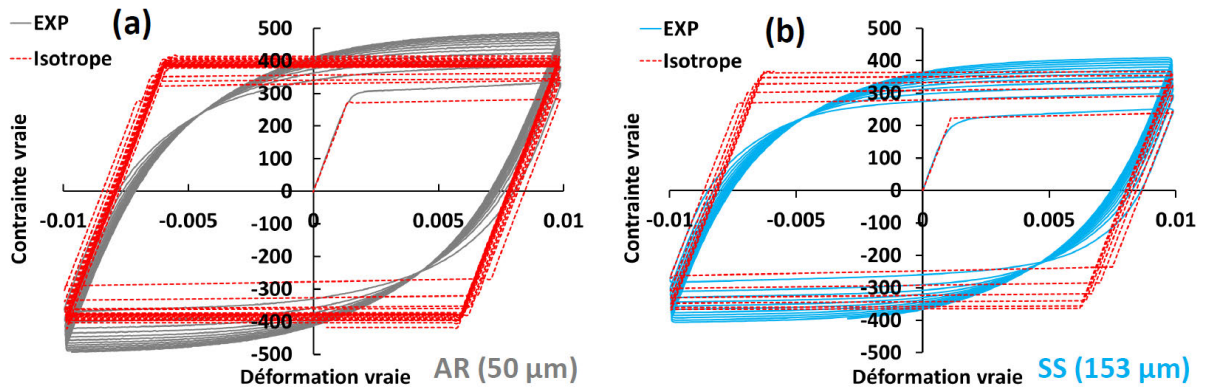


Figure 6.24 : a) calcul avec écrouissage isotrope uniquement et courbe simulée pour AR, b) calcul avec écrouissage isotrope uniquement et courbe simulée pour SS (153  $\mu\text{m}$ ).

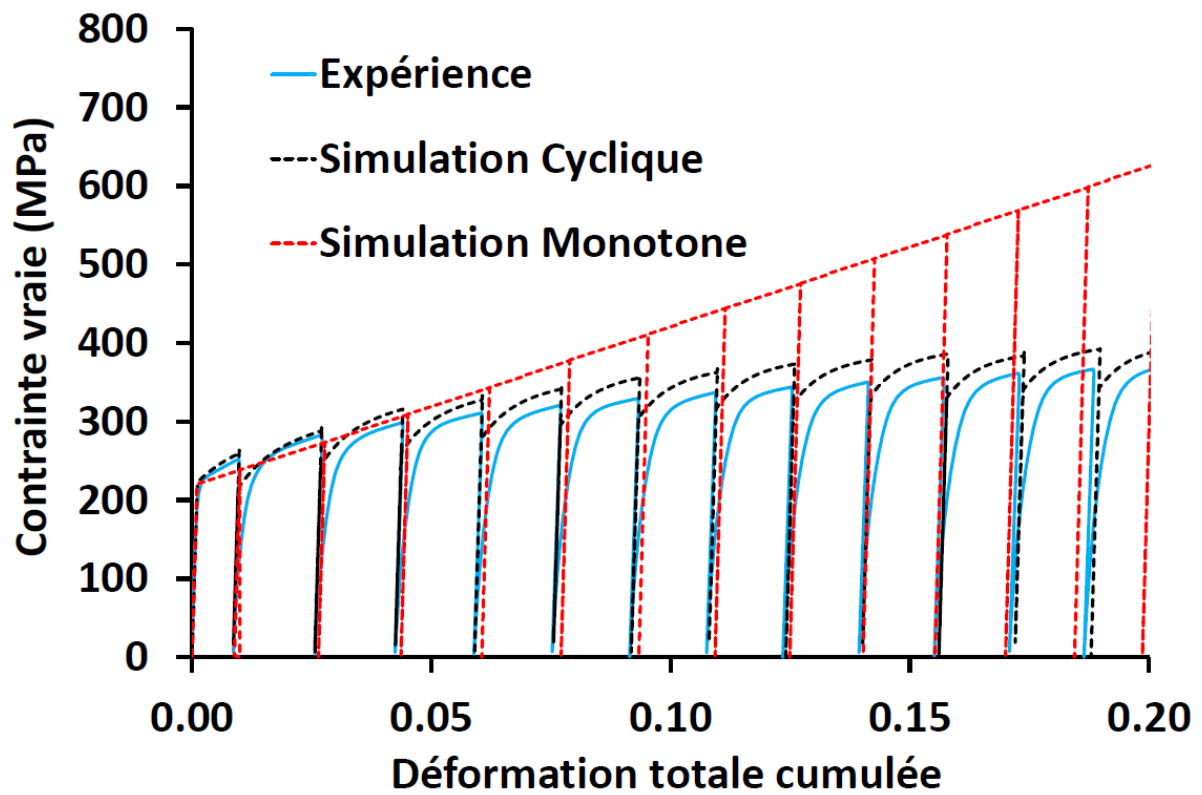


Figure 6.25 : comportement en chargement cyclique à l'état SS (153  $\mu\text{m}$ ) avec une comparaison entre le modèle en chargement monotone (§ 6.1) et le modèle en chargement cyclique.

