



HAL
open science

Comportement mécanique haute température du superalliage monocristallin AM1 : étude in situ par une nouvelle technique de diffraction en rayonnement synchrotron

Roxane Tréhorel

► **To cite this version:**

Roxane Tréhorel. Comportement mécanique haute température du superalliage monocristallin AM1 : étude in situ par une nouvelle technique de diffraction en rayonnement synchrotron. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Lorraine, 2018. Français. NNT : 2018LORR0055 . tel-01823534

HAL Id: tel-01823534

<https://theses.hal.science/tel-01823534>

Submitted on 26 Jun 2018

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.



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

THÈSE

POUR L'OBTENTION DU TITRE DE **DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE**

SPÉCIALITÉ : SCIENCE DES MATÉRIAUX

PRÉSENTÉE PAR ROXANE TRÉHOREL

COMPORTEMENT MÉCANIQUE HAUTE TEMPÉRATURE DU SUPERALLIAGE MONOCRISTALLIN AM1 : ÉTUDE *IN SITU* PAR UNE NOUVELLE TECHNIQUE DE DIFFRACTION EN RAYONNEMENT SYNCHROTRON

Soutenue le 19 février 2018 à Nancy devant le jury composé de :

| | | |
|----------------------------|--|--------------------|
| Florence PETTINARI-STURMEL | Professeur, CEMES, Toulouse | Rapporteur |
| Bernard VIGUIER | Professeur, CIRIMAT-ENSIACET, Toulouse | Rapporteur |
| Muriel VERON | Professeur, PHELMA, Grenoble | Examineur |
| Alain JACQUES | Docteur CNRS, IJL, Nancy | Directeur de thèse |
| Thomas SCHENK | Chargé de recherche, IJL, Nancy | Examineur |
| Jonathan CORMIER | Maître de Conf., ISAE-ENSMA, Poitiers | Invité |
| Gunther EGGELER | Prof. Dr-Ing, RUB, Bochum | Invité |



UNIVERSITÉ
DE LORRAINE



Institut Jean Lamour



**COMPORTEMENT MÉCANIQUE HAUTE TEMPÉRATURE DU SUPERALLIAGE MONOCRISTALLIN AM1 :
ÉTUDE *IN SITU* PAR UNE NOUVELLE TECHNIQUE DE DIFFRACTION PAR RAYONNEMENT SYNCHROTRON**

RÉSUMÉ:

Les superalliages monocristallins base nickel sont largement utilisés dans les parties chaudes (aux alentours de 1000°C) des turbines aéronautiques au vu de leur bonne résistance thermomécanique. Pendant le stade II du fluage leur microstructure est formée d'une matrice/couloirs γ (CFC) et de précipités en radeaux γ' ($L1_2$). Le but de cette étude est de mieux comprendre la plasticité de ces matériaux, en particulier celle de l'alliage de 1ère génération AM1.

Afin de suivre son comportement mécanique durant des transitions rapides, une nouvelle technique expérimentale par diffraction en transmission des rayons X (synchrotron) a été développée. L'utilisation d'une caméra en champ lointain permet d'enregistrer (une acquisition prend 7 secondes) la tache de diffraction (200) de chacune des deux phases, et donc l'évolution en temps réel du désaccord paramétrique entre les deux phases. En utilisant un modèle mécanique simplifié, il est possible d'en déduire les contraintes internes et la déformation plastique de chaque phase.

Une campagne d'essai sur la ligne ID11 de l'ESRF a été réalisée avec cette technique. Deux types d'échantillons présentant une microstructure initiale différente, obtenues par des traitements thermiques adaptés, ont été testés. Ils ont été soumis *in situ* à des essais de fluage à température constante avec des sauts de contrainte. Après essai, les échantillons ont été caractérisés par MET et MEB afin de déterminer leur microstructure, vérifier les désorientations des échantillons, cartographier la concentration de certains éléments et évaluer la densité de dislocations au sein des radeaux γ' .

Dans les couloirs γ , la propagation des dislocations nécessite une contrainte de Von Mises supérieure à la contrainte d'Orowan, et la densité de dislocations mobiles augmente avec la déformation plastique. Le mécanisme limitant la déformation plastique par montée de la phase γ' est vraisemblablement l'entrée des dislocations dans les radeaux. Les conséquences déduites de cette hypothèse sont détaillées ainsi que le comportement mécanique du matériau résultant.

MOTS CLÉS: Superalliage base Nickel, fluage, diffraction des rayons X, tests *in situ*, désaccord paramétrique, dislocations, montée, déformation plastique

**HIGH-TEMPERATURE CREEP BEHAVIOUR OF A NI-BASED SINGLE-CRYSTAL SUPERALLOY:
IN SITU EXPERIMENT BY A NEW TECHNIQUE USING FAR FIELD SYNCHROTRON X-RAYS DIFFRACTION**

ABSTRACT:

Nickel-based single crystal superalloys are extensively used for turbine blades (above 1000°C) of aeronautical engines because of their good thermomechanical properties. During stage II of creep, their microstructure consists of a γ matrix (fcc) and raft precipitates γ' ($L1_2$). The aim of this work is to improve the understanding of plasticity of this type of alloy, especially the first generation AM1 superalloy.

To follow his mechanical behaviour during fast transients, a new experimental setup using synchrotron radiation diffraction in transmission geometry was developed. A far field camera allows the recording of the (200) diffraction spot of each phase, i.e. the evolution of the lattice misfit in real time (one acquisition takes 7 seconds). By using a simple mechanical model, it is possible to determine the internal stresses and the plastic strains for both phases.

An experimental campaign was performed at ID11 beamline of ESRF using this new technique. Two sample types with different initial microstructure (obtained with adapted heat treatments) were tested *in situ*. They underwent load jumps under high-temperature creep conditions. Further *post mortem* investigations by SEM and TEM were performed to determine their microstructure, to check on misorientations, map some elements composition and estimate the dislocation density within the γ' rafts.

In the γ channels, dislocation propagation occurred when the Von Mises stress was larger than the Orowan stress. The mobile dislocations density increases with γ plastic strain. The limiting mechanism for γ' plastic strain is presumably the entry of dislocation within the γ' rafts. Under this assumption we deduce the mechanisms of interactions between dislocations, vacancies, and pores within the material, and the mechanical behaviour of the γ' rafts.

KEYWORDS: Ni-based superalloy, creep, *in situ* X-rays diffraction, misfit, dislocation mechanism, plasticity

REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse s'est déroulé au sein de l'équipe 304 Physique, Mécanique, Plasticité du Département Science et Ingénierie des Matériaux et Métallurgie de l'Institut Jean Lamour à Nancy grâce au soutien de l'Université de Lorraine et du Labex Damas.

Ces années de thèse m'ont apportées de belles rencontres humaines qui ont contribué au bon déroulement de ce travail et que je souhaite remercier vivement ici.

Cette thèse a été réalisée sous la direction officielle d'Alain Jacques et officieuse de Thomas Schenk que je voudrais remercier grandement pour leur appui scientifique et leur implication durant ma thèse. Celle-ci s'est manifestée de nombreuses fois en passant notamment par des séances de polissage, des nuits blanches à l'ESRF, des corrections pendant les fêtes de fin d'année ou plus simplement durant les discussions plus ou moins constructives. Cela a été un plaisir de travailler et de partager ces moments avec vous. Merci de m'avoir laissé une grande autonomie qui m'a permis de m'enrichir sur le plan professionnel et personnel et un grand MERCI pour tout !

Je tiens également à remercier mes rapporteurs Florence Pettinari-Sturmel et Bernard Viguié pour avoir accepté de juger ce travail malgré des délais serrés. Ils ont montré un grand intérêt pour mes travaux et ont apporté un regard critique et constructif sur celui-ci tout en gardant leur célèbre bienveillance. Je remercie aussi Muriel Veron d'avoir accepté d'être présidente de mon jury et d'avoir animé les discussions après ma présentation. Je remercie également Gunther Eggeler et Jonathan Cormier pour l'honneur qu'ils m'ont fait d'être présents en tant qu'invités durant ma soutenance. Je suis particulièrement reconnaissante envers Jonathan Cormier pour son temps précieux investi dans ce projet, surtout pour la préparation des échantillons.

La semaine d'essais passée à l'ESRF a été cruciale pour cette thèse, les personnes qui nous ont accompagnés durant ces journées intenses tel que Gabor Ribarik, Pierre Bastie, Lucile ainsi que Jonathan Write et son équipe ont toute ma reconnaissance.

L'appui technique de plusieurs membres de l'Institut Jean Lamour a joué un rôle essentiel dans la réussite de cette thèse. Je remercie Sylvie de m'avoir transmis ses connaissances concernant l'utilisation du MET et j'en profite pour remercier l'équipe CCMEM, Sandrine et Christine, pour leur patience qu'à nécessité mes observations à l'EBS ou par EPMA. Mes échantillons MET n'auraient pas été prêts sans les conseils qu'ont apportés Philippe Masschelein puis Thierry Schweitzer lors du découpage à la scie mais aussi sans ceux de Marie-Cécile concernant leur orientation au Laue. Je remercie aussi Patrice de l'atelier mécanique, et Erwan de la métallographie pour leurs grandes disponibilités. Mes profonds remerciements sont aussi adressés à Madame Décultot pour son assistance en algèbre. Et enfin, merci à

Olivier Ferry qui m'a aidé de nombreuses fois lorsque j'avais un problème concernant notre vieille machine de fluage. J'exprime également toute ma gratitude à Nathalie Gey et Nabila Maloufi du LEM3 pour le temps et l'intérêt qu'elles ont accordés à notre étude.

Je tiens à adresser mes remerciements aux autres membres de l'équipe 304 de l'IJL pour leur accueil chaleureux et les discussions riches et variées qu'on a eu tout au long de cette thèse : Isabelle, Marc, JP, Olivier et Alexis. Merci à Zoubir pour la confiance qu'il m'a accordé dans l'encadrement des TDs de mécanique au sein de l'EEIGM.

Je remercie chaleureusement mes co-bureau qui ont partagés mon quotidien : la meilleure pâtissière Khaoula, l'espagnol Santi, la douce Samia, la délirante Alice, l'intarissable Stéphane, Adrien le gardien du thé, café etc et Éric fournisseur officiel de biscuits. Je n'oublie pas les doctorants de l'IJL avec qui j'ai passé de nombreuses pauses midi et soirées rendant ainsi les journées plus joyeuses et agréables : Jojo chef cuistot, Skibaba, Matoouuuu, Laure, la gentille Hélène, Sarah, Nico, Solenne, Marc, le duo infernal Arnaud et Gaël, Raphaël secrétaire dans l'âme, Rayan, Morgan et le petit dernier Jerem.

Je souhaite remercier tous mes amis qui m'ont encouragé durant ces années, ma Crici, Tsilla, mes colocataires du 26 rue de Paris, Lorine, Seb, Mike, Dim, le groupe de balades... ils ont été présents dans les moments de doutes et de stress, ma santé mentale leur doit une fière chandelle ! Mille mercis à Marie No, pour toute l'aide que tu m'as apporté, cela m'a beaucoup touché. Enfin, je n'aurais jamais fait cette thèse sans la présence de Charles Édouard dans ma vie, tu as toujours cru en moi, merci pour ton soutien inconditionnel. Spécial dédicace à ma Léa, à deux c'est plus facile de surmonter les problèmes et d'en rire surtout avec une amie aussi exceptionnelle que toi, Always.

Évidemment, à ma princesse Indiana et à mon gros bébé Joker, mes amours de loulous qui m'aident à trouver la joie en toute circonstance.

Et puis, merci, merci à toi mon Martin, de m'avoir tant épaulée à de nombreux point de vue et d'être là chaque jour.

« Beaucoup encore il te reste à apprendre. »

Maître Yoda

SOMMAIRE

| | |
|--|----|
| INTRODUCTION GÉNÉRALE..... | 15 |
| CHAPITRE 1 : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE..... | 19 |
| I. Superalliages monocristallins base nickel..... | 19 |
| 1. Évolution des superalliages | 19 |
| 2. Éléments d'alliages | 21 |
| 3. Particularités de l'AM1..... | 23 |
| 4. Importance de la phase γ' | 25 |
| II. Élaboration des superalliages monocristallins..... | 29 |
| 1. Fonderie par cire perdue | 29 |
| 2. Solidification..... | 30 |
| 3. Traitement thermique de mise en solution..... | 30 |
| 4. Traitement thermique de vieillissement..... | 33 |
| 5. Défauts de fonderie | 35 |
| III. Comportement en fluage des superalliages | 38 |
| 1. Évolution microstructurale..... | 39 |
| 2. Plasticité de la phase γ | 41 |
| 3. Plasticité de la phase γ' | 44 |
| IV. Modélisation mécanique des superalliages pendant le stade II du fluage | 47 |
| 1. Un paramètre important : δ_{\perp} | 47 |
| 2. Hypothèses et tenseurs des contraintes | 48 |
| 3. Déformations élastiques..... | 49 |
| 4. Détermination des contraintes internes..... | 50 |
| 5. Détermination du module d'Young de chacune des phases | 50 |
| 6. Déformations plastiques | 51 |
| V. Travaux antérieurs..... | 53 |
| 1. Contrainte de Von Mises et d'Orowan | 53 |
| 2. Évolution des contraintes internes..... | 55 |
| 3. Comportement après une baisse de contrainte (ou température) | 57 |

| | | |
|--|--|-----------|
| VI. | Conclusion sur le contexte de l'étude | 60 |
| CHAPITRE 2 : TECHNIQUES ET PRÉPARATIONS EXPÉRIMENTALES..... | | 63 |
| I. | Expérimentation <i>in situ</i> | 64 |
| 1. | Diffraction des rayons X en transmission | 64 |
| 2. | La diffraction à trois cristaux TCD..... | 66 |
| 3. | La diffraction à deux cristaux DCD en champ lointain..... | 68 |
| 4. | Machine de fluage..... | 72 |
| II. | Techniques de caractérisation..... | 75 |
| 1. | Interaction rayonnement-matière | 75 |
| 2. | Préparations des échantillons pour le MEB, l'EPMA et l'EBSD..... | 76 |
| 3. | Utilisation du MEB | 77 |
| 4. | Utilisation de l'EPMA | 79 |
| 5. | Utilisation de l'EBSD | 79 |
| 6. | La diffraction électronique au MET | 79 |
| 7. | Préparation des Lames MET | 81 |
| 8. | Utilisation du MET | 84 |
| III. | Préparation des microstructures initiales..... | 85 |
| 1. | Campagne d'essais de traitements thermiques | 85 |
| 2. | Résultats..... | 86 |
| 3. | Choix du traitement des éprouvettes pour les essais <i>in situ</i> | 88 |
| IV. | Détermination des conditions expérimentales..... | 90 |
| 1. | Relation entre contrainte appliquée et contrainte interne..... | 90 |
| 2. | Essais destructifs..... | 93 |
| CHAPITRE 3 : RÉSULTATS | | 97 |
| I. | Essais <i>in situ</i> en rayonnement synchrotron | 97 |
| II. | Images 3D..... | 97 |
| 1. | État initial | 97 |
| 2. | Construction d'images φ/ω | 98 |
| 3. | $I(\varphi/\omega)$: État initial..... | 99 |
| 4. | Évolution durant la mise en radeau..... | 100 |
| III. | Images 2D..... | 102 |

| | | |
|-------------------------------------|---|------------|
| 1. | Évolution des taches de diffraction durant un essai..... | 102 |
| 2. | Ajustement mathématique des images 2D | 103 |
| 3. | Procédure d'ajustement d'une image 2D intégrée | 104 |
| 4. | Dépouillement des résultats..... | 109 |
| IV. | Caractérisation <i>post mortem</i> | 116 |
| 1. | MEB | 116 |
| 2. | MET | 118 |
| 3. | EPMA (microsonde de Castaing) | 122 |
| 4. | EBSD | 124 |
| V. | Conclusion sur les résultats obtenus | 125 |
| CHAPITRE 4 : DISCUSSION..... | | 127 |
| I. | Comportement mécanique de la phase γ | 127 |
| 1. | Évolution de la contrainte de Von Mises et de la déformation plastique..... | 127 |
| 2. | Contrainte d'Orowan | 129 |
| 3. | Vitesse de déformation et densité de dislocations | 130 |
| 4. | Modélisation du comportement plastique de γ | 133 |
| 5. | Comparaison avec les résultats des deux autres essais | 134 |
| 6. | Mécanismes de multiplications des dislocations | 136 |
| II. | Comportement mécanique de la Phase γ' | 137 |
| 1. | Modélisation de l'interaction entre dislocations et lacunes..... | 138 |
| 2. | Comparaison aux données expérimentales..... | 153 |
| 3. | Ajustement des paramètres du modèle | 160 |
| 4. | Discussion sur la modélisation du comportement de la phase γ' | 167 |
| III. | Conclusion sur le comportement des deux phases | 167 |
| CONCLUSION GÉNÉRALE | | 169 |
| 1. | Expériences in situ en rayonnement synchrotron | 169 |
| 2. | Comportements plastiques des couloirs γ | 170 |
| 3. | Comportements plastiques des radeaux γ' | 170 |
| 4. | Perspectives..... | 171 |
| RÉFÉRENCES..... | | 173 |
| ANNEXES..... | | 177 |

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Le rapport coût/efficacité des turboréacteurs a engendré le développement de l'aéronautique civile et militaire depuis la fin de la deuxième guerre mondiale. Ce système de propulsion utilise la combustion d'un mélange d'air comprimé et de kérosène qui produit un gaz chaud entraînant des aubes de turbines et donc produisant de l'énergie mécanique. Le rendement thermodynamique est d'autant meilleur que la température d'entrée de la turbine est élevée [1]. L'augmentation de celle-ci est limitée par la résistance mécanique à haute température des aubes à haute pression après la chambre de combustion [Figure 1]. Ces aubes sont également soumises à des forces centrifuges importantes et à des vibrations dans un environnement extrêmement agressif (produits de combustion), ceci durant un temps plus ou moins long (cycle de vol). Ces sollicitations peuvent être assimilées à du fluage, de la fatigue thermomécanique, de la corrosion ou encore de l'oxydation. L'amélioration de leurs propriétés résulte d'efforts continus en recherche appliquée.

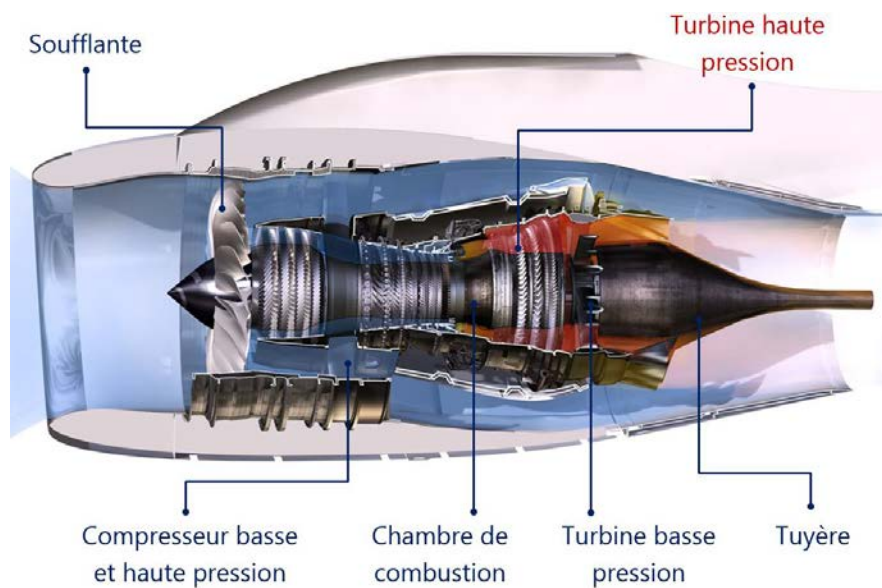


Figure 1 - Schéma du moteur PowerJet SaM146 (Safran Group) [14]

Les superalliages monocristallins base nickel sont les matériaux qui répondent actuellement le mieux aux exigences des motoristes. La durée de vie de ces pièces est, entre autres, associée à la résistance au fluage de ces matériaux. Il est indispensable d'étudier et de comprendre leur plasticité dans ces conditions afin de mieux appréhender leur comportement et d'envisager des pistes d'amélioration. Ces propriétés mécaniques sont essentiellement dictées par la microstructure de ces superalliages. Ces propriétés mécaniques sont essentiellement dues à leur microstructure biphasée, où la matrice γ est renforcée par une phase durcissante γ' .

La plasticité de ces alliages a été étudiée depuis plusieurs années par de nombreux auteurs, ce qui a permis d'identifier les différents modes de déformations ayant lieu. Cependant, le comportement à haute température des précipités γ' est moins bien connu et compris que celui de la matrice γ . Ce manque d'intérêt est principalement attribué au fait que cette phase ne se déforme qu'à très hautes contraintes et à hautes températures. Or, cette situation bien qu'existant que ponctuellement lors d'excursions de vol, entraîne en général la ruine du matériau. Par ailleurs, rien ne garantit que le comportement de la phase γ' d'un superalliage soit le même que celui d'un monocristal de même composition. Pour avoir un modèle prédictif le plus représentatif de ces alliages, il est par conséquent indispensable de prendre en compte à la fois la déformation de cette phase γ' et celle de γ . Or, les données disponibles actuellement dans la littérature ne sont pas suffisantes pour élaborer une loi de comportement.

L'objectif général de cette thèse est d'apporter de nouveaux éléments sur la compréhension des mécanismes de déformations plastiques de chacune des phases pour ensuite pouvoir modéliser le comportement mécanique de ces superalliages. Le but est d'identifier les mécanismes limitants et de déterminer les forces motrices des phénomènes physiques mis en jeu. Plus précisément, il s'agit de mettre en relation la vitesse de déformation plastique, ainsi que les densités de dislocations, avec les contraintes internes ou avec certains paramètres comme la température ou la microstructure.

Le cœur des travaux de cette thèse repose sur l'analyse des résultats obtenus par une nouvelle technique de diffraction par rayonnement synchrotron durant des essais de fluage in situ à haute température. Les mesures ont été réalisées en temps réel lors de tests avec un chargement mécanique présentant des sauts brusques de contraintes. À partir de ces données, il est possible d'estimer les contraintes internes et les déformations plastiques de chacune des phases et ainsi suivre la réponse du matériau aux sollicitations. Pour compléter cette étude, des observations post mortem par différentes techniques de microscopie ont été nécessaires. Les échantillons testés ont été préparés avec des microstructures initiales différentes afin d'en déduire l'influence de cette dernière. L'analyse de ces résultats a permis de proposer des lois de comportement spécifiques à chaque phase et de confronter celles-ci aux données expérimentales afin de vérifier leur pertinence.

Le premier chapitre contient une synthèse des données bibliographiques, donnant les notions théoriques nécessaires à la compréhension des résultats obtenus dans ce manuscrit. Il présentera les superalliages monocristallins ainsi que l'importance de la phase durcissante γ' . Ces alliages sont d'ailleurs élaborés en fonderie puis subissent un traitement thermique afin d'optimiser leurs propriétés mécaniques. L'impact de ces procédés et les différents défauts associés y sont également décrits. Puis les connaissances actuelles sur le comportement en fluage de ces alliages sont synthétisées ainsi que les résultats antérieurs obtenus par diffraction en rayonnement synchrotron qui ont motivé le présent travail.

Le deuxième chapitre est consacré aux méthodes expérimentales et à la préparation des échantillons. Une nouvelle technique expérimentale par diffraction des rayons X a été développée pour réaliser ces essais permettant une acquisition des données nettement plus rapide qu'auparavant. Les montages expérimentaux, les paramètres d'essais ainsi que le type de données enregistrées seront explicités. Des caractérisations par différentes méthodes de microscopies (MEB, MET, EBSD) ont également été réalisées, les paramètres utilisés sont décrits dans cette partie. Une étude préliminaire des traitements thermiques a été effectuée pour préparer des échantillons ayant des microstructures différentes. D'autres essais ont permis d'optimiser l'utilisation du temps de faisceau alloué par l'ESRF. Ces études sont détaillées dans ce chapitre.

Le troisième chapitre décrit l'ensemble des résultats obtenus. L'évolution des pics de diffraction durant les essais de fluage est décrite. Puis le traitement des données in situ est présenté ainsi que le dépouillement des résultats permettant d'estimer les contraintes internes et les déformations plastiques des phases de nos échantillons. Enfin les microstructures post mortem sont caractérisées : le MEB est utilisé pour la détermination de la topologie des phases, les désorientations des échantillons sont vérifiées par EBSD, la concentration en certains éléments est cartographiée par EPMA et une étude au MET a été réalisée pour évaluer la densité de dislocations au sein de la phase γ' .

Le dernier chapitre aborde l'analyse de ces résultats. Il est divisé en deux parties principales : la première concerne le comportement de la phase γ et la seconde de la phase γ' . Pour chaque phase, l'importance de la densité des dislocations mobiles est mise en évidence et une loi de comportement est proposée. Le comportement plastique de chaque phase est modélisé et comparé aux résultats expérimentaux.

Cette thèse se conclut, d'une part, par des propositions d'amélioration du dispositif expérimental et de la méthode d'analyse des expériences de diffraction et, d'autre part, par des pistes d'approfondissement de la présente étude.

CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

Le matériau étudié est l'AM1 : superalliage monocristallin de base nickel. Dans un premier temps, le développement puis la chimie des superalliages monocristallins sont présentés. Par la suite, les caractéristiques de l'AM1, puis son élaboration sont abordés. L'état de l'art sur son comportement en fluage et les mécanismes de déformation de chacune des phases sont détaillés ensuite.

Un modèle mécanique en série est couramment utilisé par l'équipe plasticité (304) [73] de l'Institut Jean Lamour pour suivre le comportement de ce superalliage monocristallin biphasé lors d'essais *in situ* en rayonnement synchrotron. Ce modèle est détaillé pour permettre la bonne compréhension de la méthode de dépouillement des résultats des données collectées par diffraction des rayons X lors d'essais *in situ*.

Les travaux antérieurs [2,63] sur lesquels s'appuient cette thèse sont ensuite décrits dans la dernière partie afin de mieux discerner le contexte de cette étude.

I. SUPERALLIAGES MONOCRISTALLINS BASE NICKEL

1. Évolution des superalliages

Après la seconde guerre mondiale, l'aviation prît une part importante dans l'économie créant ainsi une course à la performance en Europe et aux États Unis, et un développement des recherches sur les alliages pour les applications à haute température. En effet, les aciers subissaient des dégradations catastrophiques aux températures exigées par les motoristes. Des nouveaux matériaux ont été élaborés à partir de différents composants. La combinaison de ces éléments donna des propriétés si avantageuses méritant alors le préfixe de « super ». Trois familles de superalliages existent, classées en fonction de l'élément majeur dit de base : nickel-fer, cobalt ou nickel. La suite de ce manuscrit est uniquement consacrée aux superalliages base nickel.

L'un des premiers superalliages conçus fût le Nimonic 80 [3,4]. Il est constitué majoritairement de nickel et de 20% de chrome, ajouté pour des questions de tenues à l'oxydation. En moindre proportion, il contient également de l'aluminium et du titane pour renforcer ses propriétés mécaniques à chaud par durcissement dû à la présence de précipités. La composition des superalliages a alors beaucoup évolué pour s'adapter aux applications, et le nombre d'éléments présents dans le superalliage a augmenté.

En parallèle, de nouveaux procédés de mise en forme se sont développés. Notamment le processus de solidification dirigée a permis, en 1960, d'obtenir des superalliages avec des grains orientés parallèlement à la direction principale de contrainte de manière à diminuer le fluage aux joints de grains [Figure 2b]. Dix ans plus tard, un nouveau procédé a été mis au point afin de supprimer les défauts que pouvaient induire les joints de grains (sites préférentiels d'amorçage de fissures) et ce dernier a ainsi permis d'obtenir des superalliages monocristallins [Figure 2c] dotés d'une meilleure résistance en fluage.

Pour maximiser les propriétés de ces alliages, des compositions chimiques spécifiques ont été définies pour les monocristaux dans les années 1980. Il s'agit de la 1^{ère} génération de superalliage base nickel monocristallin, qui est uniquement constituée d'une matrice γ et de précipités γ' . Puis, afin d'augmenter les propriétés en fluage, du rhénium a été ajouté de 3% (2^{ème} génération) à 6% (3^{ème} génération) en masse. Cet élément permet de ralentir la coalescence des précipités mais provoque cependant l'apparition d'autres phases intermétalliques (appelées TCP Topologically Closed Packed) non désirables qui affaiblissent grandement le matériau. L'ajout de ruthénium a ensuite permis de neutraliser la fragilisation induite par le rhénium, correspondant à la 4^{ème} génération, qui présente donc d'excellentes propriétés en fluage.

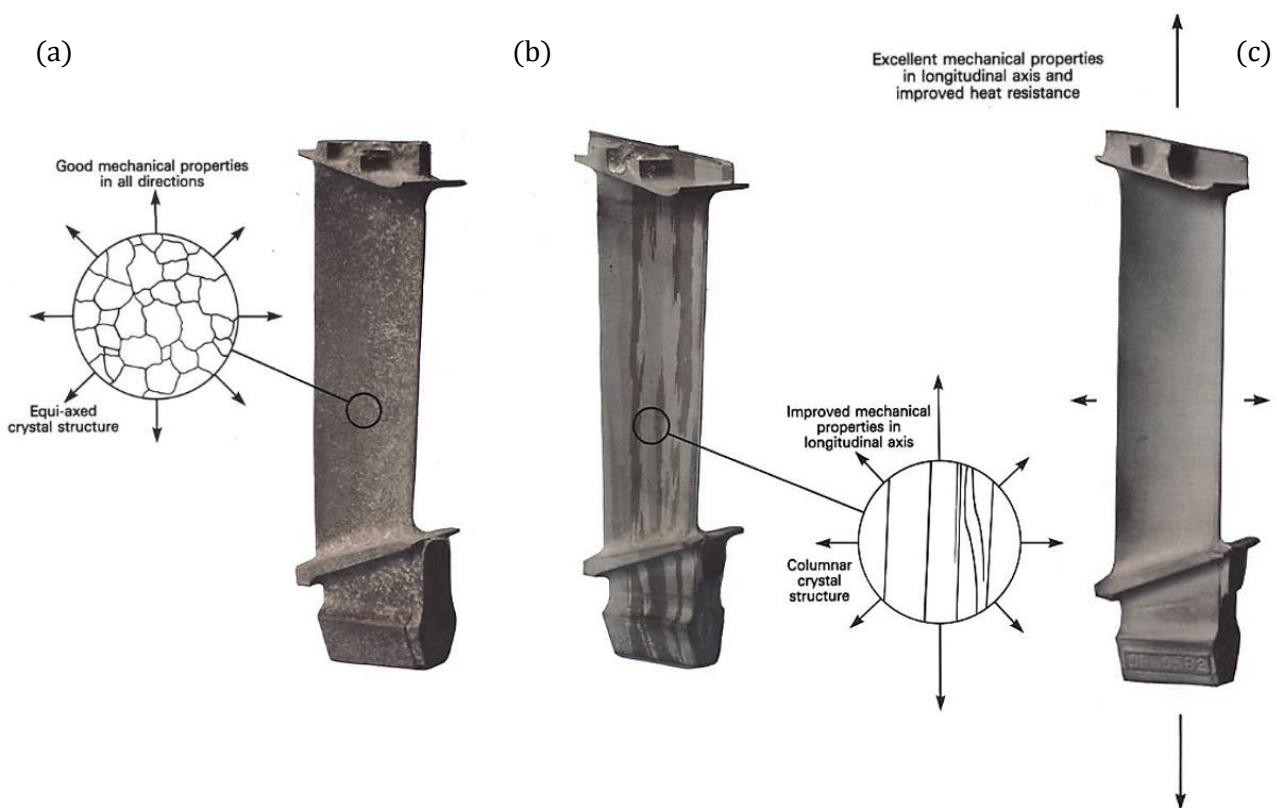


Figure 2. Évolution des microstructures des aubes de turbine [1], équiaxe (a), colonnaire (b) et monocristalline (c)

Au total, les superalliages base nickel peuvent contenir jusqu'à 10 éléments, offrant une combinaison de propriétés en termes de résistance au fluage et à l'oxydation. Il existe donc de nombreuses possibilités en termes de composition. Néanmoins, très peu de nouveaux superalliages monocristallins base nickel ont été développés dernièrement pour des raisons économiques [5]. Le choix se porte généralement sur des superalliages déjà développés avec des propriétés connues et un procédé abouti. Cela permet en effet un gain de temps important par rapport au développement de nouveaux superalliages même si ceux-ci pourraient offrir de meilleures performances.

À l'heure actuelle, ces matériaux sont employés dans différents domaines d'activité. Ils sont surtout appréciés pour leurs hautes propriétés thermomécaniques et leurs résistances à la corrosion/oxydation. Le plus souvent ils sont utilisés pour des pièces destinées à des turbines que ce soit dans l'aéronautique, l'énergie ou les usines chimiques mais également pour d'autres applications nécessitant des matériaux performants.

Les principales faiblesses des superalliages sont leur densité élevée (comprise entre 8 et 9 en moyenne), leur coût et leur faible usinabilité. En effet, l'indice de performance qui guide le choix des matériaux pour une pièce sollicitée en traction par une force centrifuge à haute température est le rapport de la contrainte de fluage sur la densité. Les superalliages base nickel sont en concurrence avec les superalliages de base cobalt ou base fer en fonction des applications. Mais ils le sont également avec les alliages intermétalliques TiAl (de densité moitié [6]) pour des propriétés similaires dans certaines gammes de température.

2. Éléments d'alliages

Les superalliages monocristallins base nickel sont composés de plusieurs éléments amenant chacun un avantage en termes de propriétés [3,4,7]. L'élément de base en plus grande quantité est le nickel. Celui-ci permet d'obtenir et de garder une structure cubique face centrée (CFC) [Figure 3b] jusqu'à la température de fusion. Cette structure austénitique est désirée du fait de son faible coefficient de dilatation.

Les propriétés mécaniques des superalliages monocristallins dépendent fortement du durcissement lié à la présence des précipités γ' qui ont une structure cristalline CFC organisée $L1_2$ proche de celle de Ni_3Al [Figure 3c]. Cette phase se forme grâce aux éléments dit γ' -gènes comme Al [Figure 3a], Ti et Ta. L'aluminium permet d'obtenir une grande stabilité de sa structure cristalline tandis que le titane et le tantale jouent un rôle au niveau de sa stabilité thermique. En fonction de leur forme, leur répartition et de leur fraction volumique, ces précipités vont servir d'obstacles aux mouvements des dislocations, et vont donc améliorer la résistance mécanique.

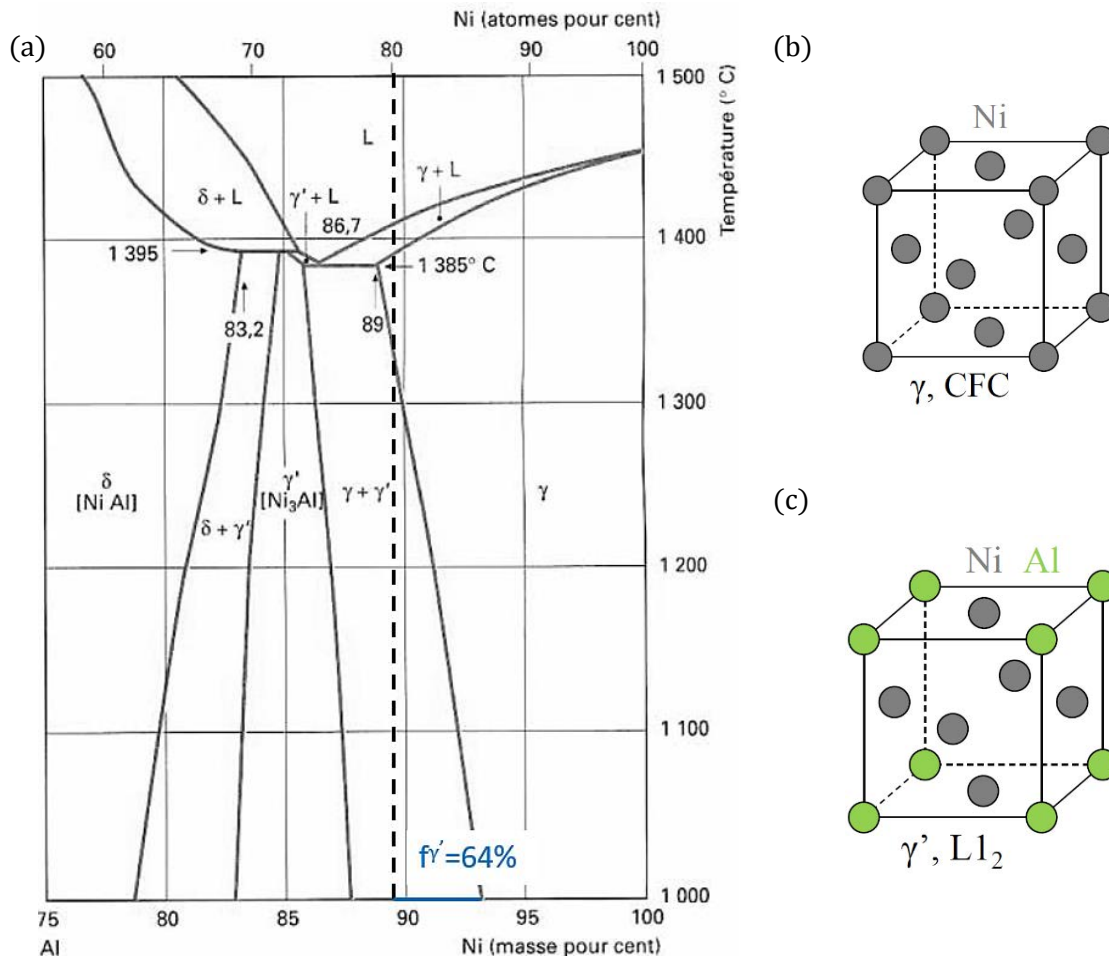


Figure 3 – Diagramme Ni-Al (a) [10] et structures cristallines [7] de la phase γ (b) et γ' (c)

Cependant, il est aussi intéressant de renforcer la matrice par l'insertion d'éléments réfractaires, comme le Mo, W. Ces atomes assez gros, viennent distordre le réseau cristallin : il y a un durcissement par solution solide. À noter que le tungstène durcit également la phase γ' .

Pour les 2^{èmes} et 3^{èmes} générations de superalliages monocristallins, le rhénium joue également ce rôle tout en améliorant la stabilité thermique de la phase γ' . Les dernières générations préfèrent le ruthénium qui permet d'éviter l'apparition de précipités fragilisants comme les phases TCP (Topologically Closed Packed) qui sont favorisés par le Re [8,9].

Le cobalt est un élément qui durcit la phase γ mais dont le rôle majeur concerne l'augmentation de la température du solidus et la modification de la solubilité des autres éléments d'alliage.

La présence d'éléments comme le chrome et l'aluminium aide à la formation d'une couche d'oxyde très protectrice ce qui donne une excellente résistance à l'oxydation et à la corrosion à chaud. Pour les dernières générations de superalliages (5^{ème} et 6^{ème}), l'addition d'éléments réactifs comme le hafnium et l'yttrium, en faible quantité, permet une meilleure adhérence de ces couches d'oxydes [8].

Habituellement, un revêtement à barrière thermique en céramique est également déposé en surface pour augmenter la température d'utilisation [11].

Les effets des principaux éléments de solutés sont résumés dans la figure suivante [Figure 4]. Chaque composition de superalliage a été développée pour correspondre à un compromis idéal entre son élaboration et son utilisation. Les principaux industriels élaborant des superalliages base nickel monocristallins sont des motoristes tels que Safran, General Electric, Pratt et Whitney ou le fabricant Cannon-Muskegon Corp., souvent en collaboration avec des centres de recherche français (ONERA) ou bien japonais (NIMS). L'approche dans le choix de la composition est en général empirique mais de nouvelles méthodes de conception se développent par modélisation informatique [5].

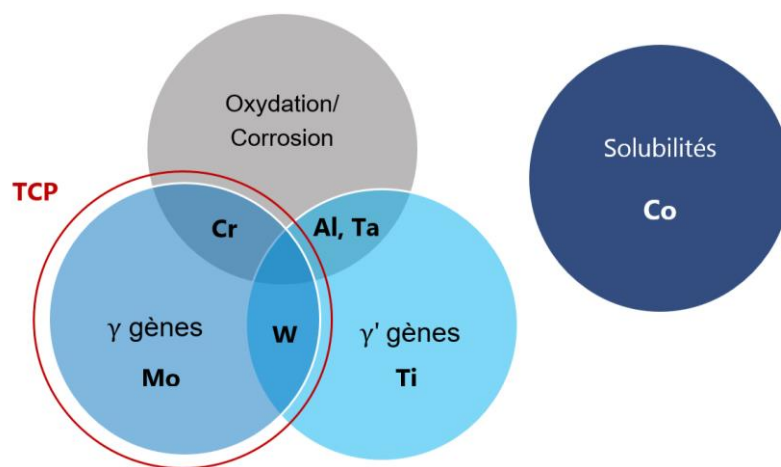


Figure 4 – Schéma des effets des différents éléments d'alliage des superalliages monocristallins base Ni de 1^{ère} génération

3. Particularités de l'AMI

Le matériau étudié est l'AM1, un superalliage monocristallin de 1^{ère} génération. Il est le fruit d'une collaboration entre plusieurs entités de recherches académiques et industrielles : ONERA, Ecoles de Mines de Paris, Imphys SA et Snecma ; son brevet US4639280 a été déposé en 1983 [12].

L'AM1 a une densité de 8,6 et sa composition chimique, en pourcentage pondéral (%wt.) ou atomique (%at.), est répertoriée dans le Tableau 1. Chaque élément est réparti en fonction de son affinité dans la phase γ ou γ' . Leur concentration en %at. a été déterminée grâce à des analyses par sonde atomique ou tomographique durant la thèse de A. Buchon [18].

| | Ni | Al | Ti | Ta | W | Mo | Cr | Co |
|----------------|------|-----------|---------|-----------|-------|-----------|-------|-------|
| %wt. | base | 5,1 - 5,5 | 1 - 1,4 | 7,5 - 8,5 | 5 - 6 | 1,8 - 2,2 | 7 - 8 | 6 - 7 |
| %at. | base | 11,8 | 1,5 | 2,7 | 1,8 | 1,3 | 8,7 | 6,6 |
| C(γ) | base | 3,0 | 0,4 | 0,7 | 2,3 | 2,5 | 26,1 | 11,1 |
| C(γ') | base | 15,2 | 2,1 | 3,7 | 2,0 | 0,7 | 2,1 | 2,1 |

Tableau 1 – Composition chimique de l'alliage AM1 et répartition des éléments en fonction de leurs affinités, en bleu clair les éléments γ' -gènes et en orange γ -gènes [18]

Son application est majoritairement militaire car son coût est élevé : environ 2000€ pour une aube de turbine sans revêtement [13]. Sa première utilisation fut pour les aubes de turbines haute pression des moteurs M88 du groupe Safran qui équipent les avions Rafale de Dassault Aviation. S'agissant d'avion militaires, les vols typiques sont assimilés à de la fatigue oligocyclique anisotherme : allant de la température du tarmac jusqu'à 1500°C lors du décollage, le moteur passant alors à 16 000 tours/min. En vol la température moyenne est de 950°C avec des excursions en termes de contraintes et de températures aux alentours de 1100°C [15].

L'utilisation de l'AM1 comme matériau d'aube de turbine haute pression a été maintenant étendue à des moteurs d'avion de transport militaire (A400M) avec le TP400 ou à ceux d'avions d'affaires avec le PowerJet SaM146 (Sukhoï Superjet 100) et le Silvercrest (Dassault Falcon 5X et Cessna Citation Hemisphere) [16]. Ces pièces subissent des températures moins élevées mais avec des cycles plus longs que celles d'avion de chasse. La fatigue n'est ainsi plus le mécanisme de dégradation majeur, le fluage devenant un phénomène plus important auquel il est nécessaire de s'intéresser [17].

Ce superalliage monocristallin est le matériau de choix de cette étude tant pour son application industrielle que pour la recherche fondamentale. En effet, la simplicité de sa microstructure en fait un matériau modèle pour connaître le comportement plastique des biphasés. Après sa mise en forme et traitements thermiques, ce monocristallin présente une répartition quasi-périodique de précipités cuboïdaux γ' dans une phase γ . Leur taille moyenne est de 450nm avec une fraction volumique de 68% [26], l'épaisseur de la matrice mesurant environ 100nm [Figure 5]. Le fait qu'il soit uniquement constitué de ces deux phases, qui plus est avec une apparence régulière et symétrique, et en l'absence de joints de grains, permet l'utilisation d'un modèle mécanique afin de déterminer les contraintes et les vitesses de déformation de γ et de γ' à partir de mesures expérimentales *in situ*. Ainsi par une approche analytique il est possible de suivre le comportement de l'AM1 durant un essai de fluage pour en déduire des mécanismes de déformation élémentaires. L'objectif étant de construire des lois de comportement à base physique pour ensuite les extrapoler à d'autres superalliages base nickel.

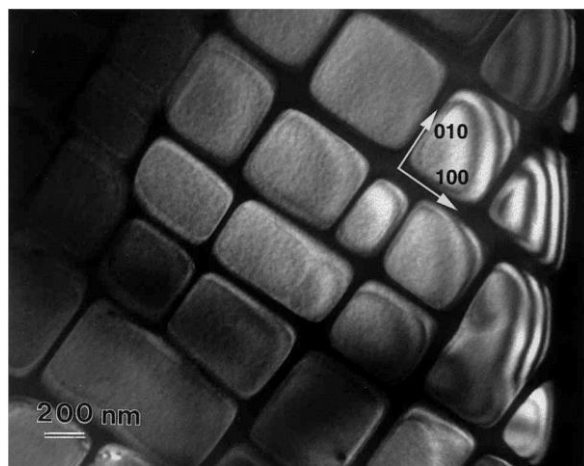


Figure 5 – Cliché MET du superalliage monocristallin base Nickel AM1 [19]

4. Importance de la phase γ'

Les hautes performances mécaniques des superalliages monocristallins base nickel sont étroitement liées à la précipitation de la phase intermétallique γ' .

En effet, les dislocations soit cisailent les précipités, soit les contournent pour se déplacer et déformer ainsi plastiquement le matériau. Le mécanisme le plus favorable énergétiquement est celui qui est activé, ce qui dépend fortement de l'interface, la taille, de la distance entre précipités et de la température.

a. Cisaillement

Si les précipités sont petits et cohérents alors les dislocations ont la possibilité de les cisailier, mais leur passage modifie localement l'ordre. En effet, lorsqu'une dislocation traverse la phase γ' (de structure $L1_2$ est très ordonnée), un défaut d'empilement très énergétique appelé paroi d'antiphase (APB pour Anti Phase Boundary) est créé. Le passage d'une deuxième dislocation supprime l'APB, l'ordre est ainsi rétabli. Ces deux dislocations sont appariées et sont plus communément appelées superdislocations [3].

Lorsque les précipités sont très petits, la première dislocation a le temps de cisailier plusieurs précipités avant que la deuxième dislocation puisse rétablir l'ordre : le couplage est alors dit faible soit Weak-Pair Coupling [Figure 6a].

À l'inverse, le couplage est dit fort (Strong-Pair Coupling) [Figure 6b] quand la paire de dislocations cisaille un même précipité. Il est nécessaire d'apporter une énergie suffisante pour la formation de l'APB et donc de cisailier un précipité ; il y a durcissement par effet d'ordre.

Des travaux [21,22,23] ont également montré l'existence d'un cas intermédiaire entre ces deux couplages.

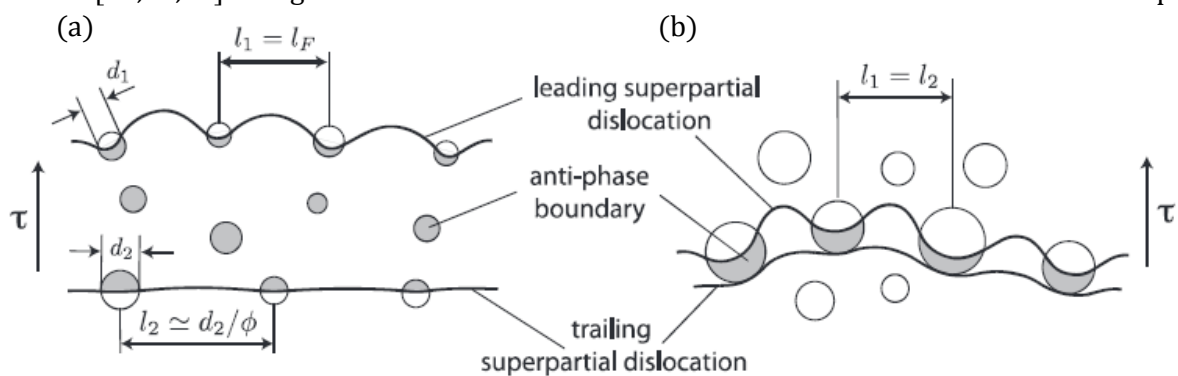


Figure 6 - Mécanismes de cisaillement par paire de dislocations faiblement (a) ou fortement couplé (b) [22]

Dans le cas des superalliages, une dislocation est fréquemment divisée en partielles de Shockley séparées par une faute d'empilements complexes (CSF pour Complex Stacking Fault). Lorsque ce type de dislocation cisaille un précipité cela peut engendrer des fautes de super réseau extrinsèques ou intrinsèques avec nucléation d'une partielle dans le précipité tout en laissant une boucle de dislocation autour du précipité. D'autres types de modèles existent dans la littérature [24], cependant ces mécanismes de cisaillement sont observés dans le cas de fluage à moyenne température ($< 900^\circ\text{C}$) et ne font donc pas l'objet de cette thèse.

b. Contournement

Les dislocations peuvent aussi contourner les précipités lorsque ceux-ci sont trop gros ou trop durs : ce qui est le cas pour les superalliages base nickel à haute température. La contrainte que voit la dislocation doit être suffisante pour permettre la courbure de la dislocation entre deux précipités [Figure 7], ce qui est d'autant plus difficile lorsque la distance entre précipités est petite. Cette contrainte seuil est la contrainte d'Orowan. De manière générale elle est exprimée comme suit [Équation 1].

Équation 1
$$\tau^{Orowan} \approx \frac{\mu b}{l_g}$$

Avec :

μ : module de cisaillement (MPa)

b : norme du vecteur de burgers de la dislocation

l_g : la distance entre deux précipités selon le plan de glissement (μm)

À chaque passage, une dislocation laisse une boucle de dislocation résiduelle autour du précipité. Il y a un empilement de dislocations qui induit un champ de contrainte interne. Les nouvelles dislocations venant s'empiler sont repoussées : il y a durcissement [3, 4, 21].

Les dislocations peuvent également contourner les précipités en changeant de plan de glissement par glissement dévié ou par montée. Ce glissement dévié peut permettre aux parties vis de passer au-dessus puis de s'annihiler tout en laissant des boucles de dislocations prismatiques sur les côtés [24].

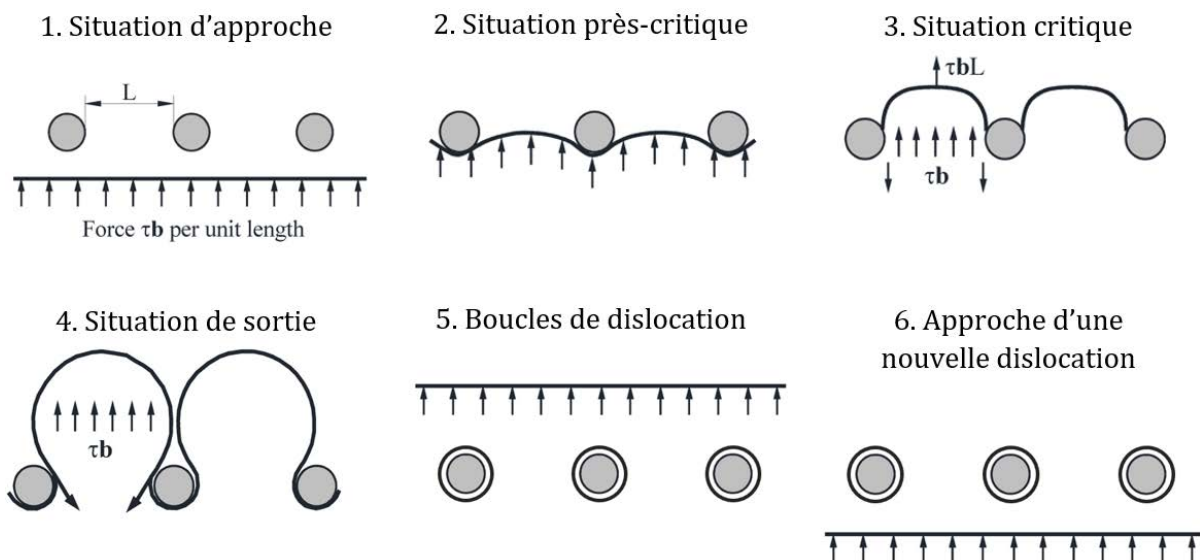


Figure 7 – Représentation des étapes du contournement des précipités par le mécanisme d'Orowan [25]

c. Optimisation

Une compétition entre ces différents modes de franchissement existe, le mécanisme favorisé est celui le moins coûteux en énergie, ce qui dépend entre autres de la taille des précipités. Pour une précipitation fine, il s'agit du cisaillement par paire de dislocations faiblement couplées puis fortement [Figure 8]. Le contournement d'Orowan a lieu pour des tailles de précipités plus grossières [21]. Sur la Figure 8, les limites élastiques mesurées expérimentalement sont tracés en fonction de la dimension des précipités, les modes de franchissement correspondant sont représentés sur le même graphique. La taille de précipités critique d_c correspond au niveau du changement de mécanisme de cisaillement au mécanisme de contournement, d_{ws} entre « weak » et « strong ». Lorsque les précipités sont cisailés, leurs tailles diminuent, ceci pouvant provoquer ainsi un adoucissement. Le diamètre idéal en termes de résistance est donc celui légèrement supérieur à d_c .

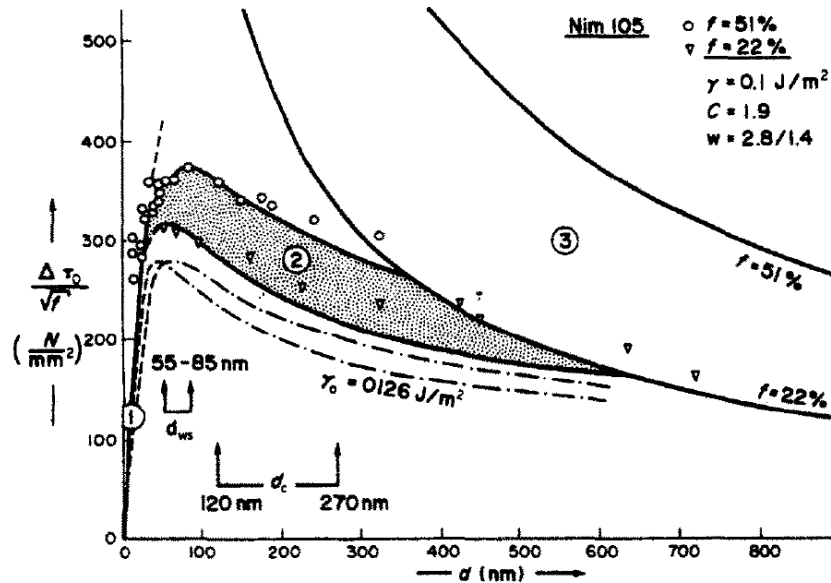


Figure 8 – Mécanismes de franchissement en fonction de la taille des précipités pour le superalliage Nimonic 105 : par cisaillement faiblement couplé ① fortement ② ou par contournement d'Orowan ③ [21]

Il est à noter que, dans la littérature, ce type d'approche est la plupart du temps utilisé pour des superalliages polycristallins ayant une distribution de taille de précipités γ' très varié au sein d'un même alliage.

d. Désaccord paramétrique naturel

À température ambiante, les précipités sont cohérents. Cependant si les paramètres de maille de γ et γ' sont proches (de l'ordre de 0,358nm), ils restent néanmoins légèrement différents. En effet, ceux-ci dépendent de la composition des phases en termes de concentration en élément (Loi de Végard) [3]. Cette différence peut être représentée par le désaccord paramétrique naturel noté $\delta(T)$, de l'ordre de 10^{-3} [26], qui dépend de la température.

La valeur de ce désaccord (misfit) influe sur la morphologie des précipités : plus il est négatif, plus la phase γ' est de forme cubique avec des angles droits [Figure 9] et meilleure est la résistance en fluage [Figure 10]. Cependant, une valeur absolue de δ trop élevée signifie une perte de cohérence qui n'est pas désirée. δ est donc un paramètre important à prendre en compte pour optimiser les propriétés mécaniques en fluage. Cependant une récente étude [27] suggère qu'un désaccord positif devrait être bénéfique pour les pièces sollicitées en fatigue à haute température.

Équation 2

$$\delta(T) = 2 \frac{a^{\gamma'} - a^{\gamma}}{a^{\gamma'} + a^{\gamma}} = \alpha T$$

Avec :

a^{γ} : paramètre de maille de la phase γ

$a^{\gamma'}$: paramètre de maille de la phase γ'

α : différence entre les coefficients de dilatation

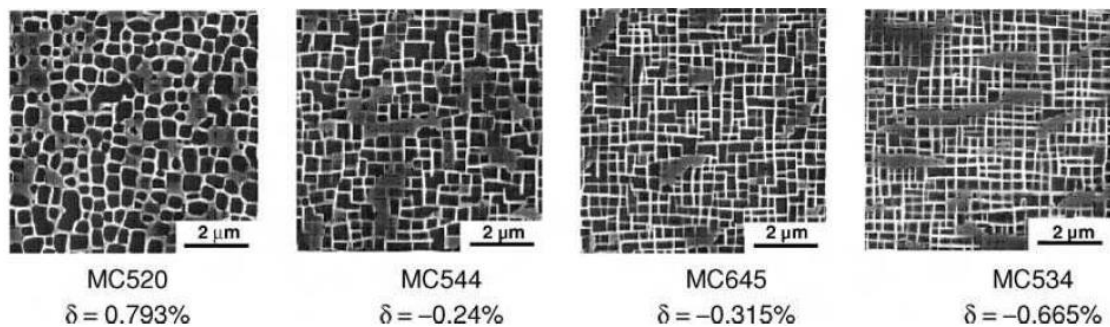


Figure 9 - Morphologie des précipités γ' en fonction de la valeur du désaccord paramétrique naturel [28]

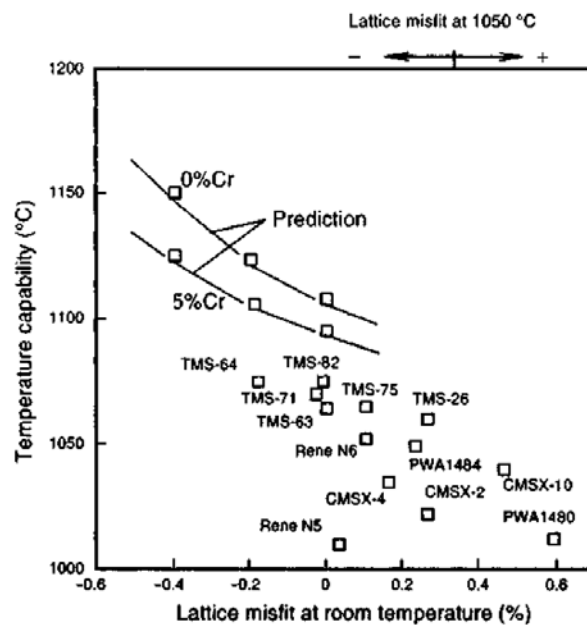


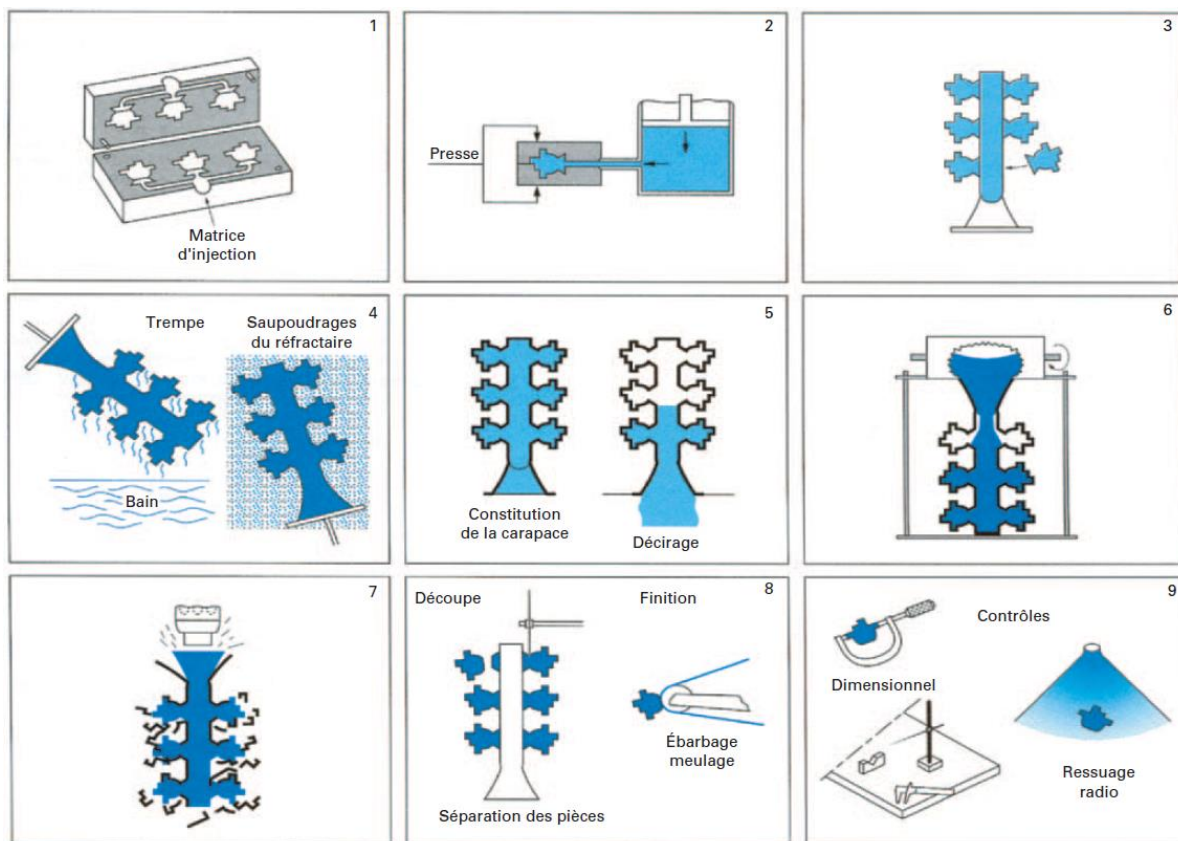
Figure 10 - Évolution de la résistance en fluage (en termes de température) de différents superalliages en fonction du désaccord paramétrique naturel pour 1000h d'essai à 137MPa [29].

II. ÉLABORATION DES SUPERALLIAGES MONOCRISTALLINS

1. Fonderie par cire perdue

Le procédé utilisé pour la conception d'aubes de turbines est la fonderie par cire perdue qui a l'avantage de permettre la fabrication de pièces avec des géométries complexes.

Les pièces sont d'abord créées en cire [Figure 11(1-3)] et assemblées. Pour les aubes creuses, un « noyau » peut être placé à l'intérieur pour conserver des espaces vides (circuits de refroidissement). Puis elles sont plongées dans de la céramique afin d'obtenir une couche protectrice [Figure 11(4)]. La cire est ensuite enlevée en plaçant le tout dans un four [Figure 11(5)]. Ainsi, seule la céramique est gardée prenant la forme de la pièce et correspondant au moule. En parallèle, un lingot mère est fondu. Une fois dans les conditions optimales, l'alliage est versé dans le moule puis refroidi [Figure 11(6)]. Par la suite, la carapace est détachée en utilisant des vibrations [Figure 11(7)] obtenant ainsi des pièces brutes de fonderie. Des finitions [Figure 11(8-9)] sont ensuite effectuées pour obtenir la pièce désirée (s'il y a un noyau, celui-ci est dissout dans un bain chimique).



- 1 Outillage d'injection
- 2 Injection des modèles (cire ou plastique)
- 3 Montage : construction de la grappe
- 4 Trempe et saupoudrage du réfractaire
- 5 Constitution de la carapace et décarage (élimination des modèles)
- 6 Fusion de l'alliage et remplissage du moule-carapace
- 7 Destruction de la carapace
- 8 Découpe et finition
- 9 Contrôles (dimensionnel, ressuage, radiographique)

Figure 11 – Illustration des étapes de la fonderie par cire perdue traditionnelle [31]

En ce qui concerne spécifiquement les monocristaux, le procédé reste le même en dehors de l'étape de coulée de l'alliage. La croissance des grains est dirigée durant la solidification par le procédé de Bridgman [Figure 12a]. La base du moule, appelée sole, est refroidie afin de provoquer une germination localisée. Puis un sélecteur de grain permet de laisser croître un seul grain selon l'orientation voulue. Le moule est sorti du four de manière contrôlée afin d'avoir une vitesse de refroidissement idéale : conduisant ainsi à un gradient de température tel qu'il engendre un front de solidification continu.

La direction naturelle de solidification des superalliages base Nickel est une des directions $\langle 001 \rangle$ [Figure 12b.1]. Il est possible d'obtenir des monocristaux avec une autre orientation si le sélecteur est incliné d'un angle adéquat (seul le grain qui se solidifie le plus rapidement est sélectionné) [Figure 12b]. Cependant cette croissance n'est pas parfaite et il existe une désorientation dont la tolérance est de 7° [33].

2. Solidification

La microstructure de l'alliage brut de coulée présente de nombreuses hétérogénéités chimiques. En effet, la solidification ne se fait pas par croissance plane mais par croissance dendritique [Figure 13]. Ces dendrites présentent des bras primaires (dans la direction de solidification) et des bras secondaires perpendiculaires. Les espaces interdendritiques sont remplis d'eutectique γ/γ' . Lorsque l'apport en matière n'est pas suffisant, une porosité s'y forme. La distance caractéristique entre les dendrites primaires varie de 150 à 550 μm [37].

3. Traitement thermique de mise en solution

Le cœur, les différentes couches des dendrites ainsi que les zones interdendritiques n'ont pas exactement la même composition ; leur solidification a eu lieu successivement. De plus, durant la solidification les éléments γ' -gènes (Al, Ta et Ti) ségrègent dans le métal liquide à l'inverse du W ou du Co qui sont en concentration plus importante au cœur des dendrites [34]. La mise en solution est un traitement thermique permettant d'homogénéiser le matériau par diffusion des éléments, mais après celui-ci, il reste malgré tout une trace de cette hétérogénéité. M.S.A Karunaratne *et al.* [35] ont mis en évidence, par analyse microsonde (EPMA), cette ségrégation sur un échantillon (superalliage de 2^{ème} génération) brut de coulée [Figure 14] et après mise en solution [Figure 15]. Ceci a été également observé dans le cas de l'AM1 [36].

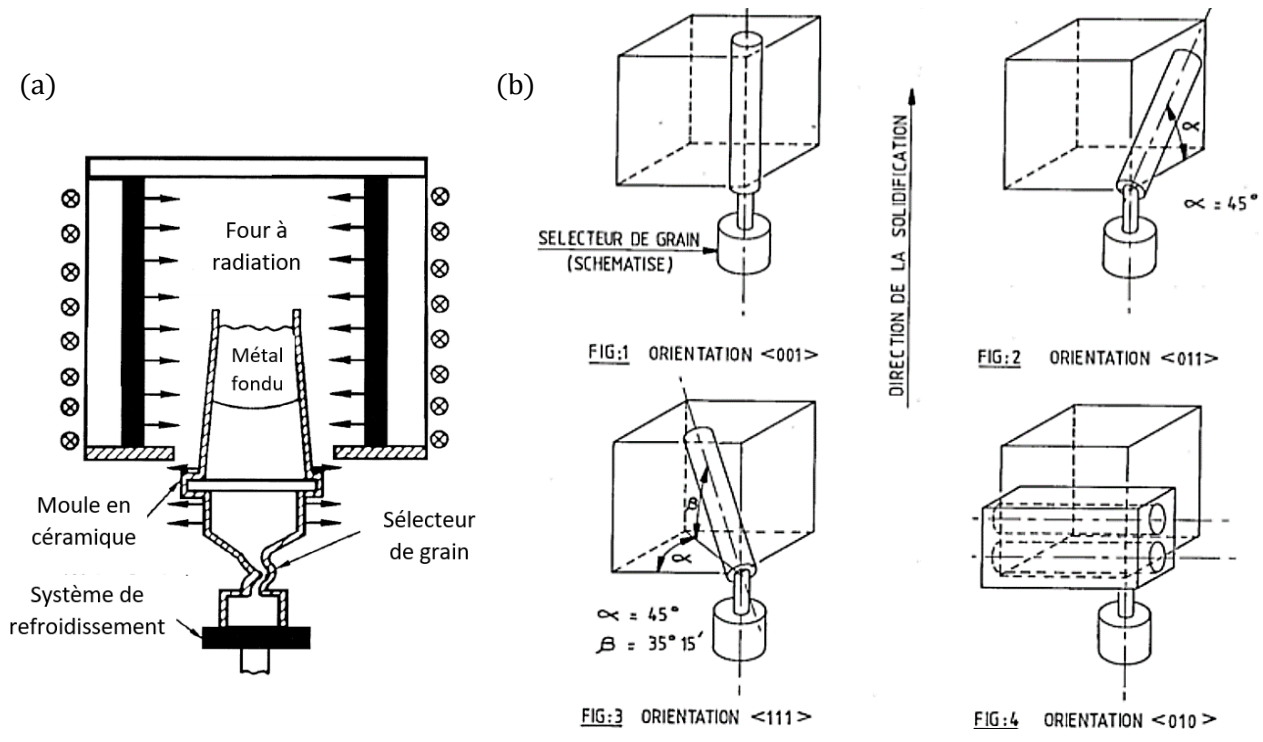


Figure 12 – Procédé de Bridgman (a) et inclinaison de sélecteurs de grain (b) [32]

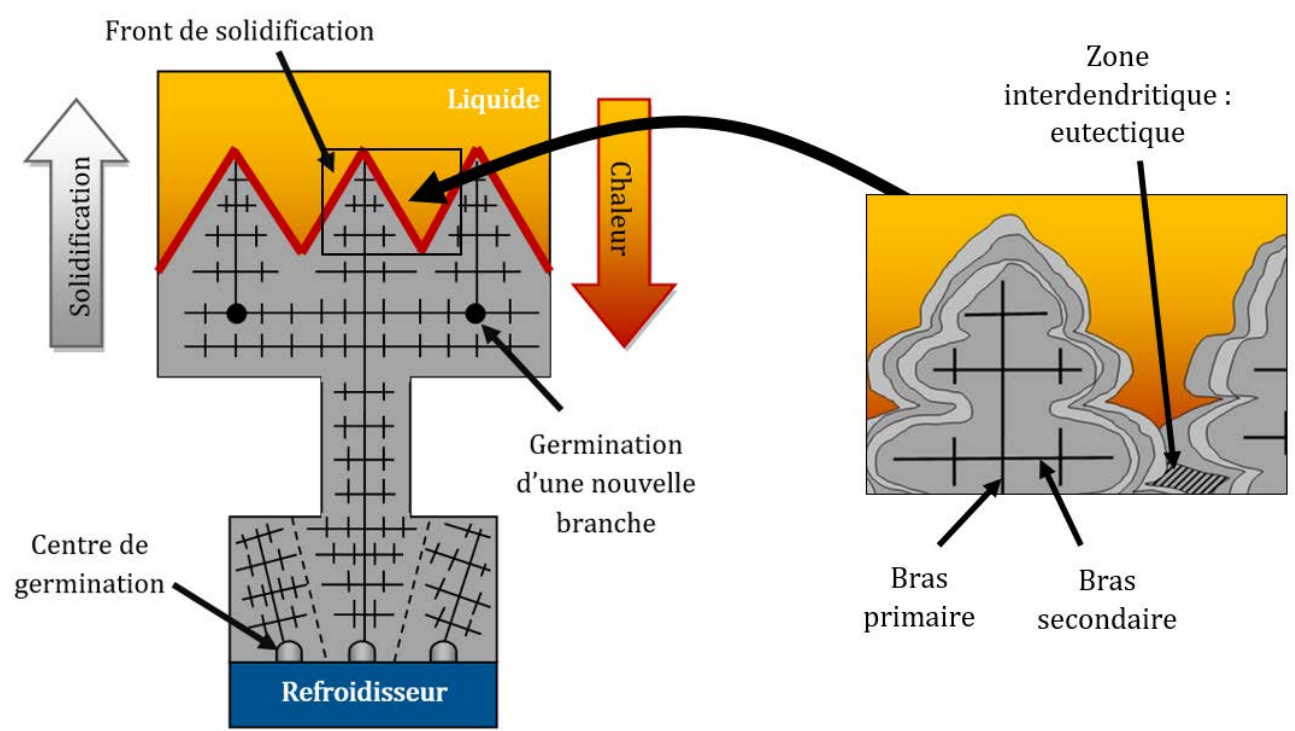


Figure 13 – Représentation schématique de la solidification d'un superalliage monocristallin

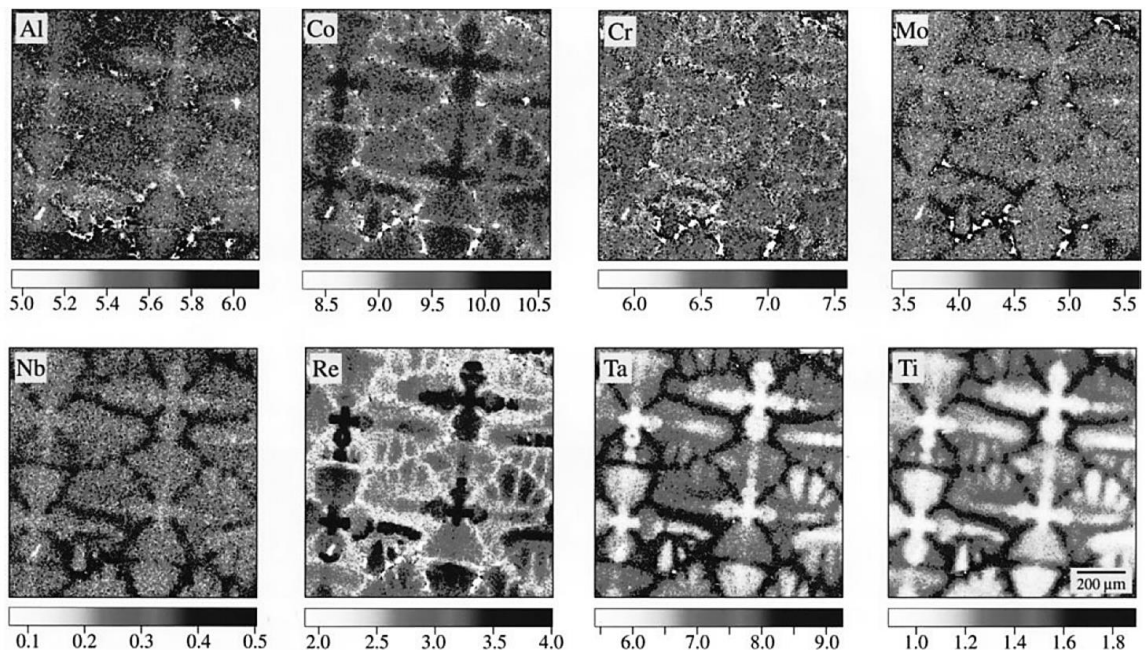


Figure 14 – Cartographie EPMA du superalliage RR2071 (2^{ème} génération) brut de coulée [35]

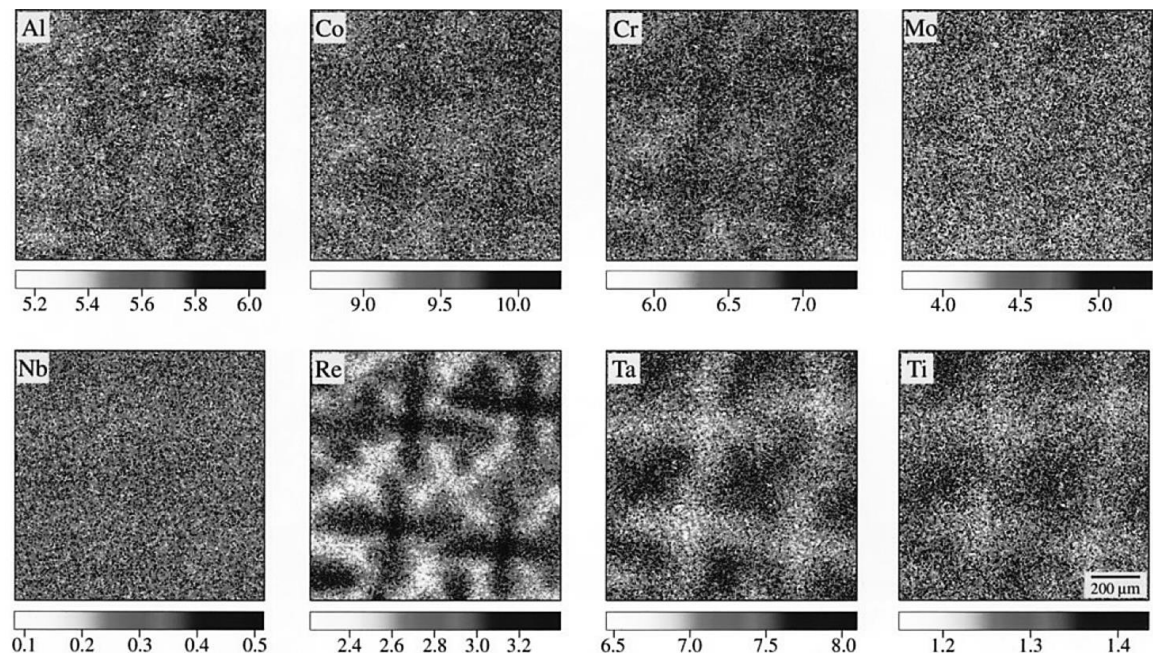


Figure 15 – Cartographie EPMA du superalliage RR2071 (2^{ème} génération) après mise en solution [35]

La mise en solution peut être soit partielle, c'est-à-dire subsolvus (jusqu'à -50°C du T_{solvus}), traitement plutôt favorisé pour des superalliages nécessitant une tenue en fatigue ; soit complète, supersolvus ou proche du solvus de γ' (jusqu'à 50°C au-dessus du T_{solvus}). La température du solvus de la Figure 3 est de 1385°C par exemple. Le temps de maintien peut varier de 30 minutes à quelques heures en fonction de la composition du superalliage et des propriétés souhaitées [10].

Dans le cas de l'AM1, la température de mise en solution est comprise entre le solvus et le solidus, c'est-à-dire à 1300°C (durant 3 heures). À cette température, les amas d'eutectique se dissolvent, permettant ainsi une bonne distribution de la phase γ' , tout en étant en dessous du seuil de brûlure de l'alliage.

| Température solvus | Température solidus | Température liquidus |
|--------------------|---------------------|----------------------|
| 1293 °C | 1310°C | 1362°C |

Tableau 2 – Températures de transformation de phase de l'alliage AM1 [32]

À la fin de la mise en solution, l'alliage subit une trempe à l'air contrôlé ($10^{\circ}\text{C}/\text{secondes}$ pour l'AM1). En effectuant ce refroidissement rapide, la solution solide qui se trouve en sursaturation va se décomposer en deux phases : des précipités cohérents γ' contenus dans une matrice γ . La force motrice de germination dépend entre autres du ΔT que subit l'alliage : plus le changement de température sera brutal plus les précipités seront petits et nombreux [Figure 16]. Si la vitesse de refroidissement est lente, il y a précipitation d'une seconde phase γ'' dans les couloirs de la matrice [38].

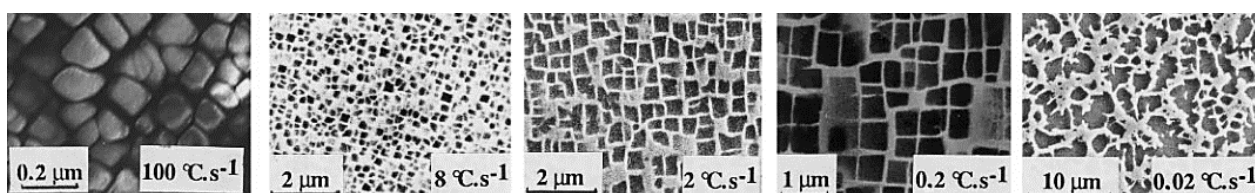


Figure 16 – Microstructure du superalliage CMSX2 à différentes vitesses de refroidissement après mise en solution à 1300°C pendant 30 minutes [38]

4. Traitement thermique de vieillissement

Un premier traitement thermique de revenu (1100°C pendant 5 heures) est effectué afin d'optimiser la distribution, la taille et la morphologie des précipités puis un second à plus basse température (870°C pendant 16 heures) pour accroître la fraction volumique de γ' . Celui-ci est également nécessaire pour faire disparaître les précipités secondaires qui se forment durant le refroidissement du premier revenu.

Dans un premier temps la croissance est surtout liée aux flux de soluté (Loi de Fick) : les éléments γ' -gènes vont diffuser vers les précipités, jusqu'à atteindre une fraction de phase d'équilibre. Puis il y a coalescence selon l'effet Gibbs-Thomson : les petits précipités se dissolvent en faveur des gros par transfert de matière. Cette croissance est plus communément appelée maturation ou mûrissement d'Ostwald et a été décrite pour des alliages binaires par Lifshitz, Slyozov et Wagner (théorie de LSW). Ce

modèle a été adapté aux ternaires, pour se rapprocher du cas des superalliages, par Kuehmann et Voorhees. Selon cette approche le rayon des précipités évolue selon le temps de maintien en $t^{1/3}$ [7].

L'évolution structurale des précipités est causée par la réduction globale de l'énergie du système. Dans la plupart des cas il s'agit de réduire l'énergie libre chimique et l'énergie d'interface. Mais dans le cas des superalliages, il existe une troisième contribution : l'énergie élastique de distorsion associée au désaccord paramétrique naturel. Dans le cas d'une évolution libre, la morphologie des précipités passe de la sphère au cube puis à l'octocube et l'octodendrite (ce qui induit une perte de cohérence importante) [3, 38]. Cependant l'interaction élastique entre précipités modifie cette évolution. La séquence est alors la suivante : sphères → cubes → cubes alignés → plaques [Figure 17]. Ces plaques sont observées lors de traitements thermiques de longue durée dans le cas de l'AM1 [36].

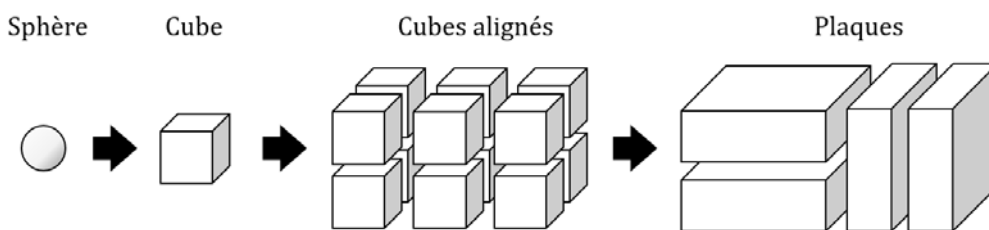


Figure 17 - Évolution structurale des précipités

Après les traitements thermiques standards, l'AM1 est constitué de précipités cubiques γ' distribués de manière homogène et alignés [Figure 5]. L'évolution de sa microstructure durant ces étapes est schématisée sur la [Figure 18]. L'homogénéisation n'étant pas parfaite, il subsiste des zones dendritiques et interdendriques visibles par observation au microscope électronique à balayage. Deux types d'échelles sont utilisées : celle de la dendrite et celle du précipité [Figure 19].

