# Propriétés en fatigue à grand et très grand nombre de cycles et à haute température des superalliages base nickel monogranulaires

Alice Cervellon

▶ **To cite this version:**

Alice Cervellon. Propriétés en fatigue à grand et très grand nombre de cycles et à haute température des superalliages base nickel monogranulaires. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique - Poitiers, 2018. Français. NNT : 2018ESMA0009 . tel-01940424

**HAL Id: tel-01940424**
**https://theses.hal.science/tel-01940424**

Submitted on 30 Nov 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.

# THESE

Pour l'obtention du Grade de
DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE ET D'AEROTECHNIQUE
(Diplôme National – Arrêté du 25 mai 2016)

Ecole Doctorale :
Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique

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

**Présentée par :**

**Alice CERVELLON**

**********

# Propriétés en fatigue à grand et très grand nombre de cycles et à haute température des superalliages base nickel monogranulaires

**********

Directeur de thèse **Yves NADOT**
Co-encadrants **Jonathan CORMIER**
**Zéline HERVIER**

**********

Soutenue le 12 novembre 2018
devant la Commission d'Examen

**********

## JURY

Président :
**DESMORAT Rodrigue**, Professeur, LMT, ENS, Paris Saclay

Rapporteurs :
**FAVIER Véronique**, Professeure, Laboratoire PIMM, ENSAM, Paris
**RISBET Marion**, Professeure, Laboratoire Roberval, UTC, Compiègne

Membres du jury :
**CALLOCH Sylvain**, Professeur, IRDL, ENSTA Bretagne, Brest
**CORMIER Jonathan**, Maître de Conférence, Institut P', ISAE-ENSMA, Poitiers
**HERVIER Zéline**, Ingénieure de recherche, Safran Helicopter Engines, Bordes
**NADOT Yves**, Professeur, Institut P', ISAE-ENSMA, Poitiers

# REMERCIEMENTS

Cette thèse s'est déroulée au sein du département « Physique et Mécanique des Matériaux » de l'Institut Pprime, dans les locaux de l'ISAE-ENSMA, et en collaboration avec Safran Helicopter Engines dans le cadre d'une bourse CIFRE. J'aimerai tout d'abord remercier Sandrine Lesterlin et Zéline Hervier de m'avoir sélectionnée pour cette thèse, ainsi que Patrick Villechaise et José Mendez qui ont fait partie, avec Jonathan Cormier, de mon comité d'accueil lors de mon arrivée au laboratoire.

J'aimerai maintenant me tourner vers les membres de mon jury de thèse, présidé par Rodrigue Desmorat (ENS Cachan), à qui je remercie d'avoir accepté cette responsabilité. Merci à Véronique Favier (ENSAM) et Marion Risbet (UTC) d'avoir rapporté ce manuscrit et d'en avoir tiré des remarques constructives qui permettent d'élargir le champ de travail de cette thèse. Merci également à Sylvain Calloch (ENSTA Bretagne) d'avoir examiné mes talents de « romancière » (même si le coupable est connu dès le départ…). Les discussions scientifiques qui ont suivi la soutenance avec vous 4 ont été d'une grande richesse, avec de nombreux sujets abordés. Merci à vous d'avoir suscité un réel intérêt et une curiosité scientifique sur cette étude.

Merci également à Fabien Corpace (Safran Aircraft Engines) d'avoir examiné le travail en tant qu'invité avec un œil avisé et pragmatique d'industriel. Nos discussions au cours de ma dernière année de thèse et ton aide apportée ont été décisives, notamment au niveau des approches de prédiction. Merci encore. Par la même occasion, je remercie tous les industriels qui ont montré leur intérêt dans ces travaux en y contribuant matériellement et scientifiquement, et/ou en se déplaçant à la soutenance, tels que J. Delautre et S. Hamadi (Safran Aircraft Engines), L. Mataveli Suave et V. Jaquet (Safran Tech), E. Drouelle, S. Charles et A. Mattiello (Safran Aircraft Engines) et A. Suzuki (GE Global Research). A ces noms, j'ajoute celui de T.M. Pollock (UCSB) et de J.W. Jones (UMich) pour leurs commentaires qui ont abouti à certaines caractérisations plus poussées dans ces travaux.

La recherche constante du lien entre étude académique et réalité industrielle n'aurait pas pu se faire sans l'encadrement averti de Zéline Hervier du côté de Safran Helicopter Engines. Merci Zéline d'avoir été sensible à laisser une liberté de faire et de publier afin de répondre aux questions académiques, tout en cherchant à exploiter directement ces résultats du côté industriel. La participation de François Vogel et Marc Dijoud lors de nos réunions d'avancement à Bordes a également été déterminante sur certaines voies à explorer. J'aimerai vous remercier pour vos remarques toujours clairvoyantes. J'ajoute aux personnes à remercier les membres du bureau d'étude que j'ai pu croiser, ainsi que G. Saint-Martin des

Expertises. Merci également à V. Proton et à l'équipe de production d'avoir su me consacrer du temps afin de faire les traitements de surface sur des éprouvettes. J'exprime une très profonde gratitude envers G. Barteau et A. Burteau de m'avoir aidée dans le dimensionnement des éprouvettes de fatigue ultrasonore en travaillant sur le modèle et le maillage. Votre contribution a été décisive dans le développement rapide de ce banc. Anthony, j'aimerai aussi te remercier plus personnellement pour ton encadrement au début de ma thèse, ainsi que ton soutien et ta bienveillance qui ont perduré par la suite. Merci ☺. Mes séjours à Pau ont toujours été chaleureux grâce aux personnes que j'ai pu croiser dans le service Matériaux (autour d'un bon gâteau) telles que Oliver, Philippe, François, Vincent, Baptiste, Marie-Pierre et les nombreux apprentis. Ces remerciements valent aussi pour l'équipe « métallo » et des essais mécaniques. Finalement, mes souvenirs à Pau se terminent sur Baptiste, Vincent, Rémi (!!!) et les mémorables soirées Patxaran…

Du côté du laboratoire, mes remerciements vont aussi être très nombreux… ! J'aimerai tout d'abord remercier mon directeur de thèse, Yves Nadot, d'avoir suivi ma fin de thèse malgré une situation pas toujours facile à gérer. Vient maintenant le tour de mon encadrant principal, Jonathan. Merci pour ta disponibilité 24h/24, 7j/7 (comment faire sans Whatsapp ?) et de m'avoir poussée à chaque fois à faire mieux que la fois d'avant ! C'est toi qui m'as donné le goût de la recherche. Je retiens tes deux leitmotivs qui me suivront dans ma carrière : être en avance de phase et ne pas oublier d'où l'on vient. J'aimerai également remercier Denis Bertheau et toute l'équipe technique qui font un travail formidable dans ce laboratoire. Remerciements spéciaux à Florent Mauget, qui a contribué au développement du banc de fatigue ultrasonore en m'aidant dans la mesure et le contrôle de la température. Damien, tu as également un rôle d'importance car tu as plus d'une fois fait des soins électroniques (et palliatifs…) à la machine !! Merci également Médéric pour ton aide sur le vibrophore ; et Florence pour les essais de la 8862, tout ce qui touchait à la microscopie, ainsi que pour ta présence rassurante lorsque j'avais des coups de stress ou des coups de mous ! Ces travaux ont aussi été possibles grâce à l'usinage efficace des éprouvettes en amont par Laurent et Théo. J'aimerai aussi remercier Jacques pour ses nombreuses idées et conseils qui ont permis de développer rapidement le banc de fatigue. Malgré tes airs d'ours tu m'as toujours aidée, merci ! Dans ces remerciements, je me dois également d'ajouter le nom de François, mon stagiaire qui m'a permis de prendre de la hauteur sur mes travaux. Enfin, merci au personnel administratif constitué de Brigitte, Karine, Francine et Eliane pour leur aide et leurs sourires communicatifs. J'aimerai aussi remercier tous les permanents que j'ai pu rencontrer pendant ces trois ans et avec qui j'ai échangé au détour d'un couloir, dans un bureau, ou autour d'un café (Azdine, Patrick, Gilbert, Pascal, Sylvie, Carole, Laurence, Véronique, Catherine, Mandana, Christine, Olga, Xavier, Loïc, Guillaume, Mickaël, David, Anne-Laure, Marc, Maxime C., ….).

Et finalement… que serait ce laboratoire sans les doctorants et postdocs que j'ai pu rencontrer ?? Merci aux vieux (Camille, mon coach sportif Benjamin, Louis, Elodie, Bibé, Thibault, Amélies, Stéphane, Ousseynou, Juliens, Andréa), moins vieux (Emeline, François et ton rire trop communicatif (Eh mec !), Lorena, Selim), jeunes (Sami, Caroline, Clément, Nicolas et tes fractions volumiques, Adèle, Pierre, Satoshi, Romain), bébés (Sarah, Luciana !), postdocs (Maxime, Arantxa…) et la mafia italienne (Antonio, Fédé, Vincenzo, Giuseppe, Marina, Adriana, M-C) pour avoir mis dans ses trois années de nombreux rires, fou-rires, débats, discussions sans queue ni tête et pour les partages sur les galères de la thèse dans la cafet, lors d'une sortie (merci l'ATEM), autour d'une bière, ou pendant une séance abdos. Mention spéciale pour la folle des twerks (et des ti punchs…) Lucille !

Ces trois ans n'auraient pas été pareils si les personnes suivantes n'avaient pas été présentes, et avec qui j'ai tissé des liens qui sortent des murs du laboratoire ☺. Merci à mes co-bureaux Nathan, Layla (ouaieeen !!) et le « petit » dernier Paulito qui ont rendu mémorable l'ambiance au B008. Les hauts et bas ont été vécus ensemble, et vous avez dû supporter mes coups de stress et mes Cervellonittes (tu m'as parlé ?), merciii !!! La team girly avec Aude et Gaëlle (vous avez compris la blague ?) a également permis de voir ses 3 ans défiler à une vitesse folle ☺ J'ajoute à ces personnes Harrisson, dont son nom rime avec soirées cocktails et jeux…. Enfin, la fin de thèse a été inoubliable grâce à la team Carton Jaune 🟨 (composée des arbitres professionnels Cyril, Blanche et Paulito) pour déstresser, merci à vous !

Je voudrais finir ses remerciements avec les constantes de ma vie : ma famille et mes amis de longue date. Merci à mes amis de l'UTC, et plus spécifiquement à ceux qui ont fait le déplacement pour me voir soutenir. Enfin, si j'en suis arrivée là c'est bien grâce au soutien sans faille pendant ces trois ans, mais aussi sur toutes les étapes de ma vie, de ma famille. Merci à mes parents, ma sœur (Laura ♥) et à ma tata. J'ai aussi une pensée pour mes grands-parents, qui font partie des modèles à suivre dans ma vie et qui me rappellent d'où je viens.

La dernière personne à remercier est celle avec qui je partage tout depuis plus de deux ans. Les évènements propres à la vie sont partagés et vécus ensemble, et cela m'a rendu plus forte. Elle a également eu l'honneur (ou le mérite…) de me supporter pendant la rédaction et le week-end précédant ma soutenance… Merci Samuel.

*Merci à tous !*

# SOMMAIRE

TABLE DES NOTATIONS ..... vii

INTRODUCTION ..... 1

CHAPITRE I – ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE ..... 7

**I.1. Introduction ..... 9**

**I.2. Développement des superalliages : application aux turbines à gaz ..... 9**

**I.3. Procédés d'élaboration par voie de fonderie ..... 12**

I.3.1. Solidification dirigée et procédés associés ..... 12

I.3.2. Singularités associées aux procédés ..... 14

I.3.3. Améliorations du procédé de solidification ..... 21

**I.4. Microstructure et composition chimique des superalliages base nickel monogranulaires ..... 23**

I.4.1. Microstructure et phases γ/γ' ..... 23

I.4.2. Composition chimique et différentes générations ..... 24

I.4.3. Phases TCP ..... 27

I.4.4. Évolution de la microstructure ..... 29

**I.5. Comportement mécanique et durabilité des superalliages base nickel monogranulaires ..... 32**

I.5.1. Mécanismes de déformation à basse, intermédiaire et haute températures ..... 32

I.5.2. Propriétés en traction ..... 36

I.5.3. Propriétés en fluage ..... 38

**I.6. Fatigue des superalliages base nickel monogranulaires ..... 41**

I.6.1. Généralités en fatigue ..... 41

I.6.2. Durée de vie et modes de rupture ..... 43

I.6.3. Influence de la morphologie des précipités ..... 45

I.6.4. Influence des défauts de procédé ..... 48

**I.7. Spécificités de la fatigue à très grand nombre de cycles (VHCF) ..... 55**

**I.8. Bilan de l'étude bibliographique et motivations ..... 60**

CHAPITRE II – METHODE EXPERIMENTALES ..... 63

**II.1. Introduction ..... 65**

**II.2. Matériaux et moyens expérimentaux ..... 65**

II.2.1. Matériau principal de l'étude ..... 65

II.2.2. Matériaux ajoutés et motivations de leur étude ..... 68

II.2.3. Essais mécaniques conventionnels ..... 73

II.2.4. Techniques de caractérisation ..... 78

**II.3. Développement du banc de fatigue ultrasonore à haute température ..... 80**

II.3.1. Principe de fonctionnement de la machine ..... 80
II.3.2. Essais à haute température ..... 86
II.3.3. Dimensionnement de l'éprouvette et des lignes ..... 88
II.3.4. Instrumentation ..... 101
II.3.5. Procédure d'essai ..... 107

**II.4. Synthèse des conditions d'essais ..... 110**

**CHAPITRE III – MECANISMES DE RUPTURE ET D'AMORÇAGE A TRES HAUTE FREQUENCE ..... 111**

**III.1. Introduction ..... 113**

**III.2. Rôle de la microstructure ..... 113**
III.2.1. Microstructures étudiées ..... 113
III.2.2. Durées de vie à R = -1 et R = 0.8 ..... 114
III.2.3. Modes de rupture associés ..... 116
III.2.4. Influence de la dégradation de la microstructure ..... 122

**III.3. Influence des défauts de fonderie ..... 125**
III.3.1. Motivations de l'étude et description des essais ..... 125
III.3.2. Impact de la taille de pore ..... 126
III.3.3. Impact des carbures et eutectiques ..... 130
III.3.4. Précipitation de phases TCP ..... 136

**III.4. Influence de l'oxydation sur le mode de rupture à 20 kHz ..... 140**
III.4.1. Mise en évidence de l'influence de l'oxydation ..... 140
III.4.2. Influence d'une pré-oxydation ..... 142
III.4.3. Cas des (ultra)-longues durées de vie ..... 144

**III.5. Rôle du fluage à fort rapport de charge ..... 145**

**III.6. Mécanismes d'amorçage de fissures ..... 149**
III.6.1. Mécanisme d'amorçage à fort rapport de charge ..... 150
III.6.2. Mécanismes d'amorçage en fatigue pure (R = -1) ..... 154
III.6.3. Impact de l'environnement ..... 174

**III.7. Bilan ..... 178**

**CHAPITRE IV – INFLUENCE DE LA FREQUENCE SUR LES MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT ..... 181**

**IV.1. Introduction ..... 183**

**IV.2. Modes de rupture et durée de vie entre 0.5 et 70 Hz ..... 183**
IV.2.1. Résultats à 70 Hz ..... 183
IV.2.2. Résultats à 0.5 Hz ..... 187
IV.2.3. Comparaison des trois fréquences étudiées ..... 191

**IV.3. Influence de l'environnement ..... 194**
IV.3.1. Pourquoi comparer le CMSX-4 et le MAR-M200+Hf ? ..... 194
IV.3.2. Caractérisation de la couche oxydée ..... 196
IV.3.3. Compétition entre défauts internes et surface ..... 203
IV.3.4. Endommagement par oxydation : une question de temps ou de nombre de cycles ? ..... 206

**IV.4. Influence du fluage ..... 207**
IV.4.1. Cas des forts rapports de charge ($R \geq 0.8$) ..... 207
IV.4.2. Cas des rapports de charges intermédiaires ($0 \leq R \leq 0.3$) ..... 213

**IV.5. Bilan de l'influence de la fréquence ..... 216**

**CHAPITRE V – PREDICTION DE LA DUREE DE VIE EN FATIGUE A HAUTE TEMPERATURE ..... 217**

**V.1. Introduction ..... 219**

**V.2. Prédictions en fatigue pure sans influence de l'environnement ..... 219**

**V.3. Prédictions en fatigue à rapport de charge positif ..... 225**
V.3.1. Prise en compte de l'endommagement en fluage ..... 225
V.3.2. Méthode « sinus » ..... 228

**V.4. Cumul fatigue – fluage : modèle de Wright ..... 232**

**V.5. Diagrammes de Goodman ..... 235**
V.5.1. Diagramme de Goodman « expérimental » à $10^8$ cycles ..... 236
V.5.2. Prédictions du diagramme ..... 238

**V.6. Paramètres influençant le diagramme de Goodman ..... 240**
V.6.1. Méthode d'élaboration ..... 241
V.6.2. Dégradation de la microstructure ..... 242

**V.7. Bilan ..... 245**

**CONCLUSION ET PERSPECTIVES ..... 247**

**ANNEXES ..... 253**

**Annexe A – Matrice d'essai ..... 255**

**A.1. Essais de traction à 1000°C ..... 255**

**A.2. Essais de fluage isotherme à 1000°C ..... 257**

**A.3. Essais de fatigue oligocyclique (LCF) à 1000°C et 0.5 Hz ..... 259**

**A.4. Essais de fatigue à grand nombre de cycles (HCF) à 1000°C et 70 Hz ..... 260**

**A.5. Essais de fatigue à très grand nombre de cycles (VHCF) à 1000°C et 20 kHz ..... 261**

**Annexe B – Détermination de la limite d'élasticité** ..... 264

**B.1. Détermination de la limite d'élasticité du CMSX-4** ..... 264

**B.2. Détermination de la limite d'élasticité du MAR-M200+Hf** ..... 264

**B.3. Détermination de la limite d'élasticité selon les conditions expérimentales** ..... 265

**Annexe C – Auto-échauffement lors de sollicitations en fatigue à haute fréquence** ..... 267

**Annexe D – Influence de l'état de surface sur les propriétés en fatigue** ..... 271

**D.1. Influence du sablage et du revêtement sur les propriétés en fatigue à grand nombre de cycles** .. 271

**D.2. Influence de la zone recristallisée sur les propriétés en fatigue gigacyclique** ..... 277

**RÉFÉRENCES** ..... 279

# TABLE DES NOTATIONS

| | |
|---|---|
| **SX** | Monograin (Single Crystal) |
| **DS** | Solidification dirigée (Directionnally Solidified) |
| **HP** | Haute Pression |
| **TET** | Température en Entrée de Turbine |
| **γ** | Matrice CFC |
| **γ'** | Précipités |
| **CIC** | Compaction Isostatique à Chaud |
| **LMC** | Liquid Metal Cooling |
| **TCP** | Topologically Closed-Packed |
| **HCF** | Fatigue à grand nombre de cycles (High Cycle Fatigue) |
| **LCF** | Fatigue oligocyclique (Low Cycle Fatigue) |
| **VHCF** | Fatigue à très grand nombre de cycles ou fatigue gigacyclique (Very High Cycle Fatigue) |
| **MEB** | Microscope Electronique à Balayage |
| **MEB-FEG** | MEB à canon à effet de champ (Field Emission Gun) |
| **SEI** | Electrons secondaires (Secondary Electrons) |
| **BSE** | Electrons rétrodiffusés (Backscattered Electrons) |
| **EDS** | Analyse en énergie dispersive (Energy Dispersive Spectrometry) |
| **EBSD** | Diffraction d'électrons rétrodiffusés (Electron Backscatter Diffraction) |
| **GROD** | Désorientation locale par rapport à l'orientation cristallographique moyenne (Grain Reference Orientation Deviation) |
| **FSD** | Détecteur d'électrons rétrodiffusés vers l'avant (Forward Scatter Detector) |
| **OP-S** | Solution de silice colloïdale |
| $\sigma_a$ | Contrainte alternée |
| $\sigma_{moy}$ | Contrainte moyenne |
| $\sigma_{max}$ | Contrainte maximale<br>$\sigma_{max} = \sigma_{moy} + \sigma_a$ |
| **ΔK** | Amplitude du facteur d'intensité de contrainte |
| $\Delta K_{th}$ | Seuil de propagation de fissures longues |
| **FIP** | Fatigue Indicator Parameter |
| **ZR** | Zone Rugueuse |

# INTRODUCTION

Les superalliages base nickel monogranulaires sont une classe de matériaux considérée comme « niche », car ils sont principalement utilisés pour fabriquer des aubes de turbines à gaz. Dans le cas des turbines haute pression (HP) des moteurs d'hélicoptères, les aubes sont contenues dans la partie la plus chaude du moteur et sont en contact direct avec les gaz brûlés. L'environnement est donc particulièrement agressif, sans compter les chargements mécaniques provoqués par la rotation de la turbine. Ces alliages, qui conservent une stabilité microstructurale et une bonne tenue mécanique à une température pouvant atteindre 80 % de leur température de fusion, sont donc privilégiés dans l'élaboration de ce type de composant.

La rotation de la turbine haute pression induit un effort centrifuge important sur les aubes qui, combiné à la haute température, provoque deux endommagements principaux : l'allongement de l'aube par fluage et de la fatigue oligocyclique au niveau du pied de sapin (Figure i(a)). Ces deux endommagements sont connus et bien étudiés dans la littérature sur ce type de matériau (Brien et Décamps, 2001; Matan et al., 1999). La fatigue à grand et très grand nombre de cycles est également une sollicitation pouvant apparaître sur l'aube, et plus spécifiquement sur son profil, si cette dernière entre en résonance par l'excitation de l'un de ses modes propres (Figure i(b)). Les sources typiques d'excitation de ces modes sont les harmoniques ou ordres de rotation du moteur. Cette fatigue peut devenir endommageante si le mode excité, dont la fréquence est généralement comprise entre 1 et 10 kHz, conduit à des amplitudes d'oscillations élevées. Afin d'éviter cet endommagement, les aubes sont dimensionnées afin que leurs fréquences d'excitation soient éloignées des ordres de rotation du moteur en régime de croisière (Cowles, 1996).

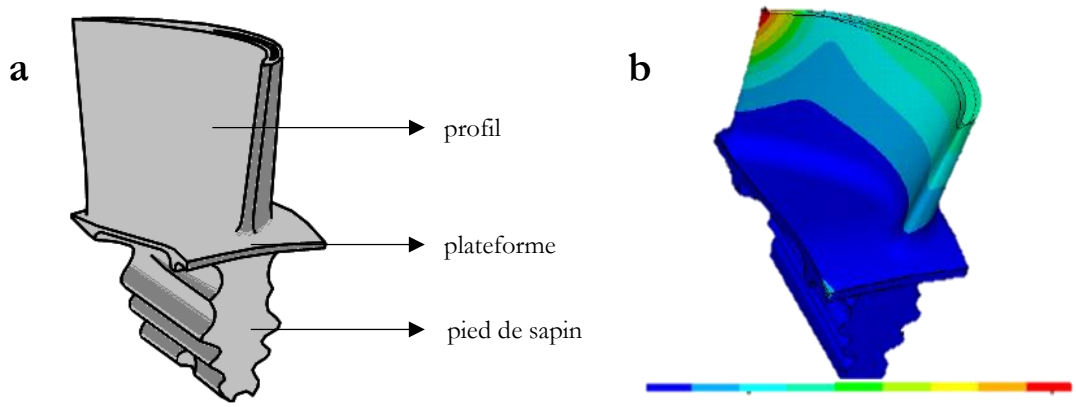


Figure i – Schéma d'une aube de turbine haute pression (a) ; mode propre d'une aube de tubine haute pression (b).