### 6.3 Synthèse

Le comportement mécanique de l'alliage NY690 a été modélisé dans le cas de la traction monotone et dans le cas de la traction – compression en considérant la densité de dislocations comme variable interne. Les résultats obtenus pour la modélisation du comportement mécanique en chargement monotone sont les suivants :

- la limite d'élasticité est calculée en fonction de la température, de la vitesse de déformation et de la densité initiale de dislocations avec une faible influence de la vitesse de déformation
- la densité initiale de dislocations a peu d'influence sur la limite d'élasticité à partir de 750°C du fait de la restauration
- l'écrouissage et la restauration dynamique ont été modélisés en fonction de la température et de la vitesse de déformation en utilisant l'approche phénoménologique de Kocks, Mecking et Estrin [Mecking et Kocks (1981), Estrin et Mecking (1984)]
- le mécanisme de restauration dynamique est lié aux mécanismes de montée de dislocations dont l'énergie d'activation est très proche de celle de la migration de lacunes [Chambron et Caplain (1974)]

En utilisant la même approche, les résultats obtenus pour la modélisation du comportement cyclique sont les suivants :

- la prédiction de la limite d'élasticité a été améliorée en prenant en compte l'effet de la taille de grain
- l'alliage NY690 a un comportement cyclique à écrouissage mixte qui a été modélisé en considérant l'accumulation de dislocations aux joints de grains qui est à l'origine de l'écrouissage cinématique
- une plus faible taille de grain a une contribution cinématique plus forte ce qui conduit à une valeur de contrainte de saturation plus élevée ce qui est conforme aux résultats de Morrison et Moosbrugger (1998)
- les courbes cycliques ont pu être simulées avec un bon accord avec les données expérimentales quel que soit l'état microstructural initial en considérant deux paramètres microstructuraux : la densité initiale de dislocations et la taille de grain.

## 7. Conclusions et perspectives

### 7.1 Synthèse

Dans un premier temps, l'alliage NY690 a été présenté ainsi que le procédé de soudage à l'arc utilisé pour assembler les pièces de forte épaisseur (supérieure à 50 mm) impliquant un chargement thermomécanique complexe (chapitre 2). Une étude bibliographique a été réalisée pour identifier les phénomènes physiques mis en jeu par le procédé de soudage ainsi que les différentes méthodes permettant de modéliser le comportement mécanique. Dans le deuxième chapitre, les moyens d'essais ont été définis pour caractériser les évolutions microstructurales et le comportement mécanique dans des conditions représentatives du procédé de soudage (chapitre 3).

Après une caractérisation microstructurale complète à l'état de réception de l'alliage NY690, les évolutions de la taille de grain et de l'état de précipitation des carbures de chrome ont été étudiées au cours du traitement thermique (chapitre 4). Cela a permis de définir des états microstructuraux de référence pour étudier l'influence de la taille de grain et de la présence de carbures de chrome sur le comportement mécanique.

Le comportement mécanique en chargement monotone et en chargement cyclique a ensuite été caractérisé pour ces états de microstructuraux de référence à 25°C et à 750°C. L'effet de la température et de la vitesse de déformation sur les mécanismes d'écrouissage et de restauration ont été quantifiés à l'état de réception (chapitre 5). Cette campagne expérimentale a montré que le comportement mécanique en chargement monotone dépendait en premier lieu de la densité initiale de dislocations. Celui-ci a ensuite été modélisé en utilisant le formalisme de Kocks, Mecking et Estrin incluant notamment l'effet de la vitesse de déformation et de la température sur les mécanismes d'écrouissage et de restauration (chapitre 6). Le modèle développé a ensuite été validé par des résultats de la littérature de 25°C à 1000°C pour le même alliage.

Des essais cycliques à déformation imposée ont été réalisés de 25°C à 900°C ce qui a mis en évidence un écrouissage mixte (isotrope et cinématique) dépendant de la taille de grain (chapitre 5). Le durcissement cyclique est très marqué quel que soit l'état microstructural initial avec un effet significatif de la présence de carbures de chrome au-delà de 10 cycles à 25°C. Le comportement en chargement cyclique de l'alliage a ensuite été modélisé en considérant deux paramètres microstructuraux : la densité initiale de dislocations et la taille de grain. La taille de grain a un effet sur l'écrouissage cinématique du fait de l'accumulation des dislocations aux joints de grains. Le comportement mécanique a pu être modélisé à 25°C quel que soit l'état microstructural pour une douzaine de cycles avec une prédiction correcte de la contrainte de saturation (chapitre 6).