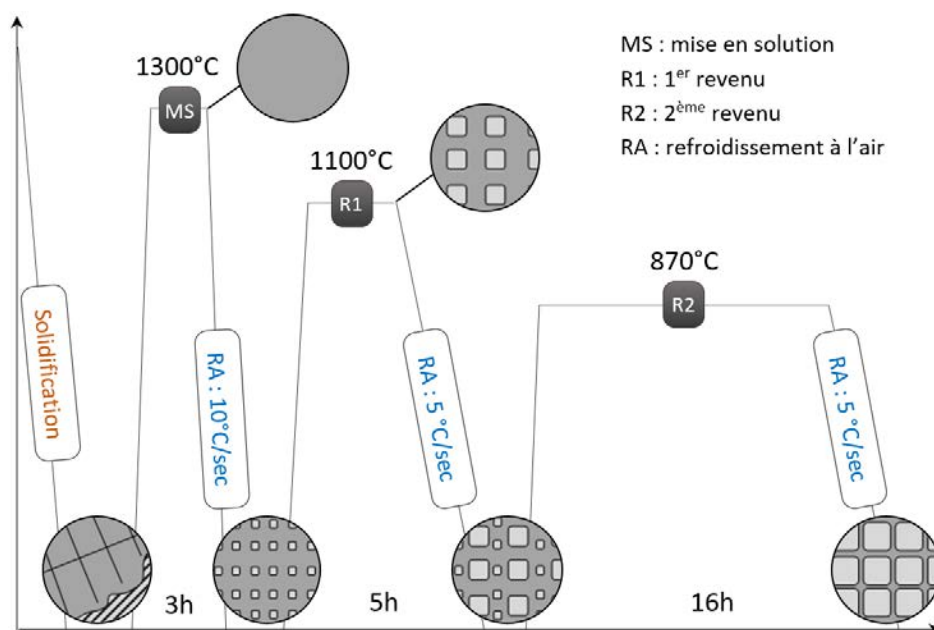


Figure 18 - Représentation du traitement thermique de l'AM1 et micrographies associées

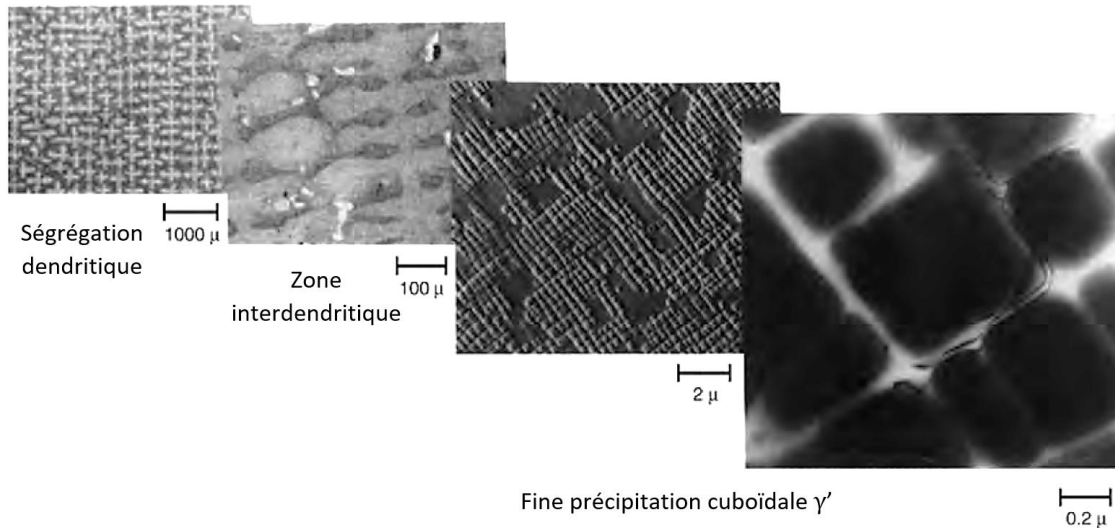


Figure 19 – Micrographies à différentes échelles d'un superalliage monocristallin base nickel [4]

5. Défauts de fonderie

Un des défauts résultant du procédé de fonderie, et qui a déjà été évoqué, est la présence d'une hétérogénéité chimique due à la croissance dendritique qui persiste malgré l'application de traitements thermiques [Figure 15]. Les atomes plus lourds (Ta, W, Re) qui diffusent plus lentement n'ont pas le temps durant la mise en solution de se répartir de manière homogène [37]. Des analyses EPMA [39] sur un superalliage (similaire au CMSX-4) après traitement thermique montre la disparité de composition qu'il est possible de retrouver dans les zones dendritiques et interdendritiques [Tableau 3].

| | Ni | Al | Ti | Ta | W | Mo | Cr | Co | Hf | Re |
|---------|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| D %wt. | base | 5.7 | 1.0 | 5.7 | 7.9 | 0.6 | 6.5 | 9.6 | 0.1 | 3.8 |
| ID %wt. | base | 6.2 | 1,1 | 6.8 | 5.6 | 0.6 | 6.2 | 9.4 | 0.1 | 2.1 |

Tableau 3 – Composition moyenne en pourcentage pondérale obtenue par EPMA du superalliage ERBO-1 dans les zones dendritiques (D) et interdendritique (ID) en bleu clair les éléments γ' -gènes et en orange γ -gènes [39]

Cette ségrégation résiduelle induit une précipitation légèrement différente dans chacune des zones, qui va modifier le désaccord paramétrique naturel [40], qui dépend de la composition de chacune des phases [Équation 2]. Ceci influence le comportement du matériau, notamment en fluage où une densité de dislocations plus importante a été observée dans le cœur des dendrites [41].

Durant la solidification, le flux de soluté n'est parfois pas assez suffisant dans les zones interdendritiques laissant place à des vides appelées pores ou retassures. En général, ils sont de forme arrondie et distants de l'ordre de l'espace interdendritique secondaire (150 à 550 μm) avec une dimension maximale comprise entre 40 μm et 60 μm pour un rayon moyen de 5 μm [32]. Lorsque les zones interdendritiques sont contigües ou interconnectées, des cavités plus grandes peuvent être observées. Pendant une sollicitation thermomécanique, un champ de concentration de contraintes est alors présent autour des pores, pouvant aller jusqu'à l'amorçage d'une fissure.

Pour refermer ces pores, un traitement thermique de type HIP (Hot Isostatic Pressing) peut être effectué durant la mise en solution. Ce traitement consiste à appliquer à la fois une haute température et une pression afin d'éliminer les porosités tout en homogénéisant le matériau. La densité de pores peut alors passer de 32/mm² à 1,67/mm² améliorant ainsi la résistance au fluage [74]. Cependant ceci affecte la cohérence entre les phases γ et γ' [4].

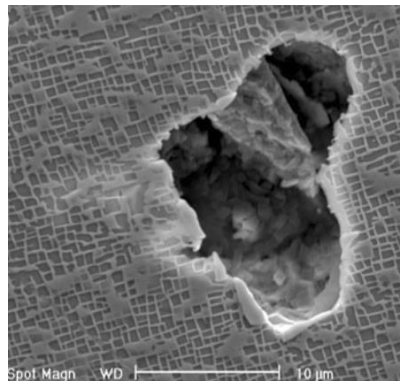


Figure 20 – Exemple de pore observé au MEB sur un superalliage [44]

Chaque dendrite se désoriente de quelques degrés (de l'ordre de 3 à 5 min d'arc) au fil de sa croissance provoquant une mosaïcité cristalline et donc des écarts de comportement mécanique au sein du matériau également. F. Ram *et al* [42] ont réalisé des clichés HR-EBSD sur un superalliage monocristallin. Les cartographies ont été traitées de manière à faire apparaître la désorientation relative en fonction d'un point arbitrairement choisi [Figure 21a,b et d]. La désorientation moyenne de Kernel (KAM) [Figure 21c] correspond à la désorientation moyenne d'un point avec ses proches voisins [75]. Sur ces clichés, les dendrites sont bien distinguées et un sous-joint grain est visible pour un KAM de 0,3°.

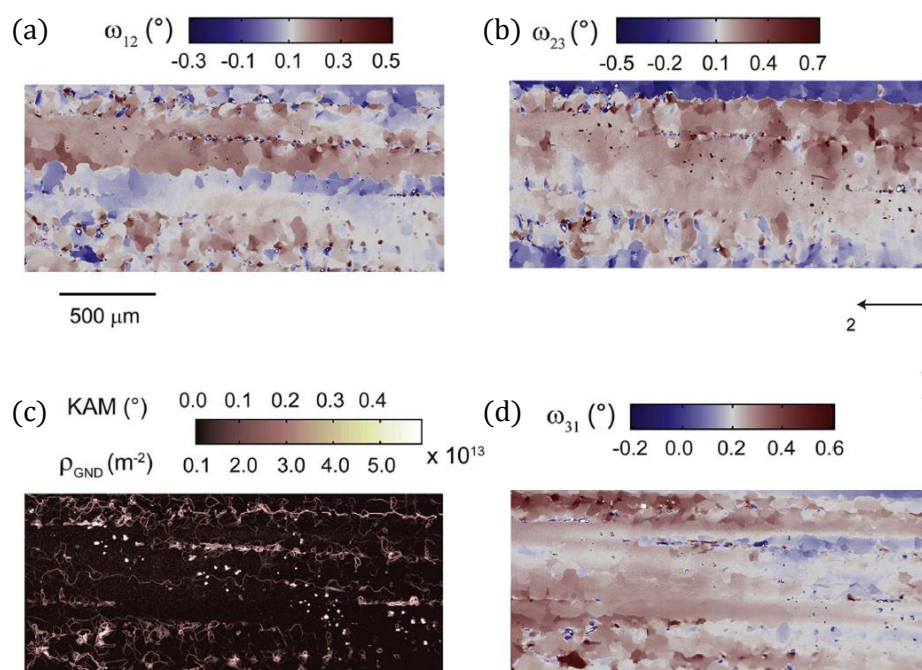


Figure 21 – Cartographies HR-EBSD d'un superalliage, ω_{12} (a), ω_{23} (b) et ω_{31} (d) représentent les angles de rotations selon les axes 1,2,3 pour un point arbitrairement choisi en haut à droite. L'axe 2 est parallèle à l'axe de croissance des dendrites. (c) cartographie KAM (désorientation moyenne de Kernel) et GND (densité de dislocations géométriquement nécessaire) [42]

D'autres types de défauts peuvent également être observés dus au procédé d'élaboration : des grains parasites [Figure 22] peuvent apparaître dans les zones plus froides. Une recristallisation est fréquente dans les zones d'irrégularités géométriques mais également à la suite d'un écrouissage involontaire lors du décrochage de la pièce ou de chocs divers durant la phase de finition. D'autres grains peuvent également se solidifier dans la pièce (bi-cristallinité...) à travers le sélecteur [43].



Figure 22 – Défauts de fonderie de type grain parasite [43]

D'autres procédés d'élaboration de monocristaux ont été développés afin d'éviter ces défauts dus à la solidification dirigée par le procédé de Bridgman. Il s'agit de procédés de fonderie ayant un grand gradient thermique qui permettent d'obtenir un raffinement de la microstructure. La sole est refroidie soit par un métal liquide (Liquid Metal Cooling ou LMC) [44] soit par un gaz (Gas Cooling Casting ou GCC)[45]. Cependant ces procédés ont également leurs propres désavantages : contamination par le métal liquide, refroidissement non uniforme amenant à des grains parasites... Un récent procédé par solidification dirigée inversée (Downward Directional Solidification ou DWDS) permet d'avoir une meilleure homogénéisation de la structure tout en évitant les défauts que peuvent induire le moule [33].

III. COMPORTEMENT EN FLUAGE DES SUPERALLIAGES

Les superalliages (monocristallins) ont une limite élastique stable entre la température ambiante et 700°C. Mais celle-ci chute considérablement lorsque la température augmente [Figure 23] et le matériau ne se déforme plus de manière élastique. Le fait qu'une contrainte plus basse que la limite élastique suffise pour déformer plastiquement tout en dépendant du temps est un phénomène connu qui s'appelle fluage. Le fluage correspond à une déformation irréversible lente ayant lieu à contrainte constante.

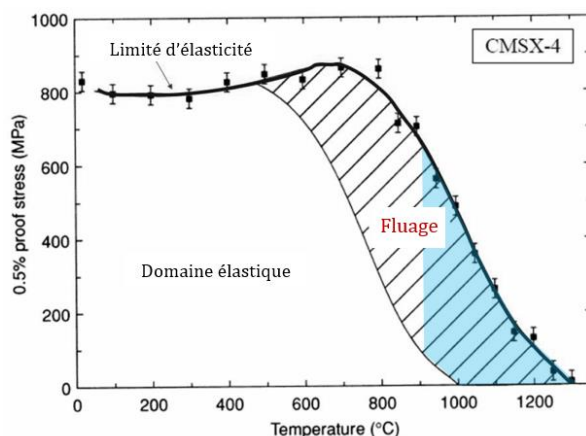


Figure 23 – Variation de la limite d'élasticité et du domaine de fluage en fonction de la température et de la contrainte d'écoulement nécessaire pour avoir 0,5% de déformation plastique du superalliage CMSX-4 [3]

Les mécanismes de déformation des superalliages sont très sensibles aux types de sollicitations qu'ils subissent. Deux domaines de fluage sont couramment distingués dans la littérature :

- à basse température et à haute contrainte
- à haute température, au-dessus de 900°C environ, et à basse contrainte

La présente étude est uniquement consacrée au deuxième type de fluage de l'AM1.

Il est important de noter et de garder en tête que la fraction volumique de γ' et le désaccord paramétrique naturel δ [Équation 2] diminuent à haute température [Figure 24]. Cela est dû à la dissolution partielle des solutés γ' -gènes dans la matrice γ (à partir de 900°C) et à la dilatation thermique inégale des deux phases.

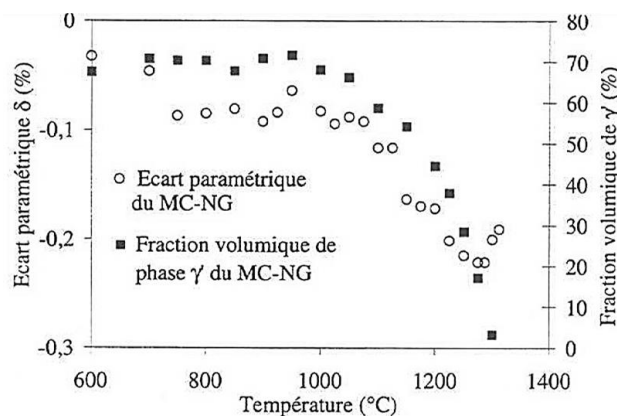


Figure 24 – Évolution de la fraction volumique et du désaccord paramétrique naturel en fonction de la température [46]

1. Évolution microstructurale

Durant le premier stade du fluage qui est caractérisé par une vitesse élevée, les précipités changent de morphologie [Figure 25]. En effet, progressivement, la phase γ' coalesce de manière perpendiculaire à l'axe de traction. La microstructure devient alors lamellaire avec des couloirs γ et des radeaux γ' .

Lors du deuxième stade, où la vitesse de déformation est quasiment constante et fonction de la loi d'Orowan [Équation 3], cette microstructure reste stable et est semblable à celle d'un composite multicouche.

Équation 3

$$\dot{\varepsilon}^{pl} = \rho_m b v$$

Avec :

$\dot{\varepsilon}^{pl}$: la vitesse de déformation plastique

ρ_m : la densité de dislocation mobile

v : la vitesse des dislocations

b : le vecteur de Burgers des dislocations

Au dernier stade, la coalescence de γ' provoque une inversion de connexité, c'est-à-dire que la phase γ n'est plus enveloppante [26]. Cette modification affaiblit l'alliage. En effet, la phase γ' peut alors être cisillée plus facilement par les dislocations, des porosités puis des fissures se forment provoquant la ruine du matériau.

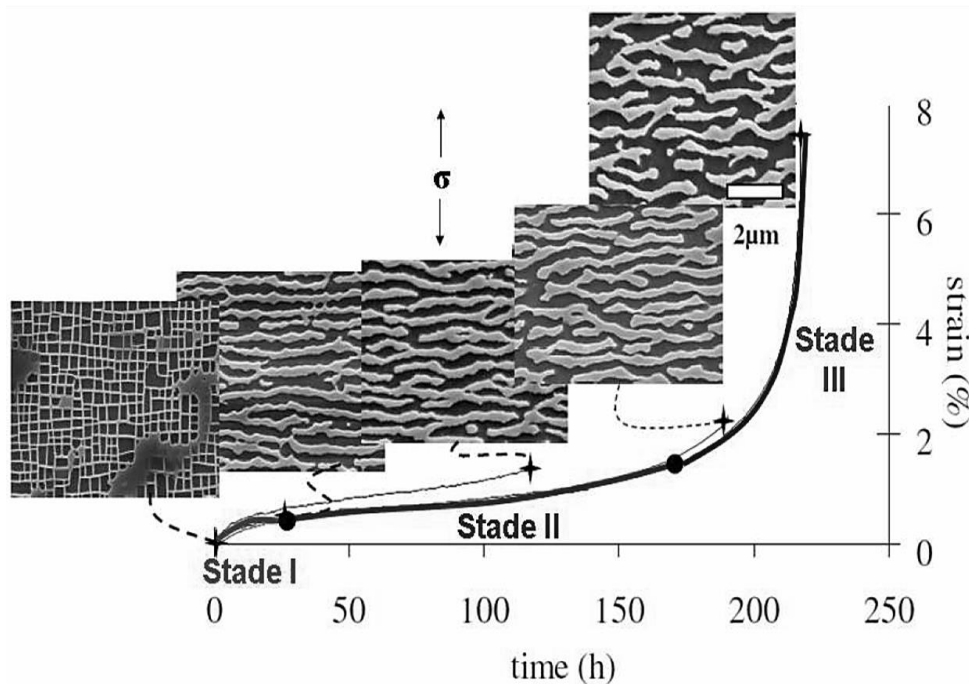


Figure 25 – Courbe de fluage d'un essai à 1050°C/150MPa d'un superalliage AM1 et micrographies associées [46]

a. Mise en radeaux

L'application de contraintes thermomécaniques conduit à une coalescence orientée des précipités γ' . La mise en radeaux est un phénomène diffusif dont la force motrice dépend de la température, de la composition de l'alliage, du type de sollicitation et de l'état des contraintes internes [48, 66].

La contrainte de cohérence dépend du désaccord paramétrique naturel δ . Pour la plupart des superalliages (base Ni) industriels, δ est négatif ce qui signifie que le paramètre de maille de la phase γ' est légèrement plus petit que celui de la phase γ [Équation 2]. Bien que les précipités soient cohérents, ceux-ci sont en traction tandis que la matrice est en compression. Lorsque l'alliage subit une contrainte appliquée, celle-ci perturbe de façon anisotrope l'état de contrainte [Figure 26]. Si le matériau est sollicité en traction (selon la direction de croissance [001]), alors la contrainte effective est plus grande dans les couloirs horizontaux que dans les couloirs verticaux [50, 66]. Les dislocations, qui se propagent dans la phase γ lors du fluage, peuvent donc plus facilement s'y déplacer relaxant ainsi les contraintes internes aux interfaces γ/γ' ce qui diminue l'énergie élastique stockée dans les couloirs horizontaux. Les dislocations étant des court-circuits de diffusion qui favorisent la migration des atomes, les couloirs verticaux, plus instables, disparaissent progressivement par coalescence des précipités γ' dans la direction perpendiculaire à l'axe de traction [Figure 26]. Cette modification morphologique se traduit par une semi-cohérence. À la fin du stade I du fluage, la mise en radeau est bien établie. Pour une contrainte extérieure de compression, les radeaux sont parallèles et, dans le cas d'un δ positif, la tendance inverse est observée [26].

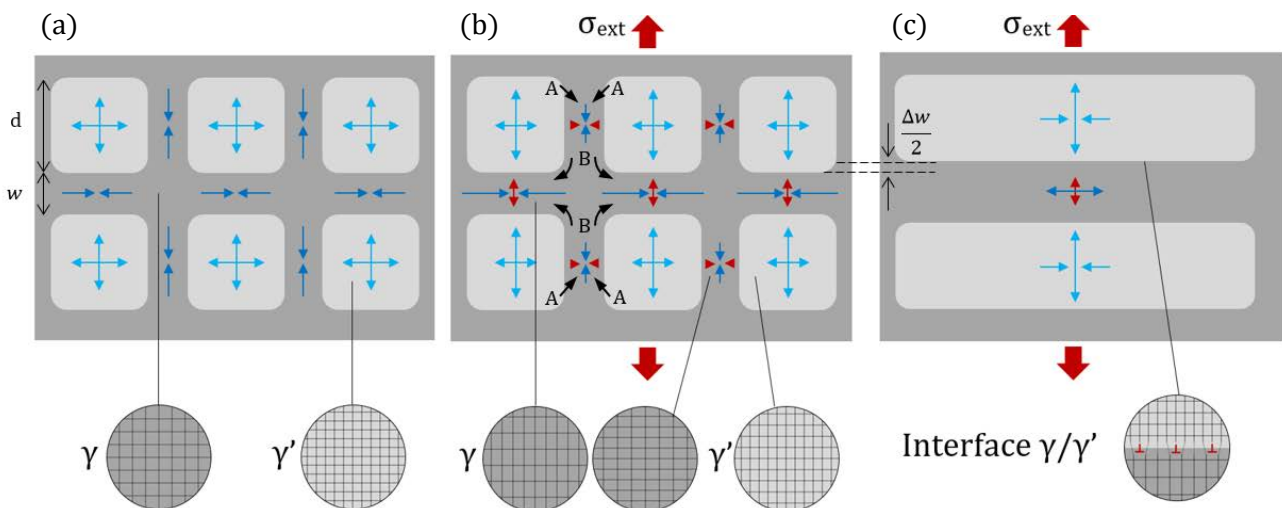


Figure 26 – Mise en radeau: (a) état initial, (b) juste au début de la mise en radeau et (c) microstructure finale avec réseau cristallin associé (présence de dislocation d'interface pour (c)).

En bleu clair (γ'), foncé (γ) et en rouge la représentation des contraintes internes

A : flux d'éléments γ' -gènes et B : flux d'éléments γ -gènes. Représentation adaptée de [47], [48], [49] et [50]

À la fin du stade II du fluage, les couloirs de la matrice ont tendance à s'élargir encore, les interfaces sont alors déstabilisées, conduisant ainsi à une réorientation en zigzag [51, 52] provoquant une inversion de connexité (début du stade III).

2. Plasticité de la phase γ

La 1^{ère} phase qui se déforme plastiquement lors du fluage est la matrice γ de type CFC. Cette structure cristalline présente 4 plans denses octaédriques $\{111\}$ et chacun est associé à 3 directions de glissement $\langle 110 \rangle$. Il existe donc 12 systèmes de glissement qui peuvent être activés en fonction de la direction de chargement [53, 54].

Une contrainte de cisaillement résolue minimale τ est nécessaire pour que les dislocations puissent glisser dans les plans denses. Celle-ci est définie par la loi de Schmid [Équation 4] selon la représentation graphique associée. Le système de glissement en premier activé correspond à celui avec le plus grand facteur de Schmid [Figure 27]. Dans le cas d'une traction selon la direction $[001]$ cela correspond à 8 systèmes activés [Figure 27 et Tableau 4]. Ce glissement multiple provoque des interactions ; à chaque dislocation est associé un champ de contrainte rendant plus difficile le glissement d'une dislocation qui provient d'un autre plan.

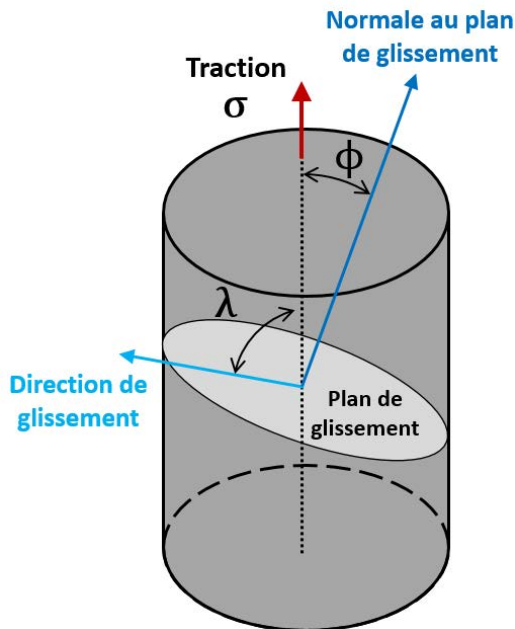
Équation 4

$$\tau = \sigma \cos \phi \cos \lambda$$

Avec :

σ : la contrainte appliquée

$\cos \phi \cos \lambda$: facteur de Schmid



| Plan de glissement | Direction de glissement | Facteur de Schmid $[001]$ |
|---------------------|-------------------------|-----------------------------------|
| (111) | $[\bar{1}01]$ | $\frac{1}{\sqrt{6}} \approx 0.41$ |
| | $[0\bar{1}1]$ | $\frac{1}{\sqrt{6}}$ |
| | $[\bar{1}\bar{1}0]$ | 0 |
| $(\bar{1}\bar{1}1)$ | $[101]$ | $\frac{1}{\sqrt{6}}$ |
| | $[011]$ | $\frac{1}{\sqrt{6}}$ |
| | $[110]$ | 0 |
| $(\bar{1}11)$ | $[011]$ | $\frac{1}{\sqrt{6}}$ |
| | $[110]$ | 0 |
| | $[101]$ | $\frac{1}{\sqrt{6}}$ |
| $(11\bar{1})$ | $[110]$ | 0 |
| | $[101]$ | $-\frac{1}{\sqrt{6}}$ |
| | $[011]$ | $-\frac{1}{\sqrt{6}}$ |

Figure 27 – Représentation graphique de la loi de Schmid et Tableau 4 – Système de glissement octaédrique [17]

Les dislocations $a/2 \langle 110 \rangle \{111\}$ qui se propagent dans la matrice γ sont dites « parfaites ». Ces dislocations peuvent cependant se dissocier en deux dislocations partielles de Shockley séparées par un défaut d'empilement (Stacking Fault soit SF) diminuant ainsi leur mobilité [Équation 5] tel que représenté par la Figure 28. Cela se produit lorsque l'énergie du défaut ainsi créé n'est pas trop importante et devient favorable [55].

Équation 5
$$\frac{a}{2} [110] \rightarrow \frac{a}{6} [211] + SF + \frac{a}{6} [1\bar{2}\bar{1}]$$

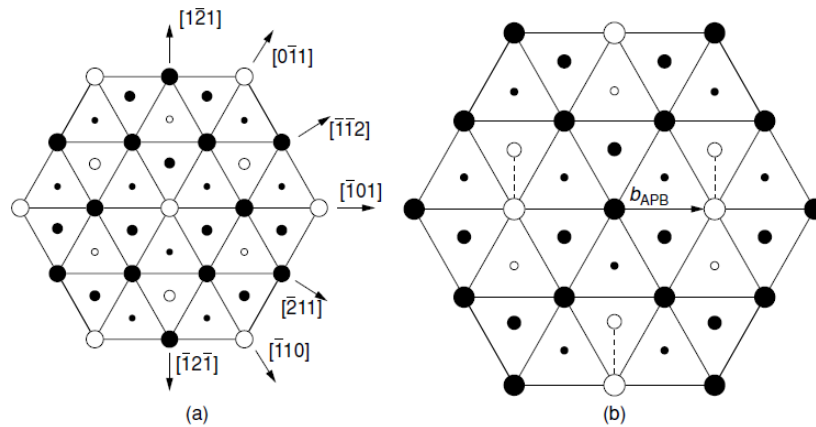


Figure 28 – Représentation de trois plans successifs $\{111\}$ sans défauts (a) et après avoir été cisailé sur la couche supérieure par $a/2 \langle 101 \rangle$ pour former une APB [3]

a. Évolution des dislocations aux interfaces

Dans le cas du fluage à haute température et à basse contrainte, les dislocations présentes dans la phase γ contournent les précipités γ' selon le mécanisme d'Orowan [p26]. La propagation d'une dislocation entraîne le dépôt de deux segments de dislocations à 60° à l'interface, relaxant ainsi les contraintes internes, ce qui favorise la mise en radeau [p40]. Au fur et à mesure, il y a accumulation de dislocations à l'interface, repoussant les nouvelles dislocations. La fin du stade I du fluage correspond à la stabilisation à la fois de ce réseau de dislocation et de la microstructure en radeau.

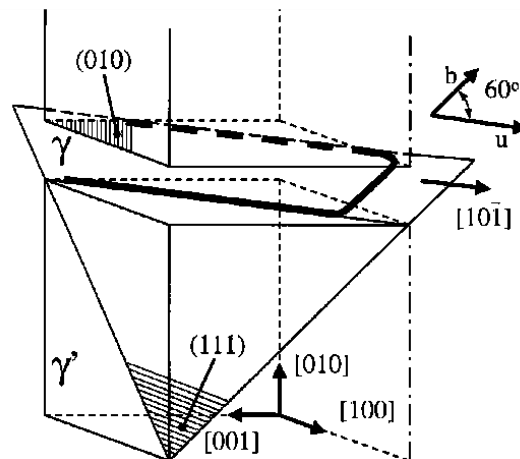


Figure 29 – Représentation de la propagation d'une dislocation dans γ et segments de dislocations à 60° à l'interface [56]

Les segments déposés, parallèles à $[110]$ et $[\bar{1}\bar{1}0]$ (intersections des plans de glissement avec le plan (001) normal à l'axe de traction), interagissent entre eux afin de se recombinaison de manière parallèle à $[100]$ et $[010]$ [26]. Le réseau de dislocations aux interfaces, carré initialement, évolue en un réseau d'octogones ce qui favorise la relaxation des contraintes de cohérences [Figure 30 et Figure 31b].

Cette réorientation est réalisable grâce à la montée des composantes coins des dislocations qui est rendue possible lorsque la température est élevée. Tel que représenté sur la Figure 31a, une dislocation glisse jusqu'à être piégée à l'interface d'un précipité ①. Afin de s'échapper sa composante coin monte en absorbant des lacunes puis la dislocation est libérée jusqu'à atteindre un second précipité ②. L'émission des lacunes est cette fois-ci nécessaire pour le processus de montée. Ainsi il existe un flux de lacunes qui contribue à la mise en radeau [48].

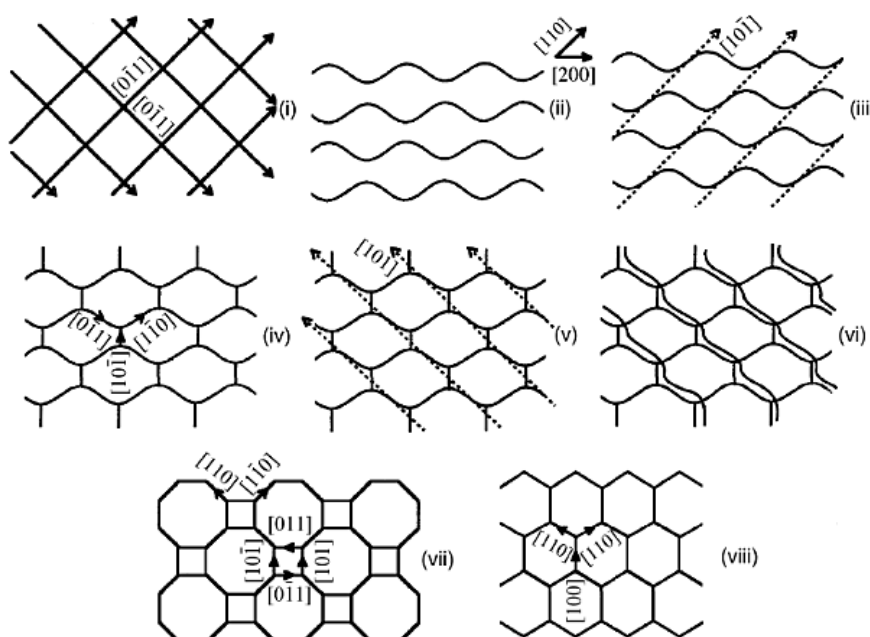


Figure 30 - Représentation schématique des réactions entre dislocations d'interfaces amenant à la formation d'un réseau octogonale [57]

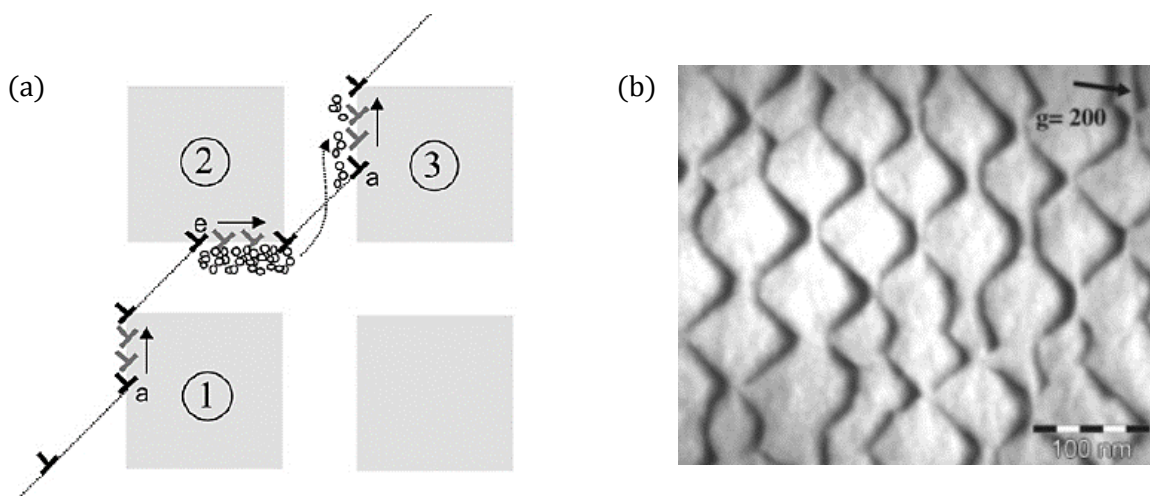


Figure 31 - (a) Propagation des dislocations par montée et glissement dans la phase γ . a : absorption et e : émission de lacunes [48] et (b) cliché MET des dislocations d'interfaces [69]

3. Plasticité de la phase γ'

Lorsque la contrainte est élevée, les précipités γ' peuvent également être cisailés par des dislocations. Une dislocation dite parfaite a un vecteur de burgers qui correspond au plus petit vecteur reliant deux atomes de même nature et donc dépend du type de configuration présent. Pour la phase γ' qui a une structure bien définie $L1_2$ [Figure 3b], les dislocations sont préférentiellement de type $a' <100>$ à haute température, et parfois $a' <110>$ pour des températures plus faibles.

En se recombinaut, les dislocations d'interfaces s'apparient et forment des superdislocations selon l'Équation 6 [61] par exemple :

Équation 6
$$\frac{a}{2} [101] + \frac{a}{2} [10\bar{1}] \rightarrow a[100]$$

Par un processus de montée, ces superdislocations peuvent pénétrer la phase γ' . Le cœur des dislocations $a' <100>$ est alors séparé en deux superpartielles $a'/2 <110>$ mixtes (avec des composantes coin et vis) séparées d'environ 2,5nm [58, 59]. Ces superpartielles sont observables [Figure 32a et Figure 33] mais difficiles à identifier [58] au MET car elles induisent des contrastes résiduels [p81].

Ces travaux de thèse ne s'intéressent qu'aux superdislocations résultantes $a' <100>$ [Figure 32b] et non aux superpartielles qui les divisent.

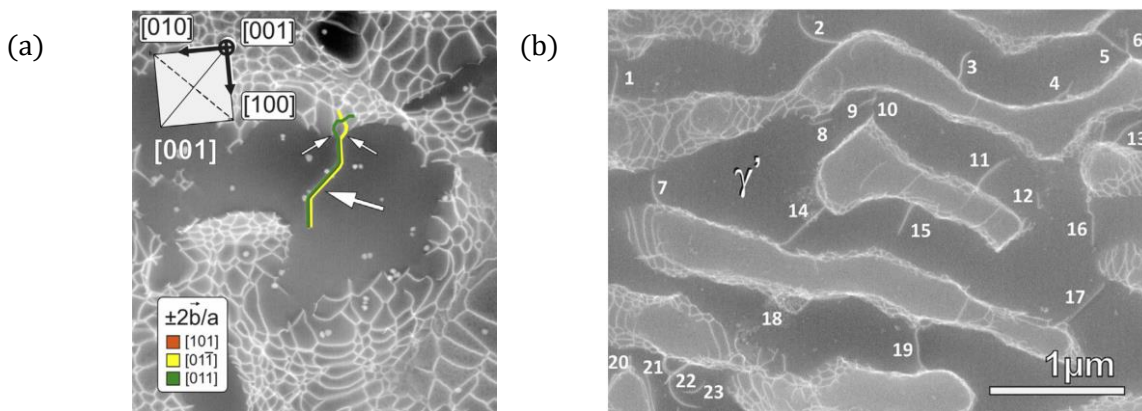


Figure 32 – Clichés STEM de superdislocations dans γ' (a) divisée en deux superpartielles et (b) numérotées [60]

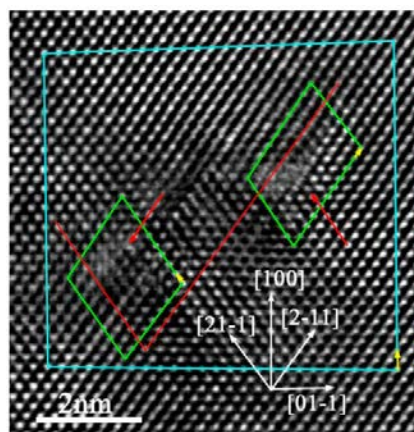


Figure 33 – Cliché MET Haute Résolution des superpartielles qui composent une dislocation $a[100]$ dans la direction $[011]$ [76]

a. Propagation des dislocations

Le mouvement de ces dislocations est contrôlé par la diffusion des lacunes (montée) et est entraîné par deux forces [62, 63, 77]. D'une part, la force élastique, due à la contrainte vue par la dislocation, définie par Peach et Koehler et exprimée par l'Équation 7. Et d'autre part par la force osmotique [Équation 8] résultante de la différence de concentration en lacunes autour du cœur de la dislocation et de la concentration en lacunes d'équilibre.

Équation 7

$$\frac{\mathbf{F}_{el}(\sigma)}{L} = \mathbf{b} \cdot \boldsymbol{\sigma} \times \boldsymbol{\xi}$$

Équation 8

$$\frac{\mathbf{F}_{os}(c)}{L} = -\frac{kT}{\Omega} \ln\left(\frac{c}{c_0}\right) \mathbf{b} \times \boldsymbol{\xi}$$

Avec :

\mathbf{F}_{el} : force élastique

\mathbf{F}_{os} : force osmotique

L : longueur de ligne de dislocation

$\boldsymbol{\sigma}$: le tenseur des contraintes

\mathbf{b} : vecteur de Burgers

$\boldsymbol{\xi}$: ligne de dislocation

c : concentration en lacunes proche du cœur de dislocation

c_0 : concentration en lacunes d'équilibre

k : constante de Boltzman

Ω : volume atomique ($\Omega = b^3/4$ pour une structure CFC)

Dans la direction de sollicitation (par exemple [001]), la contrainte de traction ($\sigma > 0$) provoque la montée de dislocations. Il s'agit de la formation d'un demi-plan supplémentaire nécessitant alors aux atomes voisins d'abandonner leurs positions créant ainsi une lacune. La concentration en lacunes augmente ($c > c_0$), opposant la force osmotique à la force élastique. La concentration en lacunes doit diminuer pour que ces dislocations a' [001] (parallèle à la direction de traction) continuent leurs montées. Les lacunes peuvent alors se diffuser dans les pores (ou à la surface) ce qui permet un retour à la concentration d'équilibre [Figure 34a]. Les dislocations ayant un vecteur de Burgers perpendiculaire à la direction de traction (a' [100] et a' [010]) ont besoin d'absorber des lacunes pour se propager. Un transfert de lacunes entre ces deux types de dislocations existe également comme le montre le schéma de la Figure 34b. Cependant, d'après les travaux de Touratier *et al* [65], l'échange des lacunes entre les dislocations ne peut pas être le mécanisme limitant car bien trop rapide.

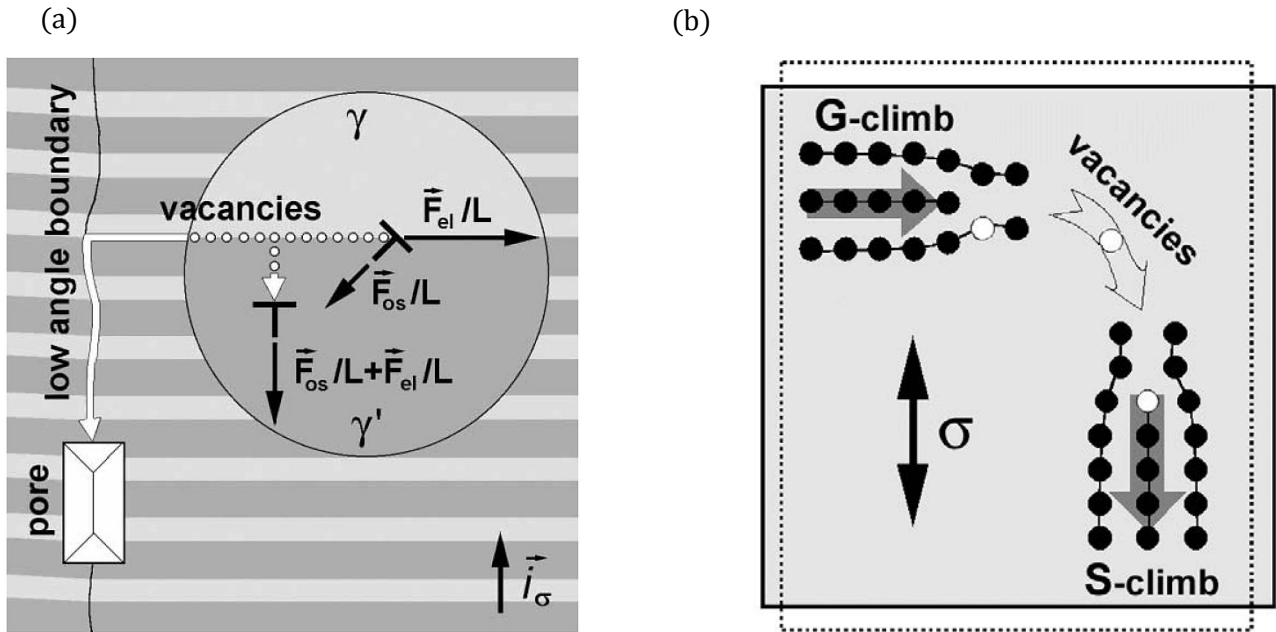


Figure 34 – Mécanismes de montée des dislocations dans (a) dans un superalliage en radeaux et dans (b) la phase γ' [62].
G-climb : montée émettant des lacunes et S-climb : absorbant.

En se propageant dans la phase γ' , les dislocations $a' <100>$ permettent aux dislocations d'interface de s'annihiler par un phénomène de restauration [61, 64] permettant ainsi à de nouvelles dislocations de s'accumuler à l'interface puis de se propager dans γ' . En effet, les dislocations d'interface situées de part et d'autre de l'interface peuvent se recombiner selon l'Équation 6 ou s'annihiler lorsqu'elles sont de signes opposés [Figure 35].

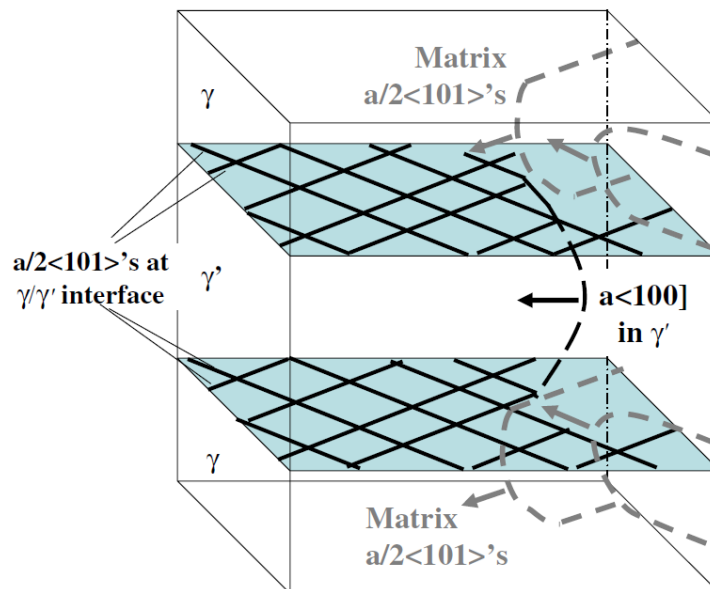


Figure 35 – Schéma du processus de restauration dû au cisaillement de la phase γ' [61]

IV. MODÉLISATION MÉCANIQUE DES SUPERALLIAGES PENDANT LE STADE

II DU FLUAGE

Une fois que la microstructure d'un superalliage monocristallin est en radeaux (stade II du fluage), il peut être assimilé à un composite multicouche constitué d'une phase dure γ' et d'une phase ductile γ . Le modèle en série, ou de Reuss, est connu pour être l'un des plus simples existant pour déterminer les propriétés mécaniques d'un matériau constitué de deux phases. La contrainte appliquée est supposée être constante dans le matériau (dans les deux phases). Cette analogie avec un composite a déjà été appliquée par d'autres auteurs pour décrire la nature des dislocations [67].

L'essentiel de ce modèle est décrit dans cette partie, le développement plus détaillé est dans la thèse de Laura Dirand [2].

1. Un paramètre important : δ_{\perp}

Ce modèle mécanique repose sur les variations d'une grandeur : le désaccord paramétrique entre les phases γ et γ' . Dans le début de ce chapitre [p27], le désaccord paramétrique naturel δ a été défini. Il dépend du paramètre de maille de chacune des phases et varie avec la concentration en éléments et avec la température [Équation 2].

Lors de la mise en radeaux, la densité des dislocations présentes aux interfaces perpendiculaires à l'axe de traction augmente, ce qui modifie le paramètre de maille dans cette direction et donc le désaccord [Figure 36].

Le désaccord paramétrique perpendiculaire δ_{\perp} est inversement proportionnel à la distance moyenne entre dislocations d'interface [68]. δ_{\perp} est défini par l'Équation 9 [69]. Plus la densité de dislocations à l'interface est importante, plus la distance moyenne entre dislocations diminue et donc plus la valeur absolue de δ_{\perp} augmente. δ_{\perp} est donc sensible aux variations de densité de dislocations à l'interface.

Équation 9

$$|\delta_{\perp}| = \left| 2 \frac{a_{\perp}^{\gamma'} - a_{\perp}^{\gamma}}{a_{\perp}^{\gamma'} + a_{\perp}^{\gamma}} \right| = \frac{b}{d}$$

Avec :

$a_{\perp}^{\gamma}, a_{\perp}^{\gamma'}$: paramètre de maille des phases γ et γ' dans la direction perpendiculaire à l'axe de traction

b : norme du vecteur de burgers de la dislocation [Figure 36b] $b = n(a_{\perp}^{\gamma} - a_{\perp}^{\gamma'})$

d : la distance moyenne entre dislocations d'interface [Figure 36b] et

$d = (n + 1) a_{\perp}^{\gamma'} = n a_{\perp}^{\gamma}$, n le nombre de pas dans un circuit de Burgers [Figure 36b]

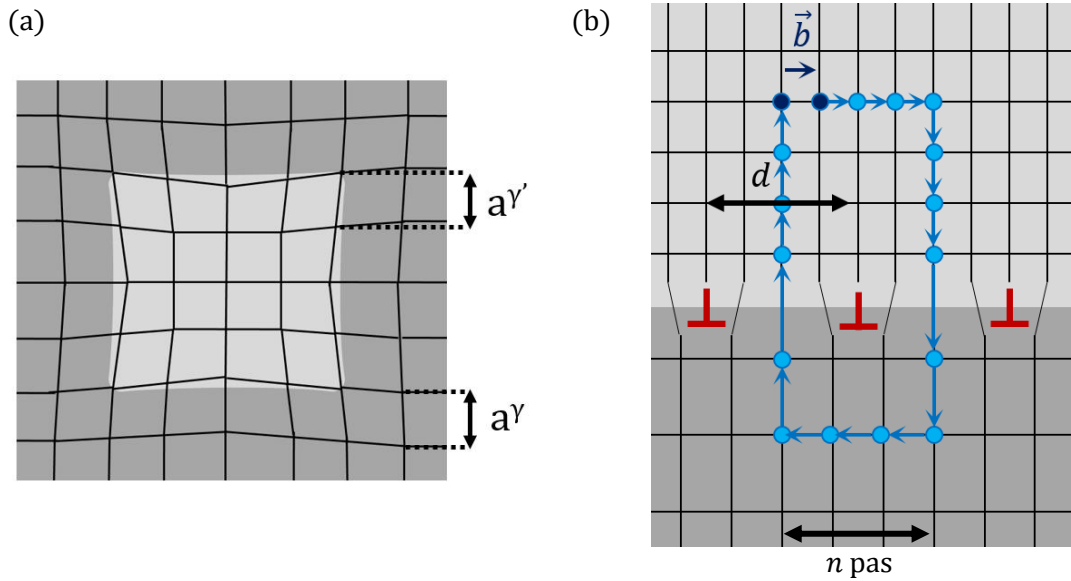


Figure 36 - (a) Représentation d'un précipité cohérent γ' dans une matrice γ d'un superalliage à l'état initial et (b) avec une microstructure mise en radeaux contenant des dislocations aux interfaces. \vec{b} le vecteur de Burgers et d la distance moyenne entre deux dislocations. n le nombre de pas du circuit de Burgers.

2. Hypothèses et tenseurs des contraintes

Le superalliage (une fois mis en radeaux) est considéré comme un composite de plusieurs couches intercalées de phases γ/γ' . Elles sont définies comme ayant des épaisseurs constantes et égales à $\eta(1-f)$ pour γ et ηf pour γ' (avec η la période et f la fraction volumique de γ')[Figure 37].

Dans notre cas, les phases qui constituent le superalliage sont idéalisées comme étant continues, homogènes et isotropes mais avec des modules d'Young distincts E (pour la phase γ) et E' (pour la phase γ'). Les phases γ/γ' ont également une composition proche, ce qui permet d'émettre l'hypothèse que le coefficient de Poisson est constant et égal dans les deux phases pour une valeur $\nu=0,42$ [70].

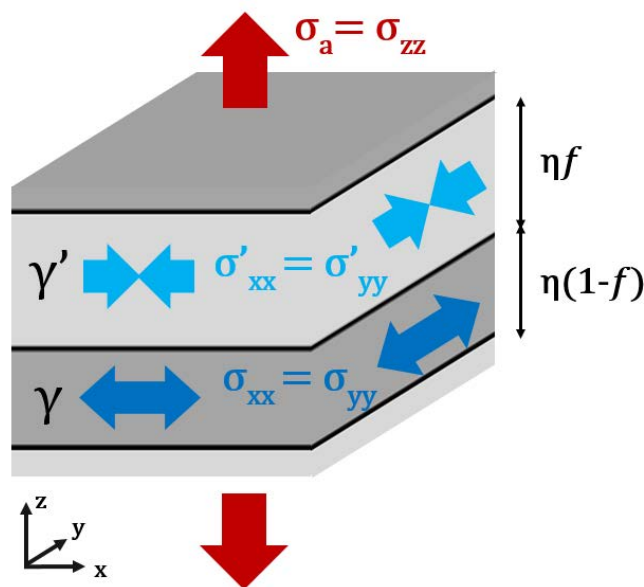


Figure 37- Représentation du modèle mécanique composite utilisé

La symétrie de la structure cubique des phases γ/γ' permet d'établir une égalité des grandeurs (paramètre de maille, contraintes...) dans les directions perpendiculaires à l'axe de traction. La direction de traction de l'essai est $z = [001]$, et les directions transversales/perpendiculaires sont $x = [100]$ et $y = [010]$. Les paramètres de mailles peuvent être alors écrits comme suit [Équation 10] :

$$\text{Équation 10} \quad a_{\perp} = a_x = a_y \text{ et } a_{\parallel} = a_z$$

De la même manière, les tenseurs des contraintes des deux phases peuvent être déterminés selon [Équation 11] (il n'y a pas de cisaillement) et sont représentés sur la Figure 38.

$$\text{Équation 11} \quad \sigma_{xx} = \sigma_{yy}, \sigma'_{xx} = \sigma'_{yy} \text{ et } \sigma_a = \sigma_{zz} = \sigma'_{zz}$$

$$\text{(a)} \quad \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{xx} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_a \end{bmatrix}_{\gamma} \quad \text{(b)} \quad \begin{bmatrix} \sigma'_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma'_{xx} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_a \end{bmatrix}_{\gamma'}$$

Figure 38 – Tenseurs des contraintes de la phase γ (a) et γ' (b)

À partir de la fraction f volumique de la phase γ' , la relation entre la contrainte interne de la phase γ et celle de la phase γ' est établie par l'Équation 12.

$$\text{Équation 12} \quad \sigma_{xx} \cdot (1 - f) + \sigma'_{xx} \cdot f = 0 \Leftrightarrow \sigma'_{xx} = \frac{(f - 1)}{f} \sigma_{xx}$$

3. Déformations élastiques

Une déformation élastique, microscopiquement, est définie comme étant l'allongement enregistré relatif à la longueur initiale. Ce qui permet d'écrire les relations suivantes dans la direction perpendiculaire à l'axe de traction [Équation 13].

$$\text{Équation 13} \quad \varepsilon_{xx}^{\text{él}} = \frac{a_{\perp} - a_0}{a_0} \text{ et } \varepsilon'_{xx}{}^{\text{él}} = \frac{a'_{\perp} - a'_0}{a'_0}$$

Avec :

$a_0, (a'_0)$: le paramètre de maille initial de la phase γ (ou γ') à température

Selon la loi de Hooke, macroscopiquement, les déformations élastiques de chacune des phases s'écrit selon l'Équation 14 dans la direction perpendiculaire et selon l'Équation 15 dans la direction de traction.

$$\text{Équation 14} \quad \varepsilon_{xx}^{\text{él}} = \frac{1}{E} [(1 - \nu)\sigma_{xx} - \nu\sigma_a] \quad \varepsilon'_{xx}{}^{\text{él}} = \frac{1}{E'} \left[(1 - \nu) \frac{(f - 1)}{f} \sigma_{xx} - \nu\sigma_a \right]$$

$$\text{Équation 15} \quad \varepsilon_{zz}^{\text{él}} = \frac{1}{E} [\sigma_a - 2\nu\sigma_{xx}] \quad \varepsilon'_{zz}{}^{\text{él}} = \frac{1}{E'} \left[\sigma_a - 2\nu \frac{(f - 1)}{f} \sigma_{xx} \right]$$

4. Détermination des contraintes internes

Le désaccord paramétrique naturel s'écrit en fonction des paramètres de maille à température (avant d'effectuer des essais mécaniques soit : a_0, a'_0) comme donné par l'Équation 2. Le désaccord paramétrique perpendiculaire a été défini par l'Équation 9. La différence entre ces deux désaccords donne l'Équation 16.

$$\text{Équation 16} \quad \delta_{\perp} - \delta = 2 \left[\frac{a'_{\perp} - a_{\perp}}{a'_{\perp} + a_{\perp}} - \frac{a'_0 - a_0}{a'_0 + a_0} \right] = \varepsilon'_{xx}{}^{él} - \varepsilon_{xx}{}^{él}$$

En remplaçant les déformations élastiques par l'Équation 14, il est possible de déterminer la contrainte interne de la phases γ par l'Équation 17, pour une température donnée, en fonction de $\delta_{\perp} - \delta$ et du paramètre X [Équation 19], introduit pour simplifier l'expression. La contrainte interne de la phase γ' est déduite [Équation 18] à partir de celle de γ en utilisant l'Équation 12.

$$\text{Équation 17} \quad \sigma_{xx} = -\frac{XE}{(1-\nu)} \left[(\delta_{\perp} - \delta) + \left(\frac{1}{E'} - \frac{1}{E} \right) \nu \sigma_a \right]$$

$$\text{Équation 18} \quad \sigma'_{xx} = \frac{(1-X)E'}{(1-\nu)} \left[(\delta_{\perp} - \delta) + \left(\frac{1}{E'} - \frac{1}{E} \right) \nu \sigma_a \right]$$

$$\text{Équation 19} \quad X = \frac{E'f}{E(1-f) + E'f}$$

5. Détermination du module d'Young de chacune des phases

La déformation élastique moyenne est déterminée [Équation 20] en pondérant avec le facteur X les déformations élastiques de chacune des phases (qui peuvent également s'écrire en fonction de X).

$$\text{Équation 20} \quad \varepsilon_{moy}{}^{él} = X\varepsilon_{xx}{}^{él} + (1-X)\varepsilon'_{xx}{}^{él} = -\nu \left(\frac{X}{E'} + \frac{1-X}{E} \right) \sigma_a = -\frac{\nu}{E_{moy}} \sigma_a$$

En identifiant les termes, les modules d'Young des deux phases sont déterminés par l'Équation 21.

$$\text{Équation 21} \quad E = \frac{E_{moy}(1-X)}{(1-f)} \quad \text{et} \quad E' = \frac{E_{moy}X}{f}$$

6. Déformations plastiques

La déformation plastique peut être considérée comme la variation relative du nombre de plans atomiques d'une phase. Dans le cas de la traction, Δm plans atomiques sont ajoutés aux m plans présents à l'état initial dans la direction de traction z . En considérant qu'il n'y a pas de changement volumique, alors Δn plans sont enlevés dans chacune des directions perpendiculaires x et y [Figure 39].

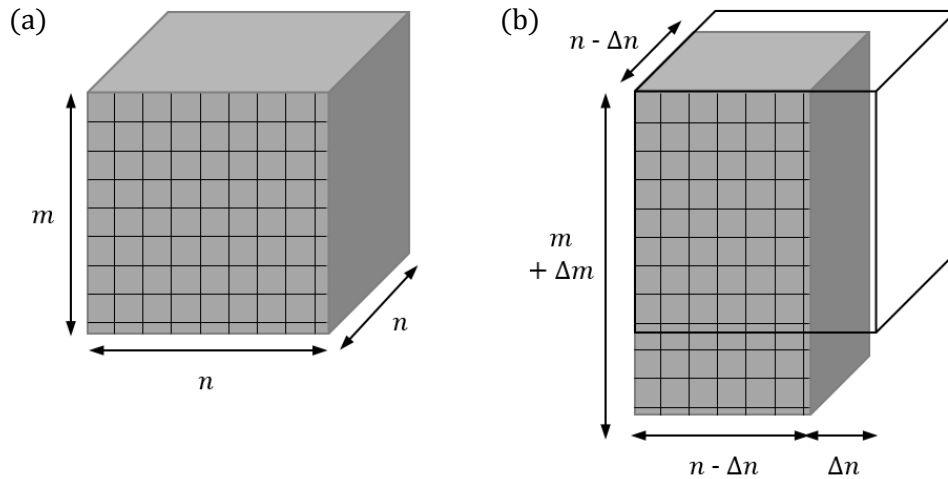


Figure 39 – Représentation simplifiée de la déformation plastique d'une phase à volume constant à l'état initial (a) et après traction (b)

La déformation plastique dans la direction de traction de chacune des phases s'écrit ainsi :

Équation 22

$$\varepsilon_{zz}^{pl} = \frac{\Delta m}{m} = 2 \frac{\Delta n}{n} \quad \text{et} \quad \varepsilon_{zz}'^{pl} = \frac{\Delta m'}{m'} = 2 \frac{\Delta n'}{n'}$$

La variation du nombre de plans atomiques peut être exprimée en fonction du désaccord paramétrique perpendiculaire. En effet, il correspond à la somme des deux cas suivants :

- Cas ① : déformations plastiques uniquement présentes dans la phase γ
- Cas ② : déformations plastiques uniquement présentes dans la phase γ' .

Dans le cas ①, les dislocations coins d'interface ont un demi-plan supplémentaire dans la phase γ' avec toujours n' plans, mais aussi $n - \Delta n$ inter-plans dans la phase γ . Tandis que dans le cas ②, la phase γ conserve n plans et la phase γ' a $n' - \Delta n'$ inter-plans [Figure 40].

Ainsi on obtient les égalités suivantes [Équation 23], ce qui permet d'en déduire le désaccord paramétrique de chaque cas [Équation 24].

Équation 23

$$\textcircled{1} \quad n a'_{\perp} = (n - \Delta n) a_{\perp} \quad \text{et} \quad \textcircled{2} \quad n' a_{\perp} = (n' - \Delta n') a'_{\perp}$$

Équation 24

$$\delta_{\perp}^{\textcircled{1}} \approx \frac{a'_{\perp} - a_{\perp}}{a_{\perp}} = -\frac{\Delta n}{n} \quad \text{et} \quad -\delta_{\perp}^{\textcircled{2}} \approx \frac{a_{\perp} - a'_{\perp}}{a'_{\perp}} = -\frac{\Delta n'}{n'}$$

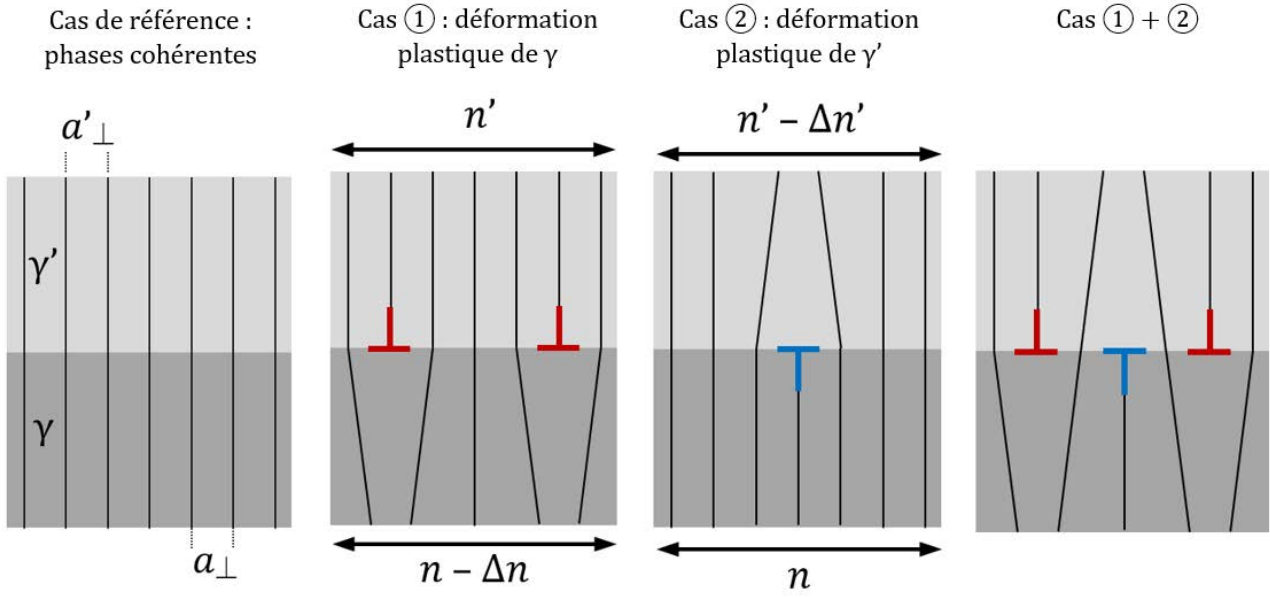


Figure 40 – Schéma des cas de déformations plastiques

En reprenant l'Équation 22, on obtient les relations [Équation 25] suivantes :

Équation 25

$$\delta_{\perp}^{(1)} = -\frac{\varepsilon_{zz}^{pl}}{2} \text{ et } \delta_{\perp}^{(2)} = \frac{\varepsilon_{zz}^{\prime pl}}{2}$$

Le désaccord paramétrique perpendiculaire correspond à la somme du cas ① et ② [Équation 26] (dédit de l'Équation 25). Ainsi il est possible d'en déduire une relation entre les déformations plastiques de chaque phase (dans la direction de traction) et δ_{\perp} .

Équation 26

$$\delta_{\perp} = \delta_{\perp}^{(1)} + \delta_{\perp}^{(2)} = \frac{1}{2} (\varepsilon_{zz}^{\prime pl} - \varepsilon_{zz}^{pl})$$

Les déformations plastiques des deux phases peuvent être également définies en fonction de l'épaisseur e des couloirs γ et de celle des radeaux γ' , e' [Équation 27]. On considère la longueur totale de l'éprouvette e_{tot} comme la somme de ces deux grandeurs.

Équation 27

$$\varepsilon_{zz}^{pl} = \frac{\Delta e}{e} \text{ et } \varepsilon_{zz}^{\prime pl} = \frac{\Delta e'}{e'}$$

De la déformation totale qui peut être mesurée, la déformation plastique moyenne peut être estimée en déduisant la déformation élastique [Équation 28].

Équation 28

$$\varepsilon_{zz}^{tot} = \varepsilon_{zz}^{él moy} + \varepsilon_{zz}^{pl moy}$$

La déformation plastique moyenne peut être exprimée en fonction des déformations plastiques des phases γ/γ' par l'Équation 29 en utilisant l'Équation 27. Puis, également en fonction de la fraction volumique f de la phase γ' .

$$\text{Équation 29} \quad \varepsilon_{zz}^{pl\ moy} = \frac{\Delta e_{tot}}{e_{tot}} = \frac{\Delta e + \Delta e'}{e_{tot}} = \frac{e}{e_{tot}} \varepsilon_{zz}^{pl} + \frac{e'}{e_{tot}} \varepsilon_{zz}'^{pl} = (1-f) \varepsilon_{zz}^{pl} + f \varepsilon_{zz}'^{pl}$$

En y introduisant l'Équation 26, il est alors possible de déterminer les déformations plastiques de γ/γ' . En dérivant ces relations [Équation 30] en fonction du temps, on en déduit ainsi les vitesses de déformations plastiques correspondantes [Équation 31].

$$\text{Équation 30} \quad \varepsilon_{zz}^{pl} = \varepsilon_{zz}^{pl\ moy} - 2f\delta_{\perp} \quad \text{et} \quad \varepsilon_{zz}'^{pl} = \varepsilon_{zz}^{pl\ moy} - 2(1-f)\delta_{\perp}$$

$$\text{Équation 31} \quad \dot{\varepsilon}_{zz}^{pl} = \dot{\varepsilon}_{zz}^{pl\ moy} - 2f \frac{\Delta\delta_{\perp}}{\Delta t} \quad \text{et} \quad \dot{\varepsilon}_{zz}'^{pl} = \dot{\varepsilon}_{zz}^{pl\ moy} - 2(1-f) \frac{\Delta\delta_{\perp}}{\Delta t}$$

V. TRAVAUX ANTÉRIEURS

En utilisant une technique de diffraction des rayons X haute résolution par transmission (au synchrotron), il est possible de connaître le désaccord paramétrique perpendiculaire et ce, durant des essais *in situ*. Les mesures de δ_{\perp} ont permis de remonter aux déformations plastiques et les contraintes internes des deux phases durant des essais de fluage sur le superalliage AM1 grâce au modèle mécanique qui vient d'être décrit.

Notamment, des essais *in situ* ont été réalisés à température constante mais avec des variations de contraintes appliquées durant la thèse de Laura Dirand [2, 71, 72], et inversement, avec des sauts de température à contrainte appliquée constante lors des travaux de J.B. Le Graverend [63].

1. Contrainte de Von Mises et d'Orowan

Afin d'étudier la plasticité d'un matériau, il est parfois plus pertinent de raisonner en contrainte équivalente afin de prendre en compte toutes les grandeurs du tenseur des contraintes. Un des critères de plasticité couramment utilisé est la contrainte de Von Mises. Elle est définie selon l'Équation 32. Dans notre cas (voir tenseur des contraintes sur la Figure 38), elle correspond à la différence entre la contrainte appliquée et la contrainte interne (dans le cas présent, cela est aussi équivalent à la contrainte de Tresca).

$$\text{Équation 32} \quad \sigma_{VM} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_{zz} - \sigma_{xx})^2 + (\sigma_{yy} - \sigma_{zz})^2 + (\sigma_{xx} - \sigma_{yy})^2} = \sigma_a - \sigma_{xx}$$

Les travaux de la thèse de Laura Dirand [2, 71, 72] ont mis en évidence la présence d'une contrainte seuil pour la déformation plastique de la phase γ . Elle correspond à la contrainte d'Orowan. En effet, la contrainte de Von Mises doit être supérieure à cette contrainte seuil pour activer le contournement des précipités [Équation 1].

Les dislocations de type $\langle 110 \rangle \{111\}$ présentes dans la phase γ laissent des segments de dislocations à l'interface avec un angle de 60° [Figure 41]. La longueur de la dislocation l_s est donnée en fonction de l'épaisseur e d'un couloir γ par l'Équation 33.

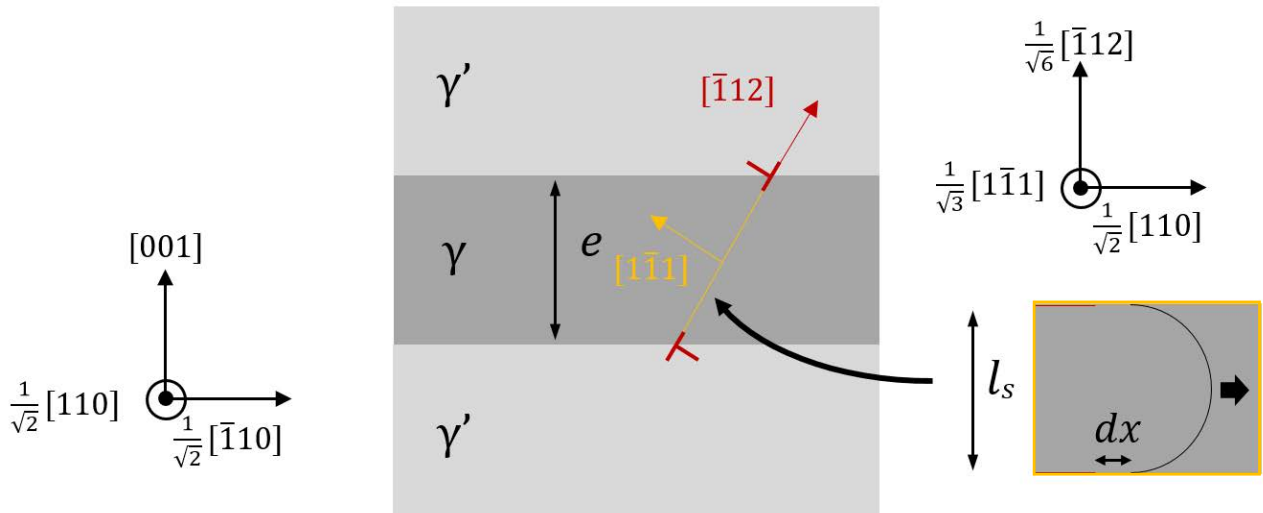


Figure 41 - Représentation de la propagation d'une dislocation au sein de la phase γ

Équation 33

$$l_s = e \sqrt{\frac{3}{2}}$$

Le travail de la force F [Équation 34] pendant un déplacement dx de ce type de dislocation s'écrit en fonction de l'énergie W par unité de longueur L du dipôle de dislocation par l'Équation 35.

Équation 34

$$F \cdot dx = \frac{1}{\sqrt{6}} b l_s (\sigma_a - \sigma_{xx}) dx = \frac{W}{L} dx$$

Équation 35

$$\frac{W}{L} = \frac{\mu}{2\pi} \left(b_v^2 + \frac{b_c^2}{1-\nu} \right) \ln \frac{l_s}{r_c}$$

Avec :

$\mu = \frac{E_{moy}}{2(1+\nu)}$: module de cisaillement et $\nu = 0,42$

b_v : partie vis, ici $b_v = b \cdot \sin 60^\circ$

b_c : partie coin, ici $b_c = b \cdot \cos 60^\circ$

r_c : rayon de courbure avec $r_c = b$ (ici $b = a/\sqrt{2} = 0,365/\sqrt{2} \text{ nm}$) pour les hautes températures (1000-1125°C) [2]

De l'Équation 34 et l'Équation 35, la contrainte d'Orowan est déduite et peut s'écrire selon l'Équation 36.

$$\text{Équation 36} \quad \sigma_O = \sigma_a - \sigma_{xx} = \frac{\mu b \sqrt{6}}{2\pi l_s} \left(\frac{1}{4} + \frac{3/4}{1-\nu} \right) \ln \frac{l_s}{r_c}$$

Les dislocations peuvent donc se propager et entrer dans les couloirs γ si la condition suivante est respectée [Équation 37] :

$$\text{Équation 37} \quad \sigma_{VM} = \sigma_a - \sigma_{xx} \geq \sigma_O$$

2. Évolution des contraintes internes

Le graphique de la Figure 42 montre l'évolution du désaccord paramétrique perpendiculaire enregistré par une technique de diffraction des rayons X par TCD [p66] durant des sauts de contrainte appliquée pendant un essai de fluage à 1000°C lors de l'étude menée par Laura Dirand [2]. Grâce au modèle mécanique, la contrainte interne dans la phase γ a été estimée, ainsi que la contrainte de Von Mises. La contrainte d'Orowan est également représentée.

Lorsque la contrainte appliquée augmente suffisamment pour que la contrainte de Von Mises (σ_{VM}) dépasse la contrainte d'Orowan (σ_O), les dislocations pénètrent la phase γ . Durant leur propagation, des segments de dislocations sont déposés à l'interface, augmentant la densité de dislocations ainsi que la valeur absolue de δ_{\perp} [Équation 9] tel que représenté sur la Figure 42. La contrainte interne σ_{xx} augmente alors dans la phase γ [Équation 17]. Cette hausse induit une diminution de la contrainte de Von Mises [Équation 37] jusqu'à atteindre une valeur égale à la contrainte d'Orowan. La plasticité au sein des couloirs γ est alors ralentie, ce qui se traduit par une stabilisation du désaccord paramétrique perpendiculaire (et de σ_{xx}).

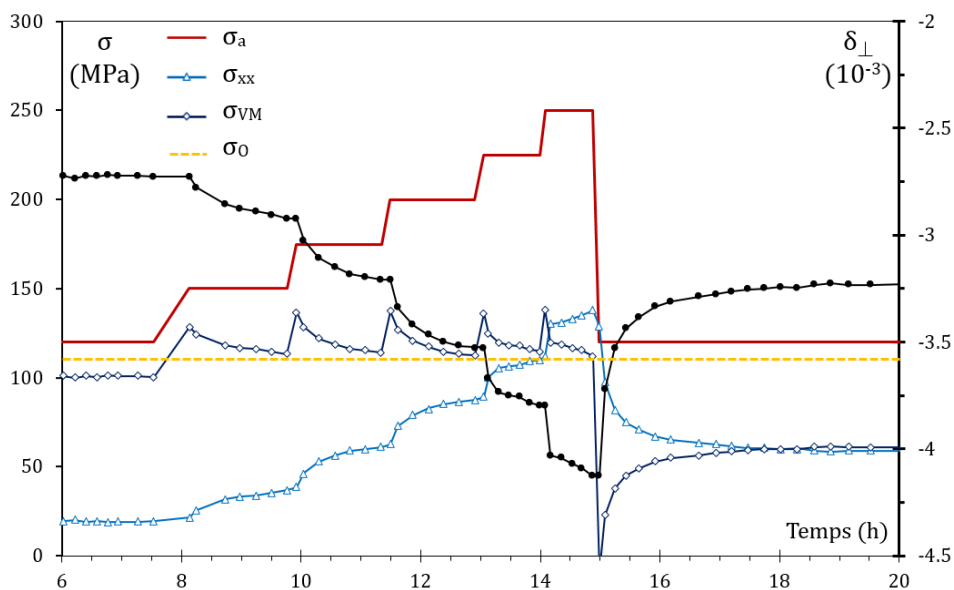


Figure 42 – Contrainte appliquée (en rouge) et désaccord paramétrique perpendiculaire (en noir) enregistrés durant un essai sur un échantillon AM1 à 1000°C [2]. En bleu, la contrainte interne de la phase γ calculée, en bleu foncé la contrainte de Von Mises déduite. En jaune la contrainte d'Orowan estimée et considérée comme constante.

Le désaccord paramétrique perpendiculaire a également été enregistré lors des essais avec des sauts de températures (travaux de J.B Le Graverend [63]) ; son évolution est tracée sur la Figure 43a. L'axe de δ_{\perp} est inversé en ce qui concerne son signe. Pendant une surchauffe, la valeur absolue de δ_{\perp} augmente, ce qui s'explique aussi par une densité de dislocations d'interface plus grande.

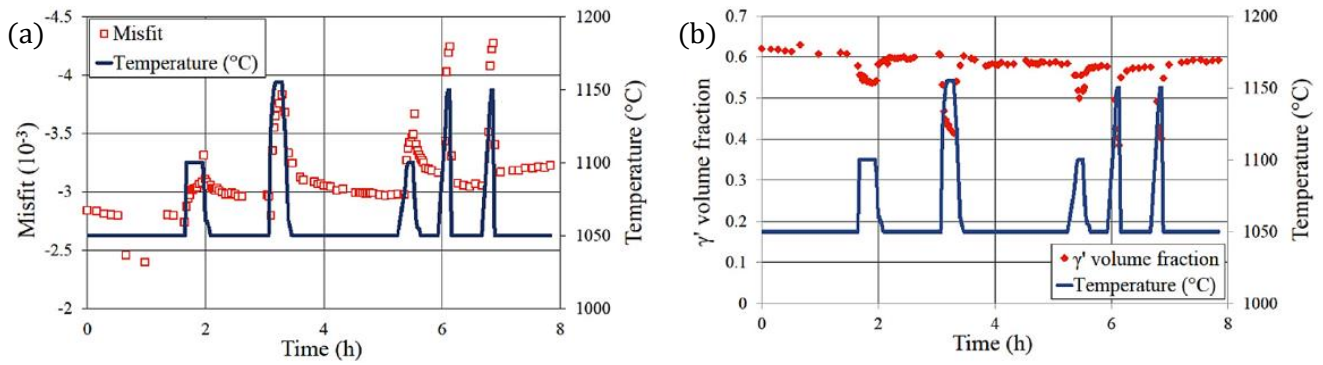


Figure 43 – Évolution du désaccord paramétrique perpendiculaire (a) et de la fraction volumique de γ' (b) durant un essai avec des sauts de température et une contrainte constante à 120MPa [9]

La fraction volumique de phase γ' est également estimée depuis les mesures *in situ* de diffraction et est tracée sur le graphique de la Figure 43b. La hausse de la température provoque une dissolution partielle de la phase γ' en faveur de la phase γ , ainsi la fraction de γ' diminue durant une surchauffe. De ce fait, l'épaisseur e des couloirs γ augmente comme schématisé sur la Figure 44. La contrainte seuil d'Orowan qui dépend de cette grandeur diminue [Équation 36]. La contrainte appliquée restant la même, la contrainte de Von Mises est alors bien supérieure à la contrainte d'Orowan [Équation 37]. L'entrée (et la propagation) des dislocations au sein de la phase γ' est par conséquent facilitée et ainsi, la densité de dislocations aux interfaces augmente (ainsi que $|\delta_{\perp}|$ [Figure 43a]). Lorsque la température redescend à une température plus basse, la fraction en γ' ré-augmente [Figure 43b], et il devient plus difficile aux dislocations de se propager dans la phase γ' .

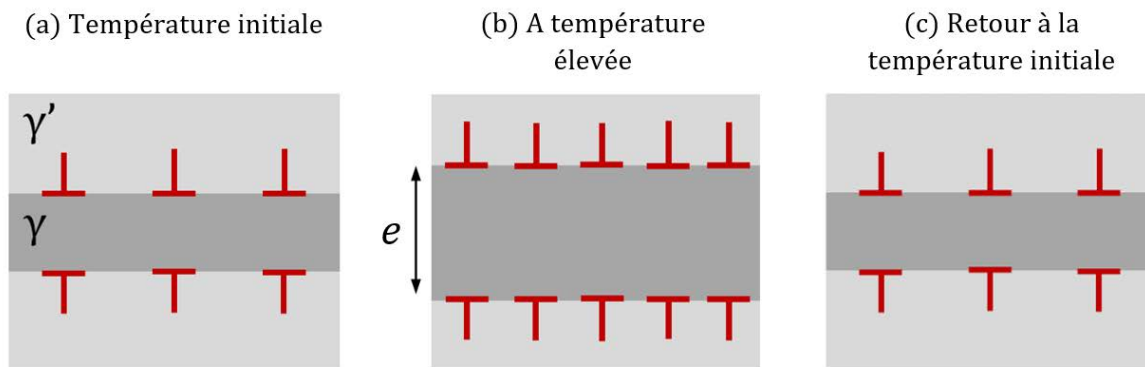


Figure 44 – Schéma de l'évolution des phases durant une surchauffe (a) à une température initiale avec des dislocations coins à l'interface, (b) à température élevée, l'épaisseur de la phase γ a augmenté ainsi que la densité de dislocations à l'interface, (c) après que la température soit retournée à la température initiale, la densité de dislocations se stabilise.

Le désaccord paramétrique perpendiculaire est représenté en fonction de la température sur le graphique de la Figure 45. Les valeurs d'équilibre attendues pour des périodes $\gamma+\gamma'$ de 400nm et 700nm sont également tracées (ligne continue). Pour les moyennes et basses températures, c'est-à-dire avec une fraction volumique de γ' plus grande, les mesures suivent les courbes d'équilibres malgré les dispersions liées aux variations de microstructure entre les échantillons. Cependant à haute température, le désaccord paramétrique perpendiculaire se stabilise. Les auteurs [63] expliquent ce phénomène par l'activation de la plasticité dans la phase γ' en parallèle ; une contrainte de Von Mises nettement supérieure à la contrainte d'Orowan est alors nécessaire pour que la phase γ se déforme plastiquement à la même vitesse que la phase γ' .

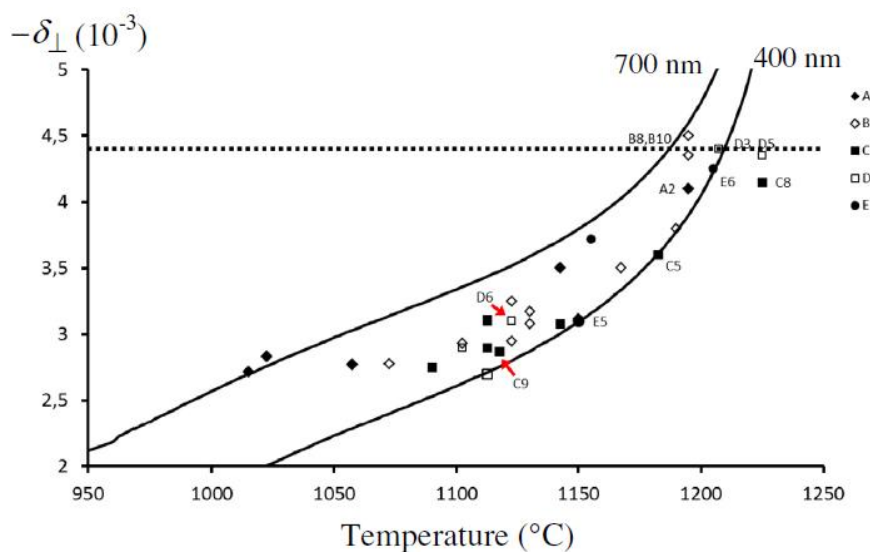


Figure 45 - δ_{\perp} en fonction de la température de plusieurs essais (A,B,C,D,E). Les lignes sont les valeurs d'équilibre attendues pour des microstructures avec des périodes $\gamma+\gamma'$ de 400nm et 700nm [63].

3. Comportement après une baisse de contrainte (ou température)

Les mesures de vitesse de déformations plastiques obtenues durant la thèse de Laura Dirand [2] mettent en évidence une singularité concernant la phase γ' . Lorsque la contrainte appliquée augmente cela provoque également une augmentation des déformations plastiques des deux phases : et donc aussi des vitesses de déformations tel que représenté sur le graphique de la Figure 46.

Par la suite, lorsque la contrainte appliquée (ou la température) est ramenée à une valeur plus basse (qui n'a pas entraîné de déformations plastiques), les déformations plastiques des deux phases devraient s'arrêter. C'est bien le cas pour la phase γ mais étonnamment pas pour la phase γ' [encadré de la Figure 46]. À l'inverse la déformation plastique de γ' continue toujours après une relaxation de la contrainte : de manière rapide durant les 15 premières minutes puis progressivement durant 1 heure. À noter que peu de points de mesures étaient disponibles durant ce laps de temps, et ce, dû à la fréquence d'acquisition de la TCD (1 scan prend 5 minutes).

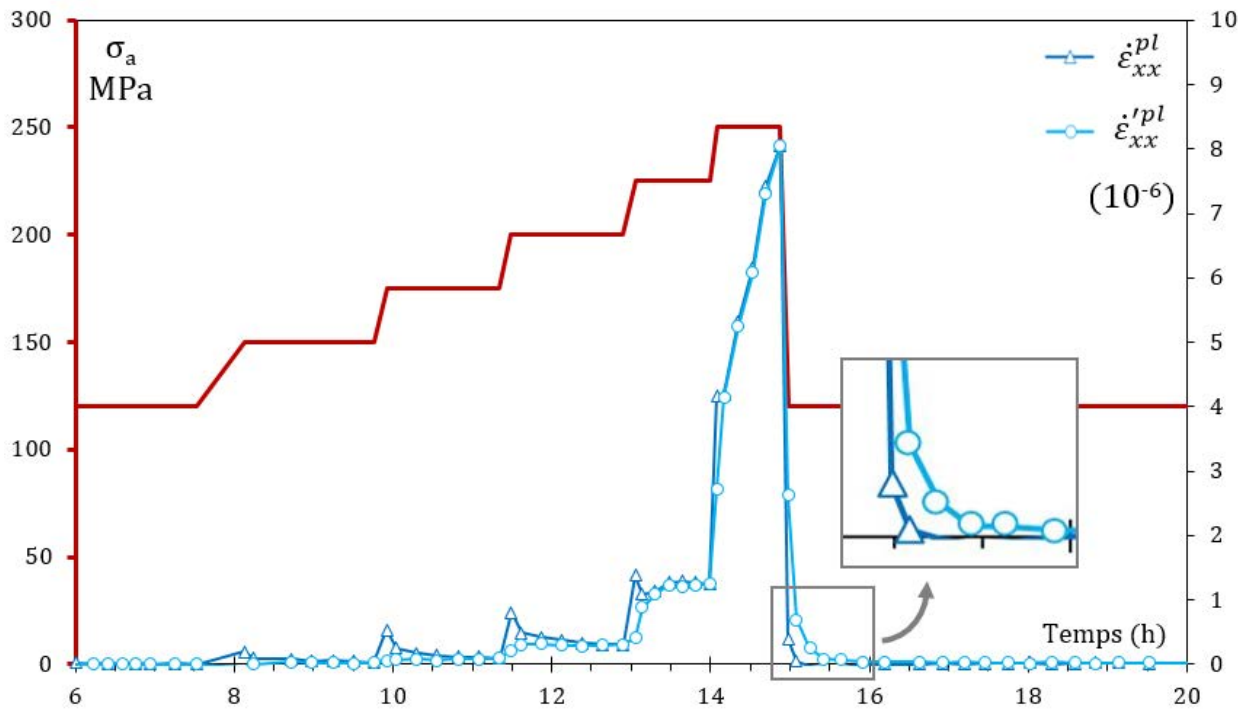
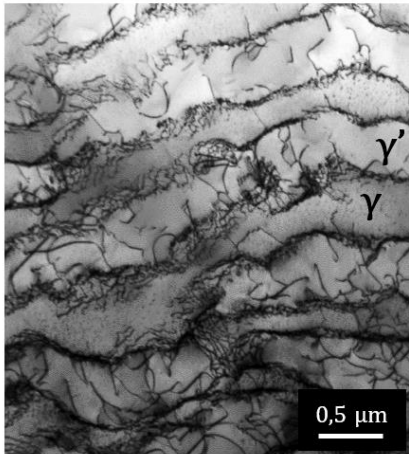


Figure 46 – Évolution de la vitesse de déformation plastique de la phase γ (bleu foncé) et γ' (bleu clair) durant un essai de fluage à 1000°C avec des sauts de contrainte appliquée (rouge) [2]

Les clichés MET d'échantillons refroidis à contrainte élevée [Figure 47a] montrent bien la présence de dislocations au sein de γ' , ce qui confirme que cette phase est déformée plastiquement. Après un retour à une contrainte plus basse, la déformation plastique devrait s'arrêter et les dislocations se figer. Cependant les clichés MET [comme sur la Figure 47b] pris plusieurs heures après une relaxation de contrainte révèlent une forte diminution de la densité de dislocations au sein de γ' . Pour s'éliminer, ces dislocations ont donc continué à se déplacer pour s'annihiler à l'extrémité des radeaux. Le mouvement de ces dislocations expliquerait les valeurs de vitesse de déformation plastique relevées sur la Figure 46. Les radeaux γ' se videraient progressivement de leurs dislocations puisqu'il n'est alors pas possible d'en faire entrer de nouvelles à faible contrainte. La distance parcourue par ces dislocations dépend de la longueur des radeaux : en moyenne, entre celles qui viennent d'entrer et celles qui vont sortir cela correspond à la moitié d'un radeau tel que schématisé sur la Figure 48.