Néanmoins, l'aube de turbine peut entrer en résonance lors de régimes transitoires, mais également après plusieurs heures de service en raison de leur allongement par fluage, qui peut alors modifier leurs fréquences d'excitation initiales. Afin de valider leur dimensionnement, la méthode la plus commune consiste à mesurer les contraintes dynamiques et statiques (alternées et moyennes) lors de l'excitation

de l'aube, et de les comparer au diagramme de Goodman de l'alliage construit pour un nombre de cycles donnés ($10^7$ ou $10^9$ cycles) et une température donnée. Les dimensions de l'aube sont alors validées si les contraintes mesurées sont inférieures à la limite d'endurance déterminée.

Avoir une méthode de dimensionnement, comme celle présentée ci-dessus, est maintenant exigé par les agences de sécurité aériennes telles que l'EASA (EASA, 2003) sur tous les composants de la turbine pouvant être amenés à vibrer. Aussi, cette conformité demande une large base de données matériaux afin de construire les diagrammes de Goodman. Le plus souvent, ces derniers sont construits à partir d'essais sur éprouvettes en laboratoire, avec des machines de fatigue conventionnelles travaillant entre 10 et 100 Hz. Ces essais sont généralement éloignés des conditions « réelles » de l'aube, puisqu'ils sont conduits sur des états de référence, non représentatifs des états de surface d'aubes de turbines. De plus, les fréquences d'essais conventionnellement utilisées sont très différentes des fréquences d'excitation des aubes, difficilement atteignables en laboratoire, et peuvent impliquer des effets de temps. Enfin, l'historique de la pale, notamment si elle entre en résonance après fluage, n'est pas pris en compte dans ce type de diagramme.

C'est dans ce contexte industriel avec les problématiques citées ci-dessus que s'inscrivent ces travaux de thèse. Afin d'étudier l'influence de la fréquence sur les propriétés en fatigue à grand nombre de cycles des superalliages base Ni monogranulaires, une machine de fatigue ultrasonore travaillant à 20 kHz a été utilisée. En complément d'essais conduits à plus basse fréquence, cette machine a ainsi permis d'encadrer par des fréquences d'essais de laboratoire, les fréquences d'excitation des aubes de turbine. L'utilisation de cette machine a également un autre fort intérêt scientifique : la fréquence de sollicitation permet d'atteindre un nombre de cycles difficilement atteignables à plus basse fréquence. A 20 kHz, $10^9$ cycles sont ainsi atteints en 14 heures alors que 170 jours sont nécessaires à 70 Hz. Le régime de fatigue à très grand nombres de cycles ($>> 10^7$ cycles) des superalliages base Ni monogranulaires est un domaine très peu connu et étudié dans la littérature, d'autant plus à haute température (Furuya *et al.*, 2012; Morrissey et Golden, 2007; Yi *et al.*, 2007). Aussi, un effort important a été déployé au cours de cette thèse afin de caractériser les modes de rupture et les mécanismes d'amorçage opérant dans ce domaine. L'influence de l'état de surface, bien qu'essentiel à étudier afin d'être représentatifs du composant, n'a donc été que rapidement abordé dans ces travaux (annexe D) afin de mieux évaluer les points mentionnés ci-avant.

Ce manuscrit s'articule autour des cinq chapitres suivants :

→ Le chapitre I fait un état de l'art des superalliages base nickel monogranulaires en présentant dans un premier temps leur procédé d'élaboration et leur microstructure. Le comportement général et les endommagements retrouvés en traction et en fluage, en lien avec les paramètres mentionnés ci-dessus, sont ensuite exposés. Dans un second temps, l'intérêt est porté sur les propriétés en fatigue des superalliages base Ni monogranulaires, en prenant en compte les effets de température,

d'environnement et des conditions de chargement. L'influence du procédé d'élaboration et de la microstructure de l'alliage est également examinée. Ce chapitre est clôturé par la description des spécificités de la fatigue à très grand nombre de cycles (dite « gigacyclique ») en prenant exemple sur d'autres alliages métalliques tels que les aciers à haute résistance.

→ Le chapitre II détaille la provenance et les traitements appliqués à l'alliage de référence de cette thèse, le CMSX-4, ainsi que des autres alliages utilisés. Les essais mécaniques conventionnels employés, ainsi que les techniques de caractérisation utilisées au cours de ces travaux sont ensuite présentés. La dernière partie de ce chapitre s'attache à développer le principe de fonctionnement de la machine de fatigue ultrasonore utilisée et le travail, en termes de dimensionnement et de contrôle de la température, effectué afin d'utiliser ce banc à haute température.

→ Le chapitre III est centré sur l'ensemble des résultats en fatigue à très grand nombre de cycles obtenus sur la machine de fatigue ultrasonore. Le nombre d'essais effectués et la finesse de caractérisation permettent de présenter des résultats originaux et inédits dans la littérature. Dans un premier temps, l'influence de la microstructure et du procédé d'élaboration sur les propriétés en fatigue à très grand nombre de cycles est détaillée. L'activation de modes d'endommagement par fluage à fort rapport de charge et haute température, et leurs répercussions sur les propriétés en fatigue sont discutées. Les spécificités des essais à très longue durée de vie ($> 10^9$ cycles) et l'influence de l'environnement, qui sont des résultats jusqu'à maintenant non publiés dans la littérature, sont également présentés. Les caractérisations effectuées permettent finalement de proposer un mécanisme d'amorçage propre aux superalliages base nickel monogranulaires et à ce régime de fatigue.

→ Le chapitre IV a pour objectif de décrire l'influence de la fréquence sur la durée de vie et le mode de rupture à haute température de ces alliages, en considérant l'influence qu'a ce paramètre sur les endommagements dépendants du temps tels que l'oxydation et le fluage. Les essais conduits sur le CMSX-4 à 20 kHz, ainsi qu'à 0.5 et 70 Hz, sous différents rapports de charge et différentes plages de durées de vie, permettent d'apporter des éléments de réponse avec des comparaisons avec d'autres alliages ayant des propriétés intrinsèques différentes.

→ Le chapitre V clôt le manuscrit en proposant un modèle de prédiction de la durée de vie en fatigue à haute température du CMSX-4 et des superalliages base Ni monogranulaires. Il permet de construire le diagramme de Goodman du CMSX-4 pour une fréquence et durée de vie donnée, en fonction des paramètres impactant le plus la durée de vie. Le modèle proposé permet ainsi de lever un conservatisme important lorsque ce dernier est construit à partir de données obtenues à partir

d'essais de fatigue « conventionnels ». L'influence de l'historique de la pale sur la forme du diagramme est également discutée.

# CHAPITRE I

# ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

# Sommaire

**I.1. Introduction** ..... **9**

**I.2. Développement des superalliages : application aux turbines à gaz** ..... **9**

**I.3. Procédés d'élaboration par voie de fonderie** ..... **12**

I.3.1. Solidification dirigée et procédés associés ..... 12

I.3.2. Singularités associées aux procédés ..... 14

I.3.3. Améliorations du procédé de solidification ..... 21

**I.4. Microstructure et composition chimique des superalliages base nickel monogranulaires** ..... **23**

I.4.1. Microstructure et phases γ/γ' ..... 23

I.4.2. Composition chimique et différentes générations ..... 24

I.4.3. Phases TCP ..... 27

I.4.4. Évolution de la microstructure ..... 29

**I.5. Comportement mécanique et durabilité des superalliages base nickel monogranulaires** ..... **32**

I.5.1. Mécanismes de déformation à basse, intermédiaire et haute températures ..... 32

I.5.2. Propriétés en traction ..... 36

I.5.3. Propriétés en fluage ..... 38

**I.6. Fatigue des superalliages base nickel monogranulaires** ..... **41**

I.6.1. Généralités en fatigue ..... 41

I.6.2. Durée de vie et modes de rupture ..... 43

I.6.3. Influence de la morphologie des précipités ..... 45

I.6.4. Influence des défauts de procédé ..... 48

**I.7. Spécificités de la fatigue à très grand nombre de cycles (VHCF)** ..... **55**

**I.8. Bilan de l'étude bibliographique et motivations** ..... **60**

## I.1. Introduction

Ce chapitre a pour objectif d'établir une étude bibliographique qui permet de relier le procédé d'élaboration et la microstructure des superalliages base nickel monogranulaires, à leur comportement et endommagement sous différentes sollicitations mécaniques. La durabilité en fatigue sera le point focal de cette étude.

Dans un premier temps, un historique du développement de ces alliages en lien avec celui des turbines à gaz est présenté. Le procédé d'élaboration par solidification dirigée est décrit, ainsi que les singularités inhérentes et les moyens pour les limiter, voire les supprimer.

Dans un second temps, la composition chimique et la microstructure des superalliages base nickel monogranulaires sont présentées. Les mécanismes de déformation et le comportement général en traction et fluage de ces matériaux sont ensuite exposés.

Une attention particulière est portée aux propriétés en fatigue des superalliages base nickel monogranulaires. L'effet du temps et de la température sont discutés, notamment sur les modes de rupture et la durée de vie de ces alliages. L'impact de la microstructure et des singularités associées aux procédés d'élaboration est ensuite exposé.

Enfin, l'étude se termine sur la spécificité de la fatigue gigacyclique et de ses mécanismes d'amorçage. Les aciers à haute résistance et d'autres alliages métalliques sont mentionnés afin de décrire ces caractéristiques, très peu d'études ayant été menées sur les superalliages base Ni monogranulaires.

## I.2. Développement des superalliages : application aux turbines à gaz

Le développement des superalliages est connu pour être étroitement lié à celui des turbines à gaz, utilisées par exemple comme mode de propulsion dans les hélicoptères (turbomoteurs) et les avions (turboréacteurs). Le principe d'une turbine à gaz est de transformer une énergie thermique en une énergie mécanique à partir de la combustion d'un mélange gazeux (Reed, 2008). Dans le cas des turbomoteurs à double arbre utilisés dans les moteurs d'hélicoptère (voir Figure I. 1), le mélange gazeux en sortie de chambre de combustion arrive sur une turbine haute pression (HP), qui entraîne le compresseur du moteur. Les gaz arrivent ensuite sur une deuxième turbine, appelée libre ou basse pression, qui transforme l'énergie cinétique et thermique de ces gaz en énergie mécanique permettant d'entraîner l'arbre relié aux pales d'hélicoptère au travers d'une boîte de réduction.

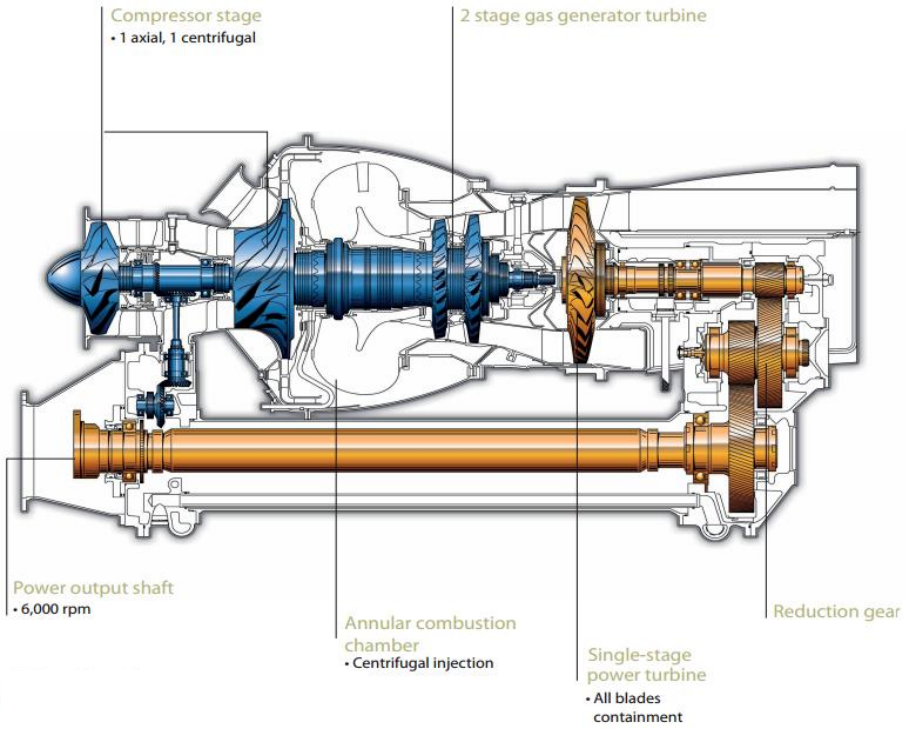


Figure I. 1 – Schéma du moteur Arriel (Safran Helicopter Engines) (« Brochure Arriel 1D1, Safran Helicopter Engines », 2012).

La puissance du moteur ainsi que sa consommation de kérosène sont directement reliées à la température en entrée de turbine HP (TET), qui peut atteindre aujourd'hui jusqu'à 1350°C. Les pièces de la turbine haute pression (disque et aube, montrées en Figure I. 2) sont donc critiques dans le dimensionnement de la turbine. Les aubes sont en contact direct avec l'environnement gazeux et à haute température. La vitesse de rotation de la turbine et les efforts centrifuges ajoutent une deuxième criticité, qui demande l'utilisation de matériaux avec une bonne tenue mécanique à haute température.

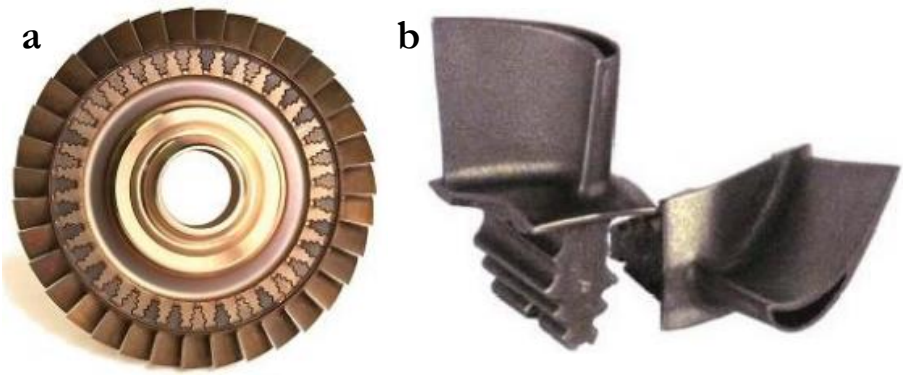


Figure I. 2 – Turbine HP (a) ; aubes de turbine HP (b).

Les premiers matériaux utilisés dans les turbines à gaz sont les aciers austénitiques (Sims *et al.*, 1987), de structure cristallographique cubique à faces centrées (CFC). La demande accrue d'avions puissants au cours de la Seconde Guerre Mondiale a rapidement été limitée par la tenue mécanique de ces alliages métalliques à des températures élevées. Des éléments chimiques tels que l'aluminium et le titane ont été

ajoutés dans une base « 80/20 » de nickel chrome afin d'augmenter les performances en fluage (Allen, 1951). Ces ajouts ont donné naissance à partir des années 40 aux premiers « superalliages » base nickel – fer (Sims *et al.*, 1987) tels que les « Nimonic », puis les « Inconel ».

Ces superalliages ont tout d'abord été améliorés au travers de leur composition chimique. L'ajout de nickel et de cobalt s'est fait au détriment du fer, pour devenir la base dominante de la structure CFC. Dans les années 50, un lien est créé entre la résistance à haute température des superalliages et la phase durcissante γ' jusque-là non observée (Versnyder, 1982), mais déjà mentionnée par Chevenard environ 50 ans plus tôt (Chevenard, 1928). Une attention fut alors portée sur l'ajout d'éléments d'alliage permettant d'augmenter la fraction volumique de cette phase jusqu'à 60 %. Les efforts ont ensuite été concentrés sur le procédé de fabrication des pièces (Versnyder, 1982) afin d'augmenter leur tenue mécanique à haute température en contrôlant la microstructure.

Une étape importante pour la fabrication de pièces telles que les aubes a été dépassée lors de la mise au point de procédés d'élaboration des lingots par Vacuum Induction Melting (VIM) et Vacuum Arc Remelting (VAR). Ces deux procédés de fusion sous vide ont permis de diminuer drastiquement les impuretés liées au procédé de fonderie. Ces lingots ont aidé au développement des pièces à géométrie complexe en utilisant la technique de fonderie à la cire perdue.

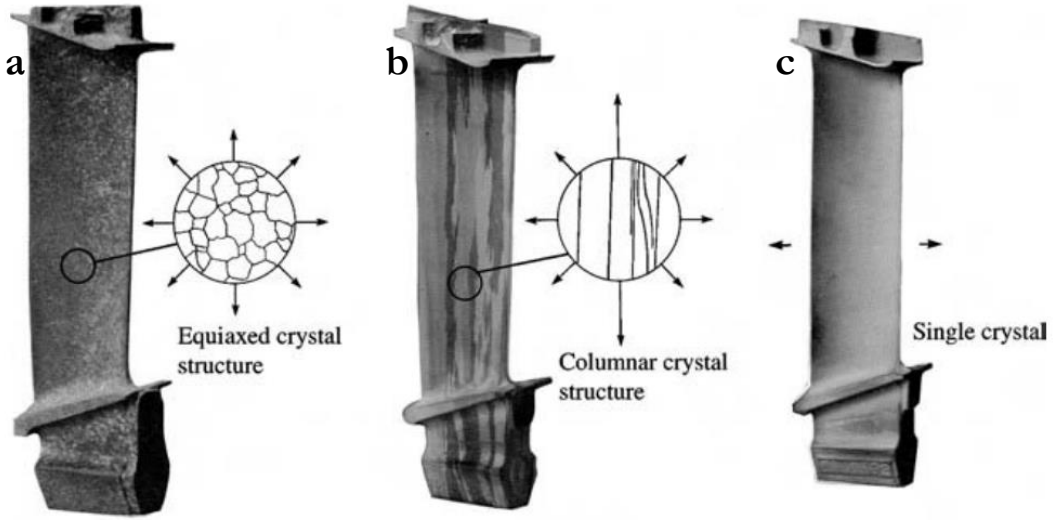


Figure I. 3 – Aube avec une structure : équiaxe (a) ; colonnaire DS (b) ; et monogranulaire SX (c) (Reed, 2008).

La suppression des grains perpendiculaires à l'axe de sollicitation a rapidement montré une meilleure tenue en fluage, en augmentant le temps à rupture des pièces et leur ductilité. Les aubes fabriquées par voie de fonderie sont ainsi passées de grains équiaxes à des grains colonnaires (DS pour Directionally Solidified) dans les années 60 (Figure I. 3(a) et (b)) (Versnyder et Shank, 1970). La Figure I. 4 montre l'important gain en durée de vie en fluage obtenu entre le MAR-M200 équiaxe et le MAR-M200 DS. C'est naturellement qu'à la fin des années 70 des pièces monogranulaires (SX pour Single Crystal) ont été développées (Figure I. 3(c)) par Pratt & Whitney (Versnyder et Shank, 1970), supprimant l'ensemble

des joints de grains pouvant provoquer une rupture intergranulaire. Ces superalliages ont permis de gagner encore en résistance en fluage par rapport aux alliages DS (voir Figure I. 4), et ont été utilisés dès les années 80 sur les avions commerciaux tels que le Boieng 767 et Airbus A310 (moteur JT9D) (Gell *et al.*, 1980). Ce sont ces superalliages base nickel monogranulaires qui sont étudiés dans ces travaux de thèse.

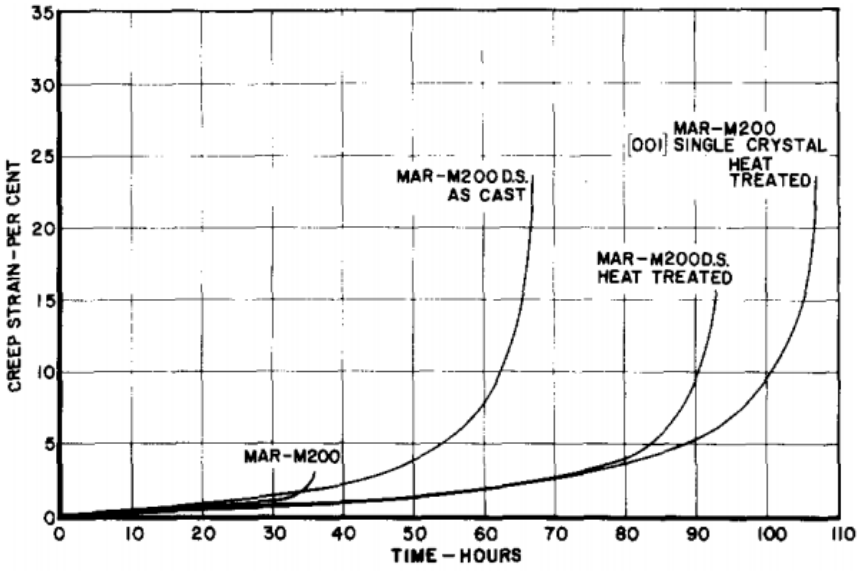


Figure I. 4 – Impact de la structure et du traitement thermique sur le comportement en fluage du MAR-M200 à 982°C/206.8 MPa. Les MAR-M200 DS et SX ont reçu les mêmes traitements thermiques, à savoir 1232°C/1 h suivi de 871°C/32 h. Repris de (Versnyder et Shank, 1970).

## I.3. Procédés d'élaboration par voie de fonderie

### I.3.1. Solidification dirigée et procédés associés

Afin de fabriquer des pièces à solidification dirigée (DS et SX), deux conditions principales doivent être satisfaites (Versnyder et Shank, 1970). Le flux de chaleur dans le moule doit être unidirectionnel afin que l'interface liquide-solide ne se déplace que dans une direction privilégiée. Aucune nucléation ne doit se former dans la partie liquide pendant l'avancée du front de solidification afin d'éviter toute recristallisation indésirable. Le procédé Bridgman est le plus ancien et est encore largement utilisé de nos jours pour fabriquer ce type de pièce. Son principe est illustré en Figure I. 5(a).

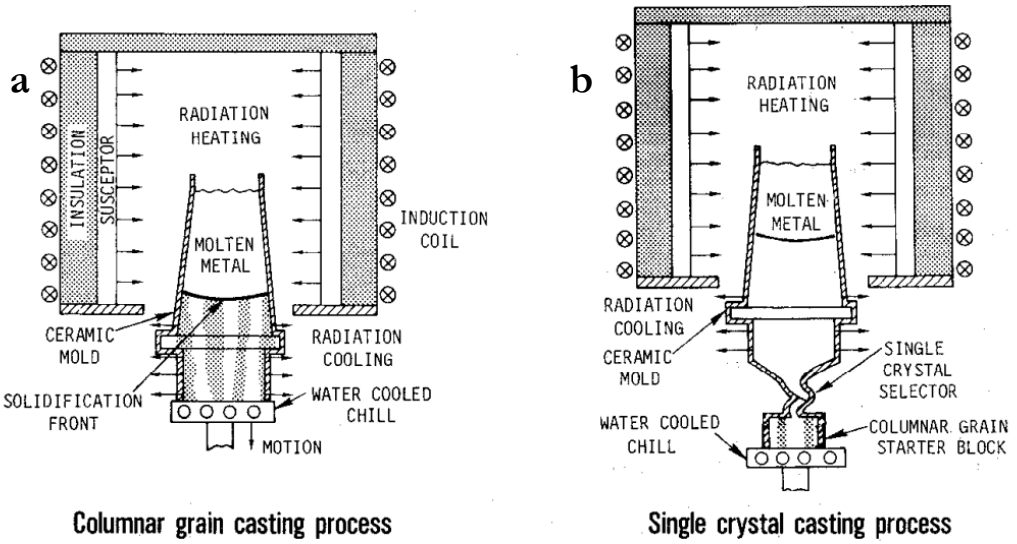


Figure I. 5 – Illustration du procédé de solidification Bridgman (Gell *et al.*, 1980) pour une pièce à grains colonnaires (DS) (a) ; et une pièce monogranulaire avec un sélecteur de grain (b).