## 7.2 Perspectives

Une des perspectives est la prédiction des contraintes et déformations résiduelles ce qui implique de modéliser le comportement mécanique avec un écrouissage mixte en fonction de la température et de la vitesse de déformation. En effet dans cette étude, le comportement en sollicitations cycliques n'a été modélisé qu'à 25°C et à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Il est également nécessaire d'intégrer les lois de comportement dans un logiciel de simulation numérique tel que **Sysweld** et de quantifier l'influence de la loi de comportement sur le calcul des contraintes résiduelles (*erreur sur la valeur de contrainte*).

La prédiction des contraintes résiduelles pourrait être validée par la simulation d'essais à complexité croissante [Depradeux (2004)]. Dans ce sens, l'essai Satoh (*fig. 7.1*) pourrait être utilisé pour mettre à l'épreuve les modèles numériques choisis [Roux (2007)]. L'essai Satoh consiste à imposer une succession de cycles thermiques à une éprouvette en lui imposant une déformation nulle ce qui génère des contraintes résiduelles.

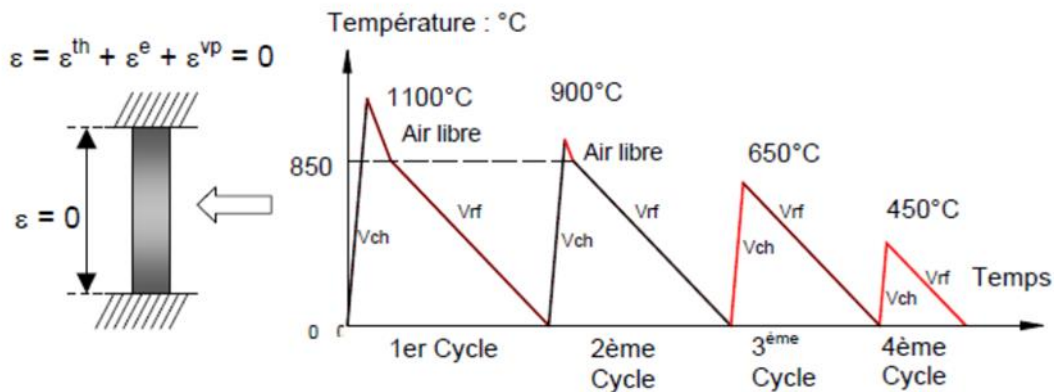


Figure 7.1 : illustration de l'essai Satoh.

Au niveau de la modélisation mécanique, les transitions élasto-plastiques doivent être simulées en considérant notamment les hétérogénéités microstructurales. La première transition élasto-plastique pourrait être modélisée en considérant la distribution de la taille de grain [Raeisnia et Poole (2012)]. La modélisation des transitions élasto-plastique en chargement cyclique implique de modéliser le comportement mécanique à une échelle plus basse que les joints de grains en introduisant un degré de glissement irréversible des dislocations ainsi que les joints de macles. Tout cela nécessite une caractérisation poussée des structures de dislocations et de leurs interactions avec les joints de grains, les joints de macles et les carbures de chrome dans le but de comprendre les phénomènes physiques mis en jeu.

Au niveau expérimental, d'autres essais cycliques à chaud doivent être réalisées en s'appuyant sur les travaux de Lionel Bouffier [Bouffier (2013)] pour lesquels le comportement mécanique de l'alliage 600 a été caractérisé de la température ambiante à la température de fusion. Les essais cycliques à chaud peuvent être réalisées à l'aide la machine de traction/torsion MTS 809 en incluant des phases de relaxation ce que permet la procédure actuelle. Les décrochements de l'effort dus à l'effet Portevin Le-Châtelier peuvent être minimisés en pilotant la déformation via le déplacement des mors et non pas via un extensomètre.

## 8. Références

ASTM E 1876-01.

Standard test method for dynamic Young's modulus, shear modulus, and Poisson's ratio by impulse excitation of vibration. Mars 2002.

Bardel D.

Rôle de la microstructure d'un alliage à durcissement structural sur son comportement et sa tenue mécanique sous sollicitations cycliques après un transitoire thermique. Thèse de doctorat, INSA-Lyon, 2014.

Bardel, D., Perez, M., Nelias, D., Dancette, S., Chaudet, P., Massardier, V.

Cyclic behavior of a 6061 aluminium alloy: Coupling precipitation and elastoplastic modeling. *Acta Materialia* 83 256-268 (2015).