La vitesse de déformation plastique de la phase γ' , mesurée au cours des sauts de contrainte à 1000°C, est tracée en fonction de la contrainte interne σ_{xx} sur la Figure 49 (des résultats similaires ont été trouvés pour les autres échantillons [2]). L'accélération visible laisse penser qu'il existe une contrainte seuil pour l'entrée des dislocations qui dépend de la contrainte interne.

(a) Refroidi à contrainte élevée



(b) Refroidi 6 heures après une chute de la contrainte à une valeur plus basse

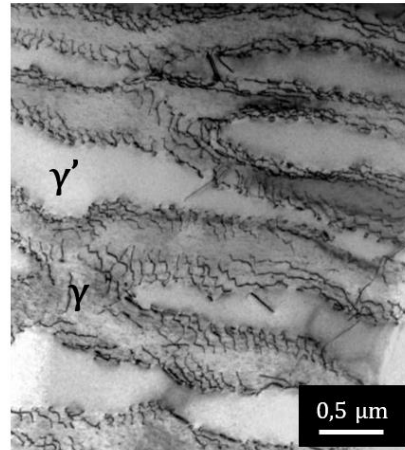


Figure 47 - Clichés MET d'échantillons AM1 ayant subi du fluage à 1000°C (a) refroidi à contrainte élevée (environ 250MPa) $g=-1-11$ et (b) refroidi 6 heures après une chute de contrainte élevée (250MPa) à contrainte basse (120MPa) $g=1-1-1$ [2]

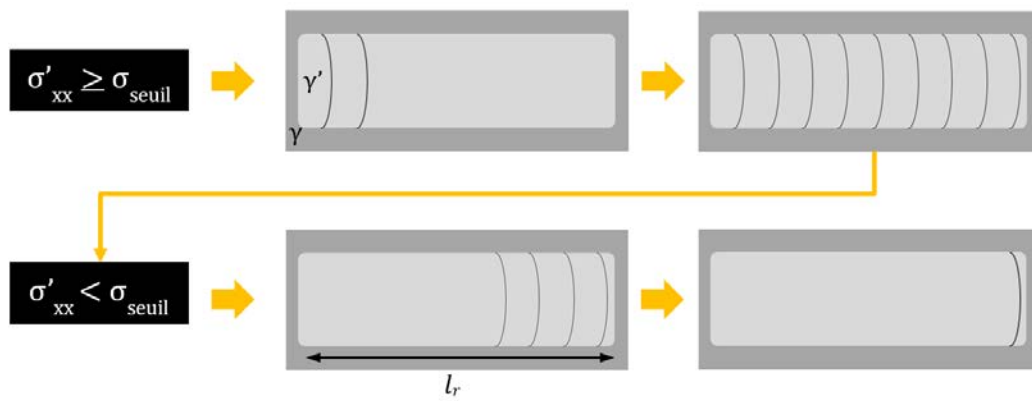


Figure 48 - Représentation du comportement plastique de la phase γ'

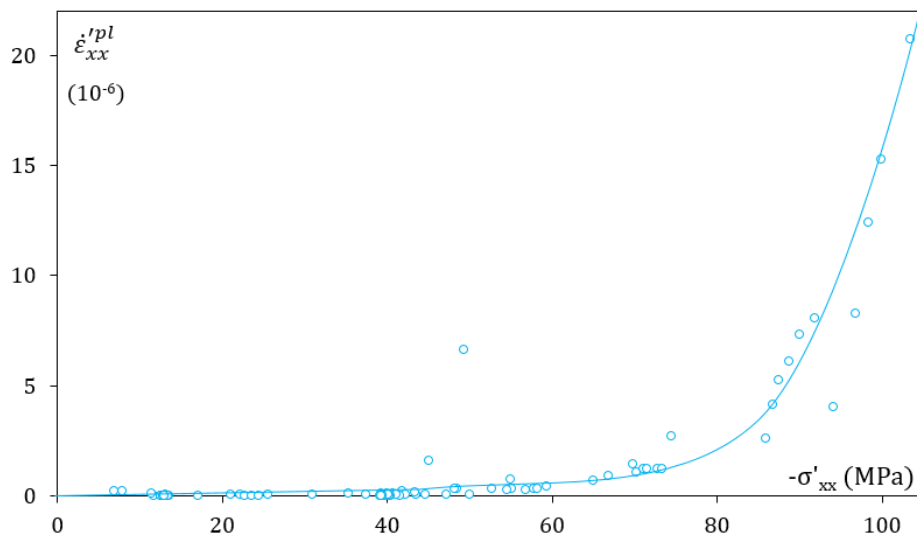


Figure 49 - Évolution de la vitesse de déformation plastique de la phase γ' en fonction de la contrainte interne [2]

VI. CONCLUSION SUR LE CONTEXTE DE L'ÉTUDE

Le matériau étudié est un superalliage monocristallin base nickel de 1^{ère} génération (AM1) dont sa principale utilisation correspond aux aubes de turboréacteurs impliquant donc des sollicitations de fluage à haute température. Il est ainsi important de comprendre son comportement mécanique à haute température (supérieur à 900°C) afin de prévoir sa durée de vie et d'envisager des pistes d'amélioration.

L'AM1 est produit grâce au procédé de Bridgman en fonderie par cire perdue, technique qui permet d'obtenir des monocristaux dont la direction de croissance est [001]. Des traitements thermiques sont ensuite appliqués afin d'homogénéiser et d'optimiser la taille et la fraction volumique de la phase γ' qui joue le rôle du précipité durcissant.

Durant le stade primaire du fluage, la microstructure, initialement cuboïdale, coalesce de manière orientée : il s'agit de la mise en radeaux. Le matériau est alors similaire à un multicouche et est constitué de radeaux γ' et de couloirs γ perpendiculaires à l'axe de traction. À partir de cette analogie il est possible d'utiliser un modèle mécanique composite qui permet d'estimer les contraintes internes et les déformations plastiques de chacune des deux phases γ et γ' grâce aux mesures de désaccord paramétrique perpendiculaire. Il a déjà été utilisé lors de travaux antérieurs qui ont montré son intérêt pour étudier la plasticité de superalliages monocristallins tel que l'AM1 lors d'essais de fluage avec des transitions (de contrainte ou de température).

L'existence d'une contrainte seuil de déformation plastique de la phase γ a été mise en évidence. Lorsque la contrainte de Von Mises est supérieure à la contrainte d'Orowan, les dislocations $a/2 \langle 110 \rangle \{111\}$ se propagent par glissement dans γ en contournant γ' . À l'interface, elles se recombinent et forment un réseau de dislocations protégeant la phase γ' du cisaillement car le champ de contrainte résultant ralentit la propagation de nouvelles dislocations. En effet, la contrainte interne augmente, il est donc nécessaire d'avoir une contrainte appliquée plus grande pour continuer la déformation plastique de la phase γ . Puisque la contrainte d'Orowan dépend de l'épaisseur des couloirs γ , un changement microstructural (tel que lors de saut de température) modifie cette contrainte seuil. L'évolution des vitesses de déformation plastique de γ reste néanmoins un point à éclaircir ; ce que propose de faire les travaux de cette thèse.

Si la contrainte est suffisamment élevée, alors les dislocations $a' \langle 100 \rangle$ pénètrent la phase γ' . Dans la direction parallèle à l'axe de traction [001], les dislocations coins émettent des lacunes. Pour que le système reste à l'équilibre, ces lacunes soit diffusent vers les pores ou la surface soit sont absorbées par les dislocations $a' [100]$ et $a' [010]$. Le mouvement de ces dislocations donne lieu à un processus de restauration au niveau des interfaces permettant la poursuite de la déformation de la phase. Par ailleurs, lorsque la contrainte retourne à une contrainte basse, les dislocations présentes dans γ' continuent leurs mouvements allant jusqu'à s'annihiler.

Ce système de rétroaction permet d'atteindre un certain état d'équilibre [61] et correspond au stade stationnaire du fluage. Lorsqu'il y a inversion topologique de γ/γ' , le système n'est plus à l'équilibre et une accélération de la déformation précipite le matériau dans sa ruine (stade III du fluage).

Les recherches concernant les mécanismes limitant la plasticité des superalliages restent rares, notamment en ce qui concerne la phase γ' qui fait l'objet de ce travail. Les mesures de désaccord paramétrique perpendiculaire effectuées lors des travaux antérieurs ont été réalisées par une technique de diffraction (Three Crystals Diffractometry TCD) trop lente pour étudier ce type de comportement rapide. En effet, une mesure prend environ 5 minutes. Cette thèse propose donc d'utiliser une nouvelle technique de diffraction ayant un temps d'acquisition plus court afin de mieux analyser le comportement de la phase γ' . Et ceci, tout en étudiant l'influence que peut avoir la longueur des radeaux sur la plasticité de cette phase en testant des échantillons avec des microstructures différentes.

CHAPITRE 2 : TECHNIQUES ET PRÉPARATIONS EXPÉRIMENTALES

Pour comprendre les mécanismes de la plasticité des deux phases γ et γ' , il est nécessaire de déterminer leur état de contrainte et leur déformation. Cela est possible, à condition de connaître la contrainte appliquée, l'allongement de l'échantillon, et l'évolution du désaccord paramétrique perpendiculaire δ_{\perp} tel qu'expliqué dans le chapitre précédent [p47]. La thèse de Laura Dirand [2] a montré que ce dernier paramètre pouvait être déterminée avec précision par diffractométrie X à trois cristaux (TCD), et que son évolution dans le temps pouvait ainsi être suivie au cours d'essais *in situ* en rayonnement synchrotron.

Cependant, l'analyse des résultats de Dirand et de Le Graverend [p57] permet de prévoir, au moins pour les radeaux, un comportement transitoire après une mise en charge rapide ou une décharge, avant que le régime permanent ne s'établisse. La durée de ces transitoires devrait être de l'ordre de grandeur du temps nécessaire pour qu'une dislocation parcoure la longueur d'un radeau : une centaine de secondes environ. Or la mesure d'un pic de diffraction par TCD prend au minimum 300 secondes, ce qui est beaucoup trop long. Il a donc été nécessaire de mettre au point une nouvelle technique de diffraction en champ lointain qui permet une acquisition plus rapide sans perte de résolution. Cette technique a été utilisée lors d'une campagne d'essai de cinq jours (15 « shifts ») réalisée fin avril 2016 sur la ligne de lumière ID11 de l'ESRF et qui fait le cœur de cette thèse.

Par ailleurs, l'un des objectifs de travail était de détecter un éventuel effet de la température et de la microstructure, en particulier de la longueur des radeaux, sur le comportement et la durée des transitoires (la proposition d'expérience faite à l'ESRF était d'étudier deux microstructures différentes à deux températures différentes). Il était donc nécessaire :

- De préparer des échantillons ayant des microstructures différentes (longueur et épaisseur des radeaux), et donc de s'écarter du traitement thermique standard.
- De déterminer à l'avance, au laboratoire, les meilleures conditions d'expériences : température d'essai, contrainte de prédéformation (mise en radeaux), puis contraintes d'essai afin d'utiliser le temps de faisceau alloué (15 « shifts » de huit heures) de manière optimale.

La première partie de ce chapitre décrit la technique de diffraction en champ lointain et la compare à la diffractométrie à trois cristaux, puis le fonctionnement de l'appareil de fluage utilisé lors de la campagne d'essais est détaillé. La deuxième partie décrit les techniques de caractérisation complémentaires utilisées (MET, MEB, et EPMA) et leur paramètres d'utilisation. La troisième partie est consacrée à la préparation des microstructures initiales avec des dimensions de cubes différentes et la quatrième à la définition des conditions d'expériences.

I. EXPÉRIMENTATION *IN SITU*

1. Diffraction des rayons X en transmission

La diffraction des rayons X fait partie des techniques non-destructives les plus efficaces en ce qui concerne l'analyse des structures et la caractérisation des matériaux cristallins (ou semi-cristallins) à l'échelle atomique. Elle permet de remonter à l'arrangement atomique d'un matériau en s'appuyant sur l'interaction des rayons X avec la matière. Cette méthode d'analyse est habituellement utilisée pour identifier des phases cristallines (maille, texture, taille, proportion...), déterminer les contraintes résiduelles, pour suivre les modifications induites par des facteurs variés (chimie, mécanique, température...) ou étudier les défauts d'un matériau. Le fait d'utiliser un rayon transmis permet d'obtenir des informations qui concernent le volume de l'échantillon traversé.

La forte intensité du rayonnement synchrotron, associée à des détecteurs de haute résolution de plus en plus rapides permettent d'enregistrer un pic de diffraction en quelques centièmes de secondes. La construction de lignes à hautes énergies sur des synchrotrons tel l'ESRF (Grenoble, France), DeSy (Hambourg, Allemagne), APS (Chicago, USA) ou encore sPring-8 (Hyōgo, Japon), permet de fournir un faisceau de courte longueur d'onde, peu absorbé par la matière, qui permet des mesures en transmission sur des profondeurs adaptées pour l'étude d'échantillon massifs. Grâce au développement de dispositifs d'essais appropriés, il est maintenant possible de suivre la réponse d'un matériau durant des expériences *in situ* [78].

Un cliché de diffraction [Figure 51] est le résultat de l'interaction entre le rayonnement synchrotron et le réseau cristallin. Lorsqu'un rayon X monochromatique traverse un monocristallin parfait, les plans du réseau cristallin d_{hkl} diffractent suivent la loi de Bragg à l'ordre 1 [Équation 38] :

Équation 38

$$2. d_{hkl} \sin\theta = \lambda$$

Avec :

θ : angle de diffraction (°)

λ : longueur d'onde du rayon X (m)

Dans ces conditions, l'extrémité du vecteur de diffraction g_{hkl} (défini comme étant le vecteur entre le vecteur d'onde incident k et le vecteur d'onde diffracté k') coïncide avec un nœud du réseau réciproque [79]. Le « tracé » de cette condition décrit une sphère de rayon $1/\lambda$ communément appelé sphère d'Ewald tel que schématisée sur la Figure 50. Ainsi les plans cristallins en conditions de Bragg diffractent, en plaçant un détecteur plan il est alors possible d'enregistrer les taches de diffractions correspondantes.

Lorsqu'il y a mise en radeaux du superalliage monocristallin biphasé γ/γ' , les précipités γ' ne sont plus cohérents avec la matrice γ et les deux phases peuvent être considérées comme distinctes. Comme les paramètres de maille des deux phases restent proches, une seule tache est enregistrée, telle que sur la Figure 51, si le détecteur est placé en champ proche, et il n'est alors pas possible de connaître la contribution de chaque phase.

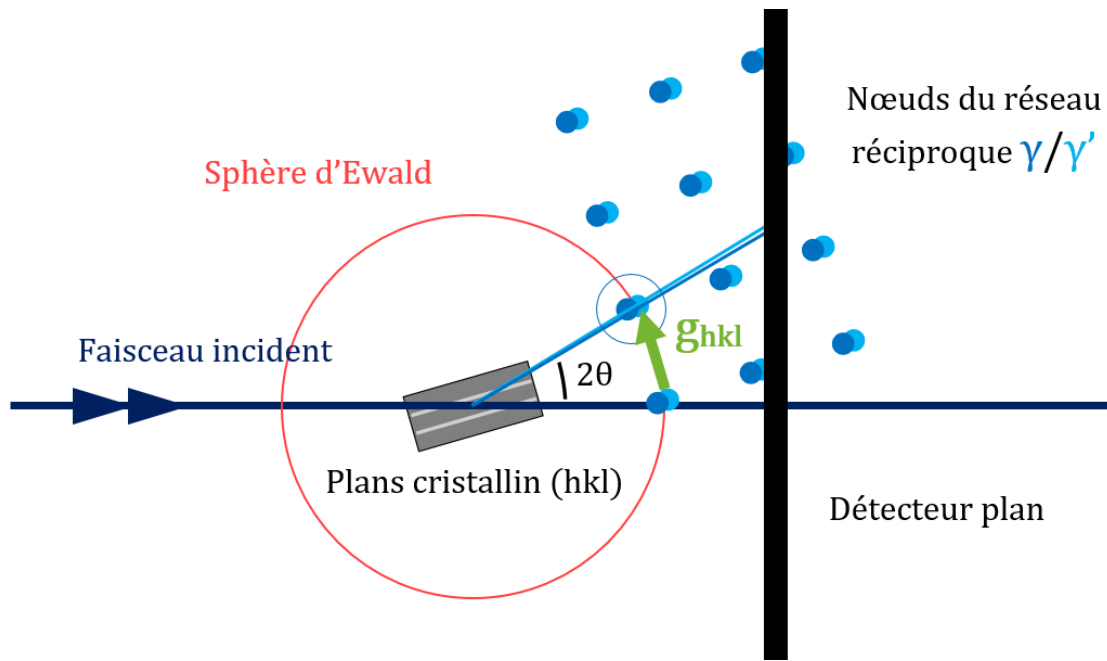


Figure 50 – Représentation de la sphère d'Ewald et des rayons diffractés dans le cas d'un superalliage monocristallin constitué de la phase γ et γ' .

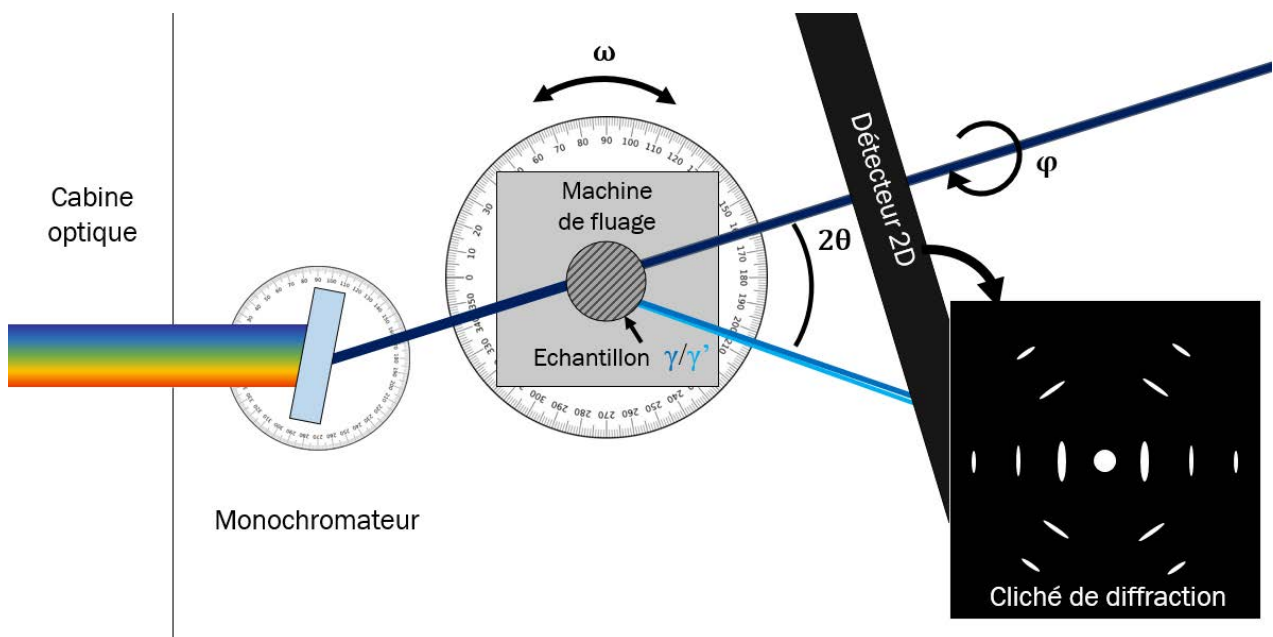


Figure 51 - Représentation de la diffraction à deux cristaux en champ proche et cliché de diffraction type

La mesure exacte de l'angle de Bragg θ est nécessaire pour déterminer les paramètres de maille, calculés à partir des distances interréticulaires d_{hkl} [Équation 38]. Les variations relatives de d_{hkl} sont obtenues en dérivant l'Équation 38 et dépendent de $\tan \theta$ [Équation 39] :

$$\text{Équation 39} \quad -|\Delta\theta| = \tan\theta \frac{\Delta d_{hkl}}{d_{hkl}}$$

La longueur d'onde λ choisie du rayonnement synchrotron monochromatique est courte, amenant à de petits angles θ , et donc à de petites valeurs de $\tan \theta$. En conséquence, la sensibilité aux variations de paramètre de maille est faible. Cependant, l'utilisation d'une technique de diffraction haute résolution permet d'avoir une résolution angulaire suffisante pour distinguer les deux phases tout en ayant une bonne définition des pics de diffraction.

Dans les paragraphes suivants, deux techniques de diffraction haute résolution sont décrites pour ensuite comparer leurs avantages et inconvénients. La première correspond à la diffraction à trois cristaux (TCD) qui a été utilisée dans les travaux de Laura Dirand [2]. Pour la seconde, il s'agit d'une technique à deux cristaux (DCD) à champ lointain qui a été développée durant cette thèse.

2. La diffraction à trois cristaux TCD

La diffraction à trois cristaux (TCD) est connue comme étant une technique ayant une haute résolution du réseau réciproque [80]. La spécificité de cette technique est la mesure réalisée non pas sur l'ensemble du réseau réciproque (RR) de l'échantillon, mais uniquement sur l'un des nœuds du RR.

Le dispositif (voir Figure 52) comporte trois cristaux [81] : le premier est le monochromateur, le second l'échantillon et le dernier l'analyseur (l'analyseur, l'échantillon et le monochromateur sont placés dans une configuration non dispersive (+-+)).

Le faisceau polychromatique est tout d'abord, diffracté par le monochromateur, qui est incliné de manière à sélectionner une seule longueur d'onde du rayon incident. Puis ce faisceau monochromatique traverse l'échantillon massif et diffracte selon les conditions de Bragg. L'épaisseur traversée T est optimisée pour avoir le meilleur ratio entre l'intensité de diffraction et l'absorption (c'est-à-dire $\mu T \approx 1$) qui est donné par l'Équation 40.

$$\text{Équation 40} \quad I_T = I_0 \exp(-\mu T)$$

Avec :

- I_T : intensité de diffraction atténuée
- I_0 : intensité non atténuée
- μ : coefficient d'absorption totale
- T : épaisseur traversée

L'échantillon peut alors être tourné sur lui-même selon un angle ω pour amener la famille de plans voulue en condition de diffraction (ici (200), perpendiculaire à l'axe de traction). La recherche de cet angle est la première chose à réaliser avant de commencer un essai.

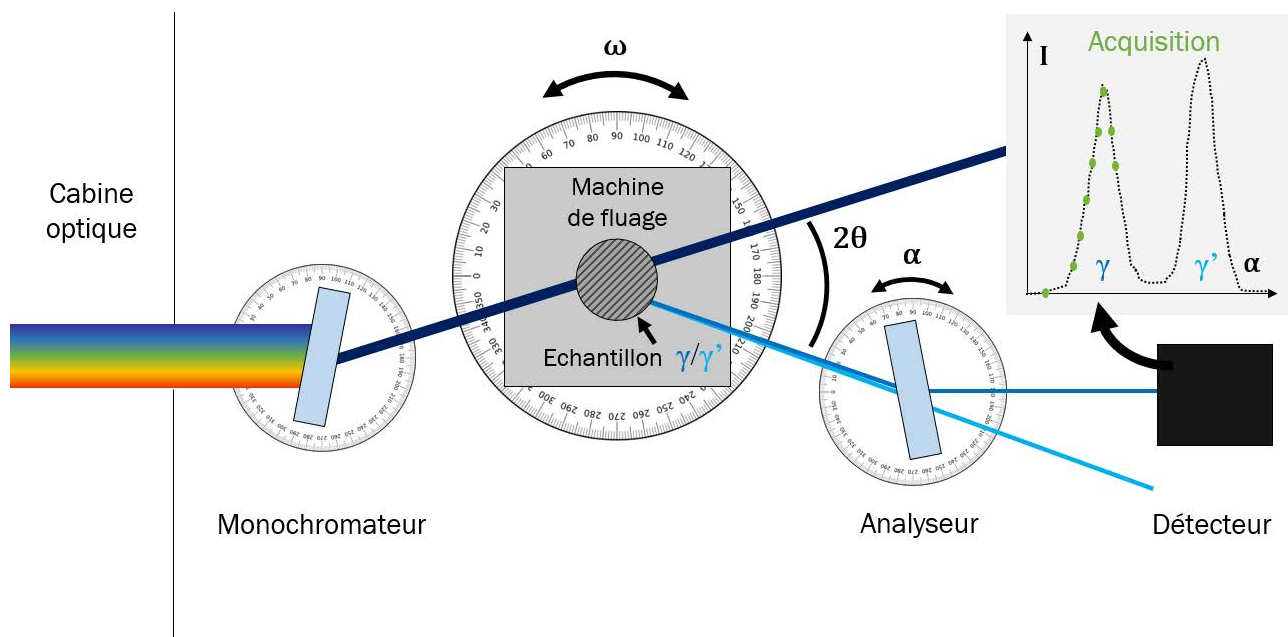


Figure 52 – Installation TCD pour l'étude d'un superalliage monocristallin

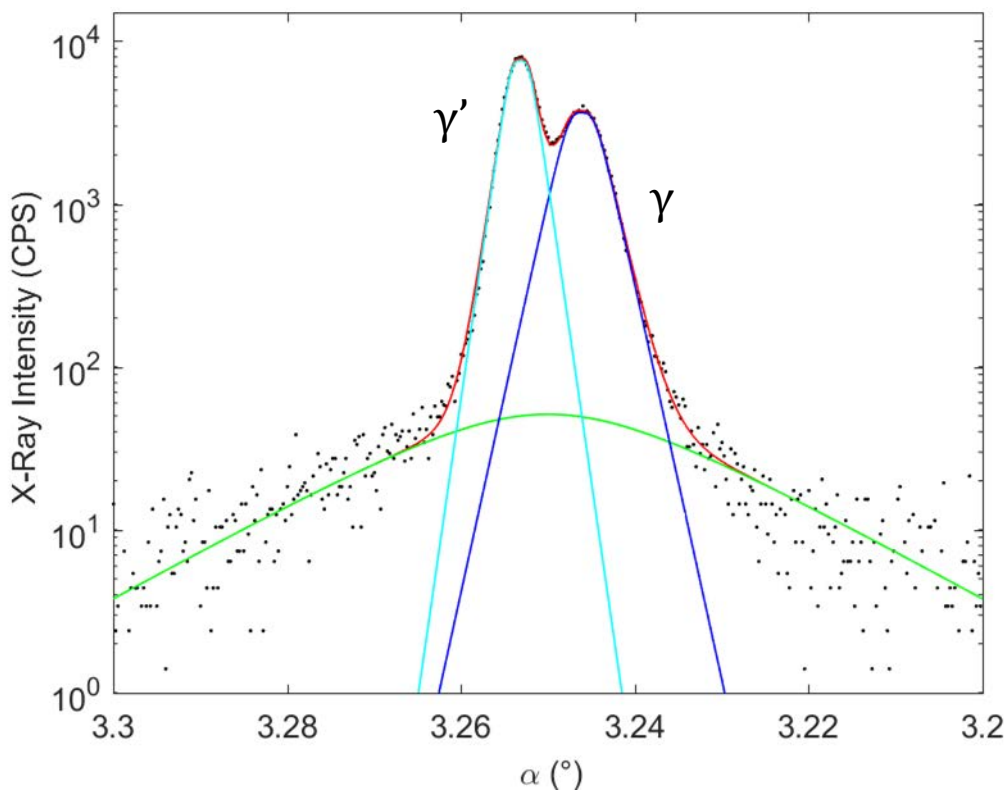


Figure 53 – Diagramme de diffraction de (200) en échelle logarithme obtenu par TCD [2] les points sont les mesures, les lignes correspondent aux ajustements mathématiques

Une fois que l'échantillon est en condition de Bragg pour (200), le rayon diffracté par l'échantillon est diffracté une troisième fois par l'analyseur et enregistré par un détecteur [Figure 52]. Ce détecteur est sélectif en énergie, ce qui permet d'éliminer les longueurs d'ondes parasites (fluorescence). La première rotation ω de l'échantillon donne accès à l'orientation locale de la zone du matériau en position de diffraction. Un diffractogramme complet [Figure 53] selon la direction g_{hkl} est enregistré durant un balayage $\theta/2\theta$ en réalisant une rotation simultanée de ω et α ($\Delta\alpha = 2\Delta\omega$). Les pics apparaissant l'un après l'autre (sur la Figure 52, en pointillé le spectre final, en vert les points d'acquisition déjà enregistrés pour chaque rotation ω , α , 2θ déjà effectuée).

Le TCD a été utilisé durant la thèse de Laura Dirand [2] pour réaliser des essais de fluage *in situ*, sur l'AM1, avec des sauts de contraintes. Les expériences ont été faites à deux énergies : 120KeV ($\lambda=0.01m$) à HASYLAB (ligne P07) et 150KeV ($\lambda=0.008m$) à l'ESRF (ligne ID15A). Le monochromateur et l'analyseur sont des monocristaux de silicium d'orientation (311) afin d'avoir la meilleure résolution possible de l'instrument (largeur de pic, $\Delta E/E$) [81]. Les éprouvettes cylindriques ont un diamètre de 3.4mm et le volume traversé par le rayonnement synchrotron est de 0.1mm*0.5mm*3.4mm, ce qui est suffisant pour avoir une bonne représentation statistique (considérant les espaces dendritiques et interdendritiques)[2]. Le détecteur est un compteur de photons Germanium de la marque Canberra : le courant mesuré étant proportionnel au coups/nombre de photons par seconde.

Un enregistrement du diffractogramme γ/γ' prend environ 5 minutes, les paramètres de mailles sont estimés après ajustement mathématique avec une précision angulaire de 0,1 seconde arc et une précision relative $\Delta_{2\theta}/2\theta$ de 10^{-5} .

3. La diffraction à deux cristaux DCD en champ lointain

Pour obtenir des mesures en temps réel et suivre des transitions rapides, il a été nécessaire d'améliorer la fréquence d'acquisition. Le choix fait a été de réaliser une installation qui réduit la résolution angulaire au profit d'un enregistrement plus rapide. La diffraction des rayons X par deux cristaux (DCD) est habituellement utilisée avec une caméra champ proche [Figure 51] pour enregistrer la totalité du cliché de Laue en instantané [78]. Les contributions de chaque phase ne peuvent pas être séparées : les taches de diffractions englobent celles des deux phases. Mais lorsqu'une caméra similaire est placée en champ lointain [Figure 54], la différence angulaire entre γ/γ' peut être mesurée avec une meilleure précision. En effet, plus la distance échantillon-détecteur est grande, plus la tache s'élargit et meilleure est la résolution [82, 83].

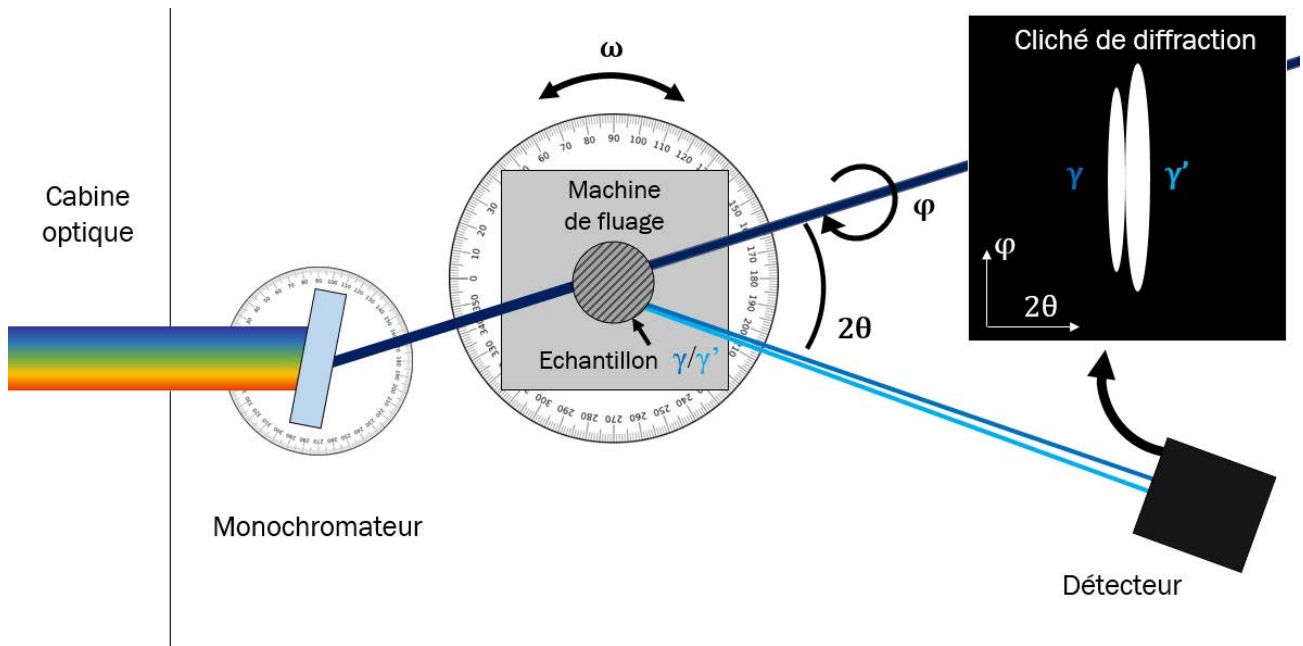


Figure 54 – Représentation de la diffraction à deux cristaux DCD en champ lointain

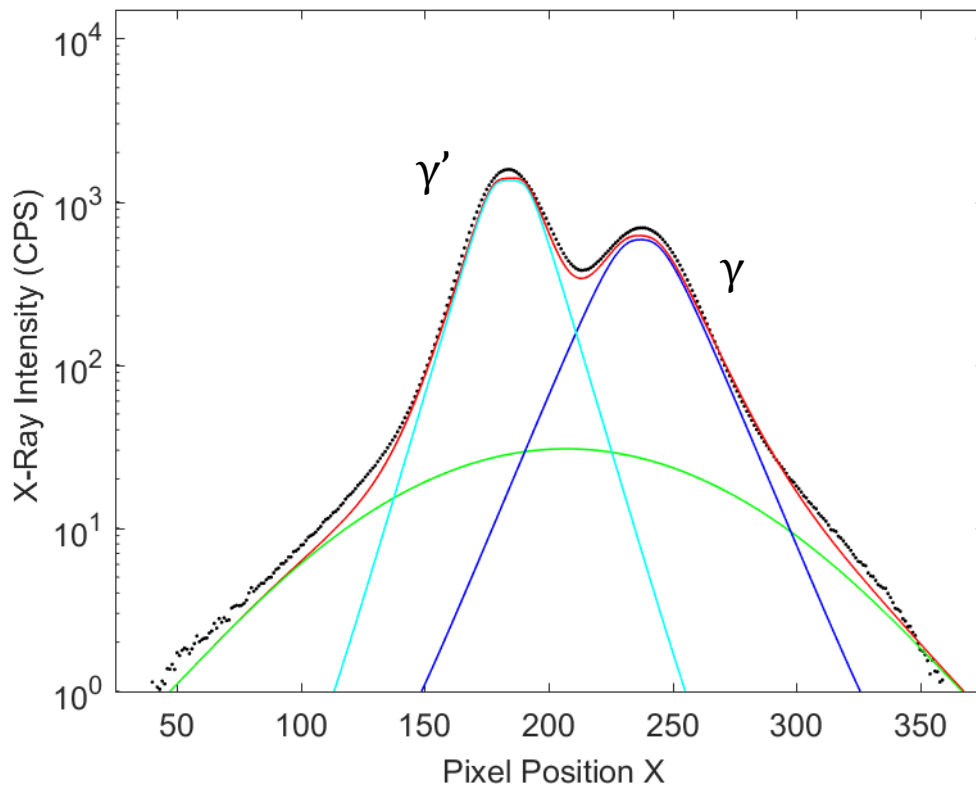


Figure 55 – Diagramme de diffraction de (200) en échelle logarithme obtenu par DCD les points sont les mesures, les lignes correspondent aux ajustements mathématiques expliqués pages 104

Avant de commencer un essai, l'orientation complète de l'échantillon est observée grâce à la caméra champ proche. Comme pour la TCD, l'échantillon est alors tourné sur lui-même d'un angle ω pour mettre en condition de Bragg le plan (200). Durant l'essai, cette caméra est retirée afin de laisser le faisceau diffracté arriver sur la caméra en champ lointain.

Les expériences ont été réalisées sur la ligne ID11 de l'ESRF [Figure 56] avec un monochromateur en silicium (111). Celui-ci est orienté de manière à obtenir un rayonnement de 67KeV ($\lambda=0.0185\text{nm}$), en dessous du seuil K du W ou Ta (éléments présent dans l'AM1). Les éprouvettes cylindriques ont un diamètre de 2mm pour optimiser le ratio intensité/absorption [Équation 40] et le volume analysé est de 1.2mm*0.050mm*2.00mm. Le détecteur est une caméra 2D FReLoN 2000*2000 pixels ayant une taille de pixel de 50 μm *50 μm . L'image enregistrée en deux dimensions : X et Y, respectivement liées à l'angles 2θ et à l'angle azimutal φ (comme le détecteur est loin, les variations angulaires sont petites et peuvent être considérées linéaires). Les dimensions de la salle expérimentale étant limitées, la caméra est placée le plus loin possible de l'échantillon, c'est à dire à 8,50m [Figure 57]. Elle est déplacée horizontalement d'environ 0,85 m du faisceau transmis (selon l'angle 2θ) et à 0,1 m verticalement pour compenser l'angle azimutal de 6,5° de la tache de diffraction (200). La résolution de la caméra utilisée est de 50 μm *50 μm (=1 pixel). Ainsi la précision brute estimée en $\Delta 2\theta$ est de 10^{-4} . Grâce à l'ajustement mathématique (détaillé dans le chapitre 3 [p104]), elle est améliorée jusqu'à 10^{-5} , ce qui est donc aussi précis que la technique TCD. L'erreur sur la position des pics est principalement due à l'alignement [78, 82]. À titre d'exemple, la Figure 55 correspond à un diffractogramme enregistré par cette technique.

Avec ce type d'installation expérimentale, deux types de mesures ont été effectués :

- La première consiste à enregistrer une image 2D intégrée [Chapitre 3 - Figure 89] durant une rotation de ω autour de la diffraction de (200). Cette rotation permet d'avoir une meilleure statistique et d'éviter la perte des conditions de Bragg durant un test *in situ*. Ainsi pour un $\Delta\omega$ de 2.6°, l'acquisitions prend uniquement 7 secondes. Ce temps est bien inférieur aux durées des transitions étudiées et permet des mesures en temps réel.
- Le deuxième type d'acquisition est nommé « scans » 3D : une série de 20 images 2D de la tache de diffraction (200) sont prises à des angles ω distincts [Chapitre 3 - Figure 83]. Le pas entre images est de $\Delta\omega = 0.05^\circ$. Cette séquence d'image est enregistrée en seulement 40 secondes et donne une vue complète du profil de diffraction selon les différents angles 2θ , φ et ω .

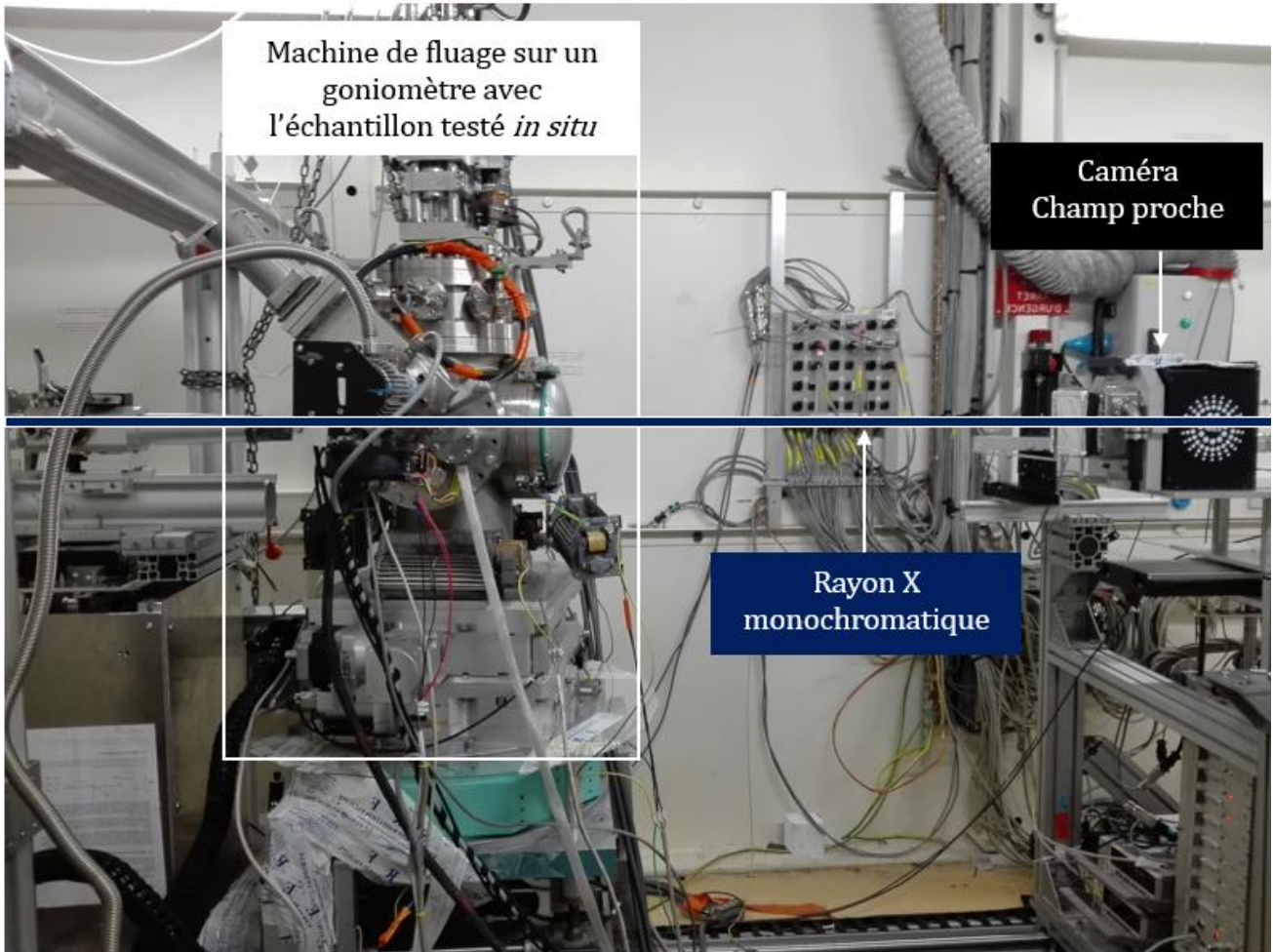


Figure 56 – Photos de l'installation DCD

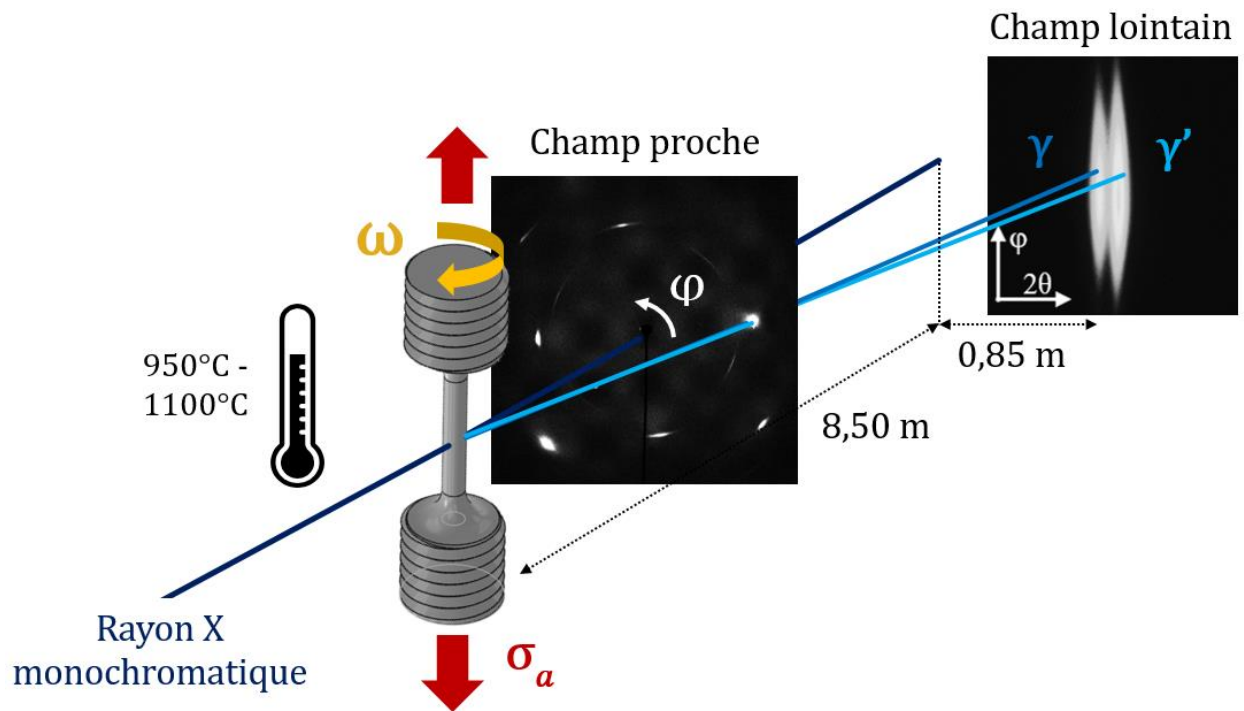


Figure 57 – Représentation de la DCD sur nos échantillons avec les clichés correspondant en champ proche et champ lointain

Même si ces deux différentes techniques donnent toutes les deux accès aux mesures de désaccord paramétrique durant un essai *in situ*, elles ne peuvent pas être comparées directement entre elles. En effet, elles ne fournissent pas le même type de diffractogramme. Pour les mesures faites par TCD [2, 71, 72], le spectre de diffraction est en 1D selon l'angle α (2θ) pour un scan ω avec un volume testé de $0,186\text{mm}^3$ (largeur des fentes : $50\ \mu\text{m}$). Tandis que pour les mesures réalisées avec la DCD, les images sont enregistrées en 2D ou en 3D avec un volume testé de $1,86\text{mm}^3$. La précision angulaire en TCD est similaire à celle en DCD mais l'acquisition d'un profil de diffraction avec cette nouvelle technique est beaucoup plus rapide [Tableau 5].

| | TCD | DCD champ lointain |
|---|--------------------|--------------------|
| Energie | 120 KeV | 67 KeV |
| Diamètre échantillon | 3,4 mm | 2 mm |
| Volume traversé par les X | $0,175\text{mm}^3$ | $1,86\text{mm}^3$ |
| Mesure de δ_{\perp} effectuée sur scan de type | $I=f(\alpha)$ | $I=f(2\theta)$ |
| Précision après ajustement mathématique | $\sim 10^{-5}$ | $\sim 10^{-5}$ |
| Intensité des pics | $\sim 10^4$ | $\sim 10^3$ |
| Temps acquisition | 5 minutes | 7 secondes |

Tableau 5 - Tableau comparatif des paramètres lors des campagnes TCD et DCD en champ lointain pour les mesures de δ_{\perp}

4. Machine de fluage

L'échantillon est maintenu, au centre d'un four, dans les mors d'une machine de traction pour réaliser des expériences de fluage *in situ*. Cette machine spécialement conçue pour ce type d'essais au synchrotron est placée sur le goniomètre du diffractomètre.

Cet appareil a déjà été utilisé de nombreuses fois, notamment pour des essais par TCD et a déjà été décrite en détail dans des publications [84] ou dans des thèses [2]. Cette machine de traction est optimisée pour être facilement transportable et adaptable aux lignes des synchrotrons. Dans les zones traversées par les rayons X les matériaux de fabrication (aluminium et carbone) de la machine sont peu absorbants pour le rayonnement synchrotron.

Les mors sont en TZM (alliage de molybdène), dont celui du bas est fixe et celui du haut est mobile. Ce dernier bouge grâce à un moteur pas à pas pour faire de la traction ou de la compression. La force est enregistrée grâce à une cellule de force de 5KN, qui est très sensible aux ondes parasites. L'allongement de l'échantillon est mesuré grâce à deux capteurs de déformation LVDTs (Linear Variable Differential Transformer) ayant des gammes de mesure de $\pm 10\text{mm}$ et $\pm 1\text{ mm}$ (avec une résolution de $0,5\mu\text{m}$ pour ce dernier).

Pour nos essais de fluage, il est nécessaire de chauffer les échantillons. L'échantillon est placé dans un four avec des résistances en graphites (2Ω chacune) pour un chauffage par effet joule. La température est mesurée par trois thermocouples-K, deux placés aux mors aux extrémités de l'échantillon et le dernier au centre. Ils permettent de suivre le gradient de température [Figure 59] : le milieu de l'échantillon étant la zone de plus haute température [2].

Afin d'éviter l'oxydation de l'échantillon et de l'appareil, le tout est placé dans une chambre sous vide ayant la capacité de réaliser un vide secondaire (10^{-4} Pa) [Figure 58]. Le four est refroidi grâce à une circulation d'eau froide et ses fenêtres en aluminium par des ventilateurs placés à l'extérieur.

L'appareil complet est placé sur un goniomètre HUBER, dans la salle de diffraction du synchrotron, séparé de la salle de contrôle. Un ordinateur est connecté à la cellule de force, aux LVDTs, et aux thermocouples : il permet à la fois de contrôler et d'enregistrer les mesures grâce à un programme LabView.

Étant une machine faite sur-mesure, les réparations et l'entretien se font par nos soins. Lors du début de la thèse quelques difficultés ont été rencontrées durant sa remise en route. Notamment en ce qui concerne l'alignement entre le four, la cellule de force et la partie mobile, qui est nécessaire pour ne pas induire du cisaillement en plus de la traction. Des résistances et des écrans ont été découpés sur-mesure à partir de plaques de graphites. Le travail sur le graphite est délicat car celui-ci est extrêmement fragile, et se dégrade rapidement à haute température. Un stock a été réalisé afin de ne pas être en pénurie lors de la semaine d'essais au synchrotron. Le montage du four dans la chambre à vide est assez laborieux et requiert de la pratique et de la patience. Celui-ci doit être placé avec minutie afin de veiller au bon contact des résistances avec l'alimentation. Durant l'essai, l'enjeu est de garder un vide secondaire tout en ayant une température élevée constante.

Pour faciliter la manipulation de cette machine, une notice d'utilisation a été rédigée dans un cahier de laboratoire durant cette thèse

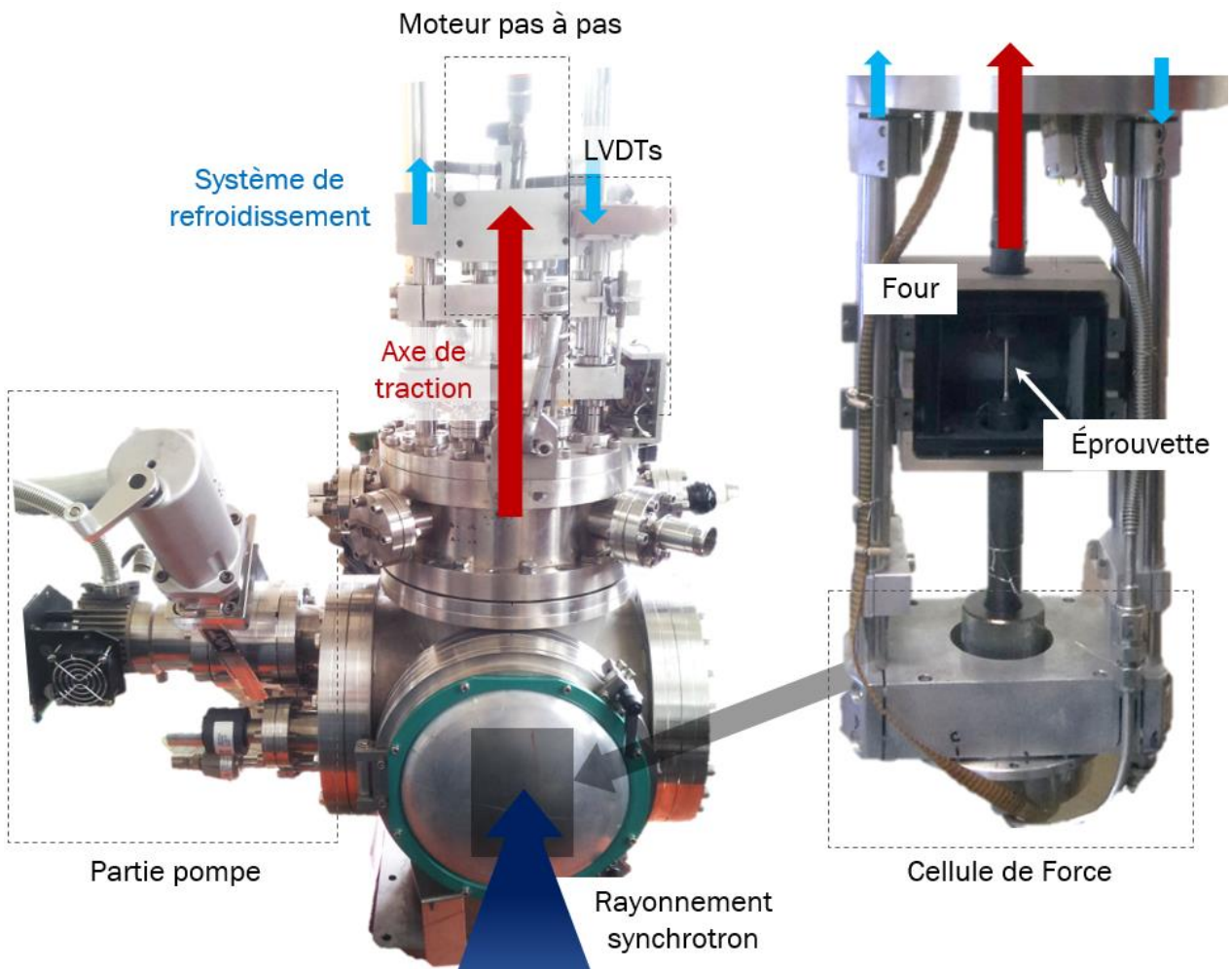


Figure 58 - Détails de la machine de fluage

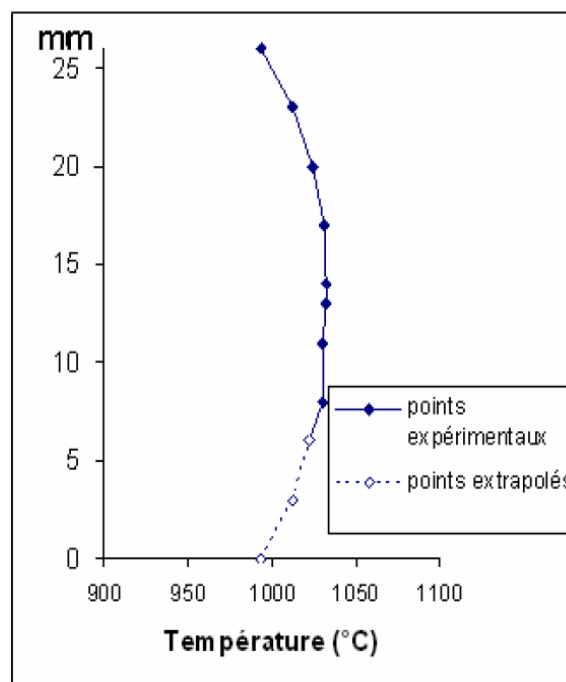


Figure 59 - Exemple du profil de température sur la hauteur de l'éprouvette [2]

II. TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

1. Interaction rayonnement-matière

Les techniques de caractérisation utilisées durant cette thèse se basent sur l'interaction entre les électrons et la matière. La microscopie électronique repose sur la détection de ces différents types d'émission lorsqu'un échantillon est bombardé par des électrons tel que représenté sur la Figure 60.

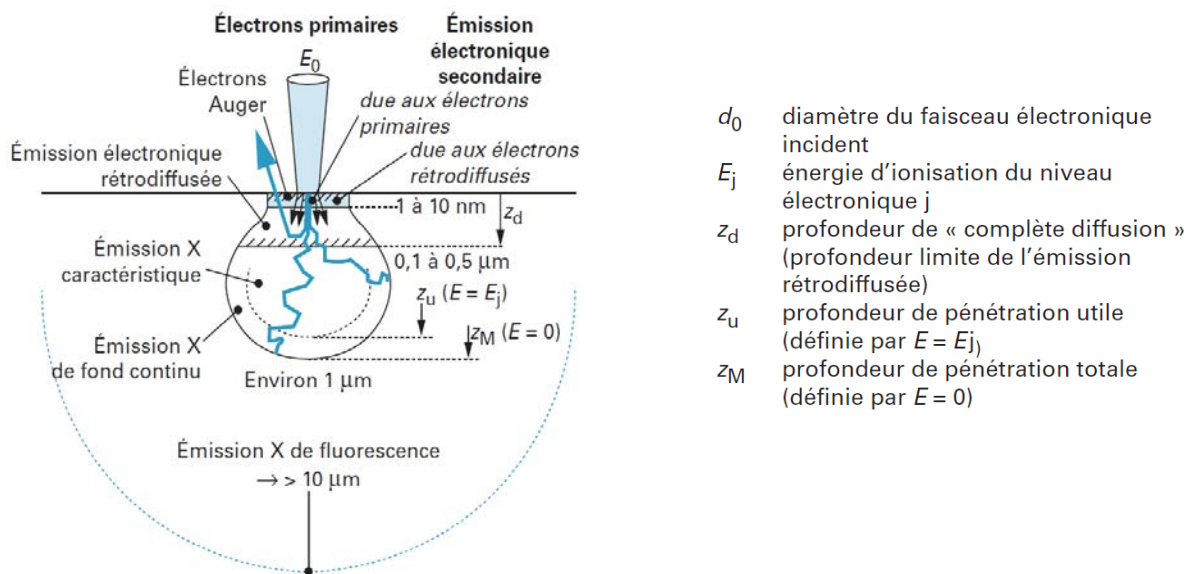


Figure 60 - Représentation de la poire d'interaction [85]

En microscopie électronique à balayage (MEB), l'échantillon est massif et l'utilisation des électrons secondaire SE permet alors d'observer le relief de l'échantillon, tandis que les électrons rétrodiffusés BSE offrent un contraste de composition. La résolution est de l'ordre du micromètre [86].

La microsonde de Castaing (EPMA) est une technique analysant les émissions X par spectroscopie à dispersion de longueur d'onde (WDS) couplée à de l'imagerie électronique à balayage. Ainsi il est possible d'avoir des informations sur la composition de l'échantillon à l'échelle du μm^3 et de réaliser une cartographie d'éléments [88].

L'EBS (Electron BackScattered Diffraction) est un outil reposant sur la diffraction des électrons rétrodiffusés (BSE) au sein d'un MEB. Elle donne accès à la texture cristallographie en surface d'un matériau [87].

La microscopie électronique à transmission (MET) est une méthode de caractérisation reposant essentiellement sur ce faisceau transmis lorsque l'échantillon est suffisamment fin ($\sim 100\text{nm}$) [91], et les observations sont alors de l'ordre du nanomètre (voir même inférieur). Elle offre la possibilité de réaliser de la diffraction électronique et également d'avoir un contraste mettant en valeur des défauts cristallins, comme les dislocations.

2. Préparations des échantillons pour le MEB, l'EPMA et l'EBSD

Après un essai de fluage, les éprouvettes cylindriques sont découpées à l'aide d'une scie à disque (disque 40A15 pour une dureté de l'AM1 de 440Hv [93]). Les têtes sont enlevées et un quart de la partie utile restante est destiné aux observations MEB, EPMA et EBSD tandis que les trois autres quarts sont réservés pour les lames MET tel que schématisé sur la Figure 61.

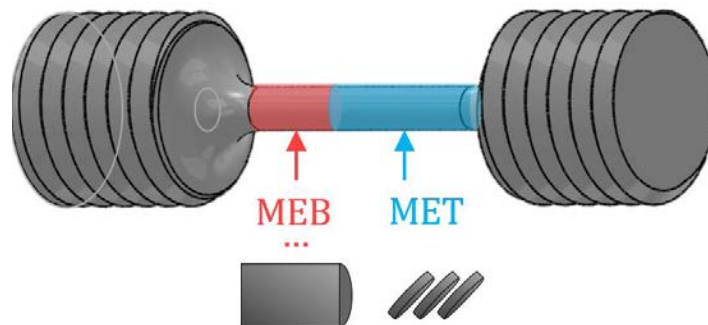


Figure 61 – Représentation de l'utilisation des parties découpées sur une éprouvette

La face observée au MEB est parallèle à l'axe de traction qui est selon l'axe des dendrites. Cela permet d'examiner, le long de l'éprouvette, l'évolution de la microstructure.

L'échantillon est enrobé dans une résine conductrice qui contient des particules de cuivres.

Il est ensuite poli de manière mécanique avec des disques de carbures de silicium puis avec des disques feutrés (réservé au polissage de l'AM1) et de la pâte diamantée en passant par les granulométries inscrites dans le Tableau 6. Ce polissage nécessite de la patience pour obtenir un poli miroir car régulièrement de petites particules de carbures se détachent et viennent rayer la surface.

| Indice | 800 | 1200 | 2400 | 4000 | Pâte diamantée | | |
|---------------------------------|-----|------|------|------|----------------|---|---------------|
| Granulométrie (μm) | 22 | 14 | 8 | 5 | 3 | 1 | $\frac{1}{4}$ |

Tableau 6 – Granulométries des disques de polissage utilisés

Afin de distinguer les deux phases au MEB il est nécessaire d'avoir des inégalités de surface. Pour cela, une attaque chimique est ensuite réalisée afin de dissoudre la phase γ' et de mettre en relief la phase γ [Figure 63]. Une solution de $\frac{2}{3}\text{HCl}$ et $\frac{1}{3}\text{HNO}_3$ a été utilisée pendant une durée d'environ 15 secondes. Ce mélange est conservé au réfrigérateur entre chaque utilisation.

Une fois l'observation au MEB finie, l'échantillon est des-enrobé mécaniquement puis collé sur un plot de polissage. La face restée intacte est polie grossièrement afin d'avoir un faux plat. Puis la seconde face est à nouveau polie mécaniquement de la même manière que précédemment. L'échantillon est ensuite collé avec de la colle d'Argent sur des socles. Du ruban adhésif de cuivre est utilisé pour garder le tout conducteur.

3. Utilisation du MEB

Des clichés MEB ont été pris dans le but de caractériser la microstructure des échantillons. Ils ont été enregistrés grâce à un détecteur SE ou un détecteur SE in-lens (TLD) pour les forts grossissements. Le microscope utilisé est un Philips/FEI XL30 S-FEG avec une tension accélératrice de 5kV, une taille de spot de 3 et une distance de travail de 5mm.

Au minimum 5 images prises à des positions différentes sont analysées avec le même grossissement : pour les microstructures initiales x50 000 ou x35 000 et x12000 pour les microstructures en radeaux.

Les étapes de l'analyse d'image, réalisés grâce au logiciel ImageJ, sont alors les suivantes [Figure 63] :

- Amélioration du contraste pour mieux distinguer les précipités de la matrice
- Seuillage (Threshold) et binarisation afin de séparer l'image en deux niveaux : blanc et noir, par exemple blanc pour les précipités tel que représenté sur la Figure 63b.
- Après ce seuillage, certains radeaux proches sont confondus. Afin de les séparer une segmentation (Watershed) est réalisée de manière ajustable manuellement afin de bien les délimiter [Figure 63c].
- Puis, le logiciel permet l'analyse des particules avec les options suivantes :
 - %Area : qui donne la fraction surfacique en fonction du nombre de pixel occupée par γ'
 - Width et Height, qui permet de déterminer la largeur et longueur moyennes pour les précipités lorsqu'ils sont de forme cubiques
 - Feret Diameter qui correspond à la longueur des radeaux. Celui-ci est le diamètre le plus grand en considérant la particule comme représentée sur la Figure 62.
 - Min Feret a été utilisé pour déterminer l'épaisseur des radeaux γ' et des couloirs γ car il correspond au plus petit diamètre de Feret calculé pour chaque particule

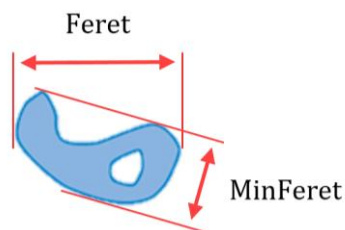


Figure 62 – Représentation des diamètres de Feret pour une particule

Lors du refroidissement, la sursaturation de la phase γ' provoque une précipitation tertiaire dans la phase γ [95]. Ces précipités ne sont pas pris en compte et sont « effacés » de la microstructure lors de l'analyse d'image en remplissant ces particules par la couleur opposée tel que sur la Figure 63c. Sur les clichés pris en SE, les précipités sont en sombre et la matrice γ en claire suite à l'attaque chimique [Figure 63].

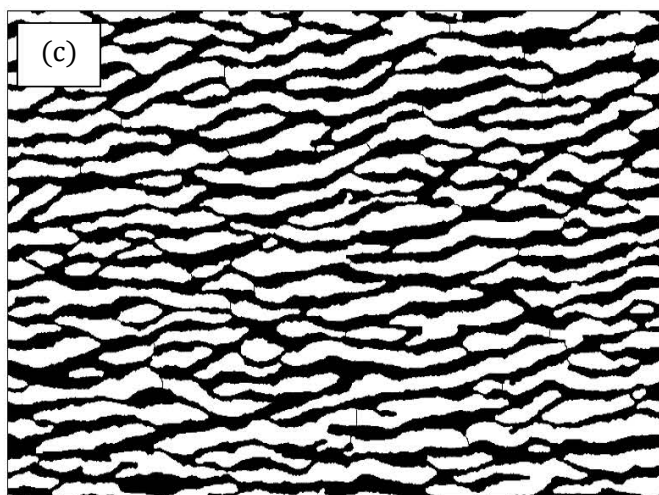
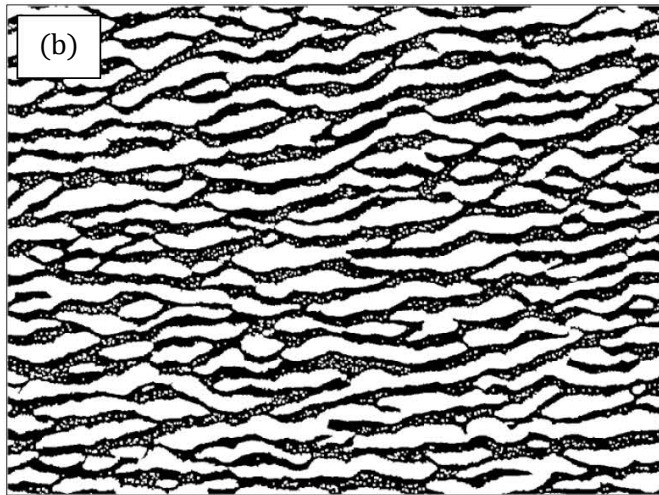
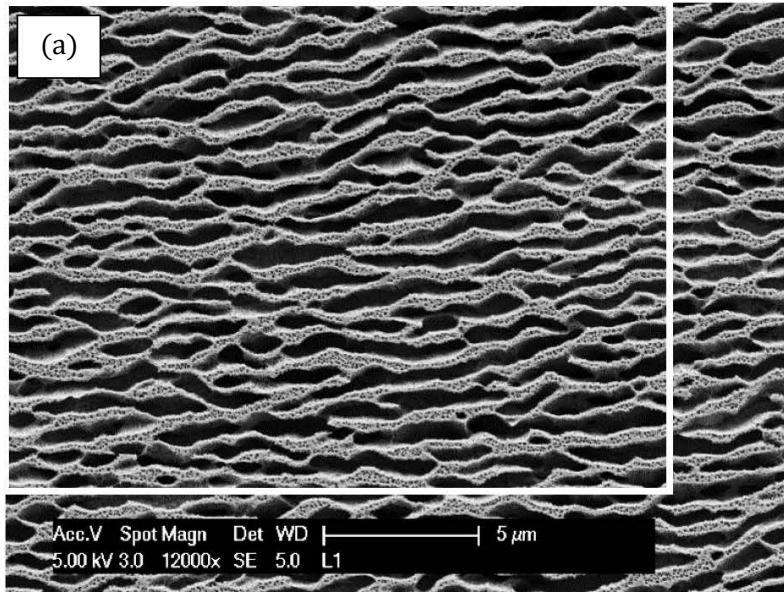


Figure 63 – Analyse d'image d'un cliché MEB d'un échantillon présentant une microstructure en radeau
(a) image d'origine avec contraste amélioré
(b) image seuillée
(c) après la segmentation et l'effacement des précipités secondaires

4. Utilisation de l'EPMA

La microsonde de Castaing (EPMA) a permis de réaliser des cartographies d'éléments à la surface de l'échantillon. Le modèle utilisé est le JEOL JXA 8530-F avec une tension de 20kV, un courant de 200nA, le temps de passage par pixel est de 2 millisecondes (l'image est de 1000*1000 pixels) avec un cristal de type LiF. 30 passages ont été nécessaires pour avoir une cartographie avec un contraste suffisant, ce qui correspond à environ un jour et demi d'analyse en continu. Les éléments analysés ont été le W, Cr, connus pour être plus présents dans les dendrites, et également Al, Ta, dans les zones inter-dendritiques [39]. Les cartographies EPMA ne sont que qualitatives.

5. Utilisation de l'EBSD

Afin d'observer les désorientations à l'intérieur de notre monocristal, des cartographies ont été réalisées dans un MEB FEI Quanta 650 FEG équipé d'un détecteur EBSD à l'Institut Jean Lamour. Ce travail est similaire à celui décrit dans les travaux de Farangis Ram [42]. La tension d'accélération utilisé est de 20kV avec un spot 5, la « Hough resolution » est de 55, sans fond statique avec un pas de 1.5 μm .

Les images sont ensuite traitées avec le logiciel TANGO, en utilisant l'option « Texture component ». Ainsi est calculé et représenté la différence d'orientation de chaque pixel en fonction d'angles d'Euler définis arbitrairement (pixel de référence). Des images complémentaires ont également été prises et traitées par Nathalie Gey au LEM3 (Metz).

6. La diffraction électronique au MET

Les images MET réalisées lors de ce projet sont prises en contraste de diffraction afin de distinguer les dislocations. Selon l'inclinaison de l'échantillon, les plans en condition de Bragg diffractent donnant accès aux taches de diffraction (réseau réciproque). L'indexation de ces taches permet de remonter à l'orientation locale de la zone traversée par le faisceau d'électrons [89]. Les axes cristallographiques de zones sont référencées dans des tables permettant de les identifier rapidement [Figure 64 et Annexe p178].

Lorsque l'échantillon présente une épaisseur suffisante, il y a l'apparition de paires de lignes brillantes et sombres sur les diagrammes de diffraction en plus de ces taches de diffraction. Ces paires de lignes de Kikuchi sont liées à l'orientation du cristal et se déplacent lors de son inclinaison, passant par nœud du réseau réciproque se croisant aux niveau d'axes de zones [91]. En suivant une ligne de Kikuchi, c'est à dire en effectuant des doubles rotations du porte échantillon [Figure 65], un seul vecteur de diffraction \mathbf{g}_{hkl} [Figure 50] peut être sélectionné. Dans ces conditions uniquement les zones diffractant au vecteur \mathbf{g}_{hkl} choisi apparaissent sombres (en champ clair) : il s'agit du mode appelé deux ondes. Pour les dislocations, le meilleur contraste est obtenue pour un vecteur \mathbf{s} (écart à l'angle de Bragg [90]) faiblement positif tel que représenté sur la Figure 66. L'acquisitions des clichés MET de cette thèse ont été pris dans ces conditions (2 ondes pour un \mathbf{g}_{hkl} spécifique avec $s > 0$).

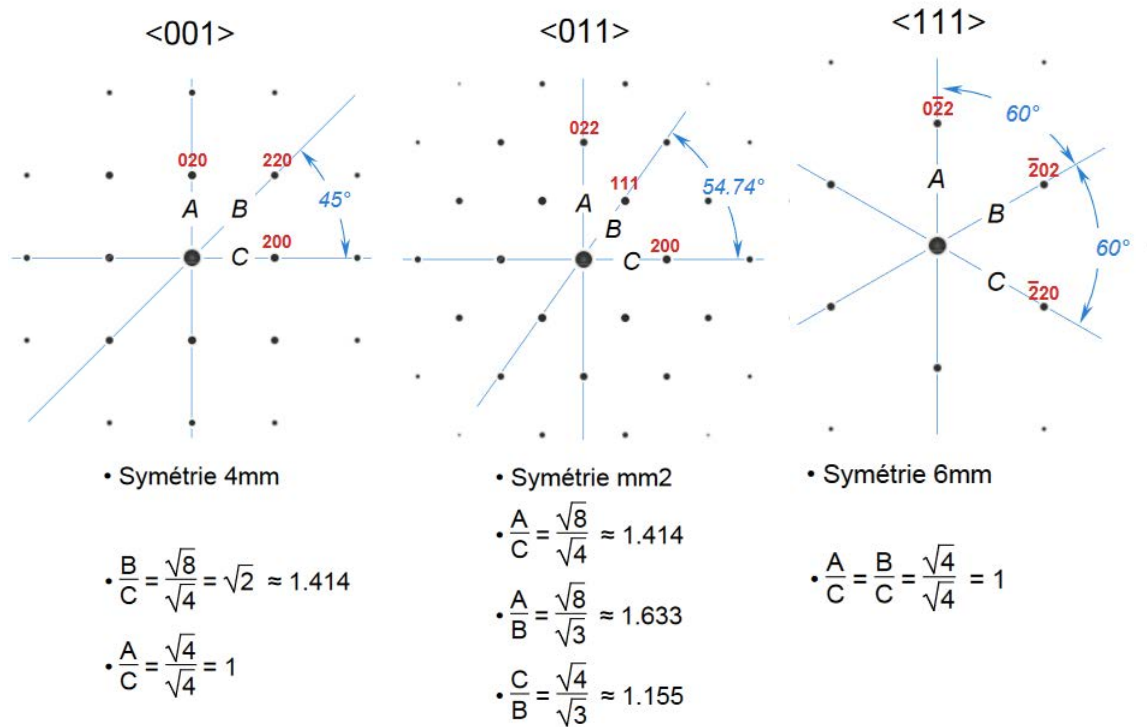


Figure 64 - Principaux axes de zone d'un CFC [89]

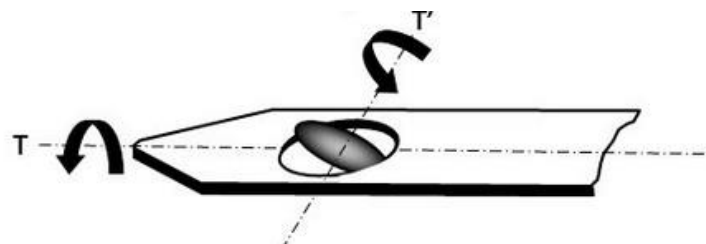


Figure 65 - Représentation d'un porte échantillon MET double tilt [89]

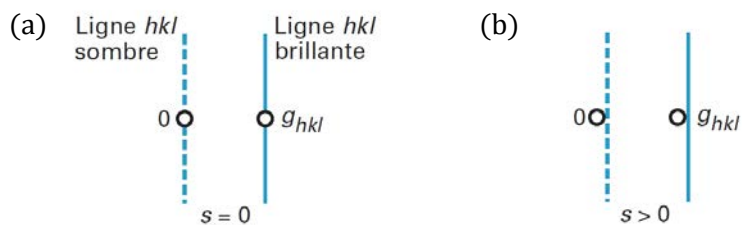


Figure 66 - Représentation des lignes de Kikuchi en deux ondes pour des conditions exacte de Bragg (a) et pour s petit et positif (b) [90]

a. Extinction des dislocations

Pour déterminer le vecteur de Burgers \mathbf{b} de dislocation, il est nécessaire de prendre des clichés avec au moins deux \mathbf{g}_{hkl} différents [92] pour lesquelles les dislocations sont en conditions d'extinctions. Pour les dislocations vis, il suffit d'avoir le critère d'extinction $\mathbf{g}\cdot\mathbf{b}=0$ pour qu'elles ne soient pas visibles. Tandis que pour les dislocations coins, il est nécessaire d'avoir simultanément $\mathbf{g}\cdot\mathbf{b}=0$ et $\mathbf{g}\cdot\mathbf{b}\times\mathbf{u}=0$. Cependant, si seule la première condition est respectée alors le contraste de la dislocation diminue et il y a un contraste résiduel [89]. Notre étude au MET concerne uniquement les dislocations contenues dans les radeaux γ' et il s'agit de dislocations coins (donc présentant un contraste résiduel) ayant pour vecteurs de Burgers : a' [001], a' [100] et a' [010].

Pour obtenir une extinction d'une dislocation [100], il faut se placer avec un \mathbf{g}_{hkl} qui est par exemple de type [022]. Un tel \mathbf{g}_{hkl} est disponible proche d'un axe de zone $\langle 011 \rangle$ [Figure 64]. L'utilisation des axes de zones $\langle 100 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ est nécessaire pour l'identification complète des dislocations dans γ' .

Afin d'observer toutes les dislocations présentes dans γ' en un seul cliché MET (c'est-à-dire ne pas avoir d'extinctions), un \mathbf{g}_{hkl} de type $\langle 111 \rangle$ a été utilisé. La densité de dislocations au sein de γ' est estimée grâce à ce vecteur de diffraction.

Par ailleurs, le porte échantillon est limité en termes des deux angles d'inclinaison ($\pm 30^\circ$ et $\pm 45^\circ$), l'échantillon doit être préparé de manière à pouvoir avoir alors accès à ces trois axes. Les lames sont orientées selon le plan (201) (tel qu'expliqué dans la thèse de Laura Dirand [2]). La projection stéréographique est représentée sur la Figure 67 et montre les axes de zones accessibles au MET.

7. Préparation des Lames MET

À partir des $\frac{3}{4}$ de l'éprouvette restants [Figure 61], des échantillons sont découpés en tranche selon le plan (201) afin d'avoir accès aux axes de zones nécessaires pour l'observation au MET.

La face perpendiculaire à l'axe de traction est polie mécaniquement jusqu'à un papier de grade 4000 [Tableau 6] puis son orientation est déterminée à l'aide d'un diffractomètre de Laue. L'échantillon est ensuite placé sur un goniomètre, et tourné de manière à obtenir un axe de type $\langle 012 \rangle$ à 90° et $\langle 113 \rangle$ à 45° [Figure 68a]. Puis il est pivoté de 22° autour de [010] afin d'avoir le plan (201) parallèle à la découpe.

Pour éviter de la perte de matière et garder cette orientation, une scie à fil diamanté est utilisée [Figure 68b]. L'épaisseur du fil est d'environ 0.3mm, celui de l'échantillon obtenu est d'environ 1.5mm. Les lames ainsi obtenues sont ensuite réduites à 3mm de diamètre ce qui correspond à la dimension du porte échantillon du MET [Figure 65].

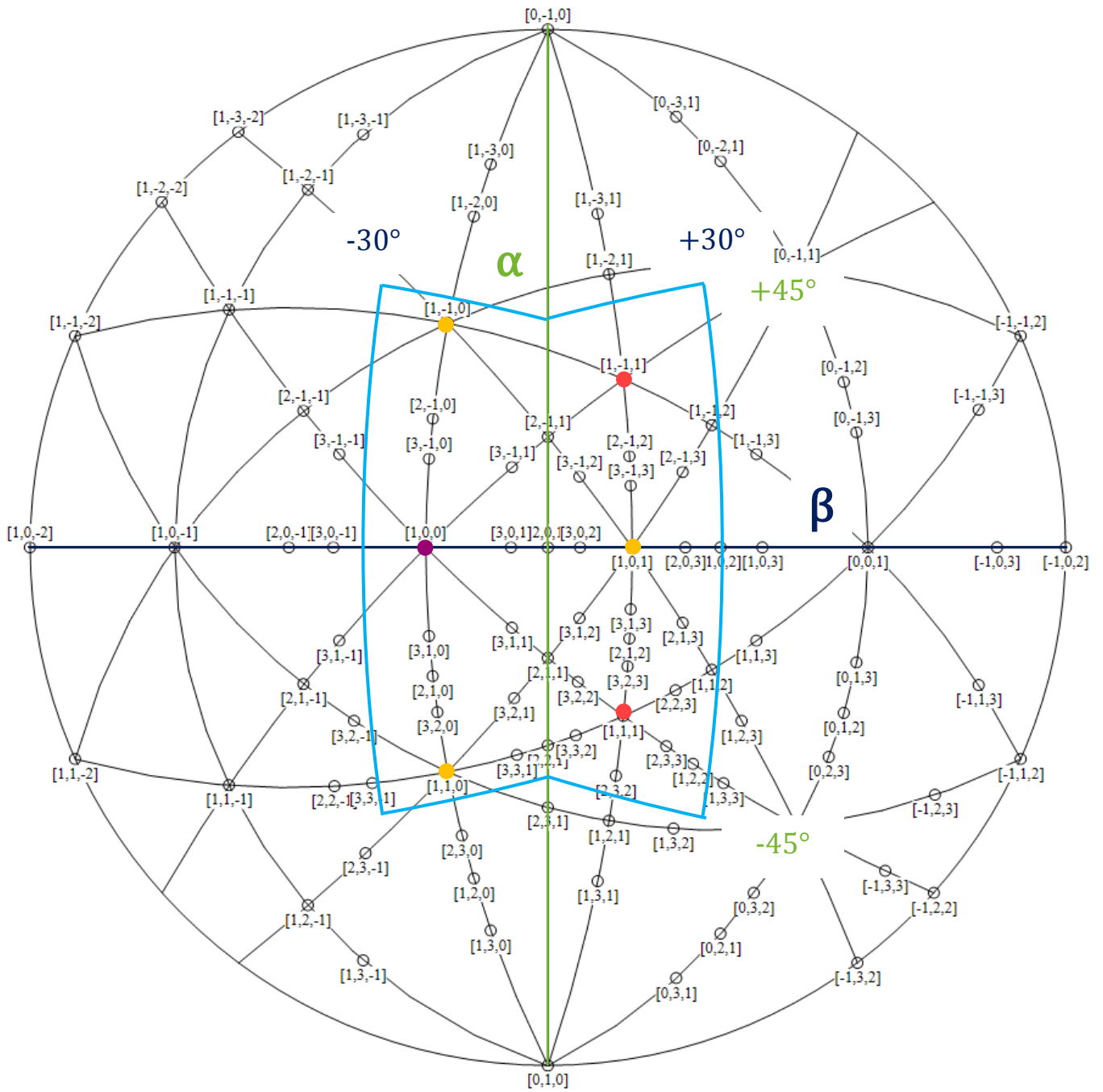


Figure 67 – Projection stéréographique du plan (201).

- bleu : les axes de zones accessibles au MET
- jaune : axes de zones de types $\langle 101 \rangle$
- rouge : axes de zones de type $\langle 111 \rangle$
- violet : axes de zones de type $\langle 100 \rangle$

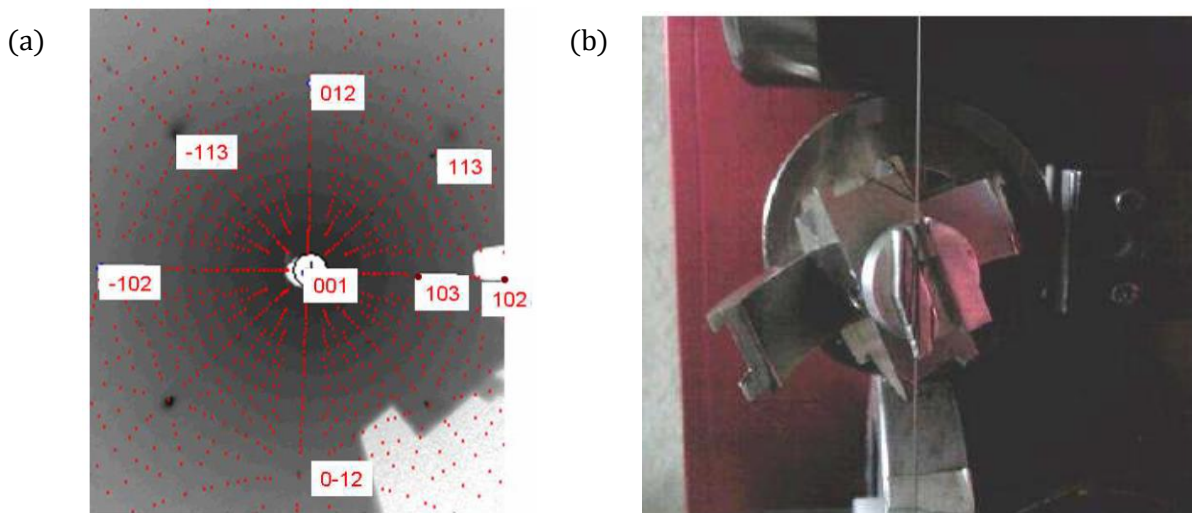


Figure 68 – Orientation obtenue avant découpage par Oriente Xpress (a) et découpe à la scie diamantée (b) [2]

Pour que les électrons puissent traverser l'échantillon il est nécessaire que celui-ci soit suffisamment fin. Une technique généralement utilisée est de former un trou dans l'échantillon afin d'obtenir une épaisseur assez fine autour de ce trou pour laisser traverser les électrons [94].