Le moule placé dans la partie chaude d'un four sous vide est rempli de métal liquide porté à une température généralement supérieure à 1500°C. La base du moule est refroidie et agit comme site de nucléation de grains. L'environnement chaud permet d'éviter la nucléation surfacique de grains autre qu'au niveau de son socle. Le moule est ensuite déplacé progressivement dans la zone « froide » du four, créant un gradient thermique unidirectionnel. Ce contrôle permet de diriger la croissance des grains suivant la direction du gradient thermique. Dans le cas de pièces monogranulaires, un sélecteur de grain est placé entre le socle refroidi et le moule de la pièce afin de ne conserver qu'un seul grain (Figure I. 5(b)). Ce sélecteur peut avoir une forme hélicoïdale (Gell *et al.*, 1980), en tire-bouchon (Carter *et al.*, 2000; Wang *et al.*, 2014) ou avec un ou plusieurs angles droits (Strangman *et al.*, 1980). Une autre façon de n'avoir qu'un seul grain est de placer un germe ayant la direction cristallographique souhaitée sur le socle refroidi (Reed, 2008). Les méthodes peuvent aussi être combinées afin d'assurer à la pièce un caractère monogranulaire, en fonction de sa complexité géométrique.

De par le procédé de solidification, la structure du grain est formée de dendrites ayant suivi la même direction de croissance le long de l'interface solide-liquide (Flemings, 1974). La structure cristallographique des superalliages est CFC, ce qui favorise la nucléation et la croissance des dendrites suivant les orientations cristallographiques ⟨001⟩ (Gell *et al.*, 1980), et facilite l'élaboration de pièces suivant ces directions. Les directions principales s'avèrent avoir le module d'Young le plus faible, octroyant de bonnes propriétés mécaniques à chaud, particulièrement intéressantes dans le cas d'une aube de turbine qui subit un effort centrifuge (Versnyder et Shank, 1970). Au cours du refroidissement les dendrites se développent avec des bras secondaires suivant les directions ⟨100⟩ et ⟨010⟩. Il est important de noter qu'avec ce type de procédé, seule la direction principale est contrôlée, la direction secondaire (bras secondaires de dendrites) étant généralement aléatoire (Pineau et Antolovich, 2009).

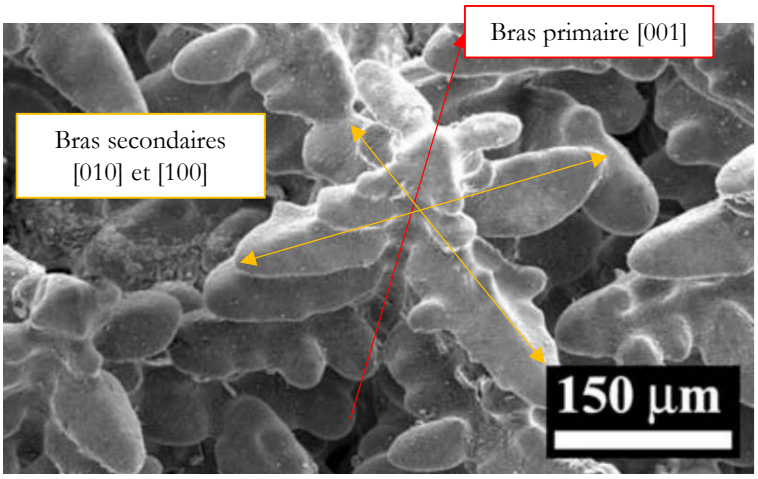


Figure I. 6 – Dendrite primaire avec ses bras secondaires. Repris et modifié depuis (Madison *et al.*, 2010).

### I.3.2. Singularités associées aux procédés

#### I.3.2.1. Grains indésirables

Le procédé de fabrication de pièces en superalliage base nickel monogranulaire comporte de nombreuses singularités inhérentes causées par certains paramètres de solidification (gradient thermique, vitesse de refroidissement, etc.) ou par une géométrie complexe du moule. En fonction de la fluctuation, différentes sortes de grains indésirables peuvent se former :

- Une instabilité au niveau de l'interface solide/liquide peut former des grains appelés « freckles » alignés suivant la direction de solidification (Copley *et al.*, 1970; Giamei et Kear, 1970).

- Dans les pièces monogranulaires, un groupe de dendrites peut croître avec une légère désorientation par rapport à l'axe des dendrites principales. Lorsque la désorientation est inférieure à 10°, un sous-joint de grains est formé (appelé « low-angle grain boundary »). En revanche lorsque cette désorientation dépasse 10°, un grain fortement désorienté se développe (appelé « high-angle grain boundary ») par rapport au grain « principal » (Sims *et al.*, 1987).

- Des contraintes résiduelles peuvent apparaître dans des pièces à géométrie complexe (Paul *et al.*, 1993) ou lors du démoulage de la pièce. Lors de l'étape de mise en solution décrite dans le paragraphe ci-après, ces contraintes sont relaxées et forment rapidement des grains recristallisés en surface (Burgel *et al.*, 2000).

Les superalliages base nickel monogranulaires ont été développés sans éléments chimiques renforçant les joints de grains afin d'augmenter leur température de fusion (Gell *et al.*, 1980). Quel que soit le type de grain mentionné ci-dessus formé, ils sont particulièrement néfastes sur les propriétés mécaniques en fatigue (He *et al.*, 2011; Paul *et al.*, 1993; Zhang *et al.*, 2004) et en fluage (Khan *et al.*, 1986; Xie *et al.*, 2011). Néanmoins ils sont facilement détectables sur les pièces à l'aide de moyens non destructifs. Ces

singularités ne sont donc pas trouvées dans les zones critiques des pièces en service. Leur impact sur les propriétés mécaniques ne sera pas discuté dans ce travail.

### I.3.2.2. Inhomogénéités chimiques et traitement thermiques

La croissance dendritique pendant la solidification induit une ségrégation chimique entre les dendrites et les zones interdendritiques (Karunaratne *et al.*, 2000). Les dendrites sont riches en éléments lourds tels que le tungstène, molybdène et rhénium alors que les zones interdendritiques contiennent en proportion élevée des éléments γ'-gènes tels que le titane et l'aluminium (Wilson *et al.*, 2003). La ségrégation d'éléments chimiques γ'-gènes dans les zones interdendritiques implique que les précipités sont plus grossiers dans cette zone (voir Figure I. 7). Une troisième phase appelée « eutectique » est aussi formée en fin de solidification des zones interdendritiques et est fortement γ'-gène (Versnyder et Shank, 1970) (voir Figure I. 7).

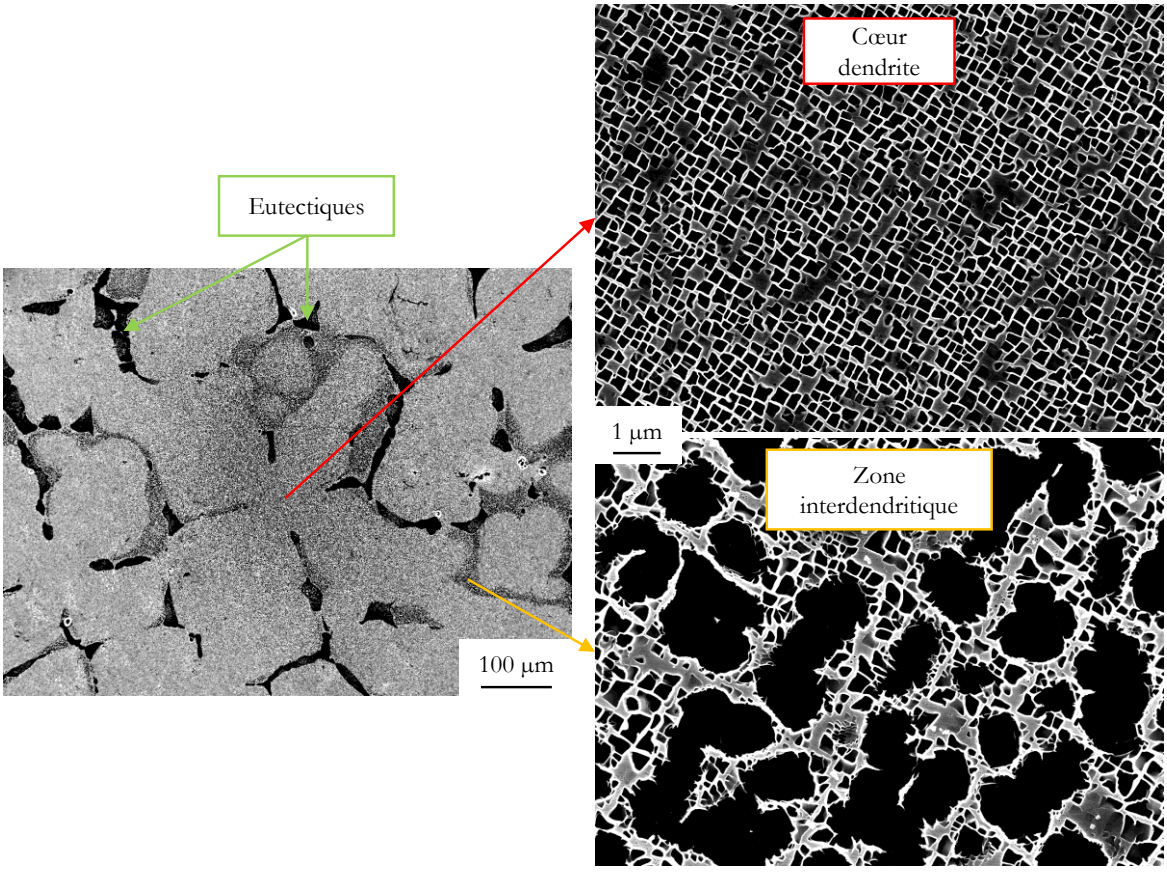


Figure I. 7 – Microstructure du CMSX-4 après solidification (« as-cast »). L'inhomogénéité chimique conduit à une inhomogénéité microstructurale importante après refroidissement entre les cœurs de dendrites et la zone interdendritique. Les eutectiques sont les zones en noir sur l'image de gauche. Images provenant de la thèse de R. Giraud (Giraud, 2014).

Ces inhomogénéités ont un impact considérable sur les propriétés mécaniques à chaud, notamment en fluage (Caron et Khan, 1983). Afin de diminuer ces hétérogénéités, une mise en solution est tout d'abord appliquée. Celle-ci est réalisée au-dessus de la température de solvus des précipités γ' afin de les dissoudre complètement, et partiellement gommer les inhomogénéités chimiques. Elle doit être en

revanche en-dessous de la température de brûlure de l'alliage (entre 1320 et 1360°C pour la plupart des alliages) afin d'éviter des zones de fusion. Il existe donc une fenêtre de mise en solution, qui facilite l'homogénéisation si elle est élargie (Versnyder, 1982). Généralement, la mise en solution se réalise autour de 1300 – 1330°C et par palier afin de diminuer progressivement la ségrégation et prévenir des zones de fusion très localisées. Ces zones de fusion diminuent drastiquement les propriétés en fatigue et doivent être évitées (Reed, 2008).

La mise en solution puis le refroidissement de la pièce s'accompagnent d'une reprécipitation plus fine de la phase γ' (Sims *et al.*, 1987). Un refroidissement rapide (300°C.min$^{-1}$ par rapport à 10°C.min$^{-1}$) permet d'obtenir une microstructure plus fine et régulière (Steuer *et al.*, 2014). Le refroidissement est suivi de deux (ou plus) traitements thermiques qui ont pour objectif, dans le cas de pièces revêtues, de créer une zone d'interdiffusion et d'augmenter l'accroche entre le revêtement et le substrat (Sims *et al.*, 1987). Sur les pièces dont le substrat est un superalliage base Ni, le premier revenu (R1) dit « de diffusion » permet d'aligner les précipités et de contrôler leur forme cubique. Ce revenu se réalise généralement entre 1050 et 1150°C pendant 4 ou 6 heures (Caron et Khan, 1983). Le deuxième revenu (R2) dit « de vieillissement », qui peut être suivi dans le cas de certains alliages d'un troisième revenu, augmente la taille des précipités γ' et diminue l'épaisseur des couloirs de la matrice. Ce revenu est réalisé à 870°C pendant 16 – 20 heures.

#### I.3.2.3. Eutectiques

La mise en solution ne permet pas toujours de dissoudre complètement toutes les inhomogénéités. Le graphique présenté en Figure I. 8 montre la fraction volumique en γ' des zones dendritiques, interdendritiques et eutectiques en fonction de la température de mise en solution du CMSX-11B (Burgel *et al.*, 2000). Les eutectiques ont une température de dissolution qui peut être dans certains cas proche voire au-dessus de la température de brûlure de l'alliage, empêchant une complètement dissolution de ces derniers (Caron et Khan, 1999; Wahl et Harris, 2016). Ces eutectiques ont une taille comprise entre 5 et 20 μm.

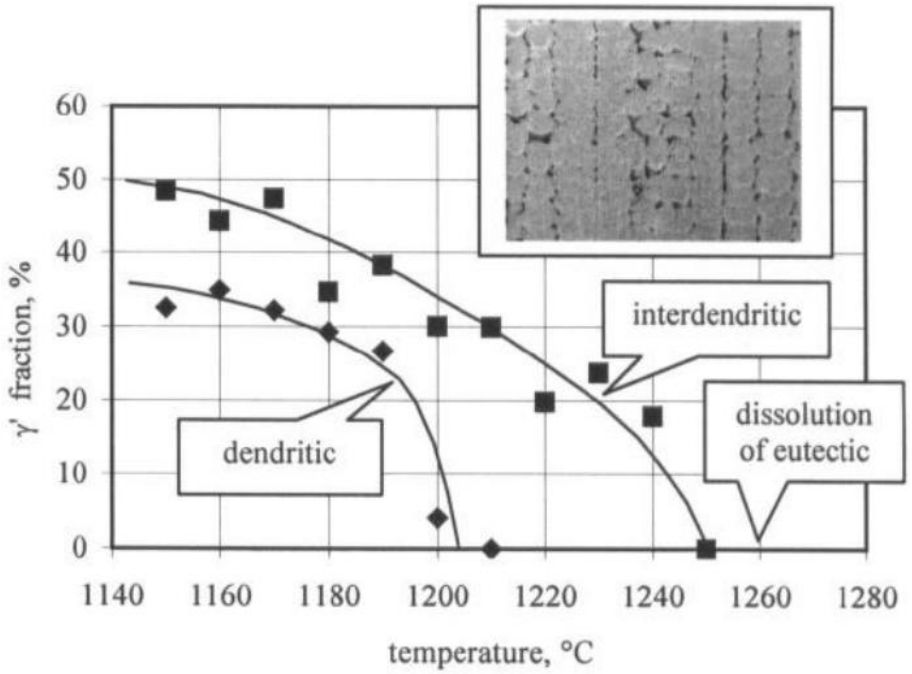


Figure I. 8 – Température de mise en solution de la phase γ' dans le CMSX-11B. La micrographie présente l'état « as-cast » de la pièce avec environ 6 % d'eutectiques (Burgel *et al.*, 2000).

Cette dissolution est plus difficile à conduire sur les superalliages base nickel monogranulaires de dernière génération qui contiennent des éléments lourds (Re, Ru et autres), qui diminuent la fenêtre de mise en solution (Caron et Khan, 1999). Une mise en solution complexe doit être réalisée avec de nombreux paliers, ce qui n'est pas toujours viable industriellement si la fenêtre est inférieure à 20°C. La fraction volumique d'eutectique est donc généralement plus élevée dans ces alliages (Caron et Khan, 1999). Elle doit être néanmoins contrôlée, les eutectiques pouvant être des sites d'amorçage de fissures en fatigue (Morrissey *et al.*, 2009; Morrissey et Golden, 2007).

#### I.3.2.4. Carbures

Les carbures sont historiquement présents dans les premiers superalliages base nickel monogranulaires coulés. Ils se retrouvent dans les pièces polycristallines afin de renforcer les joints de grains et augmenter la ductilité (Duhl et Sullivan, 1971). Les premiers superalliages base Ni monogranulaires, tels que le MAR-M200, ont des compositions chimiques identiques à leur version colonnaire (DS200).

Différents types de carbures existent, en fonction des circonstances de leur formation :

- les carbures primaires MC se forment directement lors de la solidification de l'alliage. Le M peut être du Ta, Ti, Hf et Nb.

- les familles plus complexes de carbures secondaires telles que les $M_{23}C_6$ se forment lors de la décomposition de certains MC pendant la mise en solution (Liu *et al.*, 2003; Versnyder et Shank, 1970) ou

longue exposition à haute température (Jiang *et al.*, 2014). Des $M_6C$ (Pessah *et al.*, 1992) et $M_7C_3$ peuvent aussi se former pendant un vieillissement (Pollock et Tin, 2006).

Les carbures peuvent avoir différentes morphologies (Pollock et Tin, 2006) telles qu'en aiguilles (chinese script) ou polyédriques (blocky), montrées en Figure I. 9(a). Ils sont régulièrement retrouvés sous forme de cluster, comme présenté dans la Figure I. 9(b). Ces clusters peuvent atteindre une taille d'environ 200 µm (Mataveli Suave, 2017).

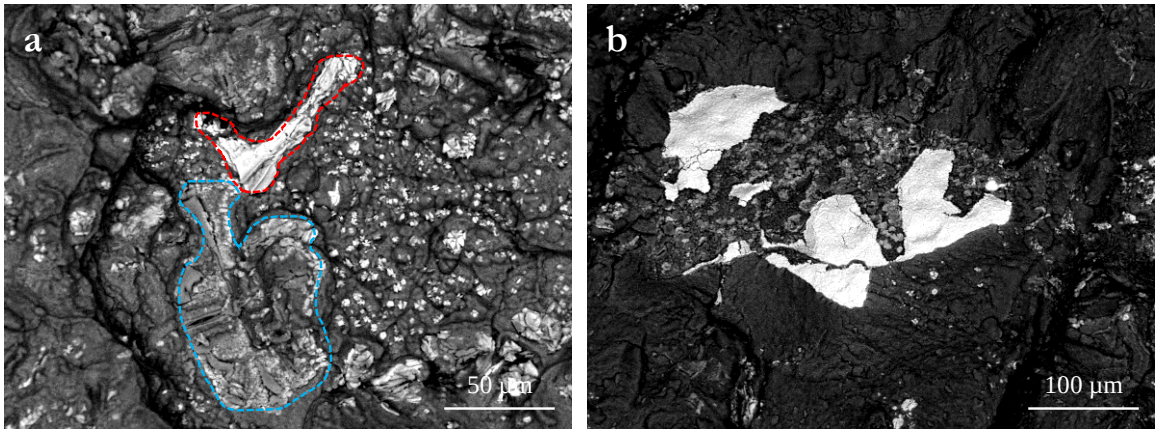


Figure I. 9 – Carbures de type « blocky » entouré en rouge et « chinese script » entouré en bleu dans une éprouvette en MAR-M200+Hf (a) ; cluster de carbures dans une éprouvette en DS200+Hf (b). Observations en microscopie électronique à balayage réalisées dans ce travail de thèse.

Les développements des superalliages base Ni monogranulaires ont supprimé les éléments d'alliage pouvant former des carbures et/ou des borures afin d'améliorer le traitement d'homogénéisation (Strangman *et al.*, 1980). Une augmentation nette des propriétés mécaniques des monograins a pu alors être démontrée par rapport aux alliages DS (Strangman *et al.*, 1980). Le carbone a ensuite été de nouveau rajouté en faible quantité dans ces alliages tels que le René N4 et PWA 1484 (également René N5, MK4 et GTD444) afin de faciliter leur coulabilité (Caron et Khan, 1999) et d'augmenter leur propreté. La présence de carbures a montré que l'alliage était moins sensible mécaniquement aux « low-angle boundaries » (Ross et O'Hara, 1996). Ces carbures permettent également d'augmenter les propriétés en fluage à haute température en bloquant le mouvement des dislocations (Versnyder et Shank, 1970).

Ces carbures peuvent néanmoins agir comme site d'amorçage de fissures lors d'essais de fatigue (Crompton et Martin, 1984; Morrissey *et al.*, 2009; Morrissey et Golden, 2007; Yi *et al.*, 2007). Ils sont particulièrement néfastes lors d'essais à haute température, où l'oxydation devient un facteur non négligeable. Dans le cas de carbures du MAR-M200+Hf et DS200+Hf, un maintien à 900°C pendant 5 minutes suffit à provoquer leur fissuration (Mataveli Suave *et al.*, 2016a). Les carbures situés en surface et subsurface deviennent alors des sites d'amorçage de fissures de fatigue privilégiés (Kontis *et al.*, 2018a).

### I.3.2.5. Pores

Les pores de fonderie (aussi appelés retassures ou pores de solidification) sont comme les dendrites, inhérents au procédé de solidification. Ils se forment pendant la solidification des espaces interdendritiques (voir schéma de la Figure I. 10(a)). Les zones mal alimentées en liquide vont se retirer par changement de masse volumique en solidifiant, et créer une zone de vide appelée pore de fonderie (Anton et Giamei, 1985). Ces pores ont des morphologies complexes qui suivent la forme des espaces interdendritiques (voir Figure I. 10(b)). La taille de ces pores dépend principalement de l'espacement compris entre les bras secondaires de dendrite (SDAS pour Secondary Dendrite Arm Spacing) (Brundidge *et al.*, 2012).

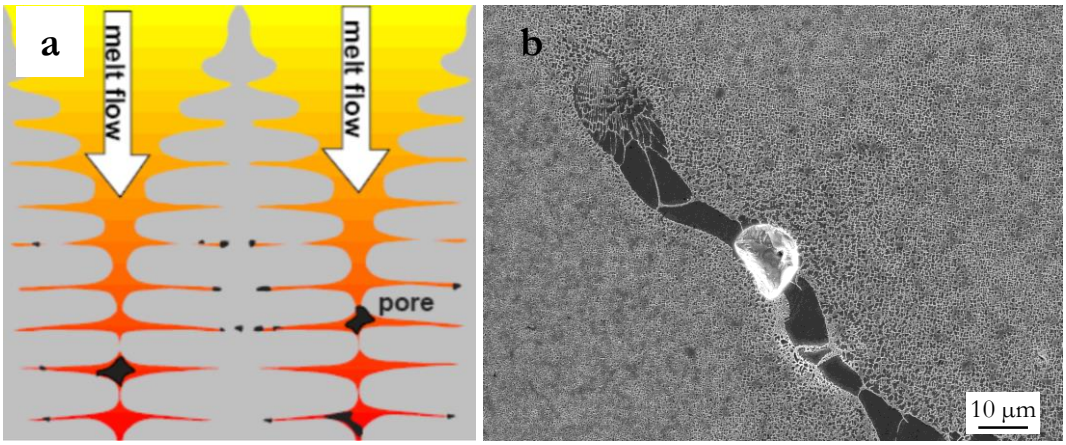


Figure I. 10 – Schéma décrivant la formation des pores de fonderie, proposé par Epishin *et al.* (a) (Epishin *et al.*, 2002) ; pore de fonderie entouré d'un eutectique dans un René N6 après solidification (b) (Cormier, 2018).