Barrett C.R., Lytton J.L. and Sherby O.D.

Effect of grain size and annealing treatment on steady state creep of copper. Technical report. No. 7. Stanford University Dept. of Materials Science and Engineering. 01 MAY 1965.

Beaunier L., Froment M., Lepoutre D. et Vignaud C.

Influence du chrome sur la corrosion intergranulaire des alliages fer – nickel – chrome. *Applications of Surface Science* 3 364-380 (1979).

Bhanu Sankara Rao, K., Schiffers, H., Schuster H. and Nickel H.

Influence of Time and Temperature Dependent Processes on Strain Controlled Low Cycle Fatigue Behavior of Alloy 617. *Metallurgical Transactions* 19 (2) 359-371 (1988).

Bi Z., Zhang M., Dong J., Luo K., Wang J.

A new prediction model of steady state stress based on the influence of the chemical composition for nickel-base superalloys. *Materials Science and Engineering A* 527 4373-4382 (2010).

Blaizot J., Chaise T., Nélias D., Perez M., Cazottes S., Chaudet P.

Constitutive model for nickel alloy 690 (Inconel 690) at various strain rates and temperatures. *International Journal of Plasticity* 80 139-153 (2016).

Blanchard P.

Les alliages de nickel résistant à la corrosion humide. *Techniques de l'ingénieur*, M500. (1996)

Bouffier L.

Modélisation de la fissuration à chaud lors du soudage de l'alliage base nickel IN 600. Thèse de doctorat, Université Grenoble Alpes, 2013.

Burke J.E. et Turnbull D.

Recrystallization and grain growth. *Progress in Metal Physics*. 3 220-292 (1952).

Cazes R.

Soudage à l'arc. *Techniques de l'ingénieur*. B7730 (1995).



- Chaboche J.L.  
A review of some plasticity and viscoplasticity constitutive theories. *International Journal of Plasticity* 24 1642-1693 (2008).
- Chaboche J.-L., Gaubert A., Kanouté P., Longuet A, Azzouz F., Mazière M.  
Viscoplastic constitutive equations of combustion chamber materia including cyclic hardening and dynamic strain aging. *International Journal of Plasticity* 46 1–22 (2013)
- Chambron, W., Caplain, A.  
Study of vacancies in very low concentration in an iron 70 at. % nickel alloy by the magnetic anisotropy method. *Acta Metallurgica*. 22 357-366 (1974).
- Colombie M.  
Matériaux métalliques, 2<sup>ème</sup> édition, édition Dunod, 2008.
- Cunat J.-P.  
Aciers inoxydables - critères de choix et de structure. *Techniques de l'ingénieur*, M4540 (2000).
- Deschamps A.  
Précipitation durcissante dans les matériaux de structure. Mémoire d'habilitation à diriger des recherches. INPG. 2009.
- Depradeux L.  
Simulation numérique du soudage – acier 316L – validation sur cas test de complexité croissante. Thèse de doctorat, INSA-Lyon, 2004.
- Diano, P., Muggeo, A., Van Duysen, J. C., Guttman, M.  
Relationship between microstructure and mechanical properties of Alloy 690 tubes for steam generators. *Journal of Nuclear Materials* 168 290-294 (1989).
- DuPont J.N., Lippold J.C., Kiser S.D.  
Welding metallurgy and weldability of Ni-base alloys, Wiley & Sons, Hoboken. 2009.
- Estrin, Y., Mecking H. A  
Unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models. *Acta metallurgica* 32 57-70 (1984).
- Estrin Y.  
Constitutive modelling of creep of metallic materials: Some simple recipes. *Materials Science and Engineering A* 463 171–176 (2007).
- Francois D.  
Lois de comportement des métaux – Elasticité. Viscoplasticité. *Techniques de l'ingénieur*, M4152 (2005).
- Francois D., Pineau A. et Zaoui A.  
Comportement mécanique des matériaux. Volume 2. Editeurs Hermès. Lavoisier. 2009.