La lame est, dans un premier temps, polie des deux côtés de la même manière que pour les échantillons MEB. L'épaisseur finale de la lame doit être approximativement de 70-80 μ m. Elle est mesurée grâce à un microscope optique équipé d'une vis micrométrique : la focale est réalisée sur l'échantillon à grossissement x50 puis sur le plot, le nombre de tours par la vis micrométrique est comptabilisé et correspond à l'épaisseur de l'échantillon.

L'amincissement final est réalisé par bombardement ionique (PIPS) : deux faisceaux d'ions Argons accélérés se croisent au niveau de l'échantillon (tournant sur lui-même) et arrachent des atomes [94]. Jusqu'à la formation du trou, qui peut prendre plusieurs heures, la tension est de 5kV avec un angle d'incidence des faisceaux de $\pm 10^\circ$. Puis la tension est diminuée à 3kV, et toute les 20 minutes l'angle est diminué de 1° jusqu'à atteindre 4° afin d'avoir des zones moins abruptes.

Une deuxième technique d'amincissement a été essayée, il s'agit du FIB (faisceau d'ions focalisés) [94]. Cette méthode, moins hasardeuse, permet d'avoir une lame mince avec une épaisseur à peu près constante qui est directement prélevé dans un échantillon brut. Cependant, la lame obtenue n'a pas pu être utilisée car très courbée à cause des contraintes internes [Annexe p180].

8. Utilisation du MET

Le MET utilisé pour observer les échantillons est un Philips CM200 avec un filament LaB₆, une caméra MSC600 et une tension de 200kV. Le porte échantillon est un double tilt, celui-ci était réservé à notre utilisation afin de ne pas perdre l'orientation entre chaque session et ainsi gagner du temps.

La première chose nécessaire à faire est une projection stéréographique [89] de l'orientation de la lame pour ensuite faciliter le déplacement d'axe en axe de zone. Même si l'orientation d'origine est selon (201), après polissage, découpe et amincissement, il y existe une déviation de cette orientation.

La phase γ contient de petits précipités γ' tertiaires après refroidissement, celle-ci apparait donc plus granuleuse (plus sombre) sur les clichés MET ce qui permet de distinguer les deux phases.

La zone à observer doit être suffisamment étendue pour avoir une bonne représentativité (entre 70 et 160 μm). Plusieurs images à même grossissement (x8800, x6600 ou x5000) sont prises avec le même g_{hkl} (de type $\langle 111 \rangle$ pour déterminer la densité de dislocation dans γ') en mode 2 ondes en champ clair avec $s > 0$ [Figure 69a]. Avec un deuxième g_{hkl} du même type la même zone est observée pour avoir des résultats plus reproductibles. Afin d'avoir une cartographie d'ensemble, elles sont par la suite assemblées. Pour améliorer la qualité des images, l'intensité est homogénéisée sur la cartographie. Pour cela, une transformée de Fourier (FFT) est réalisée par ImageJ, son centre est ensuite effacé tel que sur la Figure 69b. L'inverse de cette FFT modifiée est ensuite retiré de l'image d'origine pour atténuer les zones surexposées tel que sur la Figure 69c. Puis, le nombre de dislocation au sein des précipités est compté. La surface correspondante est estimée et multipliée par la fraction volumique f de phase γ' déterminée *in situ* pour obtenir une densité de dislocation au sein de γ' .

Des photos de la même zone sont par la suite prises avec un g_{hkl} différent pour pouvoir déterminer les vecteurs de burgers des dislocations de γ' selon le critère d'extinction. La difficulté réside dans le fait de retrouver la même zone à la suite de l'inclinaison effectuée lors du changement de g_{hkl} . Cependant cette caractérisation n'a pas pu être totalement réalisée par manque de temps. Les échantillons (et les clichés pris) ont été conservés afin, au besoin, de compléter cette exploitation.

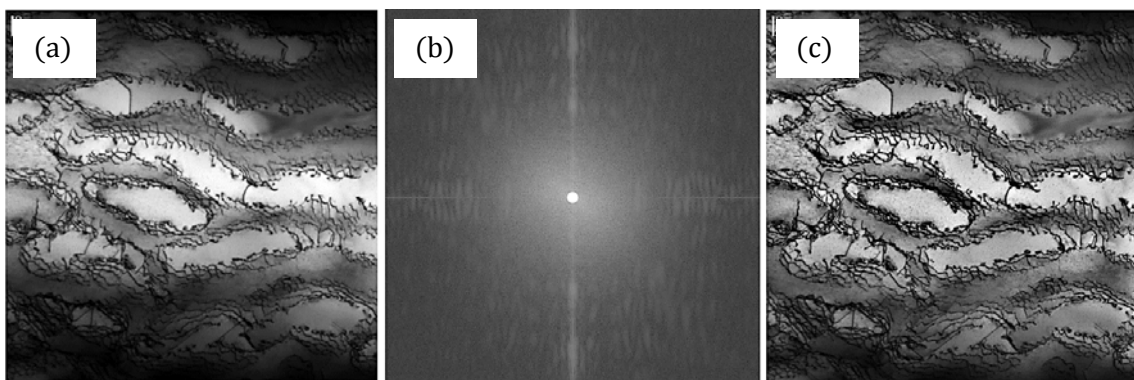


Figure 69 – (a) un cliché MET en deux ondes $s > 0$ (b) FFT avec son centre effacé (c) même cliché avec l'intensité améliorée en soustrayant l'inverse de la FFT (b) de l'image (a)

III. PRÉPARATION DES MICROSTRUCTURES INITIALES

1. Campagne d'essais de traitements thermiques

La matière première fournie par Safran, pour réaliser des éprouvettes, a subi une remise en solution, elle présente de petits précipités γ' (environ 250nm de diamètre [Figure 72]). Le traitement thermique standard correspond à deux revenus appliqués après cette mise en solution : un premier (T1) à 1100°C pendant 5 heures suivi d'un deuxième (T2) à 870°C pendant 16 heures, obtenant des précipités plus gros avec une morphologie plus cuboïdale [Figure 72].

Un stage de M. Biskri en 2013 [98] avait permis de tester différents paramètres pour une deuxième mise en solution, mais les résultats n'étaient pas concluant (brulage des zones eutectiques, zone dendritiques plus marquées, morphologie des précipités irrégulière). Cependant un des traitements de vieillissement T1 (effectué durant ce stage) avec un temps de maintien court que le traitement classique montrait des précipités plus petits. De plus, sachant que la taille des précipités évolue en fonction du temps de maintien [p33] des essais supplémentaires en début de cette thèse ont donc été réalisés en faisant varier la durée des revenus (T1 et T2). Les temps de maintien choisis correspondent à des intervalles suffisamment espacé pour suivre une potentielle évolution en $t^{1/3}$ tel qu'expliqué dans la littérature (théorie de LSW) [7].

Ces traitements sont répertoriés dans le tableau suivant [Tableau 7]. Un essai supplémentaire a également été fait à une température supérieure (1200°C) afin d'observer son influence.

Les traitements thermiques ont été effectués dans un four tubulaire carbolite (modèle SFT 16/610) équipé de résistances en carbures de silicium sous vide (10^{-3} Pa) et sous une atmosphère inerte (Argon) [Figure 70]. La vitesse de montée en température est de 10°C/min jusqu'à 700°C puis de 4°C/min jusqu'à la température souhaitée. Les refroidissements sont réalisés à l'air ambiant.



Figure 70 – Four tubulaire utilisé

2. Résultats

Les microstructures obtenues sont ensuite observées par MEB. Les microstructures sont effectivement différentes suivant les différents traitements appliqués [Figure 72]. Les tailles de précipités et la fraction surfaciques sont estimées après analyse des images MEB, tel qu'expliqué précédemment, et sont répertoriées dans le Tableau 7. En comparaison avec l'état initial (Brut), les précipités après traitements thermique semblent plus organisés et alignés sur les clichés MEB.

La taille moyenne des précipités est tracée sur le graphique de la Figure 71 selon le temps du 1^{er} traitement thermique T1 en $t^{1/3}$. Les différentes couleurs et symboles correspondent aux différentes durées du deuxième traitement T2 (ainsi qu'à l'état brut et celui à 1200°C). Sur ce graphique il est possible de vérifier que lorsque la durée du traitement à 1100°C augmente, la taille des cuboïdes s'accroît également de manière significative : environ 2,5 fois entre l'état initial et le traitement de 60h par exemple. Tandis qu'entre les différents temps de maintien à 870°C, seulement une faible différence est apparente (en moyenne l'écart maximum entre un traitement à 870°C de 4h et de 64h est de 10%).

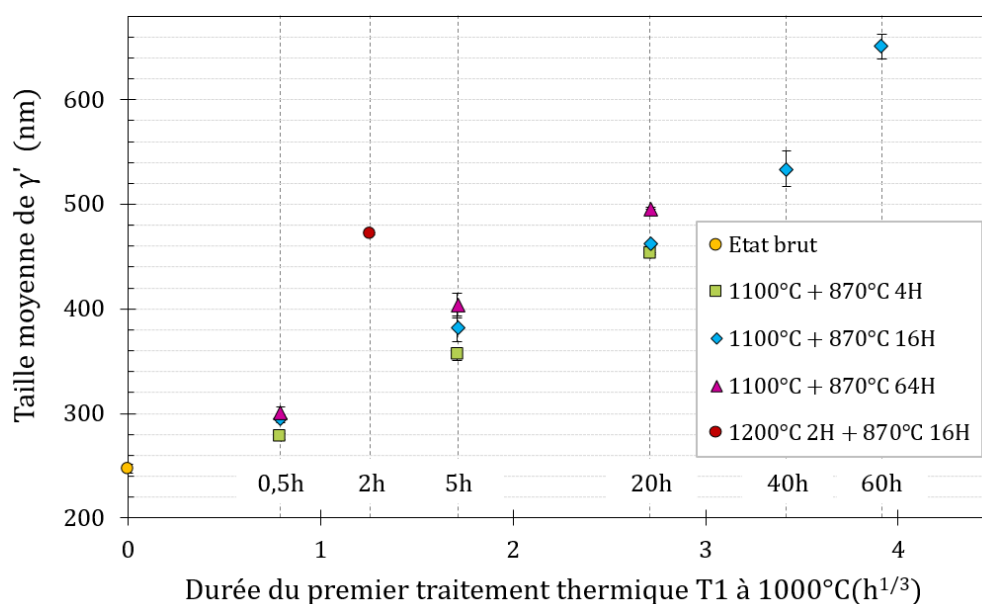


Figure 71 – Variation de la taille moyenne des précipités γ' selon la durée du premier traitement thermique en $t^{1/3}$.

| Revenus T1 | Revenus T2 | | | | | |
|--|------------|------|-----------|------|-----------|------|
| | 870°C 4h | | 870°C 16h | | 870°C 64h | |
| 1100°C 30min | 278 nm | 57 % | 295 nm | 60 % | 301 nm | 62 % |
| 1100°C 5h | 357 nm | 59 % | 381* nm | 63% | 403 nm | 66 % |
| 1100°C 20h | 453 nm | 62 % | 462 nm | 67 % | 496 nm | 71 % |
| 1100°C 40h | | | 534 nm | 68 % | | |
| 1100°C 60h | | | 651 nm | 69 % | | |
| 1200 °C 2h | | | 472 nm | 62 % | | |
| Après mise en solution, sans traitement T1 et T2 (Brut) | | | | | | |
| | | | 247 nm | 49% | | |

Tableau 7 – Taille moyenne des précipités et fraction surfacique de la phase γ' *traitement standard

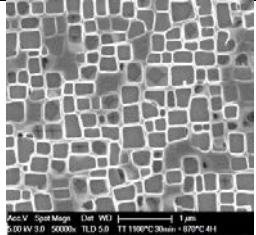
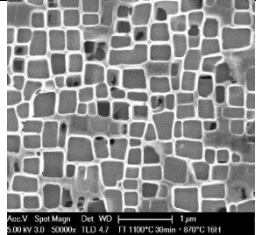
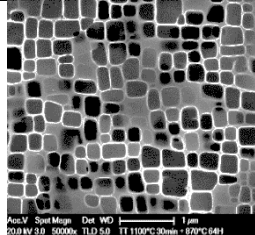
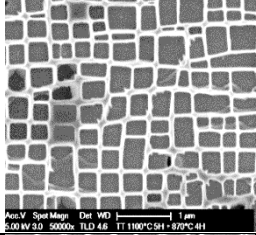
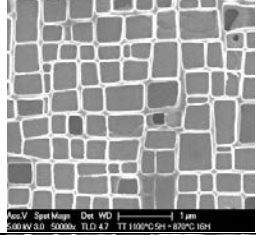
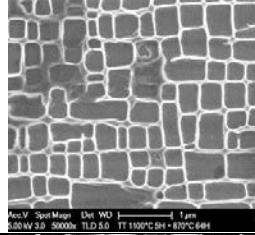
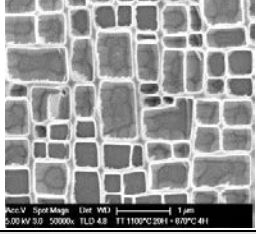
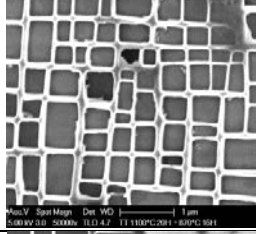
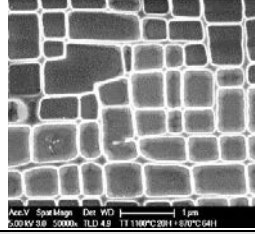
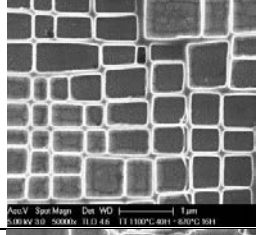
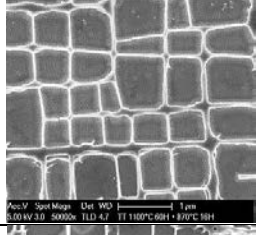
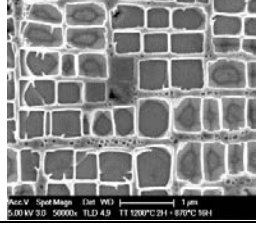
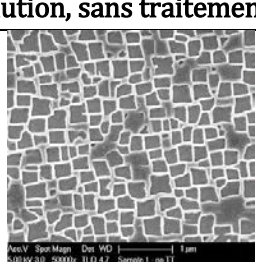
| | Revenus T2 | | |
|--|---|--|---|
| Revenus T1 | 870°C 4h | 870°C 16h | 870°C 64h |
| 1100°C 30min |  |  |  |
| 1100°C 5h |  |  |  |
| 1100°C 20h |  |  |  |
| 1100°C 40h | |  | |
| 1100°C 60h | |  | |
| 1200 °C 2h | |  | |
| Après mise en solution, sans traitement T1 et T2 (Brut) | | | |
| | |  | |

Figure 72 – Clichés MEB des microstructures obtenues après traitement thermique

La taille des précipités semble être proportionnelle à $t^{1/3}$ excepté pour un temps de maintien long (tel qu'à 60h par exemple). Cependant, même si des cuboïdes sont présents pour ces échantillons, ceux-ci ne sont pas répartis de manière homogène. En effet, dans certaines zones, les précipités ont commencé à coalescer sous forme de plaques (en cohérence avec l'évolution structurale attendue [p33]), ce qui peut expliquer la déviation observée pour ces points (en plus des erreurs expérimentales). Ces plaquettes n'ont été observées que sur deux échantillons [Figure 72] qui correspondent aux temps de maintien les plus longs. Un exemple de microstructure (échantillon 13) avec des zones mixtes en termes de morphologie de précipités est donné sur le cliché MEB de la Figure 73. Les plaques ainsi formées durant le traitement thermique ne semblent pas avoir d'orientation préférentielle.

Le traitement T1 à 1200°C (maintien de 2h) a donné des cuboïdes de tailles équivalentes à ceux à 1100°C (maintien de 20h) [Tableau 7] mais avec un maintien plus court : 2 heures au lieu de 20 heures à 1100°C. Cependant des précipités tertiaires sont présents dans les couloirs γ après le traitement T2 tel que mis en évidence sur les clichés MEB correspondants [Figure 72- 1200°C 2h].

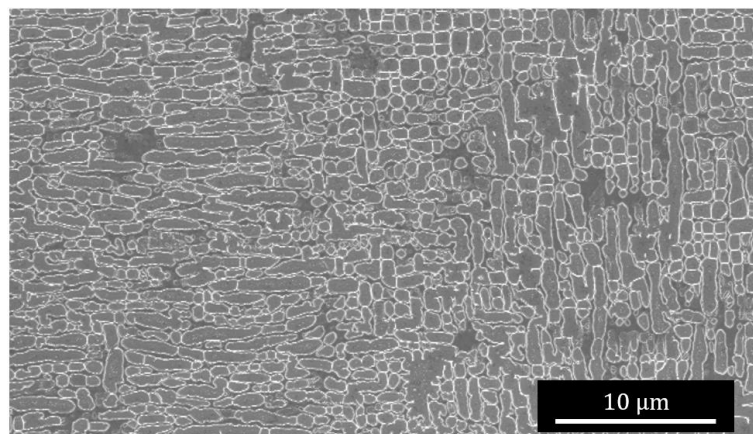


Figure 73 – Cliché MEB de la microstructure de l'échantillon 13 – T1 à 1000°C 60h + T2 870°C 16h

3. Choix du traitement des éprouvettes pour les essais *in situ*

La matière première disponible n'était suffisante que pour usiner 6 éprouvettes. Par ailleurs, le temps alloué pour les essais au synchrotron n'était que de 5 jours. Sachant que le 1^{er} jour est utilisé pour effectuer l'alignement du dispositif, il ne restait ainsi que 4 jours d'essais soit au mieux 4 échantillons. En effet, pour la montée en température et l'essai à proprement parler (avec la mise en radeau), 24h sont nécessaires pour une température typique de 900/1000°C avec un chargement mécanique comprenant plusieurs sauts durant l'essai.

L'un des objectifs est d'étudier l'influence de la dimension des radeaux sur la plasticité du superalliage. La taille des radeaux devrait être influencée par le diamètre initial et la température (pour un même temps donné). De ce fait, deux microstructures initiales différentes pour deux températures d'essai ont été sélectionnées pour les essais.

Les deux microstructures choisies doivent donc être bien distinctes : l'une avec de petits précipités et l'autre avec de gros précipités γ' . Pour la première microstructure, un échantillon à l'état brut a été choisi, qui présentait également l'avantage d'éviter d'effectuer des traitements thermiques supplémentaires. Pour la seconde, l'échantillon numéro 10, avec un T1 à 1100°C 20h suivi d'un T2 870°C 64h, a été sélectionné. Il correspond à la microstructure avec des précipités assez gros (le double des précipités de l'état brut) sans coalescence due à un maintien trop long ni de précipités secondaires tertiaires dus à une température trop élevée. Dans la suite de ce manuscrit, ces deux microstructures sont nommées « Small » (pour les précipités γ' d'un diamètre d'environ 250nm) et « Large » (pour ceux d'environ 500nm).

Afin de gagner du temps entre les différents acheminements de la matière première (fournie par Jonathan Cormier de l'Institut P Prime, Poitiers), les traitements thermiques ont été effectués à l'Institut P prime avant l'usinage qui a été réalisé par la société SAFIM située à Argenteuil. Des éprouvettes avec un diamètre de 3,40 mm ont été usinées [Plan de la Figure 75] de manière conventionnelle (vis-à-vis des travaux précédents), cependant pour les essais *in situ* au synchrotron réalisés durant cette thèse, des éprouvettes avec un diamètre spécifique de 2mm (pour limiter l'absorption du faisceau X tel qu'expliqué au début de ce chapitre [p66]) ont été usinées également, les dimensions des éprouvettes sont reportées sur la Figure 74.

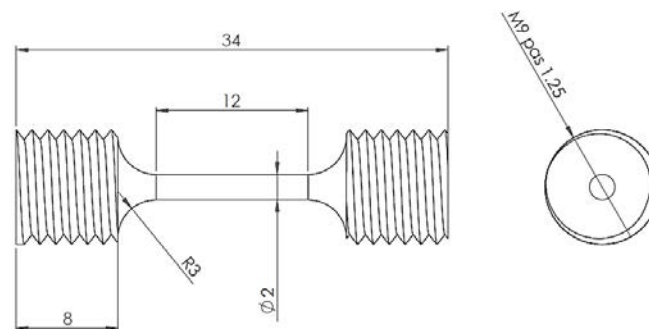


Figure 74 - Plan des éprouvettes en mm usinées pour l'expérience *in situ* au synchrotron

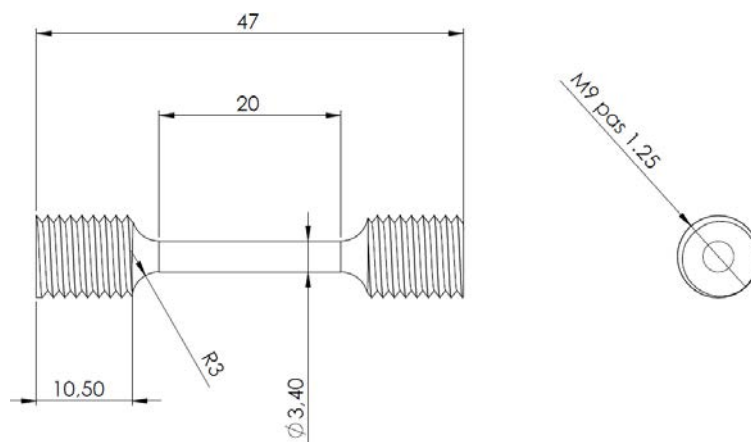


Figure 75 - Plan des éprouvettes de diamètre 3,40mm

IV. DÉTERMINATION DES CONDITIONS EXPÉRIMENTALES

Le but des essais préliminaires décrits ci-dessous était double :

- Vérifier que les conditions de prédéformation prévues permettaient bien d'obtenir deux microstructures en radeaux bien distinctes et caractériser celles-ci.
- Déterminer les conditions d'expériences. En effet, les résultats de L. Dirand montrent pour tous les échantillons une accélération de la déformation des radeaux pour des contraintes internes - σ'_{xx} supérieures à 60 MPa [p57]. Pour pouvoir balayer au cours des expériences in situ le domaine de contraintes internes de 0 à 120 MPa environ, il est nécessaire de construire à l'avance un tableau de correspondance entre contrainte appliquée et contrainte interne, pour chaque microstructure et chaque température.

Afin de s'assurer que la taille des radeaux obtenue durant le fluage est bien différente entre les échantillons « Small » et « Large » des essais préliminaires destructifs ont été réalisés à l'Institut Jean Lamour sur les éprouvettes de diamètre 3,40 mm. Tel qu'expliqué dans le chapitre 1 [p53], la plasticité des phases γ et γ' dépend des contraintes internes principalement. Ainsi, il est plus judicieux de raisonner en contrainte interne plutôt qu'en contrainte appliquée σ_a pour réaliser les essais.

1. Relation entre contrainte appliquée et contrainte interne

Des courbes de référence σ_a / σ_{xx} ont été établies pour les différentes microstructures à plusieurs températures à partir d'un tableau Excel. Les équations de base utilisées sont :

- Relation entre les contraintes internes dans les radeaux et les couloirs :

Équation 41
$$\sigma'_{xx} = \frac{(f - 1)}{f} \sigma_{xx}$$

- Relation approchée entre la contrainte interne dans les couloirs, la contrainte appliquée et la contrainte d'Orowan

Équation 42
$$\sigma_{VM} = \sigma_a - \sigma_{xx} = \sigma_O \Leftrightarrow \sigma_{xx} = \sigma_a - \sigma_O$$

Équation 43
$$\sigma_O = \sigma_a - \sigma_{xx} = \frac{\mu b \sqrt{6}}{2\pi l_s} \left(\frac{1}{4} + \frac{3/4}{1 - \nu} \right) \ln \frac{l_s}{r_c}$$

Avec :

$\mu = \frac{E_{moy}}{2(1+\nu)}$: module de cisaillement et $\nu = 0,42$

$b = a/\sqrt{2} = 0,365/\sqrt{2} \text{ nm}$: vecteur de Burgers

$r_c = b$: rayon de courbure

$l_s = e \sqrt{\frac{3}{2}}$: la longueur du segment de la dislocation mobile en fonction de l'épaisseur des couloirs e

Les caractéristiques du matériau obtenues par Laura Dirand [2] sont tracées en fonction de la température d'essai, afin de nous en servir comme base de données. Puisqu'il s'agit d'une approche volontairement grossière, les évolutions sont approximées à des fonctions simples : une fonction linéaire pour le module d'Young moyen E_{moy} et des fonctions polynomiales de degré 2 pour la fraction volumique de γ' f , le désaccord paramétrique naturel δ et le facteur X [Figure 76].

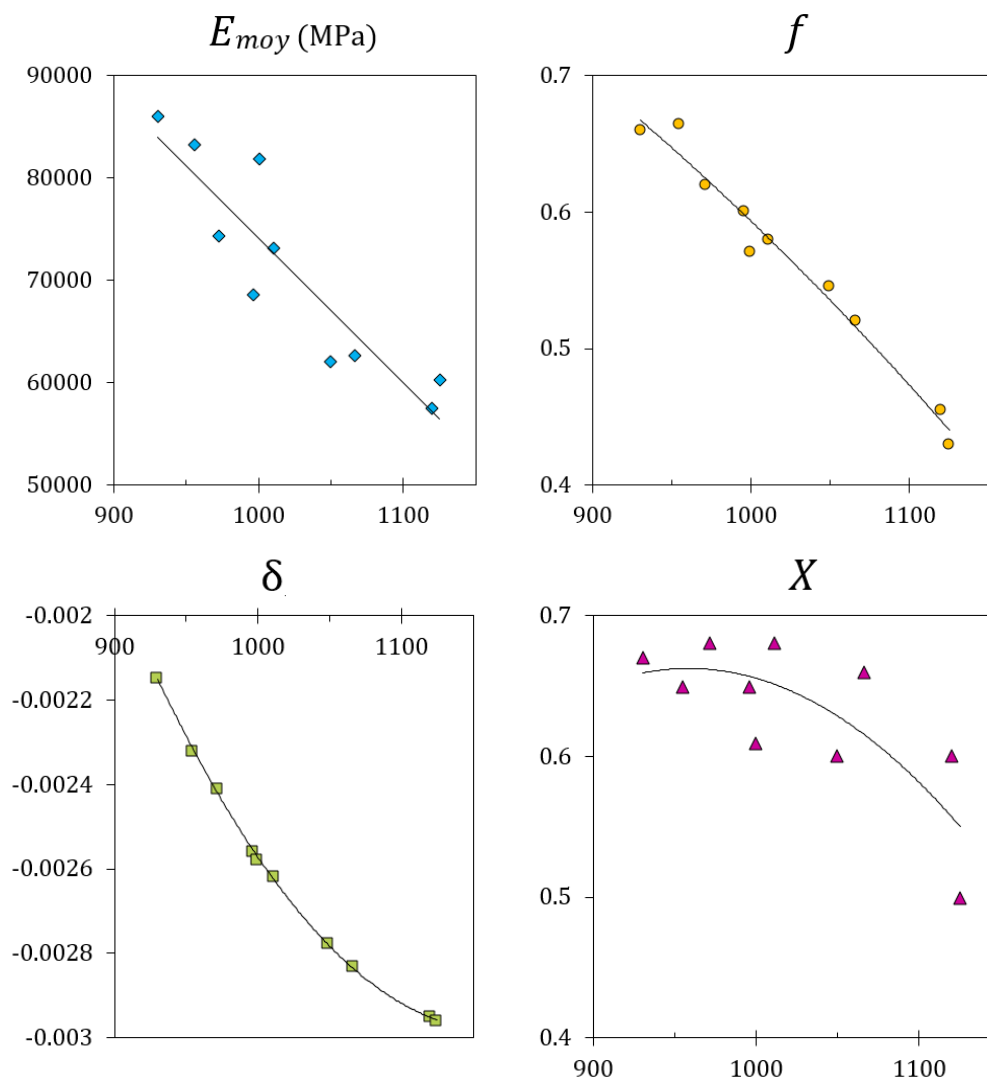


Figure 76 – Évolution des caractéristiques du matériau en fonction de la température d'essai (en °C) à partir des données de Laura Dirand [2]

Ces courbes permettent d'estimer ces paramètres aux températures suivantes : 950, 1000, 1050, 1100, 1150 °C [Tableau 8].

| T (°C) | 950 | 1000 | 1050 | 1100 | 1150 |
|------------------|---------|---------|---------|---------|---------|
| E_{moy} (MPa) | 81210 | 74145 | 67080 | 60015 | 52950 |
| f | 0,65 | 0,59 | 0,54 | 0,47 | 0,41 |
| X | 0,66 | 0,66 | 0,63 | 0,58 | 0,51 |
| δ_{\perp} | -0,0023 | -0,0026 | -0,0028 | -0,0029 | -0,0030 |

Tableau 8 – Base de données pour les températures souhaitées

Le dernier paramètre nécessaire pour déterminer σ_0 est l'épaisseur e des couloirs γ dans la direction de traction. Pour une microstructure en cuboïdes la fraction volumique de γ' peut être décrite par l'Équation 44 en considérant le volume que cette phase occupe dans un cube, dont les dimensions correspondent à P , la période égale à la somme de e (épaisseur de la phase γ) et e' (phase γ') [Figure 77]. L'épaisseur e peut alors être exprimée en fonction de la période P et de la fraction volumique f_{cube} par l'Équation 45. Pendant la mise en radeaux, les précipités γ' deviennent des plaquettes, les dimensions dans les directions perpendiculaires à l'axe de traction peuvent alors être considérées comme infinies vis-à-vis des épaisseurs et leur fraction volumique est la même qu'auparavant qui provoque une augmentation de l'épaisseur des couloirs e_{radeau} . La période de la microstructure en radeaux est supposée équivalente à la même que la période P du cube [Figure 77]. Ainsi de la même manière, l'épaisseur e_{radeau} pour une microstructure en radeaux est donnée par l'Équation 46.

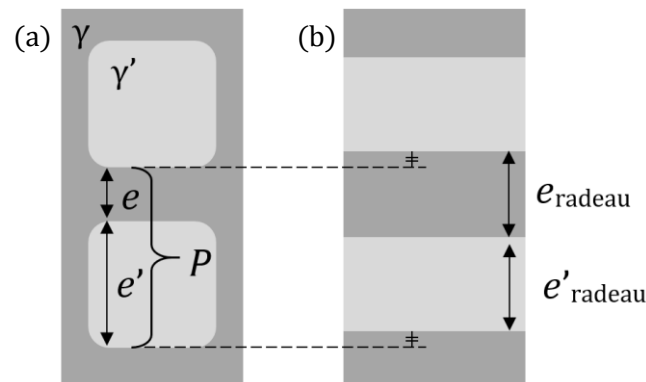


Figure 77 - Définition de la période $P = e + e'$ pour une microstructure en cubes (a) ou en radeaux (b)

Équation 44

$$f_{cube} = \left(\frac{e'}{P}\right)^3 \Leftrightarrow e' = P f_{cube}^{\frac{1}{3}}$$

Équation 45

$$e = P \left(1 - f_{cube}^{\frac{1}{3}}\right)$$

Équation 46

$$e_{radeau} = P(1 - f_{radeau})$$

Par analyse des images MEB, la période P peut être déterminée, et puisque la fraction f est connue grâce aux données de Laura Dirand [Tableau 8], l'épaisseur e à différentes températures est calculée, suivie de l_s , la contrainte d'Orowan σ_0 peut être estimée pour la microstructure « Small » et « Large » [Tableau 9].

| | | T (°C) | 950 | 1000 | 1050 | 1100 | 1150 |
|------------------------|---------------------|--------|-----|------|------|------|------|
| « Small » P= 303 nm | σ_0 (MPa) | | 158 | 128 | 103 | 83 | 66 |
| « Large » P=555 nm | | | 94 | 76 | 61 | 49 | 39 |

Tableau 9 - Contraintes d'Orowan estimées pour les échantillons « small » et « large »

Pour les essais *in situ*, deux températures ont été choisies, une à 950°C et une deuxième (1100°C) suffisamment haute sans pour autant trop endommager le four. Le but est de pouvoir appliquer approximativement la même contrainte interne dans la phase γ' pour ces deux échantillons « Small » et « Large ». Ainsi des courbes de référence $\sigma_a / -\sigma'_{xx}$ sont tracées pour ces deux températures [Figure 78] afin de servir de guide prévisionnel lors des essais *in situ*. Pour cela la contrainte de Von Mises est considérée égale à la contrainte d'Orowan et ainsi en est déduit la contrainte interne dans la phase γ [Équation 42] puis dans γ' grâce à l'Équation 41.

Plus la température est élevée, plus la contrainte d'Orowan baisse [Équation 43] car la fraction de γ' diminue [Figure 76], ce qui augmente l'épaisseur e (la contrainte d'Orowan baisse [Équation 43]). De même, la microstructure « Large » a des épaisseurs de couloirs γ plus grandes que la microstructure « Small » et la contrainte d'Orowan est plus basse.

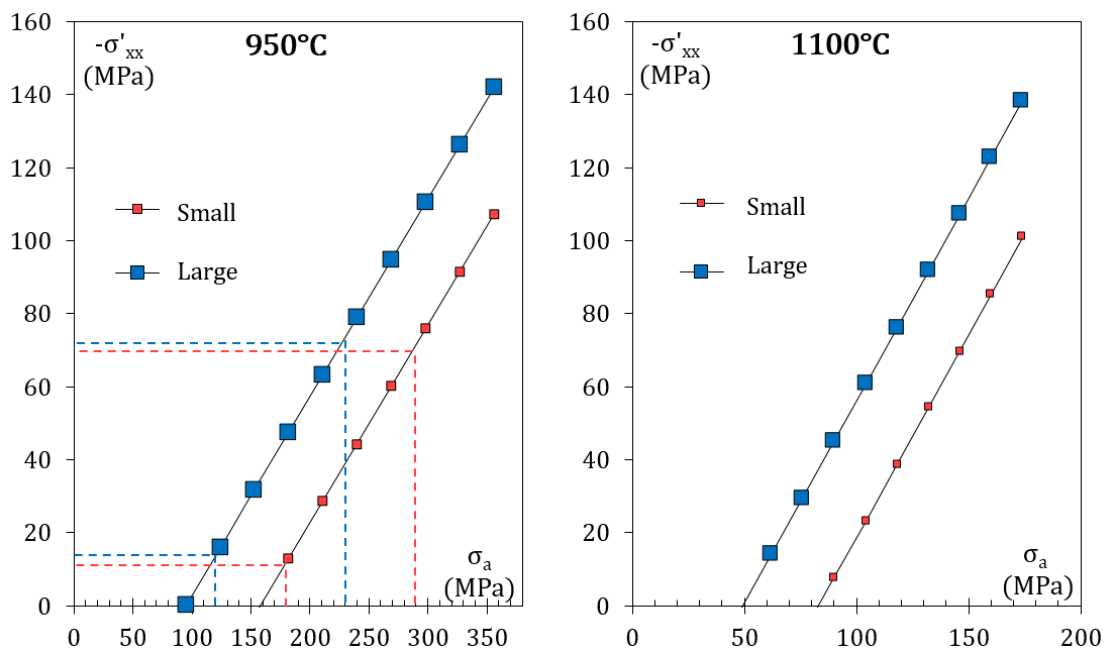


Figure 78 – Courbes de référence $\sigma_a / -\sigma'_{xx}$ pour les deux types d'échantillons « Small » et « Large » à 950°C et 1100°C. En pointillés les contraintes appliquées durant l'essai destructif

2. Essais destructifs

Des essais destructifs ont été réalisés à une température de 950°C. La contrainte appliquée de base est choisie de manière à obtenir une même contrainte interne dans la phase γ' ($\sigma'_{xx} \approx -10$ MPa) pour les deux éprouvettes. L'essai se déroule durant 5 heures puis avec un saut de contrainte $\sigma'_{xx} \approx -70$ MPa pendant 1 heure [Figure 79]. Le refroidissement est effectué sous haute contrainte afin de vérifier la présence de dislocations au sein de γ' . Pour la microstructure « Small », les contraintes appliquées étaient d'environ 180MPa puis 290MPa tandis que pour la microstructure « Large » cela correspondait à 120MPa puis 230MPa [Figure 78].

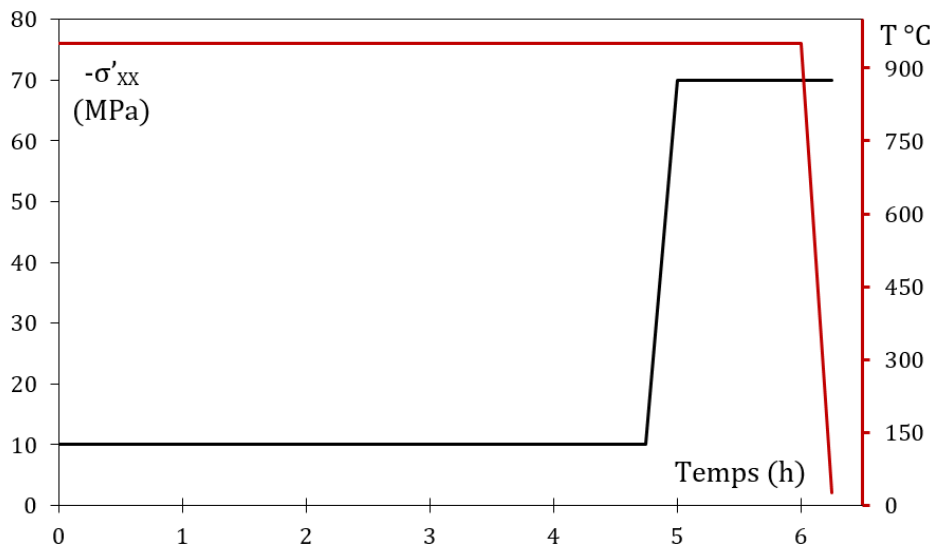


Figure 79 – Représentation d'un essai destructif réalisé

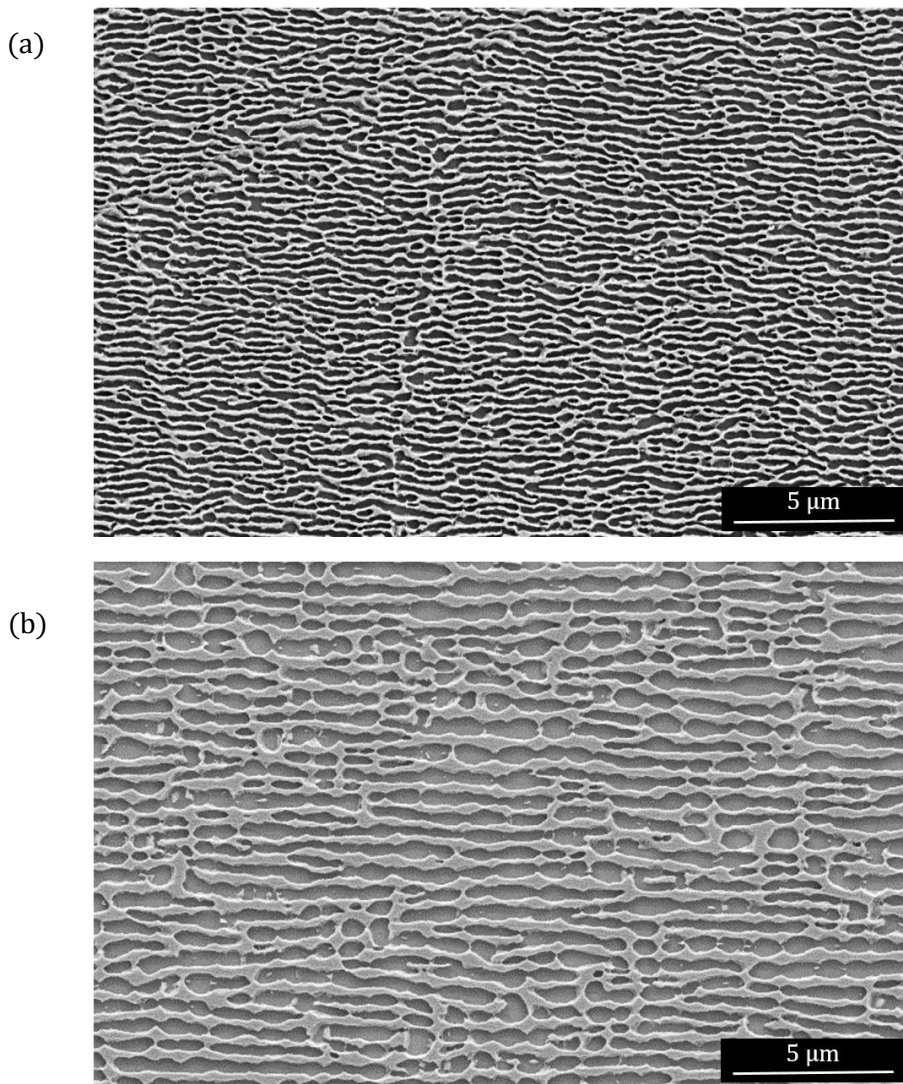


Figure 80 – Cliché MEB d'un échantillon (a) « Small » et (b) « Large » ayant subi un essai destructif comme sur la Figure 79

| | | « Small » | « Large » |
|--------------------|----|-----------|-----------|
| P initial | μm | 0,30 | 0,55 |
| P post-mortem | | 0,31 | 0,59 |
| e estimé à 950°C | | 0,11 | 0,20 |
| e post-mortem | | 0,14 | 0,24 |
| l_r post-mortem | | 0,92 | 1,97 |

Tableau 10 – Résultats des analyses des images MEB des échantillons ayant subi un essai destructif [Figure 79]

Les échantillons sont ensuite observés au MEB [Figure 80] puis analysés afin de déterminer de façon *post mortem* la période P , l'épaisseur e de γ (selon l'axe de traction) et la longueur des radeaux l_r perpendiculaire à l'axe de traction [Tableau 10].

La période après fluage est légèrement supérieure à la période initiale (tableau 10), ce qui vérifie notre hypothèse. Ainsi si l'épaisseur e de γ est supérieure vis-à-vis de l'épaisseur théorique, alors une contrainte d'Orowan plus faible que celle estimée est attendue. Ainsi, le graphique de référence [Figure 78] donne des valeurs de contraintes appliquées plus élevées que nécessaire.

L'échantillon « Large » a des précipités deux fois plus gros que l'échantillon « Small » à l'état initial. On retrouve ce rapport de 2 pour la longueur des radeaux l_r [Tableau 10] dans les mêmes conditions d'essais : durée et température de fluage identiques et contrainte interne visée similaire. Il est donc possible de réaliser des essais *in situ* avec des microstructures initiales différentes (« Small » et « Large ») afin d'étudier l'influence de la taille des radeaux sur le comportement mécanique du matériau.

L'échantillon « Small » *post mortem* a également été observé par MET [Figure 81]. La contrainte interne avant refroidissement était d'environ $\sigma'_{xx} \approx 70$ MPa, légèrement supérieure à la contrainte seuil de déformation plastique de la phase γ' [p57]. Ces clichés mettent en effet en évidence la présence de quelques dislocations au sein de la phase γ' .

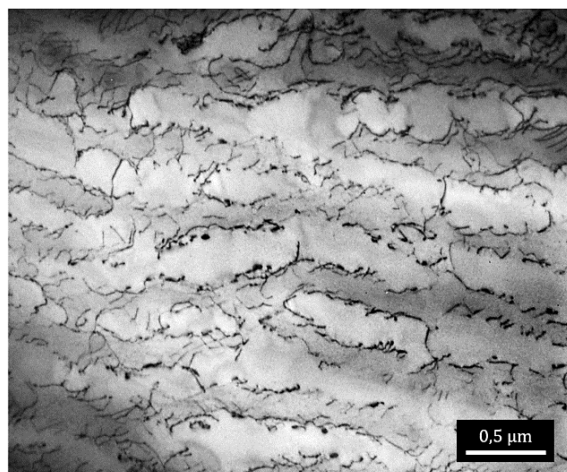


Figure 81 - Cliché MET post mortem de l'échantillon « Small », $z = [101]$ $g = [1-1-1]$

CHAPITRE 3 : RÉSULTATS

I. ESSAIS IN SITU EN RAYONNEMENT SYNCHROTRON

Les essais *in situ* ont été réalisés sur la ligne ID11 de l'ESRF à Grenoble durant 5 jours (fin avril 2016).

Les trois essais suivants ont pu être réalisés :

- S2 : échantillon « Small » à 950°C durant 20 heures (avec 11 heures de mise en radeau)
- S1 : échantillon « Small » à 1100°C durant 6 heures (avec 2 heures de mise en radeau)
- L1 : échantillon « Large » à 950°C durant 16 heures (avec 5 heures de mise en radeau)

Avec la technique de diffraction en champ lointain, deux types d'images peuvent être enregistrés : 2D (images en 2θ , φ intégrées selon une plage ω) et 3D (images 2θ , φ à différents ω) [p68]. Les images 3D donnent des informations sur les taches de diffraction selon ω mais prennent plus de temps d'acquisition (environ 40 secondes) que les images 2D (moins de 7 secondes).

Pendant la mise en radeau, dont la cinétique est lente, uniquement des images 3D ont été réalisées. Durant le stade II du fluage, des sauts de contraintes ont été réalisés. Dans ce cas, il est nécessaire d'avoir une bonne résolution en temps. C'est pourquoi les scans 2D ont été préférés pour cette période avec néanmoins quelques images 3D à contrainte constante (en général peu de temps avant un saut de contrainte) tel que schématisé sur la Figure 82.



Figure 82 – Frise des différentes acquisitions prises durant un essai

Ce chapitre est consacré dans un premier temps aux images 3D et à leur interprétation, puis dans un second temps aux résultats 2D et le traitement de données associé et enfin, la dernière partie à la caractérisation *post mortem* des échantillons refroidis sous contrainte.

II. IMAGES 3D

1. État initial

Théoriquement, un monocristal parfait est en condition de diffraction pour une condition d'angles $2\theta/\varphi/\omega$. L'angle 2θ correspond au paramètre de maille moyen (à l'état initial, les deux phases γ et γ' sont cohérentes) qui lui dépend essentiellement de la température, de la chimie, de la chimie et des contraintes internes. Les angles φ/ω correspondent à l'orientation de la zone de l'échantillon traversée par le rayon X. En particulier, l'angle φ est l'angle entre la direction [100] et l'horizontale. Il serait nul si l'axe des éprouvettes était exactement [001] [Figure 57].

Les images 3D de l'état initial de nos échantillons révèlent plusieurs taches de diffraction (200) distinctes ; la Figure 83 représente un scan 3D pour l'échantillon S2 (chaque image est un cliché de diffraction en $2\theta/\varphi$ pour un ω donné), le programme pour extraire ces images est donné en Annexe p183. En 2θ il y a de faibles écarts entre les taches, alors que la distribution des positions en φ/ω , qui indique la présence de désorientations au sein de nos matériaux qui ne sont donc pas des monocristaux parfaits [99]. Chaque sous-grain ayant sa propre orientation diffracte sous des angles φ/ω qui lui sont propres.

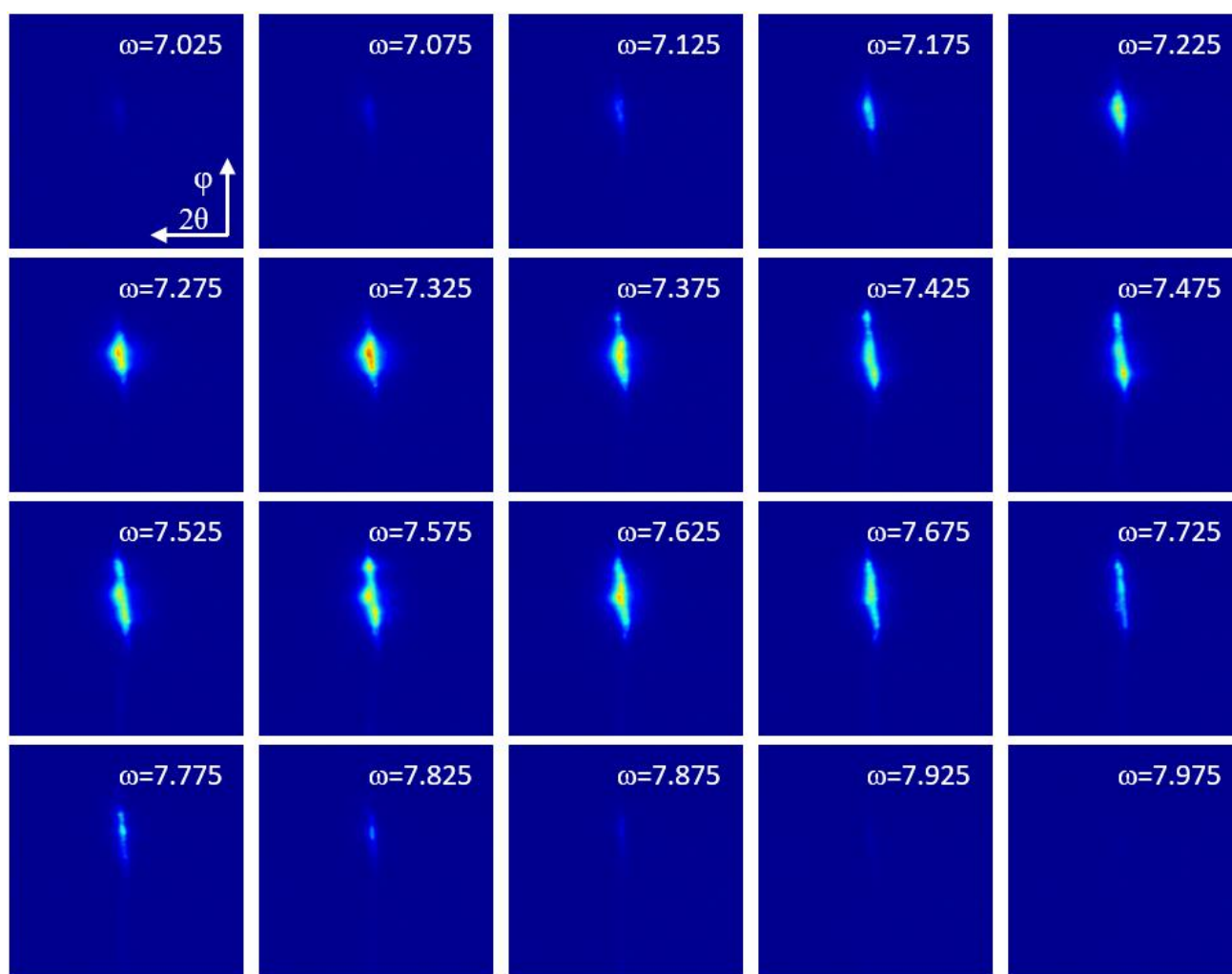


Figure 83 – images 2D de l'état initial de l'échantillon S2 (en échelle d'intensité en couleur logarithme) pour différents ω

2. Construction d'images φ/ω

Afin d'avoir une meilleure idée de cette disparité angulaire, les images 3D ont été traitées de manière à avoir une meilleure vue d'ensemble (programme Matlab en Annexe p183).

Par exemple, pour une image 3D constitué de 20 images $2\theta/\varphi$, chacune d'elles a été intégrée selon 2θ pour obtenir la distribution de l'intensité en fonction de la position de l'angle φ pour un ω donné. Les vecteurs $I(\varphi)$ sont ensuite listées en fonction de leur ω afin d'obtenir une matrice $I(\varphi, \omega)$. Cette matrice est interpolée, en utilisant la fonction `contourf` de Matlab, pour tracer l'intensité en fonction de φ/ω . Ce traitement est représenté sur la Figure 84.

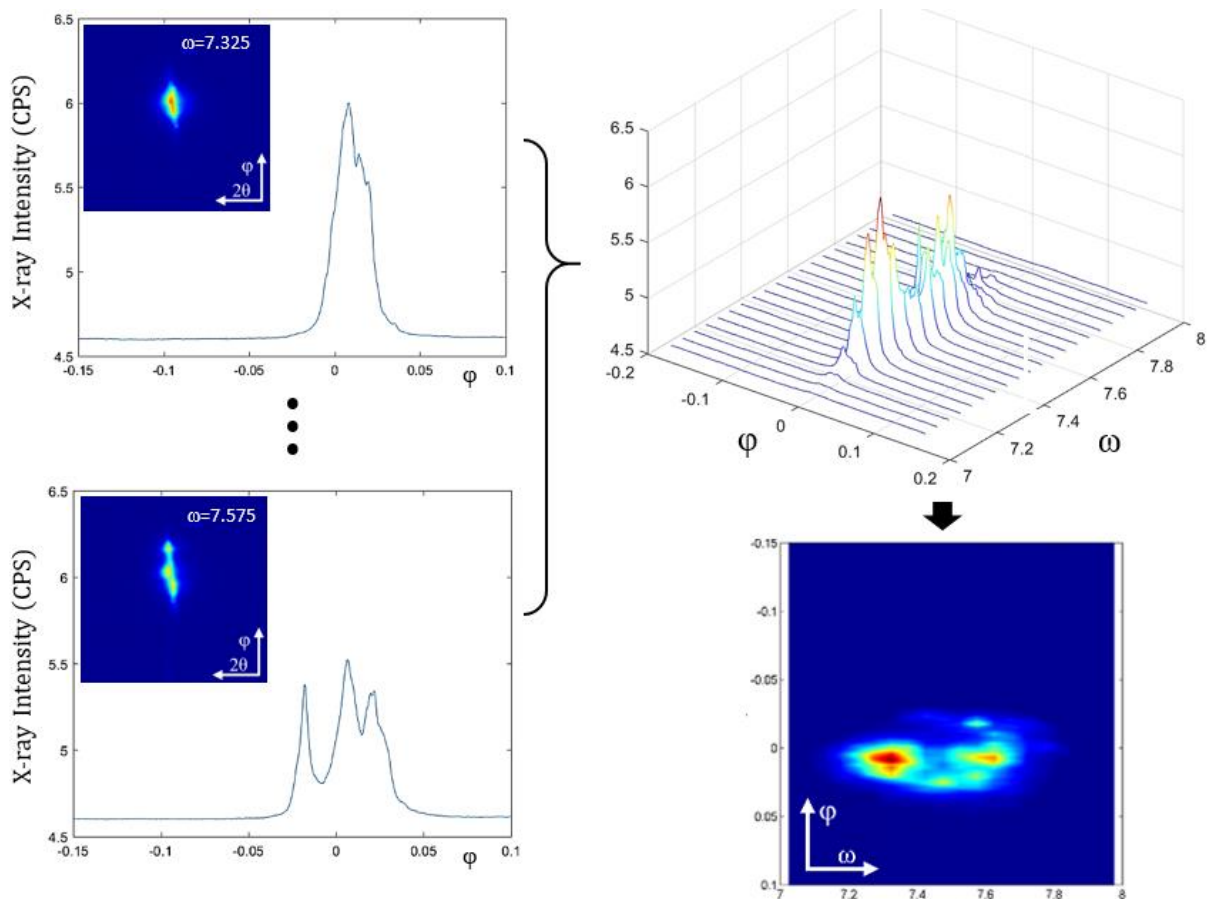


Figure 84 – Représentation du traitement d'un scan 3D afin d'obtenir une image φ/ω de l'échantillon S2 à l'état initial

3. $I(\varphi/\omega)$: État initial

Les images 3D des états initiaux des 3 échantillons ont été traités de la manière suivante, les images $I(\varphi, \omega)$ sont en Figure 85.1. Pour l'échantillon S2, « Small » 2, la dispersion angulaire totale, qui est reporté dans le Tableau 11, est inférieure à $0,1^\circ$ selon φ et 1° en ω . L'échantillon S1, « Small » 1, présente le plus grand intervalle d'angle de diffraction. Tandis que L1, « Large » 1 est l'échantillon révélant le moins de désorientations.

| | S2 : « Small » 2 | S1 : « Small » 1 | L1 : « Large » 1 |
|-----------------|------------------|------------------|------------------|
| $\Delta\varphi$ | $0,1^\circ$ | $0,15^\circ$ | $0,05^\circ$ |
| $\Delta\omega$ | 1° | $1,4^\circ$ | $0,4^\circ$ |

Tableau 11 – Dispersion angulaires des échantillons à l'état initial déterminé à partir de la Figure 85.1

Les désorientations ne sont pas semblables entre échantillons bien qu'elles soient du même ordre de grandeur : il s'agit de singularités spécifiques à chaque échantillon, à chaque zone étudiée. Ainsi le nombre de sous-grains distinct sur la Figure 85.1. est à peu près de : 7 pour S2, 10 pour S1 et 4 pour L1. L'explication la plus probable est la suivante : ces sous-grains sont vraisemblablement liés aux différentes zones dendritiques et interdendriques [40, 49]. Ces résultats sont inédits et donnent des informations complémentaires sur la texture cristallographique de nos échantillons.

4. Évolution durant la mise en radeau

Les échantillons ont été mis en fluage *in situ*. Les taches de diffraction ont pu être enregistrées durant la montée en température, la mise en charge et la mise en radeau. La Figure 85 montre quelques images 3D reconstruite en φ/ω pour les différents échantillons en fonction des différents temps de fluage.

Les images à l'état initial sont bien définies alors que les images suivantes deviennent graduellement floues en φ/ω . Cette tendance est retrouvée pour les 3 échantillons. À haute température et durant le fluage, la valeur absolue du désaccord paramétrique augmente puis les phases γ et γ' perdent leur cohérence [p38]. Les contraintes internes dues au désaccord paramétrique et aux dislocations changent localement l'angle de Bragg (2θ) mais aussi l'orientation des plans (en φ/ω), expliquant ainsi que les taches de diffraction soient de plus en plus mal définies au cours de l'essai [49]. De plus celles-ci peuvent être hétérogènes même au sein d'un seul sous-grain.

Les clichés pris lorsque la température atteint la température de fluage [Figure 85 ligne 2] et ceux pris après un maintien à cette température d'environ 30 minutes [Figure 85 ligne 3] montrent un changement important des taches de diffraction: la position du faisceau monochromatique est fixe dans le référentiel du laboratoire, alors que la dilatation du montage expérimental, sa compliance durant les variations de la contrainte appliquée puis la déformation plastique de l'échantillon déplacent ce dernier verticalement. La zone illuminée par le faisceau n'est plus la même.

Ce changement de zone illuminée dû au déplacement provoqué par la sollicitation mécanique est très visible, par exemple sur la Figure 85c.3 et c.4. D'autre part, même à zone illuminée identique l'ensemble des taches de diffraction se déplace de quelques dixièmes de degrés selon φ lorsque la contrainte augmente, [par exemple entre la Figure 85a.3 et a.4] et dans la direction opposée lorsque la contrainte appliquée diminue [entre la Figure 85b.4 et b.5] Cet effet pourrait résulter d'un léger défaut d'alignement du montage expérimental. L'amplitude de la contrainte ne semble pas avoir d'influence selon ω . En revanche, une augmentation de l'angle 2θ à la mise en charge est observée : un allongement élastique de 0,1% suivant l'axe de l'éprouvette diminue de 0,042% la distance entre les plans réticulaires (100) et augmente d'autant 2θ .

Les images 3D permettent d'avoir une meilleure caractérisation des taches de diffraction en $2\theta/\varphi/\omega$, notamment en ce qui concerne les sous-grains et leur évolution *in situ* durant le fluage.

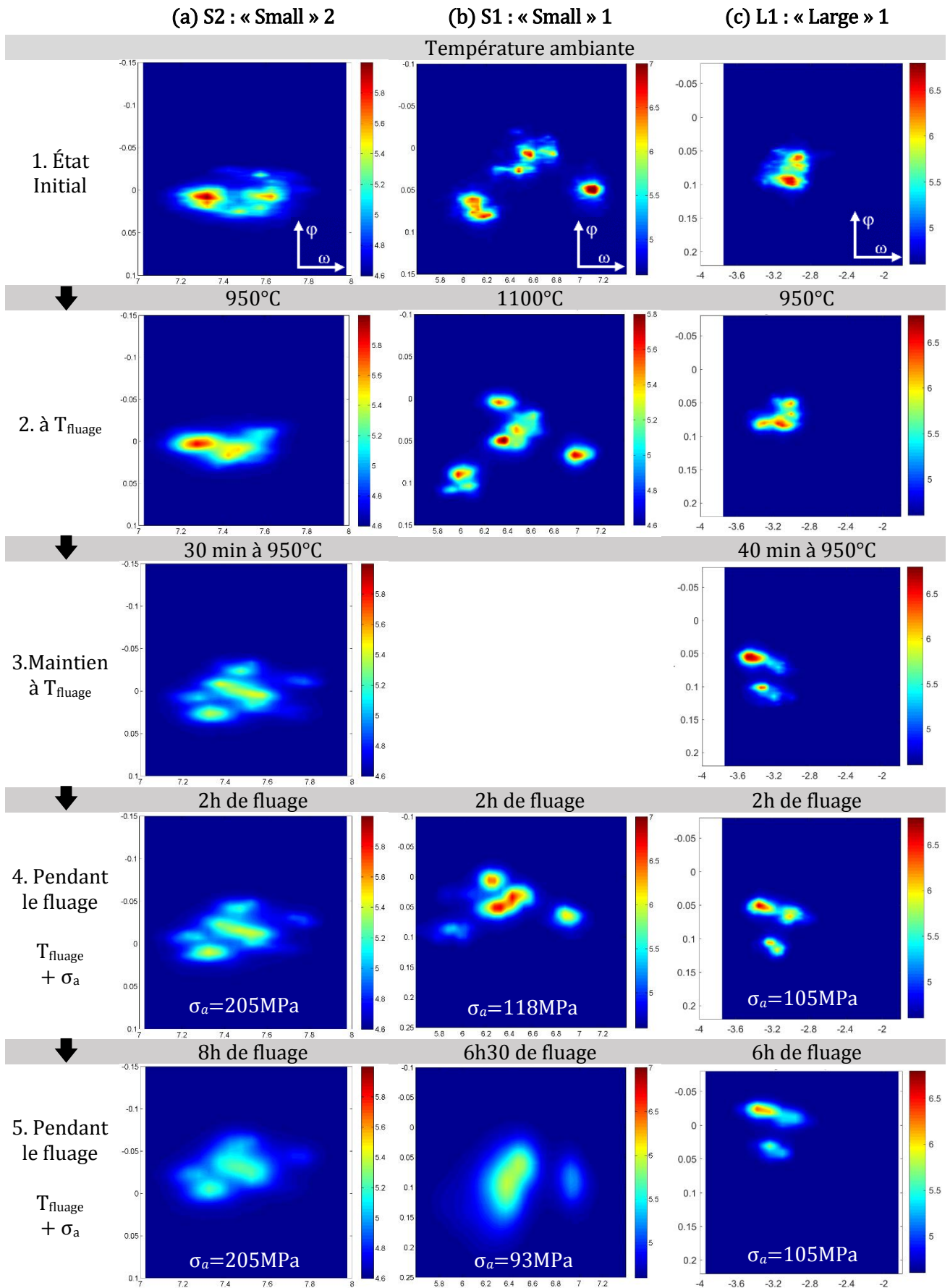


Figure 85 - Images 3D de l'intensité en fonction de φ/ω en échelle logarithmique (en couleur) de S2(a), S1(b) et L1(c) au cours d'un essai de fluage

III. IMAGES 2D

1. Évolution des taches de diffraction durant un essai

L'évolution des images 2D durant un essai de fluage (échantillon S2) est représenté sur la Figure 86.

À l'état initial [Figure 86a] à température ambiante, les différentes taches visibles le long de φ sont liées à la présence des sous-grains, ce qui a déjà été abordé dans la partie précédente sur les images 3D. La microstructure est alors cuboïdale, les précipités γ' sont cohérents avec la matrice γ ($\delta \sim 0$, il y a donc peu de contraintes internes) c'est pourquoi il n'est pas possible de différencier les deux phases : le pic de diffraction en 2θ correspond à un paramètre de maille moyen.

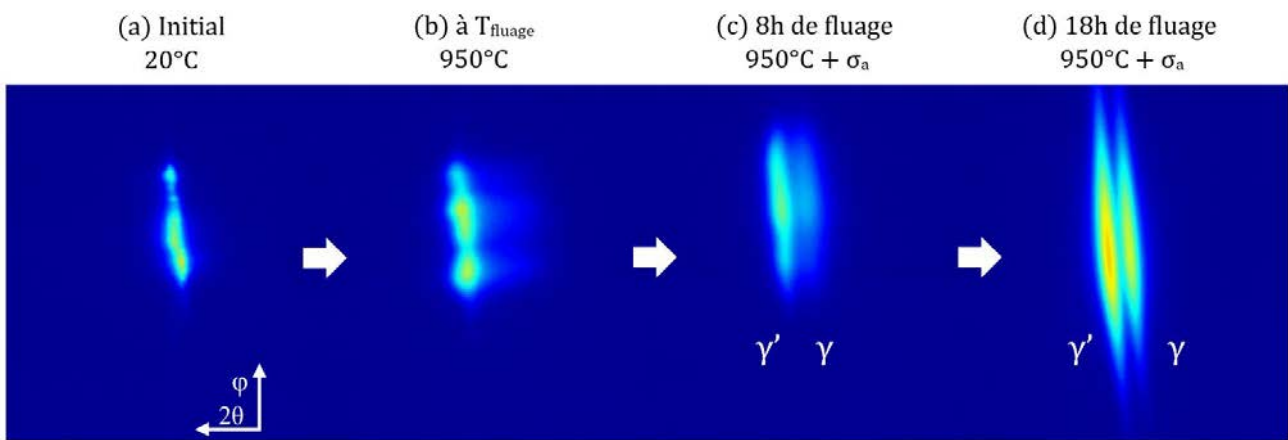


Figure 86 – Évolution des taches de diffraction (200) de l'échantillon S2 durant un essai de fluage : (a) état initial, (b) juste à la température de fluage 950°C, (c) à 8h et (d) à 18h de fluage en échelle logarithme.

À 950°C [Figure 86b], la tache de diffraction évolue et une traînée apparaît le long de 2θ (vers la position du pic γ), similaire aux résultats obtenus en TCD [101, 102]. La Figure 87 représente un diffractogramme obtenu en TCD avant et après mise en radeaux d'un échantillon ; avant la mise en radeaux une traînée est visible dans la même direction. La microstructure est pour le moment encore cuboïdale, mais, les paramètres de mailles des deux phases, via le désaccord paramétrique naturel, évoluent avec la température [p38] modifiant ainsi l'allure des taches. Cette asymétrie est donc directement liée aux contraintes internes qui sont de nature élastique [49].

Après 8 heures de fluage [Figure 86c], un deuxième pic est observable en 2θ : le pic γ est distinct du pic γ' (avec un paramètre de maille plus petit pour γ' soit une valeur de position en 2θ plus grande). La mise en radeaux est en progression, la microstructure devient de plus en plus lamellaire et les phases γ et γ' ne sont plus cohérentes. Leurs interfaces (001) sont tapissées de dislocations, modifiant la distance entre les deux pics qui est associée au désaccord paramétrique perpendiculaire [72]. Le test comprenant des sauts de contraintes est démarré lorsque ces deux pics sont suffisamment séparés et définis.

Après 10 heures et plusieurs montées et descentes en contrainte, les deux pics γ et γ' sont particulièrement bien distincts [Figure 86d] : la microstructure en radeaux est bien établie. Par ailleurs, des bandes (« streaks ») apparaissent selon la direction φ expliquant le flou des taches de diffraction observée sur la Figure 85 durant l'essai. Des simulations en cours [103] suggèrent que ces bandes en φ seraient dues aux variations locales de la distance entre les plans réflecteurs et de leur orientation au voisinage des dislocations d'interfaces.

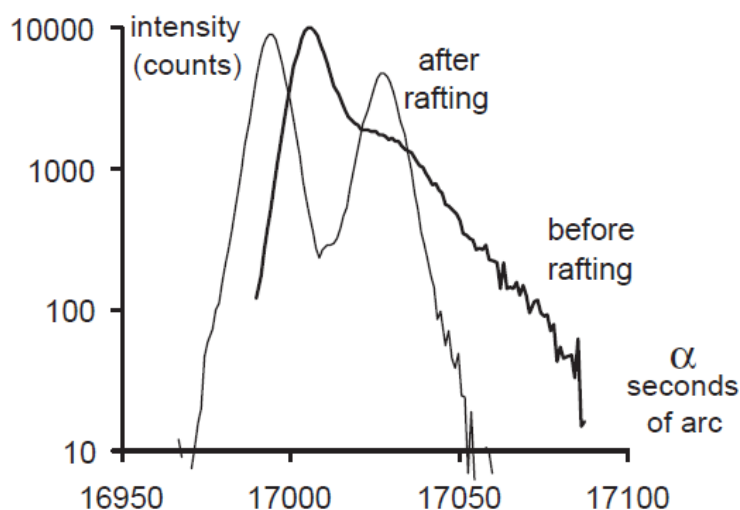


Figure 87 – Pics TCD [102] d'un échantillon avant et après mis en radeaux à l'échelle logarithmique ($T=1080^{\circ}\text{C}$)

2. Ajustement mathématique des images 2D

La Figure 88a montre la zone analysée de l'échantillon « Large » L1 déjà rognée appelée ROI (Region Of Interest) à haute température. L'image 2D a subi une rotation de manière à avoir l'angle φ perpendiculaire (l'axe Y) à l'axe des 2θ (l'axe X).

Selon 2θ , il y a un pic ainsi qu'une trainée [Figure 88b] dû à la montée en température. Cependant selon φ , plusieurs taches sont visibles, dont deux sont particulièrement intenses. Chaque tache correspond à un sous-grain différent.

L'ajustement mathématique des images 2D permet, entre autres, d'identifier la position de l'intensité maximale de la tache de diffraction de γ et de γ' pour chaque sous-grain présent. Pour ce cliché, l'ajustement (« fit » en anglais) a été réalisé en faisant la somme des 3 sous-grains (en φ). Chacun est constitué de la somme de 3 pics décalés en 2θ : γ , γ' et un pic diffus isotrope correspondant au fond. La fonction mathématique utilisée est alors la suivante [Équation 47] :

$$\text{Équation 47} \quad I(X, Y) = f_X(X) \cdot (I_\gamma \cdot f_{Y1}(Y) + I_{\gamma'} \cdot f_{Y2}(Y)) + I_{Bg} \cdot f_{Bg}((X^2 + Y^2)^{1/2})$$

Avec X et Y qui correspondent aux positions en pixels sur la ROI. I est l'intensité maximum du pic et I_s celle des fines bandes selon φ (« streaks » en anglais). L'indice $Y1$ correspond à la phase γ' , $Y2$ à γ et Bg pour le fond.

Équation 48

$$F(x) = A \exp \left[1 - \left[1 + \left(\frac{|x - x_0|}{w} \right)^\beta \right]^{1/\beta} \right]$$

Chaque fonction f s'écrit suivant l'Équation 48 provenant des travaux précédents [2]. Le facteur A est lié à l'intensité, x_0 est la position centrale, $1/w$ correspond à la pente en échelle logarithme et β à la courbure du pic.

L'ajustement (fit) obtenu [Figure 88c et d avec les paramètres du Tableau 12] est proche des résultats expérimentaux que ce soit en échelle linéaire ou en logarithme ici. Afin de mieux visualiser cette concordance, des lignes (intensité selon la position en x), tous les 100 pixels, sont extraites du fit en logarithme [Figure 88d] et comparées aux résultats expérimentaux (qui correspondent aux points) en Figure 88e.

Cet ajustement requiert de longs temps de calcul car le nombre de paramètres à déterminer est important et la convergence est assez lente (plus de 24 heures pour une image 2D). Ce traitement ne permet pas de traiter l'ensemble des données (environ 4000 images 2D par essai). Il peut cependant être utilisé sur quelques images sélectionnées afin de caractériser les sous-grains, en particulier l'apparition et l'évolution des streaks.

3. Procédure d'ajustement d'une image 2D intégrée

Afin de gagner en temps de calcul, les images 2D ont été intégrées en Y pour obtenir un diffractogramme qui correspond à la somme des intensités le long de la direction X (2θ) [Figure 89b]. De plus, cela présente également l'avantage de fournir des résultats plus représentatifs du comportement moyen de la zone de l'échantillon traversée par le faisceau plutôt que d'étudier uniquement un sous-grain.

Les acquisitions 2D réalisées durant les essais *in situ* sont enregistrées en format .edf. Sur ces fichiers figurent les données expérimentales du cliché de diffraction mais aussi un « header » où plusieurs informations sont consignées tels que l'heure, l'angle du goniomètre, la position des moteurs, etc [Annexe p181]. Pour les séparer, plusieurs routines, soit par des scripts de Shell (linux) ou par Matlab, ont été utilisées. Il est alors possible d'extraire les informations utiles et de les enregistrer dans un tableur pour pouvoir en avoir accès rapide, à savoir, par exemple : nom du fichier – date – heure – angle ω .

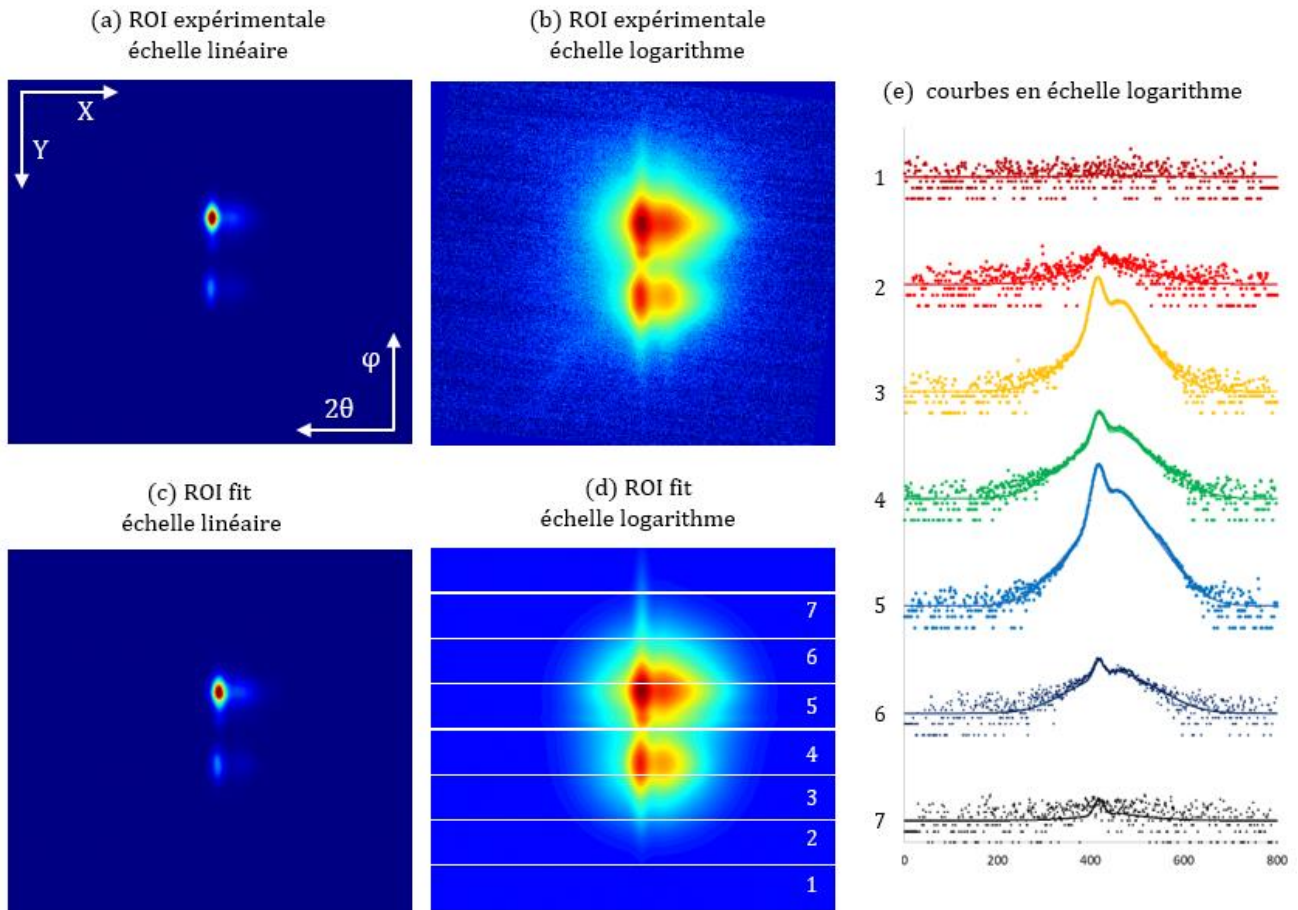


Figure 88 – Zone étudiée de l'échantillon « Large » L1. ROI expérimentale en échelle linéaire (a) et logarithmique (b). ROI déterminé par l'ajustement mathématique FIT en échelle linéaire (c) et logarithmique (d). Courbes en logarithmique (e) de l'ajustement mathématique (d) des lignes horizontales séparées tous les 100 pixels (du bas vers le haut)

| | | Coordonnées | | | Pic en Y | | | Bandes fines (streaks) | | | Pic en X | |
|------|-----------|-------------|-----|-------|----------|-------|-----------|------------------------|-------|-----------|----------|-----------|
| | | Pics | X | Y | I | w_y | largeur Y | I_s | w_s | largeur S | w_x | largeur X |
| SG 1 | γ' | 418 | 314 | 48513 | 9,01 | 14,48 | 2000 | 36 | 5,00 | 2,76 | 7,36 | |
| | γ | 458 | 314 | 8160 | 9,04 | 18,60 | 316 | 36 | 5,00 | 20,43 | 15,42 | |
| | Bg | 452 | 314 | 242 | 24,51 | - | - | - | - | 25,78 | 42,07 | |
| SG 2 | γ' | 415 | 476 | 11580 | 5,45 | 20,90 | 354 | 36 | 5,00 | 4,65 | 6,66 | |
| | γ | 465 | 473 | 2150 | 5,00 | 23,00 | 137 | 36 | 5,00 | 14,70 | 13,27 | |
| | Bg | 449 | 474 | 110 | 24,51 | - | - | - | - | 25,78 | 42,07 | |
| SG 3 | γ' | 420 | 376 | 3188 | 7,54 | 8,80 | 0,0 | 36 | 5,00 | 3,00 | 8,00 | |
| | γ | 460 | 376 | 350 | 7,00 | 7,00 | 0,0 | 36 | 5,00 | 30,00 | 15,42 | |
| | Bg | 446 | 376 | 0,0 | 21,56 | - | - | - | - | - | - | |

Tableau 12 – Résultats de l'ajustement mathématique en utilisant l'Équation 47 pour l'image 2D de la Figure 86 avec 3 sous-grains SG.

Les fichiers peuvent être ouverts par Matlab en utilisant la fonction `pmedf_findInHeader` de Peter Mikulik disponible sur son site internet [104]. Chaque cliché sauvegardé par la caméra est en deux dimensions, en X selon l'angle 2θ et en Y selon l'angle azimutal φ . Matlab est alors idéal pour traiter ces données, qui peuvent être considérées comme une matrice de 2048*2048. En effet, ce logiciel est connu pour être optimisé pour les calculs matriciels.

La caméra étant placée loin de l'échantillon (8m50), et l'angle azimutal φ de diffraction est très petit. Une transformation polaire est alors similaire à une rotation de l'image de quelques degrés (de la même manière que pour l'ajustement de l'image 2D [Annexe p195]). Celle-ci est effectuée par Matlab grâce à la fonction `imrotate`. Chaque cliché a donc subi cette rotation, qui est de 7° pour l'échantillon S2, de $5,5^\circ$ pour S1 et de $6,5^\circ$ pour L1 [Figure 89a]. Ces angles ont été choisis car ils correspondent à l'optimum pour avoir une tache de diffraction perpendiculaire à X.

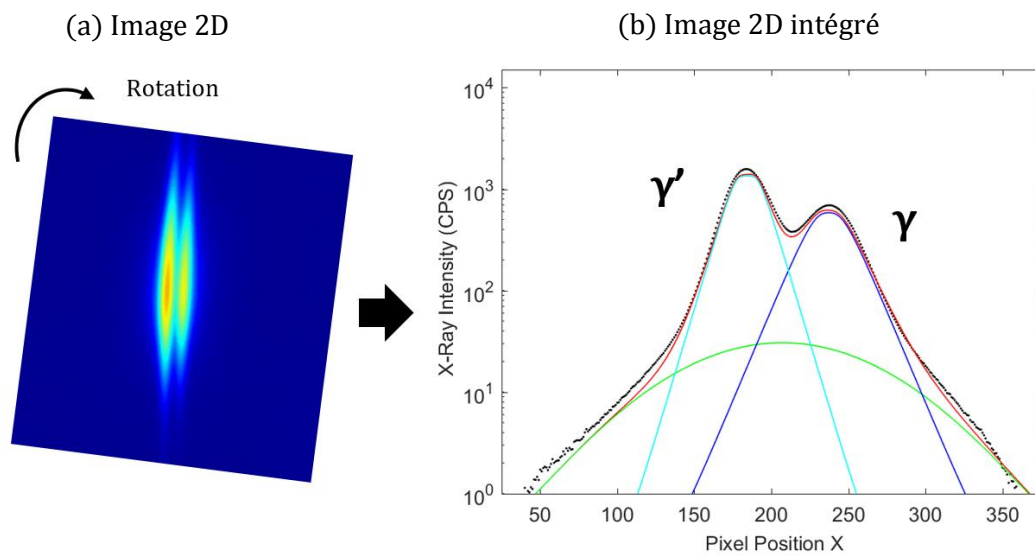


Figure 89 - Image 2D tournée (a) et courbe intégrée obtenue traitée (b), en noir les données intégrées, en rouge la courbe ajustée, en bleu clair la phase γ' , en bleu foncé la phase γ et en vert le fond.

La matrice étant très grande vis-à-vis de la tache de diffraction, seuls les 800 pixels selon l'axe X autour du maximum sont gardés afin de gagner en temps de calcul. Ils sont ensuite intégrés selon Y pour obtenir un graphique de l'intensité des pics de diffraction en fonction de leurs positions en pixel en X [Figure 89b]. Puis le bruit de fond est retiré, il correspond à la moyenne des extrémités (40 données au total).

De la même manière que pour les images 2D, l'ajustement des pics correspond à la somme : du pic γ et γ' (en utilisant l'Équation 48) et d'un fond représenté par une fonction pseudo-Voigt [Équation 49], avec F_{PV} la fraction de lorentzienne/gaussienne. Ces fonctions ont de formes exponentielles. Il est alors plus simple de les déconvoluer et de passer en logarithme ; un offset de 0,1 est ajouté pour garder des valeurs positives.

$$\text{Équation 49} \quad PV(x) = A \left[(1 - F_{PV}) * \exp \left[-\log(2) \left(\frac{x - x_0}{w} \right)^2 \right] + F_{PV} * \frac{1}{1 + \left(\frac{x - x_0}{w} \right)^2} \right]$$

Pour réaliser l'ajustement, la fonction `fit` de Matlab est utilisée, qui est une des fonctions offrant le plus de possibilités en ce qui concerne les options d'ajustement. Tous les paramètres (12 au total) ont une valeur initiale définie et sont limités par des bornes qui sont inscrites dans le Tableau 13.

Ces valeurs ont été définies empiriquement et en accord avec les données de la thèse de Laura Dirand [p57]. La routine créée pour réaliser cet ajustement est faite de manière à traiter plusieurs fichiers à la suite : après chaque boucle, les valeurs initiales prennent alors les valeurs trouvées lors du précédent ajustement (programme en Annexe p188).

Un vecteur poids est aussi appliqué pour pouvoir ajuster plus finement au niveau du centre des deux pics. Un facteur pondéré plus important est assigné sur les 120 pixels correspondants.

| Pic | Paramètres | Initial | Limite basse | Limite haute |
|-----------|------------|----------|--------------|--------------|
| γ' | A | 1600 | 0 | +Inf |
| | x_0 | Xmax | 0 | Xmax +30 |
| | w | 5.5 | 2 | 30 |
| | β | 2.5 | 2 | 4 |
| γ | A | 400 | 0 | +Inf |
| | x_0 | Xmax +30 | Xmax +5 | Xmax + 50 |
| | w | 10 | 2 | 25 |
| | β | 2.2 | 2 | 4 |
| Bg | A | 20 | 0 | +Inf |
| | x_0 | Xmax +20 | 0 | +Inf |
| | w | 60 | 5 | +Inf |
| | F_{PV} | 0.07 | 0 | 1 |

Tableau 13 - Valeurs initiales et bornes des paramètres d'ajustement, +Inf = infinie et Xmax = position du maximum selon X

La méthode choisie est l'ajustement par les moindres carrés de manière non linéaire. Cette technique classique vise à minimiser l'écart entre les mesures expérimentales et la fonction mathématique théorique. Pour la rendre plus robuste, une technique est sélectionnée (`Robust Bisquare`), basée sur le calcul des incertitudes de mesures (lié à l'écart-type) afin d'exclure les points aberrants.