Il existe deux autres familles de pores, qui se forment plus tardivement :

- Les pores « d'homogénéisation » : ces pores apparaissent lors de la mise en solution (Anton et Giamei, 1985). Certains éléments chimiques majoritairement γ'-gènes tels que l'aluminium diffusent plus rapidement que d'autres, formant un déséquilibre au niveau des flux atomiques. Ce phénomène, appelé Kirkendall, produit alors des lacunes qui vont se condenser dans la zone de gradient et former des pores sphériques (cf. Figure I. 11(a)) (Anton et Giamei, 1985). Ces zones de gradient sont les eutectiques et les zones interdendritiques (Epishin *et al.*, 2013). Ces lacunes peuvent aussi se condenser dans des pores de fonderie pré-existants, augmentant ainsi leur taille (Anton et Giamei, 1985). Le caractère diffusif de ce phénomène implique que la fraction volumique des pores d'homogénéisation dépend de la température et de la durée de la mise en solution. Les superalliages avec un fort taux d'éléments réfractaires tels que ceux de la 3ème et 4ème génération sont donc susceptibles d'avoir une fraction volumique de ces pores plus élevée (Epishin *et al.*, 2013; Link *et al.*, 2006) comme le montre la Figure I. 11(b). Les pores d'homogénéisation contenus dans le CMSX-10 sont plus gros et plus nombreux que dans les autres superalliages monogranulaires présentés. Ils peuvent aussi se former lors d'un maintien à très haute température de la pièce (Epishin et Svetlov, 2016).

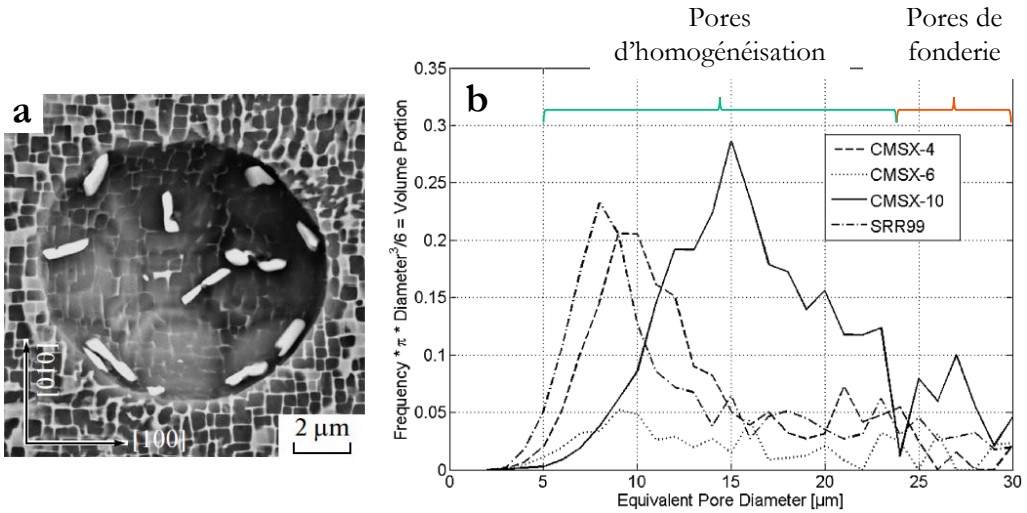


Figure I. 11 – Pore d'homogénéisation de forme sphérique dans un CMSX-10 après mise en solution par palier à 1315 – 1365°C pendant 45 h (Epishin et Svetlov, 2016) (a) ; fréquence de pores en fonction de leur diamètre pour différents superalliages base nickel monogranulaires. Repris et modifié de (Link *et al.*, 2006) (b).

- Les pores de « fluage » ou de déformation, d'après Epishin *et al.* (Epishin et Link, 2004; Link *et al.*, 2006). Ces pores de petite taille (< 6 µm) ont une forme de polyèdre (cf. Figure I. 12(a)) (Link *et al.*, 2006). Ils se forment pendant un essai de fluage à haute température (> 950°C) lorsque les précipités sont mis en radeaux. Le mouvement des dislocations est alors plus aisé dans les couloirs de la matrice perpendiculaires à l'axe de chargement. Les lacunes générées dans les couloirs parallèles sont moins absorbées par les dislocations, formant des pores de déformation. Contrairement aux deux autres types de pores, les pores de déformation se retrouvent dans l'ensemble du volume, la déformation étant homogène (Link *et al.*, 2006). La taille des pores de fluage augmente avec la durée de fluage, comme le montre la Figure I. 12(b).

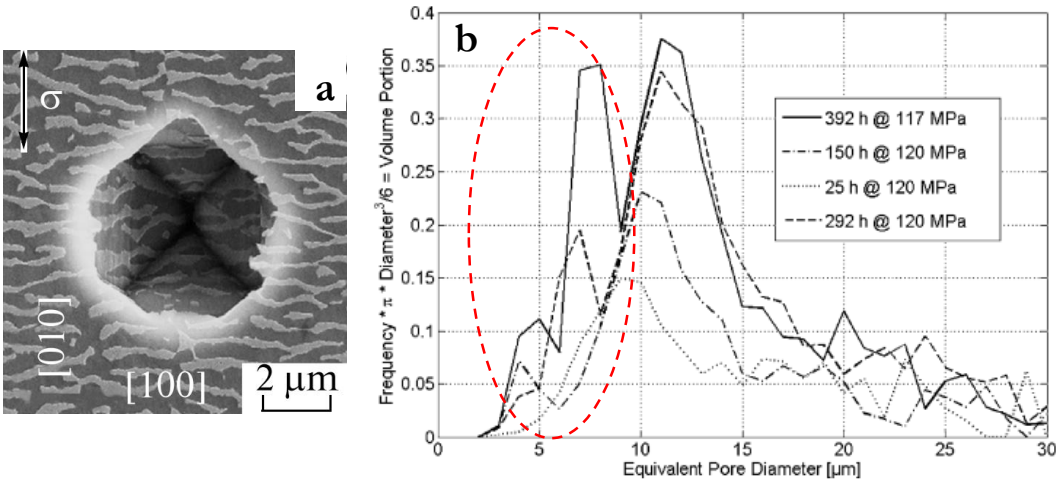


Figure I. 12 – Pore de déformation dans un CMSX-4 après un essai de fluage (150 h) à 1100°C et 120 MPa (Epishin et Svetlov, 2016) (a) ; graphique représentant la fréquence de pores en fonction de leur diamètre. Différentes éprouvettes en CMSX-4 sont présentées, ayant subi le même essai de fluage sous différentes durées. La taille et la fréquence d'observation des pores de fluage (entourés en pointillés) augmentent avec le temps de fluage. Repris et modifié de (Link *et al.*, 2006) (b).

Généralement, ces deux dernières familles de pores ont un impact sur la durabilité en fatigue négligeable par rapport aux pores de fonderie. En effet, leur taille d'environ 2 à 20 µm est faible par rapport aux pores de fonderie qui ont une taille moyenne de 50 µm (Epishin *et al.*, 2002). Ces pores de fonderie peuvent atteindre une taille beaucoup plus élevée, en fonction de la taille du composant solidifié et des paramètres du procédé. Ils concentrent la contrainte et sont alors les sites d'amorçage de fissures les plus critiques lors de sollicitations en fatigue avec un impact faible de l'environnement (Khan et Caron, 1986; Lamm et Singer, 2007; Brundidge et Pollock, 2012; Steuer *et al.*, 2015). Ils sont néfastes en fluage à haute température en amorçant des micro-fissures qui coalescent par la suite (Ai *et al.*, 1992; Reed *et al.*, 2007).

Dans le vocabulaire spécifique à la fatigue, tout site d'amorçage de fissures conduisant à la rupture d'un composant est considéré comme un défaut (« defect ») quelle que soit sa nature. Les trois dernières parties de la section I.3.2 ont montré que **les sites d'amorçage de fissures en fatigue dans les superalliages base Ni monogranulaires (eutectiques, carbures, pores) ne sont pas des anomalies, mais bien des singularités inhérentes au procédé de solidification**. Afin de se conformer avec le reste de la littérature, l'ensemble des sites pouvant être à l'origine de l'amorçage de fissures conduisant à la rupture de composants en fatigue seront néanmoins appelés « défauts » dans la suite de ce manuscrit.

### I.3.3. Améliorations du procédé de solidification

#### I.3.3.1. Procédé Liquid Metal Cooling

L'espace entre les bras principaux des dendrites (PDAS pour Primary Dendrite Arm Spacing) et entre leurs bras secondaires (SDAS) sont deux conséquences capitales du procédé de solidification. En diminuant le SDAS, il est possible de diminuer la ségrégation des éléments chimiques et la taille

moyenne des pores de fonderie. Cet espacement est fortement dépendant des paramètres de solidification, et beaucoup moins de la composition chimique de l'alliage (Flemings, 1974). Cette dépendance provient principalement du gradient thermique au cours de la solidification (Brundidge *et al.*, 2012), et de la vitesse de refroidissement du métal (Versnyder et Shank, 1970).

D'autres procédés de solidification sont apparus afin d'optimiser ces deux paramètres, par rapport au procédé standard « Bridgman ». Le procédé Liquid Metal Cooling (LMC) utilise un refroidissement par convection et non plus uniquement par radiation, en transférant les moules dans un bain de métal liquide (Elliott *et al.*, 2004; Giamei et Tschinkel, 1976). La vitesse de refroidissement, d'environ 3 à 4 $mm.min^{-1}$ lors du procédé Bridgman, a pu être augmentée jusqu'à 13 – 14 $mm.min^{-1}$ (Brundidge *et al.*, 2012). De plus, ce procédé permet d'augmenter considérablement le gradient thermique au niveau de l'interface solide/liquide (Elliott *et al.*, 2004). Un affinement des SDAS par le procédé LMC permet de diviser par un facteur 3 environ la taille moyenne des pores (Brundidge *et al.*, 2012). Une diminution de la taille des carbures peut aussi être attendue (Giamei et Tschinkel, 1976) même si ce point n'a pas toujours été vérifié (Lamm et Singer, 2007). Enfin, la taille des précipités est moins hétérogène entre les dendrites et les zones interdendritiques (Liu *et al.*, 2007). La taille des eutectiques et leur fraction volumique est également réduite.

#### I.3.3.2. Traitement de Compaction Isostatique à Chaud (CIC)

Une autre possibilité qui permet de supprimer les pores de fonderie est la Compaction Isostatique à Chaud (CIC). Le traitement thermique se réalise en général entre 1250 et 1350 °C pendant environ 3 heures sous gaz inerte à pression constante. Il peut être réalisé avant la mise en solution (Yi *et al.*, 2007) ou entre la mise en solution et les revenus (Reed *et al.*, 2007; Chang *et al.*, 2003) afin d'éviter une fusion locale ou de la recristallisation. Ces deux traitement thermiques (mise en solution et CIC) peuvent également être combinés (Mujica Roncery *et al.*, 2016; Ruttert *et al.*, 2018).

La CIC permet d'augmenter significativement les durées de vie en fatigue où l'environnement est peu impactant et où l'amorçage des fissures de fatigue se fait généralement sur pore (Nie *et al.*, 2018). Ce traitement est plus efficace que le LMC car il referme les pores, et oblige l'amorçage des fissures sur d'autres défauts moins critiques tels que les carbures ou eutectiques (Morrissey et Golden, 2007; Yi *et al.*, 2007). En revanche, ce traitement thermique est moins convainquant en fluage à très haute température (1150°C), où son apport n'a pas montré une augmentation significative de la durée de vie (Reed *et al.*, 2007). Au cours de l'essai de fluage les pores se ré-ouvrent, supprimant l'intérêt d'un tel traitement thermique. Les pores de déformation, qui sont indépendants du procédé de solidification, se forment également sur les composants compactés et peuvent être des sources d'endommagement. De plus, sous des conditions de très haute température l'endommagement principal ne provient pas des pores de fonderie.

## I.4. Microstructure et composition chimique des superalliages base nickel monogranulaires

### I.4.1. Microstructure et phases γ/γ'

La microstructure des superalliages monogranulaires est relativement simple, avec une structure générale bi-phasée formée :

- d'une matrice austénitique, appelée phase γ, de structure CFC désordonnée (voir Figure I. 13(a)).

- de précipités, appelés phase γ', de composition nominale $Ni_3(Al,Ti,Ta)$. Sa structure intermétallique ordonnée $L1_2$ (voir Figure I. 13(b)) forme une structure cohérente ou semi-cohérente avec la phase γ.

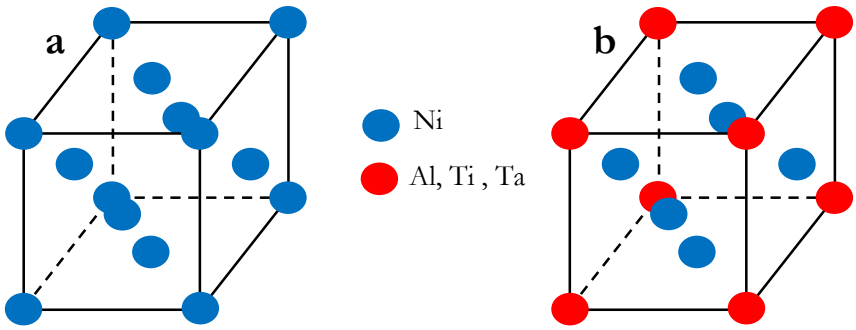


Figure I. 13 – Phase γ de structure CFC (a) ; phase γ' de structure $L1_2$ (b).

La microstructure typique d'un superalliage base Ni monogranulaire est présentée en Figure I. 14. Les précipités, ayant une température de dissolution proche de la température de brûlure de l'alliage, sont l'élément clé qui confère à cette famille de matériaux de bonnes propriétés mécaniques à chaud.

Ces précipités ont une forme cubique et sont alignés suivant la direction de solidification de l'alliage, qui est de manière générale la direction ⟨001⟩. Ils sont entourés par une matrice plus ductile, observée sous forme d'étroits couloirs dans la Figure I. 14. Les précipités ont une taille comprise généralement entre 300 et 500 nm (Pollock et Tin, 2006). Une fraction volumique de γ' entre 60 et 70 % à température ambiante permet d'optimiser les propriétés en fluage (Murakumo *et al.*, 2004).

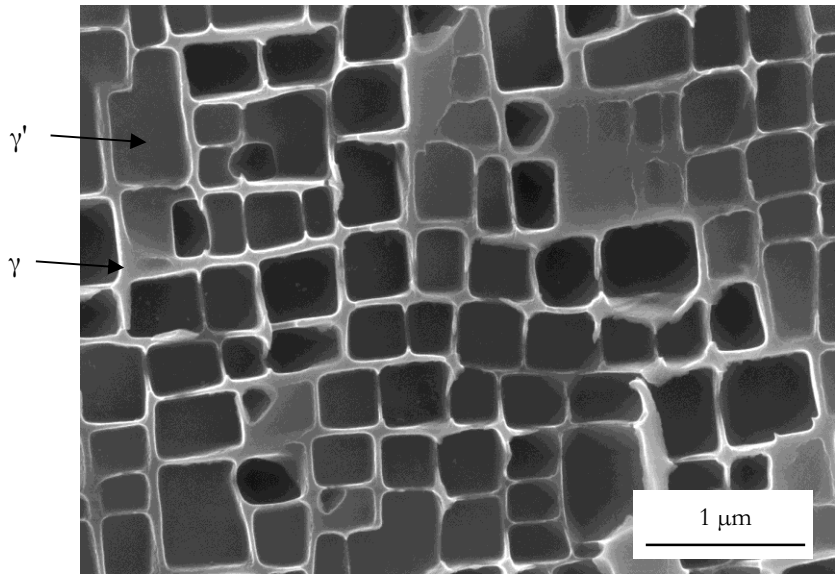


Figure I. 14 – Microstructure typique d'un superalliage base nickel monogranulaire (ici, CMSX-4) après attaque chimique négative (dissolution de la phase γ'). La phase γ est en gris clair, et les précipités γ' en gris foncé.

Les propriétés de ces superalliages sont étroitement liées à la cohérence de l'interface γ/γ' (Reed, 2008). Cette cohérence est définie par le désaccord paramétrique de maille δ (sans charge ou naturel), communément appelé lattice mismatch ou misfit :

$$\delta = \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{\frac{1}{2}\left(a_{\gamma'} + a_{\gamma}\right)}$$ Equation I. 1

Où $a_{\gamma'}$ et $a_{\gamma}$ sont respectivement les paramètres de maille de la phase γ' et γ. La valeur absolue de δ impacte la morphologie des précipités (Caron, 2000; Reed, 2008). Ainsi, la plupart des superalliages base nickel monogranulaires ont un misfit proche de $\sim|0.3|$ à 1000°C avec des précipités de forme cubique. Ces matériaux ont aussi un misfit négatif, indiquant que les précipités ont un paramètre de maille plus petit que celui de la matrice. Cette différence produit une distorsion du réseau à l'interface γ/γ' et créé des contraintes internes élastiques. Un misfit « contraint » peut être calculé en prenant en compte un chargement mécanique, mais est plus complexe à déterminer car il dépend de paramètres sensibles au procédé de fabrication et aux traitements thermiques appliqués, et non plus uniquement aux paramètres de maille de chaque phase (Dirand *et al.*, 2013). De plus, ce misfit contraint est évolutif au cours d'essai. A haute température, le misfit des superalliages industriels reste négatif car le coefficient de dilatation de la phase γ est plus élevé que celui de la phase γ'. Par la suite, il sera montré que ces contraintes internes élastiques à l'interface γ/γ' contribuent à améliorer les propriétés mécaniques des superalliages base nickel (Caron, 2000).

### I.4.2. Composition chimique et différentes générations

Le terme « super-alliage » vient du nombre important d'éléments d'alliage ajoutés à la base de nickel pour former cette classe de matériaux. Les principaux éléments retrouvés, ainsi que leurs effets

sur le matériau (Caron et Khan, 1999; Pollock et Tin, 2006; Ross et O'Hara, 1996; Pollock, 1995), sont présentés dans le tableau suivant.

Tableau I. 1 – Principaux éléments chimiques constituant les superalliages base nickel monogranulaires.

| Elément chimique | Localisation préférentielle | Effets |
|---|---|---|
| Nickel (Ni) | Matrice | |
| Aluminium (Al) | Précipités | - Formation de la phase γ'<br>- Protection oxydation par la formation d'une couche en surface de $Al_2O_3$ |
| Titane (Ti) | Précipités | - Stabilisation de γ' par substitution Al |
| Chrome (Cr) | Matrice | - Durcissement matrice par solution solide<br>- Protection corrosion par la formation d'une couche en surface de $Cr_2O_3$ |
| Cobalt (Co) | Matrice | - Durcissement matrice par substitution Ni |
| Molybdène (Mo) | Matrice | - Durcissement matrice par solution solide |
| Tungstène (W)<br>Niobium (Nb) | Matrice/Précipités | - Durcissement matrice par solution solide<br>- Formation carbures |
| Hafnium (Hf) | X | - Stabilisation de γ'<br>- Meilleure coulabilité<br>- Formation carbures<br>- En faible quantité, diminution de la vitesse de formation des oxydes<br>- Meilleure adhérence du revêtement |
| Carbone (C)<br>Bore (Br) | X | - Formation carbures et borures<br>- Facilite élaboration lingots<br>- Meilleure tenue mécanique des Low-Angle Boundaries |
| Tantale (Ta) | Précipités | - Meilleure coulabilité<br>- Diminution défauts type « freckles »<br>- Formation carbures<br>- Stabilisation de γ' par substitution Al<br>- Augmentation de la température de solvus des précipités<br>- Augmentation de la résistance au cisaillement des précipités |
| Rhénium (Re) | Matrice | - Durcissement matrice par solution solide<br>- Ralentissement de la coalescence de γ' |
| Ruthénium (Ru) | Matrice/Précipités | - Limite formation phases TCP |

Le développement des principaux superalliages base Ni monogranulaires s'est fait par générations, chacune d'entre elle étant représentée par l'ajout ou la suppression d'un élément chimique, comme le montre le Tableau I. 2. La majorité des éléments chimiques ajoutés sont des éléments réfractaires qui permettent d'augmenter la température de solvus de la phase γ', ce qui élève la température d'utilisation maximale (Caron, 2000). Ces éléments permettent également de durcir la matrice par solution solide.

Tableau I. 2 – Composition chimique des principaux superalliages base nickel monogranulaires et leur génération associée. Repris de (Reed, 2008) et (Wahl et Harris, 2016).

| Gén. | SX | Cr | Co | Mo | W | Al | Ti | Ta | Nb | Hf | Re | Ru | C | Den |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1ère | MAR-M200+Hf | 8.0 | 9.0 | | 12 | 5.0 | 1.9 | | 1.0 | 1.5 | | | 0.15 | 8.60 |
| | AM1 | 7.8 | 6.5 | 2.0 | 5.7 | 5.2 | 1.1 | 7.9 | | | | | | 8.60 |
| | CMSX-2 | 8.0 | 4.6 | 0.6 | 8.0 | 5.6 | 1.0 | 6.0 | | | | | | 8.60 |
| | PWA1480 | 10 | 5 | | 4 | 5.0 | 1.5 | 12 | | | | | | 8.70 |
| | SRR99 | 8.0 | 5.0 | | 10.0 | 5.5 | 2.2 | 3.0 | | | | | | 8.56 |
| | MC2 | 8.0 | 5.0 | 2.0 | 8.0 | 5.0 | 1.5 | 6.0 | | | | | | 8.63 |
| 2ème | **CMSX-4** | **6.5** | **9.0** | **0.6** | **6.0** | **5.6** | **1.0** | **6.35** | | **0.1** | **3.0** | | | **8.70** |
| | PWA1484 | 5.0 | 10.0 | 2.0 | 6.0 | 5.6 | | 8.7 | | 0.1 | 3.0 | | | 8.95 |
| | René N5 | 7.0 | 8.0 | 2.0 | 5.0 | 6.2 | | 7.0 | | 0.2 | 3.0 | | | 8.70 |
| 2ème – 3ème | CMSX-4 Plus | 3.5 | 10.0 | 0.6 | 6.0 | 5.7 | 0.85 | 8.0 | | 0.1 | 4.8 | | | 8.93 |
| 3ème | CMSX-10K | 2.0 | 3.0 | 0.4 | 5.0 | 5.7 | 0.2 | 8.0 | 0.1 | 0.03 | 6.0 | | | 9.05 |
| | René N6 | 4.2 | 12.5 | 1.4 | 6.0 | 5.75 | | 7.2 | | 0.15 | 5.4 | | 0.05 | 8.97 |
| 4ème | MC-NG | 4.0 | <0.2 | 1 | 5.0 | 6.0 | 0.5 | 5.0 | | 0.10 | 4.0 | 4.0 | | 8.75 |
| | TMS-138A | 2.8 | 5.8 | 2.9 | 6.1 | 5.8 | | 5.6 | | 0.05 | 5.1 | 1.9 | | 8.95 |

La 1ère génération des superalliages base Ni monogranulaires est dérivée des versions colonnaires (DS) tels que le MAR-M200, sans les éléments renforçant les joints de grains, afin d'augmenter la température de mise en solution de l'alliage. La 2ème génération est caractérisée par un ajout d'environ 3 % (mass.) de rhénium afin d'améliorer les propriétés en fluage. L'ajout de rhénium permet d'avoir un misfit négatif et de diminuer les cinétiques de coalescence des précipités γ' (Giamei et Anton, 1985). Cependant, un taux élevé de cet élément fait précipiter des phases appelées TCP (Topologically Close Packed) connues pour être fragilisantes. Elles seront présentées dans la section suivante. La 3ème génération a accru le taux de rhénium jusqu'à 6 %, mais de fait augmenté l'instabilité microstructurale des alliages à haute température en raison de leur difficulté de mise en solution. Cette 3ème génération est très sensible à la précipitation de phases TCP, et a une faible résistance à la corrosion par sa teneur en chrome réduite (Wahl et Harris, 2016). Des zones d'instabilités appelées SRZ (Secondary Reaction Zone) se forment également dans la zone d'interdiffusion, lorsqu'un revêtement de diffusion est posé à la surface de la pièce (Walston *et al.*, 1996). Ces SRZ sont constituées de phases TCP ainsi que de colonies de cellules recristallisées sub-solvus, qui en l'absence d'éléments renforçant les joints de grains (C, Br, Zr), fissurent (Burgel *et al.*, 2000; Shi *et al.*, 2017). De plus, un taux trop élevé d'éléments réfractaires augmente le risque de grains parasites et freckles au cours de l'élaboration de la pièce (Pollock, 1995). La 4ème

génération a été créée en diminuant le taux de rhénium et en ajoutant de l'élément ruthénium, connu pour être un élément peu ségrégeant (Caron, 2000). Il permet également de modifier la partition des éléments entre la matrice et les précipités, diminuant la formation de SRZ et de phases TCP. Dans certains cas, le carbone a été rajouté dans la composition chimique car il diminue la ségrégation des éléments W et Re, et limite la précipitation de phases TCP (Tin et Pollock, 2003).