- Frost, H.J and Ashby M.F.  
Deformation-Mechanism Maps: The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics. 1982,  
Oxford : Pergamon Press. 166.
- Galindo-Nava, E. I., Rivera-Díaz-del-Castillo, P.E.J.  
Thermostatistical modeling of hot deformation in FCC metals. *International Journal of  
Plasticity* 47 202-221 (2013).
- Guo, S., Li, D., Pen, H., Guo, Q., Hu, J.  
Hot deformation and processing maps of Inconel 690 superalloy. *Journal of Nuclear Materials*  
410 52-58 (2011).
- Gypen L.A., Deruyttere A.  
Multi-component intrinsic solid solution softening and hardening. *Journal of the Less-  
Common Metals*, 56 91-101 (1977).
- Hall, E.O.  
The deformation and ageing of mild steel: III Discussion of results. *Proceedings of the Physical  
Society* B64, 747–753 (1951).
- Hamide M.  
Modélisation numérique du soudage à l'arc des aciers. Thèse de doctorat, Mines  
ParisTech, 2008.
- Harrod, D. L., R. E. Gold, and R. J. Jacko. "Alloy optimization for PWR steam generator heat-  
transfer tubing." *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society* 53-7 (2001): 14-17.
- Hairer E., Norsett S., Wanner G.,  
Solving Ordinary Differential Equations I (Non Stiff Problems), Springer, 1993.
- Hillert M.  
On the theory of normal and abnormal grain growth. *Acta metallurgica* (13) 227-238 (1965).
- Isa-Mendia A., Gutiérrez I.  
Generalization of the existing relations between microstructure and yield stress form ferrite-  
pearlite to high strength steels. *Materials Science & Engineering A* 561 40–51 (2013).
- Jaoul B.  
Etude de la plasticité et application aux métaux. Editions Mines Paris Tech, réédition en 2008  
(1<sup>ère</sup> édition : 1965).
- Kai, J. J., Yu, G. P., Tsai, C. H., Liu, M. N., & Yao, S. C. The effects of heat treatment on the chromium  
depletion, precipitate evolution, and corrosion resistance of INCONEL alloy 690. *Metallurgical  
Transactions A*, 20(10), 2057-2067 (1989).
- Kocks U. F., Mecking H.  
Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case. *Progress in Materials Science*  
48 171-273 (2003).
- Lemaitre J., Chaboche. J.L., Benallal A., Desmorat R.  
Mécanique des matériaux solides. Dunod, 2009.

- Li H., Xia S., Zhou B., Chen W., Hu C.  
The dependence of carbide morphology on grain boundary character in the highly twinned Alloy 690. *Journal of Nuclear Materials* 399 108-113 (2010).
- Li P., Li S. X., Wang Z. G., Zhang Z. F.  
Fundamentals factors on formation mechanism of dislocation arrangements in cyclically deformed fcc single crystals. *Progress in Materials Science* 56 328-377 (2011).
- Li H., Xia, S., Zhou B., Peng J.  
The growth mechanism of grain boundary carbide in Alloy 690. *Materials Characterization* 81 1-6 (2013).
- Luton M.J., Petkovic R. A., Jonas J.J.  
Kinetics of recovery and recrystallization in polycrystalline copper. *Acta Metallurgica* 28 729-743 (1980).
- Maisonnette D.  
Influence mécanique et métallurgiques de procédés haute température sur un alliage d'aluminium 6061-T6. Thèse de doctorat, INSA-Lyon, 2010.
- Maisonnette D., Suery M., Nelias D., Chaudet P., Epicier T.  
Effects of heat treatments on the microstructure and mechanical properties of a 6061 aluminium alloy. *Materials Science and Engineering A*, vol. 528, 2718-2724 (2011).
- Magnin, T., Driver J., Lepinoux J., Kubin L.P.  
Aspects microstructuraux de la déformation cyclique dans les métaux et alliages C.C. et C.F.C II. Saturation cyclique et localisation de la déformation. *Revue de Physique Appliquée* 19 483-502 (1984).
- Mecking H., Kocks U. F.  
Kinetics of flow and strain-hardening. *Acta Metallurgica* 29 1865-1875 (1981).
- Montheillet F.  
*Techniques de l'ingénieur*. Métallurgie en mise en forme à chaud. M3031 (2009).
- Morrison, D.J., Moosbrugger, J.C.  
Effects of grain size on cyclic plasticity and fatigue crack initiation in nickel. *International Journal of Fatigue* 19-1 51-59 (1998).
- Mourgue P., Robin V., Gilles P., Gommez F., Brosse A., Gallee S.  
*Proceedings of the ASME 2014 Pressure Vessel & Piping Conference*. PVP2014-28151. 3D simulation of a peripheral adapter J-groove attachment weld in a vessel head.
- Mughrabi H.  
Cyclic Slip Irreversibilities and the Evolution of Fatigue Damage. *Metallurgical and Materials Transactions B* 40 431-453 (2009).
- Murry G.  
Soudage et soudabilité métallurgique des métaux. *Techniques de l'ingénieur*. M715. (1994).

Noecker, F. F., and J. N. DuPont. "Metallurgical investigation into ductility dip cracking in Ni-based alloys: Part I." *Welding Journal* 88-1 7-20 (2009).

Noecker, F. F., and J. N. DuPont. "Metallurgical investigation into ductility dip cracking in Ni-based alloys: Part II." *Welding Journal* 88-3 62-77 (2009).