Le calcul de l'ajustement se fait jusqu'à convergence du modèle mathématique avec les résultats expérimentaux. Pour estimer si la convergence est suffisante, la fonction `fit` utilise deux critères : `TolFun` et `TolX` [Figure 90]. Lorsque le solveur calcule une mesure inférieure à un de ces critères, le calcul s'arrête. Il s'arrête également lorsqu'il atteint le nombre maximal d'itération `MaxIter`. Le nombre `MaxFunEvals` correspond au nombre de fois que la fonction d'ajustement peut être évaluée (en prenant en compte les paramètres actualisés). Les valeurs des paramètres d'options utilisées pour l'ajustement sont répertoriées dans le Tableau 14.

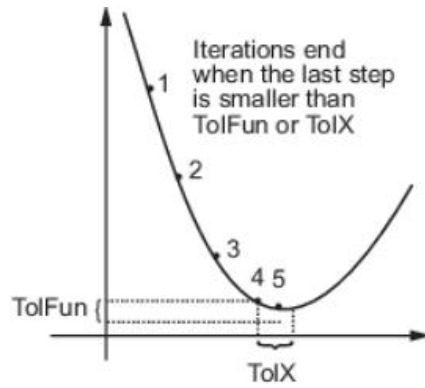


Figure 90 – Représentation graphique des paramètres TolFun et TolX pour l'ajustement

| Paramètre d'option | Valeur |
|--------------------|-------------------|
| TolFun | 10 ⁻²⁰ |
| TolX | 10 ⁻⁴⁰ |
| MaxIter | 1000 |
| MaxFunEvals | 10000 |

Tableau 14 – Paramètres du solveur utilisés

Une fois que le solveur a terminé son calcul, les 12 paramètres sont enregistrés dans un fichier texte. À partir de ces paramètres, les courbes théoriques sont calculées. À partir de celles-ci et en utilisant la fonction `trapz`, l'aire sous les pics en est déduite. L'intensité intégrée des pics de diffraction est considérée proportionnelle au volume diffractant de cette phase. Le rapport relatif de ces aires permet de déterminer une fraction approximative de la phase γ' .

Le désaccord paramétrique perpendiculaire δ_{\perp} , comme expliqué dans le chapitre 1 [p47], dépend des paramètres de maille de chacune des phases [Équation 50]. La position des pics de diffraction est directement liée au paramètre de maille de cette phase. Ainsi δ_{\perp} est calculé comme étant l'écart, en pixel, entre la position des deux phases divisé par la distance moyenne de la tache de diffraction et le faisceau transmis (correspondant à 17 000 pixels).

Équation 50

$$\delta_{\perp} = 2 \frac{a_{xx}^{\gamma'} - a_{xx}^{\gamma}}{a_{xx}^{\gamma'} + a_{xx}^{\gamma}} = \frac{x_0^{\gamma'} - x_0^{\gamma}}{17\,000}$$

Matlab permet de réaliser le traitement de chaque image 2D de manière automatique afin de gagner du temps et ainsi de connaître l'évolution de δ_{\perp} durant chaque essai (pour L1 par exemple en Figure 91). En parallèle, le même traitement a été réalisé avec une routine programmée en Fortran ; celle-ci converge avec les résultats Matlab [Figure 91] et permet de valider l'ajustement mathématique.

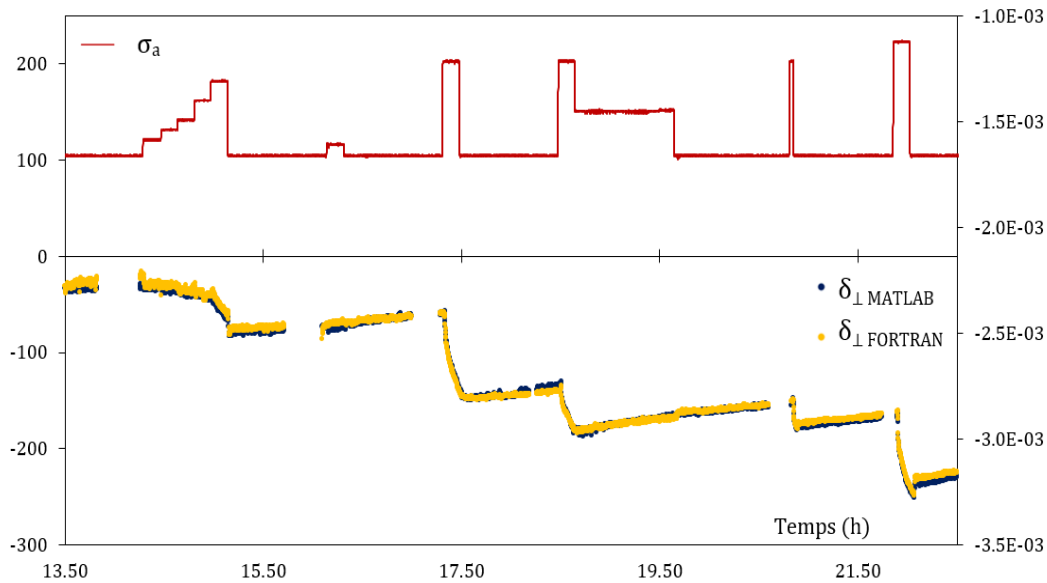


Figure 91 – Graphique de la contrainte appliquée (rouge) et des désaccords paramétriques perpendiculaires estimés par Matlab (orange) et Fortran (vert) au cours d'un essai in situ (L1-950°C)

4. Dépouillement des résultats

a. Estimations des propriétés des échantillons

À partir de ces données extraites des images 2D (fraction de la phase γ et δ_{\perp}), les contraintes internes et déformations plastiques sont calculées en utilisant le modèle mécanique composite [p47].

Les courbes de référence obtenues à partir des résultats de Laura Dirand permettent de déduire un premier facteur X [Équation 19] pour nos températures d'essais. Les déformations élastiques de chaque phase $\varepsilon_{xx}^{él}$ et $\varepsilon_{xx}'^{él}$ sont déterminées, quant à elles, à partir des positions des pics. Elles correspondent chacune à un $\Delta l/l_0$ de la phase en question en prenant comme Δl , la différence entre la position du pic à l'instant t pendant l'essai *in situ* et la position du pic à l'état initiale. Grâce au facteur X et aux déformations élastiques de γ et γ' , la déformation élastique moyenne est calculée en utilisant l'Équation 51 découlant du modèle mécanique composite [p49]. Cette déformation moyenne est liée par une loi linéaire à la contrainte appliquée dont le coefficient directeur est proportionnel au module d'Young moyen et au coefficient de poisson ($\nu=0.42$).

Équation 51

$$\varepsilon_{moy}^{él} = X\varepsilon_{xx}^{él} + (1 - X)\varepsilon_{xx}'^{él} = -\frac{\nu}{E_{moy}}\sigma_a$$

Le module de chacune des phases est ensuite calculé à partir de ce module d'Young moyen et de la fraction f de phase γ' à partir de l'Équation 52 [p50]. X est ensuite affiné jusqu'à obtenir des valeurs de modules qui s'avèrent proches de celles obtenues par Laura Dirand pour ces températures. Les désaccords paramétriques naturels $\delta(T)$ pour les températures d'essais sont déterminés à partir des données de la thèse de Laura Dirand [Figure 76].

Équation 52

$$E = \frac{E_{moy}(1 - X)}{(1 - f)} \quad \text{et} \quad E' = \frac{E_{moy}X}{f}$$

De plus, à partir de la fraction f moyenne de γ' la température d'essai a été corrigée en utilisant comme référence les données de Laura Dirand [p90]. Les valeurs ainsi trouvées pour nos trois échantillons figurent dans le Tableau 15. Il y a une grande différence entre le module d'Young de l'échantillon S2 et L1 pourtant testés à des températures voisines. Cette disparité n'est pas inconcevable, en effet pour ces mêmes températures Laura Dirand avait également trouvé des modules d'Young compris entre 70 et 90 GPa [p90].

| | « Small » S2 | « Small » S1 | « Large » L1 |
|-----------------|--------------|--------------|--------------|
| Température | 970°C | 1090°C | 950°C |
| f moyen | 0,63 | 0,49 | 0,65 |
| X | 0,66 | 0,58 | 0,66 |
| E_{moy} (GPa) | 85 | 47 | 73 |
| E (GPa) | 79 | 39 | 70 |
| E' (GPa) | 89 | 56 | 75 |
| $\delta(T)$ | -0,0023 | -0,0028 | -0,0023 |

Tableau 15 – Propriétés des échantillons déterminées à partir du traitement des images 2D

b. Estimations des déformations plastiques

La carte d'acquisition de l'appareil de fluage permet d'enregistrer à la fois la force, la température du thermocouple du milieu et les mesures des deux capteurs de déformations dans la direction de traction et de sauvegarder ces données dans un tableur.

Nos échantillons faisant 2 mm de diamètre, la section est de 3.14 mm². Ainsi, en divisant la force par cette surface, la contrainte appliquée σ_a peut être déterminée pour chaque temps de mesure.

Connaissant la longueur initiale des échantillons ($l_0=12\ 000\mu\text{m}$), la déformation $\Delta l/l_0$ est estimée. Cependant cette déformation correspond à non pas uniquement l'échantillon mais également à toute la ligne d'amarrage. Les mors et la machine de traction peuvent également s'allonger ou raccourcir notamment lors des fluctuations de température. Pour déterminer la déformation plastique de l'échantillon à partir de ces données il faut donc soustraire la déformation élastique totale (échantillon et machine). Ne connaissant pas la rigidité de l'appareil, celui-ci est estimé de manière à retirer les parties élastiques reconnaissables par des pentes qui suivent immédiatement une montée en contrainte tel que le graphique de la Figure 92 le montre.

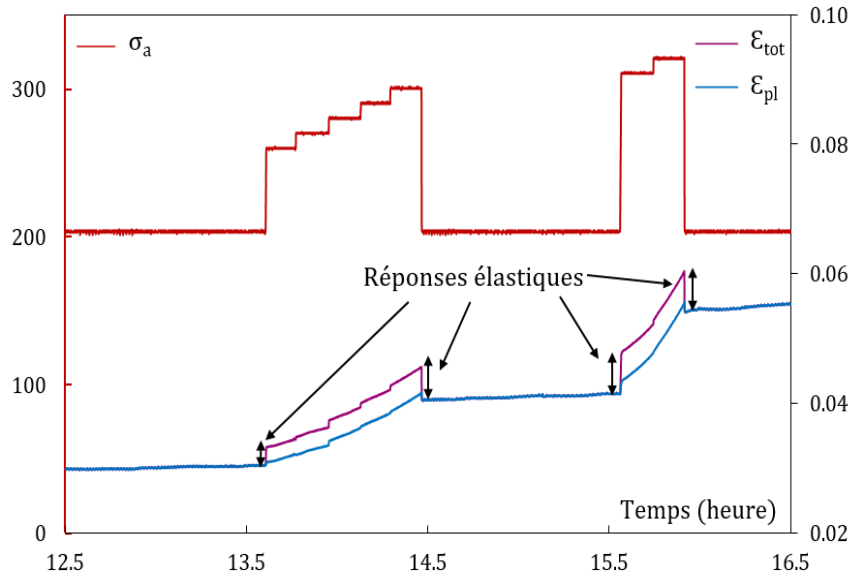


Figure 92 - Contrainte appliquée (rouge), déformation totale (violette) et déformation plastique (bleu) durant un essai in situ (S2)

Les données enregistrées par la carte d'acquisition se font à des fréquences plus rapides que celles enregistrées par diffraction. Grâce à une routine Matlab [Annexe p196], les données provenant des capteurs de déformations correspondant au temps d'acquisitions par diffraction sont extraites (en moyennant sur 5 valeurs consécutives). Les déformations plastiques et les mesures de températures présentent un bruit très important, ce qui induit de fortes erreurs pour le reste des calculs. Pour atténuer ce bruit, la fonction `smooth` de Matlab est utilisée avec la méthode `loess`. Il s'agit d'une régression locale avec un polynôme du second degré, pondéré par la méthode des moindres carrés. Un exemple de traitement de données est représenté dans le graphique de la Figure 93.

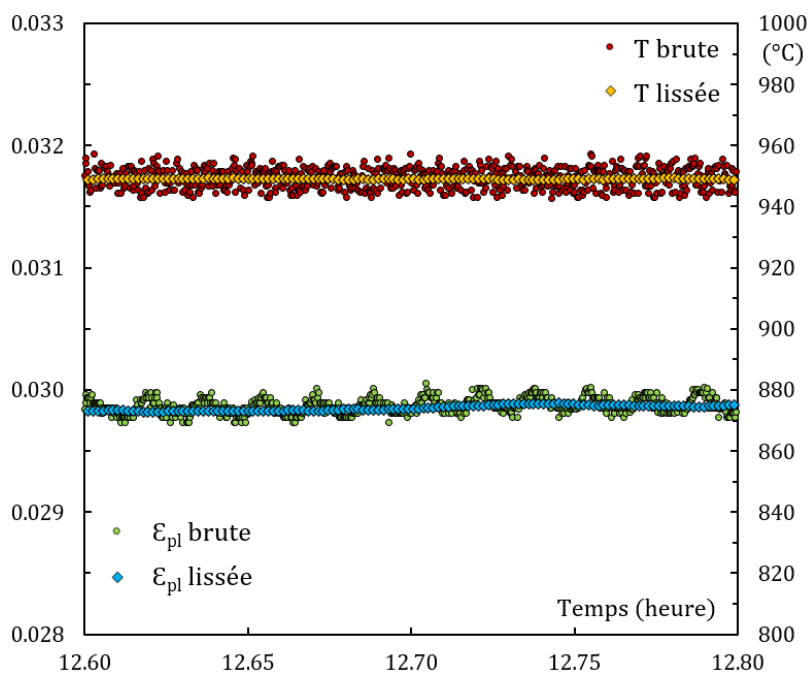


Figure 93 - Représentation graphique de la déformation plastique brute et lissée ainsi que de la température brute et lissée

À partir de ces données de déformation plastique totale et des valeurs de δ_{\perp} , les déformations plastiques de chacune des phases (puis les vitesses de déformations) peuvent être déduites en tout point de l'essai en utilisant les formules de l'Équation 53 explicitées dans le chapitre 1 [p51] :

$$\text{Équation 53} \quad \varepsilon_{zz}^{pl} = \varepsilon_{zz}^{pl\ moy} - 2f\delta_{\perp} \quad \text{et} \quad \varepsilon_{zz}'^{pl} = \varepsilon_{zz}^{pl\ moy} + 2(1-f)\delta_{\perp}$$

c. Évolution des contraintes internes et des déformations plastiques

À partir des données traitées de δ_{\perp} , les contraintes internes [Équation 54] et la contrainte de Von Mises [Équation 55] peuvent être alors estimées durant l'essai en utilisant le modèle composite [p50]

$$\text{Équation 54} \quad \sigma_{xx} = -\frac{XE}{(1-\nu)} \left[(\delta_{\perp} - \delta(T)) + \left(\frac{1}{E'} - \frac{1}{E} \right) \nu \sigma_a \right] \quad \text{et} \quad \sigma'_{xx} = \frac{(f-1)}{f} \sigma_{xx}$$

$$\text{Équation 55} \quad \sigma_{VM} = \sigma_a - \sigma_{xx}$$

Ainsi l'évolution des contraintes σ_a , σ_{xx} , $-\sigma'_{xx}$, σ_{VM} et des déformations plastiques de γ et γ' sont reportées sur des graphiques pour chaque échantillon au cours d'un essai (S2 : Figure 94, S1 : Figure 95, L1 : Figure 96). Ces courbes sont exploitées dans le chapitre suivant.

Chaque graphique commence après la mise en radeaux. L'axe du temps correspond à l'heure à laquelle les données ont été collectées afin de comparer directement avec nos annotations et les fichiers « header ».

« Small » S2 à 970 °C

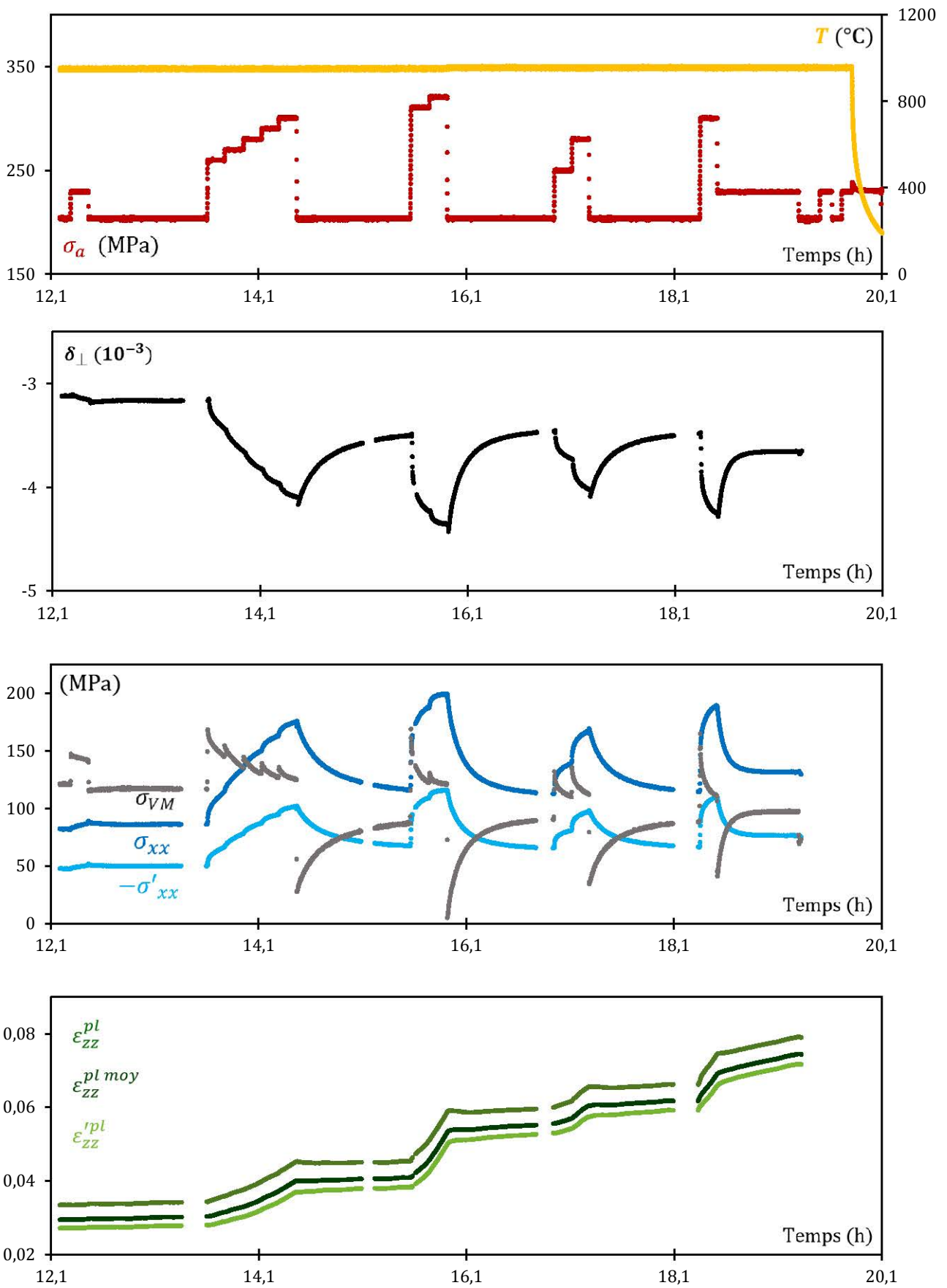


Figure 94 - Contrainte appliquée et température, δ_{\perp} , Contraintes internes et déformations plastiques de S2

« Small » S1 à 1090 °C

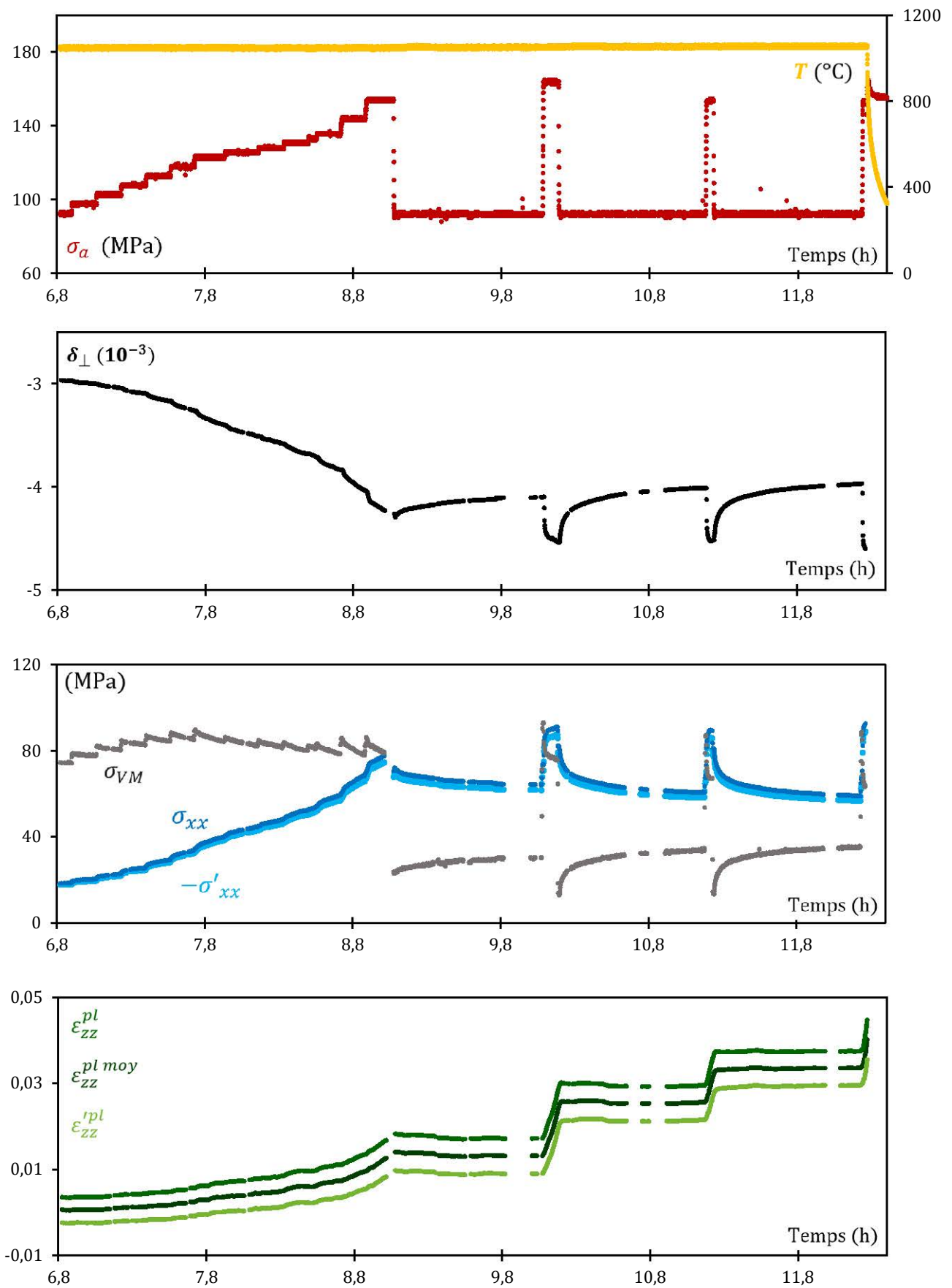


Figure 95 - Contrainte appliquée et température, δ_{\perp} , Contraintes internes et déformations plastiques de S1

« Large » L1 à 950 °C

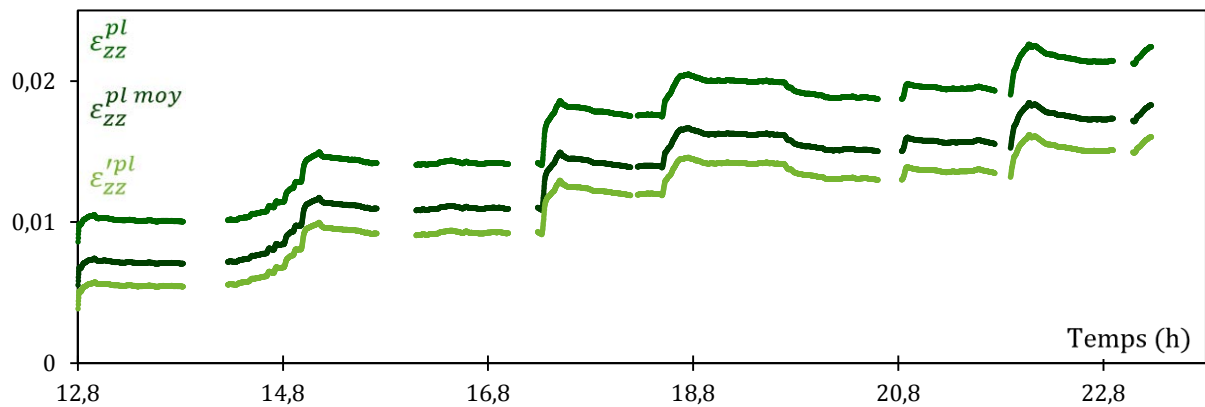
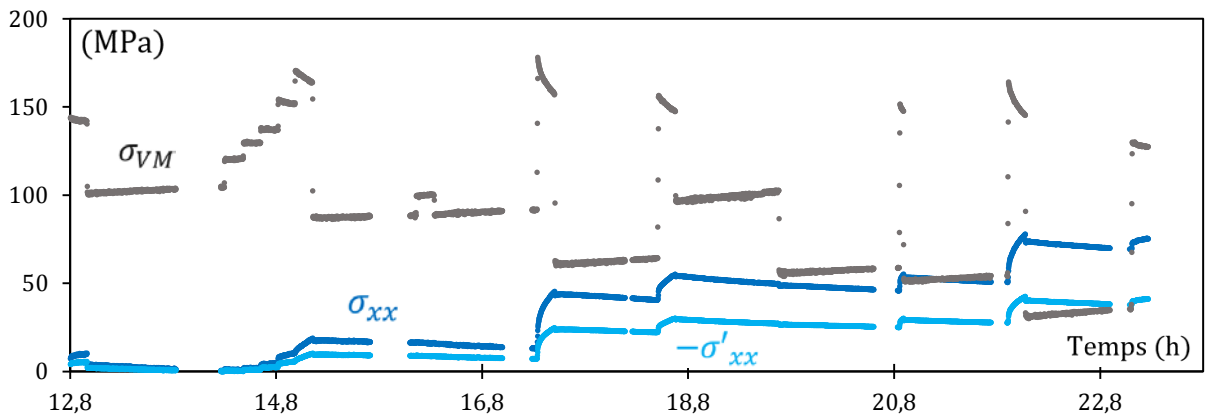
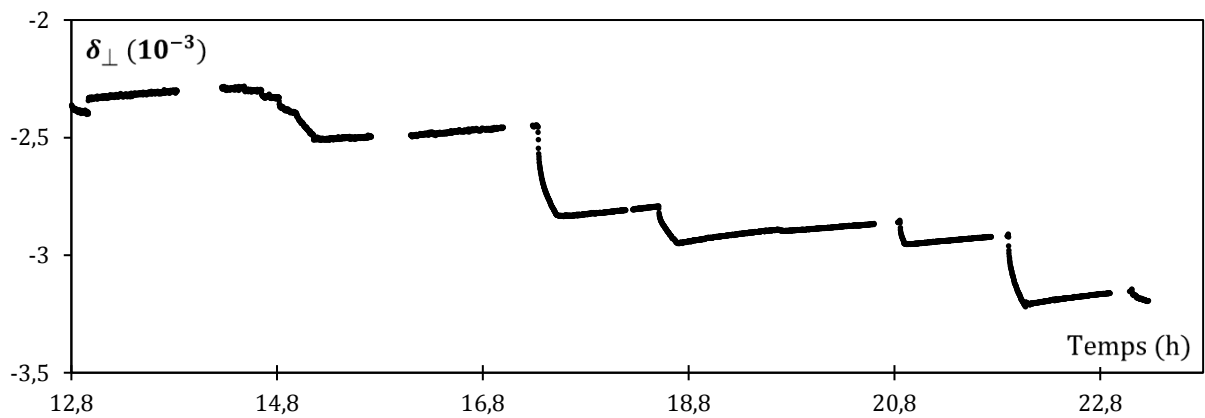
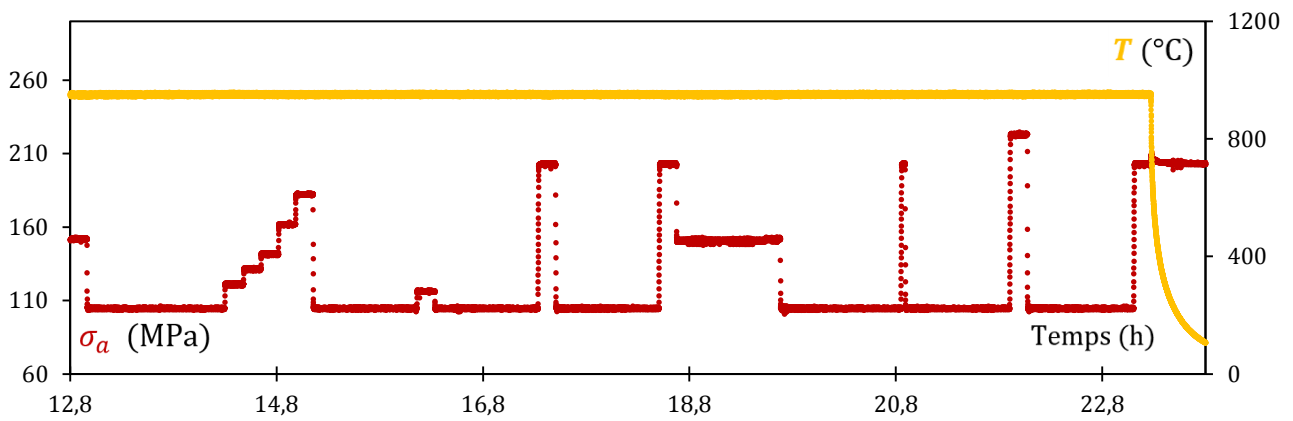


Figure 96 - Contrainte appliquée et température, δ_{\perp} , Contraintes internes et déformations plastiques de L1

IV. CARACTÉRISATION *POST MORTEM*

1. MEB

Des observations au MEB [Figure 97] ont été réalisées après refroidissement sous haute contrainte, en suivant la procédure décrite en chapitre 2 [p77]. L'épaisseur de γ et de γ' ainsi que la longueur des radeaux dans la direction perpendiculaire ont été déterminées et reportées dans le Tableau 16.

| | « Small » S2 | « Small » S1 | | « Large » L1 |
|----------------------------------|--------------|----------------------|----------------------|--------------|
| Température d'essai | 970 °C | 1090°C | | 950°C |
| Durée de l'essai | 20 h | 6 h | | 16 h |
| Epaisseur γ e | 271 nm | ¹ 333 nm | ² 311 nm | 457 nm |
| Epaisseur γ' e' | 357 nm | ¹ 427 nm | ² 441 nm | 466 nm |
| Longueur radeaux l_r | 2832 nm | ¹ 1002 nm | ² 1649 nm | 3378 nm |
| Fraction surfacique de γ' | 60 % | 63 % | | 57 % |

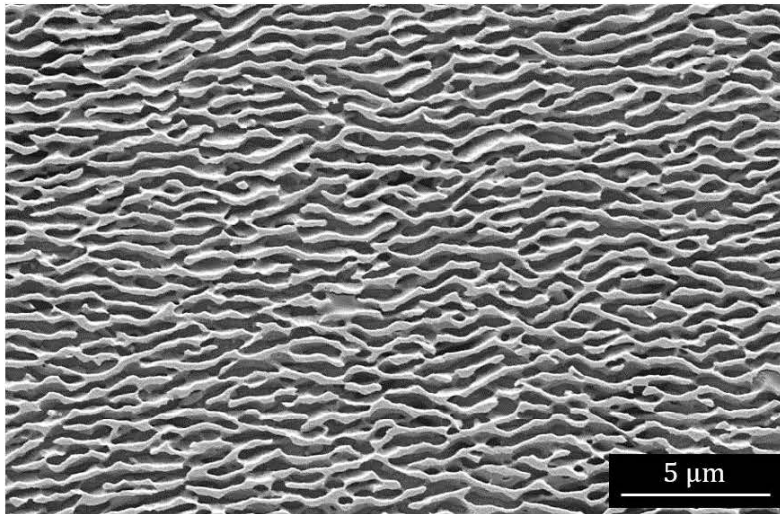
Tableau 16 – Résultats de la caractérisation par analyse des clichés MEB pour (a) S2, (b) S1 avec ¹ pour les zones cuboïdales et ² pour les zones en radeaux et (c) L1

Les échantillons S2 [Figure 97a] et L1 [Figure 97c] présentent une microstructure en radeaux homogène tandis que l'échantillon S1 [Figure 97b] a à la fois des zones cuboïdales et des zones en radeaux (d'où la distinction dans le Tableau 16 entre les deux zones). Cela peut s'expliquer par le fait que cet échantillon, malgré un essai à plus haute température, a subi du fluage pour une période plus courte (6 heures contre 20 ou 16 heures). De plus, l'observation *post mortem* n'est pas réalisée au milieu de l'échantillon (où la zone est plus chaude et traversée par le rayonnement synchrotron) car cette partie est réservée pour les lames MET. Elle présente donc une microstructure légèrement différente de celle sondée par les rayons X au synchrotron. Après refroidissement, des précipités secondaires [p33] sont également visibles dans la phase γ de L1.

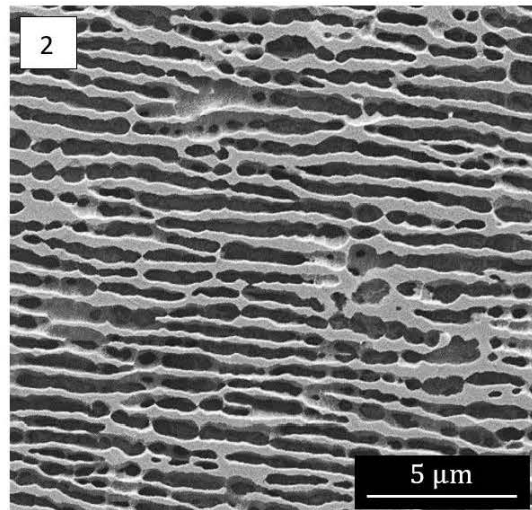
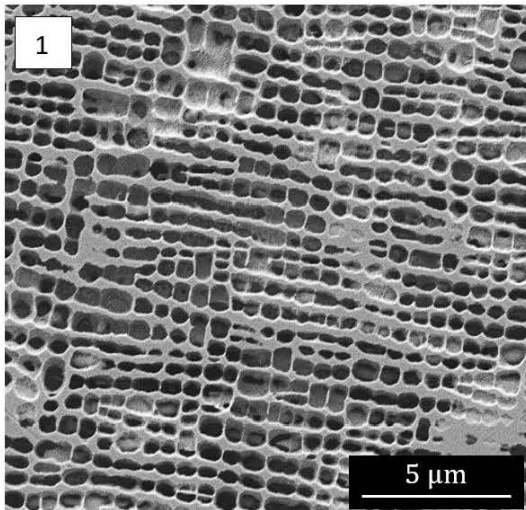
Le temps de fluage pour l'échantillon S1 justifie également le fait que la longueur des radeaux est sensiblement la moitié de celle des deux autres échantillons [Tableau 16]. Les microstructures initiales des échantillons « Large » et « Small » ont été choisies [p88] afin d'obtenir des longueurs de radeaux différentes. Néanmoins, ce n'est pas ce qui est obtenu après ces essais *in situ*. En effet, les valeurs l_r des échantillons S2 et L1 sont proches [Tableau 16]. La différence qui existe entre ces échantillons n'est pas autant significative que lors de nos essais préliminaires [p93], c'est vraisemblablement dû aux sauts de contraintes subies par les échantillons qui ne sont pas équivalents (et des temps d'essais plus long).

Cependant, la plus grande différence entre l'échantillon S2 et L1 réside dans les épaisseurs des deux phases. Effectivement, pour l'échantillon L1, ces épaisseurs sont équivalentes entre les deux phases tandis que pour S2 ou bien même S1, les précipités γ' restent plus larges que la matrice γ [Tableau 16]. De plus, l'épaisseur de la phase γ de l'échantillon L1 est un peu moins de deux fois plus grande que celle de S2.

(a) « Small » S2 970°C



(b) « Small » S1 1090°C



(c) « Large » L1 950°C

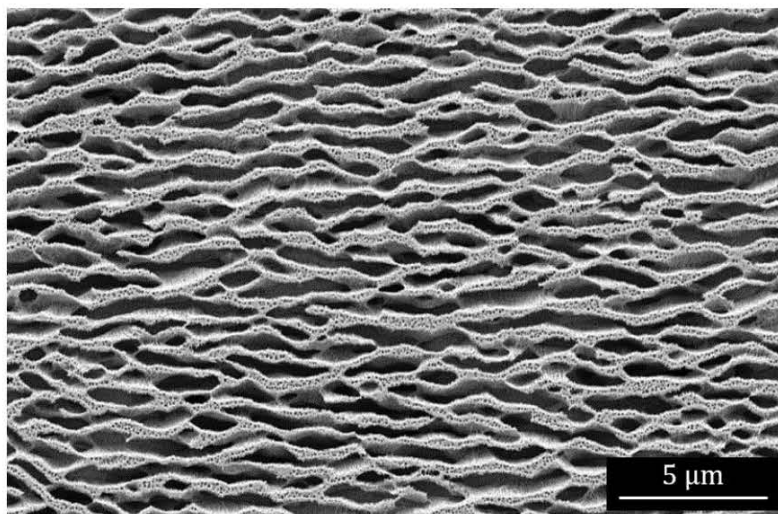


Figure 97 – Clichés MEB post mortem des échantillons (a) S2, (b) S1 avec ¹ zone cuboïdale et ² zone en radeaux et (c) L1

2. MET

Des observations des dislocations ont été réalisées par MET. L'estimation de leurs densités est faite en se basant sur la méthode d'extinction tel qu'elle est décrite dans le chapitre 2 [p79]. En effet, en fonction du vecteur g qui est en position de diffraction, les dislocations sont visibles ou éteintes selon l'orientation de leur vecteur de Burgers. Dans le but de déterminer la densité de dislocations dans γ' , il est nécessaire de rendre visible toutes ces dislocations (d'où l'utilisation de l'axe de zone [101] avec $g=111$ et $g=-111$)

Plusieurs clichés à un même grandissement et dans les mêmes conditions de diffraction ont été pris puis assemblés pour former une carte de la zone étudiée. Ensuite, les dislocations au sein de la phase γ' sont comptées. La surface correspondante est calculée puis multipliée par la fraction f de γ' , puis le nombre de dislocations est divisé par cette valeur afin d'estimer la densité de dislocations au sein de γ' . Pour cette analyse, les densités sont calculées pour les deux g (clichés pris sur la même zone) et ensuite moyennées, ces valeurs sont reportées dans le Tableau 17. Une des cartographies utilisée pour l'échantillon S2 est en Figure 98, S1 en Figure 99 et L1 en Figure 100 (les deuxièmes sont en Annexes p198, p199 et p200).

Par ailleurs, pour avoir une bonne représentativité, il est nécessaire d'avoir une zone étendue à observer ce qui est délicat à obtenir en raison des aléas de la préparation des lames MET (ainsi plusieurs lames ont été faites car certaines ne présentaient pas de zones suffisamment grandes à observer où seule une partie des radeaux était visible). De plus, idéalement, plusieurs zones d'un même échantillon devraient être analysées pour avoir des résultats plus représentatifs. Ainsi les surfaces totales [Tableau 17] observées au MET sont faibles (moins de $200 \mu\text{m}^2$) vis-à-vis du volume sondé au synchrotron qui est beaucoup plus important.

| | « Small » S2 970°C | « Small » S1 1090°C | « Large » L1 950°C |
|--|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Durée essai <i>in situ</i> | 20h | 6h | 16h |
| Contrainte de refroidissement | 230 MPa | 150 MPa | 200 MPa |
| Fraction f <i>in situ</i> | 63% | 49% | 65% |
| Nombre moyen de dislocations γ' | 182 | 66 | 102 |
| Surface totale moyenne des cartographies MET | $61 \mu\text{m}^2$ | $163 \mu\text{m}^2$ | $78 \mu\text{m}^2$ |
| Densité de dislocation dans la phase γ' | $4,7 / \mu\text{m}^2$ | $0,8 / \mu\text{m}^2$ | $2,0 / \mu\text{m}^2$ |

Tableau 17 – Densités de dislocation au sein de la phase γ' estimées à partir des clichés MET

« Small » S2 à 970 °C

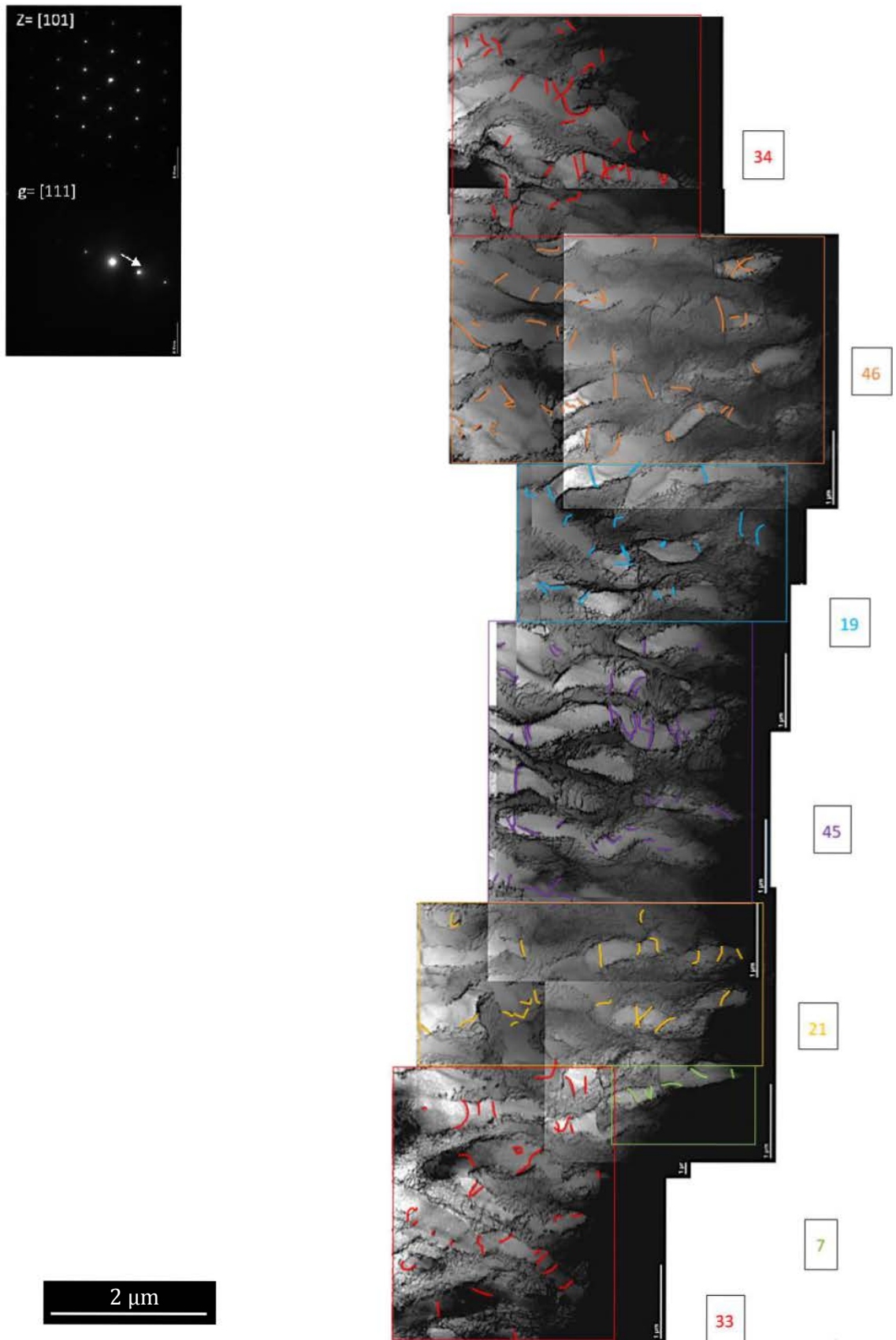


Figure 98 – Carte MET de l'échantillon S2 utilisée pour estimer la densité de dislocation dans γ'

« Small » S1 à 1090 °C

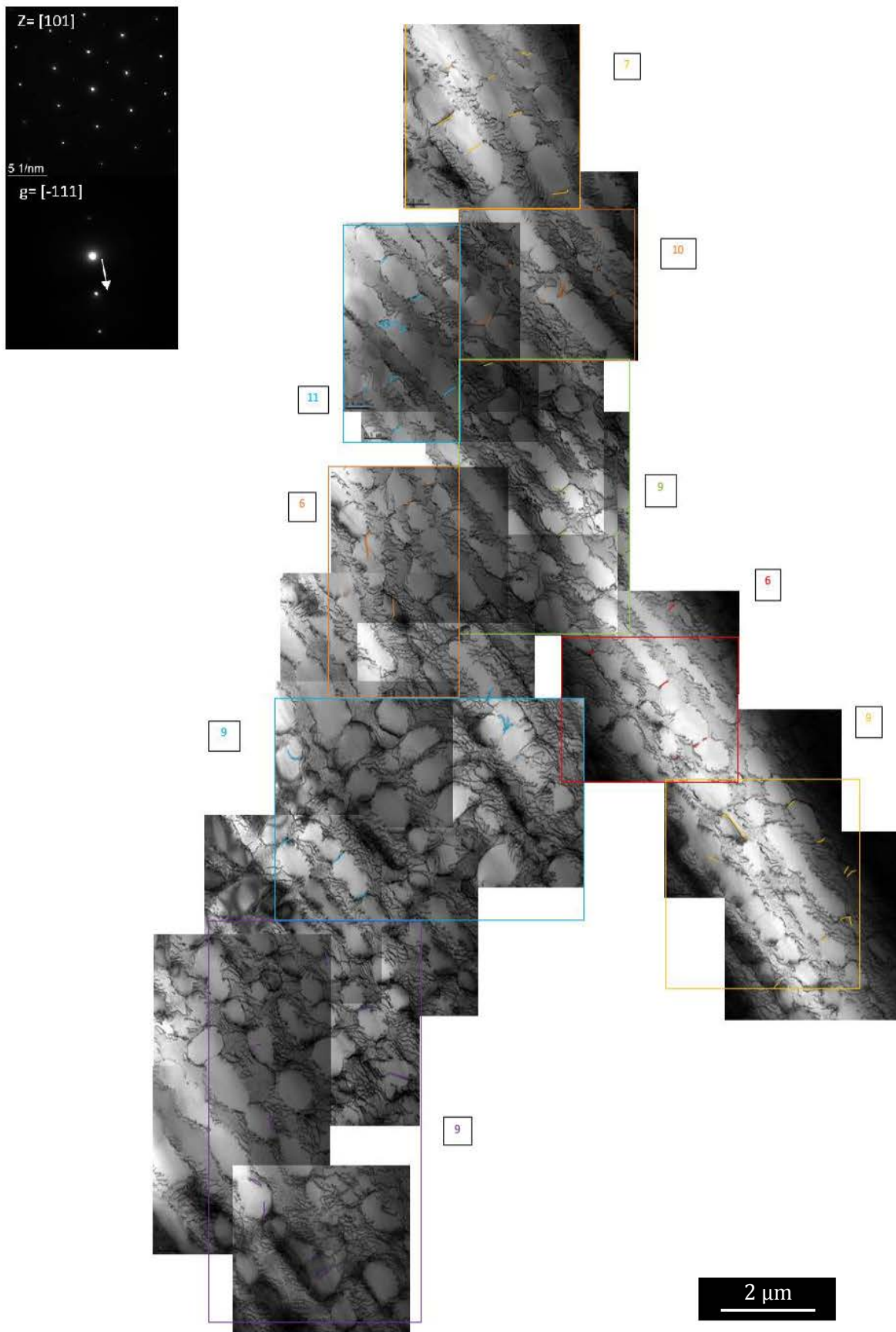


Figure 99 – Carte MET de l'échantillon S1 utilisée pour estimer la densité de dislocation dans γ'

« Large » L1 à 950 °C

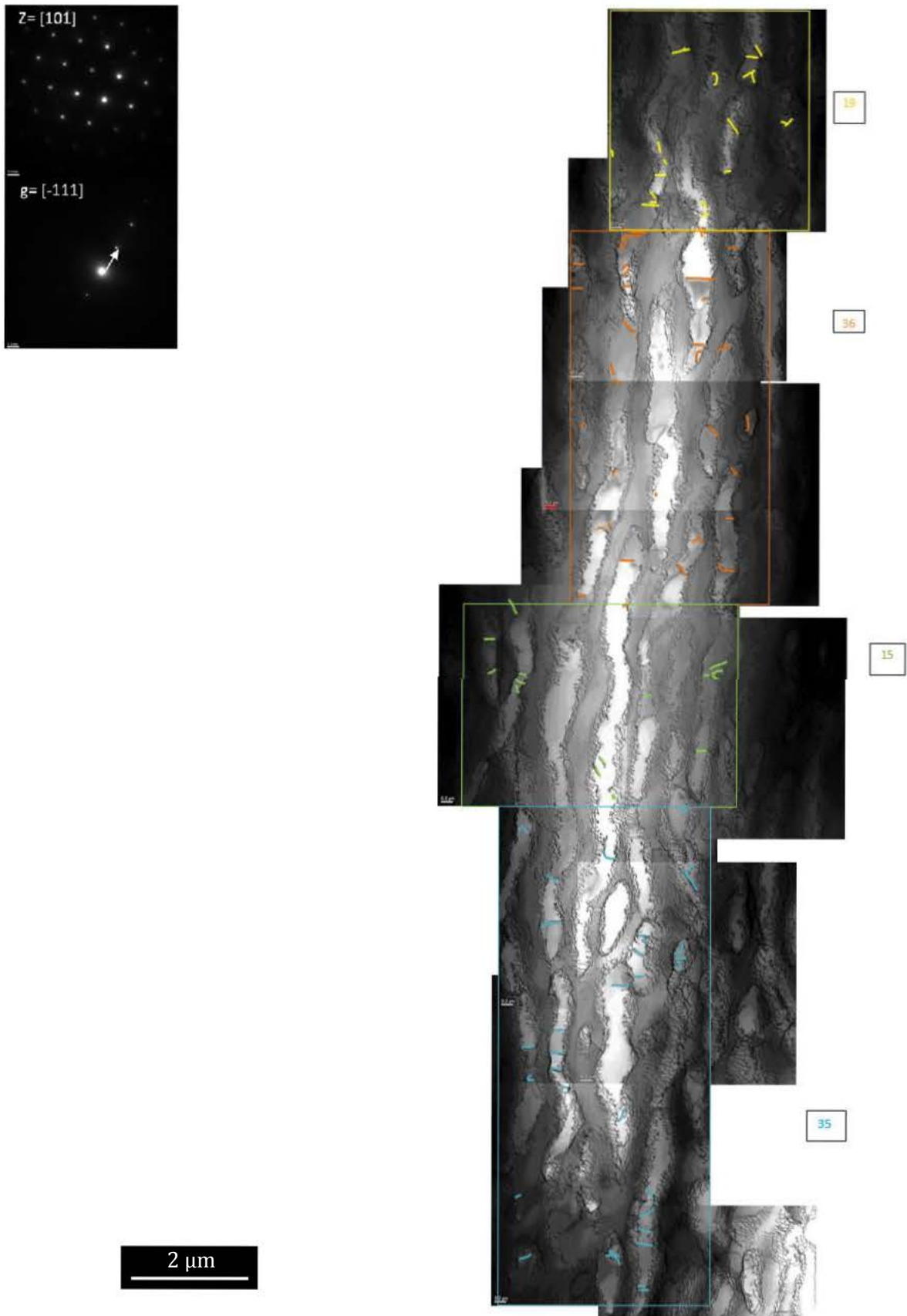


Figure 100 - Carte MET de l'échantillon L1 utilisée pour estimer la densité de dislocation dans γ'

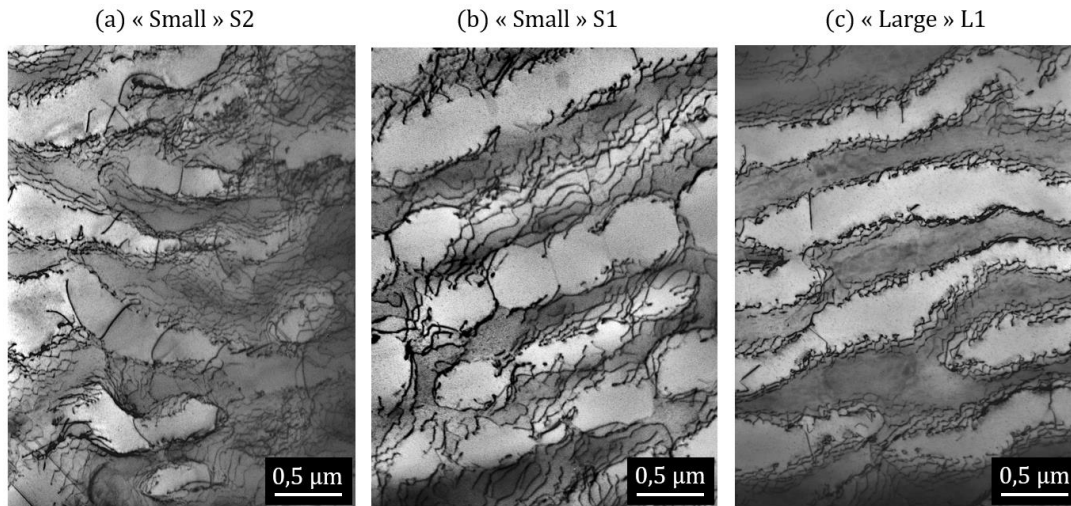


Figure 101 - Cliché MET représentatif des échantillons (a) S2, (b) S1 et (c) L1. La phase γ est en sombre et γ' en claire.

Les réseaux de dislocations d'interfaces sont bien visibles sur tous les clichés MET. L'échantillon « Small » S2 présente le plus grand nombre de dislocations dans la phase γ' [Figure 101a] avec une densité de 4,7 par μm^2 . À contrario, S1 en a très peu [Figure 101b] avec seulement 0,8 / μm^2 et l'échantillon « Large » L1 [Figure 101c] en a environ moitié moins que S2 avec 2,0 dislocations par μm^2 . Pour une future identification des dislocations au sein de γ' plusieurs clichés à différents g ont été pris [Annexe p201].

Les refroidissements des échantillons ont eu lieu après un saut de contrainte appliquée à une valeur de : 230MPa pour S2 (essai à 970°C), 150MPa pour S1 (essai à 1090°C) et 200MPa pour L1 (essai à 950°C). Ces échantillons sont différents de par leurs microstructures initiales, la température d'essai, les différents sauts de contrainte appliquée et également par leur refroidissement à une contrainte appliquée (i.e. en contrainte interne également). Ces différences expliquent les diverses densités de dislocations au sein de γ' trouvées. L'exploitation approfondie de ces données est réalisée dans le chapitre suivant.

3. EPMA (microsonde de Castaing)

Pour évaluer l'homogénéité chimique des échantillons une analyse par EDS [Annexe p204] a été réalisée de façon *post mortem*. Cette technique n'a pas donné de résultats probants. En effet, les raies caractéristiques du Tungstène et du Tantale sont confondues, empêchant une bonne identification des spectres obtenus. La distinction de ces deux éléments serait importante, le Tantale ségrégeant préférentiellement dans la phase γ' alors que le Tungstène n'a pas d'affinité particulière pour une phase [p21]. Par ailleurs à l'échelle de la dendrite, le Tantale est plus présent dans les espaces interdendritiques tandis que le Tungstène reconnu pour être prédominant au cœur des dendrites [34, 35, 36]. La microsonde de Castaing est une technique d'analyse chimique qui permet de distinguer ces deux éléments. Ainsi des cartographies ont été faites sur l'échantillon « Small » S2 pour les 4 éléments suivants : W, Ta, Cr (γ -gène) et Al (γ' -gène) [Figure 102]. Ces mesures ne sont pas quantitatives mais uniquement qualitatives ; elles permettent uniquement de distinguer les zones plus ou moins concentrées en éléments.

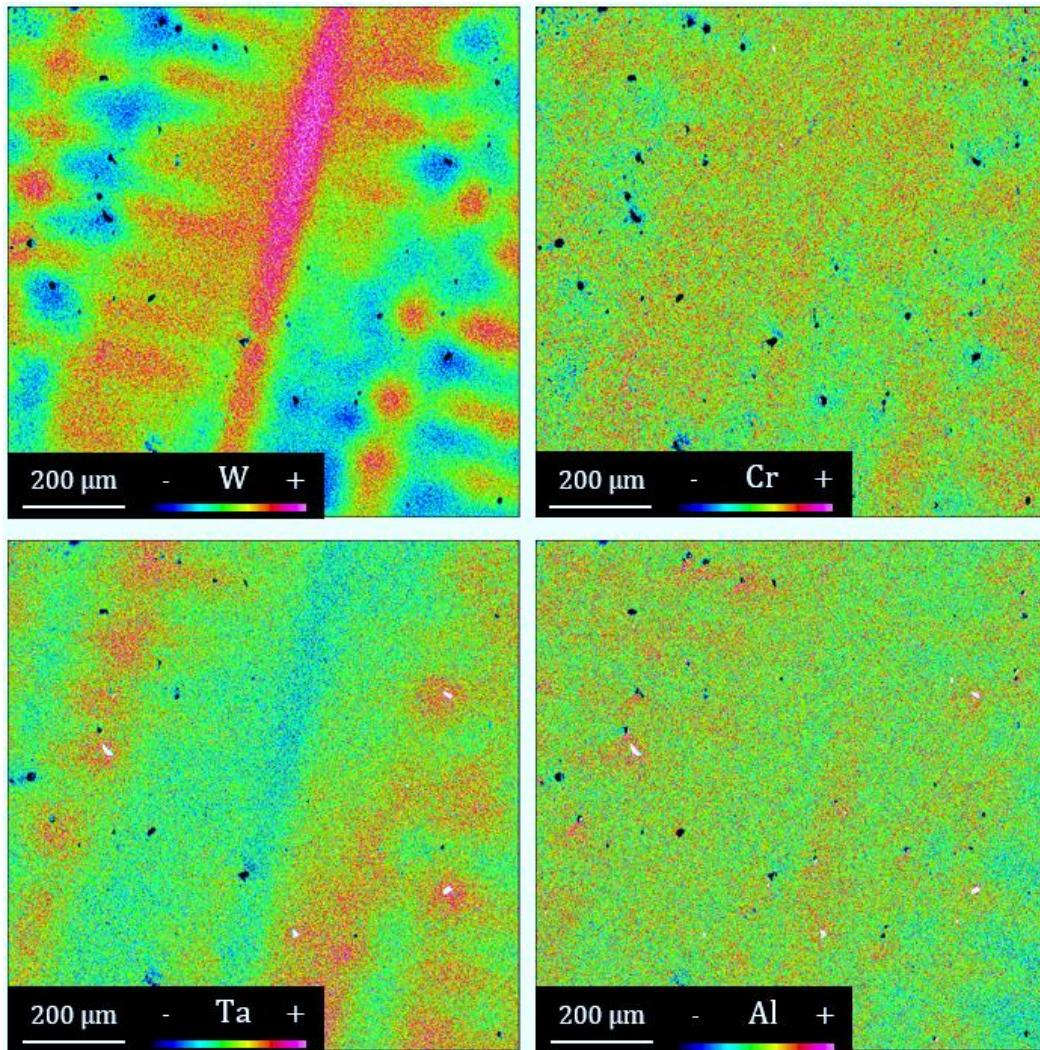


Figure 102 – Cartographies EPMA de l'échantillon « Small » S2 pour les éléments W, Cr, Ta et Al.

Sur ces cartographies, l'hétérogénéité est bien visible notamment pour le W dont la concentration est plus élevée dans les dendrites et inversement pour le Ta [Figure 102]. Concernant le Cr et Al ces variations sont moins flagrantes. Dans les zones interdendritiques on observe des pores et des amas qui sont fortement concentrés en éléments γ' -gènes tel que le Ta et Al (et très peu en W et Cr), ce qui correspond à des zones solidifiées en dernier [p30]. La présence de ce type d'hétérogénéité chimique, même après essais de fluage, est en bonne corrélation avec la littérature [34, 35, 36].

Le faisceau X a traversé la totalité de l'échantillon perpendiculairement à l'axe de traction (qui est quasiment parallèle à l'axe de croissance des dendrites primaires sur la Figure 102). Il a donc traversé plusieurs zones avec des variations chimiques ce qui induit des angles de diffraction différents en 2θ tel qu'il est constaté sur les images (notamment l'image3D à l'état initial de la Figure 83).

Cependant, par manque de temps, aucune autre analyses EPMA n'a pu être réalisées pour d'autres échantillons (mais les résultats auront probablement été similaires) ou sur une zone à l'échelle des phases γ/γ' .

4. EBSD

L'échantillon « Small » S2 a également été observé par EBSD de façon *post mortem*. La Figure 103 est une cartographie représentant les désorientations moyennes de chaque pixel avec ses proches voisins. Le zoom montre en détail la plage angulaire déterminée de cette manière.

Une ligne verte se détache sur la Figure 103, correspondant à des désorientations comprises entre 0,25 et 0,5° (voir 1°). Il s'agit d'un sous-joint de grain qui est présent entre dendrites primaires comme le montrent les travaux de F. Ram et al [42]. Par ailleurs, des zones perpendiculaires à cette ligne semblent montrer ici des désorientations similaires et pourraient correspondre à des démarcations entre dendrites secondaires.

Les images 3D [Figure 85a] ont également mis en évidence la présence de sous-grain au sein de cet échantillon avec des intervalles angulaires inférieures à 0,1° en φ et 1° en ω , les désorientations trouvées par EBSD sont bien du même ordre de grandeur [Figure 103]. La présence de sous-joint de grains confirme que nos échantillons ne sont pas parfaitement monocristallins et ont une texture cristalline qu'il est possible de définir en exploitant les images 3D.

Sur la Figure 103, de nombreuses désorientations d'environ 0,1° sont également visibles, mais celles-ci sont probablement dues à un polissage qui n'est pas parfaitement horizontal de l'échantillon [Annexe p206]. Des analyses supplémentaires par EBSD seraient nécessaires pour mieux caractériser ces désorientations, et ce, pour tous les échantillons.

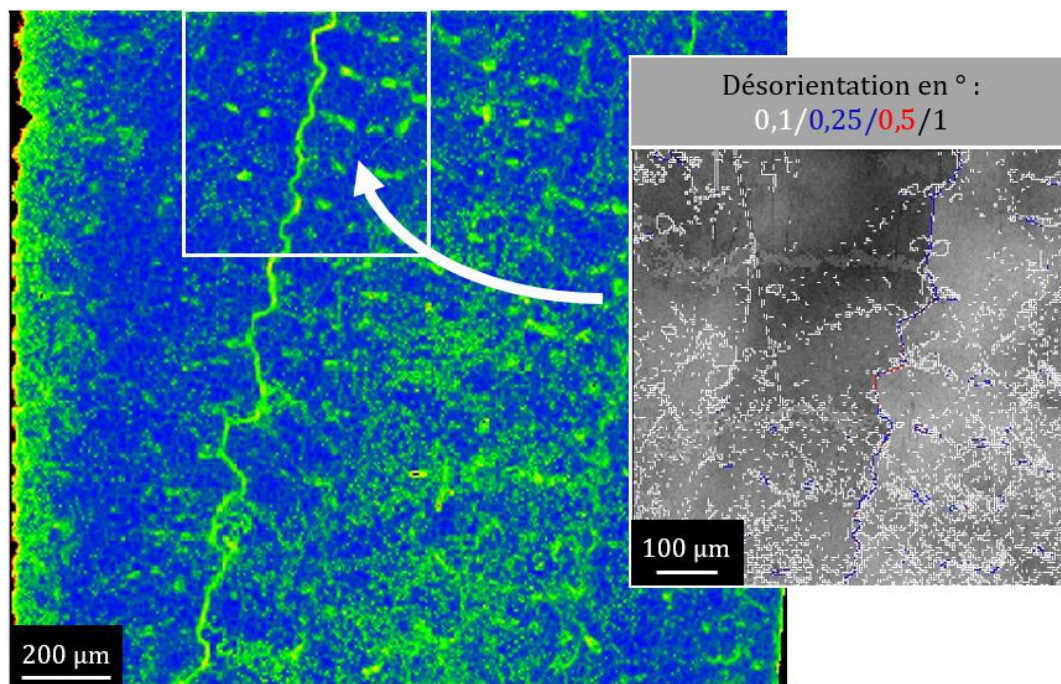


Figure 103 – Cartographie EBSD de l'échantillon « Small » S2 : désorientation moyenne d'un point avec ses proches voisins

V. CONCLUSION SUR LES RÉSULTATS OBTENUS

Trois essais *in situ* ont été réalisés en utilisant la technique de diffraction en champ lointain : deux avec la même microstructure initiale « Small » (à 950°C S2 et 1100°C S1), et un avec une microstructure « Large » à 950°C L1.

Cette nouvelle technique de diffraction a permis d'avoir des images 3D en $2\theta/\varphi/\omega$ à l'état initial mais également ponctuellement durant l'essai. Ainsi la mosaïcité a été déterminée avec des variations angulaires maximales : de $0,1^\circ$ selon φ et 1° en ω pour S2, de $0,15^\circ$ en φ et $1,4^\circ$ en ω pour S1 et de $0,05^\circ$ en φ et $0,4^\circ$ en ω pour L1. En effet, nos échantillons ne sont pas des monocristaux parfaits et présentent des sous-grains ayant des orientations légèrement différentes, ce qui est confirmé par les analyses EBSD qui révèlent également la présence de désorientations. L'hétérogénéité chimique a été observée par des cartographies EPMA qui montrent une répartition des éléments suivant la solidification dendritique.

Au fur et à mesure de la mise en radeaux, la tache de diffraction liée à la phase γ se sépare de celle de la phase γ' selon 2θ . Une fois que la microstructure est bien en radeaux, des sauts de contraintes sont appliquées et des scans rapides (7 secondes d'acquisition) sont réalisés. Par ailleurs, au cours de l'essai, de fines bandes apparaissent selon φ , et sont liées à la déformation plastique du matériau.

Ces images 2D peuvent être traitées en utilisant un ajustement mathématique afin de caractériser chaque pic provenant d'un sous-grain différent et il est ainsi possible de suivre la texture cristalline de l'échantillon. Cependant, ce traitement demande de longs temps de calcul. Afin d'obtenir plus rapidement des résultats, les images 2D ont été intégrées selon φ donnant ainsi des informations moyennées du comportement de l'échantillon. Avec une routine Matlab, les données ont été analysées pour déterminer l'évolution du désaccord paramétrique perpendiculaire durant l'essai. Puis, en utilisant le modèle mécanique, les contraintes internes des deux phases ainsi que les déformations plastiques sont estimées pour chaque échantillon. Ces résultats *in situ* sont par la suite analysés afin d'en déduire les lois de comportement mécanique de chacune des phases.

Les microstructures ont été caractérisées grâce à des observations au microscope électronique *post mortem*. L'échantillon S1 présente des zones encore cuboïdale, la mise en radeaux n'est pas homogène sur tout l'échantillon. Comparé aux deux autres échantillons, il s'agit aussi de la microstructure ayant la plus petite longueur de radeaux γ' (presque trois fois plus petites). C'est aussi pour cet échantillon que la densité de dislocations au sein de la phase γ' la plus faible a été déterminée. L'échantillon S2 a une longueur de radeaux 15% plus courte que L1 et une largeur γ dans la direction de traction deux fois plus petite que celle de L1. S2 présente la plus importante densité de dislocations au sein de γ' .

Deux types de difficultés ont été rencontrées durant cette expérimentation qui sont à prendre en compte lors de l'analyse des résultats : la zone traversée par le faisceau synchrotron n'est pas la même tout le long des essais, notamment dû aux déplacements entraînés par la dilatation thermique. Aussi, les mesures d'allongement sont bruitées et induisent des erreurs importantes en ce qui concerne les déformations plastiques déduites.

CHAPITRE 4 : DISCUSSION

La première partie de ce chapitre est consacrée à l'étude de la plasticité de la phase γ (matrice) à partir des données des essais mécaniques *in situ* (contraintes et déformations plastiques obtenues par le traitement des images 2D) et des résultats de l'exploitation *post mortem*. Il s'agit de vérifier d'abord que les dislocations se propagent dans cette phase lorsque la contrainte de Von Mises est supérieure à la contrainte d'Orowan [2]. La variation observée de la vitesse de déformation plastique de la phase γ est interprétée comme la conséquence de l'évolution de la densité des dislocations.

La deuxième partie concerne les mécanismes de la déformation plastique de la phase γ' . Les dislocations présentes dans cette phase se propagent par montée [p44], impliquant des échanges de lacunes entre dislocations de systèmes différents et entre celles-ci et les pores. L'entrée des dislocations dans les radeaux est supposée être le mécanisme qui contrôle la plasticité, les conséquences de cette hypothèse sont par la suite développées. Cette modélisation de la plasticité des précipités γ' est ensuite confronté à nos résultats expérimentaux mais également à des travaux antérieurs.

I. COMPORTEMENT MÉCANIQUE DE LA PHASE γ

Cette partie s'appuie dans un premier temps sur l'analyse des résultats pour l'échantillon « Small » S2 testé à 950°C. Cet échantillon présente bien une microstructure en radeaux [p116].

1. Évolution de la contrainte de Von Mises et de la déformation plastique

La Figure 104 reprend l'évolution de la contrainte appliquée, de la contrainte interne σ_{xx} et de la contrainte de Von Mises brute et ainsi que celle de la déformation plastique de la phase γ tirés de la Figure 94 du chapitre 3. Sur cette figure, a été également ajoutée la contrainte de Von Mises corrigée [Équation 56] qui tient compte de la variation de la contrainte appliquée avec la déformation plastique, à force appliquée constante, celle-ci est utilisée pour le reste de ce manuscrit.

Équation 56

$$\sigma_{VM}^{corr} = (1 + \varepsilon_{zz}^{pl moy})\sigma_a - \sigma_{xx}$$

Laura Dirand [2] a montré que les dislocations $a/2 \langle 110 \rangle \{111\}$ se propagent dans la phase γ lorsque la contrainte de Von Mises $\sigma_{VM} = \sigma_a - \sigma_{xx}$ est supérieure à la contrainte d'Orowan.

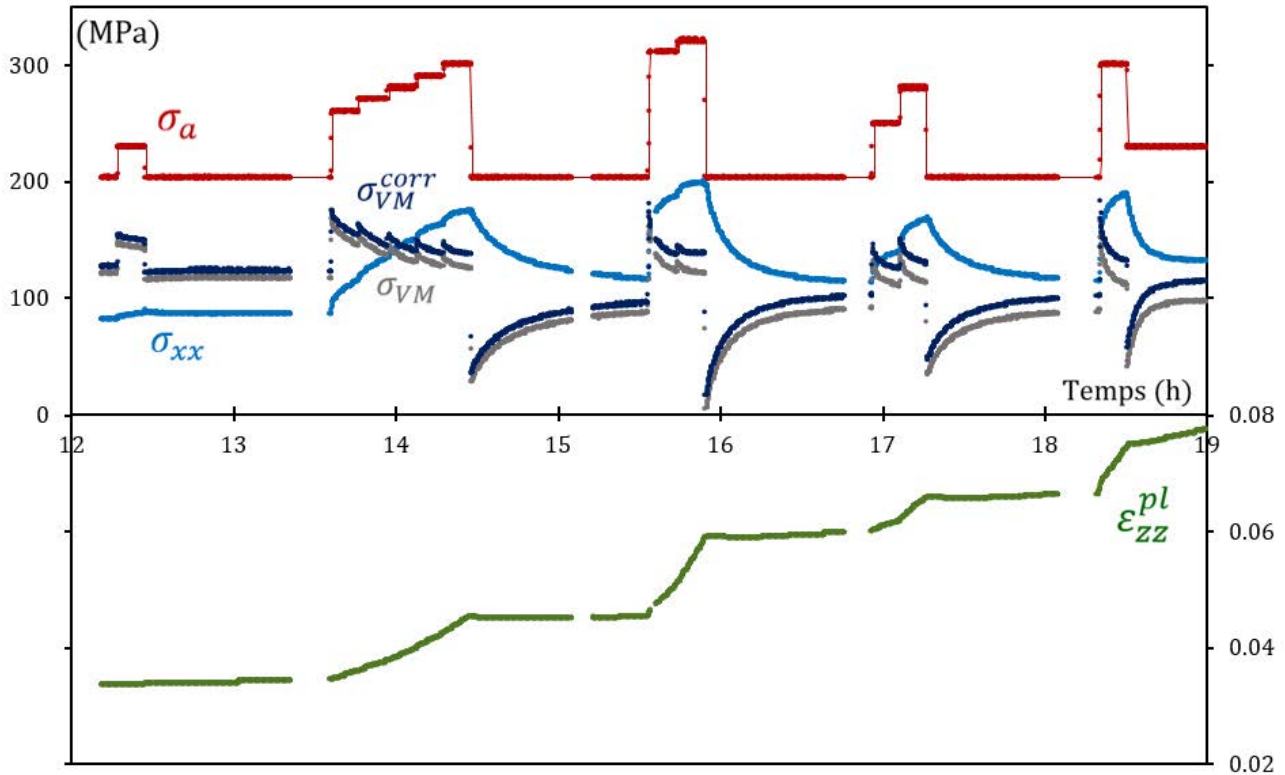


Figure 104 - Évolution de la contrainte appliquée (rouge), contrainte interne (bleu), contrainte de Von Mises (gris) et de la contrainte de Von Mises corrigée (bleu foncé) ainsi que de la déformation plastique de γ pour l'échantillon S2 à 970°C

Lors d'un saut positif de la contrainte appliquée σ_a , la contrainte de Von Mises augmente et dépasse la contrainte d'Orowan [Figure 105a]. Les dislocations se propagent dans les couloirs γ , laissant aux interfaces des segments de dislocations qui viennent s'ajouter au réseau de dislocations d'interface formé durant le stade I. Cette augmentation de la densité de dislocations d'interface va augmenter la valeur absolue du désaccord paramétrique perpendiculaire δ_{\perp} , et donc la contrainte interne σ_{xx} . La contrainte de Von Mises va diminuer progressivement jusqu'à atteindre la valeur de la contrainte d'Orowan si le temps de maintien de la contrainte appliquée le permet [Figure 105b].

Un saut négatif de la contrainte appliquée va provoquer une chute de la contrainte de Von Mises, qui va passer en dessous de la contrainte d'Orowan. Les segments de dislocations mobiles présents dans les couloirs peuvent donc revenir en arrière en absorbant les segments de dislocations d'interface récemment créés, ou s'immobiliser. Sur la Figure 104, une diminution de la déformation plastique après un saut négatif est visible mais celle-ci reste très limitée. Après la décharge, une remontée de la contrainte de Von Mises est observée, due à une augmentation (une diminution en valeur absolue) du désaccord paramétrique perpendiculaire δ_{\perp} (la phase γ' se déforme). Pendant cette remontée, la vitesse de déformation plastique des couloirs passe de légèrement négative à nulle puis à légèrement positive.

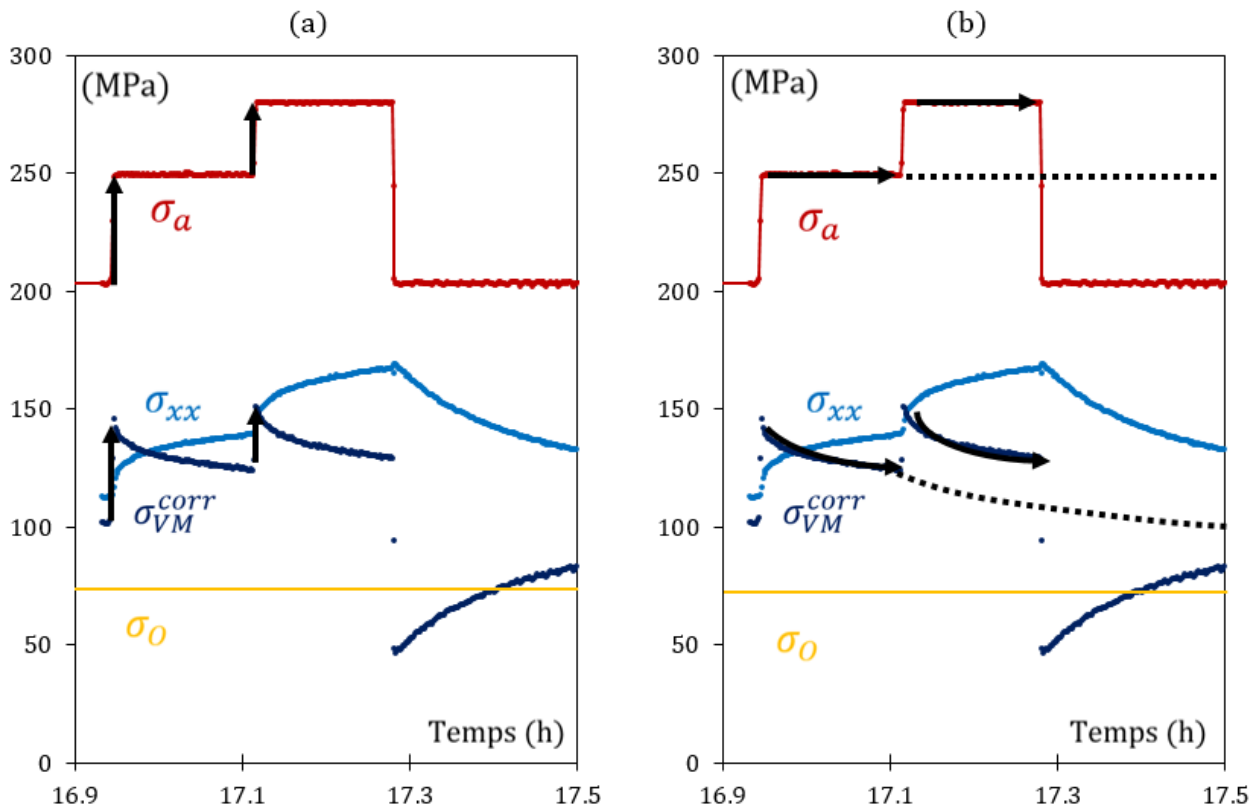


Figure 105 - Évolution des contraintes (appliquée, interne dans γ , de Von Mises et d'Orowan calculées post mortem) durant un essai in situ de l'échantillon « Small » S2 (a) lors d'un saut de contrainte et (b) augmentation de la contrainte interne à contrainte stable dû à l'augmentation de dislocations d'interfaces

2. Contrainte d'Orowan

Pour plus de clarté, sur la Figure 106 l'évolution de la contrainte de Von Mises (corrigée) et de la déformation plastique ont été reportées. Les traits pointillés verticaux passant par les points où la vitesse de déformation plastique des couloirs s'annule : ces traits croisent tous la courbe de la contrainte de Von Mises à une même hauteur, très proche de 75 MPa, dont on admettra qu'elle est la contrainte d'Orowan.

Cette valeur de la contrainte d'Orowan est plus basse que celle (101 MPa) calculée à partir de la largeur des couloirs mesurée au MEB (271 nm) [p116], du module d'élasticité moyen (85 GPa) donnée dans le Tableau 15 du chapitre 3, et la formule donnée par Dirand :

Équation 57

$$\sigma_o = \frac{\mu b \sqrt{6}}{2\pi l_s} \left(\frac{1}{4} + \frac{3/4}{1-\nu} \right) \ln \frac{l_s}{r_c}$$

Au chapitre 3, il avait été relevé que le module d'élasticité moyen semblait élevé [p109]. Par ailleurs, la valeur mesurée de l'épaisseur des couloirs est probablement sous-estimée : au refroidissement la fraction volumique de phase γ' augmente et les radeaux s'élargissent. Enfin, les images MEB ont été réalisées sur une zone de l'échantillon plus froide que celle où les mesures par DRX ont été faites [p76].

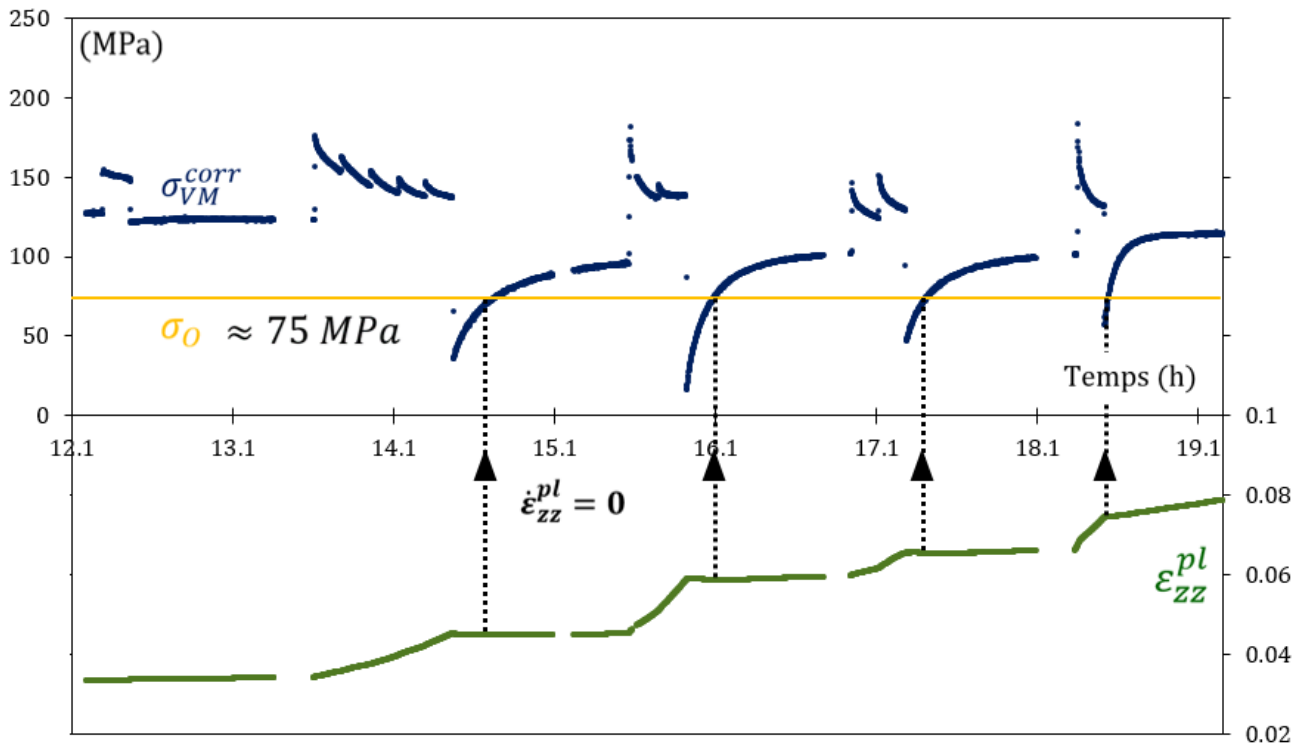


Figure 106 – Évolution de la contrainte de Von Mises, et de la déformation plastique de l'échantillon S2. Les pointillés correspondent aux valeurs de déformations nulles, la contrainte correspondante est la contrainte d'Orowan.

3. Vitesse de déformation et densité de dislocations

La Figure 107 reprend les deux mêmes courbes que la Figure 106. On s'intéresse dans un premier temps à l'évolution de la vitesse de déformation entre 13h 30 et 14h30 d'expérience. La contrainte de Von Mises, malgré les augmentations successives de la contrainte appliquée, décroît globalement sur cette période. À l'inverse, la déformation mesurée accélère.

Pour préciser ce résultat paradoxal, plusieurs points de la vitesse de déformation pour des valeurs identiques de la contrainte de Von Mises ont été mesurés (sur la Figure 107 par exemple les points de mesure à 140 MPa). Ces points mesurés pour des contraintes de 130 MPa, 140 MPa, et 125 MPa ont été reportés Figure 108 en fonction de la déformation de la phase γ . Ces points s'alignent sur des droites dont la pente A augmente avec la contrainte. Les deux premières passent très près de l'origine, alors que la troisième est décalée et coupe l'axe des abscisses à une déformation de 0,022 environ. Il est donc possible d'écrire l'Équation 58.

Équation 58
$$\dot{\epsilon}_{zz}^{pl} = A (\epsilon_{zz}^{pl} - \epsilon_0^{pl})$$

Avec

ϵ_0^{pl} une constante

A la pente de la droite.