L'ajout de Re et Ru en grandes quantités augmente néanmoins les coûts de production et la densité de l'alliage. Depuis quelques années de nouveaux alliages de génération « intermédiaire » (voir Tableau I. 2) ont été développés tels que le CMSX-4 Plus afin d'avoir des propriétés mécaniques à haute température plus élevées que celle de la 2ème génération, tout en ayant un taux de rhénium contenu (Wahl et Harris, 2016).

Les superalliages base nickel monogranulaires massivement utilisés dans l'industrie jusqu'à aujourd'hui font partie de la 1ère et de la 2ème génération. Le CMSX-4 est utilisé comme matériau des aubes de turbine haute pression dans certains moteurs de Safran Helicopter Engines. Il a été choisi comme matériau de référence au cours de cette thèse. Sa composition chimique est surlignée dans le Tableau I. 2. Son développement a permis d'augmenter la température d'utilisation des moteurs d'environ + 35 °C par rapport au CMSX-2 et SRR99, alliages de 1ère génération (Harris *et al.*, 1992; Schneider *et al.*, 1992). La stabilité de la phase γ' permet d'utiliser cet alliage jusqu'à 1150°C et d'avoir un gain densité/prix/propriétés mécaniques plus intéressant que les alliages de 4ème génération.

### I.4.3. Phases TCP

Aux deux phases principales γ et γ' peuvent s'ajouter d'autres phases minoritaires comme les carbures et eutectiques. Des phases TCP (Topologically Close-Packed) telles que σ, μ, P ou R peuvent aussi se former au cours d'une exposition de longue durée à haute température (800 –1100°C) (Pollock, 1995; Darolia *et al.*, 1988). Ces phases se différencient par leur structure cristallographique, et leur ordre d'apparition reste complexe à identifier (Rae et Reed, 2001).

La phase σ apparaît le plus souvent dans les superalliages base Ni monogranulaires contenant un taux d'éléments réfractaires élevé comme le rhénium, qui a tendance à fortement ségréger dans le cœur des dendrites lors de la solidification (Giamei et Anton, 1985; Pollock, 1995). La mise en solution, bien qu'optimisée, ne suffit pas à gommer complètement la ségrégation de ces éléments qui ont des coefficients de diffusion très lents. Néanmoins, des alliages sans Re tels que le MC2 peuvent former la phase μ riche en W (Pessah *et al.*, 1992; Simonetti et Caron, 1998). Il a été aussi montré que les alliages formant des carbures de type $M_{23}C_6$ et $M_6C$ étaient propices à la formation de phases σ et μ, respectivement (Sims *et al.*, 1987). Ces phases sont principalement formées de Re, W, Co, Cr, Mo et Ni (Darolia *et al.*, 1988). Elles précipitent sous forme de lamelles, globules ou d'aiguilles isolées suivant les plans {111} dans les dendrites (Darolia *et al.*, 1988) (voir Figure I. 15(a) et (b)).

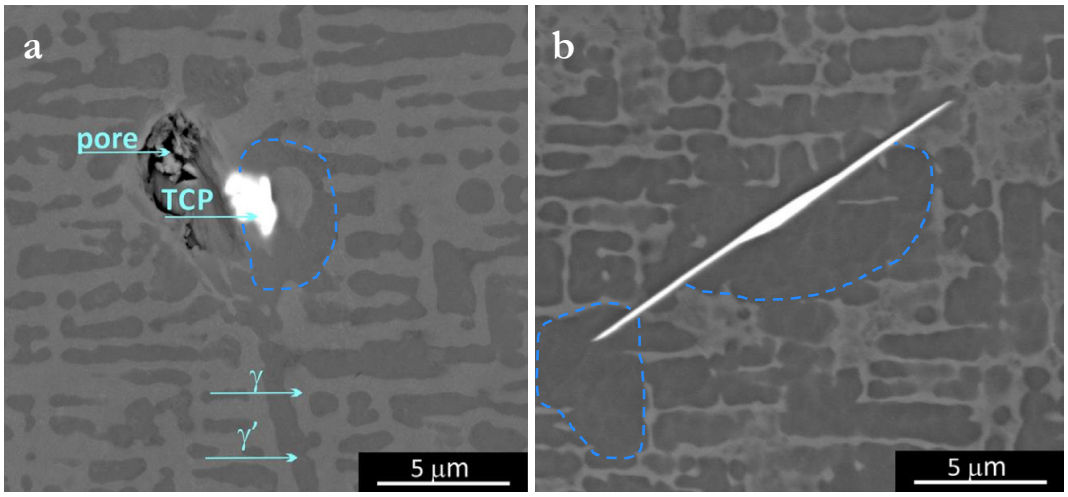


Figure I. 15 – Phases TCP dans une éprouvette en CMSX-4 après : maintien en température à 1100°C pendant 500 h (a) ; pré-exposition à 1100°C/ 500 h puis essai de fluage à 900°C/250 MPa, arrêté après 673 h (b). Repris et modifié de (Dubiel *et al.*, 2018).

Ces phases diminuent les propriétés mécaniques de l'alliage via deux mécanismes d'endommagement distincts (Simonetti et Caron, 1998). Tout d'abord, de par leur nature particulièrement fragile et dure, elles agissent comme obstacle au mouvement des dislocations. Des décohésions au niveau de l'interface TCP/matière peuvent alors apparaître, jusqu'à devenir des sites d'amorçage de fissures. Le deuxième mécanisme d'endommagement est l'adoucissement local de la matrice en éléments réfractaires (Darolia *et al.*, 1988). Comme le montre les Figure I. 15(a) et (b), cet appauvrissement conduit à la transformation autour des TCP de la phase γ en phase γ' (Acharya et Fuchs, 2004; Pessah *et al.*, 1992) de la manière suivante : γ → TCP + γ' (voir régions en pointillés sur la Figure I. 15(a) et (b)).

Caron *et al.* (Pessah *et al.*, 1992; Simonetti et Caron, 1998) ont montré que la présence de phase μ en quantité modérée (< 0.5 %) n'affecte pas les propriétés en traction et résilience du MC2. Lorsque leur fraction volumique augmente, une perte de ductilité ou de résistance au choc est alors observée (Simonetti et Caron, 1998; Sims *et al.*, 1987). Cependant, les phases TCP ne semblent pas avoir un effet marqué en fatigue HCF et LCF du MC2 (Pessah *et al.*, 1992; Simonetti et Caron, 1998) par rapport aux autres mécanismes d'endommagement dominants.

La présence de TCP est en revanche néfaste lors d'essais de fluage à haute température (Acharya et Fuchs, 2004; Darolia *et al.*, 1988; Simonetti et Caron, 1998; Sims *et al.*, 1987). Une augmentation de la vitesse de déformation pendant le fluage primaire, ainsi qu'une accélération du fluage tertiaire sont observées. L'adoucissement local de la matrice ainsi que l'irrégularité de la microstructure autour des phases TCP (voir Figure I. 15(a) et (b)) sont dites responsables de l'accélération de la vitesse de déformation du fluage primaire. La décohésion TCP/matière accélère la rupture des échantillons (Simonetti et Caron, 1998). De plus, leur précipitation conduit à la formation de pores de fluage par concentration de lacunes (Reed *et al.*, 1999, 2007).

Enfin, la phase μ est observée lors d'essais de fatigue thermo-mécanique sur le CMSX-4, où elle précipite le long de bandes de glissement ou de joints de macles (Moverare *et al.*, 2012, 2009). Aucune fissuration ou décohésion des phases TCP n'a été révélé, ce qui semble indiquer que leur impact est faible lors de ce type de sollicitation. Si les phases TCP sont présentes dès le début de la sollicitation par un pré-vieillissement, elles semblent gêner la propagation des macles et bandes de glissement (Johansson *et al.*, 2010).

### I.4.4. Évolution de la microstructure

Les superalliages base nickel monogranulaires ont été développés afin d'augmenter la température maximale d'entrée de turbine. Ces maintiens à haute température vont conduire la microstructure à évoluer au cours du temps, en fonction de la température et des contraintes appliquées. Ainsi, deux instabilités peuvent apparaître : une relative à la taille des précipités liée à leur coalescence, et présentée en I.4.4.1, et une morphologique, liée à la mise en radeaux des précipités, et présentée en I.4.4.2.

#### I.4.4.1. Coalescence des précipités

Une coalescence des précipités est observée après une exposition à haute température ($T > 0.6\ T_f$) et de longue durée. La Figure I. 16 montre l'évolution de la microstructure de l'alliage CMSX-10 avant et après un vieillissement à 1050°C pendant 1000 h. Les précipités grossissent et deviennent irréguliers alors que les couloirs de matrice s'épaississent.

La tendance à diminuer l'énergie globale des interfaces γ/γ' du système, et donc leur surface est le paramètre moteur provoquant cette coalescence (Acharya et Fuchs, 2004; Svetlov *et al.*, 1992). La perte de cohérence entre les précipités et la matrice a de sérieuses conséquences sur les propriétés mécaniques des superalliages base Ni monogranulaires, qui se voient fortement diminuées après de tels vieillissements. La limite d'élasticité ainsi que la résistance à la traction à basse température (< 700°C) diminuent lorsque la durée du vieillissement augmente (Despres *et al.*, 2018). Cette coalescence a aussi un impact négatif sur les propriétés en fluage (Jiang *et al.*, 2014; Riallant, 2014). Le mouvement des dislocations est en effet plus aisé lorsque les couloirs de la matrice s'épaississent.

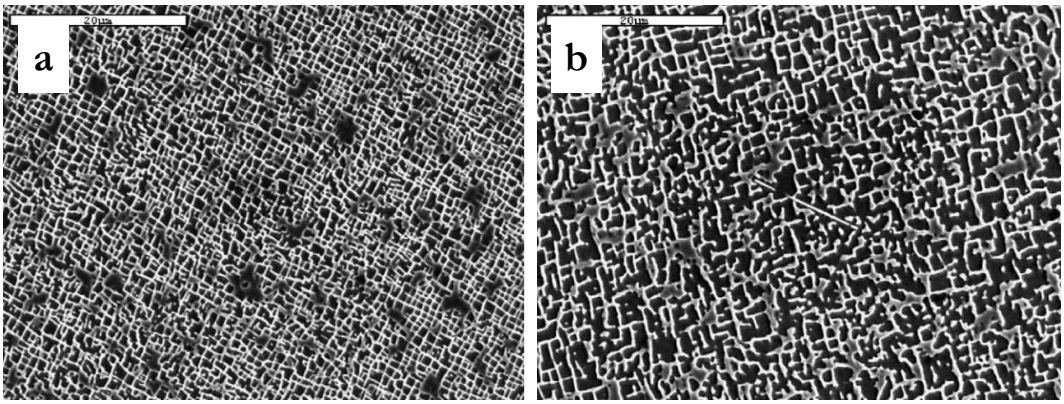


Figure I. 16 – Microstructure standard du CMSX-10 après traitements thermiques standards (a) ; microstructure du CMSX-10 après vieillissement à 1050°C pendant 1000 h. Les précipités γ' ont grossi et sont devenus irréguliers. Quelques TCP sont visibles (b). Repris de (Acharya et Fuchs, 2004).

Cette coalescence et perte des propriétés mécaniques est une des raisons motivant l'ajout de l'élément Re dans les alliages de deuxième génération. Ce dernier permet en effet de diminuer la vitesse de coalescence des précipités (Giamei et Anton, 1985). Le tantale a également été ajouté car il partitionne majoritairement dans la phase γ' tout en ayant une cinétique de diffusion faible (Acharya et Fuchs, 2004).

### I.4.4.2. Mise en radeaux

A l'inverse du grossissement des précipités qui est considérée comme non-directionnelle, la mise en radeaux se fait selon une direction privilégiée, comme le montre la Figure I. 17.

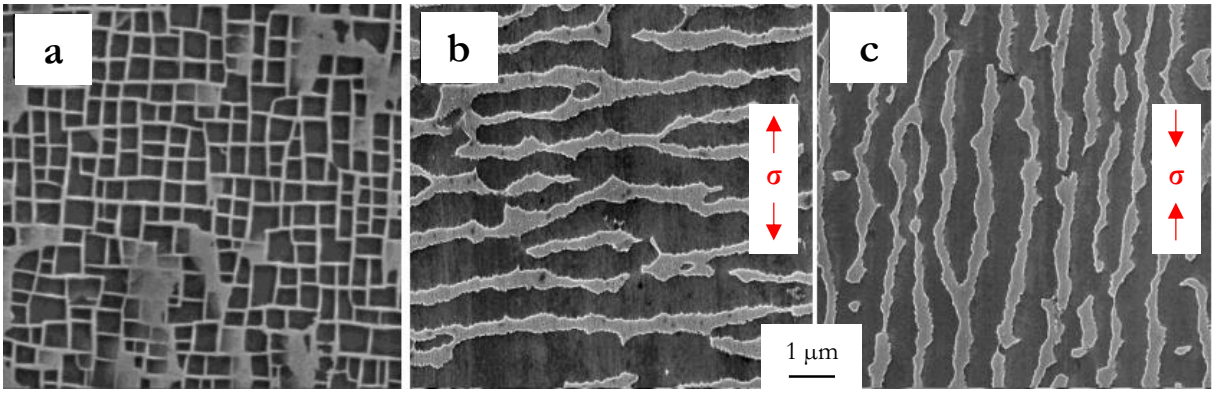


Figure I. 17 – Microstructures de CMSX-4 : standard (a) ; mise en radeaux perpendiculaire à l'axe de chargement (type N) après essai de fluage à 1050°C/ 120 MPa interrompu après 300 h (b) ; mise en radeaux parallèle à l'axe de chargement (type P) après essai de fluage à 1050°C/ -140 MPa interrompu après 140 h (c). Repris et modifié de (Giraud *et al.*, 2012).

Ce changement de morphologie est provoqué par l'évolution des contraintes internes élastiques existant à l'interface γ/γ', reliées au misfit contraint (voir paragraphe I.4.1). La Figure I. 18(a) schématise l'état de contraintes internes dans un matériau sans chargement externe. Aux points 1 et 2, les contraintes internes sont similaires. A haute température, les précipités vont donc grossir sans direction privilégiée, comme présenté dans le paragraphe I.4.4.1. En revanche, si un chargement extérieur est appliqué, les composantes du tenseur de contraintes locales associées à la direction de ce chargement sont modifiées.

Les points 1 et 2 n'ont plus le même état de contrainte comme le montre la Figure I. 18(b), ce qui créé une pression hydrostatique (Kamaraj *et al.*, 1998). La pression hydrostatique a un impact direct sur les potentiels chimiques des atomes, qui vont alors activer le phénomène de diffusion à haute température (Svetlov *et al.*, 1992).

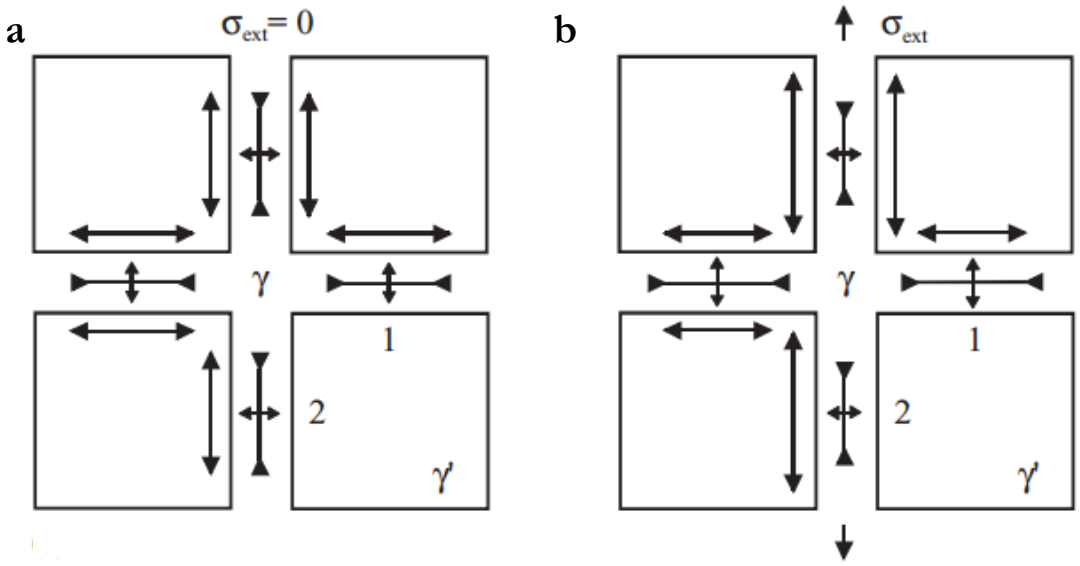


Figure I. 18 – Schématisation du rôle du misfit et de l'application d'une contrainte extérieure sur l'évolution de la microstructure. Cas sans chargement extérieur (a) ; cas avec l'application d'une charge extérieure (b). Repris de (Kamaraj *et al.*, 1998).

La Figure I. 18 est schématisée dans le cas d'un superalliage ayant un misfit négatif, c'est-à-dire que les précipités ont un paramètre de maille plus petit que celui de la matrice. Ainsi, la phase γ' est en traction alors que la phase γ est en compression. Ce schéma montre que deux paramètres contrôlent principalement la direction de mise en radeaux des précipités : le misfit du superalliage et le signe de la contrainte extérieure appliquée (Kamaraj, 2003; Nazmy *et al.*, 2006).

Les différentes générations des superalliages base nickel monogranulaires ont été développées afin d'augmenter la résistance au fluage à haute température. Ce changement de morphologie est donc largement étudié dans la littérature (Fedelich *et al.*, 2009; Kamaraj, 2003; Pollock et Argon, 1994; Reed *et al.*, 1999) car il apparaît lorsqu'une contrainte est appliquée à haute température (Tien et Copley, 1971). Les alliages actuellement utilisés dans l'industrie ayant un misfit négatif, la mise en radeaux se fait perpendiculairement à l'axe de chargement lors d'un chargement en traction (voir Figure I. 17(b)). La microstructure est appelée « type N » (N = Normal). Dans le cas d'un chargement en compression, la mise en radeaux est parallèle à la direction de chargement (voir Figure I. 17(c)). Le changement de microstructure est appelé « type P » (P = Parallel) (Kamaraj, 2003; Pollock et Argon, 1994). Si l'alliage a un misfit positif tels que les superalliages base cobalt (Mughrabi, 2014), la mise en radeaux type P est observée lors d'un chargement en traction, et la mise en radeaux type N en compression (Pollock et Argon, 1994).

A très haute température (> 1100°C), la mise en radeaux apparaît en à peine quelques heures (< 10 h) (Reed *et al.*, 1999) et est alors couplée au grossissement des précipités. A des températures intermédiaires (entre 850 et 1100°C), elle peut conduire à l'inversion précipités/matrice, appelée inversion topologique (Reed *et al.*, 1999), sur les superalliages base Ni ayant une fraction volumique de phase γ' supérieure à 50 % (Caron *et al.*, 2008). L'impact de la mise en radeaux sur les propriétés en fluage est encore sujet à discussion, et sera présenté dans le paragraphe I.5.3.

Il est important de noter que la coalescence dirigée n'apparaît pas uniquement lors d'essais de fluage. D'autres conditions peuvent conduire à sa formation :

- L'application d'une déformation plastique (> 0.3 %) avant une exposition à haute température : l'introduction de dislocations avant l'exposition relaxe le misfit dans les couloirs parallèles ou perpendiculaires, suivant la direction d'application de la charge. La mise en radeaux est alors associée à une relaxation inhomogène des contraintes internes (Fährmann *et al.*, 1996; Véron *et al.*, 1996). Ce type de coalescence est retrouvée sur de nombreuses aubes de turbines en service, qui reçoivent un traitement de sablage sur le profil afin de faciliter l'accroche du revêtement, et/ou un traitement de grenaillage sur le pied afin d'augmenter la durée de vie en fatigue-fretting. Ces deux traitements de surface causent une déformation plastique en surface et des contraintes résiduelles de compression en sub-surface, qui vont alors conduire à la mise en radeaux de type P des précipités en subsurface (Biermann *et al.*, 2000).

- Les contraintes résiduelles dans la structure dendritique : la mise en solution ne suffit pas à gommer entièrement la ségrégation de certains éléments réfractaire dans les dendrites. Il résulte une différence de dilatation thermique qui induit des contraintes résiduelles au refroidissement après mise en solution. Après une exposition de longue durée à haute température, elles provoquent la mise en radeaux type N dans les bras principaux des dendrites et type P dans les bras secondaires (Epishin *et al.*, 2004).

## I.5. Comportement mécanique et durabilité des superalliages base nickel monogranulaires

### I.5.1. Mécanismes de déformation à basse, intermédiaire et haute températures

La Figure I. 19 réalisée par Barba *et al.* schématise les principaux mécanismes de déformation observés dans les superalliages base nickel monogranulaires suivant l'amplitude de la contrainte appliquée, la température et la vitesse de déformation.