Norfleet D. M., Dimiduk D. M., Polasik S. J., Uchic M. D., Mills M. J.  
Dislocation structures and their relationship to strength in deformed nickel microcrystals. *Acta Materialia* 56 2988-3001 (2008).

Nouailhas D.  
Modélisation de l'érouissage et de la restauration en viscoplasticité cyclique. *Revue Phys. Appl.* 23 339-349 (1988).

Panait C., Zielinska-Lipiec A., Koziel T., Czyska-Filemonowicz A., Gourgues-Lorenzon A. F. Bendick W.  
Evolution of dislocation density, size of subgrains and MX-type precipitates in a P91 steel during creep and during thermal ageing at 600 C for more than 100000 h. *Materials Science and Engineering A*, vol. 527, 4062-4069 (2010).

Park J. M., Ryu W. S., Kang Y. H.  
DSC study on carbide precipitation reaction in Inconel 600. *Journal of Nuclear Materials* 209 221-225 (1994).

Park N. K., KIM J. J, Chai Y. S., Lee H. S.  
Microstructural Evolution of Inconel 690 Alloy for Steam Generator Tubes. *Key Engineering Materials*. 353-358 1609-1613 (2007).

Pattou F., Trutt J.C.  
Méthode de mesure dynamique du module d'Young. Application aux graphites nucléaires. Rapport CEA n°2243. 1963.

Perez M., Dumont M., Acevado-Reyes D.  
Implementation of classical nucleation and growth theories for precipitation. *Acta Materialia* 56 2119-2132 (2008).

Petch, N.J.  
The cleavage strength of polycrystals. *The Journal of Iron and Steel Institute* 174, 25–28 (1953).

Radhakrishnan B. Sarma G. B. Zacharia T.  
Modelling the kinetics and microstructural evolution during static recrystallization – Monte Carlo simulation of recrystallization. *Acta materialia* 46-12 4415-4433 (1998).

Raeisinia, B., and W. J. Poole.  
Modelling the elastic–plastic transition of polycrystalline metals with a distribution of grain sizes. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* 20-1 1-15 (2011).

Razzak M. A., Perez M., Sourmail T., Cazottes S., Frotey M.  
A simple model for abnormal grain growth. *ISIJ International* 52-12 2278-2282 (2012).

Robin V.

De la modélisation numérique des procédés et du soudage en particulier au comportement mécanique des assemblages. Thèse de doctorat. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne. 2009.

Roth H. A., Davis C. L., Thomson R. C.

Modeling solid solution strengthening in nickel alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 28-6 1329-1335 (1997).

Roux G.

Prévision des contraintes résiduelles induites par le soudage TIG d'un acier martensitique (X10CrMoVNb9-1). Thèse de Doctorat, université Pierre et Marie Curie (PARIS 6) 2007

Sakai T, Ohashi M, Chiba K and Jonas J.J.

Recovery and recrystallization of polycrystalline nickel. *Acta Metallurgica* 36-7 1781-1790 (1988).

Sabol, G. P. and Stickler, R. Microstructure of Nickel-Based Superalloys. *Physica status solidi (b)*, 35-1 11-52 (1969).

Scandella F.

Problématiques liées à la réalisation des assemblages hétérogènes. 11<sup>ème</sup> colloque Modélisation et Simulation du soudage (2013).

Sellars C. M., McTegart W.J.

On the mechanism of hot deformation. *Acta Metallurgica* 14 1136-1138 (1966).

Shaw L.L., Ortiz A.L., Villegas J.C.

Hall–Petch relationship in a nanotwinned nickel alloy. *Scripta Materialia* 58 951-954 (2008).

Sinclair, C.W., Poole, W.J., Bréchet Y.

A model for the grain size dependent work hardening of copper. *Scripta Materialia* 55 739–742 (2006).

Thompson A. W.

Yielding in nickel as a function of grain or cell size. *Acta Metallurgica* 23 1337-1342 (1975).

Toledano J. C.

Bases physiques de la plasticité des solides. Edition de l'Ecole Polytechnique. 2007.

Venkatesh V., Rack, H.J.

Elevated temperature hardening of INCONEL 690. *Mechanics of Materials*. 30 (1998) 69-81.

Voce, E. The relationship between stress and strain for homogeneous deformation. *Journal of the Institute of Metals* 74 537-562 (1948).

Wang, J.D., Gan, D.

Effects of grain boundary carbides on the mechanical properties of Inconel 600. *Materials Chemistry and Physics* 70 124–128 (2001).

Williams D.B., Carter C.B.

Transmission Electron Microscopy. Springer. 2009. ISBN 978-0-387-76501-3.