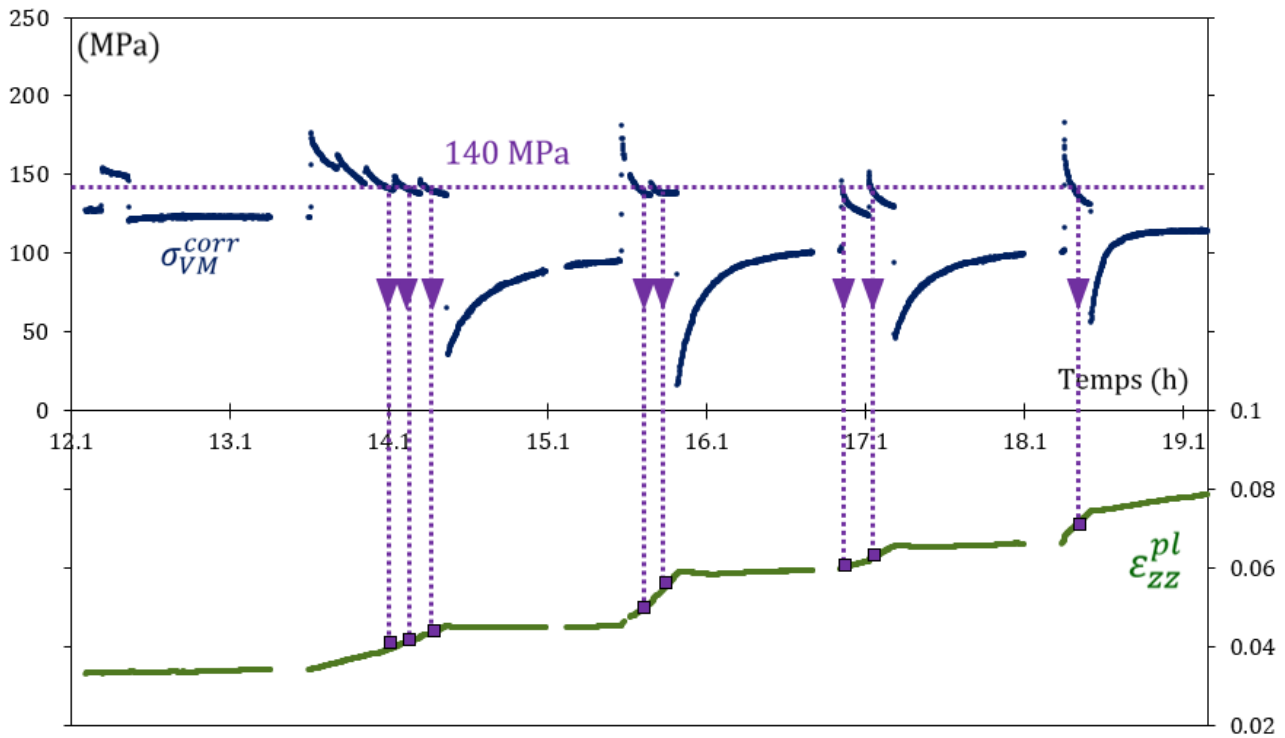


Figure 107 - Évolution de la contrainte de Von Mises et de la déformation plastique de la phase γ au cours de l'essai sur l'échantillon « Small » S2. Les points violets sont les déformations plastiques correspondants approximativement à une contrainte de Von Mises de 140MPa. Il s'agit d'une représentation figurative pour aider à la compréhension

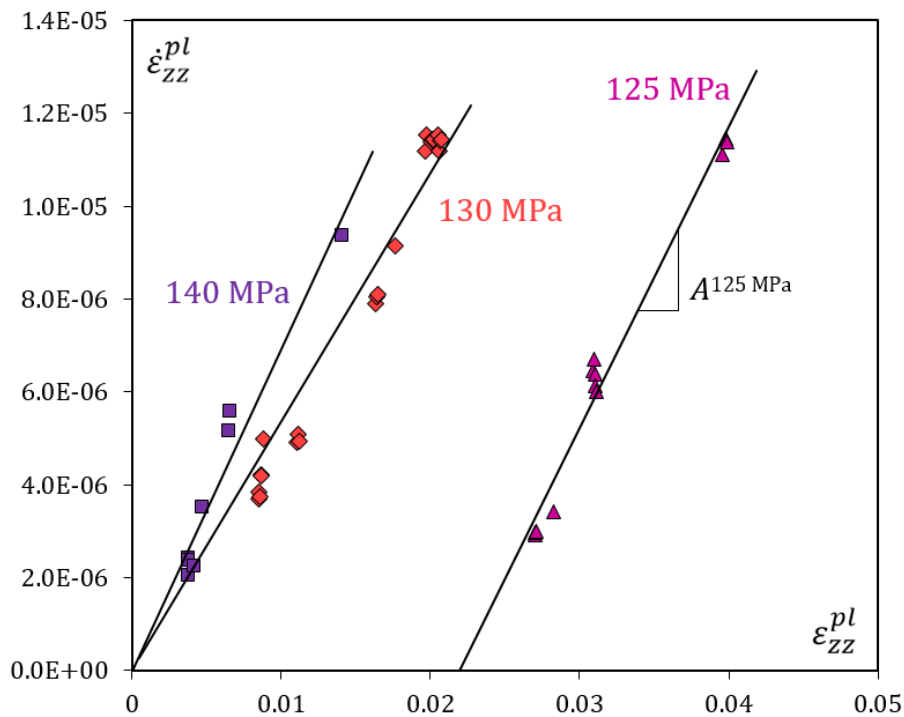


Figure 108 - Vitesse de déformation plastique en fonction des déformations plastiques de la phase γ correspondant à une même contrainte de Von Mises (dont la valeur est noté proche des points de la même couleur)

La vitesse de déformation plastique est, selon la loi d'Orowan [Équation 59] le produit du facteur de Schmid s (ce facteur est négligé lorsque cette loi est simplifiée), de la densité de dislocations mobiles ρ_m , du module du vecteur de Burgers b , et de la vitesse de glissement des dislocations v .

$$\text{Équation 59} \quad \dot{\varepsilon}_{zz}^{pl} = s \cdot \rho_m \cdot b \cdot v$$

La vitesse de glissement des dislocations devrait être une fonction croissante -et unique- de la différence entre la contrainte de Von Mises et la contrainte d'Orowan. Le seul terme du produit qui puisse varier est donc la densité des dislocations mobiles. Pour que la vitesse de déformation mesurée varie proportionnellement à la déformation plastique, il faut que la densité de dislocations mobiles varie elle aussi proportionnellement à cette dernière. La pente A des droites de la Figure 108 devrait donc être le produit du facteur de Schmid, du module du vecteur de Burgers, de la vitesse de glissement des dislocations et du facteur de proportionnalité entre la densité de dislocations mobiles et la déformation plastique [Équation 60]. Tous les termes du produit étant constants sauf un : la pente A devrait être proportionnelle à la vitesse de déformation [Équation 61].

$$\text{Équation 60} \quad \rho_m \propto (\varepsilon_{zz}^{pl} - \varepsilon_0^{pl}) \text{ et } v \propto A$$

$$\text{Équation 61} \quad v \propto A \propto \frac{\dot{\varepsilon}_{zz}^{pl}}{\varepsilon_{zz}^{pl} - \varepsilon_0^{pl}}$$

Sur la Figure 109 le rapport A entre la vitesse instantanée de déformation et le facteur $\varepsilon_{zz}^{pl} - \varepsilon_0^{pl}$ est tracé en fonction de la contrainte de Von Mises. Le terme ε_0^{pl} a été pris comme nul avant la chute de la contrainte de Von Mises à 15h50 (points jaunes), et égal à 0,01 après (points orange). Le signal est fortement bruité, mais les points entre 50 MPa et 110 MPa s'alignent sur une droite qui passe par le point (78 MPa,0). Pour des contraintes supérieures à 110 MPa, les points s'alignent sur une droite de pente supérieure (les points noirs correspondent au meilleur ajustement réalisé avec l'Équation 62).

$$\text{Équation 62} \quad A(\sigma_{VM}) = C_1 |\sigma_{VM} - \sigma_{Orowan}| (\sigma_{VM} > \sigma_{Orowan}) + C_2 (\sigma_{VM} - \sigma_{seuil2})$$

L'existence de deux seuils : l'un à 78 MPa, l'autre vers 110 MPa ici noté « seuil2 » peut être due à un mauvais choix de la fonction ajustée. Un ajustement avec une fonction du type SINH ou une loi de puissance pourrait sembler meilleur, mais donnerait un résultat plus mauvais sur la déformation plastique totale (voir ci-dessous Figure 110). Elle peut aussi être une conséquence de l'hétérogénéité de la microstructure : l'épaisseur d'un couloir n'est pas constante, et tous les couloirs n'ont pas la même largeur. Les limites du modèle mécanique utilisé pour analyser nos résultats expérimentaux sont atteintes ici.

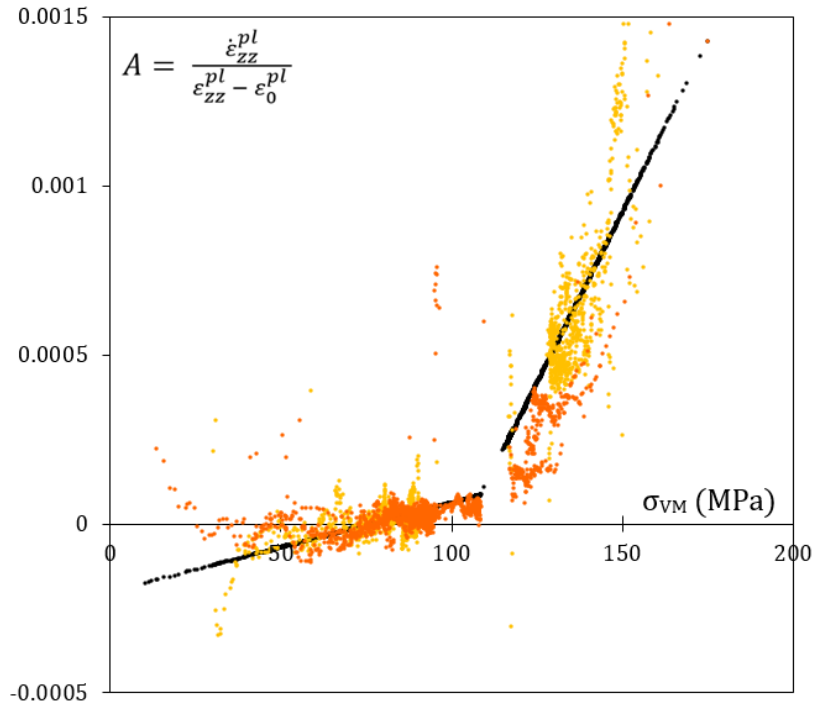


Figure 109 – Facteur A en fonction de la contrainte de Von Mises. Il y a deux différentes couleurs de points (orange, et jaune), elles ont une déformation plastique ε_0^{pl} différentes. En noir l'ajustement réalisés.

4. Modélisation du comportement plastique de γ

Afin de vérifier si nos relations de proportionnalités [Équation 60] sont justifiables, la vitesse de déformation plastique est calculée [Équation 64] en multipliant le facteur A résultant de cet ajustement [Équation 62] et la densité de dislocation mobile estimée à partir de l'Équation 63. Cette vitesse permet ensuite de déterminer la déformation plastique de la phase γ en la multipliant par le temps tel qu'écrit sur l'Équation 65. À noter que la déformation plastique initiale ε_0^{pl} passe de 0 à 0,022 à 15h50 (estimé manuellement) lors d'une décharge pendant laquelle la contrainte de Von Mises est descendue à zéro pendant un court instant (c'est la raison pour laquelle les points correspondant à une contrainte de Von Mises de 125 MPa, qui ont été pris après cette relaxation, sont sur une droite décalée.) Cette diminution brutale de la densité des dislocations serait probablement dû à un phénomène de relaxation (rappelons que juste ici seul le comportement de la phase γ est étudié et il existe probablement des interactions avec celui de la phase γ' au niveau des interfaces).

Équation 63

$$\rho_m^{fit} = \varepsilon_{zz}^{pl} - \varepsilon_0^{pl}$$

Équation 64

$$\dot{\varepsilon}_{zz}^{pl} = \rho_m^{fit} * A(\sigma_{VM})$$

Équation 65

$$\Delta \varepsilon_{zz}^{pl} = \dot{\varepsilon}_{zz}^{pl} \cdot \Delta t$$

Les valeurs calculées à partir de l'Équation 65 sont tracées en Figure 110 et comparées à la déformation plastique mesurée (en vert). Cette modélisation coïncide bien avec les valeurs expérimentales et confirme les relations de proportionnalités proposées par l'Équation 60 ainsi que la loi de comportement de l'Équation 58. La contrainte de Von Mises joue un rôle sur la vitesse de propagation des dislocations (à travers le facteur A) tandis que la multiplication des dislocations au sein de γ est un phénomène lié à la déformation plastique.

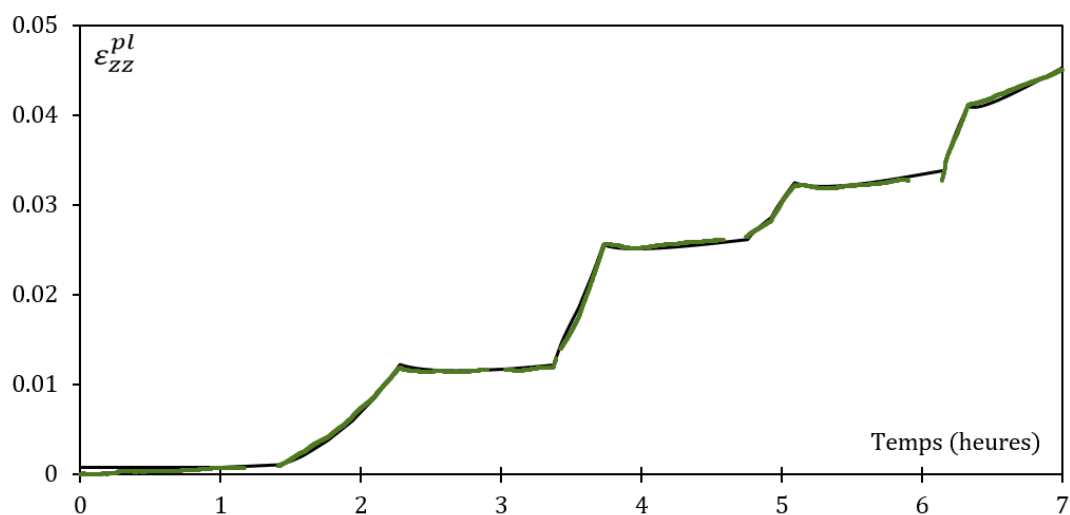


Figure 110 – Déformation plastique de la phase γ durant l'essai de l'échantillon S2 et son ajustement mathématique en noir. L'axe des temps a été réinitialisé (0h=12h, 7=19h sur les graphiques précédents)

5. Comparaison avec les résultats des deux autres essais

Les contraintes d'Orowan estimées à partir des largeurs mesurées par MEB sont représentées sur la Figure 111 et la Figure 112. Elle est de 47MPa pour S1 et de 55MPa pour L1. Les données dont nous disposons ne nous permettent pas de vérifier ces valeurs : la contrainte de Von Mises est presque toujours très supérieure ou très inférieure à la contrainte d'Orowan estimée. Dans les deux cas la contrainte de Von Mises baisse après un incrément de la contrainte appliquée de manière très lente en début d'essai, et cette baisse accélère progressivement : la densité initiale de dislocations mobiles est très faible, et elle augmente avec la déformation plastique.

En ce qui concerne les déformations plastiques de S1 et L1, des similitudes avec S2 sont observées : lors des sauts de contrainte positif, la contrainte de Von Mises augmente puis diminue rapidement dû à la hausse de la contrainte interne σ_{xx} . Durant le même temps, la déformation plastique continue d'augmenter (visible sur la Figure 111 pour l'échantillon S1 et sur la Figure 112 pour L1) ce qui correspond au même type de variations constaté pour l'échantillon S2 [Figure 104]. La densité de dislocations est liée à la déformation plastique de γ et non pas aux contraintes internes.

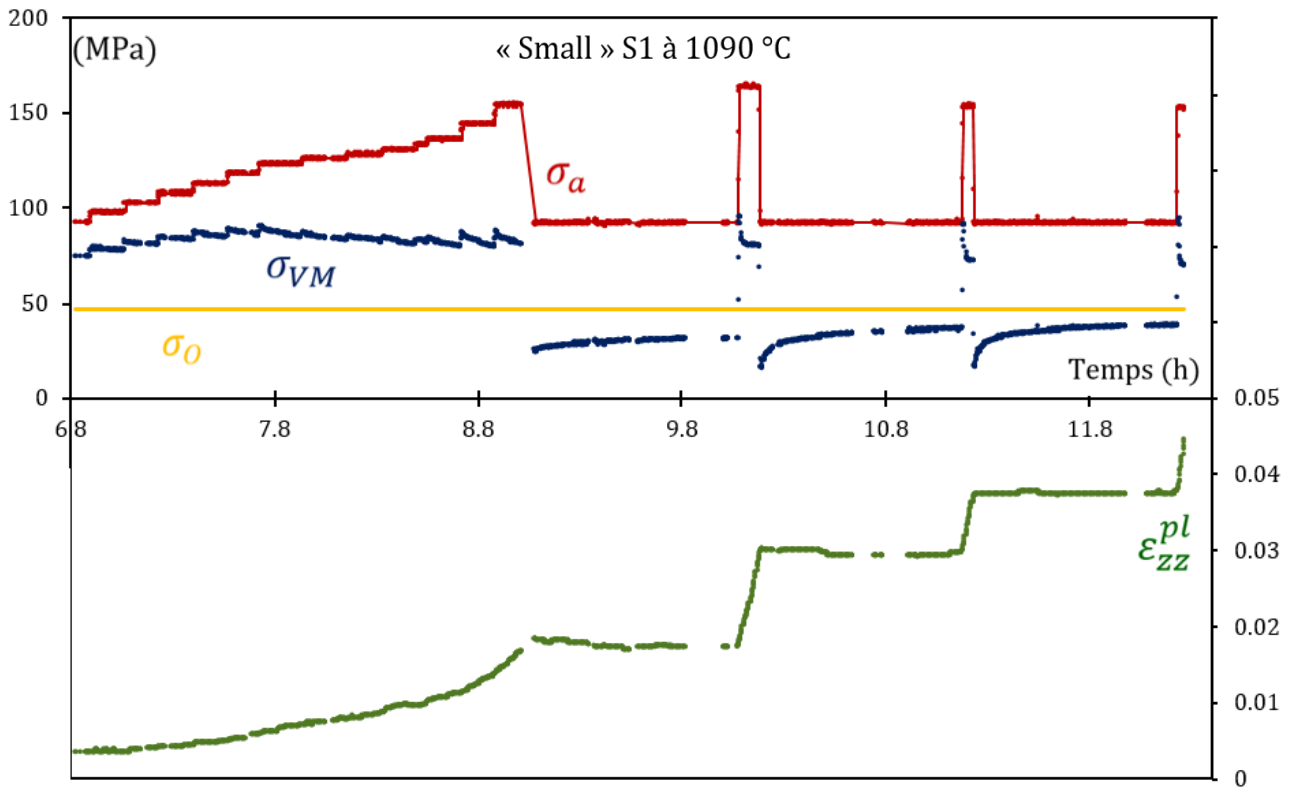


Figure 111 – Évolution de la contrainte appliquée et de la contrainte de Von Mises corrigée ainsi que celle de la déformation plastique de γ pour l'échantillon S1 à 1090°C

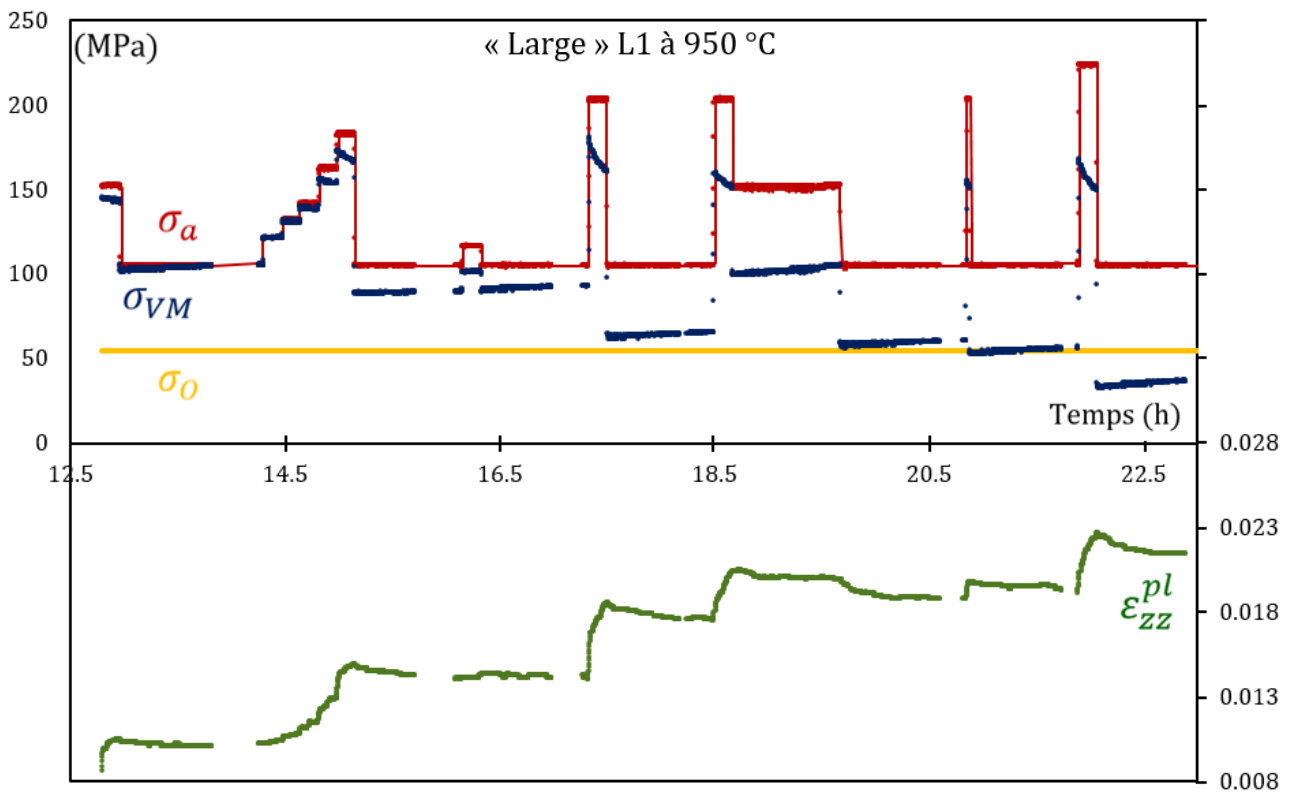


Figure 112 - Évolution de la contrainte appliquée et de la contrainte de Von Mises corrigée ainsi que celle de la déformation plastique de γ pour l'échantillon L1 à 950°C

Un ajustement mathématique de la déformation plastique de l'échantillon S1 a été réalisé en utilisant la même loi de comportement déduite de l'exploitation de S2 [Équation 60] et est tracé sur la Figure 113. Celui-ci est également proche des données expérimentales mais il a été nécessaire de prendre en compte plusieurs déformations plastiques initiales ε_0^{pl} [Équation 62] tout au long de l'essai (ce type de changement se produit parfois après une relaxation suite à un important saut de contrainte). L'ajustement des déformations plastiques de l'échantillon L1 n'a pas encore été réalisé. Néanmoins, ces résultats pour l'échantillon S1 confirment que cette modélisation du comportement plastique de γ peut s'appliquer à d'autres échantillons présentant une microstructure et des conditions d'essai (température plus élevée) différents.

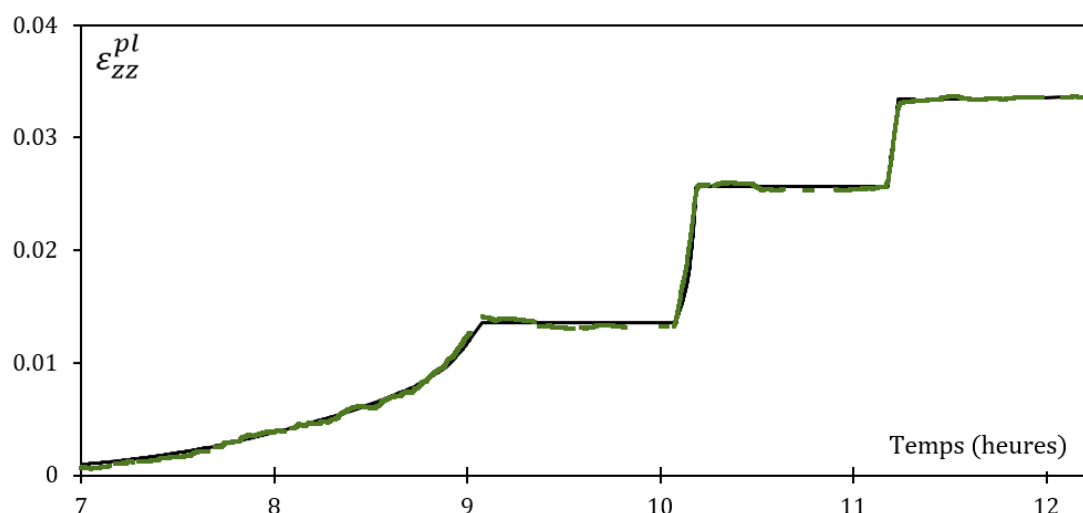


Figure 113 - Déformation plastique de la phase γ durant l'essai de l'échantillon S1 et son ajustement mathématique en noir

6. Mécanismes de multiplications des dislocations

Les mesures prises *in situ* correspondent à un comportement moyen de l'échantillon et le modèle utilisé considère que nos échantillons sont des multicouches ayant la même largeur de couloir partout [Figure 114a] or en réalité, les couloirs peuvent se rétrécir ou s'agrandir en fonction des radeaux présents [Figure 114b]. Ainsi tous les couloirs ne se déforment pas en même temps. Il est possible que, pour certains, la contrainte effective vue par les dislocations soit supérieure tandis que pour d'autres celle-ci n'est pas suffisante pour permettre la propagation des dislocations. Lorsque la contrainte augmente suffisamment, plus de couloirs (dont ceux qui ne l'étaient pas encore) peuvent être traversés par les dislocations [dislocation rouge sur la Figure 114b], ce qui augmente la vitesse de déformation plastique.

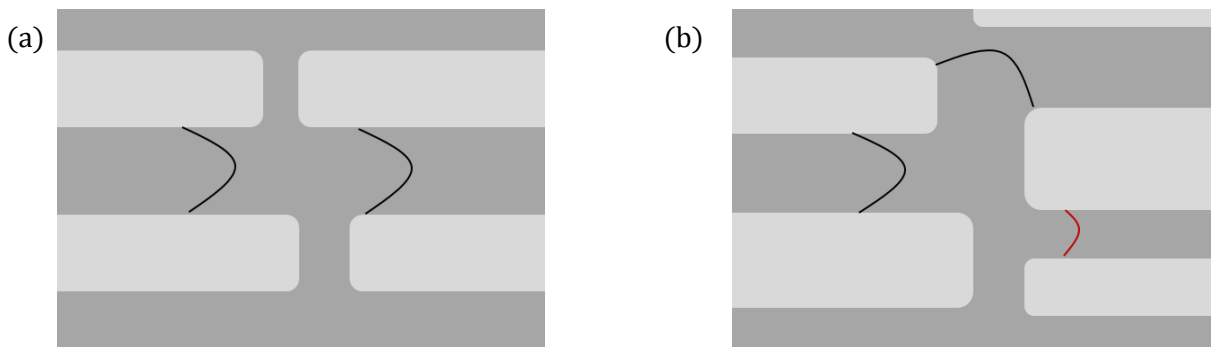


Figure 114 - Représentation de la propagation de dislocation au sein de la phase γ dans le cas du modèle mécanique utilisé (a) et celui du matériau qui présente des hétérogénéités locales (b), en rouge la dislocation nécessitant une contrainte d'Orowan plus grande

Enfin ce mécanisme de multiplication semble très proche de celui des sources « Scolopendre » [113] observé en MET *in situ* par Janacek dans la perlite : un segment de dislocation confiné entre deux parois impénétrables se divise en deux segments à l'extrémité de l'une des parois, et donc se multiplie [Figure 115].

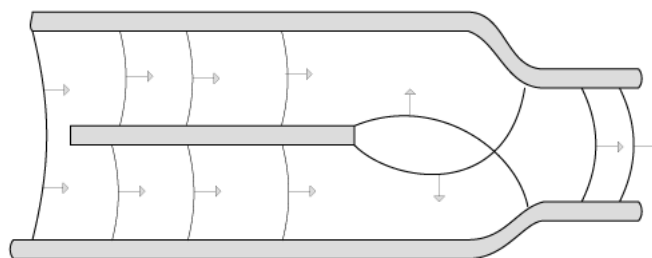


Figure 115 - Représentation d'une source de dislocation Scolopendre [113]

II. COMPORTEMENT MÉCANIQUE DE LA PHASE γ'

La déformation plastique des radeaux γ' résulte de la montée de dislocations ayant pour vecteur de Burgers a' [001] (qui génèrent des lacunes), et de dislocations a' [100] et a' [010] qui absorbent ces lacunes [p45]. Pour la clarté du développement qui suit, les dislocations a' [001] (selon l'axe de traction) seront traitées comme une population '1' et les dislocations a' [100] et a' [010] seront regroupées dans une population '2'.

La propagation des dislocations par montée suppose l'émission et l'absorption de lacunes. Elle dépend donc des propriétés de celles-ci : densité, mobilité, existence d'autres sources et puits potentiels. Dans un premier temps ces notions sont rappelées, puis elles seront intégrées dans une description du comportement plastique des radeaux γ' . Cette analyse est une extension de celle Epishin et Link [62] et de Mompiau et Caillard [105, 106] qui proposent un modèle de la plasticité induite par la montée de plusieurs systèmes de dislocations.

L'hypothèse selon laquelle l'entrée des dislocations dans les radeaux contrôle la déformation plastique de γ' sera justifiée, avant d'en tirer les conséquences sur la loi d'Orowan. Une mise en équations simple permettra ensuite de souligner les principales conséquences de cette hypothèse, avant une mise en équations du comportement plastique. Les résultats de cette dernière seront finalement comparés à des données expérimentales.

1. Modélisation de l'interaction entre dislocations et lacunes

a. Propriétés des lacunes

Force osmotique agissant sur la montée des dislocations

La concentration volumique c_0 en lacunes (nombre de lacunes par mètre cube) dans un cristal lorsque celui-ci est à l'équilibre thermodynamique, c'est-à-dire sans subir aucune contrainte, est donnée par l'Équation 66 provenant du livre référence de Caillard et Martin [106].

Dans notre cas, l'équilibre est déplacé puisque l'échantillon est en fluage et subit une contrainte extérieure qui a une composante isostatique [Équation 67], cette concentration d'équilibre c'_0 est celle qui est utilisée dans la suite de ce manuscrit.

Équation 66

$$c_0 \approx \frac{1}{\Omega} e^{-\frac{U_f}{k.T}}$$

Équation 67

$$c'_0 \approx \frac{1}{\Omega} e^{-\frac{U_f - \frac{\Omega}{3}(\sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz})}{k.T}} \approx c_0 e^{\frac{\frac{\Omega}{3}(\sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz})}{k.T}}$$

Avec :

Ω : volume atomique ($\Omega = 1,21 \cdot 10^{-29} \text{ m}^3$)

U_f : énergie de formation de lacune

($1,4 \text{ eV} < U_f < 1,8 \text{ eV}$ [107,108,109])

k : constante de Boltzmann ($k = 8,62 \text{ eV K}^{-1}$)

T : température absolue en K

La concentration de lacunes c induite par la montée de dislocations sous une contrainte extérieure σ est définie par l'Équation 68 qui suit.

Équation 68

$$c = c'_0 e^{\frac{\Omega \cdot \sigma}{k.T}}$$

À l'équilibre $c = c'_0$. À l'inverse, lorsque la densité de lacunes au sein d'un matériau est telle que $c \neq c'_0$, une dislocation subit une contrainte chimique [105, 62, 63] (ou une force osmotique [p45]) σ_c qui est exprimée par la relation suivante [Équation 69]. À noter qu'en cas de sursaturation, la force $b \cdot \sigma_c$ pousse la dislocation à absorber des lacunes pour rapprocher c de c'_0 .

Équation 69

$$\sigma_c \approx \frac{k.T}{\Omega} \text{Ln} \left(\frac{c}{c'_0} \right)$$

Le terme $\frac{k.T}{\Omega}$ est de l'ordre de 10^9 . Une faible différence entre la concentration c et la concentration d'équilibre c'_0 provoque donc une contrainte très élevée. Comme la contrainte osmotique doit être du même ordre de grandeur que la contrainte appliquée, la concentration c s'écartera donc peu de c'_0 et il est possible de réaliser une approximation linéaire de la fonction Ln . L'expression de la contrainte chimique est simplifiée par l'Équation 70.

Équation 70

$$\sigma_c \approx \frac{k.T}{\Omega} \frac{c - c'_0}{c'_0}$$

Flux de lacunes proche d'un pore

En l'absence de mouvement de dislocation coins, un matériau contenant une sur (sous) saturation en lacunes subit un flux de lacunes diffusif Φ dépendant du gradient de concentration, qui peut être exprimé par l'Équation 71 écrite selon la loi de Fick [106]. Les lacunes vont être absorbées (émises) par la surface, et surtout par les porosités internes.

Équation 71

$$\Phi = -4\pi r^2 \cdot D_l \cdot \frac{dc}{dr}$$

Avec :

r : rayon de diffusion

D_l : coefficient de diffusion des lacunes

Une porosité d'un rayon r_0 est estimée comprise dans un cube de matière de volume $8R^3$ tel que représenté sur la Figure 116. La distance entre pores est de $2R$ en considérant R très grand vis-à-vis du rayon r_0 du pore.

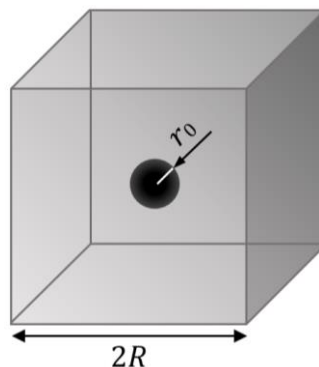


Figure 116 – Représentation d'une porosité de rayon r_0 dans un cube de côté $2R$

La conservation du flux de lacunes autour d'un pore implique un flux Φ constant. En résolvant l'équation différentielle [Équation 71], la concentration en lacunes autour du pore varie en fonction du rayon selon l'Équation 72 qui suit.

Équation 72

$$c(r) = \frac{\Phi}{4\pi D_l} \frac{1}{r} + \beta$$

La condition au limite suivante est considérée pour déterminer la constante β : la concentration de lacune au bord de la porosité, à r_0 , est supposée être à l'équilibre c'est-à-dire égale à c'_0 . Loin de ce pore, à une distance R , la concentration de lacune correspond alors à c . Ainsi il est possible d'en déduire la relation de l'Équation 73.

Équation 73

$$c - c'_0 = \frac{\Phi}{4\pi D_l} \left(\frac{1}{R} - \frac{1}{r_0} \right) \approx - \frac{\Phi}{4\pi D_l r_0}$$

Par ailleurs, ce flux de lacunes provoque une diminution de la concentration en lacune c au cours du temps dans le volume de matière $8R^3$. Le flux peut donc s'exprimer également selon l'Équation 74. Il est alors possible d'écrire l'égalité entre l'Équation 73 et l'Équation 74 et en l'intégrant d'obtenir la concentration en lacune en fonction du temps [Équation 75]. En l'absence d'autres sources de lacunes (ou de puits), la sur (sous) saturation diminue (augmente) de manière exponentielle avec une constante de temps de relaxation t_0 [Équation 76].

Équation 74

$$\Phi \approx 8R^3 \cdot \frac{dc}{dt}$$

Équation 75

$$c(t) = c'_0 + (c_{initial} - c'_0) e^{-\frac{t}{t_0}}$$

Équation 76

$$t_0 = \frac{8R^3}{4\pi D_l r_0} = \frac{1}{4\pi D_l r_0 \rho_p}$$

Avec :

$$\rho_p : \text{densité de porosités et } \rho_p = \frac{1}{8R^3}$$

Cette constante de temps t_0 est d'autant plus longue que le coefficient de diffusion des lacunes D_l , la densité de pores ρ_p et le rayon r_0 sont faibles. Une première estimation de 42 secondes pour ce temps est calculée en prenant les valeurs qui figurent dans le Tableau 18 : le coefficient de diffusion des lacunes provient des travaux de Touratier *et al* [65], le rayon des pores et la distance entre les pores pris correspondent à ceux relevés dans la bibliographie [p35].

| | |
|-------|--|
| D_l | $3 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ |
| r_0 | $5 \text{ } \mu\text{m}$ |
| R | $100 \text{ } \mu\text{m}$ |
| t_0 | 42 s |

Tableau 18 – Valeurs tirées des données de Touratier *et al* [65] et temps de relaxation correspondant

Une sursaturation en lacunes provoque donc une augmentation du volume des pores voire même la nucléation de nouveaux pores au sein du matériau.

Bilan de la variation en concentration de lacunes

Les dislocations coins présentes dans la phase γ' viennent modifier la concentration en lacunes lors de leur propagation que cela soit en les émettant (population '1', selon la direction zz) ou en les absorbant (population '2', selon la direction xx ou yy). La déformation plastique va donc faire varier la concentration en lacunes :

$$\text{Équation 77} \quad c - c_0 = \frac{1}{\Omega} \cdot (\varepsilon_1^p + \varepsilon_2^p)$$

Ainsi le bilan de la variation de la concentration de lacunes en prenant en compte celles liés au déplacement de ces dislocations et aux pores s'écrit selon l'Équation 78, en utilisant l'Équation 75.

$$\text{Équation 78} \quad \frac{d(c-c_0)}{dt} = \frac{1}{\Omega} (\dot{\varepsilon}_1^p + \dot{\varepsilon}_2^p) - \frac{c-c_0}{t_0}$$

Cette Équation 78 décrit l'évolution temporelle de la force osmotique due à une déformation plastique à volume non constant (si $\dot{\varepsilon}_{(1)}^{pl} + \dot{\varepsilon}_{(2)}^{pl} \neq 0$) et à la diffusion des lacunes vers les pores. Dans des conditions stables, c'est-à-dire pour $\frac{d(c-c_0)}{dt} = 0$, alors cette relation se simplifie selon l'Équation 79.

$$\text{Équation 79} \quad \dot{\varepsilon}_{(1)}^{pl} + \dot{\varepsilon}_{(2)}^{pl} = \frac{\Omega^2 \cdot c'_0}{k \cdot T \cdot t_0} \sigma_c$$

b. Contrôle de la déformation plastique par l'entrée des dislocations dans les radeaux

Justification de l'hypothèse

Plusieurs arguments peuvent servir à justifier que le mécanisme limitant la déformation plastique des radeaux γ' est l'entrée des dislocations par montée :

– Tel qu'il a été détaillé dans le chapitre 1 [p57] une hystérésis est observée après une baisse de la contrainte appliquée: la déformation plastique de la phase γ' se poursuit durant un certain de temps (ce qui n'est pas le cas pour la phase γ) [Figure 124]. Par ailleurs, les observations MET réalisées par Laura Dirand [2] sur des échantillons refroidis sous forte charge ou 6 heures après une baisse de la contrainte (jusqu'à 120 MPa) montrent dans le premier cas une forte densité de dislocations dans les radeaux, et dans le second une densité faible voire nulle. Ces deux constatations laissent penser que les dislocations présentes dans la phase γ' au moment de la décharge ont du pouvoir se déplacer avant de s'annihiler.

– L'accélération de la déformation plastique des échantillons dont la microstructure a subi une inversion topologique (la phase γ est englobée par la phase γ' lors du stade III du fluage) [110] suggère une dépendance de la vitesse de déformation en fonction de la longueur des radeaux qui est difficilement explicable par un changement des propriétés intrinsèques des dislocations.

– Enfin l’observation par MET de superalliages ayant subi du fluage allant jusqu’au stade II à haute température (comme par exemple sur nos clichés MET [p118]) montre toujours une densité de dislocations d’interface beaucoup plus forte qu’à l’intérieur des radeaux. Si la déformation plastique était contrôlée par la vitesse de montée, c’est l’inverse qui serait observé. En effet, les dislocations dans γ' , provenant de l’interface, s’accumuleraient dans les radeaux et auraient du mal à s’y déplacer.

Conséquence sur la loi d’Orowan

L’entrée des dislocations dans les radeaux γ' serait due à l’émergence de demies boucles de dislocations à une arête ou à la surface du radeau [65, 60, 76]. Leur extension, leur propagation jusqu’à l’extrémité d’un radeau provoquent leur annihilation avec les dislocations du réseau d’interface. Une demie boucle de dislocations génère donc deux segments qui parcourent chacun une distance moyenne $l_r/2$ avant de s’annihiler tel qu’il l’a déjà été abordé dans le chapitre 1 [Figure 117].

Sous une contrainte constante la vitesse de déformation plastique de chaque population ‘i’ de dislocation au sein de γ' peut alors s’écrire, en adaptant la loi d’Orowan, selon l’Équation 80 :

Équation 80
$$\dot{\epsilon}_i^{pl} = \rho_{m_i} b v_i = (\Delta t \cdot \dot{\rho}_{m_i}) b \left(\frac{l_r/2}{\Delta t} \right)$$

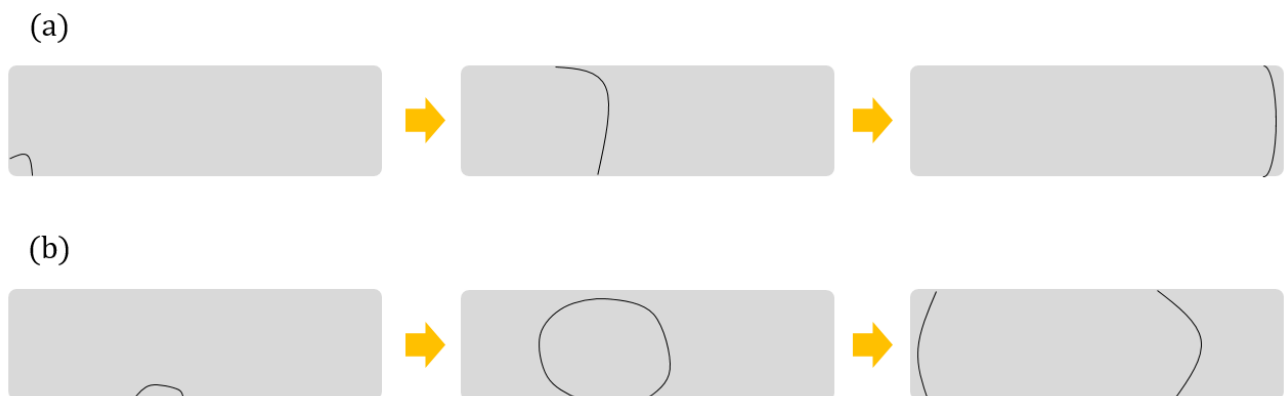


Figure 117 – Représentation de l’entrée (puis de la propagation) d’une dislocation dans un radeau γ' à partir d’une arête (a) ou de la surface (b).

Ce qui signifie que la vitesse de déformation plastique de γ' ne dépend pas directement de la vitesse des dislocations v , mais de leur vitesse d’entrée dans les radeaux $\dot{\rho}_{m_i}$ et de la longueur des radeaux l_r .

En revanche, le comportement plastique des radeaux dépend de l’histoire mécanique du matériau : tel qu’explique au chapitre 1 [p57], lors d’une chute de la contrainte appliquée, les dislocations n’entrent plus dans la phase γ' mais continuent malgré tout leur propagation jusqu’à atteindre l’extrémité des radeaux déformant ainsi plastiquement le matériau. Il en résulte une déformation plastique résiduelle mesurable, la durée de cette relaxation dépend de la vitesse des dislocations et l’amplitude de la densité initiale des dislocations.

c. Premier essai de modélisation

Afin de vérifier la validité de cette hypothèse, une première modélisation a été réalisée ce qui permet d'exposer de manière claire l'impact de cette loi sur l'évolution des contraintes internes (et osmotique) ainsi que sur l'allure de la déformation plastique de chaque population 'i' de dislocation dans la phase γ' déduit de l'Équation 80.

Loi de création des dislocations

Les dislocations de chaque population sont supposées avoir la même structure de cœur, et donc leur loi de vitesse d'entrée dans les radeaux γ' aura la même forme générale qui est donnée par l'Équation 81.

Équation 81

$$\dot{\rho}_{m_i} = \kappa_i f(\sigma_i - \sigma_i^{seuil})$$

Avec :

κ_i : coefficient ajustable

$f(\dots)$: fonction égale à $\sigma_i - \sigma_i^{seuil}$ si $\sigma_i > \sigma_i^{seuil}$ et zéro sinon

σ_i^{seuil} : contrainte seuil d'entrée des dislocations 'i' qui est définie comme supérieure à la contrainte de propagation

Loi de vitesse de propagation des dislocations

De la même manière pour les deux populations de dislocations le même type de loi de vitesse de propagation est utilisée dans les deux cas, il s'agit d'une loi linéaire qui dépend de la contrainte vue par les dislocations σ_i [Équation 82]. La distance parcourue par les dislocations est supposée correspondre à la longueur d'un radeau, elles entrent à une extrémité et s'annihilent à l'autre.

Équation 82

$$v_i = \lambda_i \sigma_i$$

Avec :

λ_i : coefficient à définir

Contraintes effectives sur les dislocations

Tenant compte de la contrainte osmotique, la contrainte effective sur les dislocations des deux populations est donnée par les relations de l'Équation 83. C'est-à-dire qu'une sursaturation en lacunes freinera la population 1 (selon l'axe de traction), et poussera les dislocations de la population 2.

Équation 83

$$\sigma_{(1)} = \sigma_a - \sigma_c \text{ et } \sigma_{(2)} = -\sigma'_{xx} + \sigma_c = -\sigma'_{yy} + \sigma_c$$

Par ailleurs, la contrainte de Von Mises dans les couloirs γ est supposée être égale ou légèrement supérieure à la contrainte d'Orowan, ce qui permet d'en déduire la contrainte interne d'équilibre σ_{xx} en fonction de la contrainte d'Orowan tel que donné par l'Équation 84.

Équation 84

$$\sigma_{VM} = \sigma_a - \sigma_{xx} = \sigma_O \Leftrightarrow \sigma_{xx} = \sigma_a - \sigma_O$$

Grâce au rapport qui existe entre la contrainte interne dans γ et γ' [p48], il est ainsi possible de connaître la contrainte interne dans γ' à partir de la contrainte appliquée et la contrainte d'Orowan par l'Équation 85.

Équation 85

$$\sigma'_{xx} = \frac{f-1}{f} \sigma_{xx} = \frac{f-1}{f} (\sigma_a - \sigma_O)$$

Paramètres utilisés

Pour simuler les sauts de contrainte, il a été choisi d'appliquer une contrainte initiale σ_a de 100 MPa, puis d'augmenter la contrainte de 25 MPa toutes les 500 secondes, avant un retour à la contrainte initiale à $t = 7000$ s. La contrainte interne $-\sigma'_{xx}$ suit une succession de lois exponentielles (avec une constante de temps de 250 s) qui est proche des résultats expérimentaux.

Les autres paramètres utilisés pour cette modélisation sont :

- $l_r = 5.10^{-6}$ m
- $b = a = 3.65.10^{-10}$ m
- $T = 1300$ K
- $c'_0 = 4.94.10^{23}$ m⁻³ (= $6.10^{-6}/V_{at}$)
- $t_0 = 10$ s (arbitraire)
- $\kappa_i = 200$ dislocations.m⁻².Pa⁻¹.s⁻¹
- $\sigma_i^t = 170$ MPa
- $\lambda_i = 5.10^{-16}$ m.s⁻¹.Pa⁻¹

De cette manière sont modélisés :

- σ_a : contrainte appliquée
- $-\sigma'_{xx}$: contrainte interne dans γ'
- σ_c : contrainte osmotique
- $\sigma_{①}$: contrainte effective de la population '1'
- $\sigma_{②}$: contrainte effective de la population '2'
- $\dot{\epsilon}_{①}^{pl}$: vitesse de déformation plastique dans γ' de la population '1'
- $\dot{\epsilon}_{②}^{pl}$: vitesse de déformation plastique dans γ' de la population '2'

Résultats

La Figure 118a présente l'évolution des contraintes en fonction du temps, et la Figure 118b les vitesses de déformation des deux populations de dislocations en échelle logarithmique. On distingue trois stades successifs :

– De $t = 0$ à $t = 2000$ secondes (domaine 0), la contrainte appliquée reste inférieure au seuil d'entrée des dislocations dans les radeaux. La vitesse de déformation plastique est nulle. La concentration de lacunes est à l'équilibre, la force osmotique est nulle et la contrainte effective sur les dislocations de la population 1 est donc égale à la contrainte appliquée.

– De $t = 2000$ à $t = 4000$ secondes (domaine 1), la contrainte appliquée est supérieure au seuil d'entrée des dislocations dans les radeaux, mais la contrainte effective sur les dislocations de la population 2 reste inférieure à ce même seuil. Chaque saut de la contrainte appliquée provoque l'entrée de dislocations de la population 1 dans les radeaux. Le déplacement de ces dislocations provoque une augmentation brusque de la concentration en lacunes, et donc une augmentation de la contrainte osmotique ce qui correspond à une chute de la contrainte effective σ_1 qui bloque l'entrée de nouvelles dislocations dans les radeaux. Après un certain temps, les lacunes en surnombre sont annihilées dans les pores, la contrainte osmotique baisse, et de nouvelles dislocations peuvent entrer dans les radeaux. Après plusieurs oscillations, la contrainte osmotique, la contrainte effective, et la vitesse de déformation atteignent une valeur stable qui croît avec la contrainte appliquée (la contrainte effective sur les dislocations de la population 1 reste très proche de la contrainte seuil). L'activité des dislocations de la population 2 étant nulle [Figure 119a], toutes les lacunes en sursaturation créées par le déplacement des dislocations de type 1 sont éliminées par les pores : l'augmentation de volume de l'échantillon est exactement compensée par l'augmentation de ceux-ci.

– A des temps supérieurs à 4000 secondes (domaine 2), la contrainte effective sur les dislocations de la population 2 devient supérieure à la contrainte seuil d'entrée des dislocations. Les contraintes effectives, les vitesses d'entrée des dislocations et les densités des deux populations sont presque égales tel que défini par le modèle. En conséquence, les vitesses de déformation $\dot{\varepsilon}_{(1)}^{pl} = \dot{\varepsilon}_{zz}^{pl}$ et $-\dot{\varepsilon}_{(2)}^{pl} = -2 \dot{\varepsilon}_{xx}^{pl} = -2 \dot{\varepsilon}_{yy}^{pl}$ deviennent presque égales [Figure 119b] (si elles l'étaient parfaitement, la contrainte osmotique redescendrait à 0 en un temps t_0 .) La vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}_{zz}^{pl}$ augmente de deux ordres de grandeur. La déformation plastique se fait à volume presque constant mais, la sursaturation restant sensiblement constante, le volume des pores augmente à la même vitesse.

– A la décharge, les contraintes effectives chutent pour les deux populations en dessous du seuil d'entrée des dislocations, mais restent positives. La contrainte osmotique oscille autour de zéro. Par ailleurs, les dislocations peuvent continuer à se déplacer dans les radeaux et la déformation plastique continue jusqu'à leur annihilation.

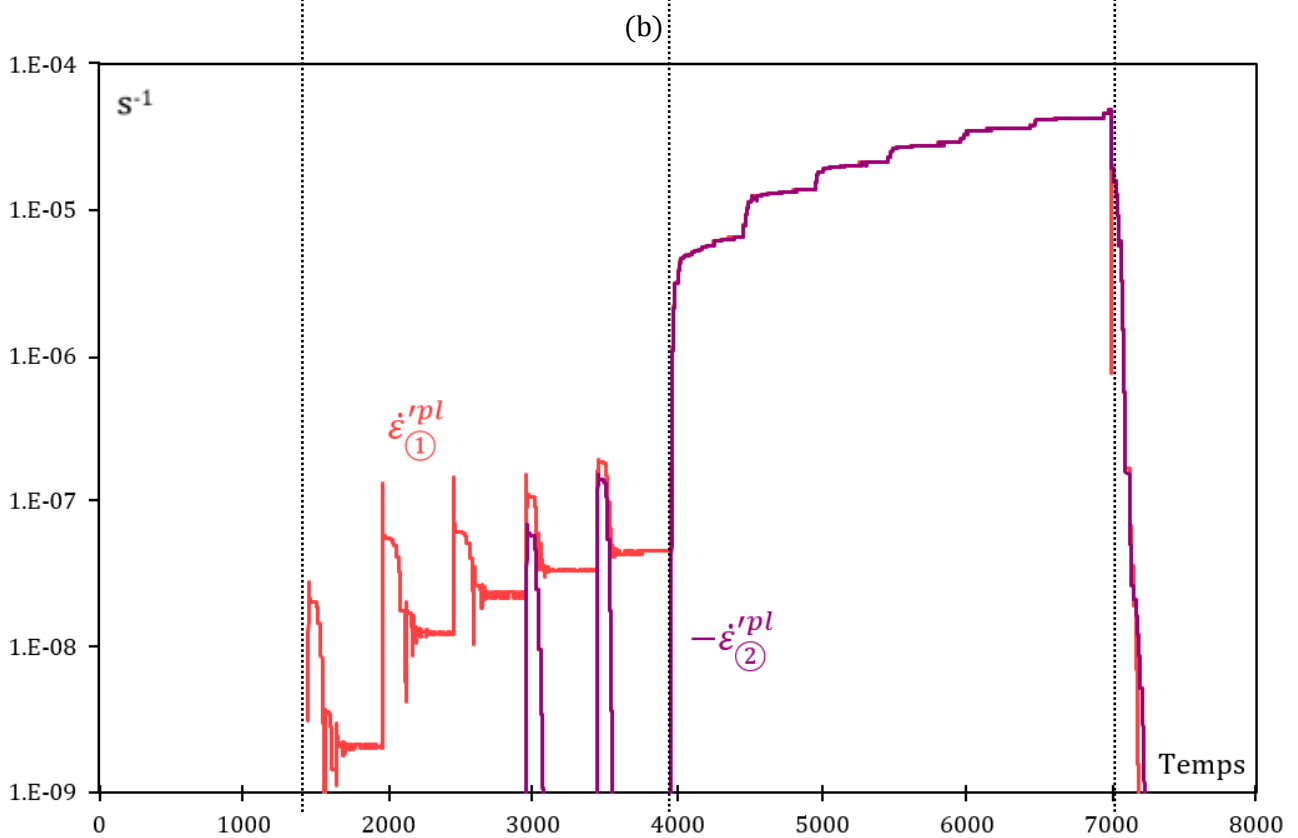
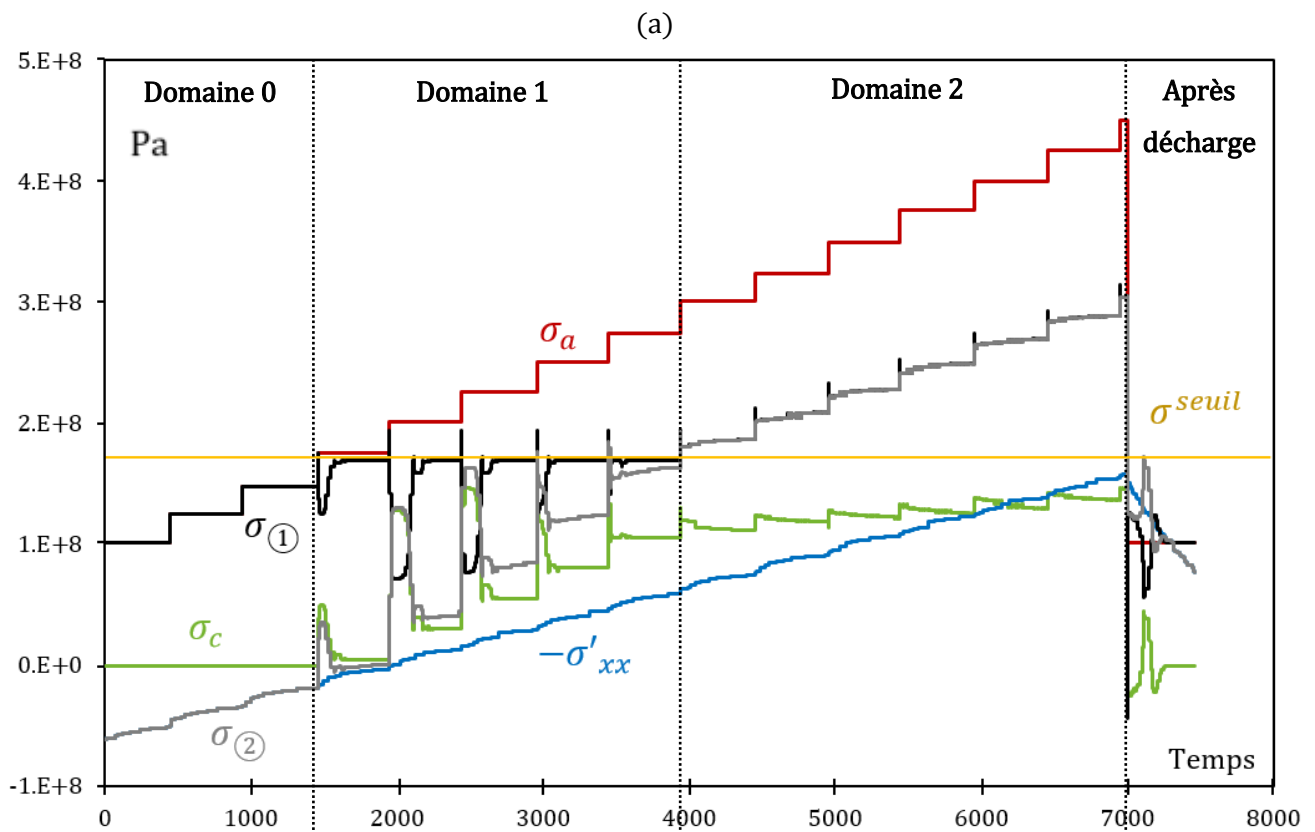


Figure 118 – Évolution des (a) contraintes et (b) des vitesses de déformations calculées par le modèle

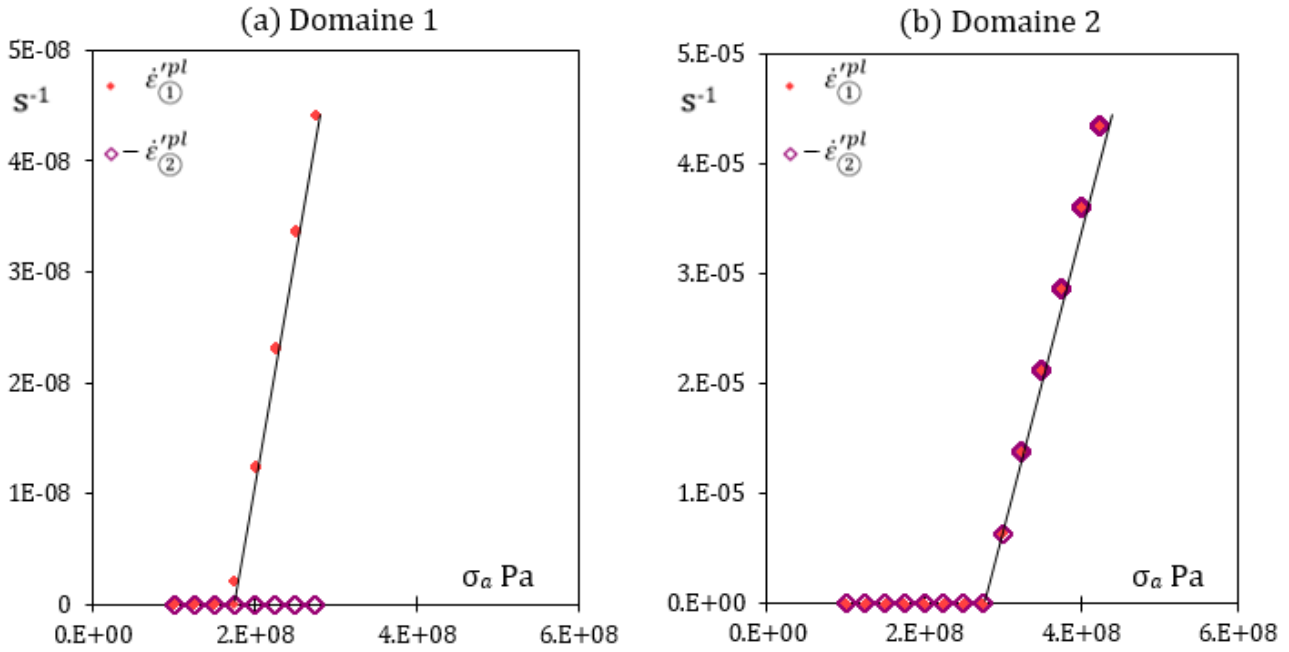


Figure 119 – Évolution des vitesses de déformation de chaque population en échelle logarithmique en fonction de la contrainte appliquée calculé dans le domaine 1 (a) et 2 (b). Dans le domaine 1 les valeurs sont plus petites et nulle pour '2'

Vitesse de déformation dans le domaine 1

Dans ce domaine, la déformation plastique de la phase γ' dépend uniquement de la déformation induite par les dislocations de la population '1' qui est donnée par l'Équation 86 déduite de l'Équation 79.

Équation 86

$$\dot{\epsilon}'_{(1)}{}^{pl} = \frac{\Omega^2 \cdot c'_0}{k \cdot T \cdot t_0} \sigma_c$$

Ainsi la densité de dislocations mobiles peut être donnée par l'Équation 87 qui correspond à l'Équation 81. Dans la loi d'Orowan [Équation 80] la vitesse de déformation plastique peut être remplacée par l'Équation 86. Ainsi localement, à une température donnée et en prenant la définition de la contrainte osmotique de l'Équation 83, la densité de dislocations devrait suivre une relation linéaire donnée par l'Équation 88.

Équation 87

$$\dot{\rho}_{m(1)} = \kappa_{(1)} f(\sigma_{(1)} - \sigma_{(1)}^{seuil})$$

Équation 88

$$\dot{\rho}_{m(1)} = \frac{2\dot{\epsilon}'_{(1)}{}^{pl}}{b l_r} = \frac{2\Omega^2 \cdot c'_0}{b \cdot l_r \cdot k \cdot T \cdot t_0} \sigma_c = K (\sigma_a - \sigma_{(1)})$$

Sur la Figure 120 est représentée la courbe correspondant à chacune de ces deux équations (en rouge l'Équation 87 et en bleu l'Équation 88): le point d'intersection correspond au point de fonctionnement.

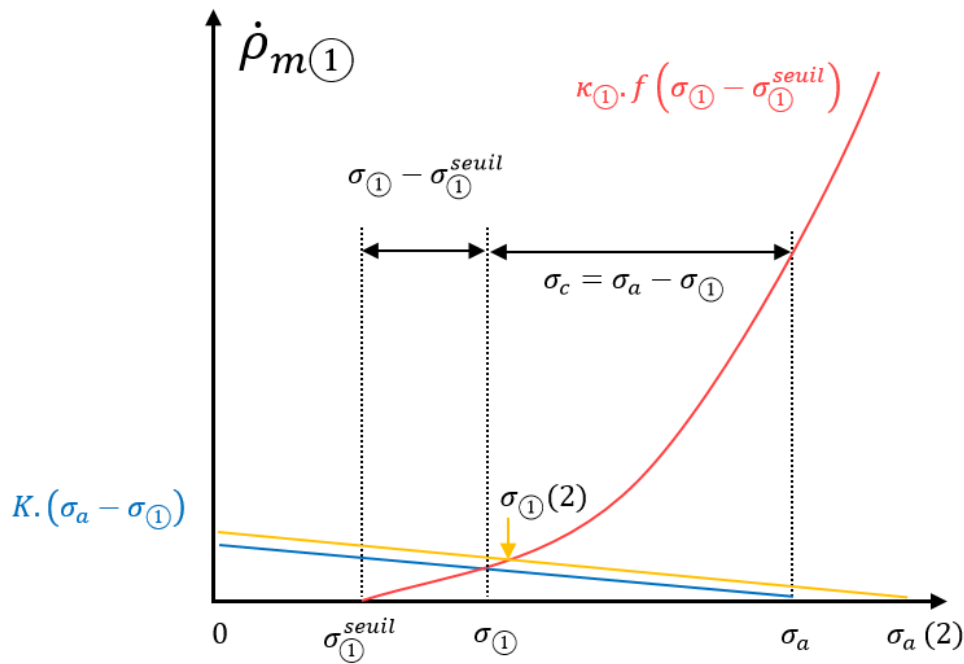


Figure 120 – Représentation graphique de la variation de la vitesse de multiplication des dislocation en fonction de la contrainte afin de visualiser le point de fonctionnement. Au temps (2) la contrainte appliquée augmente (en jaune).

Le coefficient K étant petit, cette intersection est proche du seuil $\sigma_{(1)}^{seuil}$, ce qui est montré avec la Figure 120. Une augmentation de la contrainte appliquée, à titre d'exemple de σ_a à σ'_a (trait jaune) se traduit par un déplacement vers la droite de la courbe obtenue de l'Équation 88. Cela induit un décalage du point de fonctionnement, cependant il est bien visible sur la Figure 120 que la valeur de ce point dépend essentiellement de l'allure de la courbe qui correspond à l'Équation 87. Ceci justifie que la vitesse de déformation (via la loi de création de dislocation) dépendant majoritairement de la valeur de la contrainte (vis-à-vis de l'écart à la contrainte seuil) dans le domaine 1.

Ainsi la valeur de la contrainte $\sigma_{(1)}$ va rester proche de la contrainte seuil [Figure 120] et il est alors possible d'en déduire la vitesse de déformation plastique due à la population '1' par l'Équation 89 avec t_0 donnée par l'Équation 76.

Équation 89

$$\dot{\varepsilon}_{(1)}^{pl} \approx \frac{\Omega^2 \cdot c'_0}{k \cdot T} \cdot 4\pi D_l r_0 \rho_p \cdot (\sigma_a - \sigma_{(1)}^{seuil})$$

Dans le domaine 1, la vitesse de la déformation plastique des radeaux γ' dépend donc assez peu du comportement des dislocations (vitesse, loi d'entrée), mais beaucoup plus de c'_0 et D_l (et donc une deuxième fois de c'_0). Elle est thermiquement activée et dépend fortement de la densité et de la taille des pores, plus précisément du produit $r_0 \cdot \rho_p$.

Lorsque que seul le domaine 1 est activé, la taille des pores augmente (ou de nouveaux pores sont créés) dû à la diffusion des lacunes en sursaturation créées par la montée des dislocations '1'. Alors $r_0 \cdot \rho_p$ augmente ce qui induit une accélération de la déformation plastique. La réduction de la densité et la taille des pores par un traitement thermique dit par compression à chaud (HIP [p35]) va donc réduire la vitesse initiale de déformation des radeaux (sous faible contrainte, c'est-à-dire dans le domaine 1). En revanche elle n'empêchera pas la nucléation de nouveaux pores : l'effet sur la durée de vie sera donc limité [74].

Vitesse de déformation dans le domaine 2

Dans le domaine 2, l'Équation 90 donne la vitesse d'entrée des dislocations de la population '1' et l'Équation 91 celle de la population '2'. Comme introduit par l'Équation 81 généralisée, dans le domaine 2, de la même manière que dans le domaine 1, il est possible (avec l'Équation 80 et Équation 79) d'en déduire la relation exprimée par l'Équation 92 en prenant la contrainte osmotique exprimée par l'Équation 83.

$$\text{Équation 90} \quad \dot{\rho}_{m(1)} = \kappa_{(1)} f(\sigma_{(1)} - \sigma_{(1)}^{seuil})$$

$$\text{Équation 91} \quad \dot{\rho}_{m(2)} = \kappa_{(2)} f(\sigma_{(2)} - \sigma_{(2)}^{seuil})$$

$$\text{Équation 92} \quad \dot{\rho}_{m(1)} + \dot{\rho}_{m(2)} = \frac{2(\dot{\epsilon}_{(1)}^{pl} + \dot{\epsilon}_{(2)}^{pl})}{b l_r} = \frac{2\Omega^2 \cdot c'_0}{b \cdot l_r \cdot k \cdot T \cdot t_0} \sigma_c = K(\sigma_a - \sigma_{(1)}) = K(-\sigma'_{xx} - \sigma_{(2)})$$

La création de lacunes peut dans un premier temps être négligée vis-à-vis de la déformation plastique, il est donc possible d'écrire l'Équation 93, en effet comme sur la Figure 119b les deux vitesses de déformations sont égales.

$$\text{Équation 93} \quad \dot{\rho}_{m(1)} \approx -\dot{\rho}_{m(2)}$$

L'interprétation de l'Équation 83 permet d'écrire la somme des contrainte effective selon l'Équation 94.

$$\text{Équation 94} \quad \sigma_{(1)} + \sigma_{(2)} = (\sigma_a - \sigma_c) + (-\sigma'_{xx} + \sigma_c) = \sigma_a - \sigma'_{xx}$$

Sur la Figure 121a est tracée la solution graphique de ces équations. La courbe violette (population 2) a été dilatée verticalement, ce qui correspond à un terme $\kappa_{(2)} > \kappa_{(1)}$. L'intersection des courbes violette (population 2) et rouge (population 1) (cercle noir) est une première solution approximative, les valeurs $\sigma_{(1)}$, $\sigma_{(2)}$ et σ_c en sont déduites.

Le point de fonctionnement du domaine 2 (qui correspond à $\sigma'_{\text{①}}$, $\sigma'_{\text{②}}$ et σ'_c (cercles rouge et violet) sur la Figure 121b) est légèrement décalé vers la droite de $\Delta\sigma_c$ pour que la différence entre $\dot{\rho}_{m\text{①}}$ et $\dot{\rho}_{m\text{②}}$ soit égale à $K \cdot \sigma_c$:

Équation 95

$$\Delta\sigma_c = \frac{A \cdot \sigma_{c0}}{\left(\frac{d\rho_{m\text{②}}}{d\sigma_c} - \frac{d\rho_{m\text{①}}}{d\sigma_c} \right)}$$

La contrainte externe pertinente n'est plus la contrainte appliquée, mais bien la différence $\sigma_a - \sigma'_{xx}$. Dans le domaine 2, le comportement plastique de γ' dépend essentiellement de la loi d'entrée des dislocations dans les radeaux. En effet la contribution de la diffusion des lacunes est limitée au décalage $\Delta\sigma_c$.

D'autant plus que lorsque la contrainte effective $\sigma_a - \sigma'_{xx}$ augmente, tel que représenté sur la Figure 122a (la courbe de multiplication de la population '2' se décale sur la droite (en jaune)), les vitesses de multiplication des dislocations $\dot{\rho}_{m\text{①}}$ et $\dot{\rho}_{m\text{②}}$ augmentent également [Figure 122b].

Densités de dislocations dans les radeaux

Dans le domaine 1, une faible densité de dislocations de la population '1' est attendue ainsi qu'une densité nulle de la population 2. Dans le domaine 2, les taux de création de nouvelles dislocations sont sensiblement égaux pour chaque population et la densité de dislocation s'écrit selon l'Équation 96. Et donc un rapport entre les densités de dislocations de chaque population inverse de celui entre leurs vitesses propres [Équation 97].

Équation 96

$$\rho_{m_i} \approx \dot{\rho}_{m_i} \left(\frac{l_r}{v_i} \right)$$

Équation 97

$$\frac{\rho_{m\text{②}}}{\rho_{m\text{①}}} \approx - \frac{v_{\text{①}}}{v_{\text{②}}}$$

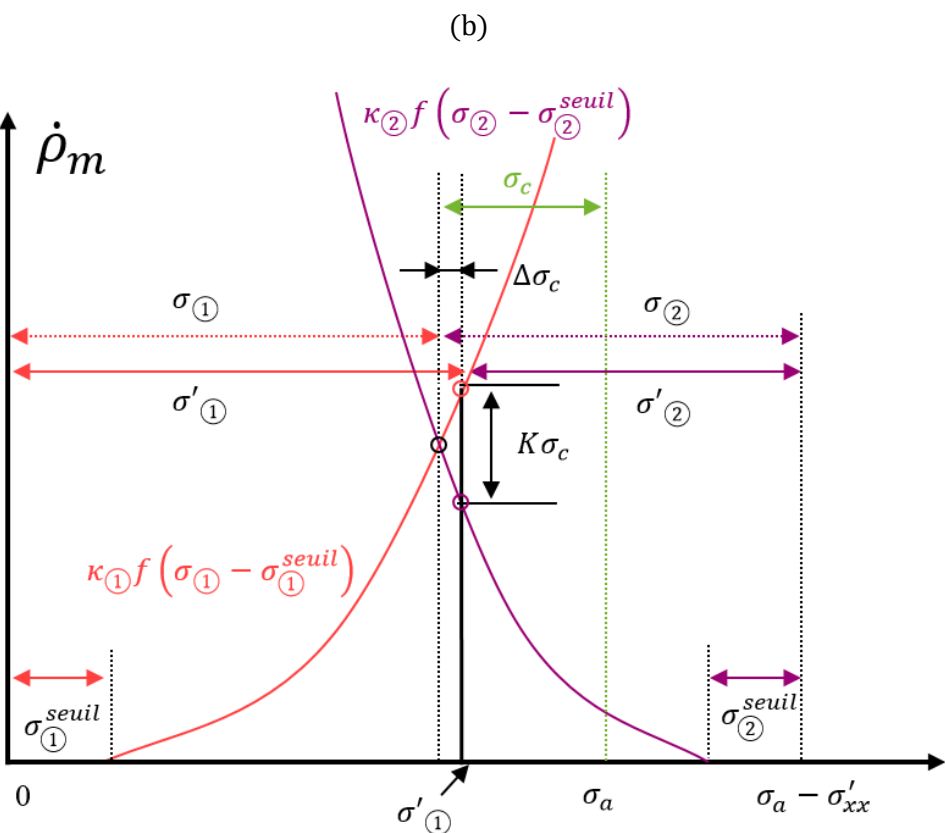
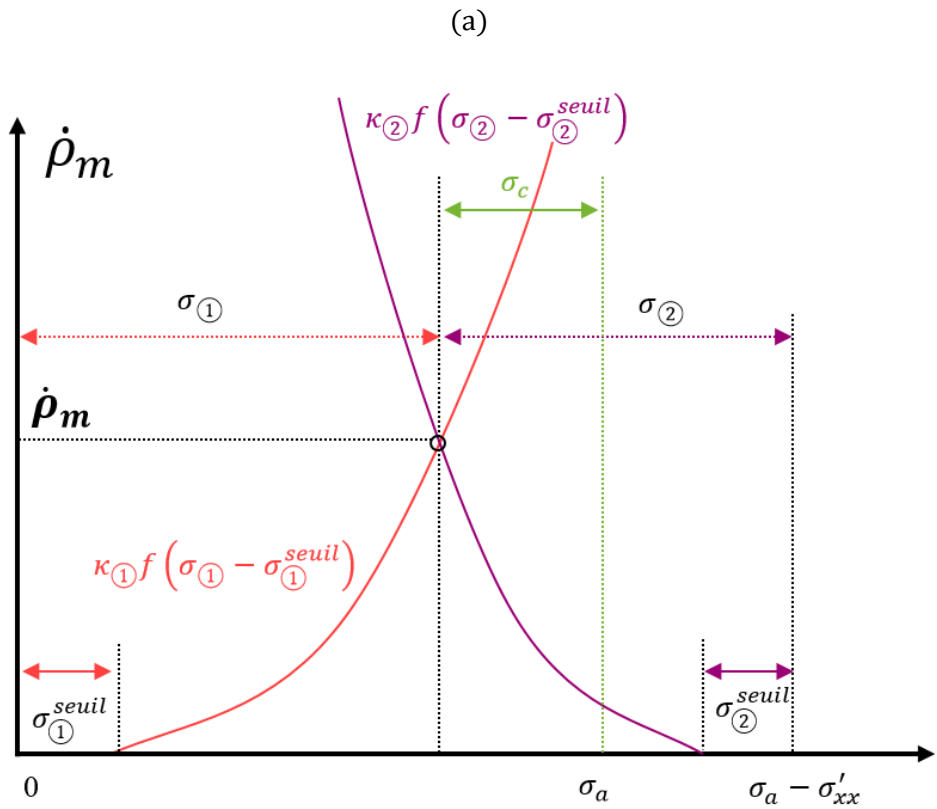


Figure 121 - Représentation graphique des vitesses de multiplication des dislocations de la population '1' et '2' à une contrainte effective $\sigma_a - \sigma'_{xx}$ (a) solution approximative et (b) décalé de $\Delta\sigma_c$

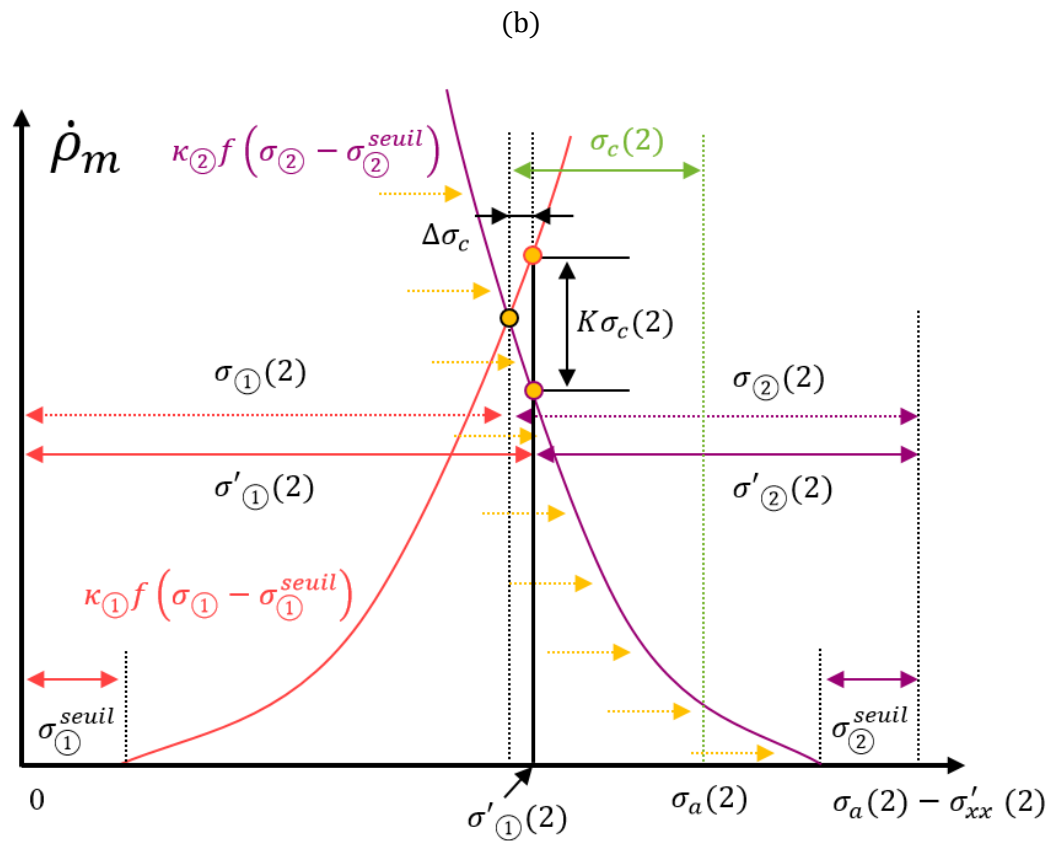
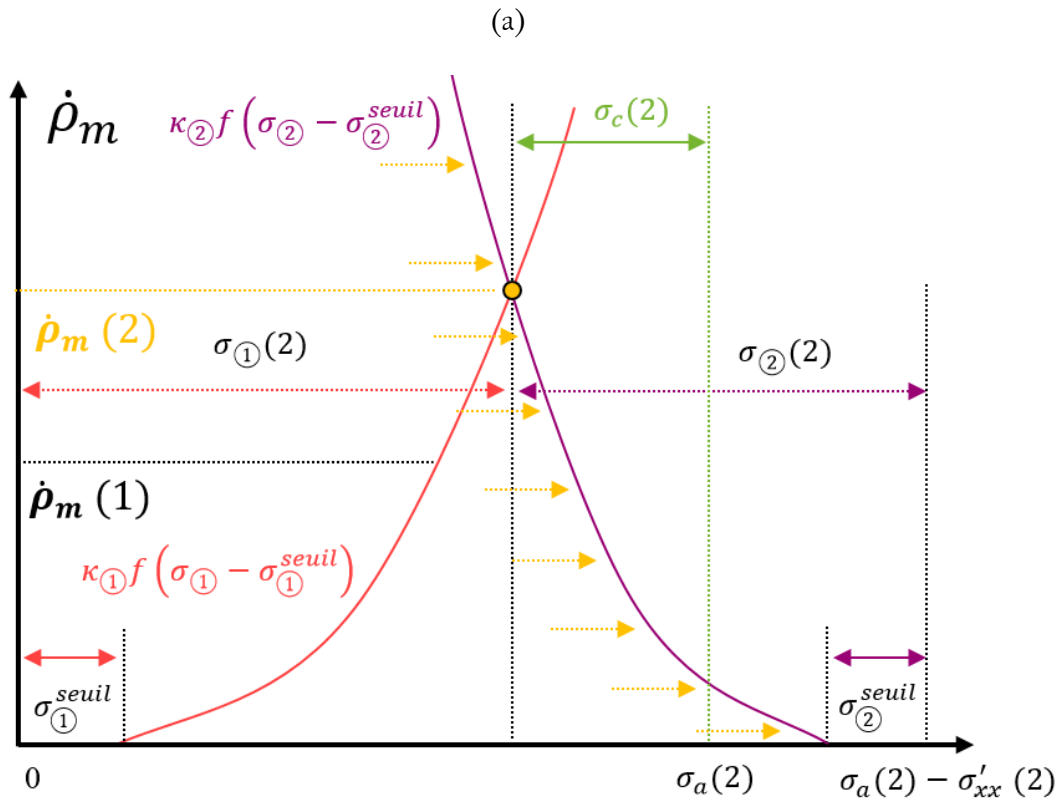


Figure 122 - Représentation graphique des vitesses de multiplication des dislocations de la population '1' et '2' à une contrainte effective plus élevée $\sigma_a(2) - \sigma'_{xx}(2)$ que sur la Figure 121. (a) solution approximative et (b) décalé de $\Delta\sigma_c$

2. Comparaison aux données expérimentales

L'intérêt de cette modélisation est qu'elle fournit une explication naturelle à deux phénomènes apparemment déconnectés : la forte accélération de la déformation plastique lors d'une mise en charge progressive à partir d'une certaine valeur de contrainte [Figure 104, Figure 111, Figure 112], et la croissance des pores dans le matériau lors d'un essai de fluage [112, 111, 62]. Dans ce sous-chapitre, nous allons comparer les prévisions de ce premier modèle à différents résultats issus du présent travail ou de la littérature.

a. Déformation plastique et augmentation de la porosité

L'existence d'un « domaine 1 » pour lequel seules les dislocations de la population 1 entrent dans les radeaux explique que lors d'un essai de fluage sous faible contrainte [62, 112] le pourcentage de vides créés soit égal à la déformation plastique du matériau, en particulier pour des temps courts [Figure 123].

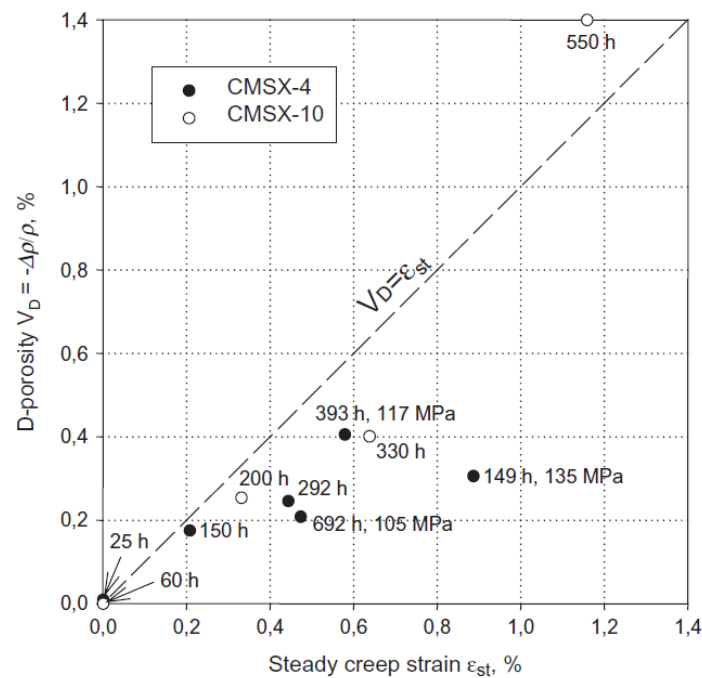


Figure 123 – Évolution de la déformation plastique au stade II en fonction du volume relatif des pores qui est égal à l'opposé de la variation relative de densité [62]

Cette figure montre que, pour des temps de fluage pas trop longs et sous des contraintes appliquées inférieures à 120 MPa, l'allongement des éprouvettes crée des lacunes qui migrent vers les pores. Ceci correspond au comportement attendu dans le domaine 1. Pour des contraintes appliquées de 135 MPa, même pour des temps de fluage de 149 heures, la création de lacunes (0,3 % en volume) n'est plus qu'une fraction de la déformation plastique (0,9 %) ; les 0,6 % de lacunes manquantes ont probablement été absorbées par la population 2 de dislocations. Il s'agit alors à la transition du domaine 1 au domaine 2.

Pour les temps de fluage longs, deux phénomènes complémentaires peuvent être évoqués :

- Le mûrissement de la microstructure fait augmenter la largeur des couloirs γ et diminuer la contrainte d'Orowan. La contrainte totale $\sigma_a - \sigma'_{xx}$ [Équation 94] va donc augmenter.
- La réduction de la section « efficace » de l'éprouvette, même faible, va augmenter la contrainte appliquée, à force appliquée constante.

b. Densités relatives de dislocations des deux populations

Dans cette première version du modèle, la même loi de vitesse et la même loi d'entrée des dislocations ont été utilisées pour chaque population, les contraintes effectives, la vitesse de montée et les densités de dislocation obtenues sont quasiment égales entre elles [Figure 118]. Ce résultat est contraire à nos observations par MET ainsi que celles de la littérature [2, 60] où un rapport d'environ 1 à 5 est constaté entre les densités de dislocations de la population 1 et 2.

Une explication possible serait une loi de mobilité des dislocations différente entre ces deux populations ce qui est difficile à justifier au vu de la structure de cœur de ces dislocations, sauf si l'existence d'une contrainte seuil plus forte pour la population 2 est considérée. Ce qui est vraisemblablement le cas, car la longueur maximale d'un segment des dislocations ne sont pas identiques : la population 2 se propagent le long de l'épaisseur e_γ d'un radeau tandis que pour la population 1 il s'agit de la longueur d'un radeau l_r .