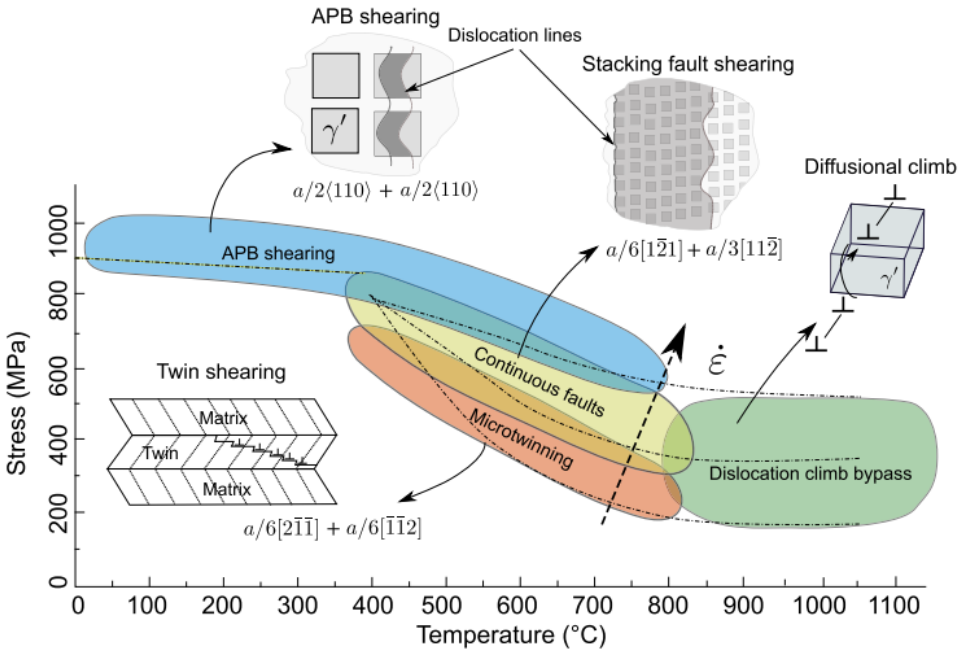


Figure I. 19 – Graphique représentant le type de mécanisme de déformation dominant dans les superalliages base nickel monogranulaires en fonction de la contrainte appliquée, température et vitesse de déformation. D'après (Barba *et al.*, 2017a).

A basse température, la déformation se produit par le cisaillement des précipités γ' par des paires de dislocations a/2⟨110⟩ suivant les plans les plus denses {111}, créant une paroi d'antiphase (AntiPhase Boundary, APB) (voir schéma Figure I. 19 et Figure I. 20(a)). Des bandes de glissement suivant les plans {111} sont aussi observées, indiquant une déformation par glissement très hétérogène et localisée (Milligan et Antolovich, 1987). Ce mécanisme est faiblement dépendant du temps et de la température. A plus haute température, lorsque les processus diffusifs deviennent plus actifs, la déformation se localise dans la matrice par contournement des précipités ou par la montée des dislocations hors de leur plan d'origine, ce qui permet d'homogénéiser la déformation. Le caractère diffusif rend ces mécanismes fortement dépendants du temps et de la température. Les dislocations restent cantonnées dans les plans {111} des couloirs de la matrice et sont bloquées aux interfaces γ/γ' (voir schéma Figure I. 19 et Figure I. 20(b)) (Feller-Kniepmeier *et al.*, 1996).

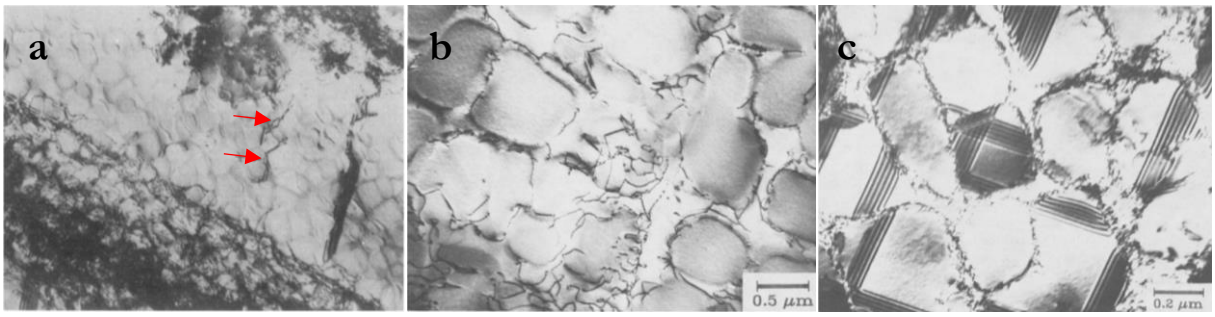


Figure I. 20 – Observations en microscopie en transmission en champ clair dans des échantillons de SRR99 sollicités en traction : bandes de glissement et une paire de dislocations a/2⟨110⟩ (flèches rouges) à 760°C à 3.3 %.min$^{-1}$ (grandissement x19500) (Leverant et al., 1971) (a) ; montée de dislocations après déformation à 0.5 %/min$^{-1}$ à 982°C, g=⟨200⟩ (Milligan et Antolovich, 1987) (b) ; cisaillement de précipités par le système {111}⟨112⟩ à 760°C à 0.5%.min-1, g=⟨200⟩, w=0 (Milligan et Antolovich, 1987) (c).

Aux températures intermédiaires, le mécanisme de déformation dominant est le cisaillement des précipités par des partielles de Shockley a/3⟨112⟩{111} qui forment des défauts d'empilement (voir schéma Figure I. 19 et Figure I. 20(c)) (Khan et Caron, 1986; Milligan et Antolovich, 1987). A des amplitudes faibles de contrainte, du micro-maclage peut aussi être observé, en fonction de l'orientation principale de l'alliage, de sa composition chimique (Barba *et al.*, 2017a) et du degré de multiaxialité apporté par des concentrateurs de contraintes (le Graverend *et al.*, 2018). Les macles ont une structure cristallographique identique au monograin, mais tournées de 60° autour d'un plan {111} par rapport au parent et ont une épaisseur de quelques nanomètres à quelques micromètres (voir Figure I. 22(a)). Différents modèles tentent d'expliquer la formation de ce mode de déformation (Barba *et al.*, 2017a; Kear et Oblak, 1974; Knowles et Chen, 2003; Kovarik *et al.*, 2009), chacun s'accordant sur l'impact important de son activation par la température (Kovarik *et al.*, 2009).

A noter que la vitesse de déformation a un effet considérable sur l'activation de certains mécanismes de déformation. L'augmentation de la vitesse de déformation agit comme une diminution artificielle de la température, en favorisant les mécanismes de déformation indépendants du temps (formation de parois d'antiphase) (Kear et Oblak, 1974; Leverant *et al.*, 1971). Ceci est visible par exemple en comparant les Figure I. 20(a) et Figure I. 20(c), prises dans un échantillon de SRR99 testé en traction à 760°C. La Figure I. 20(a) a une vitesse de déformation plus élevée que la Figure I. 20(c), et présente des parois d'antiphase et de bandes de glissement contrairement à la Figure I. 20(c).

En fatigue, le principal mode de déformation observé est le cisaillement de la matrice par des dislocations {111}⟨110⟩, qui à plus forte contrainte peuvent cisailler les précipités (Lukáš et Kunz, 2001; MacLachlan et Knowles, 2001). La déformation est hétérogène, planaire et indépendante du temps. Elle peut alors se concentrer dans des zones très localisées, et former des bandes de glissement suivant les plans {111} (voir Figure I. 21). La densité de dislocations y est très élevée, contrairement au reste du volume (Lukáš et Kunz, 2001). Lors de sollicitations à des contraintes bien inférieures à la limite d'élasticité, seuls les systèmes de glissement ayant le facteur de Schmid le plus élevé sont activés. A

haute température, les mécanismes de déformation dépendants de la température tels que le glissement dévié sont activés rendant les dislocations plus mobiles. La déformation plastique cyclique n'est alors plus cantonnée à quelques bandes de glissement, mais s'homogénéise dans le volume. L'ajout d'une contrainte moyenne à haute température agit comme une hausse artificielle de la température en favorisant le phénomène de fluage et les mécanismes de déformation dépendants du temps (MacLachlan et Knowles, 2001). L'impact de la vitesse de déformation est aussi important à travers la fréquence de cyclage de l'essai, comme ce qui est observé en traction. Ainsi, les nombreux travaux de Gell et Leverant (Gell et Leverant, 1973; Leverant et Gell, 1975; Organ et Gell, 1971) ont montré que des hautes fréquences à haute température permettent de former un glissement très planaire, proche de celui retrouvé pour des essais à plus basse fréquence et à basse température. En fonction du couple fréquence/température, une compétition entre les mécanismes indépendants du temps et ceux activés par diffusion apparaît.

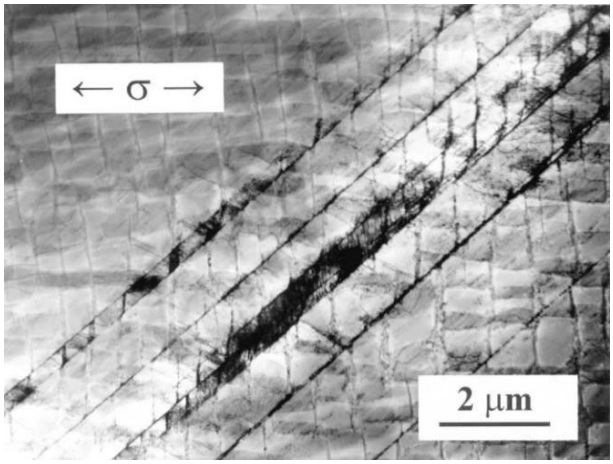


Figure I. 21 – Bandes de glissement dans du CMSX-4 orienté ⟨001⟩ sollicité cycliquement à 700°C (Lukáš et Kunz, 2001).

Enfin, dans le cas d'une déformation plastique intense et très localisée de la recristallisation peut être observée, par exemple lors d'essais de fatigue thermo-mécanique (voir Figure I. 22(b)) (Johansson *et al.*, 2010; Moverare *et al.*, 2009, 2012). Des grains monophasés de taille micrométrique se forment, ce qui est rare dans une microstructure γ/γ'. L'intersection de macles de différentes directions semble être à l'origine de ce mécanisme (Moverare *et al.*, 2009).

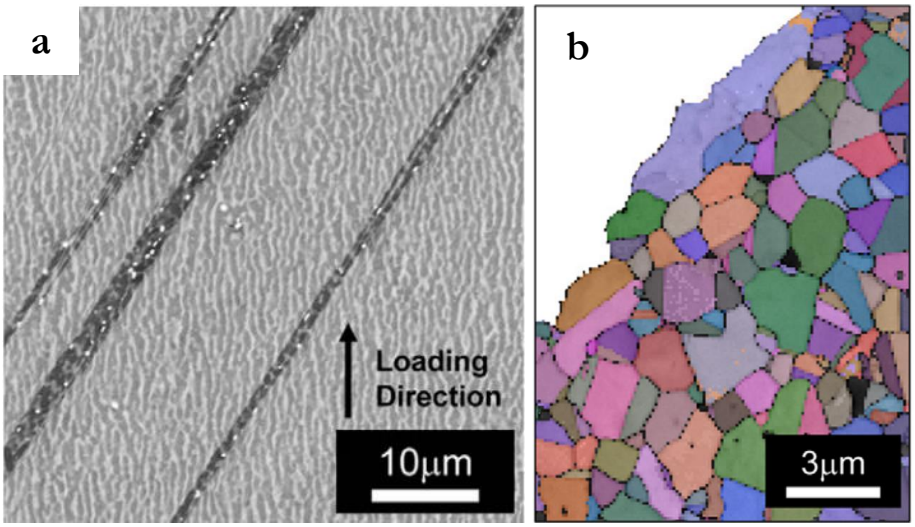


Figure I. 22 – Observations dans un échantillon de CMSX-4 testé en fatigue thermo-mécanique à 100 – 1000°C : image en microscopie électronique à balayage (mode électrons rétrodiffusés) montrant du micro-maclage (a) ; recristallisation révélée par une cartographie EBSD (b). Plus d'informations sur les conditions expérimentales peuvent être retrouvées dans (Moverare *et al.*, 2009).

### I.5.2. Propriétés en traction

Une des premières caractéristiques à prendre en compte dans les superalliages base nickel est leur forte anisotropie élastique (Reed, 2008). Cette propriété peut être observée dans la Figure I. 23(a), qui représente le module d'Young du CMSX-4 sous trois orientations principales différentes. La direction ⟨111⟩ a un module au moins deux fois plus élevé que la direction ⟨001⟩. La Figure I. 23(b) illustre cette anisotropie élastique, où l'amplitude du module est représentée quelle que soit l'orientation cristallographique de l'alliage.

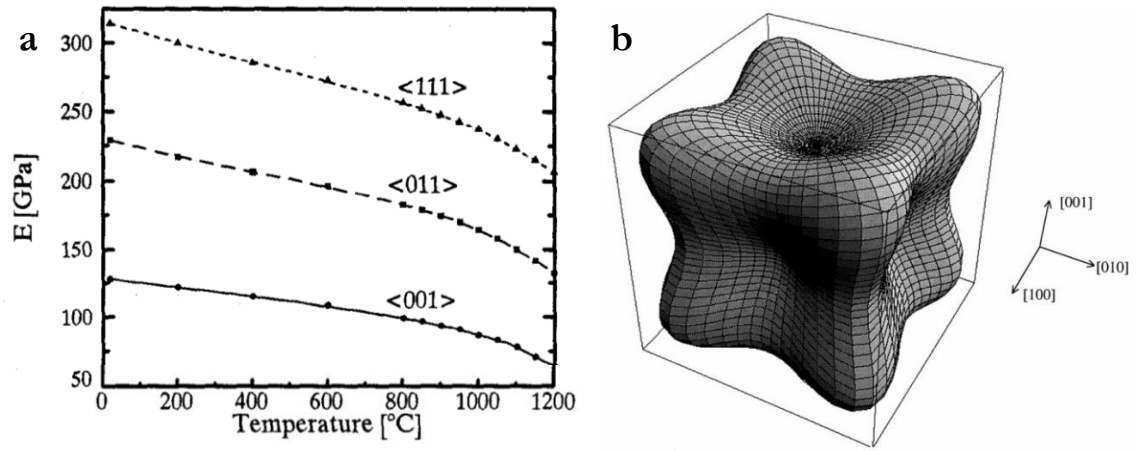


Figure I. 23 – Module d'Young du CMSX-4 suivant les directions <001>, <011> et <111> d'après (Hermann *et al.*, 1996) (a) ; dépendance du module de Young à l'orientation cristallographique. La distance du centre du cube jusqu'à la surface indique l'amplitude du module de Young dans la direction choisie d'après (Siebörger *et al.*, 2001) (b).

Quelle que soit la composition chimique de l'alliage, les modules de Young restent proches comme le montre la nombreuse littérature à ce sujet (Caron *et al.*, 1996; de Bussac et Poubanne, 1992; Hermann *et al.*, 1996; Mazot et de Fouquet, 1992; Siebörger *et al.*, 2001). Lorsque la température croît, le module diminue

de façon linéaire jusqu'à environ 800°C, puis décroît brutalement. Le début de dissolution de la phase γ' cause cette inflexion (Hermann *et al.*, 1996; Siebörger *et al.*, 2001).

Une autre particularité des superalliages base nickel monogranulaires avec une fraction volumique élevée de γ' (~ 70 %) est l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température (voir Figure I. 24(a)). Contrairement à la majorité des alliages métalliques, la limite d'élasticité suit un palier jusqu'à 500°C avant d'augmenter et d'atteindre un pic à environ 750 – 800°C. En augmentant la température, la limite d'élasticité décroît ensuite fortement, également causée par la dissolution des précipités (Sengupta *et al.*, 1994). Ces observations sont aussi vraies pour la résistance à la traction. Ce comportement inhabituel vient de celui de la phase γ', qui voit sa résistance augmenter avec la température comme le montre la Figure I. 24(b) (Leverant *et al.*, 1971). Ce pic est provoqué par le développement de verrous de Kear-Wilsdorf qui se forment dans la phase γ' (Douin *et al.*, 1986; Reed, 2008).

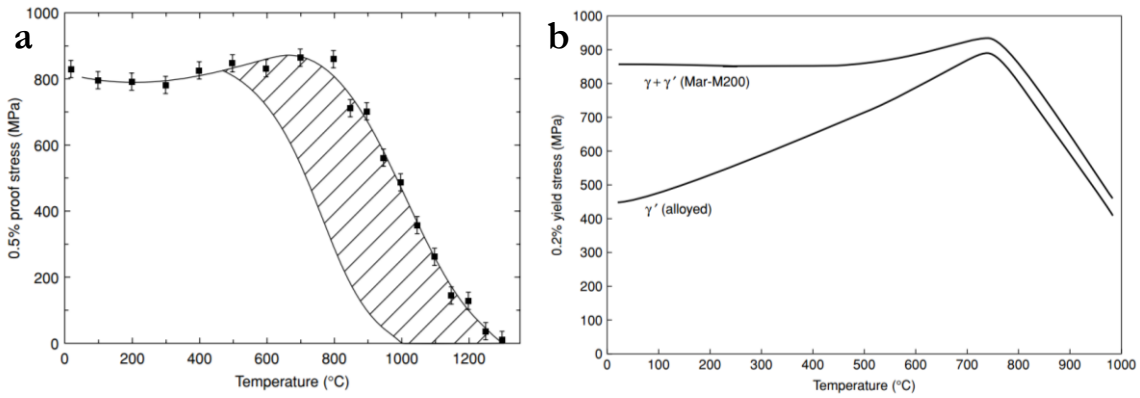


Figure I. 24 – Limite d'élasticité à 0.5 % du CMSX-4 orienté ⟨001⟩ en fonction de la température (a) ; limite d'élasticité à 0.2 % en fonction de la température du MAR-M200 et d'un alliage à monophasé γ' (b). Repris de (Reed, 2008).

Une deuxième particularité du seuil de plasticité des superalliages base Ni monogranulaires est l'asymétrie traction-compression. Cette asymétrie est observable à des températures proches du pic de limite d'élasticité, autour de 750 – 800°C (Wang *et al.*, 2016).

La section précédente a montré l'effet de la température et de la vitesse de déformation sur l'activation de certains mécanismes de déformation tels que la montée de dislocation, activés thermiquement. Ce comportement est retrouvé sur la limite d'élasticité, qui devient viscoplastique à des températures supérieures à 650°C (voir zone hachurée dans la Figure I. 24(a)) (Leverant *et al.*, 1971; Milligan et Antolovich, 1987). Pour une température donnée, la limite d'élasticité augmente avec la vitesse de déformation, jusqu'à atteindre une valeur seuil où l'augmentation de la vitesse de déformation n'a plus d'impact. Comme le montre la Figure I. 25, plus la température augmente, plus la vitesse de déformation est haute afin d'atteindre ce seuil. De plus, la valeur seuil est plus élevée lorsque la température augmente (Leverant *et al.*, 1971; Wang *et al.*, 2016).

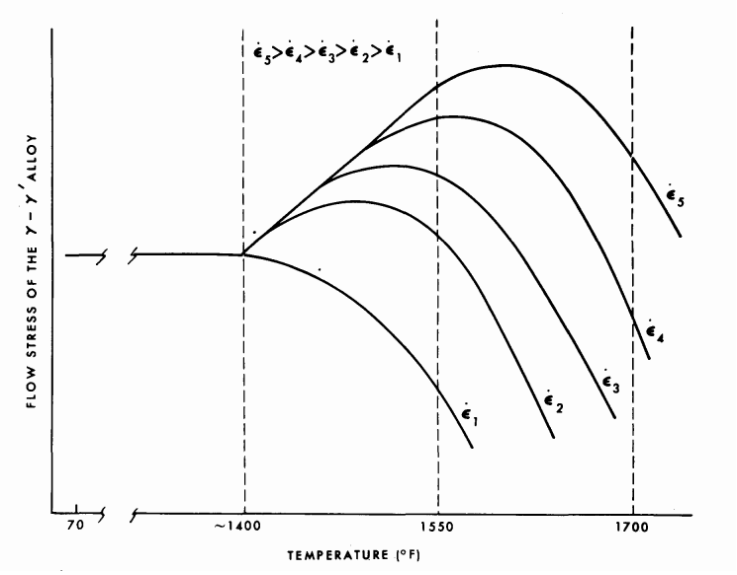


Figure I. 25 – Schématisation de l'impact de la vitesse de déformation sur la limite d'élasticité d'un superalliage γ/γ' sur la plage de température 20 – 927°C (Leverant *et al.*, 1971).

La microstructure initiale a aussi un impact considérable sur la limite d'élasticité. Différentes études ont montré qu'un sur-vieillissement (Leidermark *et al.*, 2010; Pessah *et al.*, 1992) ou la mise en radeaux de la microstructure (Epishin *et al.*, 2008) avaient un effet néfaste sur la limite d'élasticité. Cet impact est plus marqué à basse qu'à haute température car le mécanisme de cisaillement des précipités est le principal mode de déformation contrôlant les propriétés mécaniques à basse température.

### I.5.3. Propriétés en fluage

Ces travaux de thèse ont pour objectif d'étudier la fatigue à grand et très grand nombre de cycles du superalliage base Ni monogranulaire CMSX-4 à haute température. Néanmoins, certaines conditions expérimentales testées, notamment à fort rapport de charge, conduisent au phénomène de fluage. Cette partie a donc pour objectif de présenter les principales propriétés des superalliages base Ni monogranulaire en fluage.

Le comportement viscoplastique de ce type d'alliage apparaît à partir de 650°C, et ce jusqu'à la température de dissolution totale des précipités ($T_{solvus}$). Ces matériaux étant utilisés dans la partie chaude des turbines à gaz, leur température de service est comprise dans le domaine viscoplastique. C'est pourquoi de nombreuses études ont été concentrées sur le comportement en fluage des superalliages base nickel monogranulaires.

Tout d'abord, le comportement anisotrope est aussi retrouvé dans les propriétés viscoplastiques. A température intermédiaire (~ 760°C), le fluage primaire est associé au glissement de dislocations ⟨112⟩{111} qui cisaillent la matrice et les précipités. En désorientant l'axe de chargement de quelques degrés par rapport à la direction parfaite ⟨001⟩, le nombre de systèmes de glissement activés diminue et augmente alors fortement l'hétérogénéité de la déformation. Les Figure I. 26(a) et Figure I. 26(b)

montrent que le fluage primaire est affecté suivant l'orientation du superalliage base Ni monogranulaire. A 950°C, le comportement est beaucoup moins affecté par la désorientation comme le montre la Figure I. 26(c). En effet, à haute température le nombre de systèmes de glissement actifs est plus élevé grâce au glissement dévié. De plus, la coalescence des précipités augmente l'épaisseur des couloirs de matrice, facilitant le mouvement des dislocations. La déformation reste alors confinée dans la matrice pendant les deux premiers stades de fluage, avec une accumulation de dislocations de type a/2⟨110⟩ aux interfaces γ/γ'. Les précipités ne sont cisaillés que pendant le fluage tertiaire.

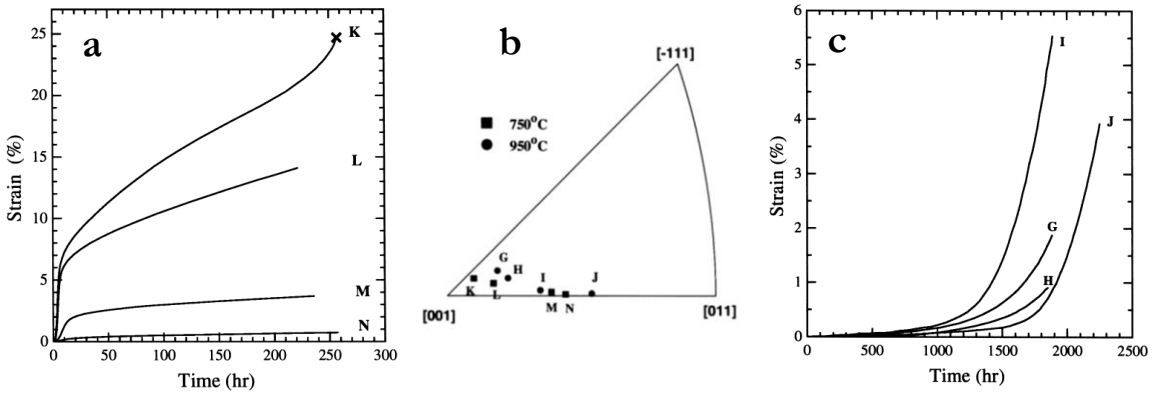


Figure I. 26 – Courbes de fluage à 750°C d'éprouvettes en CMSX-4 avec différentes désorientations selon la direction principale ⟨001⟩ (a) ; triangle stéréographique représentant la désorientation des éprouvettes en CMSX-4 montrées en (a) et (c), (b) ; courbes de fluage à 950°C d'éprouvettes en CMSX-4 avec différentes désorientations selon la direction principale ⟨001⟩ (c). Repris de (Matan *et al.*, 1999).