Young G. A., Capobianco T. E., Penik M. A., Morris B. W. et McGee J. J.

The mechanism of ductility dip cracking in nickel-chrome alloys. *Welding Journal* 87 31-43 (2008).

Zener, C., and J. H. Hollomon. "Effect of strain rate upon plastic flow of steel." *Journal of Applied physics* 15-1 22-32 (1944).

## 9. Annexes

## 9.1 Annexe 1 – Spécifications de *Special Metals* pour l'Inconel 690



INCONEL® alloy 690 (UNS N06690/W. Nr. 2.4642) is a high-chromium nickel alloy having excellent resistance to many corrosive aqueous media and high-temperature atmospheres. In addition to its corrosion resistance, alloy 690 has high strength, good metallurgical stability, and favorable fabrication characteristics.

The chemical composition of INCONEL alloy 690 is listed in Table 1. The substantial chromium content gives the alloy outstanding resistance to oxidizing chemicals and to high-temperature oxidizing gases. The high level of nickel imparts resistance to stress-corrosion cracking in chloride-containing environments as well as to sodium hydroxide solutions.

The properties of INCONEL alloy 690 are useful for various applications involving nitric or nitric/hydrofluoric acid solutions. Examples are tail-gas reheaters used in nitric acid production and heating coils and tanks for nitric/hydrofluoric solutions used in pickling of stainless steels and reprocessing of nuclear fuels.

The alloy's resistance to sulfur-containing gases makes it an attractive material for such applications as coal-gasification units, burners and ducts for processing sulfuric acid, furnaces for petrochemical processing, recuperators, incinerators, and glass vitrification equipment for radioactive waste disposal.

In various types of high-temperature water, alloy 690 displays low corrosion rates and excellent resistance to stress-corrosion cracking. Thus, alloy 690 is widely used for steam generator tubes, baffles, tubesheets, and hardware in nuclear power generation.

**Table 1 - Limiting Chemical Composition, %, of INCONEL alloy 690\***

Nickel .....	58.0 min.
Chromium.....	27.0-31.0
Iron .....	7.0-11.0
Carbon.....	0.05 max.
Silicon .....	0.50 max.
Manganese .....	0.50 max.
Sulfur .....	0.015 max.
Copper.....	0.50 max.

\*Amendments for nuclear applications: 28-31 Cr, 0.04 max. C, 0.10 max. Co.

### Physical Constants and Thermal Properties

Table 2 gives melting range and some physical constants at room temperature for INCONEL alloy 690. Table 3 contains values for thermal and electrical properties over a range of temperatures. Values for specific heat were calculated; other values were measured. Modulus of elasticity in tension, determined by a dynamic method, is shown for temperatures to 1600°F (870°C) in Table 4. All measurements of physical properties were done on annealed specimens.

**Table 2 - Physical Constants**

Density, lb/in. <sup>3</sup> .....	0.296
Mg/m <sup>3</sup> .....	8.19
Melting Range, °F .....	2450-2510
°C.....	1343-1377
Specific Heat, Btu/lb-°F .....	0.107
J/kg-°C .....	450
Electrical Resistivity, ohm-circ mil/ft .....	691
μΩ-m .....	1.148
Permeability at 200 oersteds (15.9 kA/m).....	1.001
Young's Modulus, 10 <sup>3</sup> ksi .....	30.6
GPa .....	211
Poisson's Ratio.....	0.289

Publication Number SMC-079

Copyright © Special Metals Corporation, 2009 (Oct 09)

INCONEL, INCOLOY, and MONEL are trademarks of the Special Metals Corporation group of companies.

The data contained in this publication is for informational purposes only and may be revised at any time without prior notice. The data is believed to be accurate and reliable, but Special Metals makes no representation or warranty of any kind (express or implied) and assumes no liability with respect to the accuracy or completeness of the information contained herein. Although the data is believed to be representative of the product, the actual characteristics or performance of the product may vary from what is shown in this publication. Nothing contained in this publication should be construed as guaranteeing the product for a particular use or application.