En outre, il est possible que les paramètres $\kappa_{(1)}$ et $\kappa_{(2)}$, constantes de la loi de création des dislocations [Équation 90 et Équation 91], soient différents. En supposant que l'entrée des boucles de dislocation se fait par la surface d'un radeau [60, 76], le nombre de sites susceptibles de créer une boucle est alors proportionnel à la surface. Une dislocation de la population '2' ([010] ou [100]) peut entrer par une surface (001) ou un côté d'un radeau (ce qui correspond à une surface totale de $2l_r^2 + 2l_r e_\gamma$), alors qu'une dislocation de la population '1' soit [001] pourra se former sur un côté (010) ou (100) (soit une surface totale de $4l_r e_\gamma$). Le rapport entre les nombres de sites de nucléation de la population 2 sur la population 1 est alors de l'ordre de l_r/e_γ , c'est-à-dire de 5 à 10.

Densité de dislocations évaluée après une baisse de contrainte

Comme discuté ci-dessus, Laura Dirand [2] a observé que la déformation plastique de γ' se poursuit après une baisse de contrainte appliquée. Le même phénomène est observé au cours de nos essais, comme le montre la Figure 124 pour l'échantillon S2 : la décharge se traduit par une chute de la vitesse de déformation plastique de $1,2 \cdot 10^{-5}$ à $8 \cdot 10^{-6}$ (la baisse de la vitesse de déformation avant la chute de contrainte est due au lissage). La déformation se poursuit ensuite à vitesse décroissante pendant 6 minutes environ, pour une déformation résiduelle totale d'environ $1,5 \cdot 10^{-3}$. Les observations par MET sur une éprouvette refroidie sous contrainte montrent en général une densité de dislocations dans les radeaux de l'ordre de quelques 10^{12} m^{-2} , alors que les clichés MET pris dans une éprouvette refroidie 6 heures après la baisse de contrainte montrent une très faible densité de dislocations [p57].

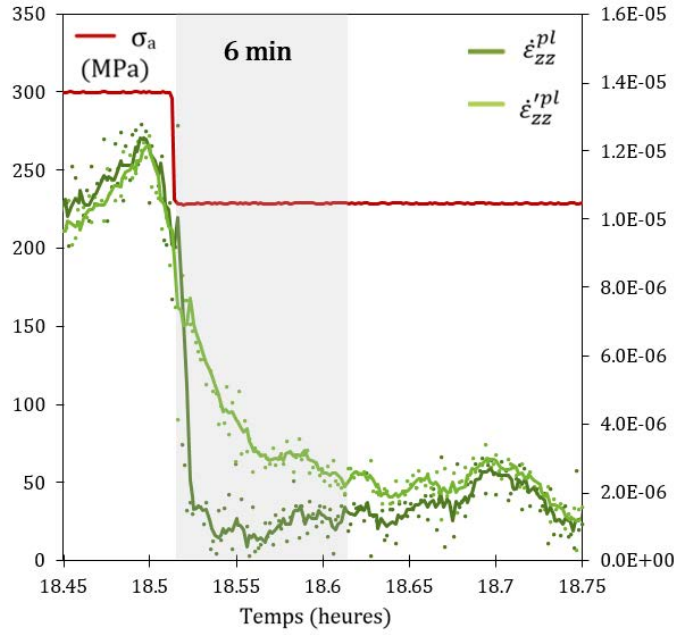


Figure 124 – Vitesses de déformation plastique des phases γ et γ' (suivant z) durant l'essai in situ de l'échantillon « Small 2 »

L'explication proposée est que les dislocations poursuivent leur déplacement par montée jusqu'à leur annihilation à l'extrémité des radeaux, en parcourant une distance moyenne de $l_r/2$. Comme proposé dans [63] on peut alors relier la déformation résiduelle $\Delta\varepsilon_{zz}^{pl}$, la densité initiale $\rho_{m(1)}$ de dislocations de la population 1 (de vecteur de Burgers a' [001]) dans les radeaux, et la longueur de ceux-ci par la relation :

Équation 98

$$\Delta\varepsilon_{zz}^{pl} \approx \rho_{m(1)} b \frac{l_r}{2}$$

De la même façon, le déplacement des dislocations de la population 2 (de vecteur de Burgers a' [100] et a' [010]) va faire varier le désaccord paramétrique δ_{\perp} dans les directions x et y :

Équation 99

$$\Delta\delta_{\perp} = -\Delta\varepsilon_{xx}^{pl} = -\Delta\varepsilon_{yy}^{pl} \approx \frac{1}{2} \rho_{m(2)} b \frac{l_r}{2}$$

On a vu plus haut que 80% environ des dislocations observées par MET appartiennent à la population 2. Par ailleurs, la précision des mesures de $\Delta\delta_{\perp}$ est bien meilleure que celle de la mesure de la déformation plastique. On peut donc évaluer la densité des dislocations dans les radeaux juste avant la décharge par :

Équation 100

$$\rho_m \approx \rho_{m(2)} = \frac{4\Delta\delta_{\perp}}{bl_r}$$

La variation de δ_{\perp} entre la décharge et la stabilisation (après quelques minutes ou quelques heures) a été mesurée pour les différents essais de ce travail tel que représenté sur la Figure 125, mais également pour les mesures de Laura Dirand [2]. Cette variation a été utilisée pour évaluer la densité de dislocations avant décharge par l'Équation 100 en en prenant la longueur des radeaux l_r mesurée par MEB.

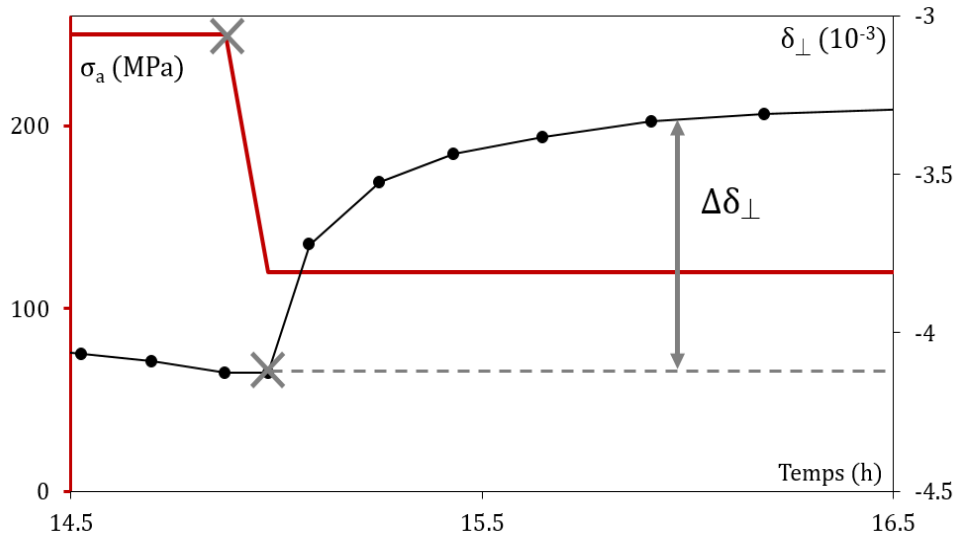


Figure 125 – Définition de $\Delta\delta_{\perp}$ après un saut de contrainte négatif pour un Δt quelconque

Le Tableau 20 ci-dessous regroupe l'ensemble des résultats de Le Graverend *et al* [63] obtenus lors d'essais de fluage sous une contrainte appliquée de 120 MPa avec des sauts de température, les résultats de Laura Dirand [2] réexploités, et les données obtenues dans le cadre de ce travail. Les densités de dislocations mesurées au MET dans la thèse de Laura Dirand [2] et dans ce travail sont également reportées sur le Tableau 19. Ces mesures sont regroupées sur la Figure 127 classées en fonction de la contrainte interne σ'_{xx} .

Les densités évaluées sont du même ordre de grandeur, soit de quelques 10^{11} m^{-2} à quelques 10^{12} m^{-2} , tant pour les mesures de la variation de δ_{\perp} que pour les mesures par MET, à une exception près : l'éprouvette L1 pour laquelle les mesures de δ_{\perp} donnent des valeurs de $2 \cdot 10^{11}$, et la mesure *post mortem* $2 \cdot 10^{12}$. L'évolution de δ_{\perp} au cours d'une partie de l'essai L1 [Figure 112] est donnée sur la Figure 126. La première remarque est que la vitesse de relaxation est très basse, si on la compare à celle des essais S1 et S2, et que le désaccord paramétrique continue à augmenter quand les sauts de contrainte ultérieurs sont réalisés : la relaxation est incomplète et la densité de dislocations calculée sous-estime la valeur réelle. Une deuxième remarque concerne la décharge en deux étapes entre 18,5 h et 21h : on observe sous une contrainte appliquée de 150 MPa un début de décroissance qui ralentit, puis une deuxième décroissance après le retour à 100 MPa. La vitesse de variation de δ_{\perp} mesurée est $1,1 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ juste avant la deuxième décharge et $8,3 \cdot 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ après décharge (flèches). Dans le cadre du modèle proposé ci-dessus, on peut supposer que la décharge a fait baisser la vitesse des dislocations de la population 1, et donc la contrainte osmotique. Alors que la contrainte interne σ'_{xx} a très peu varié, cette baisse de la contrainte osmotique s'est traduite par une baisse de la contrainte effective $\sigma_{\text{②}}$, une baisse de la vitesse de montée des dislocations de la population 2, et donc un ralentissement de la déformation dans les directions x et y et de l'augmentation de δ_{\perp} .

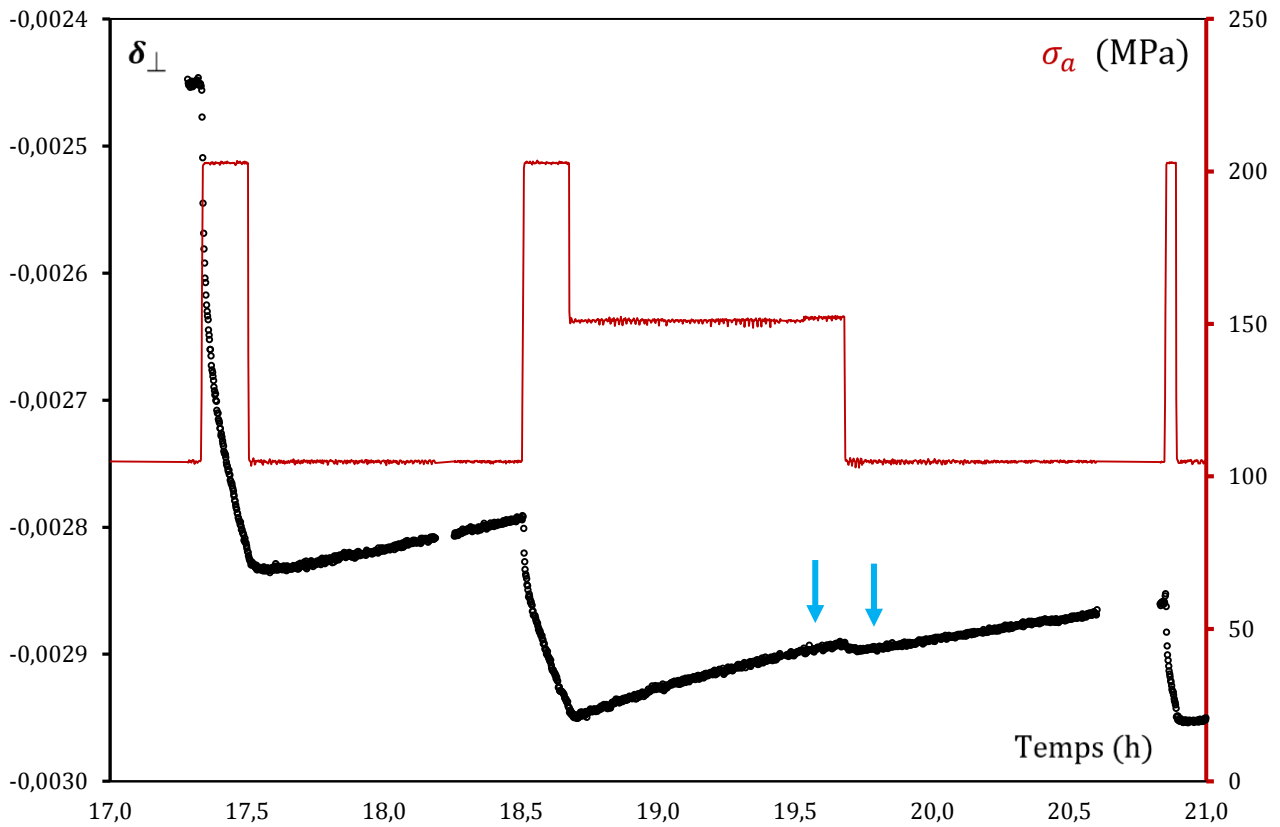


Figure 126 - Détail des variations de δ_{\perp} pendant l'essai L1

| | Essais | Température | σ_a avant le refroidissement | $-\sigma'_{xx}$ avant le refroidissement | ρ estimée par MET |
|------------------|--------|-------------|-------------------------------------|--|------------------------|
| Laura Dirand [2] | 3F1 | 972°C | 250 MPa | 72 MPa | 2,3 / μm^2 |
| | 4R1 | 955 °C | 300 MPa | 70 MPa | 1,6 / μm^2 |
| | 5A1 | 1000 °C | 250 MPa | 117 MPa | 2,5 / μm^2 |
| | 4L2 | 1049 °C | 160 MPa | 65 MPa | 2,4 / μm^2 |
| | 1C2 | 1119 °C | 120 MPa | 82 MPa | 4,0 / μm^2 |
| Tréhorel | S2 | 970 °C | 230 MPa | 76 MPa | 4,7 / μm^2 |
| | S1 | 1090°C | 150 MPa | 92 MPa | 0,8 / μm^2 |
| | L1 | 950 C | 200 MPa | 41 MPa | 2,0 / μm^2 |

Tableau 19 - Densités de dislocations dans γ' déterminées après un saut de contrainte ou de température par MET

| | Essais | Température | σ_a avant la chute de contrainte | $-\sigma'_{xx}$ avant la chute de contrainte | ρ_m calculée grâce à $\Delta\delta_{\perp}$ |
|---|--------|-------------|---|--|--|
| <i>Jean-Briac Le Graverend et al [63]</i> | A | 1100 °C | 120 MPa | 40 MPa | 1,4 / μm^2 |
| | | 1200 °C | 120 MPa | 91 MPa | 2,8 / μm^2 |
| | B | 1000 °C | 120 MPa | 26 MPa | 0,4 / μm^2 |
| | | 1000 °C | 120 MPa | 46 MPa | 0,6 / μm^2 |
| | | 1150 °C | 120 MPa | 72 MPa | 1,6 / μm^2 |
| | | 1150°C | 120 MPa | 105 MPa | 2,4 / μm^2 |
| | | 1150°C | 120 MPa | 113 MPa | 2,4 / μm^2 |
| | C | 1100°C | 120 MPa | 24 MPa | 0,4 / μm^2 |
| | | 1100°C | 120 MPa | 57 MPa | 1,1 / μm^2 |
| | | 1200°C | 120 MPa | 135 MPa | 2,9 / μm^2 |
| | D | 1150°C | 120 MPa | 120 MPa | 3,8 / μm^2 |
| | | 1150°C | 120 MPa | 145 MPa | 2,8 / μm^2 |
| <i>Laura Dirand [2]</i> | 3F1 | 972°C | 275 MPa | 50 MPa | 0,8 / μm^2 |
| | 4R1 | 955 °C | 299 MPa | 37 MPa | 1,4 / μm^2 |
| | OP1 | 996 °C | 250 MPa | 52 MPa | 1,5 / μm^2 |
| | | 996 °C | 250 MPa | 54 MPa | 1,8 / μm^2 |
| | | 996 °C | 250 MPa | 56 MPa | 1,9 / μm^2 |
| | 5A1 | 1000 °C | 250 MPa | 70 MPa | 1,9 / μm^2 |
| | 4N2 | 930 °C | 255 MPa | 32 MPa | 0,1 / μm^2 |
| <i>Roxane Tréhorel</i> | S2 | 970 °C | 300 MPa | 102 MPa | 2,5 / μm^2 |
| | | 970 °C | 320 MPa | 114 MPa | 3,7 / μm^2 |
| | | 970 °C | 280 MPa | 96 MPa | 2,3 / μm^2 |
| | | 970 °C | 300 MPa | 108 MPa | 2,1 / μm^2 |
| | S1 | 1090°C | 150 MPa | 78 MPa | 1,1 / μm^2 |
| | | 1090°C | 163 MPa | 92 MPa | 3,6 / μm^2 |
| | | 1090°C | 150 MPa | 88 MPa | 3,7 / μm^2 |
| | L1 | 950 C | 202 MPa | 25 MPa | 0,1 / μm^2 |
| | | 950 C | 202 MPa | 30 MPa | 0,2 / μm^2 |
| | | 950 C | 202 MPa | 30 MPa | 0,1 / μm^2 |
| | | 950 C | 222 MPa | 43 MPa | 0,2 / μm^2 |

Tableau 20 - Densités de dislocations dans γ' déterminées après un saut de contrainte ou de température à partir des $\Delta\delta_{\perp}$ (Plusieurs sauts sont possibles durant un essai)

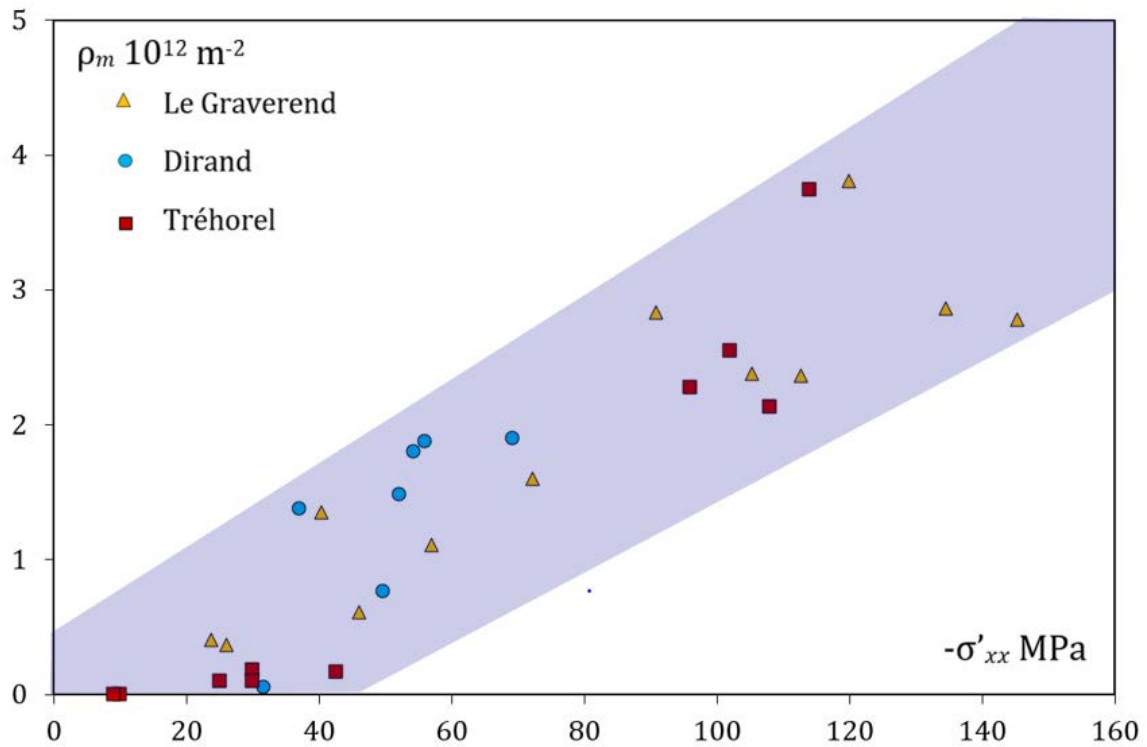


Figure 127 – Densités de dislocations dans γ' calculées à partir de $\Delta\delta_{\perp}$ tracées en fonction de la contrainte interne $-\sigma'_{xx}$ dans γ'

La distribution des densités de dislocations (essentiellement de la population 2) calculées à partir des relaxations de δ_{\perp} T sur des échantillons refroidis sous contrainte semble être dans le même nuage de point, avec une forte dispersion, en fonction de la contrainte interne σ'_{xx} . Ce résultat est particulièrement surprenant, car il regroupe des essais différents (sauts de contrainte ou de température), à des températures différentes et donc des vitesses de dislocations très différentes (la mobilité est supposée thermiquement activée). Cependant, en reprenant l'Équation 96 et en intégrant cette dépendance apparente, on obtient l'Équation 101. Et en la résolvant, une loi d'entrée des dislocations s'exprime selon l'Équation 102.

$$\text{Équation 101} \quad \rho_{m_i} \approx \dot{\rho}_{m_i} \left(\frac{l_r}{v_i} \right) \approx q_i (\sigma_i - \sigma_i^{seuil})$$

$$\text{Équation 102} \quad \dot{\rho}_{m_i} \approx q_i (\sigma_i - \sigma_i^{seuil}) \left(\frac{v_i}{l_r} \right) \approx q'_i v_i (\sigma_i - \sigma_i^{seuil})$$

Une telle dépendance de la vitesse d'entrée des dislocations à leur vitesse de montée n'est pas à priori choquante : des dislocations immobiles (car la température est trop basse) n'entreront pas dans les radeaux. Par ailleurs, une boucle de dislocation entrant dans un radeau va probablement exercer une contrainte en retour (backstress) qui bloquera les autres dislocations aspirants à l'entrée. Cette contrainte en retour diminue quand les segments de dislocations nouvellement formés s'éloigneront, et elle disparaîtra d'autant plus vite que la montée des segments est rapide.

c. Mobilité des dislocations

Très peu de données expérimentales sont disponibles en ce qui concerne la mobilité des dislocations $\langle 100 \rangle$ dans la phase γ' . Il est possible d'évaluer la vitesse de montée en mesurant la densité des dislocations dans une éprouvette refroidie sous contrainte ou, comme ici juste avant une baisse de la contrainte appliquée, connaissant la vitesse de déformation totale d'une éprouvette. Les vitesses obtenues sont de l'ordre de 10^{-8} m.s^{-1} , pour des contraintes appliquées de l'ordre de 150 MPa (1050°C) ou 300 MPa (950°C), ce qui est cohérent avec les données de la littérature [65].

La montée peut être considérée comme thermiquement activée, car ses mécanismes élémentaires (diffusion des lacunes, formation de double décrochement le long d'une ligne de dislocation, puis migration et annihilation des décrochements) le sont. En tirer une loi de vitesse à priori n'est cependant pas possible ici, surtout si l'on veut tenir compte de la structure réelle des paires de dislocations et de l'existence probable d'une ségrégation des éléments d'alliage au voisinage du cœur de celles-ci.

Le Graverend [111] a proposé une dépendance exponentielle (ou peut être en \sinh) de la vitesse des dislocations en fonction de la contrainte telle qu'exprimée par l'Équation 103.

Équation 103

$$v_i = v_0(T) \exp \frac{\sigma_i}{\sigma_0}$$

Cette loi n'est pas incompatible avec nos mesures de vitesse de déformation et celles réalisées par Laura Dirand, qui indiquent, avec une forte dispersion, une dépendance exponentielle de la vitesse de déformation des radeaux en fonction de la contrainte interne σ'_{xx} .

3. Ajustement des paramètres du modèle

La comparaison des résultats de la version simplifiée de la première modélisation ci-dessus avec les résultats expérimentaux conduit à modifier le modèle sur plusieurs points :

- La contrainte seuil d'entrée des dislocations est vraisemblablement inférieure à la moitié de 135 MPa.
- La vitesse d'entrée des dislocations devrait pouvoir s'écrire sous la forme de l'Équation 101, avec un coefficient q'_i cinq à dix fois plus grand pour la population 2 que pour la population 1.
- La loi de vitesse des dislocations sera écrite comme une exponentielle de la contrainte effective multipliée par un facteur dépendant de la température tel que l'Équation 103.

Dans l'ajustement qui suit, on ne cherchera pas à rendre compte de l'évolution du comportement mécanique lors d'un essai de fluage, mais de l'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée, pour une microstructure supposée constante.

a. Paramètres utilisés

Le meilleur ajustement possible du modèle aux données expérimentales n'est pas recherché ici, mais il s'agit de vérifier que le jeu d'équations utilisé donne des résultats qualitativement corrects. Les données sur la diffusion sont tirées de la littérature. La densité (10^{12} m^{-3}) et la taille ($5 \text{ }\mu\text{m}$) des pores sont choisis pour être proche de la littérature [p35]. La contrainte seuil d'entrée des dislocations a été fixée à 60 MPa, et le coefficient pour la population 1 (2) à $5 \cdot 10^8$ ($5 \cdot 10^9$) dislocations $\text{m}^{-3} \cdot \text{Pa}^{-1}$ a été choisi pour retrouver la dépendance observée de la densité de dislocations en fonction de la contrainte interne σ'_{xx} . Dans la loi de vitesse, le paramètre σ_0 (le même pour les deux essais) a été choisi pour retrouver une dépendance correcte de la vitesse en fonction de la contrainte. Le dernier paramètre ajusté a été le facteur $v_0(T)$. L'ensemble des paramètres est donné dans le Tableau 21 ci-dessous.

| | Nouvelle loi | Paramètres | Symbole | Essai S1 | Essai S2 |
|-------------------------|--|---|---------------------------|---------------------|----------------------|
| Lacunes | | Température (°C) | T | 1090 | 970 |
| | | concentration d'équilibre (m^{-3}) | c_0 | $3 \cdot 10^{23}$ | $8 \cdot 10^{22}$ |
| | | Coeff. Diff. ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) | D | $2.1 \cdot 10^{-9}$ | $9.2 \cdot 10^{-10}$ |
| Pores | | Densité (m^{-3}) | ρ_p | 10^{12} | 10^{12} |
| | | Rayon (μm) | r_0 | 5 | 5 |
| | | Temps de relax. (s) | t_0 | 7.6 | 17 |
| Entrée des dislocations | $\dot{\rho}_{m_i} = q'_i v_i (\sigma_i - \sigma_i^{\text{seuil}})$ | Coeff. 1 ($\text{m}^{-3} \cdot \text{Pa}^{-1}$) | q'_1 | $5 \cdot 10^8$ | $5 \cdot 10^8$ |
| | | Coeff. 2 ($\text{m}^{-3} \cdot \text{Pa}^{-1}$) | q'_2 | $5 \cdot 10^9$ | $5 \cdot 10^9$ |
| | | Contrainte seuil | σ_i^{seuil} | 60 MPa | 60 MPa |
| Loi de vitesse | $v_i = v_0(T) \exp \frac{\sigma_i}{\sigma_0}$ | Coefficient ($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$) | $v_0(T)$ | $2 \cdot 10^{-9}$ | 10^{-10} |
| | | Contrainte de référence | σ_0 | 40 MPa | 40 MPa |
| Autres | | Contrainte d'Orowan | σ_{Orowan} | 50 MPa | 76 MPa |
| | | Fraction de phase γ' | f | 0.49 | 0.62 |
| | | Long. radeaux (m) | l_r | $5 \cdot 10^{-6}$ | $5 \cdot 10^{-6}$ |

Tableau 21 – Paramètres d'ajustement de la 2^{ème} modélisation

b. Résultats et comparaison avec l'expérience

Comportement lors d'une mise en charge par paliers

Les Figure 129 (S1) et Figure 130 (S2) montrent l'évolution des contraintes appliquées et des vitesses de déformation plastique de γ' lors d'une mise en charge par paliers (500 secondes, 25 MPa) calculé par cette nouvelle modélisation. Le comportement global est le même que dans le cas du modèle de base : il y a les mêmes domaines 0 (0s – 1500 s), 1 (1500 s – 2000 s) et 2 ($t > 2000$ s).

Au cours du palier à 1500 s, la contrainte effective $\sigma_{\text{①}}$ passe brièvement à 75 MPa, puis décroît et se stabilise à 60 MPa, c'est-à-dire au niveau du seuil (la relaxation est plus lente pour le cas S2). Au cours des paliers suivants, dans le domaine 2, les deux populations de dislocations sont présentes. Chaque augmentation de la contrainte appliquée se traduit par une brève augmentation, une décroissance, puis une nouvelle augmentation de $\sigma_{\text{①}}$, alors que $\sigma_{\text{②}}$ augmente (car $-\sigma'_{xx}$ augmente), passe par un maximum, puis diminue et se stabilise.

Les deux différences entre les cas « S1 » et « S2 » sont la cinétique, et l'évolution globale du niveau de la contrainte chimique : le temps de parcours des radeaux par les dislocations est de l'ordre de 100 secondes pour le premier, et de 1000 secondes pour le deuxième. Les paliers sont trop courts pour que l'équilibre soit atteint dans le cas « S2 », pour lequel la vitesse de déformation reste croissante en fin de palier. Chaque palier est marqué par un pic très court de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_{zz}^{\text{pl}}$ puis une augmentation et une éventuelle stabilisation des deux vitesses de déformation. La même allure de comportement de la vitesse de déformation plastique de γ' est enregistré *in situ* mais cela n'est pas évident à détecter tel que le montrent les Figure 128a (S1) et Figure 128b (S2).

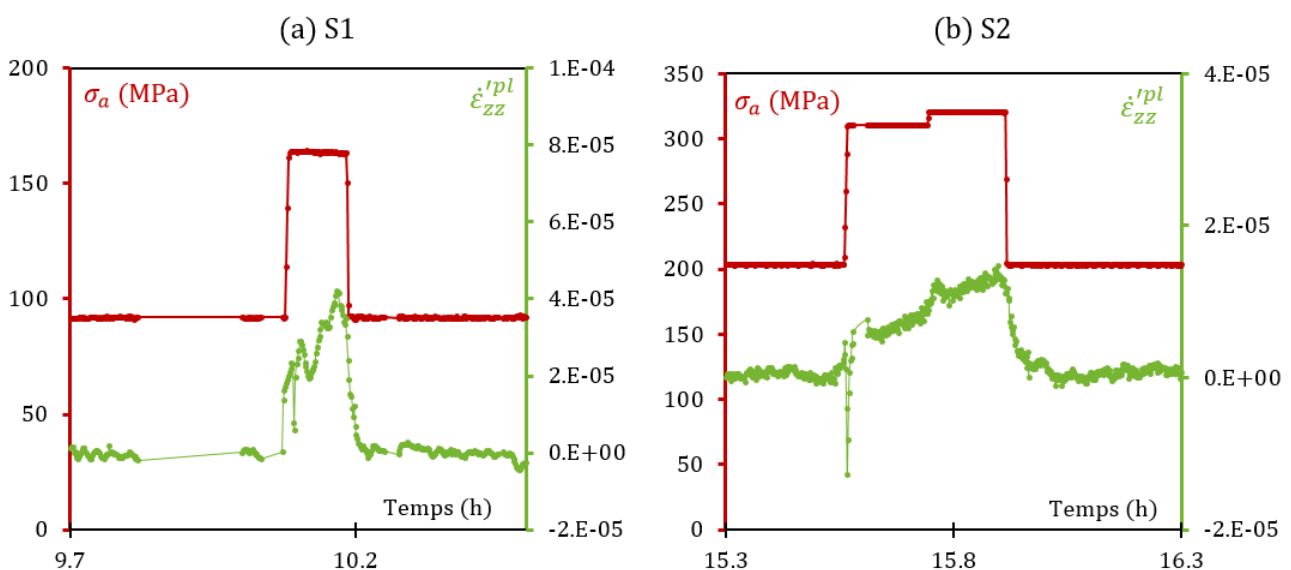
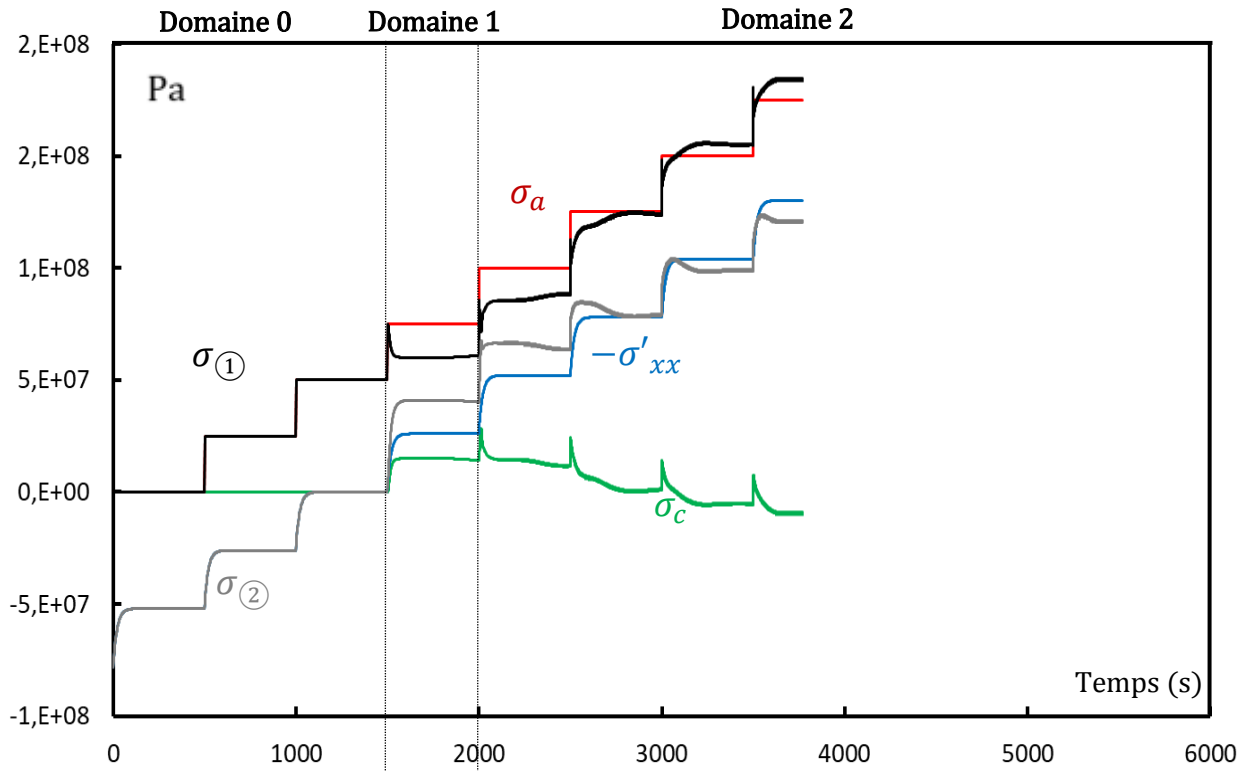


Figure 128- variation de la vitesse de déformation des radeaux lors d'un palier à forte contrainte (a) S1 et (b) S2

S1 à 1090°C

(a)



(b)

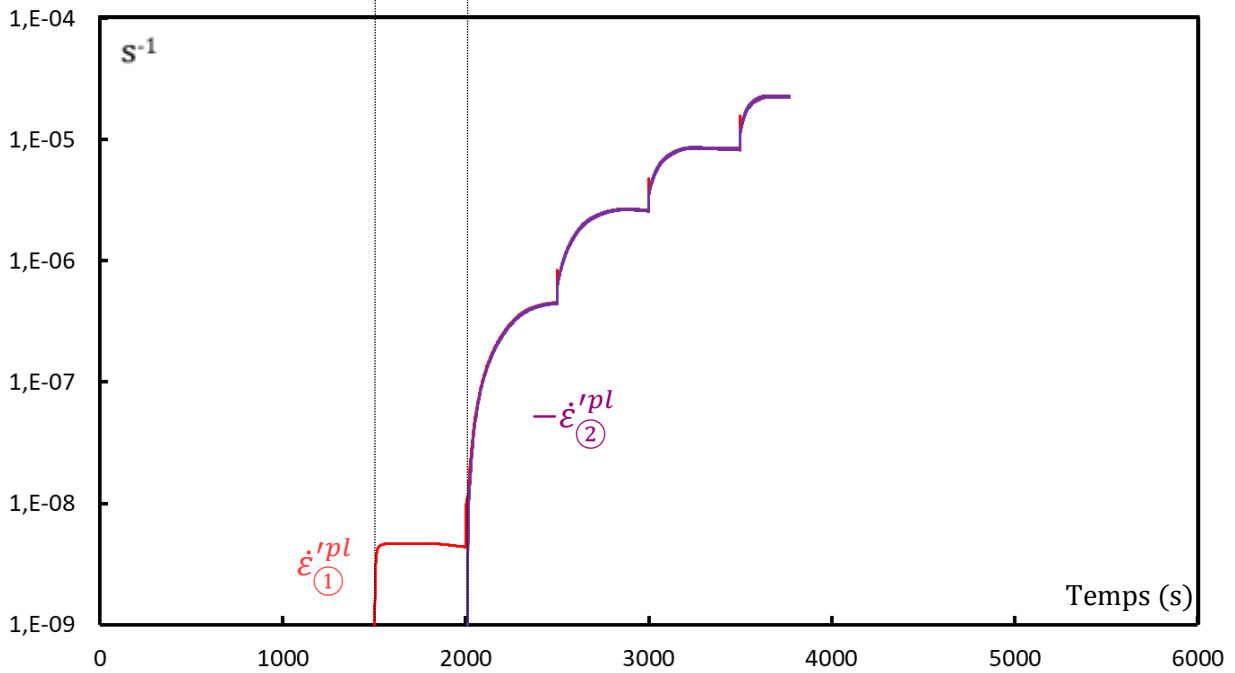
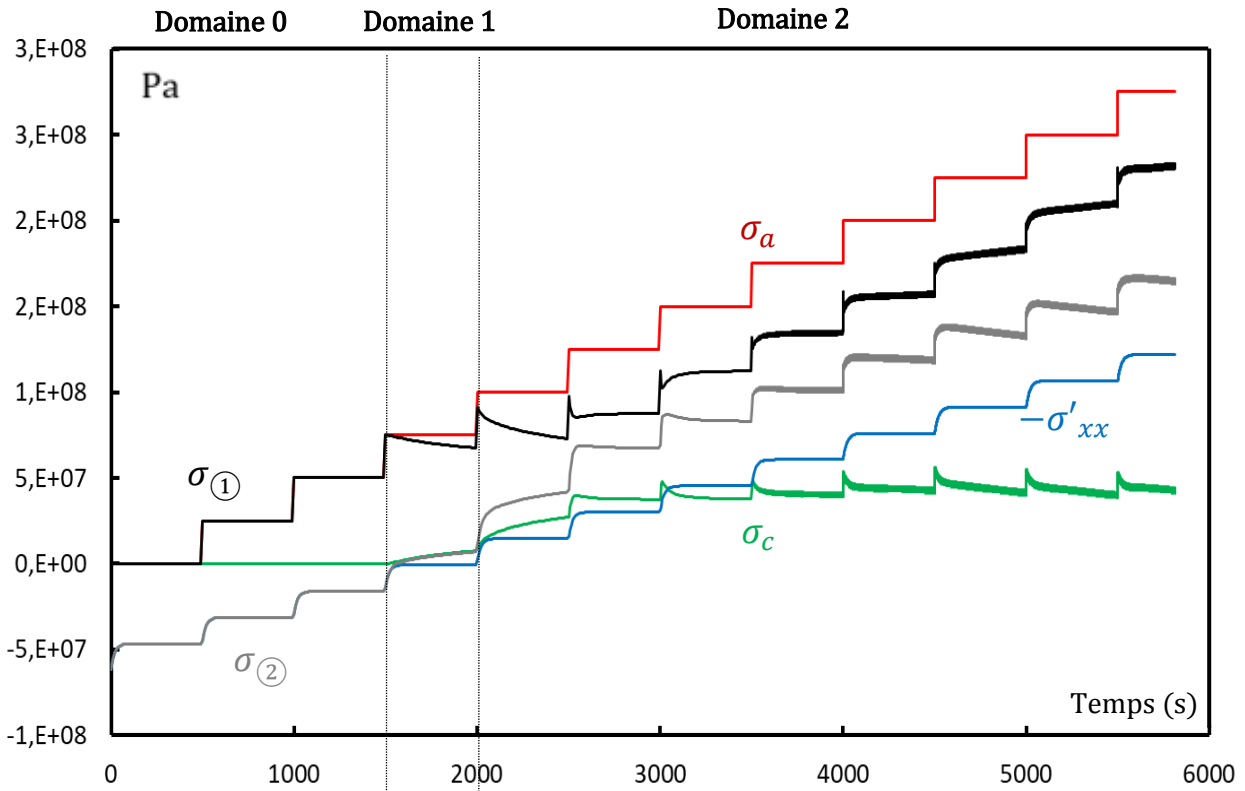


Figure 129 - Évolution des (a) contraintes et (b) des vitesses de déformations calculées par le modèle dans le cas de l'essai S1

S2 à 970 °C

(a)



(b)

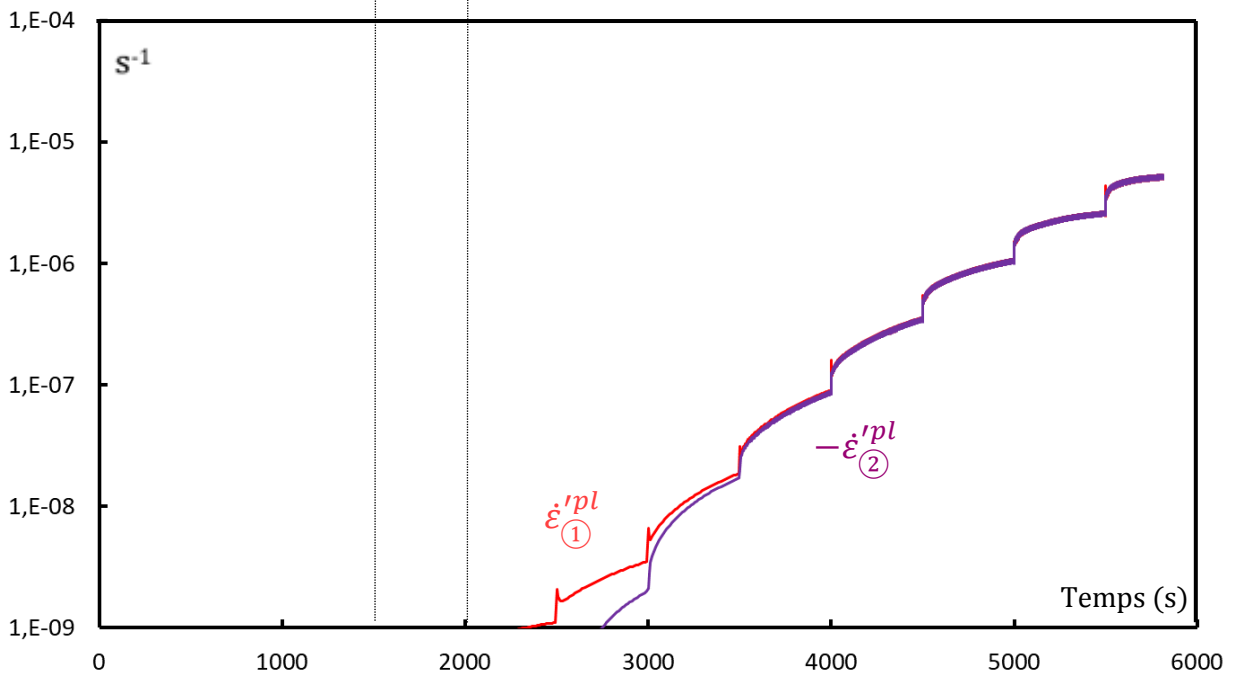


Figure 130 - Évolution des (a) contraintes et (b) des vitesses de déformations calculées par le modèle dans le cas de l'essai S2

c. Vitesses de déformation

La Figure 131 compare les valeurs moyennes de la vitesse de déformation des radeaux mesurées pendant des maintiens successifs à contrainte appliquée constantes (points) aux valeurs instantanées calculées, pour les essais S1 (bleu) et S2 (rouge), en fonction de la contrainte appliquée.

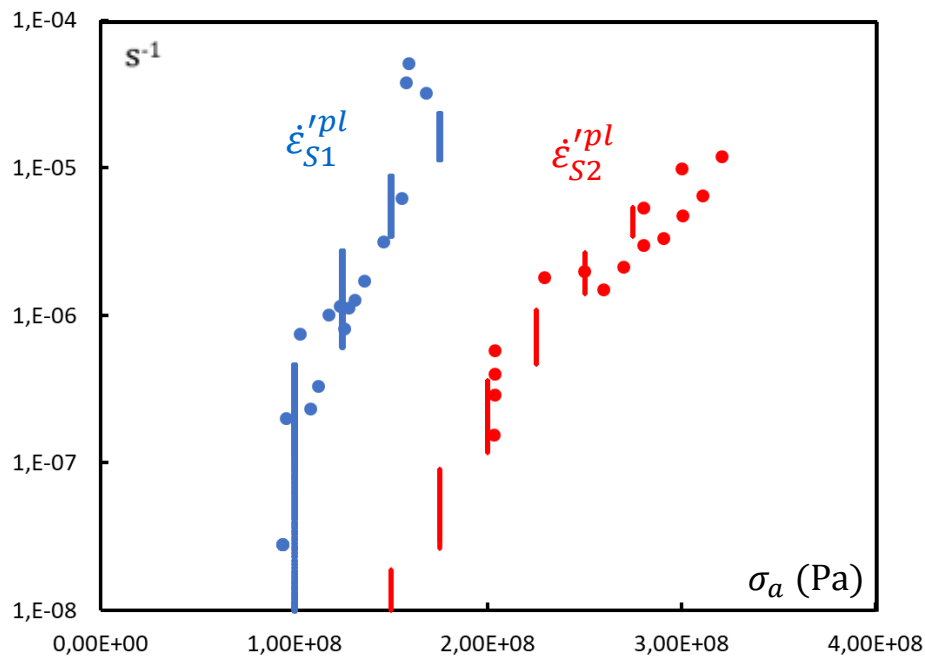


Figure 131 - Vitesses de déformation moyennes mesurées en cours d'essais et résultats de la modélisation

La vitesse de déformation calculée, qui correspond au domaine 2, augmente puis éventuellement sature durant un maintien : le point bas des barres correspond au début, et le point haut au maximum. L'ordre de grandeur de la vitesse de déformation semble correct, et peut d'ailleurs être ajusté en jouant sur les coefficients q'_i de la loi de vitesse. Les vitesses mesurées varient de manière exponentielle en fonction de la contrainte, avec une pente supérieure à haute (S1) qu'à basse température (S2), ce qui est bien reproduit par le calcul. Cette différence de pente s'explique naturellement car dans le domaine 2, la contrainte pertinente n'est pas la contrainte appliquée, mais la différence $\sigma_a - \sigma'_{xx}$ qui, d'après l'Équation 85 (et l'Équation 84) peut se réécrire selon l'Équation 104 :

Équation 104

$$\sigma_a - \sigma'_{xx} = \frac{1}{f} \sigma_a - \frac{1-f}{f} \sigma_{Orowan}$$

La différence de pente entre les deux essais ne résulte donc pas d'une différence quantitative entre les mécanismes de montée ou d'entrée des dislocations, mais simplement d'une distribution différente des contraintes internes due à une fraction volumique différente de phase γ' (comme les température d'essais étaient différentes).

Enfin, si l'on admet que la montée des dislocations est un phénomène thermiquement activé, le rapport entre les coefficients de la loi de vitesse : $2 \cdot 10^{-9}$ (1090°C) et 10^{-10} (970°C) correspond à une énergie d'activation de l'ordre de 3,5 eV (350 KJ/mole).

d. Densités de dislocations

La Figure 132 donne l'évolution des densités de dislocations des deux populations pour les essais S1 et S2 simulés. Dans les deux cas, celle-ci est de l'ordre de quelques 10^{12} pour la population 2, avec un facteur de quatre à cinq entre les deux populations. La principale différence est le décalage en contrainte entre les deux cas « S1 » et « S2 », dû à la plus faible mobilité des dislocations pour le dernier. Enfin la Figure 132b montre l'évolution de la densité des dislocations de la population 2 (majoritaire) en fonction de la contrainte interne $-\sigma'_{xx}$. La densité est presque nulle pour des contraintes inférieures ou égales à 30 MPa, puis croît en fonction de $-\sigma'_{xx}$ (en prenant les densités calculées en fin de palier et marquées par des cercles). Les points sont différents, mais du même ordre de grandeur que le nuage de points trouvé expérimentalement [Figure 127].

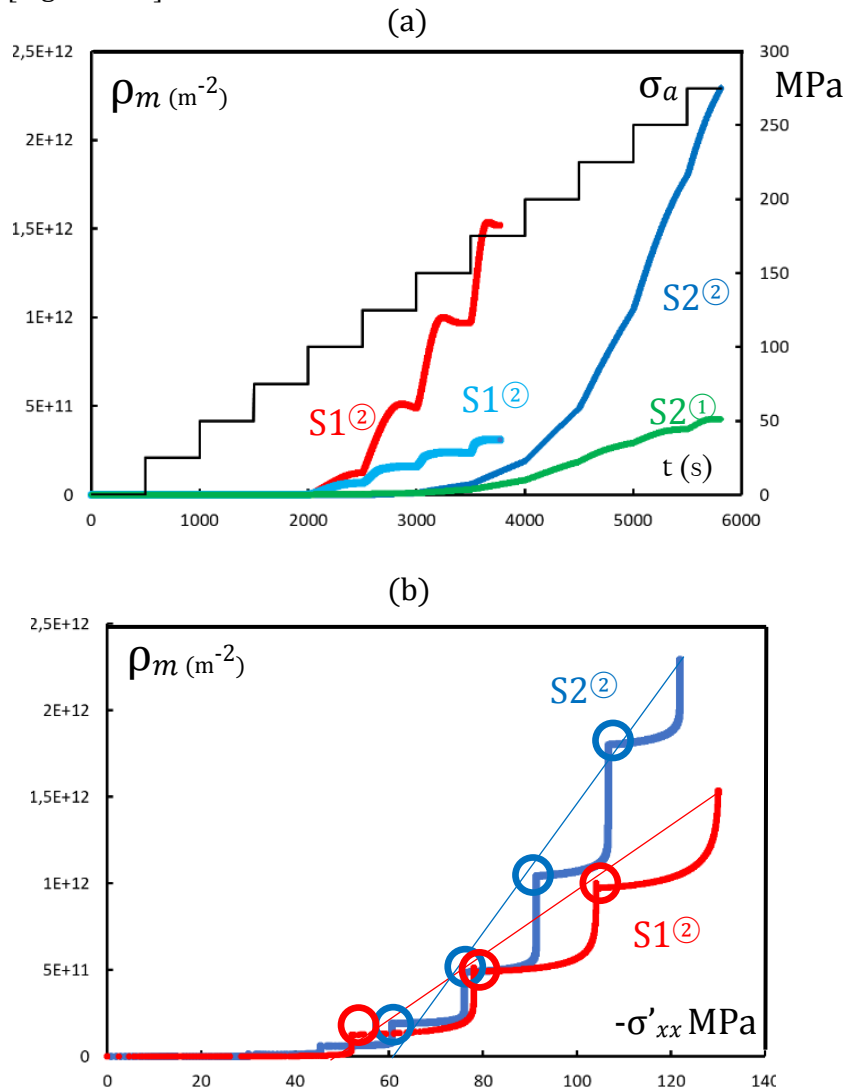


Figure 132 – (a) Évolution calculée de la densité de dislocations au cours d'essais simulés.
 (b) Densités de dislocations de la population 2 en fonction de $-\sigma'_{xx}$.

4. Discussion sur la modélisation du comportement de la phase γ'

Comme expliqué ci-dessus, la mise en équation de l'interaction entre dislocations et lacunes permet de reproduire de manière semi-quantitative le comportement de la phase γ' au cours de nos essais, avec comme hypothèse le contrôle de la déformation plastique par l'entrée des dislocations. L'existence d'un même seuil de contrainte pour l'entrée des dislocations des deux populations se traduit directement par l'existence d'un domaine de contrainte (ici : domaine 1) pour lequel seules les dislocations de la population 1 sont activées. Dans ce domaine, toutes les lacunes créées par la montée de ces dislocations diffusent vers les pores, et la vitesse de déformation plastique dépend essentiellement du temps de relaxation des lacunes. Le fait que la distance de diffusion à prendre en compte soit la demie distance entre pores et non la distance moyenne entre dislocations explique le paradoxe apparent relevé par Touratier *et al.* [65] : le flux de lacunes entre les dislocations des populations 1 et 2 est trop élevé pour contrôler la vitesse de déformation. Par ailleurs, des ajustements du modèle (dépendance exponentielle de la vitesse de montée envers la contrainte effective, et vitesse d'entrée des dislocations proportionnelle à la vitesse de montée) permettent de reproduire des observations contre intuitives, comme la même dépendance de la densité des dislocations en fonction de la contrainte interne peu importe les essais.

Reste à tester de manière approfondie les précisions du modèle, et à trouver une explication physique à certains des paramètres que nous avons introduits : vitesse d'entrée (q_i) et contrainte seuil. Enfin, le modèle proposé donne le comportement mécanique à microstructure constante, ce qui n'est pas le cas dans la réalité.

III. CONCLUSION SUR LE COMPORTEMENT DES DEUX PHASES

À partir des résultats *in situ*, des lois de comportement plastique pour chacune des deux phases ont été proposées.

La phase γ est déformée plastiquement lorsque la contrainte de Von Mises est supérieure à la contrainte d'Orowan (qui dépend principalement de la largeur des couloirs). La multiplication des dislocations est alors proportionnelle à la déformation plastique et la vitesse de propagation des dislocations dépend essentiellement de la contrainte effective. Au cours d'un saut de contrainte, la contrainte interne dans γ augmente progressivement provoquant une diminution de la contrainte de Von Mises pouvant aller jusqu'à atteindre la valeur de la contrainte d'Orowan. La loi de comportement proposée est basée sur la loi d'Orowan qui est exprimée par l'Équation 105. La validité de cette loi est renforcée par les résultats probant de l'ajustement mathématique qui coïncide bien avec nos résultats expérimentaux.

Équation 105

$$\varepsilon_{zz}^{pl} = \rho_m b v \approx (\varepsilon_{zz}^{pl} - \varepsilon_0^{pl}) \cdot A(\sigma_{VM})$$

Une chute de la contrainte de Von Mises à des valeurs proches de zéro due à une baisse de la contrainte appliquée provoque une baisse de la densité de dislocations mobiles, probablement par annihilation mutuelle des segments de dislocations.

La déformation plastique de la phase γ' résulte de la montée de dislocations coins qui nécessite l'émission (population '1' de dislocation : $a'[001]$) ou l'absorption de lacunes (population '2' de dislocation : $a'[100]$ et $a'[010]$). L'entrée de ces dislocations est vraisemblablement le mécanisme limitant de la plasticité de la phase γ' . Elle est étroitement liée à la contrainte osmotique permettant la création de lacunes. Lorsque la concentration en lacunes s'écarte de sa valeur d'équilibre (par une variation de température ou la montée de dislocations coins) le matériau cherche à retrouver celui-ci: les lacunes diffusent vers les pores (et les surfaces) et un système d'échanges lacunaires peut avoir lieu entre les deux populations de dislocations.

L'entrée des dislocations de l'une ou l'autre population dans les radeaux γ' nécessite une contrainte effective (contrainte externe plus contrainte osmotique) supérieure à une même contrainte seuil qui dépend peu de la température. Comme dans nos conditions d'expérience la contrainte appliquée est toujours supérieure à la contrainte interne, l'entrée des dislocations de la population '2' nécessite une contrainte appliquée supérieure à celle de la population '1'.

Ainsi pour des contraintes appliquées faibles mais supérieures à la contrainte seuil (domaine 1), la vitesse de déformation est contrôlée par la diffusion des lacunes en sursaturation vers les pores (et la surface).

Lorsque la contrainte $\sigma_a - \sigma'_{xx}$ est supérieure à deux fois la contrainte seuil (domaine 2), les dislocations de type '2' peuvent entrer dans les radeaux γ' et absorber les lacunes créées par la population '1'. La diffusion des lacunes vers les pores, toujours présente, n'a plus qu'une importance marginale

Une seconde version du modèle suppose une vitesse d'entrée des dislocations dans les radeaux proportionnelle à leur vitesse de montée. La vitesse des dislocations dépendrait de manière exponentielle (ou en sinus hyperbolique) de la contrainte effective. La dépendance en température est compatible avec une énergie d'activation de l'ordre de 3,5 eV. Les résultats ainsi obtenus ont permis de reproduire la proportionnalité observée entre la contrainte interne γ' et la densité de dislocation donnée par nos résultats expérimentaux et l'ordre de grandeur des valeurs trouvées dans la littérature.

CONCLUSION GÉNÉRALE

L'objectif général de cette thèse était d'étudier les mécanismes de fluage à haute température des superalliages monocristallins à l'échelle des phases, en mesurant la réponse du matériau à des sauts de contrainte. Pour ce faire, une nouvelle technique de diffraction en champ lointain et en temps réel a été développée ainsi qu'une méthode automatique de traitement des données recueillies lors d'essais *in situ*. L'analyse des résultats, à l'aide d'un modèle mécanique simplifié, a permis de proposer des lois de comportement qui modélisent convenablement le comportement plastique mesuré de chaque phase.

1. Expériences *in situ* en rayonnement synchrotron

Un nouveau dispositif expérimental par diffraction en transmission et en champ lointain a été mis en œuvre sur la ligne de lumière ID11 (Materials Science) de l'ESRF. Deux types d'acquisition sont possibles par cette méthode :

- Des images 2D qui correspondent à des diffractogrammes en 2θ (angle de Bragg) / φ (angle azimutal) intégrés durant toute une rotation ω . La résolution du montage (quelques 10^{-5} sur la valeur des paramètres réticulaires) est équivalente à celle de la diffractométrie à trois cristaux (ESRF ID15, HaSyLab P07). En revanche, le temps d'acquisition passe de 300 secondes environ à 7 secondes. Ceci permet de mesurer l'évolution des pics de diffraction (200), et en particulier la distance entre les pics γ et γ' , en temps réel.
- Des images 3D, formées d'une série d'images 2D intégrées à différents ω . Après une reconstruction il est possible d'obtenir des images en ω / φ et ainsi visualiser les désorientations au sein de notre alliage. Cette mosaïcité a été confirmée par des observations EBSD montrant la présence de sous-grains.

Les images 2D 2000*2000 pixels enregistrées (environ 40000 en cinq jours d'expériences) sont traitées ensuite par une méthode automatique en utilisant le logiciel MATLAB. Elles ont été intégrées dans la direction φ pour donner une courbe d'intensité moyenne en fonction de 2θ équivalente à celle mesurée par diffractométrie à trois cristaux. Une déconvolution en 3 pics a été réalisée en utilisant des fonctions mathématiques développées lors de travaux antérieurs. Les aires sous les pics permettent de déterminer la fraction volumique de γ' et la distance entre les pics donne la valeur de δ_{\perp} , le désaccord paramétrique effectif dans la direction [100]. L'analyse complète des pics (évolution de leur forme suivant les directions ω et φ au cours de la mise en radeaux puis des essais consécutifs) nécessite un important travail de modélisation qui sort du champ de cette étude. Les variations de δ_{\perp} et les mesures de contrainte et de

déformation sont intégrées au modèle mécanique composite afin d'en déduire l'évolution des contraintes internes et de la déformation plastique de chaque phase au cours des essais.

Trois essais *in situ* ont été réalisés :

- S2 : échantillon « Small » à 970°C durant 20 heures (dont 11 heures de mise en radeaux)
- S1 : échantillon « Small » à 1090°C durant 6 heures (2 heures de mise en radeaux)
- L1 : échantillon « Large » à 950°C durant 16 heures (5 heures de mise en radeaux)

Ces essais ont été complétés par une caractérisation *post mortem* des échantillons refroidis sous contrainte par MET (morphologie des phases, densités de dislocations), MEB (morphologie des phases, désorientations), et EPMA (distribution des éléments d'alliage).

2. Comportements plastiques des couloirs γ

Le comportement plastique de la phase γ de l'échantillon S2 a été analysé en détail à partir des données fournies par les images 2D. La contrainte de Von Mises et la déformation plastique ont été calculées en tout point de l'essai.

Nos mesures confirment les résultats de Dirand [2] :

- Entrée des dislocations dans les couloirs γ lorsque la contrainte de Von Mises dépasse la contrainte d'Orowan
- Dépôt aux interfaces γ/γ' de segments de dislocations bloqués dont le champ de contrainte augmente la contrainte interne σ_{xx} et fait ainsi diminuer la contrainte de Von Mises.

Nos résultats avec une résolution en temps bien meilleure, permet de dire que l'évolution de la vitesse de déformation s'explique par la multiplication des segments de dislocations mobiles, avec un mécanisme analogue à celui d'une source « scolopendre ». La vitesse moyenne de glissement des dislocations suit apparemment une loi linéaire à deux pentes : une pente faible autour de la contrainte d'Orowan, et une pente plus forte pour des contraintes de Von Mises plus élevées. La déformation plastique simulée à partir de la loi de comportement proposée [Équation 106], coïncide bien avec nos résultats expérimentaux.

Équation 106

$$\dot{\varepsilon}_{zz}^{pl} = \rho_m b v \approx (\varepsilon_{zz}^{pl} - \varepsilon_0^{pl}) \cdot A(\sigma_{VM})$$

La même modélisation a été effectuée pour l'échantillon S1. Les disparités observées pour les échantillons L1 et S1 sont vraisemblablement dues à l'hétérogénéité de microstructure au sein du matériau.

3. Comportements plastiques des radeaux γ'

Cette thèse propose une analyse poussée du comportement de la phase γ' . Celui-ci a été modélisé en prenant en compte l'interaction entre dislocations des différents systèmes de montée, lacunes, et pores. L'hypothèse d'une contrainte seuil de l'ordre de 60 MPa pour l'entrée de paires de dislocations dans les

radeaux, couplée à une dépendance exponentielle de la vitesse de montée en fonction de la contrainte effective, explique l'ensemble de nos résultats (vitesses de déformation, densités de dislocations mesurées).

Par ailleurs l'existence d'un domaine de contrainte (domaine 1) pour lequel seules les dislocations de vecteur de Burgers $a'[001]$ peuvent pénétrer dans les radeaux donne une explication naturelle à la corrélation observée par Epishin et Link [62] entre la déformation plastique et la croissance des pores en fluage sous contrainte modérée et aux temps courts. Le domaine 2 explique quant à lui le fluage à volume quasi constant aux contraintes élevées ou aux temps longs.

Ces hypothèses doivent être comparées à l'ensemble des résultats de la littérature, mais aussi à de nouvelles mesures de la vitesse de déformation corrélées à une caractérisation fine de la population de pores dans un échantillon.

4. Perspectives

Chacun des aspects de ce travail, caractérisation par diffraction en rayonnement synchrotron et modélisation du comportement mécanique permet de proposer des développements futurs :

- La précision des mesures par diffraction et leur résolution en temps sont excellentes. L'évaluation de la contrainte et de la vitesse de déformation est maintenant limitée par la qualité des résultats des essais mécaniques : la régulation de la température et le bruit du capteur de déformation devront être améliorés.
- Au cours du présent travail, il n'a pas été possible d'exploiter pleinement les données apportées par les images 2D et 3D obtenues. Ceci devrait pouvoir être réalisé [103] en simulant les pics de diffraction et en corrélant les différents paramètres de ceux-ci : formes des pics en 2θ , φ , et ω et paramètres microstructuraux avec la densité de dislocations aux interfaces et dans chaque phase etc...
- La corrélation proposée ici entre le comportement mécanique et la population de pores doit être vérifiée. L'outil idéal de caractérisation de ces derniers est la tomographie X, mais la résolution (de l'ordre du micromètre) des appareils de laboratoire est insuffisante. En revanche, les techniques développées ces dernières années à l'ESRF (contraste de phase) permettent de gagner un facteur dix environ.
- La modélisation du comportement de la phase γ' proposée dans ce travail est statique. Une modélisation complète du comportement en fluage des superalliages nécessite une prise en compte de l'évolution d'ensemble de la microstructure : mûrissement des précipités, inversion de connectivité etc...
- Enfin, si l'hypothèse d'une contrainte seuil pour l'entrée des dislocations dans les radeaux devait être confirmée, il resterait à lui trouver une explication physique.

RÉFÉRENCES

1. Rolls-Royce plc, "The Jet Engine", 4th ed, Derby, UK: The Technical Publications Department, Rolls-Royce plc, (1992)
2. L. Dirand, « Fluage à haute température d'un superalliage monocristallin : expérimentation in situ en rayonnement synchrotron », Thèse de l'Institut National Polytechnique de Lorraine (2011)
3. R. C. Reed, "The Superalloys - Fundamentals and Applications." Cambridge, UK: Cambridge University Press (2006).
4. M.J. Donachie et S.J. Donachie, "Superalloys: a technical guide", 2nd ed., ASM International (2002)
5. R.C. Reed, Z. Zhu, A. Sato et D.J. Crudden *Materials Science & Engineering A* 667(2016)261–278
6. M. Thomas « Les alliages intermétalliques à base de TiAl », *Technique de l'ingénieur* (2011) Ref. M4782 V1
7. L. Rougier « Simulation de la Formation des Microstructures dans les Superalliages à Base de Nickel de Type AM1 durant la Solidification et les Traitements Thermiques », Thèse de l'école polytechnique fédérale de Lausanne (2013)
8. P. Caron et T. Khan, *Aerosp. Sci. Technol.* 3 (1999) 513–523
9. J-B. Le Graverend « Étude et modélisation des effets d'incursion à très haute température sur le comportement mécanique d'un superalliage monocristallin pour aubes de turbine » Thèse de l'École Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique (2006)
10. C. Mons « Traitement thermique des superalliages », *Technique de l'ingénieur* (1996) Ref. M1165
11. F. Nozahic « Élaboration par Spark Plasma Sintering et caractérisation de composites et multicouches zircone yttré/MoSi₂(B) pour application barrière thermique auto-cicatrisante », Thèse de l'université de Toulouse (2016)
12. A. Fredholm, T. Khan, J.M.C.F. Theret, J.H. Davidson, *Alliage monocristallin à matrice à base de nickel*, Brevet EP0149942 A2 (1985)
13. A-F. Gourgues-Lorenzon et J-M. Haudin « Matériaux pour l'ingénieur » Presses des Mines, Collection : Les cours de l'école des Mines (2010)
14. Safran Group, site internet disponible sur <https://www.safran-aircraft-engines.com>
15. N. Marchal « Propagation de fissure en fatigue-fluage à haute température de superalliages monocristallins à base de nickel », Thèse de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris (2006)
16. ONERA, site internet disponible sur <http://www.onera.fr>
17. A. Gaubert « Modélisation des effets de l'évolution microstructurale sur le comportement mécanique du superalliage monocristallin AM1 », Thèse de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris (2009)
18. A. Buchon, « Composition des phases, microstructure et distribution spatiale à très fine échelle des solutés dans quelques superalliages à base de nickel », Thèse de l'Université de Rouen (1991)
19. V. Brien et B. Décamps, *Materials Science and Engineering A316* (2001) 18 – 31
20. A. Vattre, « Durcissement des superalliages monocristallins: des mécanismes physiques à la modélisation continue », Thèse de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris (2009)
21. B. Reppich, *Acta Metallurgica* Vol. 30 (1982) 87-104
22. D.M. Collins et H.J. Stone, *International Journal of Plasticity* 54 (2014) 96-112
23. E.I. Galindo-Nava, L.D. Connor et C.M.F. Rae, *Acta Materialia* 98 (2015) 377–390
24. S. Terzi « Comportement à haute température du superalliage Udimet 720 élaboré par métallurgie des poudres et optimisé pour la tenue en fluage », Thèse de l'Institut Nationale Polytechnique de Toulouse (2006)
25. R.R. Ambriz et D. Jaramillo, Chapitre 2 de « Light Metal Alloys Applications », Waldemar A. Monteiro *InTech* (2014)

26. A. Fredholm « Monocristaux d'alliages base nickel, relation entre composition microstructure et comportement en fluage à haute température », Thèse de l'École des Mines de Paris (1987)
27. H. Mughrabi, *Acta Materialia* 81 (2014) 21-29
28. P. Caron, in: T.M. Pollock, et al., *Superalloys (2000)*, TMS, Warrendale (PA), 737-746.
29. H. Harada et H. Murakami, *Design of Ni-base superalloys*, in T. Saito, ed., *Computational Materials Design (1999)* 39-70.
30. T. Murakumo, T. Kobayashi, Y. Koizumi, et H. Harada, *Acta Materialia* 52 (2004) 3737-3744
31. J-C. Doriath et S. Prigent « Fonderie de précision à modèle perdu - Application aux superalliages », *Technique de l'ingénieur (2007)* Ref. M3580 V1
32. M. Geuffard « Amorçage et micro-propagation de fissure en fatigue à haute température à partir de défauts dans un superalliage monocristallin », Thèse de l'École nationale supérieure des mines de Paris (2010)
33. F. Wang, D. Ma, S. Bogner, A. Bührig-Polaczek, *Journal of Alloys and Compounds* 647 (2015) 528-532
34. F. Wang, D. Ma, A. Bührig-Polaczek, *Materials Characterization* 127 (2017) 311-316
35. M.S.A. Karunaratne, C.M.F. Rae, et R.C. Reed, *Metallurgical and Materials transactions A Vol 32A*, (2001) 2409-2421
36. A. Hazotte et J. Lacaze, *Scripta Metallurgica*, Vol. 23 (1989), 1877-1882
37. M. Arnoux « Étude du comportement en fluage à haute température du superalliage monocristallin à base de nickel MCNG : Effet d'une surchauffe », Thèse de l'École Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique (2010)
38. T. Grosdidier, A. Hazotte, et A. Simon, *Materials Science and Engineering A256 (1998)* 183 - 196
39. A.B. Parsa, P. Wollgramm, H. Buck, Ch. Somsen, A. Kostka, I. Povstugar, P. Choi, D. Raabe, A. Dlouhy, J. Müller, E. Spiecker, K. Demtröder, J. Schreuer, K. Neuking, et G. Eggeler, *Advanced Engineering Materials* 17, No. 2, (2015) 216-230
40. U. Bruckner, A. Epishin et T. Link, *Acta mater.* Vol. 45, No.12, (1997) 5223-5231
41. P. Nörtershäuser, J. Frenzel, A. Ludwig, K. Neuking et G. Eggeler, *Materials Science & Engineering A626 (2015)* 305-312
42. F. Ram, Z. Li, S. Zaeferrer, S. Masood Hafez Haghghat, Z. Zhu, D. Raabe and R.C. Reed, *Acta Materialia* 109 (2016) 151-161
43. M. Leroy « Étude de la nocivité d'un défaut de fonderie sur la durée de vie en fatigue à haute température d'une aube monocristalline, cas du joint de grains », Thèse de l'École nationale supérieure des mines de Paris (2013)
44. C.L. Brundidge, D. Vandrasek, B. Wang, T.M. Pollock, *Metall. Mater. Trans. A* 43 (2012) 965-976.
45. M. Konter, E. Kats, N. Hofmann, in: T.M. Pollock, et al., *Superalloys (2000)*, TMS, Warrendale (PA), 189-200
46. F. Diologent, « Comportement en fluage et en traction de superalliages monocristallins à base de nickel », Thèse de doctorat de l'Université de Paris Sud (2002)
47. F. Touratier « Étude des mécanismes de déformation et d'endommagement du superalliage à base de nickel MC2 en fluage aux très hautes températures » Thèse de l'Institut National Polytechnique de Toulouse (2008)
48. Z. Zhu, H. Basoalto, N. Warnken et R.C. Reed, *Acta Materialia* 60 (2012) 4888-4900
49. H-A. Kuhn, H. Biermann, T. Ungar et H. Mughrabi, *Acta Metall. Mater*, Vol. 39, No.11 (1991) 2783-2794
50. H. Mughrabi, *Materials Science and Technology* Vol. 25, No. 2 (2009) 191-203
51. A. Royer, P. Bastie et M. Veron *Acta mater.* Vol. 46, No. 15 (1998) 5357-5368
52. Y. Ru, S. Li, J. Zhou, Y. Pei, H. Wang, S. Gong et H. Xu, *Nature Scientific Reports (2016)* DOI: 10.1038/srep29941
53. J-L. Martin « Dislocations et plasticité des cristaux », Presses polytechnique et universitaires romandes (2000)
54. B. Jaoul « Étude de la plasticité et application aux métaux », Presses des Mines (2008)
55. F. Diologent et P. Caron, *Materials Science and Engineering A* 385 (2004) 245-257

56. M. Probst-Hein, A. Dlouhy, G. Eggeler, *Acta mater.* Vol. 47, No. 8, (1999) 2497-2510
57. R. D. Field, T. M. Pollock et W. H. Murphy, in S. D. Antolovich et al, *Superalloys (1992) Warrendale (PA)* 557-566.
58. J. Müller, G. Eggeler et E. Spiecker, *Acta Materialia* 87 (2015) 34-44
59. X.G. Wang, J.L. Liu, T. Jin, X.F. Sun, Y.Z. Zhou, Z.Q. Hu, J.H. Do, B.G. Choi, I.S. Kim et C.Y. Jo, *Materials Science & Engineering A* 626 (2015)406-414
60. L. Agudo Jacome, P. Nortershauser, C. Somsen, A. Dlouhy et G. Eggeler, *Acta Materialia* 69 (2014) 246-264
61. P.M. Sarosi, R. Srinivasan, G.F. Eggeler, M.V. Nathal et M.J. Mills, *Acta Materialia* 55 (2007) 2509-2518
62. A. Epishin et T. Link, *Philosophical Magazine*, 84:19 (2004), 1979-2000
63. J.B. Le Graverend, A. Jacques, J. Cormier, O. Ferry, T. Schenk and J. Mendez, *Acta Materialia* 84 (2015) 65-79
64. R. Srinivasan, G.F. Eggeler, et M.J. Mills, *Acta mater.* 48 (2000) 4867-4878
65. F. Touratier, B. Viguier, C. Siret, S. Lesterlin et E. Andrieu, *Advanced Materials Research Vol 278 (2011) pp 7-12*
66. M. Veron, Y. Brechet, F. Louchet, *8th International Symposium on Superalloys (1996)* 181-190
67. H. Mughrabi, *Acta metall.* Vol. 31, No. 9, (1983) 1367-1379
68. T.R. Gabb, S. L. Draper, D. R. Hull, R. A. Mackay et M.V. Nathal, *Materials Science and Engineering, All8 (1989)* 59-69
69. M. Hantcherli, F. Pettinari-Sturmel, B. Viguier, J. Douin et A. Coujou, *Scripta Materialia*, vol. 66 (2011) 143-146
70. T. M. Pollock et A. S. Argon *Acta Metal. Mater.* Vol. 42, No. 6 (1994) 1859-1874
71. L. Dirand, A. Jacques, J.P. Chateau-Cornu, T. Schenk, O. Ferry et P. Bastie, *Philosophical Magazine (2012)*, 1-29
72. L. Dirand, J. Cormier, A. Jacques, J.P. Chateau-Cornu, T. Schenk, O. Ferry et P. Bastie, *Materials Characterization*, Vol. 77 (2013), 32-46
73. A. Jacques, F. Diologent, et P. Bastie, *Materials Science and Engineering A* 387-389 (2004) 944-949
74. L. Mujica Roncery, I. Lopez-Galilea, B. Rutttert, D. Burger, P. Wollgramm, G. Eggeler et W. Theisen, *Advanced Engineering Materials V18, N.8 (2016)* 1381-1387
75. C. Kerisit, S. Jacomet, N.Bozzolo, M. Houillon, W. Geslin, et al., *Mesures des hétérogénéités de déformation du tantale déformé à froid et conséquences sur la re-cristallisation. Fédération Française des Matériaux. Matériaux 2010, Nantes, France. 9 p*
76. M. Huang, L. Zhuo, J. Xiong, J. Li et J. Zhu, *Philosophical Magazine Letters*, Vol. 95, No. 10, (2015) 496-503
77. F. Mompiau, D. Caillard, *Acta Materialia* 56 (2008) 2262-2271
78. K.D. Liss, A. Bartels, A. Schreyer et H. Clemens, *Textures and Microstructures Vol. 35, No. ¾ (2003)*, 19-252
79. B. Jouffrey et R. A. Portier « *Diffraction dans les métaux et alliages : conditions de diffraction* », *Technique de l'ingénieur (2007)*, REF M4126 V1
80. K.D. Liss, A. Royer, T. Tschentscher, P. Suortti et A.P. Williams, *J. Synchrotron Rad.* (1998), 5, 82-89
81. C. Seitz, M. Weisser, M. Gomm, R. Hock et A. Magerl, *J. Appl. Cryst.* (2004). 37, 901-910
82. R. Kampmann, T. Lippmann, J. Burmester, J.F. dos Santos, H. Franz, M. Haese-Seiller, M. Marmotti, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A* 467-468 (2001) 1261-1264
83. J. Böhm, A. Wanner, R. Kampmann, H. Franz, K.-D. Liss, A. Schreyer et H. Clemens, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 200 (2003) 315-322
84. J.P. Feiereisen, O. Ferry, A. Jacques et A. George, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 200 (2003) 339-345
85. J. Ruste, « *Microscopie électronique à balayage – Principe et équipement* », *Technique de l'ingénieur (2013)*, REF P 865v3

86. J. Ruste, « Microscopie électronique à balayage – Images, applications et développements » *Technique de l'ingénieur* (2013), REF P 866v2
87. T. Baudin « Analyse EBSD – Principe et cartographies d'orientations », *Technique de l'ingénieur* (2010), REF M4138 V1
88. J. Ruste « Microanalyse X par sonde électronique – Principe et instrumentation », *Technique de l'ingénieur* (2009), REF P885 V3
89. C. Esnouf « Caractérisation microstructurale des matériaux : Analyse par les rayonnements X et électronique » Lausanne : Presses polytechniques et universitaires romandes (2011), Collection METIS Lyon Tech
90. M. Karlik et B. Jouffrey « Étude des métaux par microscopie électronique en transmission (MET) – Formation des images » *Technique de l'ingénieur* (2008), REF M4135
91. M. Karlik et B. Jouffrey « Étude des métaux par microscopie électronique en transmission (MET) – Microscope, échantillons et diffraction », *Technique de l'ingénieur* (2008), REF M4134
92. B. Décamps et J. Douin « Microscopie conventionnelle des défauts » Chapitre III du cours de l'École thématique *Microscopie des défauts cristallins* (2001), St-Pierre d'Oléron
93. P. Meury, R. Mollins et A. Gosset « Définition d'un nouvel alliage métallique pour la réalisation d'étalons de masse secondaires » 12^{ème} congrès international de métrologie (2005), Lyon
94. J. Ayache, L. Beaunier, J. Pottu-Boumendil, G. Ehret et D. Laub « Guide de préparation des échantillons pour la microscopie électronique en transmission » Tome I & 2, Publications de l'Université de Saint-Etienne (2007)
95. K. Kakehi, *Metallurgical and Materials Transactions* (1999) Vol 30
96. J. Guyon, H. Mansour, N. Gey, M.A. Crimp, S. Chalal, N. Maloufi, *Ultramicroscopy* 149 (2015) 34 –44
97. H. Mansour, J. Guyon, M.A. Crimp, N. Gey, B. Beausir and N. Maloufi, *Scripta Materialia* 84–85 (2014) 11–14
98. M. Biskri, Rapport de stage Mastère 2 réalisé à l'Institut Jean Lamour, 2013
99. R. Bouchard, S. Kouptsidis, H.B. Neumann, T. Schmidt, et J. R Schneider, *J. Appl. Phys.* 73, (1993) 3680
100. T. Ungar, H. Biermann, et H. Mughrabi, *Materials Science and Engineering, A* 164 (1993) 175-179
101. F. Diologent, P. Caron, T. D'Almeida, A. Jacques et P. Bastie, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 200 (2003) 346–351
102. A. Jacques et P. Bastie, *Philosophical Magazine* V83 No26(2003), 3005-3027
103. A. Jacques, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 47-12 (2016), 5783-5797
104. Site internet de Peter Mikulik disponible sur <https://www.sci.muni.cz/~mikulik/Soft4Synchro.html>
105. F. Mompiau, D. Caillard, *Acta Materialia* 56 (2008) 2262–2271
106. D. Caillard et J.L. Martin, *Thermally Activated Mechanisms in Crystal Plasticity* (Elsevier, Oxford 2003)
107. X. Zhang, C-Y. Wang, *Acta Materialia* 57 (2009) 224–231
108. G. Dlubek, O. Brümmer, et N. Meyendorf, *Phys. Stat. Sol. (a)* 39 (1977), K95
109. H. Numakura, T. Ikeda, H. Nakajima, M. Koiwa, *Materials Science and Engineering A*312 (2001) 109–117
110. P. Caron, C. Ramusat, F. Diologent, *Proceedings of the International Symposium on Superalloys 2008*, 159-167
111. J-B le Graverend, J. Adrien et J. Cormier, *Materials Science & Engineering A* 695 (2017) 367–378
112. J. Komenda et P.J. Henderson, *Scripta Materialia* (1997), 37, No. 11, 1821-1826
113. M. Janecek, F. Louchet, B. Doisneau-Cottignies, Y. Bréchet et N. Guelton, *Philosophical Magazine*, 80:7 (2000), 1605-1619

ANNEXES

| | | |
|-----|---|-----|
| 1. | Table des axes de zones d'un CFC..... | 178 |
| 2. | Lame FIB réalisée | 180 |
| 3. | Exemple Header | 181 |
| 4. | Programme MATLAB pour obtenir une image en φ/ω à partir d'un Scan 3D..... | 183 |
| 5. | Programme MATLAB pour obtenir une vidéo d'un Scan 3D..... | 186 |
| 6. | Programme MATLAB pour réaliser l'ajustement d'une image 2D intégrée..... | 188 |
| 7. | Comparaison entre rotation et transformation polaire d'une image 2D | 195 |
| 8. | Programme MATLAB pour extraire et lisser les données venant de l'appareil de fluage pour des temps correspondant aux images 2D..... | 196 |
| 9. | 2 nd cartographie MET de L1 pour déterminer la densité de dislocation de γ' | 198 |
| 10. | 2 nd cartographie MET de S1 pour déterminer la densité de dislocation de γ' | 199 |
| 11. | 2 nd cartographie MET de S2 pour déterminer la densité de dislocation de γ' | 200 |
| 12. | Exemple de clichés MET pour l'identification des dislocations au sein de γ' | 201 |
| 13. | Résultats EDS (échantillon S2)..... | 204 |
| 14. | Résultats EBSD (traitement LEM3)..... | 206 |
| 15. | Clichés de tomographie de S2..... | 207 |

I. Table des axes de zones d'un CFC

Electron Diffraction in the Electron Microscope

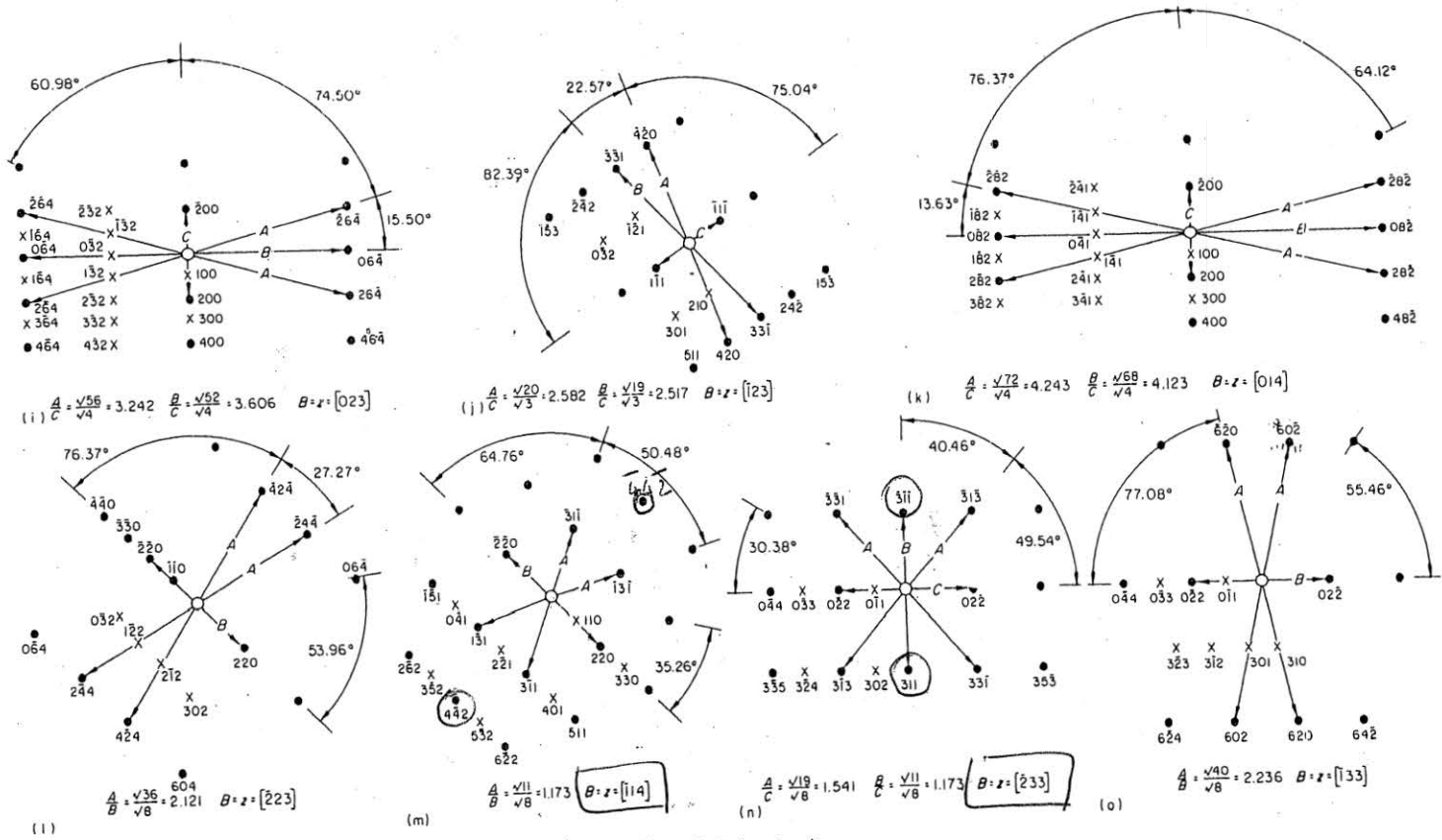


Figure A4.1 (continued)