La composition chimique de l'alliage, la mise en solution et les revenus qui suivent ont aussi un impact considérable sur le comportement de ces alliages en fluage en contrôlant la microstructure. Deux premiers paramètres microstructuraux peuvent être tout d'abord mentionnés :

- L'homogénéité de la microstructure (Ai *et al.*, 1992; Caron *et al.*, 1988; Caron et Khan, 1983; Khan et Caron, 1986; Steuer *et al.*, 2014) : une population de précipités cubiques homogène au travers de la structure dendritique permet d'augmenter les propriétés en fluage et de diminuer la dispersion (Steuer *et al.*, 2014). A 760°C, une phase γ' homogène en taille et morphologie diminue la durée et la vitesse du fluage primaire car elle facilite le glissement des dislocations a/2⟨110⟩ dans la matrice, homogénéisant rapidement la déformation. A 1050°C, une microstructure γ/γ' ordonnée diminue la vitesse de fluage secondaire mais est moins impactante qu'à basse température, la mise en radeaux intervenant rapidement.

- La fraction volumique de la phase γ' (Murakumo *et al.*, 2004) : Murakumo *et al.* ont montré qu'une fraction volumique de précipités entre 60 et 70 % permet d'optimiser la durée de vie en fluage, face à un alliage monophasé γ' (voir Figure I. 27). Les interfaces γ/γ' et le misfit ont une importance capitale sur les propriétés en fluage en bloquant le mouvement des dislocations et en prévenant le cisaillement des précipités.

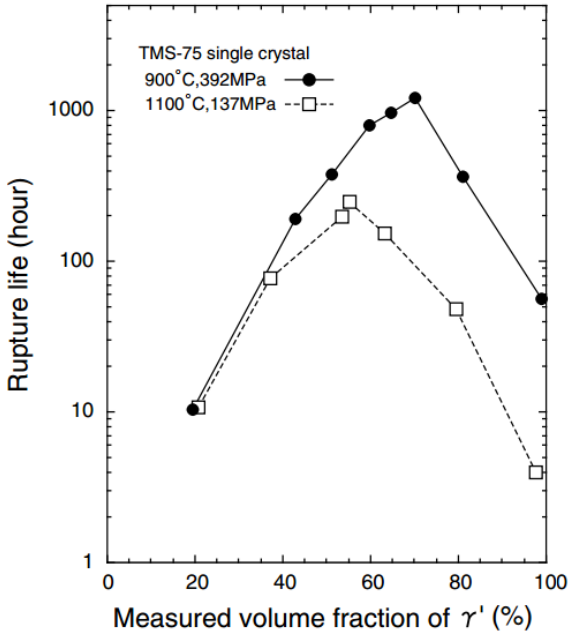


Figure I. 27 – Temps à rupture en fluage à 900°C/392 MPa et 1100°C/137 MPa du TMS-75 en fonction de la fraction volumique en γ' (Murakumo *et al.*, 2004).

Un dernier paramètre de taille à prendre en compte sur le comportement en fluage est l'évolution de la microstructure au cours du temps. Lorsque la microstructure est dégradée, deux cas de figure sont retrouvés. La littérature s'accorde à dire qu'une microstructure grossière facilite le déplacement des dislocations dans la matrice ainsi que le contournement des précipités par le mécanisme d'Orowan. Il en résulte une perte de résistance en fluage (Acharya et Fuchs, 2004; Shi *et al.*, 2012; Steuer *et al.*, 2014). Pour ce qui est de la mise en radeaux, la communauté scientifique reste divisée. Certains auteurs affirment qu'une microstructure mise en radeaux type N permet d'augmenter la durée de vie en fluage isotherme à haute température par rapport à une microstructure standard cubique (Pearson *et al.*, 1980). En effet, ils considèrent qu'à faible contrainte et haute température, les précipités en radeaux gênent la montée des dislocations hors de leur plan, augmentant la durée du fluage secondaire (Caron *et al.*, 1986; Reed *et al.*, 1999). A 700°C, Caron *et al.* postulent que la mise en radeaux est néfaste car elle diminue la contrainte seuil où les précipités commencent à être cisaillés (Caron *et al.*, 1986). D'autres auteurs affirment que la mise en radeaux a un effet négatif en fluage anisotherme en augmentant la vitesse de déformation moyenne (Giraud *et al.*, 2012; Cormier *et al.*, 2010).

Du point de vue de l'endommagement, la formation de cavités est le principal mécanisme responsable de la rupture. La cavitation apparaît au niveau des pores de fonderie, qui vont micro-fissurer (voir Figure I. 28) (Ai *et al.*, 1992; Reed *et al.*, 2007). Les fissures se propagent ensuite en mode I en suivant les interfaces γ/γ'. Elles augmentent la contrainte sur la pièce ainsi que la déformation, jusqu'à ce qu'elles coalescent et se relient, conduisant à la rupture. La cavitation n'est cependant pas responsable du début du fluage tertiaire dans la majorité des cas. L'accélération de la déformation est en effet activée par le

début de l'inversion topologique de phase γ/γ' et enfin, par le cisaillement des précipités (le Graverend *et al.*, 2017).

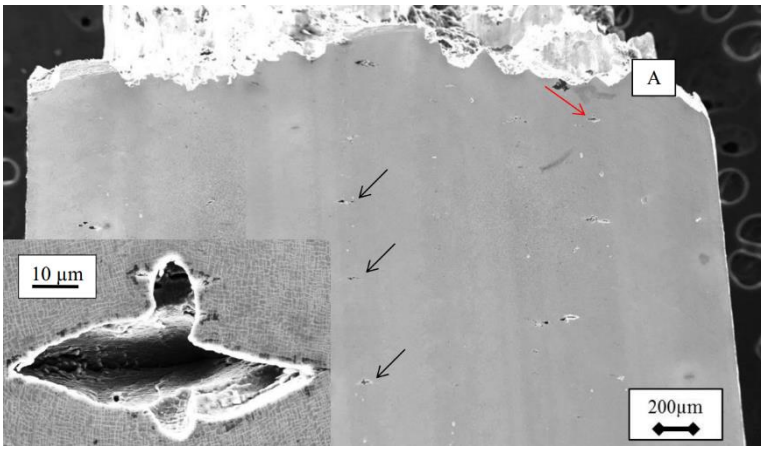


Figure I. 28 – Observations en microscopie électronique à balayage d'une coupe longitudinale d'une éprouvette en CMSX-4 testée à 850°C/ 650 MPa. La cavitation s'amorce à partir des pores de fonderie (Giraud, 2014).

Les carbures peuvent aussi être des sites d'amorçage soit en fissurant, soit en formant une décohésion au niveau de l'interface avec la matrice (Ai *et al.*, 1992; Liu *et al.*, 2003). Ils sont cependant considérés comme bénéfiques sur le comportement en fluage en bloquant le mouvement des dislocations (Liu *et al.*, 2003). A très haute température (> 1150°C), Reed *et al.* estiment que les phases TCP deviennent plus néfastes que les pores de fonderie en formant des cavités (Reed *et al.*, 2007). En effet, des essais sur éprouvettes compactées (CIC) (voir section I.3.3.2), qui n'ont donc plus de pores de fonderie, n'ont pas montré des propriétés supérieures à des éprouvettes sans compaction. De plus, il s'avère que les pores de fonderie se ré-ouvrent au cours du fluage, rendant caduc le traitement de Compaction Isostatique à Chaud.

## I.6. Fatigue des superalliages base nickel monogranulaires

### I.6.1. Généralités en fatigue

Trois principaux régimes peuvent être définis en fatigue, ils sont schématisés dans la Figure I. 29. Ces régimes sont décrits ci-dessous :

- **La fatigue oligocyclique ou LCF (Low Cycle Fatigue)** : le régime LCF est bien étudié dans la littérature pour les superalliages base Ni monogranulaires, car la fatigue oligocyclique fait partie des endommagements principaux des aubes de turbine refroidies. Elle est retrouvée sur le pied de sapin des aubes, zone caractérisée par une géométrie complexe équivalente à de nombreuses entailles. Les contraintes appliquées sont proches de la limite d'élasticité, avec un nombre de cycles inférieur à $10^5$ cycles. La durée de vie totale est dominée par la phase de propagation (Reed, 2008; Wright et Anderson, 1980). La déformation plastique joue un rôle d'importance dans le comportement et l'endommagement du matériau.

- **La fatigue à grand nombre de cycles ou HCF (High Cycle Fatigue)** : elle est caractérisée par un état de contrainte macroscopiquement dans le domaine d'élasticité, avec un nombre de cycles compris entre $10^5$ et $10^7$ cycles. Sur une aube de turbine, ce type de fatigue représente les vibrations pouvant être subies par le profil. Contrairement à la fatigue oligocyclique, la déformation plastique est localisée autour de concentrateurs de contrainte. Les contraintes étant faibles, seuls quelques systèmes de glissement ayant le facteur de Schmid le plus élevé sont activés. La durée de vie totale est dominée par la phase d'amorçage d'une fissure à partir de ce concentrateur. La phase de propagation est ensuite rapide au regard de la durée de vie totale.

- **La fatigue à très grand nombre de cycles ou VHCF (Very High Cycle Fatigue), aussi appelée gigacyclique ou UHCF (Ultra-High Cycle Fatigue)** : c'est le nombre de cycles très important (>> $10^7$ cycles) qui définit ce régime. Ce régime est particulier car il nécessite l'utilisation de machines de fatigue travaillant à haute fréquence (> 1000 Hz) afin d'atteindre un nombre de cycles important en un temps raisonnablement court. La VHCF est bien étudiée sur les matériaux métalliques tels que les aciers et aluminiums. Quelques études ont été réalisées sur les superalliages à base de nickel, mais très peu existent pour les superalliages monogranulaires. La section I.7 est dédiée à ce régime, en donnant un aperçu bibliographique général.

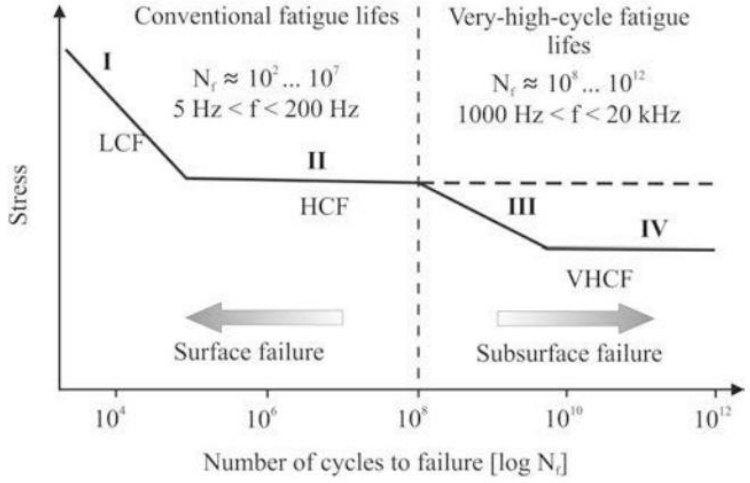


Figure I. 29 – Diagramme de Wöhler schématique présentant les trois régimes de fatigue principaux. D'après (Mughrabi, 2006).

La thèse étant concentrée sur la fatigue retrouvée sur le profil des aubes, l'étude bibliographique portera principalement sur les deux derniers régimes de fatigue dans la suite de cette partie. La discussion sera également axée sur les superalliages base Ni monogranulaires ayant une orientation cristallographique ⟨001⟩, identique à celle étudiée au cours de la thèse. Quelques observations réalisées en LCF seront néanmoins données afin d'étayer les résultats, moins nombreux, retrouvés en fatigue à grand nombre de cycles.

### I.6.2. Durée de vie et modes de rupture

Deux modes de ruptures principaux sont retrouvés en fatigue des superalliages base Ni monogranulaires. Ces modes sont également observés sur les superalliages base nickel coulés à gros grains (Šmíd *et al.*, 2014) et DS (Gell et Leverant, 1968). Ils dépendent essentiellement de la **température** et de la **fréquence** de sollicitation (Crompton et Martin, 1984; Leverant et Gell, 1975).

A basse température (< 800°C), le mode de rupture est cristallographique (voir Figure I. 30(a)). Le faciès de rupture présente des facettes très planaires inclinées suivant un plan à environ 54° par rapport à l'axe de l'éprouvette orientée ⟨001⟩, indiquant une propagation de la fissure suivant les plans octaédriques {111} (Gell et Leverant, 1968; Leverant et Gell, 1975; Šmíd *et al.*, 2016). Sur ces faciès, peu de stries ou d'indices montrant la propagation cyclique d'une quelconque fissure sont visibles. L'amorçage provient d'un site interne, généralement un pore. Leur influence sera décrite dans la partie I.6.4.

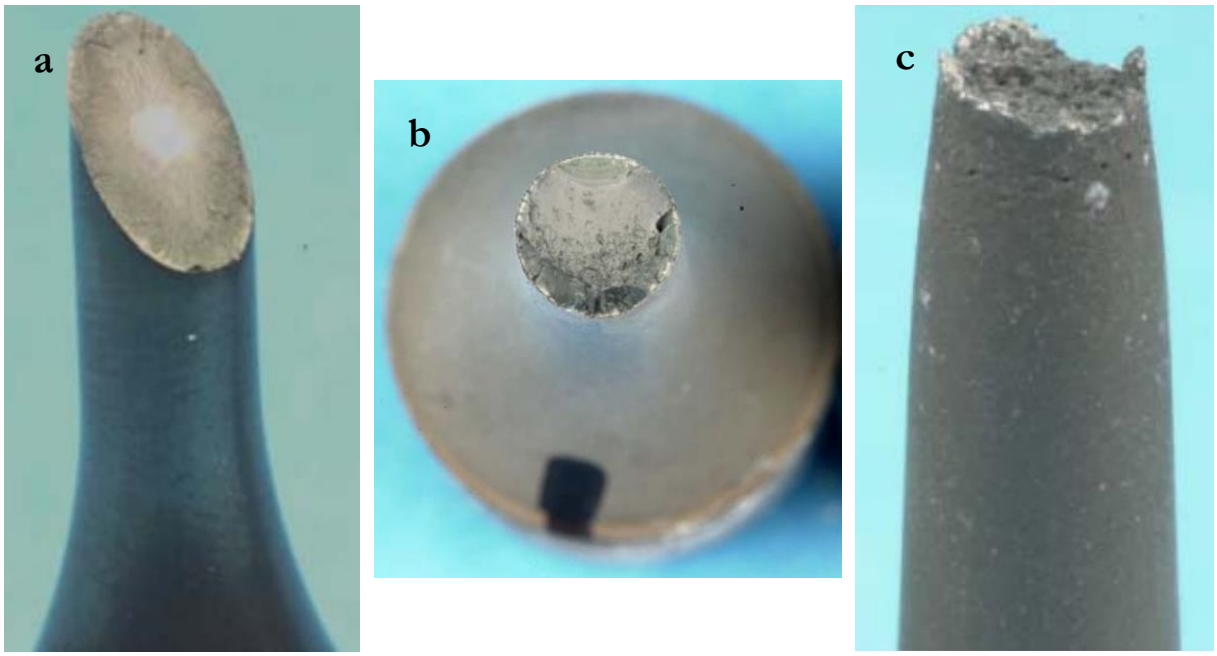


Figure I. 30 – Faciès de rupture d'une éprouvette en PWA1484 compactée et revêtue, sollicitée en HCF à 59 Hz sous les conditions suivantes : 593°C, R = 0.1, $N_f = 6.2 \times 10^5$ cycles, rupture cristallographique (a) ; 1038°C, R = 0.1, $N_f = 6.8 \times 10^6$ cycles, rupture en mode I (b) ; 1038°C, R = 0.8, $N_f = 3.4 \times 10^6$ cycles, rupture de type fluage (c). Repris de (Gallagher *et al.*, 2004).

A haute température, l'oxydation et le fluage deviennent plus actifs. L'activation de ces deux mécanismes dépendants du temps fait apparaître la notion de fréquence : plus la fréquence est élevée, plus la durée d'essai pour atteindre un nombre de cycles donné diminue. Ce constat implique qu'à fréquence élevée, l'endommagement par fluage ou par oxydation a moins de temps pour se développer, et est donc moins influant sur la durée de vie et le mode de rupture (Organ et Gell, 1971; Wright *et al.*, 2004). Ainsi, à haute fréquence et haute température, le mode de rupture est cristallographique comme à basse température (Furuya *et al.*, 2012; Hoffelner, 1982; Wright *et al.*, 2004; Yi *et al.*, 2007). La durée de vie des superalliages base Ni monogranulaires reste relativement indépendante de la fréquence à R = -1.

Le diagramme de Wöhler du PWA1484 à 1038°C et R = -1 en Figure I. 31(a) en est un exemple entre 60 et 870 Hz. En revanche à 0.6 Hz, la durée de vie est fortement réduite, ce qui semble indiquer qu'un effet de temps/fréquence est actif. De la même façon, le diagramme de Wöhler du PWA1484 sous la même température mais avec l'ajout d'une contrainte moyenne (R = 0.1, voir Figure I. 31(b)) montre une certaine influence de la fréquence. Lorsque la fréquence diminue, deux configurations peuvent être retrouvées :

- Sous de faibles contraintes moyennes (-1 < R < 0), la durée de vie est entièrement contrôlée par l'environnement. La couche d'oxyde formée en surface du matériau pendant les essais à haute température conduit à l'amorçage de nombreuses fissures en mode I, c'est-à-dire perpendiculaires à l'axe de chargement (voir Figure I. 30(b)) (Anton, 1984). Ces fissures se propagent dans la matrice, à l'interface γ/γ' et sont assistées dès l'amorçage par l'oxydation. Steuer *et al.* ont montré qu'à 950°C sous air, la durée de vie n'était plus contrôlée par les pores mais par l'environnement (Steuer *et al.*, 2015). Les pores redeviennent prépondérants lorsque les essais à 950°C sont réalisés sous ultra vide, sans oxydation possible. L'environnement est donc particulièrement néfaste en HCF, lorsque la phase d'amorçage est dominante. Néanmoins, Miller *et al.* ont conduit des essais de flexion sur éprouvettes entaillées à 650 – 725°C et 0.25 Hz et ont montré que l'oxydation pouvait aussi jouer un rôle « protecteur » en fonction de la nature de l'oxyde (Miller *et al.*, 2007). Dans ces conditions, sous vide, l'amorçage de la fissure se fait à partir de la surface en fond d'entaille alors que sous air, l'amorçage provient systématiquement d'un pore en subsurface. Les auteurs attribuent cette transition par un « remplissage » des pores connectés à la surface d'oxydes, qui créent des contraintes résiduelles de compression (Miller *et al.*, 2007), et modifient alors la localisation de la contrainte maximale à un pore en subsurface.

- Sous de forts rapports de charge, le mode de rupture bascule également en mode I (Figure I. 30(c)) (Chan *et al.*, 1987; DeLuca et Annis, 1993; Leverant et Gell, 1975). La déformation s'homogénéise dans le volume et ne se localise plus autour de quelques concentrateurs de contrainte (Lukáš *et al.*, 2002; MacLachlan et Knowles, 2001). Les précipités ne sont plus cisaillés et la déformation est alors cantonnée à la matrice (Crompton et Martin, 1984). Les fissures se propagent facilement dans la matrice ou à l'interface γ/γ' (Lerch et Antolovich, 1990). Les faciès de rupture en fatigue ressemblent alors fortement à ceux retrouvés en fluage, comme le montre la Figure I. 30(c) (Wright *et al.*, 2004). Dans ces cas, les durées de vie sont assimilables à des temps à rupture lors d'essais de fluage réalisés sous la même contrainte moyenne (Wright *et al.*, 2004). La durée de vie en terme de nombre de cycles augmente alors avec la fréquence, comme le montre la Figure I. 31(b). La composante cyclique est alors négligeable par rapport au à l'endommagement par fluage. Sous ces conditions, la résistance intrinsèque du superalliage base Ni monogranulaire au fluage semble contrôler la durée de vie (Lukáš *et al.*, 2005).

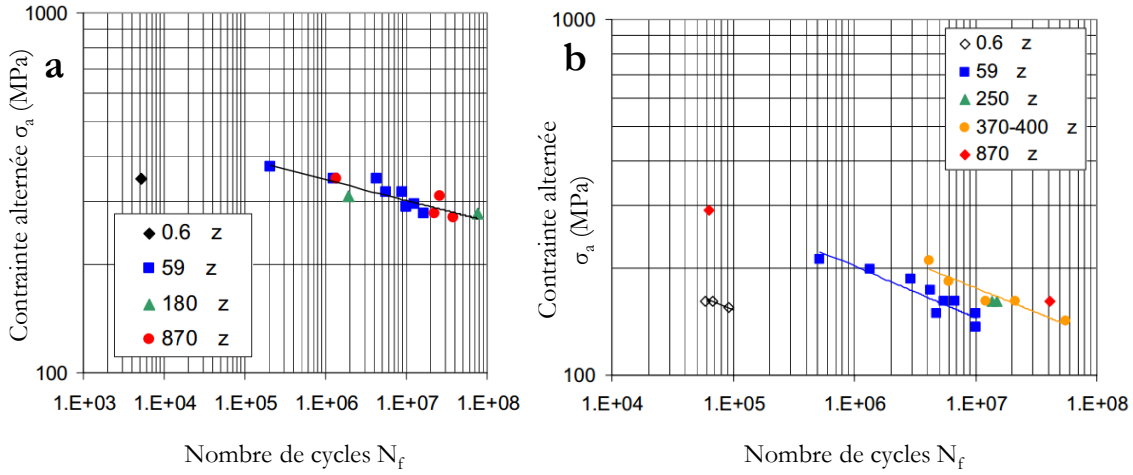


Figure I. 31 – Diagrammes de Wöhler du PWA 1484 compacté et revêtu à 1038°C sous différentes fréquences: R = -1 (a) ; R = 0.1 (b). Dans chaque cas, la contrainte alternée en MPa est tracée en fonction du nombre de cycles à rupture. Repris et modifié de (Wright *et al.*, 2004).

Dans le domaine LCF, l'effet du temps est aussi observé. En effet, les contraintes appliquées étant proches de la limite d'élasticité dans ce régime, la fréquence a aussi une influence à travers la vitesse de déformation. Ainsi, augmenter la fréquence revient à augmenter la limite d'élasticité, comme montré dans la partie I.5.2. Des études réalisées par Leverant et Gell (Gell et Leverant, 1973; Leverant et Gell, 1975; Organ et Gell, 1971), ainsi que MacLachlan et Knowles (MacLachlan et Knowles, 2001), ont relevé l'augmentation des propriétés en fatigue à haute fréquence avec la température, en lien avec la limite d'élasticité. En normalisant la contrainte maximale de l'essai par la limite d'élasticité (fonction de la température et de la vitesse de déformation), il est possible de corriger l'effet de fréquence (provoqué uniquement par la différence de seuil de plasticité) (MacLachlan et Knowles, 2001; Perruchaut, 1997). En HCF cet effet n'a jamais été montré, les contraintes étant bien inférieures à la limite d'élasticité.