**INCONEL® alloy 690**





## INCONEL® alloy 690

Table 3 - Thermal and Electrical Properties

Temperature	Thermal Conductivity	Coefficient of Expansion <sup>a</sup>	Specific Heat	Electrical Resistivity
°F	Btu-in./ft <sup>2</sup> -h-°F	10 <sup>-6</sup> in./in./°F	Btu/lb-°F	ohm-circ mil/ft
75	-	-	0.107	691
200	93	7.80	0.112	698
400	107	7.97	0.119	710
600	122	8.11	0.126	723
800	136	8.29	0.133	736
1000	151	8.53	0.140	745
1200	165	8.87	0.148	745
1400	179	9.14	0.155	749
1600	194	9.38	0.162	753
1800	207	9.63 <sup>b</sup>	0.169	760
2000	-	9.87 <sup>b</sup>	0.176	768
°C	W/m-°C	µm/m-°C	J/kg-°C	µΩ-m
25	-	-	450	1.148
100	13.5	14.06	471	1.162
200	15.4	14.31	497	1.180
300	17.3	14.53	525	1.199
400	19.1	14.80	551	1.219
500	21.0	15.19	578	1.235
600	22.9	15.70	604	1.239
700	24.8	16.18	631	1.241
800	26.6	16.60	658	1.247
900	28.5	17.01 <sup>b</sup>	684	1.255
1000	30.1	17.41 <sup>b</sup>	711	1.265
1100	-	17.79 <sup>b</sup>	738	1.278

<sup>a</sup>Between 75°F (24°C) and temperature shown.

<sup>b</sup>Extrapolated values.

Table 4 - Modulus Data (Annealed)

Temperature, °F °C		Young's Modulus, 10 <sup>3</sup> ksi GPa		Shear Modulus, 10 <sup>3</sup> ksi GPa		Poisson's Ratio
70	21	30.0	206.9	11.5	79.3	0.30
200	93	29.3	202.0	11.35	78.3	0.29
400	204	28.5	196.5	10.95	75.5	0.30
600	316	27.6	190.3	10.5	72.4	0.31
800	427	26.6	183.4	10.15	70.0	0.31
1000	538	25.3	174.4	9.75	67.2	0.30
1200	619	23.9	164.8	9.35	64.5	0.28
1400	760	22.5	155.1	8.8	60.7	0.28
1600	871	21.3	146.9	8.2	56.5	0.30
1800	982	19.8	136.5	7.35	50.7	0.33
2000	1093	18.2	125.5	6.70	46.2	0.36*

\* Extrapolated value.

## Mechanical Properties

INCONEL alloy 690 has high strength over a broad range of temperatures. Mechanical properties of the alloy vary with product form and temper. Alloy 690 is normally used in the annealed temper, and strength characteristics described below are representative of annealed material. The usual annealing temperature is approximately 1900°F (1040°C). The effect of different annealing temperatures on the tensile properties of cold-worked material is shown under "Fabrication" in Figure 8.

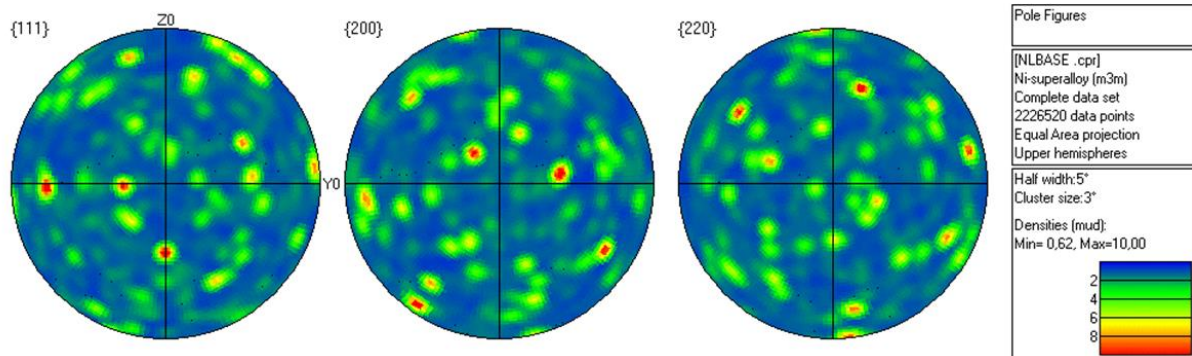
### Tensile Properties

At room and elevated temperatures, INCONEL alloy 690 displays high yield and ultimate strengths along with good ductility. Table 5 lists results of room-temperature tensile tests on annealed material. As indicated by the values, tensile properties may vary with product form and size. At high temperatures, alloy 690 retains a substantial level of tensile properties with temperatures of over 1000°F (540°C) required to produce significant declines in strength. Figure 1 shows the results of short-time tensile tests performed at temperatures to 1800°F (982°C). The curves represent average values for both cold-worked and hot-worked products in the annealed temper.

### Fatigue Strength

The results of low-cycle fatigue tests performed at room temperature are shown in Figure 2. The specimens were tested under axial strain with fully reversed loading.

## 9.2 Annexe 2 – Caractérisation de la texture par EBSD



**Figure 9.1** : figures de pôles à l'état de réception pour l'alliage NY690

L'analyse par EBSD montre que l'alliage NY690 ne présente pas de texture particulière à l'état de réception. Les tâches les plus intenses seraient dues aux grains les plus gros.