○ \vec{g} ékvál disloc. perfect

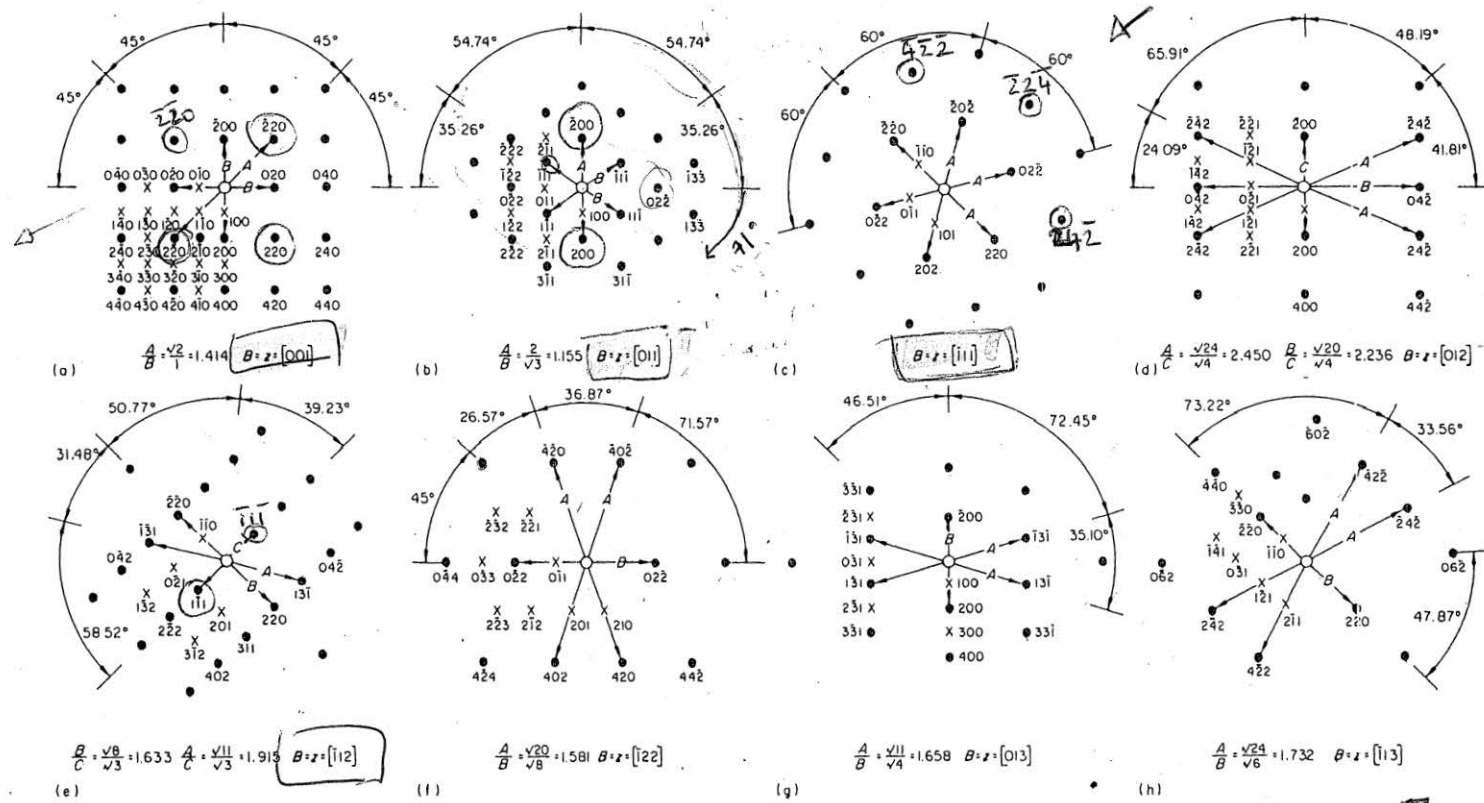


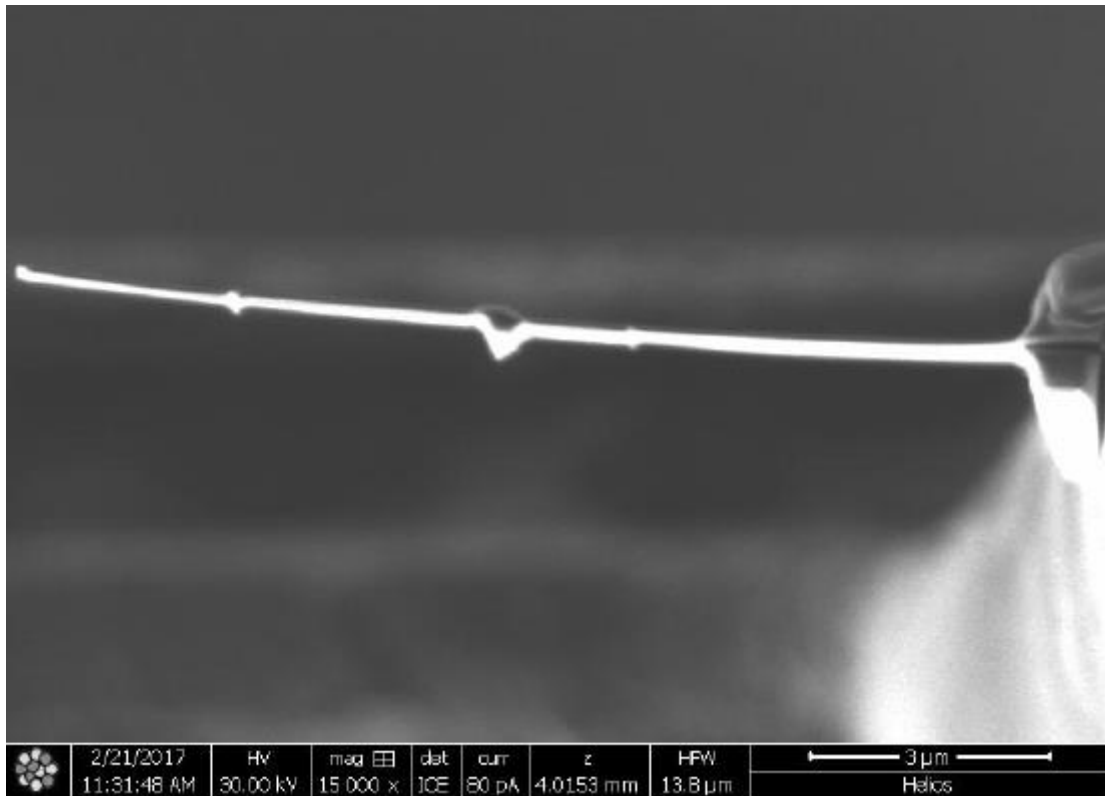
Figure A4.1 Single-crystal spot transmission electron diffraction patterns for the f.c.c. crystal structure ($u^2 + v^2 + w^2 < 22$). The zone axis z , defined in appendix 1, is the beam direction B defined in section 2.7.2, as indicated. The crosses in one quadrant of the diagram indicate the positions of the spots for the ordered f.c.c. ($L1_2$) unit cell. The complete pattern may be generated by repeating these spots in the remainder of the pattern and indexing using the addition of vectors, see section 2.7.2.1

179

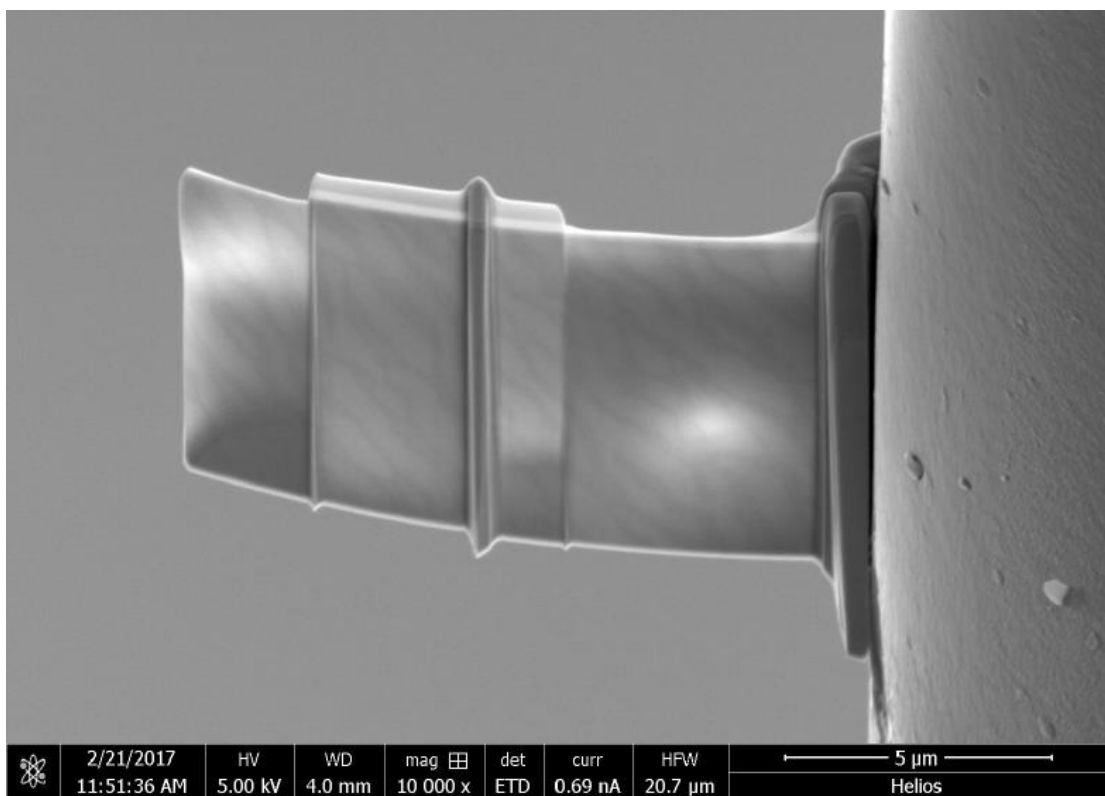
J. W. Edington

2. Lame FIB réalisée

Après amincissement à 30kV



Après amincissement final à 5kV puis 2kV puis 1kV : courbure dû à la relaxation des contraintes



3. Exemple Header

```

HeaderID = esp7 = 0.000000 ; pinhy = -31.352500 ;
EH:000001:000000:000000 ; etmt_i = 0.000000 ; pinhz = 41.880000 ;
ByteOrder = LowByteFirst ; etmt_k = 0.000000 ; press = 17.900000 ;
DataType = UnsignedShort ; etmt_l = 0.000000 ; pshutpi = -4.769000 ;
Size = 8388608 ; etmt_m = 0.000000 ; pshuty = 1.200000 ;
Dim_1 = 2048 ; etmt_p = 0.000000 ; pshutya = -16.286250 ;
Dim_2 = 2048 ; etmt_s = 0.000000 ; pshutz = 17.045000 ;
Image = 0 ; etmt_t = 0.000000 ; rz1 = 0.000000 ;
acq_frame_nb = 0 ; eurosp3 = 0.000000 ; rz2 = 0.000000 ;
time = Tue Apr 26 15:25:22 eurosp7 = 0.000000 ; s4hg = 0.399878 ;
2016 ; ewsp3 = 0.000000 ; s4ho = 1.554193 ;
time_of_day = ewsp7 = 0.000000 ; s4vg = 0.400000 ;
1461677122.117140 ; fpitch = 0.000000 ; s4vo = -0.370000 ;
time_of_frame = 0.426226 ; fx = 214.579600 ; s5b = 1.501430 ;
DATE (scan begin) = Tue Apr 26 fz = -0.250000 ; s5d = 1.378571 ;
15:25:21 2016 ; fz1 = -0.250001 ; s5f = 1.504290 ;
Detector = limafrelon6 ; fz2 = -0.250029 ; s5hg = 3.005720 ;
ESRFAutoTime = 496818 ; hchi = -45.000000 ; s5ho = 0.001430 ;
ESRFBeamLine = ID11 ; het = 0.000000 ; s5u = 1.377143 ;
ESRFCurrent = 91.1732 ; hphi = 270.000000 ; s5vg = 2.755714 ;
ESRFFillMode = 16 bunch ; hry = -0.000000 ; s5vo = -0.000714 ;
ESRFRefill = 880 ; hrz = -55.300000 ; sec = 1.000000 ;
Experiment = ma2891 ; hsy = 14.000000 ; shuty = -25.000000 ;
Integration = 0.100000 ; hsz = 0.060600 ; spinner = 184.439100 ;
Sample = small_one ; hx = -7.051300 ; spiny = -6.652500 ;
Scan_n = 0 ; hy = -2.139800 ; spinz = 1.500000 ;
att = 20.000000 ; hz = 8.996050 ;
avg = 616.946912 ; hz2 = 32.228350 ;
berger1 = 9.739000 ; kn25_l = 0.000000 ;
bsy = -0.500000 ; kn25_p = 0.000000 ;
bsz = -0.500000 ; laser = -43.472050 ;
cdtey = 265.000000 ; lpit = -0.645000 ;
cdtez = 0.000000 ; lz = 41.732500 ;
cpm18 = 7.605000 ; mca = 0.000000 ;
deltaI = 50.000000 ; mch3 = 0.000000 ;
deltaV = -20.762500 ; mch4 = 0.000000 ;
det = 0.000000 ; mch5 = 0.001683 ;
detx = 220.000000 ; mch6 = 0.003494 ;
dety = 4.650000 ; miome = -0.002172 ;
dety2 = 10.000000 ; mon = 0.000000 ;
diffx = -479.991250 ; mphg = 0.100000 ;
diffy = 15.559500 ; mphe = 3.732419 ;
diodey = 69.999950 ; mpvg = 0.100000 ;
dummsp = 100.000000 ; mpvo = -2.573548 ;
eop3 = 0.000000 ; pico0 = 16376699.932921 ;
eop7 = 0.000000 ; picol = 3.304674 ;
epv3 = 0.000000 ; pico4 = 16043.119934 ;
epv7 = 0.000000 ; pico5 = 273.827775 ;
esp3 = 0.000000 ; pico6 = 0.000000 ;

{
HeaderID =
EH:000001:000000:000000 ;
ByteOrder = LowByteFirst ;
DataType = UnsignedShort ;
Size = 8388608 ;
Dim_1 = 2048 ;
Dim_2 = 2048 ;
Image = 0 ;
acq_frame_nb = 0 ;
time = Tue Apr 26 15:25:22
2016 ;

```

```

time_of_day          =          fx = 214.579600 ;          s5f = 1.504290 ;
1461677122.117140 ;          fz = -0.250000 ;          s5hg = 3.005720 ;
time_of_frame = 0.426226 ;          fz1 = -0.250001 ;          s5ho = 0.001430 ;
DATE (scan begin) = Tue Apr 26          fz2 = -0.250029 ;          s5u = 1.377143 ;
15:25:21 2016 ;          hchi = -45.000000 ;          s5vg = 2.755714 ;
Detector = limafrelon6 ;          het = 0.000000 ;          s5vo = -0.000714 ;
ESRFAutoTime = 496818 ;          hphi = 270.000000 ;          sec = 1.000000 ;
ESRFBeamLine = ID11 ;          hry = -0.000000 ;          shuty = -25.000000 ;
ESRFCurrent = 91.1732 ;          hrz = -55.300000 ;          spinner = 184.439100 ;
ESRFFillMode = 16 bunch ;          hsy = 14.000000 ;          spiny = -6.652500 ;
ESRFRefill = 880 ;          hsz = 0.060600 ;          spinz = 1.500000 ;
Experiment = ma2891 ;          hx = -7.051300 ;
Integration = 0.100000 ;          hy = -2.139800 ;          std = 960.619608 ;
Sample = small_one ;          hz = 8.996050 ;          tabx = 0.000000 ;
Scan_n = 0 ;          hz2 = 32.228350 ;          taby = 0.000000 ;
att = 20.000000 ;          kn25_l = 0.000000 ;          u22 = -1.000000 ;
avg = 616.946912 ;          kn25_p = 0.000000 ;          v1 = 0.000000 ;
berger1 = 9.739000 ;          laser = -43.472050 ;          v2 = 0.000000 ;
bsy = -0.500000 ;          lpit = -0.645000 ;          v3 = 0.000000 ;
bsz = -0.500000 ;          lz = 41.732500 ;          v4 = 0.000000
cdtey = 265.000000 ;          mca = 0.000000 ;
cdtez = 0.000000 ;          mch3 = 0.000000 ;
cpm18 = 7.605000 ;          mch4 = 0.000000 ;
deltaI = 50.000000 ;          mch5 = 0.001683 ;
deltaV = -20.762500 ;          mch6 = 0.003494 ;
det = 0.000000 ;          miome = -0.002172 ;
detx = 220.000000 ;          mon = 0.000000 ;
dety = 4.650000 ;          mphg = 0.100000 ;
dety2 = 10.000000 ;          mpho = 3.732419 ;
diffx = -479.991250 ;          mpvg = 0.100000 ;
diffy = 15.559500 ;          mpvo = -2.573548 ;
diodey = 69.999950 ;          pico0 = 16376699.932921 ;
dummsp = 100.000000 ;          pico1 = 3.304674 ;
eop3 = 0.000000 ;          pico4 = 16043.119934 ;
eop7 = 0.000000 ;          pico5 = 273.827775 ;
epv3 = 0.000000 ;          pico6 = 0.000000 ;
epv7 = 0.000000 ;          pinhy = -31.352500 ;
esp3 = 0.000000 ;          pinhz = 41.880000 ;
esp7 = 0.000000 ;          press = 17.900000 ;
etmt_i = 0.000000 ;          pshutpi = -4.769000 ;
etmt_k = 0.000000 ;          pshuty = 1.200000 ;
etmt_l = 0.000000 ;          pshutya = -16.286250 ;
etmt_m = 0.000000 ;          pshutz = 17.045000 ;
etmt_p = 0.000000 ;          rz1 = 0.000000 ;
etmt_s = 0.000000 ;          rz2 = 0.000000 ;
etmt_t = 0.000000 ;          s4hg = 0.399878 ;
eurosp3 = 0.000000 ;          s4ho = 1.554193 ;
eurosp7 = 0.000000 ;          s4vg = 0.400000 ;
ewsp3 = 0.000000 ;          s4vo = -0.370000 ;
ewsp7 = 0.000000 ;          s5b = 1.501430 ;
fpitch = 0.000000 ;          s5d = 1.378571 ;

```



```

%variable pour la sauvegarde des paramètres dans une matrice
m=0;

%variable omega
omega=omega_ini;

for i=numero:step:fin
m=m+1;

%% Lecture des fichiers

% definition des noms des fichiers
img_name = [prefixe,num2str(i,'%05u'),'.edf'];

%separation header/data
[header,data]=pmedf_read(img_name);
%data=load(img_name);

%% Rotation et ROI

ROI_data = imrotate(data'+Zeta,'bicubic','crop');
ROI_data = ROI_data(ROI_lim_y,ROI_lim_x);

%% Moyenne en y (Roi_data') et passage en Log

ROI_ligne=mean(ROI_data');
Log_ligne=log(ROI_ligne);

%% Definition de la longueur de la ligne

taille= size (ROI_ligne);
longueur = taille(2);

%% Sauvegarde dans des matrices

% - Matrice Resultat -%

Result(m,1)=omega;
Result(m,2:longueur+1)=ROI_ligne;

% - Matrice Log -%

Log_mat(m,1)=omega;
Log_mat(m,2:longueur+1)=Log_ligne;

%% SAUVEGARDE %%

dlmwrite(Nom_result_txt, Result(m,:), 'delimiter', '\t', ...
'precision', 6, '-append')

dlmwrite(Nom_log_txt, Result(m,:), 'delimiter', '\t', ...
'precision', 6, '-append')

%% Incrémentations
omega=omega+omega_step;

still=fin-i;

%% Affichage du décompte
still %#ok<NOPTS>

end

%% -- Création de l'image -- %%

%definitions des dimensions
taille_mat=size(Log_mat);

```

```

nombre_omega=taille_mat(1);
long_mat=taille_mat(2);

%vecteur omega
omega_vec=Log_mat(1:nombre_omega,1);

%vecteur angle beta
pixel=Start_y;

for a=1:1:(long_mat-1)

    angle=scale*(pixel-1024);

    Yvec(1,a) = angle;

    pixel=pixel+1;
end

%matrice en log
Log_only=Log_mat(1:nombre_omega,2:long_mat);

%- CONTOURF -%
%range=nombre de level de couleur
contourf(omega_vec,Yvec,Log_only',range,'LineColor','none');
%definition des limites des couleurs
caxis(clim_log);
%affichage
colorbar;figure(gcf)

%inversion des axes
axis ij

%axis normal
axis([o_i,o_f,-0.15,0.15])

%image de forme carré
axis square

%noms des axes
ylabel('\bf \Delta\beta °','fontsize',14);
xlabel('\bf \omega °','fontsize',14);
title(titre,'fontsize',14);

% taille des axes
set(gca, 'fontsize', 12);
set(gca, 'xtick', -4:0.4:-2);
set(gca, 'ytick', -0.15:0.05:0.15);
%set(get(gca, 'YLabel'), 'Rotation', 0)

%- SAUVEGARDE -%
saveas(gcf, Nom_image, 'tif');

%close all

```


5. Programme MATLAB pour obtenir une vidéo d'un Scan 3D

```
%% Initialisation générale

close all ; clear all ;
tic

%% Variables d'entrée

chemin = 'U:\STOCKAGE_equipe304\ID11_2016'; %pour plus tard faire un chemin

prefixe = 'large_1_exp_far_';           % Prefixe des fichiers EDF
pref_video = 'Video_F80_';             %Prefixe du nom de la video

numero = 23687;                         % Numéro du 1er fichier
fin = 23687;                             % Numéro du dernier fichier
jump = 1;                                 % step entre chaque fichier

Nom_dossier = [pref_video,prefixe,num2str(numero,'%05u'),'-',num2str(fin,'%05u')];
mkdir (Nom_dossier) ;

omega_ini = -3.75 ;                     % Omega du 1er fichier
omega_step = 0.05 ;                     % Omega step

vitesse = 4 ;                           % vitesse de Hz de la video (2Hz=0.5s)
Legend = 'Echelle log \nLarge 1 \nT 950°C \nF=80N \nOmega = ' ; % legende de l'image
position_legend = [40 100] ;            % position de la legende

ROI_lim_x = 500:1200 ;                  % Limite de ROI en X
ROI_lim_y = 1000:1700 ;                 % Limite de ROI en Y
% /\ matrice carré mieux
% taille d'origine 2048*2048

clim=[ 0 45000];                        % Plage/echelle des couleurs
cmap= jet(256);                          % type de colormap

more_contrast_lg = 10E+3;                % contraste pour log
clim_log=[ 65000 100000];               % limite de couleurs pour log max 650000

%% Ouverture des fichiers

m = 0;                                  % counter
nombre = floor((fin - numero)/jump);    % number of images

img_name = cell(1,1+nombre);            % initialisation d'un cell pour stocker les noms
d'images d'entr?e

Data_cell = cell(1,1+nombre);           % initialisation d'un cell pour stocker les images

for n=numero:jump:fin
    m = m+1;
    % enregistrement des noms des fichiers
    img_name{m} = [prefixe,num2str(n,'%05u'),''.edf'];
    %separation header/data
    [header,data]=pmedf_read(img_name{m});
    %ROI + translate
    ROI_EDF = data(ROI_lim_x,ROI_lim_y)';
    %% Save image in a Cell to create film afterwards
    Data_cell{m} = ROI_EDF;
end
```

```

%% Creation du fichier video

Nom_video = [Nom_dossier, '\', pref_video, prefixe, num2str(numero, '%05u'), '-
', num2str(fin, '%05u'), '.avi'];

writerObj = VideoWriter(Nom_video);
writerObj.FrameRate = vitesse; %(2Hz, 0.5s);
writerObj.Quality = 100;
open(writerObj);

axis off
set(gca, 'nextplot', 'replacechildren');
set(gcf, 'Renderer', 'zbuffer');

figure ;

for m = 1:1+nombre

%enregistrement de la ROI en B&W
imwrite(uint16(Data_cell{m}), [Nom_dossier, '\B&W_', prefixe,
num2str(numero, '%05u'), '.tif'], 'tif');

%enregistrement de la ROI, LOG en B&W
imlog = log(Data_cell{m})*more_contrast_lg;
imwrite(uint16(imlog), [Nom_dossier, '\LOG_B&W_', prefixe,
num2str(numero, '%05u'), '.tif'], 'tif');

%% couleurs

%Matrice en intensité de couleur
I=mat2gray(Data_cell{m}, [clim(1) clim(2)]);
IndI = round(I*size(cmap,1));

%enregistre en tif le ROI de couleur
imwrite(IndI, cmap, [Nom_dossier, '\COLOR_', prefixe, num2str(numero, '%05u'), '.tif'], 'tif');

%pour log
J=mat2gray(imlog, [clim_log(1) clim_log(2)]);
IndJ = round(J*size(cmap,1));

%enregistre en tif de LOG de couleur
imwrite(IndJ, cmap, [Nom_dossier, '\LOG_COLOR_', prefixe,
num2str(numero, '%05u'), '.tif'], 'tif');

%% pour la video +legende
%ajout de texte et ouverture de l'image enregistré
YourText = sprintf([Legend, num2str(omega_ini,3)]);
imshow([Nom_dossier, '\LOG_COLOR_', prefixe, num2str(numero, '%05u'), '.tif']);
hText = text(25,25,YourText, 'Color', [1 1 1], 'FontSize', 15, 'position', position_legend);

%Possibilité de sauvegarder en jpg avec la legende
%saveName = ([ 'TXT_large_1_exp__far_', int2str(numero)]);
%saveas(gcf, saveName, 'jpg');

%enregistrement de la frame pour la video
frame = getframe;
writeVideo(writerObj, frame);

%% incrementation pour les noms/legendes
omega_ini = omega_ini+omega_step ;
numero=numero+jump;
end

close(writerObj);

```



```

% pentes W
W1_i = 5.5 ; W2_i = 10 ; W3_i =60;
W1_l = 2 ; W2_l = 2 ; W3_l =5 ;
W1_u = 30 ; W2_u = 25; W3_u = +Inf;

% facteurs N
N1_i = 2.5 ; N2_i = 2.2 ;
N1_l = 2 ; N2_l = 2 ;
N1_u = 4; N2_u = 4 ;
% positions X0
% voir ligne 127

%fraction laur-gauss
F3_i = 0.07 ;
F3_l = 0 ;
F3_u = 1;

%% Fonction pour fitter

%Definition des fonctions de chaque pic

F1= 'A1 .*exp(1-((1+((abs(x - X01)/W1) .^ N1)) .^ (1/N1)))';
F2= 'A2 .*exp(1-((1+((abs(x - X02)/W2) .^ N2)) .^ (1/N2)))';
PV='A3*((1-F3) .* (exp(-log(2)*((x-X03)/W3).^2))+F3./(1+((x-X03)/W3).^2))';

%Somme des fonctions en log + offset
F_TOTAL=['log(',F1,',+',F2,',+', PV,', ')+ 0.1'];

%% Boucle de fit

%variable pour la sauvegarde des paramètres dans une matrice
m=0;

for i=numero:step:fin
m=m+1;

%% Lecture des fichiers

% definition des noms des fichiers
img_name = [prefixe,num2str(i,'%05u'),' .edf'];

%separation header/data
[header,data]=pmedf_read(img_name);
%data=load(img_name);

%rotation
ROI_data = imrotate(data',+Zeta,'bicubic','crop');

%% ROI

[maxval,Xroi]=max(max(ROI_data));

ecartROI=2048-Xroi;

if ecartROI>=400 && Xroi>400
    distROI=400;

elseif Xroi<400
    distROI=Xroi-2;
else
    distROI=ecartROI;

end

```

```

%% barrycentre

[rows cols] = size(ROI_data);

vec_y = 1:rows;
vec_x = 1:cols;

[maxvaly,Ypos]=(max(ROI_data'));
barY = sum(vec_y(:) .* maxvaly(:)) / sum(maxvaly(:));

[maxvalx,Xpos]=(max(ROI_data));
barX = sum(vec_x(:) .* maxvalx(:)) / sum(maxvalx(:));

clear 'maxval';

start_ROI = Xroi-distROI;
ROI_data=ROI_data(:,start_ROI:Xroi+distROI);

[maxval,Xmax]=max(max(ROI_data));
[maxval,Ymax]=max(max(ROI_data'));

%% moyenne

ROI_ligne=mean(ROI_data);

%% position des maximum
[maxval,Xmax1]=max((ROI_ligne));

longueur= size (ROI_ligne);
demi_long =longueur(2)/2;

ROI_max=ROI_ligne;
p=1;
for p=1:1:longueur(2)

    if p>=Xmax1-50 && p<=Xmax1+50
        ROI_max(:,p)=1;
    end
end

[maxval,Xmax2]=max((ROI_max));

if Xmax1>Xmax2
    Xini=Xmax2;
else
    Xini=Xmax1;
end

clear 'maxval';

%% --INITIALISATION DES POSITIONS -- %%

%(i=inital, u=up, l=low)
XO1_i = Xini ; XO2_i = XO1_i + 30 ; XO3_i = XO1_i + 20;
XO1_l = 0 ; XO2_l = XO1_i+5 ; XO3_l = 0;
XO1_u = XO2_i ; XO2_u = XO2_i + 50 ; XO3_u = longueur(2);

%% Enleve le fond

diz=demi_long/50;
Fond=1+(mean(ROI_ligne(1:diz))+mean(ROI_ligne(longueur(2)-diz:longueur(2))))/2;
vec_fond=Fond*ones(1,length(ROI_ligne));
ROI_ligne = ROI_ligne-vec_fond;

```

```

%% Definition du vecteur X

Xvec = 1:1:length(ROI_ligne);
Xmat = vec2mat (Xvec,1);

%% Remplace les valeurs (+POIDS) par celle de la moyenne aux extrémités

bout=floor(0.3*longueur(2));
ligne_filt=ROI_ligne;
s_fin = longueur(2);
s=1 ;

%boucle pour la 1er extremité
for s=1:1:bout
    % poids
    poids(s)=0.05;

end

if X03_i>70
demi_pic=60;
else
demi_pic=1;
end
start_pic=X03_i-demi_pic;
end_pic=X03_i+demi_pic;
%Pour le milieu
for s=bout:1:start_pic
    % poids
    poids(s)=0.1;
end

%Pour les pic
for s=start_pic:1:end_pic
    % poids
    poids(s)=4.5;
end

%Pour le milieu
for s=end_pic:1:longueur(2)-bout
    % poids
    poids(s)=0.1;
end

%boucle pour la 2eme extremité

for s=longueur(2)-bout:1:longueur(2)
    % poids
    poids(s)=0.05;

end

%% Logarithme

ligne_lisse = vec2mat (ligne_filt,1);
ligne_mat = log (ligne_lisse);

```

```

%% -- FIT -- %%

%ordre des paramètres
% A1, X01, W1, N1, A2, X02, W2, N2, A3, X03, W3, N3, OFS

%options du fit
fo=fitoptions('Weights', poids, ...
             'Method','NonlinearLeastSquares',...
             'Robust','Bisquare', ...
             'DiffMinChange',0, ...
             'DiffMaxChange',Inf, ...
             'MaxFunEvals', maxfeval, ... %limite le nombre d'iteration aussi
             'MaxIter', maxiter, ...
             'TolFun', 1.0000e-20,...
             'TolX',1.0000e-40,...
             'Lower',[A1_l, X01_l, W1_l, N1_l, A2_l, X02_l, W2_l, N2_l, A3_l, F3_l,
X03_l, W3_l],...
             'Upper',[A1_u, X01_u, W1_u, N1_u, A2_u, X02_u, W2_u, N2_u, A3_u, F3_u,
X03_u, W3_u],...
             'StartPoint',[A1_i, X01_i, W1_i, N1_i, A2_i, X02_i, W2_i, N2_i,A3_i, F3_i,
X03_i, W3_i]);

% définition de fitttype
ft=fitttype(F_TOTAL,'coefficients',{'A1', 'X01', 'W1', 'N1', 'A2', 'X02', 'W2', 'N2','A3',
'F3', 'X03', 'W3'},'options',fo);

% fit
[fitobject,gof,output]=fit(Xmat,ligne_mat,ft) ; para=coeffvalues(fitobject);

%% paramètres fités

%F1
A1=para(1,1);X01=para(1,2);W1=para(1,3); N1=para(1,4);
%F2
A2=para(1,5);X02=para(1,6);W2=para(1,7); N2=para(1,8);
%F3
A3=para(1,9);F3=para(1,10);X03=para(1,11);W3=para(1,12);

%% fonctions

Fit_F1= A1 .*exp(1-((1+((abs(Xmat - X01)/W1_i) .^ N1)) .^ (1/N1)));
Fit_F2= A2 .*exp(1-((1+((abs(Xmat - X02)/W2_i) .^ N2)) .^ (1/N2)));
Fit_PV=A3*((1-F3) .* (exp(-log(2)*((Xmat-X03)/W3).^2))+F3./(1+((Xmat-X03)/W3).^2));

Fit_all=log(Fit_F1+Fit_F2+Fit_PV)+0.1;

%% Calcul de delta et aire sous la courbe

delta=(X01-X02)/17000;
air_gamma=trapz(Fit_F2);
air_prime=trapz(Fit_F1);
air_fond=trapz (Fit_PV);
frac=air_prime/(air_gamma+air_prime);
XP1=X01+start_ROI;
XP2=X02+start_ROI;
XP3=X03+start_ROI;

%% Sauvegarde dans des matrices

% - Matrice initale - %
Ini(1,1) = 0;
%F1
Ini(1,2)=A1_i ; Ini(1,3)=X01_i ; Ini(1,4)=W1_i ; Ini(1,5)= N1_i ;
%F2
Ini(1,6)=A2_i ; Ini(1,7)=X02_i ; Ini(1,8)=W2_i ; Ini(1,9)= N2_i ;
%F3
Ini(1,10)=A3_i ;Ini(1,11)=F3_i; Ini(1,12)=X03_i ; Ini(1,13)=W3_i ;

```

```

% - Matrice Resultat -%

%nom de l'image
Result(m,1) = i ;

%F1
Result(m,2)=A1 ; Result(m,3)=XO1 ; Result(m,4)=W1 ; Result(m,5)= N1 ;
%F2
Result(m,6)=A2 ; Result(m,7)=XO2 ; Result(m,8)=W2 ; Result(m,9)= N2 ;
%F3
Result(m,10)=A3 ; Result(m,11)=F3 ; Result(m,12)=XO3 ; Result(m,13)= W3 ;

%RMSE (erreur)
Result(m,14)=gof.rmse;

%delta
Result(m,15) = delta ;

%aires
Result(m,16) = air_prime ;
Result(m,17) = air_gamma ;
Result(m,18) = air_fond ;
Result(m,19)= frac ;

%positions en X
Result(m,20)= start_ROI;
Result(m,21) = XP1;
Result(m,22) = XP2;
Result(m,23) = XP3;

%Barycentres
Result(m,24)= barX;
Result(m,25)= barY;

%Maximum
Result(m,26) = Xroi;
Result(m,27) = Ymax;

% - Residuel - %
Residu(m,1) = i;
Residu(m,2:longueur(2)+1) = output.residuals';

% - Roi_data - %
Exp(m,1) = i;
Exp(m,2:longueur(2)+1)=ROI_ligne;

% - Ligne lissée - %
Lis (m,2:longueur(2)+1)=ligne_lisse;
Lis(m,1) = i;

%% Affichage des fonction fitées

% noir= data
% rouge= fit ; cyan = primme ; bleu = gamma ; vert = fond ;
% rose = residuel

%ouverture d'une figure + plot du data
g= figure () ;
plot(Xmat,ligne_mat,'k')

%lignes supplémentaire
line(Xvec,Fit_all, 'Color','r','linewidth',1);
line(Xvec,log(Fit_PV)+0.1, 'Color','g','linewidth',1);
line(Xvec,log(Fit_F2)+0.1, 'Color','b','linewidth',1);

```



```

line(Xvec,log(Fit_F1)+0.1, 'Color','c','linewidth',1);
line(Xvec,output.residuals, 'Color','m','linewidth',1);

%legendes
xlabel('\fontsize{12} position');
ylabel('\fontsize{12} X-Ray Intensity');

%definition des axes
axis([0 longueur(2) 0 10]);
set(gca, 'fontsize', 12);

%ferme les fenetres au bout de 5 figures
if g==5
    close all
    g=0;
end

%saveas(g, 'fit', 'png');

%% modification des paramètres initiaux = derniers paramètres

if A1>500 && A2>100
A1_i=A1; A2_i=A2;A3_i=A3;
W1_i = W1 ; W2_i = W2; W3_i = W3;
N1_i = N1 ; N2_i = N2 ;
end

clear 'poids';
%% SAUVEGARDE %%

if i==numero
dlmwrite(Nom_result_txt, Ini(1,:), 'delimiter', '\t', ...
    'precision', 6, '-append')
end

dlmwrite(Nom_result_txt, Result(m,:), 'delimiter', '\t', ...
    'precision', 6, '-append')

dlmwrite(Nom_residu_txt, Residu(m,:), 'delimiter', '\t', ...
    'precision', 6, '-append')

dlmwrite(Nom_exp_txt, Exp(m,:), 'delimiter', '\t', ...
    'precision', 6, '-append')

dlmwrite(Nom_lisse_txt, Lis(m,:), 'delimiter', '\t', ...
    'precision', 6, '-append')

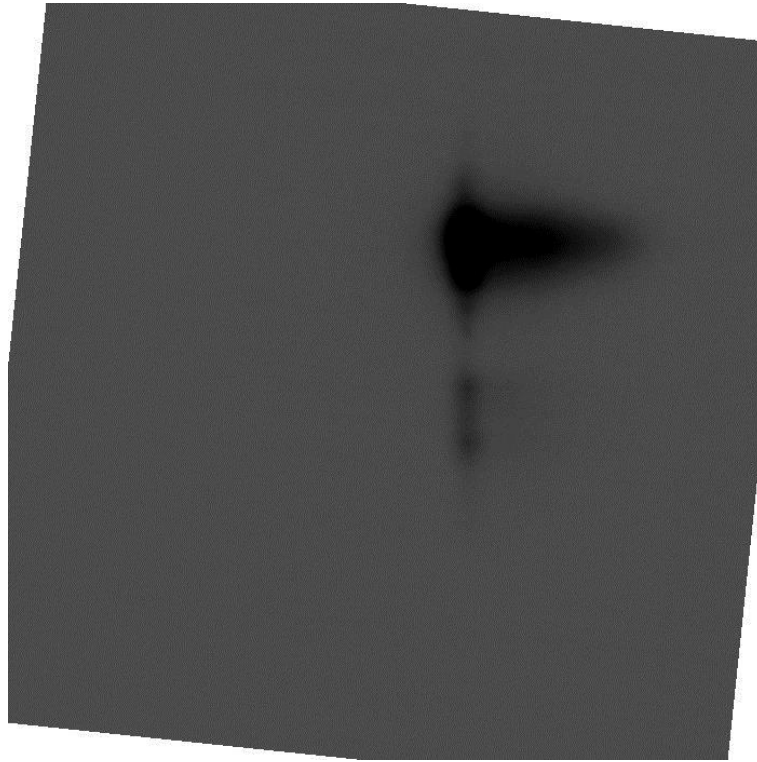
end

%close all

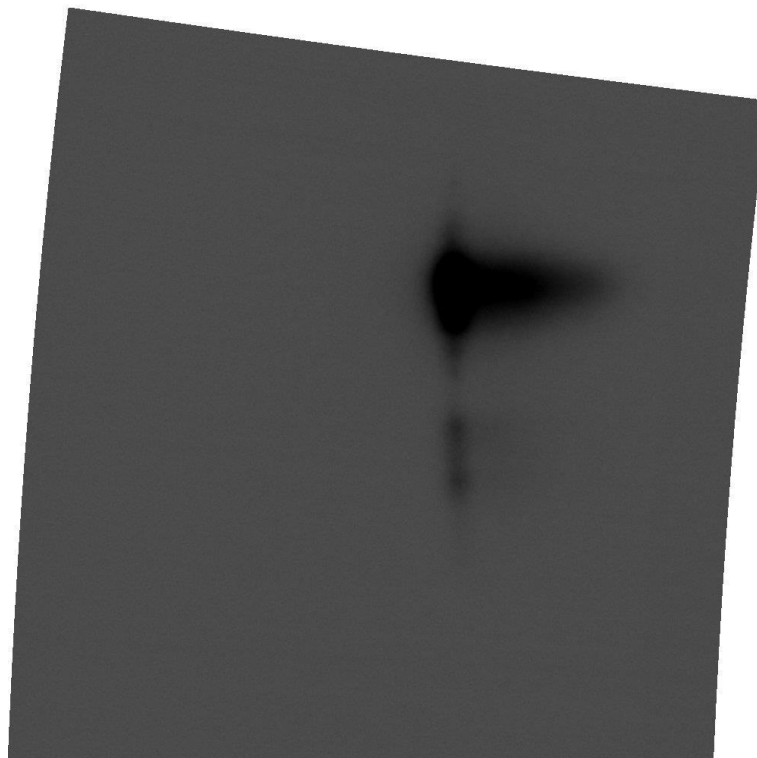
```

7. Comparaison entre rotation et transformation polaire d'une image 2D

Rotation de 6°



Transformation polaire avec le logiciel FIT2D



8. Programme MATLAB pour extraire et lisser les données venant de l'appareil de fluage pour des temps correspondant aux images 2D

```
close all;
clear all;

%ouvrir le fichier xlxs
[num, txt, tab] = xlsread('small_1_time.xlsx');

%num= valeurs numerique, txt=texte, tab=cell

%num(ligne,colone)

% temps data / temps PC / cont a / def plas / °C

%nom du fichier de sauvegarde
Nom_txt = ['small_1_time_extraite_3.txt'];
Nom_txt_propre = ['small_1_time_extraite_propre_10.txt'];
Nom_image = 'propre_vs_bruit';

%ouvrir le fichier de sauvegarde
fid = fopen(Nom_txt,'w');
fprintf(fid,'%s\t %s\t %s\t %s\t\n','temps','cont_a','def_plas','temperature');
fclose(fid)

%ouvrir le fichier de sauvegarde
fid = fopen(Nom_txt_propre,'w');
fprintf(fid,'%s\t %s\t %s\t %s\t\n','temps','cont_a_propre','def_plas_propre','temperature_propre');
fclose(fid)

%defini la taille de la matrice num
[nb_ligne nb_cols] = size(num);

%créer un vecteur qui a une val de 1 quand il n'ya pas de valeurs
NaN_vector=isnan(num()) ;

%boucle pour déterminer la dernière case de temps.
i=1;
while NaN_vector(i,1)==0

    t_end=i;

    i=i+1;

end

%nb_int= nombre de point de mesures moyenné pour 1 temps
nb_int=5; %impair !!
ecart=(nb_int-1)/2;

for t=1:1:t_end

%le temps = temps data
    val_time= num(t,1);

%trouve la différence le plus petite avec la valeur du temps
%correspondant (pasbesoin=val de diff, mini=n°de case correspondant)
    [pasbesoin,mini]=min(abs(num(:,2)-val_time));

%fait la moyenne qui correspond à ce temps
    cont=mean(num(mini-ecart:mini+ecart,3));
    def=mean(num(mini-ecart:mini+ecart,4));
    temp=mean(num(mini-ecart:mini+ecart,5));
```

```

%matrice résultat
time_result(t,1)=val_time;
time_result(t,2)=cont;
time_result(t,3)=def;
time_result(t,4)=temp;

% sauvegarde les données
dlmwrite(Nom_txt, time_result(t,:), 'delimiter', '\t', ...
'precision', 6, '-append')

% affiche le nombre de ligne restantes
still=t_end-t;

still %#ok<NOPTS>

end

time=time_result(:,1);
%utilisation de la fonction smooth pour enlever le bruit de fond des
%mesures 'moving'=filtre passe bas
cont_bruit=time_result(:,2);
def_bruit=time_result(:,3);
def_propre=smooth(time,def_bruit,0.007,'loess');

temp_bruit=time_result(:,4);
%temp_propre=smooth(time,temp_bruit,33,'moving');
temp_propre=smooth(time,temp_bruit,0.05,'rloess');

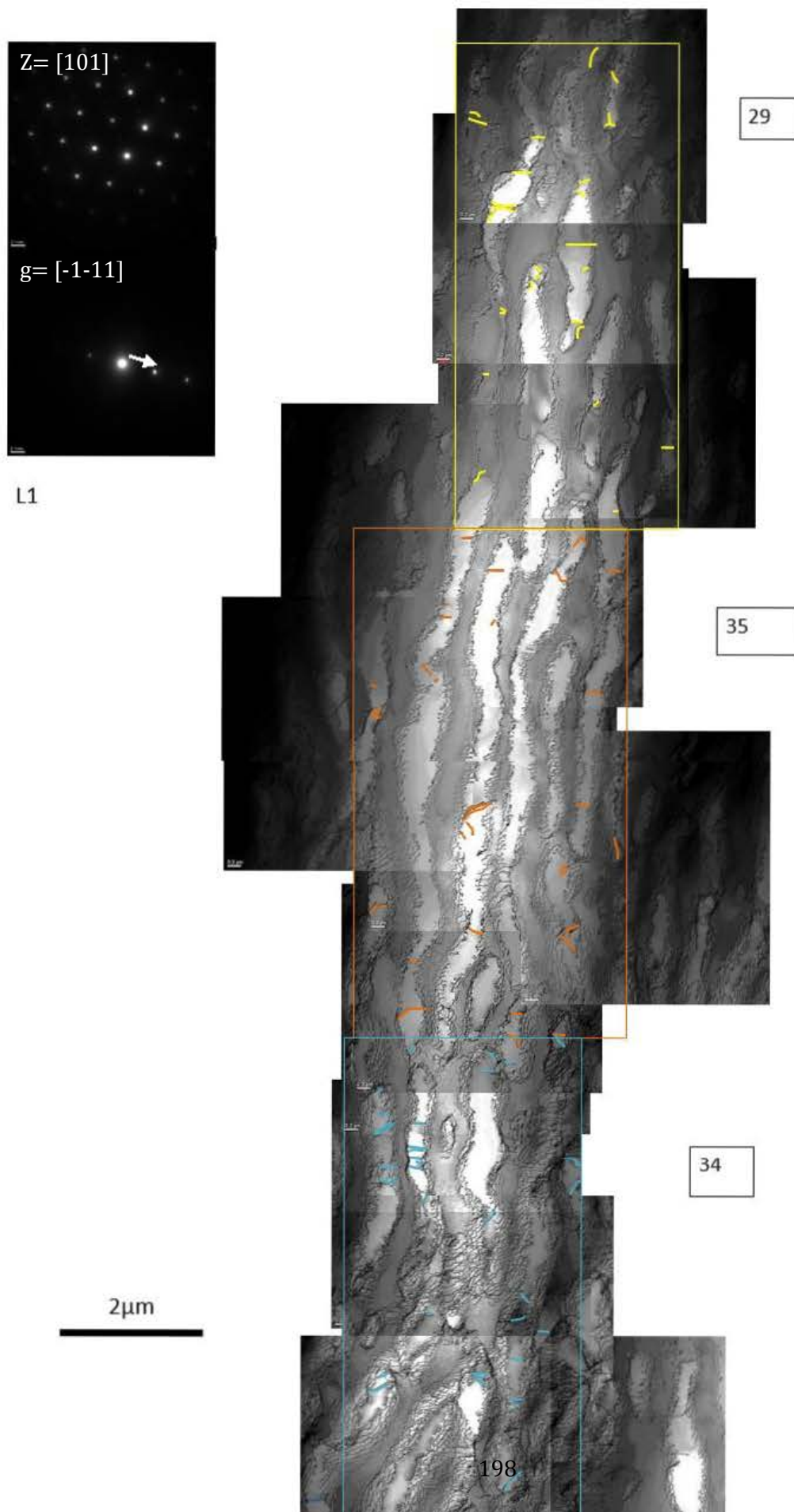
%matrice de sauvegarde
time_result_propre(:,1)=time_result(:,1);
time_result_propre(:,2)=cont_bruit;
time_result_propre(:,3)=def_propre;
time_result_propre(:,4)=temp_propre;

% sauvegarde les données propres
dlmwrite(Nom_txt_propre, time_result_propre, 'delimiter', '\t', ...
'precision', 6, '-append')

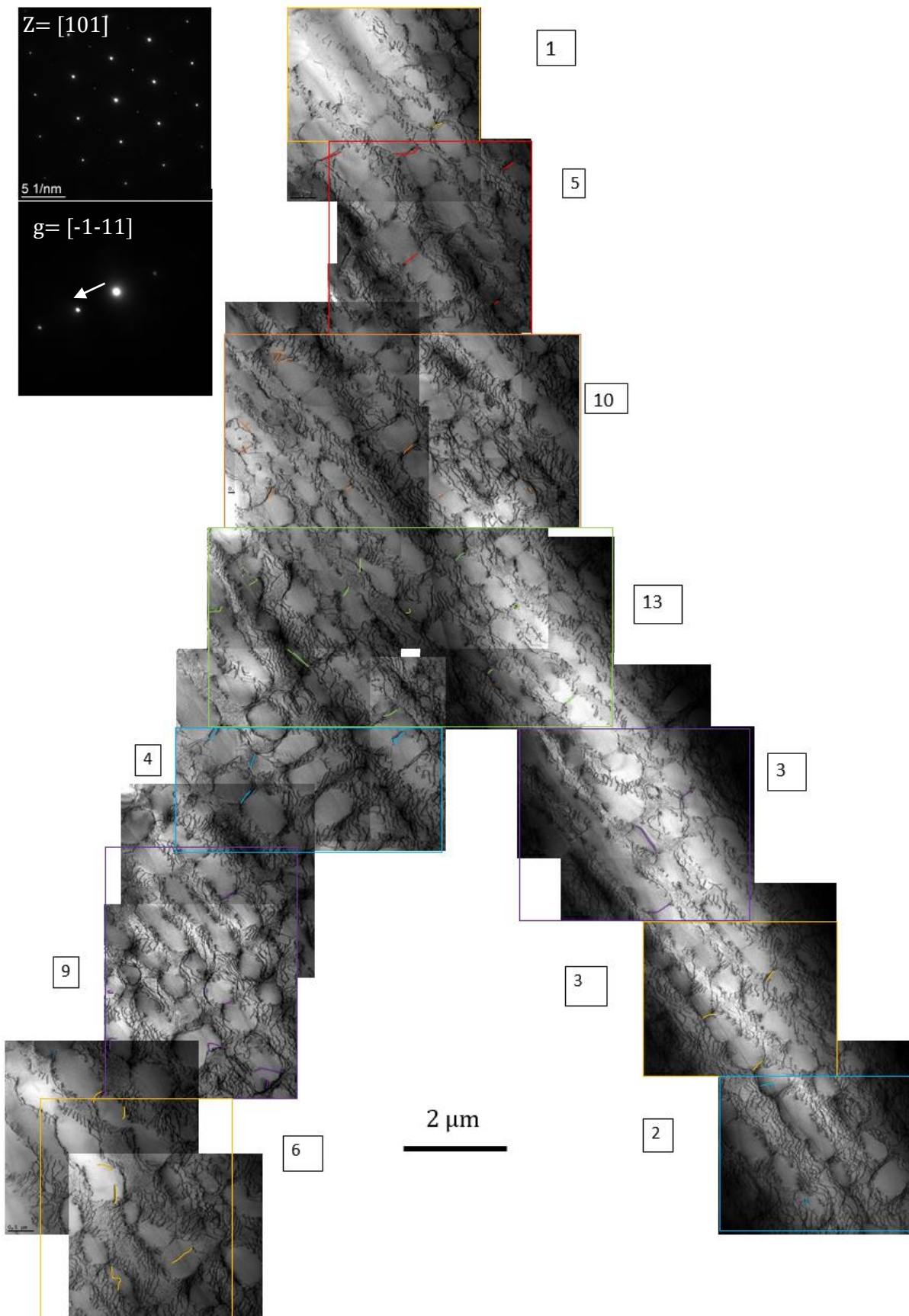
% afficher le graphique propre vs bruit
%vec_x=1:1:t_end;
plot(time,def_propre,time,def_bruit)

```

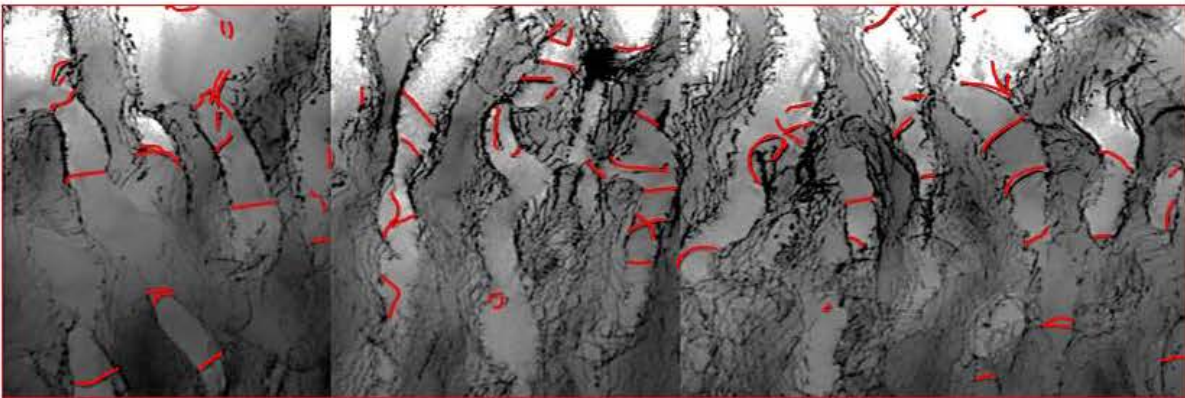
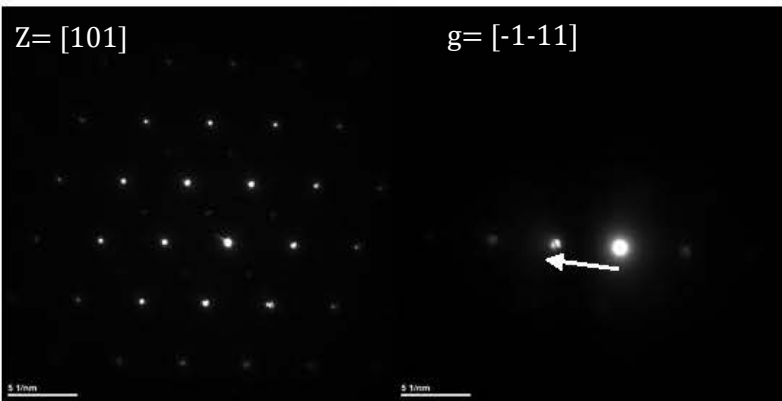
9. 2nd cartographie MET de L1 pour déterminer la densité de dislocation de γ'



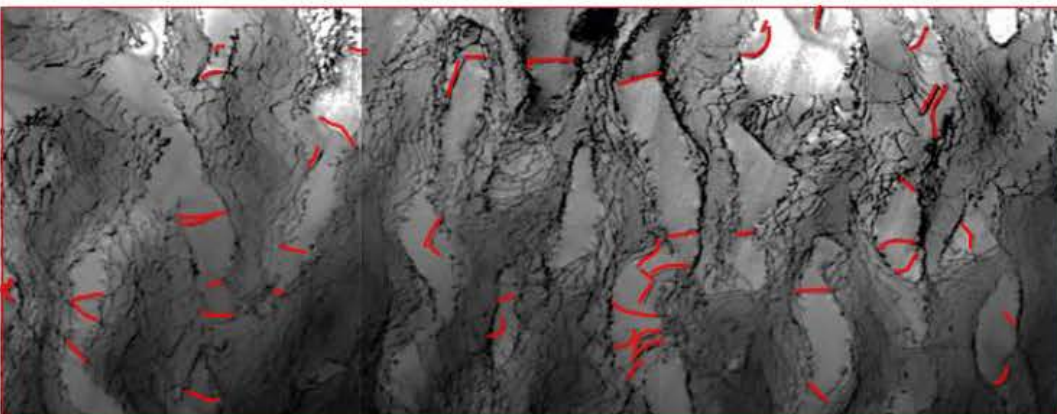
10. 2nd cartographie MET de S1 pour déterminer la densité de dislocation de γ'



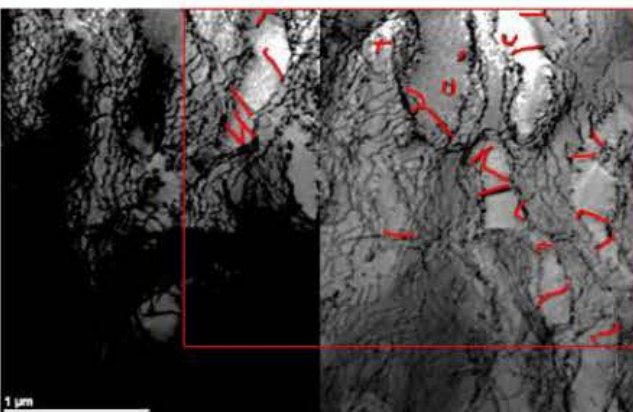
II. 2nd cartographie MET de S2 pour déterminer la densité de dislocation de γ'



77



51

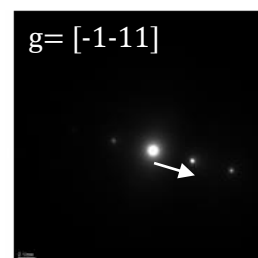
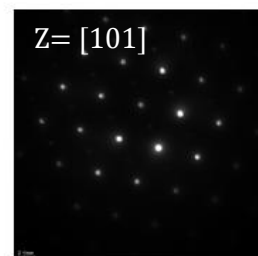
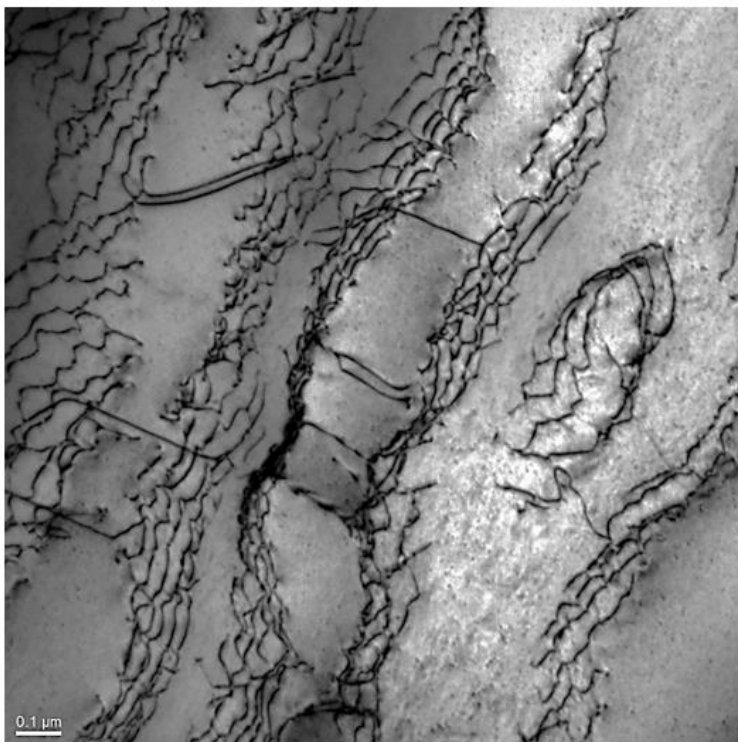
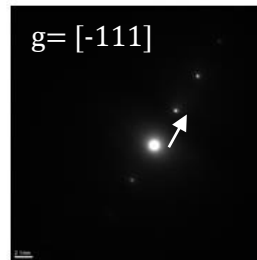
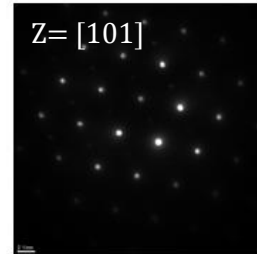
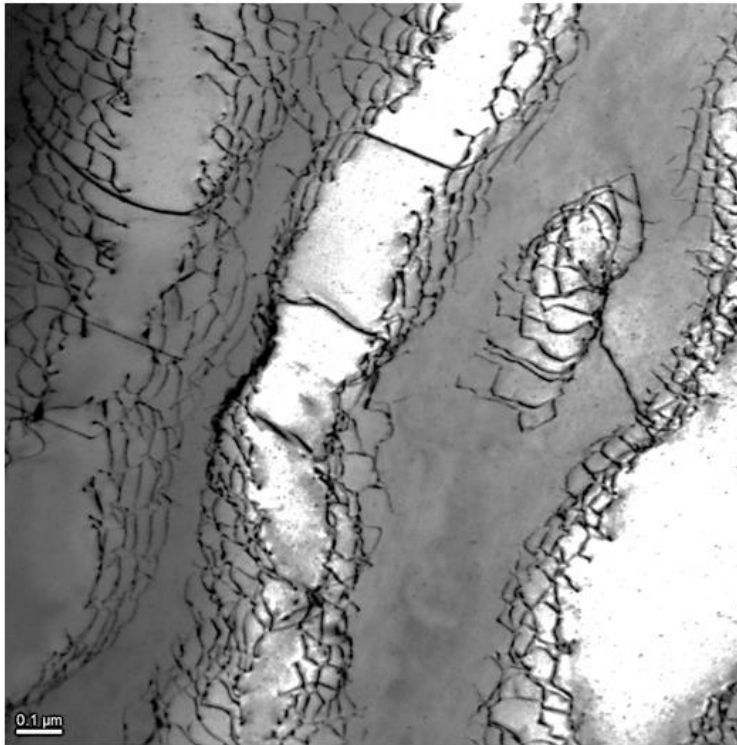


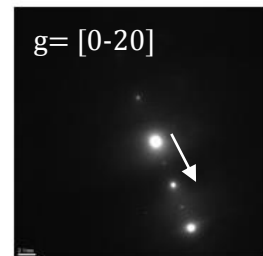
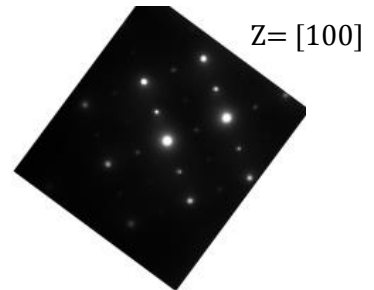
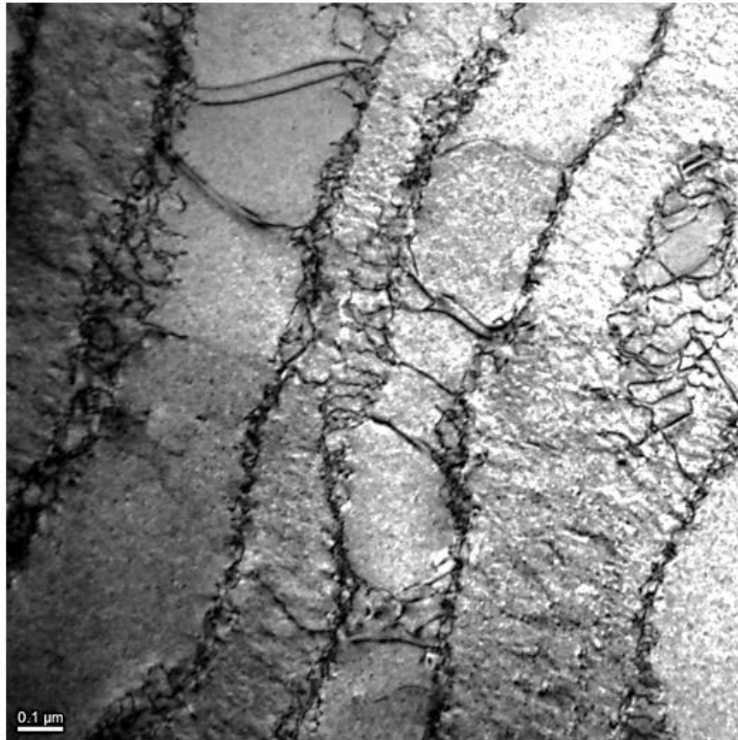
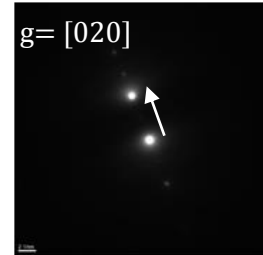
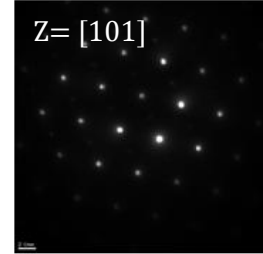
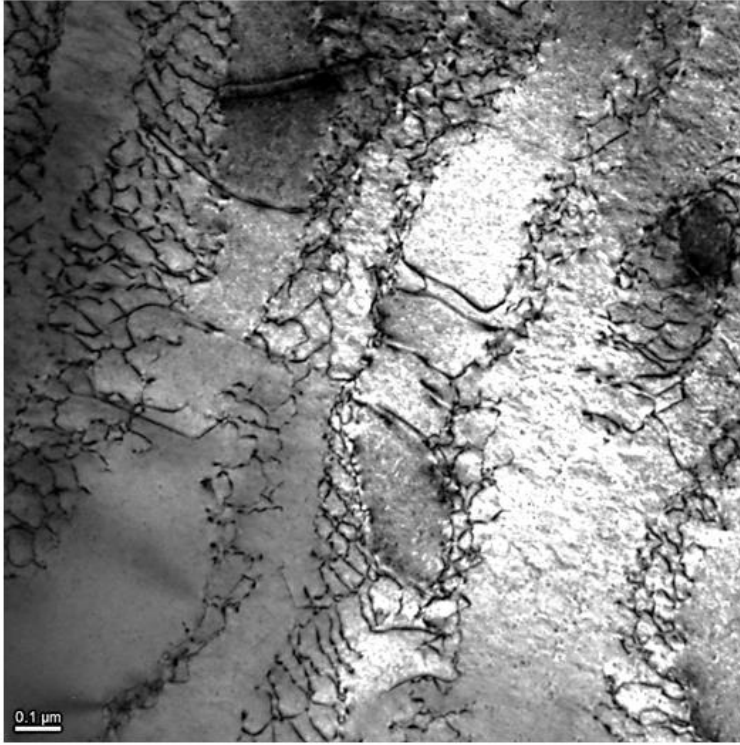
30

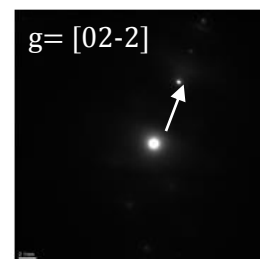
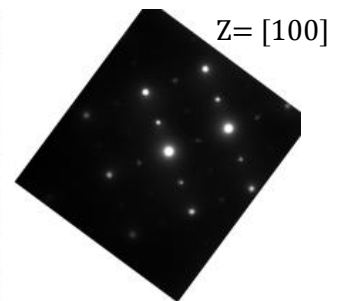
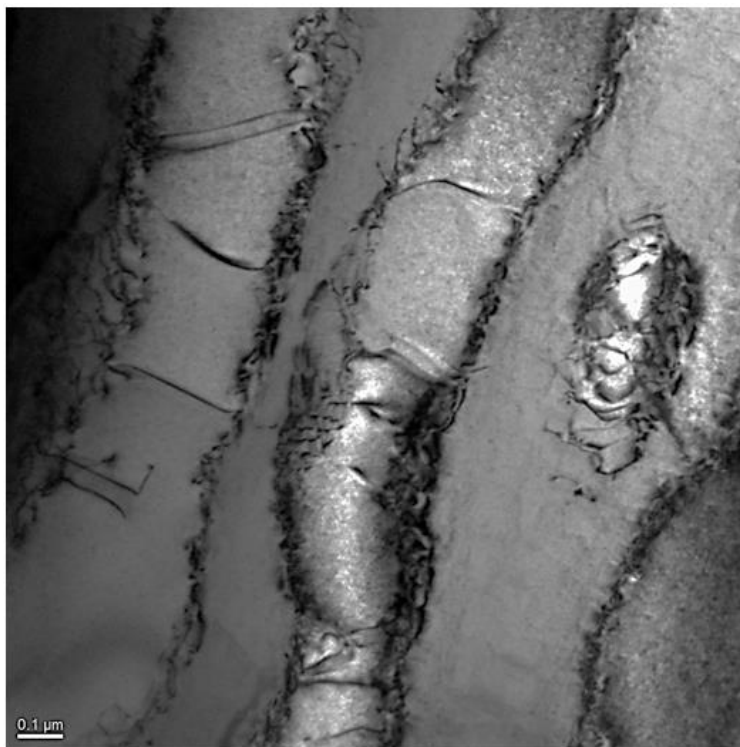
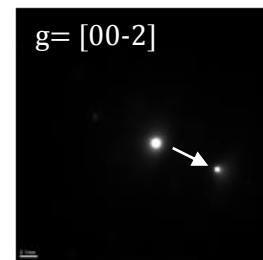
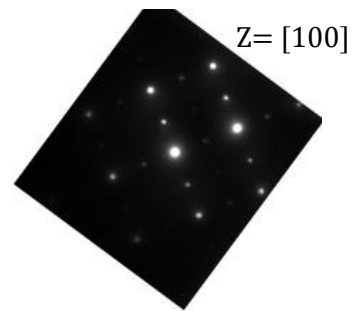
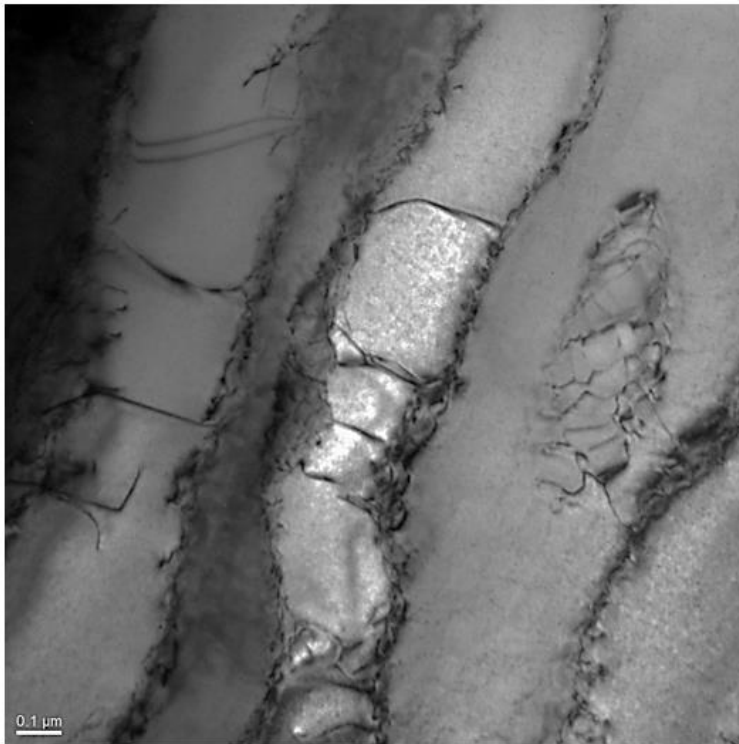
2 μm

12. Exemple de clichés MET pour l'identification des dislocations au sein de γ'

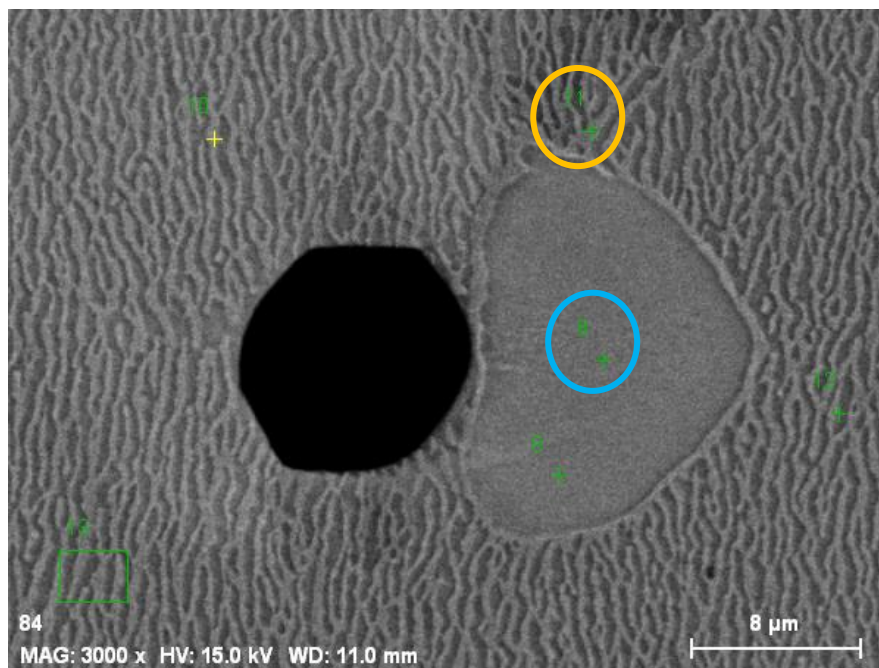
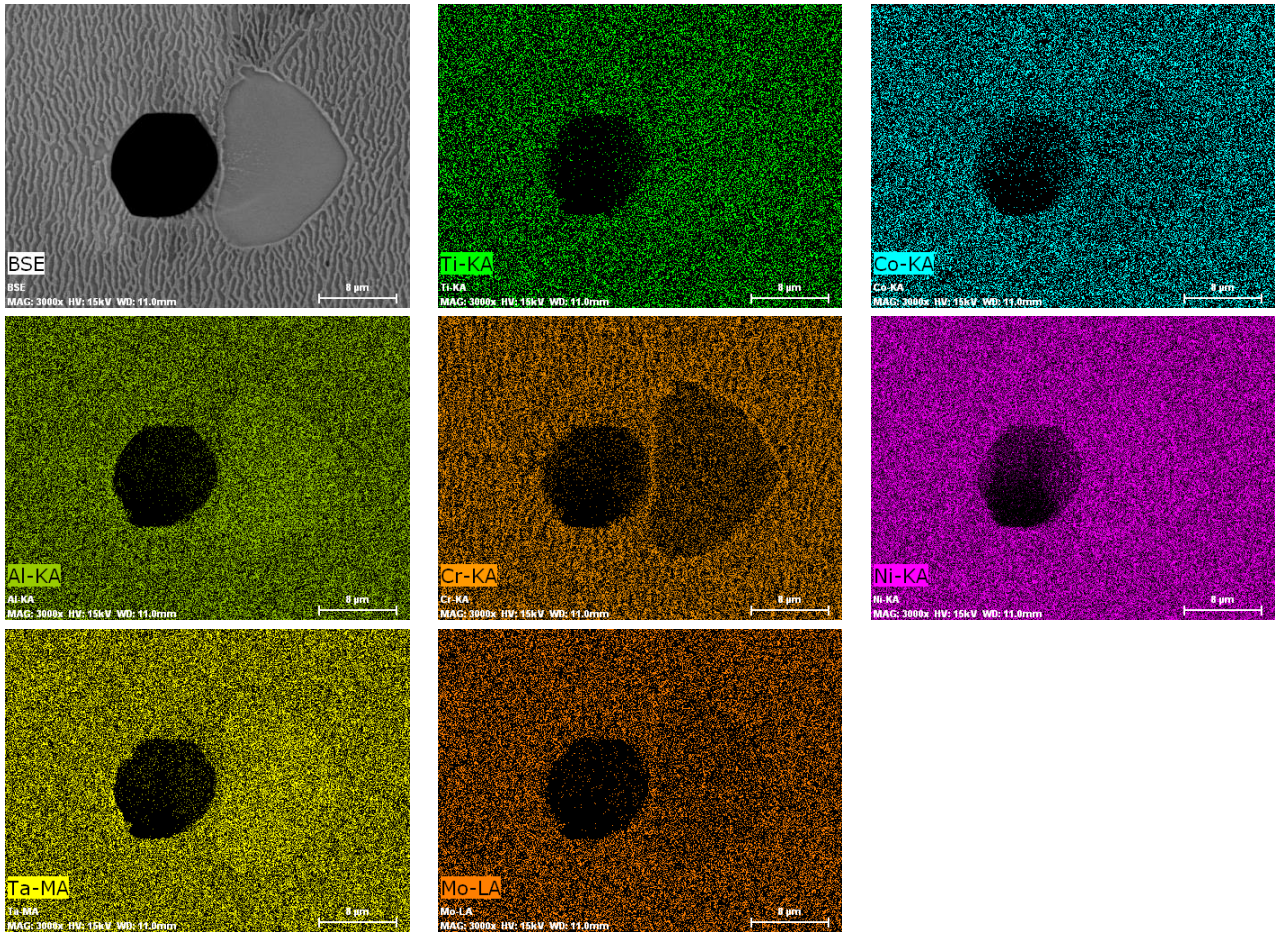
Échantillon L1

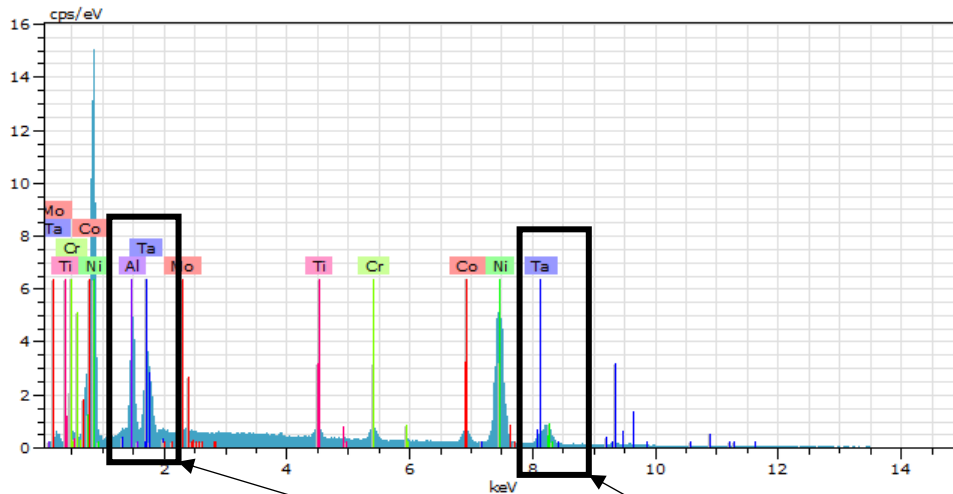






13. Résultats EDS (échantillon S2)





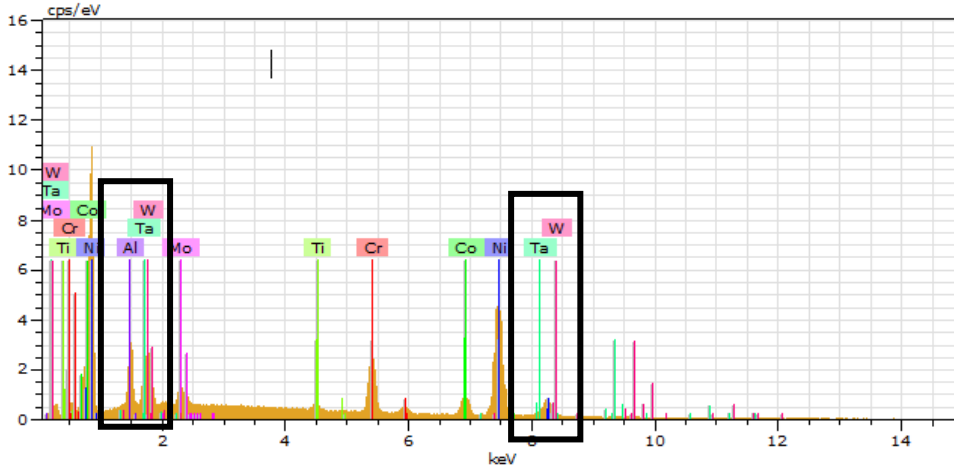
8

Date :08/12/2016 11:37:36 HT :15.0kV Taux de comptage (sortie) :7.33kcoups/s

| El | AN | Series | unn. [wt.%] | C norm. [wt.%] | Atom. [at.%] | Error (1 Sigma) [wt.%] |
|----|----|----------|-------------|----------------|--------------|------------------------|
| Al | 13 | K-series | 6.21 | 6.97 | 15.18 | 0.32 |
| Ti | 22 | K-series | 1.57 | 1.76 | 2.16 | 0.08 |
| Cr | 24 | K-series | 2.09 | 2.35 | 2.65 | 0.10 |
| Co | 27 | K-series | 4.04 | 4.53 | 4.52 | 0.17 |
| Ni | 28 | K-series | 63.13 | 70.85 | 70.95 | 1.97 |
| Mo | 42 | L-series | 0.43 | 0.48 | 0.30 | 0.05 |
| Ta | 73 | M-series | 11.64 | 13.06 | 4.24 | 0.54 |

Total: 89.10 100.00 100.00

Difficultés à distinguer W et Ta



11

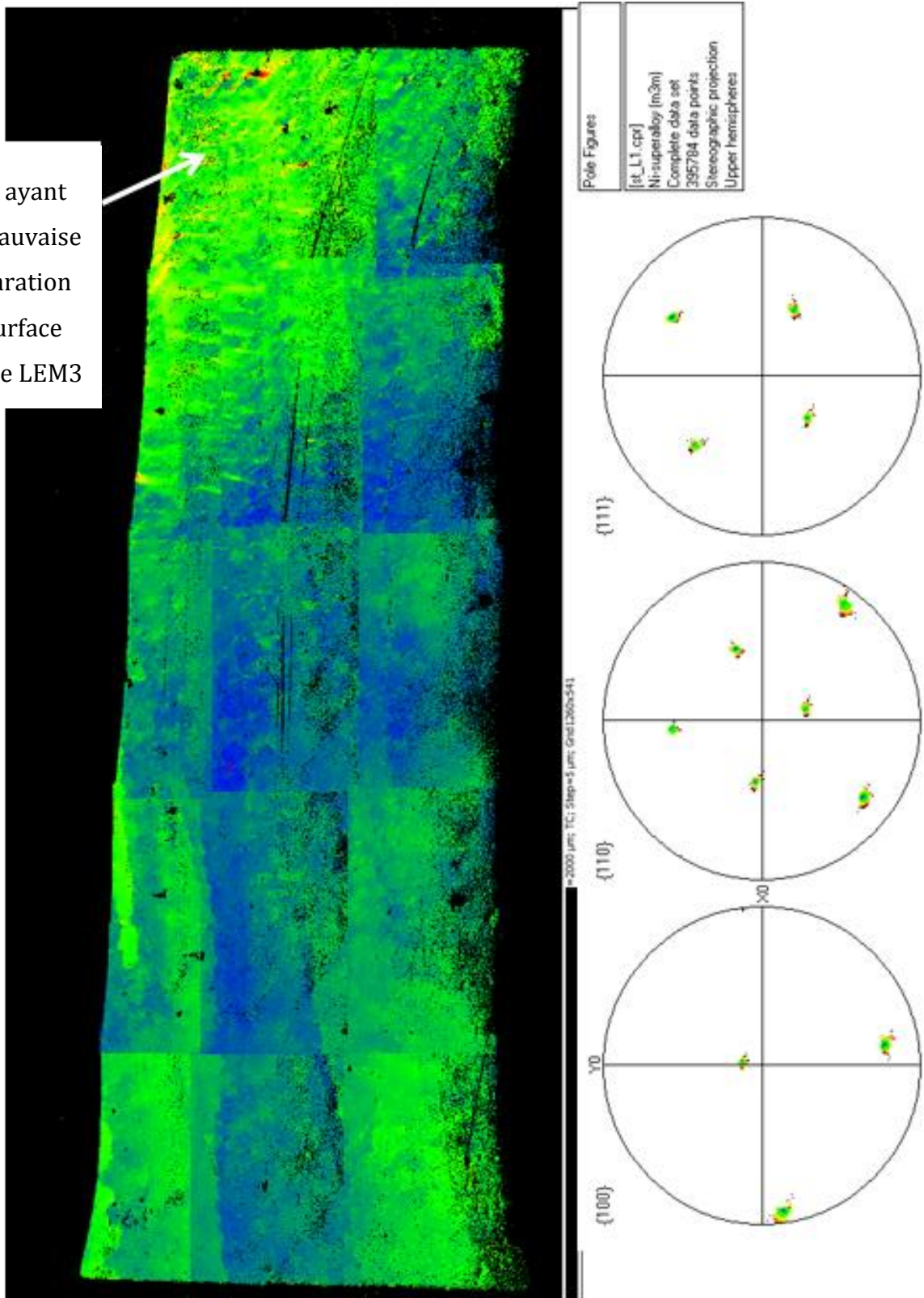
Date :08/12/2016 11:44:15 HT :15.0kV Taux de comptage (sortie) :6.95kcoups/s

| El | AN | Series | unn. [wt.%] | C norm. [wt.%] | Atom. [at.%] | Error (1 Sigma) [wt.%] |
|----|----|----------|-------------|----------------|--------------|------------------------|
| Al | 13 | K-series | 4.10 | 4.31 | 9.65 | 0.22 |
| Ti | 22 | K-series | 0.80 | 0.84 | 1.06 | 0.06 |
| Cr | 24 | K-series | 10.49 | 11.03 | 12.81 | 0.34 |
| Co | 27 | K-series | 7.35 | 7.73 | 7.93 | 0.27 |
| Ni | 28 | K-series | 57.87 | 60.89 | 62.65 | 1.81 |
| Mo | 42 | L-series | 2.73 | 2.87 | 1.81 | 0.13 |
| Ta | 73 | L-series | 8.72 | 9.17 | 3.06 | 0.38 |
| W | 74 | L-series | 3.00 | 3.16 | 1.04 | 0.19 |

Total: 95.05 100.00 100.00

14. Résultats EBSD (traitement LEM3)

Zone ayant une mauvaise préparation de surface selon le LEM3



15. Clichés de tomographie de S2