### I.6.3. Influence de la morphologie des précipités

La fatigue oligocyclique, qui représente un régime à faible nombre de cycles, se distingue par une distribution de la déformation plastique cyclique beaucoup plus homogène que sur les deux autres régimes (voir Figure I. 32(a) et (b)) (Šmíd *et al.*, 2016). Ainsi, la microstructure a un rôle prépondérant sur les propriétés en fatigue oligocyclique à haute température.

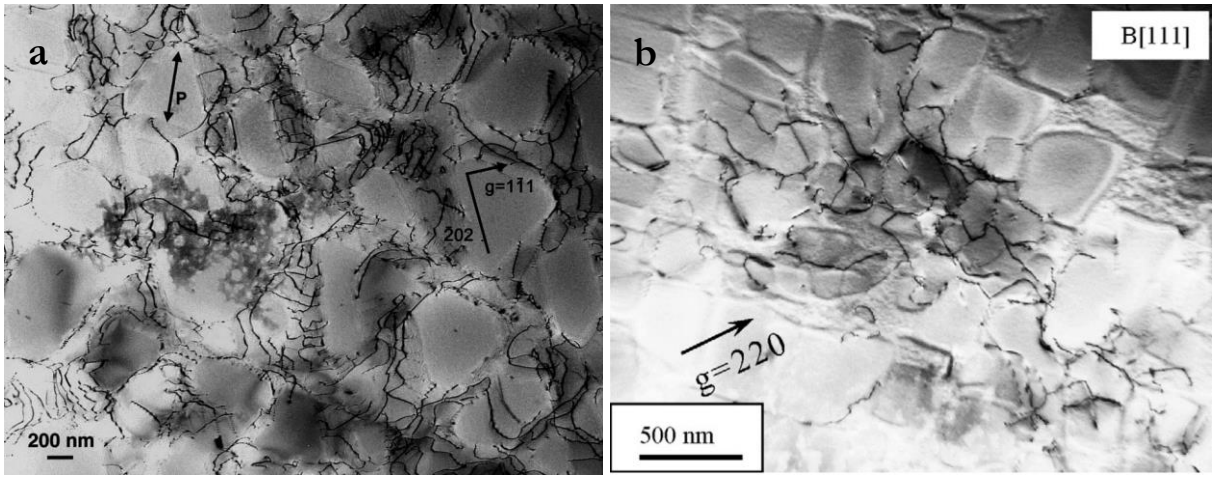


Figure I. 32 – Observations en microscopie électronique à transmission : éprouvette en AM1 testée à 950°C, 0.25 Hz, $R_\varepsilon = 0$, $\Delta\varepsilon^t = 1.28$ %, interrompue à N = 1300 cycles. Normale = [121], P est la projection de l'axe de chargement. Déformation homogène de la microstructure (a) (Brien et Décamps, 2001) ; éprouvette en PWA1484 compactée testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a = 350$ MPa, $N_f = 2.2 \times 10^7$ cycles. Normale = [001]. La densité de dislocation est faible (b) (Yi *et al.*, 2007).

Ott et Mughrabi ont conduit des essais de fatigue à déformation imposée à 950 et 1050°C sur du CMSX-4 et CMSX-6 avec trois microstructures différentes (Ott et Mughrabi, 1999) : une microstructure cubique standard, une microstructure avec des précipités mis en radeaux perpendiculaires (type N) et une microstructure avec des précipités parallèles (type P) à l'axe de chargement. La durée de vie des deux superalliages base Ni monogranulaires est nettement réduite lorsque les précipités sont de type N par rapport à une microstructure standard (voir Figure I. 33(a)). Les précipités de type P augmentent à contrario la durée de vie par rapport à la microstructure cubique.

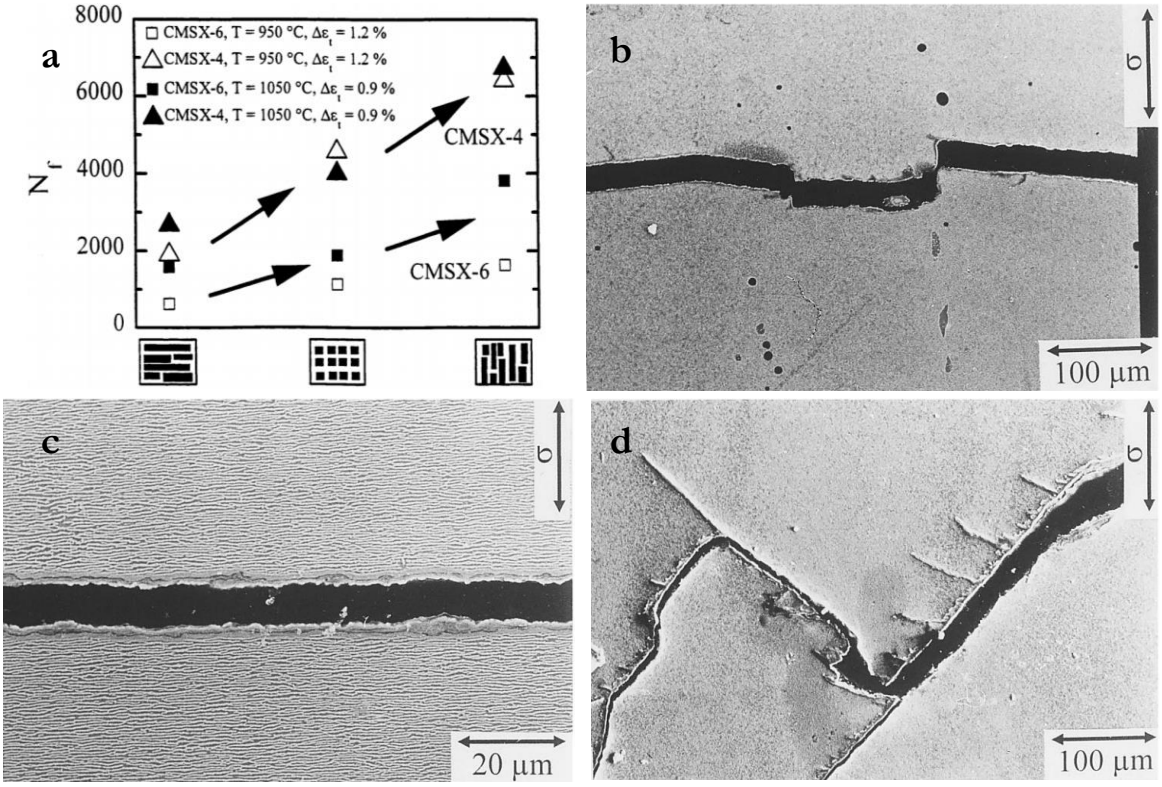


Figure I. 33 – Comparaison de la durée de vie d'éprouvettes en CMSX-4 et en CMSX-6 orientées [001] en fonction de la morphologie des précipités (cubique, mise en radeaux perpendiculaire et mise en radeaux parallèle) sous deux conditions d'essais à 950°C (a) ; coupe longitudinale après essai d'éprouvettes en CMSX-4 avec précipités cubiques (b) ; mis en radeaux perpendiculaires à l'axe de chargement (c) ; mis en radeaux parallèles à l'axe de chargement (d). Adapté de (Ott et Mughrabi, 1999).

Entre les trois microstructures, les sites d'amorçage de fissures restent inchangés (Ott et Mughrabi, 1999). En revanche, la propagation des fissures est fortement dépendante de la microstructure, comme le montrent les Figure I. 33(b), (c) et (d). Dans la microstructure cubique (Figure I. 33(b)), la propagation de la fissure est perpendiculaire à l'axe de sollicitation, avec quelques déviations au niveau d'eutectiques ou de pores. Le même type de propagation est observé sur la microstructure avec des précipités de type N. La direction de propagation suit la direction de mise en radeaux des précipités, avec peu de déviations observées. La fissure principale dans la microstructure avec des précipités parallèles à l'axe de chargement est en revanche plusieurs fois déviée, avec de nombreux branchements de fissures secondaires (Figure I. 33(c)). Dans ces conditions (haute température et basse fréquence), la fissure reste cantonnée dans la matrice ou à l'interface γ/γ' et ne cisaille pas les précipités. Les radeaux perpendiculaires à l'axe de chargement vont donc faciliter la fissuration en mode I et accélérer sa vitesse de propagation (Ai *et al.*, 1993). Les radeaux parallèles vont, eux, être des obstacles à la fissure et gêner sa propagation, entraînant l'augmentation de la durée de vie. Les précipités cubiques présentent une situation intermédiaire.

A 700°C et $R_\varepsilon$ = -1, Epishin *et al.* ont montré que la mise en radeaux perpendiculaire à l'axe de chargement diminuait également la durée de vie LCF avec un coefficient d'abattement plus élevé

(Epishin *et al.*, 2010). La dégradation de la limite d'élasticité par la mise en radeaux ainsi que l'accélération de la vitesse de propagation ont été mis en avant pour expliquer cette baisse (Epishin *et al.*, 2008). L'abattement augmente avec la diminution de l'amplitude de déformation. Les auteurs avancent donc qu'à cette température, l'abattement pourrait être plus élevé en fatigue HCF (Epishin *et al.*, 2008) mais cela n'a jamais été vérifié. De plus, ils ont réalisé une étude sur l'influence de la durée de pré-fluage sur la durée de vie en fatigue. Ils ont ainsi montré qu'à partir du moment où le fluage secondaire débute, c'est-à-dire le moment où les précipités sont complètement mis en radeaux, la durée de vie n'est plus abattue (Epishin *et al.*, 2010). C'est bien leur morphologie, et non pas leur taille, qui influence la vitesse de propagation de la fissure. Pierce *et al.* ont également confirmé que le grossissement des précipités par un pré-fluage à 517 MPa/ 871°C/ $\varepsilon$ = 2.5 % n'impactait pas la durée de vie en fatigue du PWA 1484 à 871°C (Pierce *et al.*, 2010).

A l'inverse des études réalisées par Mughrabi et Epishin, Anton a conclu que la morphologie de la phase γ' avait peu d'incidence sur la durée de vie LCF à déformation imposée entre 650 et 980°C d'un superalliage base Ni monogranulaire modèle sous des conditions similaires ($R_\varepsilon$ = -1) (Anton, 1984). Anton avance que la phase d'amorçage autour d'un pore interne aux températures intermédiaires, et l'oxydation à 980°C, sont les mécanismes qui dirigent la durée de vie et non pas la phase de propagation. Il semble donc que selon l'alliage étudié, notamment au travers de sa résistance à l'oxydation et de la résistance au cisaillement de la phase γ', et la part de phase d'amorçage, l'influence de la morphologie des précipités ne soit pas toujours observée. Le rapport de charge est également une condition d'importance, la microstructure ayant une plus grande influence lorsque le rapport de charge augmente.

### I.6.4. Influence des défauts de procédé

En HCF et VHCF, la microstructure (Lukáš *et al.*, 2005) et la composition chimique (Shi *et al.*, 2011) de l'alliage sont des facteurs minoritaires par rapport aux défauts métallurgiques. En effet, les contraintes étant bien inférieures à la limite d'élasticité, la déformation plastique sous forme de bandes de glissement est localisée uniquement autour de concentrateurs de contrainte (Gell et Leverant, 1968; Lukáš *et al.*, 2005). C'est donc le défaut qui a le plus de potentiel à concentrer de la déformation plastique qui sera le moteur de la phase d'amorçage et de la durée de vie.

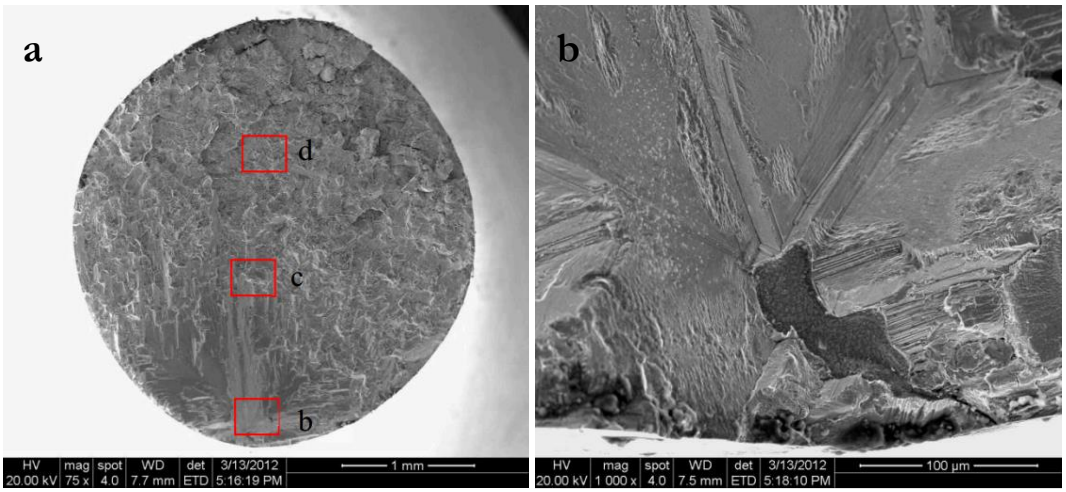


Figure I. 34. Faciès de rupture d'un superalliage base Ni à grains colonnaires DZ4 sollicité en VHCF à 20°C, 20000 Hz, R = -1, $\sigma_a$ = 400 MPa et $N_f = 6.94 \times 10^5$ cycles (a) ; agrandissement du pore ayant conduit à la rupture (b). D'après (Nie *et al.*, 2018).

La majorité des études réalisées, lorsque l'environnement ou le fluage ne sont pas influents, ont observé un amorçage de fissure unique à partir d'un pore de fonderie situé en interne ou subsurface (voir Figure I. 34(a) et (b)). Ces pores, malgré le fait que leur fraction volumique soit faible, sont connus pour être les défauts les plus gros comme cela a déjà été montré dans la partie I.3.2.5 (voir aussi Figure I. 11(b)). Ils sont donc le paramètre d'ordre 1 contrôlant la durée de vie en fatigue des superalliages monogranulaires. Aussi, il est intéressant de noter que le même type d'amorçage est observé dans le cas d'essais de fatigue LCF sur éprouvettes entaillées en CMSX-2 et CMSX-4 à 650 et 725°C (Defresne et Rémy, 1990a; Miller *et al.*, 2007). Localement, la contrainte maximale est plus élevée autour du pore qu'en fond d'entaille, ce qui montre encore une fois leur potentiel à concentrer la déformation plastique.

Ces pores de fonderie étant formés lors de la solidification de la pièce, le développement du procédé d'élaboration est un levier direct pour augmenter la durée de vie en fatigue. Différentes études ont montré que diminuer la taille des pores de fonderie permet d'augmenter fortement la durée de vie en fatigue LCF entre 593 et 760°C pour des rapports de charge inférieurs ou égal à 0 (Brundidge et Pollock, 2012; Khan *et al.*, 1986; Khan et Caron, 1986; Steuer *et al.*, 2015).

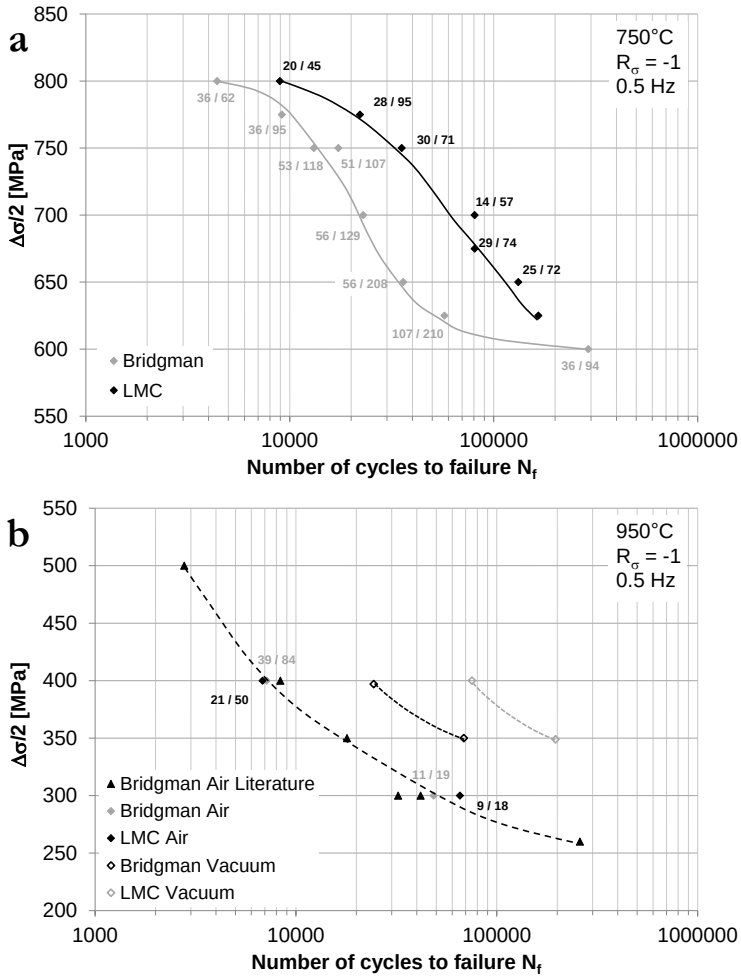


Figure I. 35 – Diagrammes de Wöhler de l'AM1 Bridgman et LMC sollicités en LCF à $R_\sigma$ = -1 et f = 0.5 Hz : 750°C sous air (a) ; 950°C sous air et sous vide (b). D'après (Steuer *et al.*, 2015).

Le diagramme de Wöhler réalisé à 750°C par Steuer *et al.* et présenté en Figure I. 35(a) compare un AM1 solidifié par voie traditionnelle (Bridgman), et un AM1 solidifié par la méthode LMC (voir section I.3.3.1) (Steuer *et al.*, 2015). Sur le diagramme, pour chaque durée de vie, la taille du pore d'amorçage (diamètre équivalent à l'aire réelle) est inscrite. Pour rappel, la méthode LMC permet de diminuer la taille des pores de fonderie en augmentant la vitesse de refroidissement lors de la solidification. La Figure I. 35(a) et la Figure I. 36 montrent que le diamètre équivalent des pores d'amorçage de l'AM1 LMC est plus petit, et la durée de vie quatre fois plus élevée par rapport à l'AM1 Bridgman. C'est donc bien la taille des pores de fonderie et le procédé d'élaboration de l'alliage qui conditionne la durée de vie sous ces conditions (Brundidge et Pollock, 2012; Steuer *et al.*, 2015).

Ces conclusions peuvent aussi être étendues à des essais LCF à 950°C sous vide lorsque l'environnement n'est pas actif, voir Figure I. 35(b) (Steuer *et al.*, 2015). En revanche, à 950°C et sous air, l'oxydation prend l'ascendant et transfère le site d'amorçage des fissures fatales en surface à partir de la couche oxydée. Ce mécanisme n'est pas dépendant de la taille de pore, et le procédé n'a donc plus d'impact sur la durée de vie comme le montre la Figure I. 35(b). Perruchaut a ainsi montré que la durée

de vie d'un AM1 standard testé sous vide à 950°C était plus élevée qu'un AM1 sans porosités testé sous air (Perruchaut, 1997).

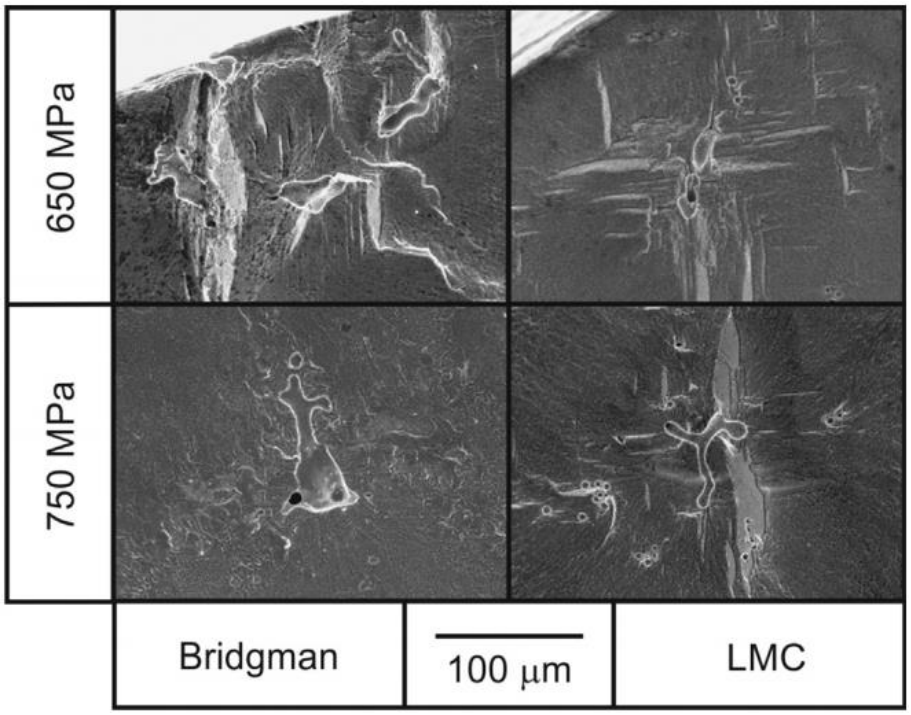


Figure I. 36 – Différence de taille de pore de fonderie ayant conduit à la rupture. Les pores d'amorçage de l'AM1 ayant été solidifié par la technique LMC sont plus petits que ceux de l'AM1 solidifié par la technique Bridgman (Steuer *et al.*, 2015).

Khan et Caron ont montré en fatigue LCF sur le CMSX-2 que la taille de pore avait d'autant plus d'influence que l'amplitude de déformation appliquée était faible (Khan et Caron, 1986). En effet, la déformation plastique cyclique se cantonne au voisinage de seulement quelques défauts les plus critiques. Il est donc normal de retrouver l'influence de la taille des pores sur la durée de vie HCF et VHCF (Caron *et al.*, 1986; Khan *et al.*, 1986; Lamm et Singer, 2007; Nie *et al.*, 2018) (voir Figure I. 34(c) et (d)). L'étude de Lamm et Singer en fatigue HCF à 800°C, 95 Hz, et R = -1 a montré que plus la vitesse de solidification du PWA1483 est rapide, plus la taille des pores de fonderie diminue et la durée de vie augmente (Lamm et Singer, 2007). Ils ont aussi avancé que les essais de fatigue à grand nombre de cycles étaient le meilleur moyen pour quantifier la taille des pores les plus gros contenus dans le volume d'une éprouvette (Lamm et Singer, 2007). En effet, les auteurs ont comparé la taille de pore mesurée par des analyses métallographiques (imagerie optique) avec celle mesurée directement sur les faciès de rupture. Les résultats sont retrouvés en Figure I. 37. Les analyses par microscopie optique ne permettent pas de retrouver la taille des pores les plus critiques. En effet, le nombre de ces pores est extrêmement faible et il est nécessaire de sonder un volume important de matière avant de pouvoir en retrouver au moins un. Brundidge a ainsi montré, en s'aidant d'équations de stéréologie, qu'un volume largement supérieur 0.5 $mm^3$ est nécessaire en tomographie aux rayons X (selon les conditions présentées par Link *et al.* (Link *et al.*, 2006)) pour sonder statistiquement le volume d'un superalliage monogranulaire (0.5 – 2 $mm^3$

en fonction de la taille des pores les plus critiques) (Brundidge, 2011). Néanmoins, plus la contrainte appliquée est faible et plus la déformation plastique est localisée sur quelques pores. Il est donc probable que la fatigue HCF et VHCF soient le meilleur moyen pour déterminer les pores considérés comme « extremums », au sens d'une distribution en taille.

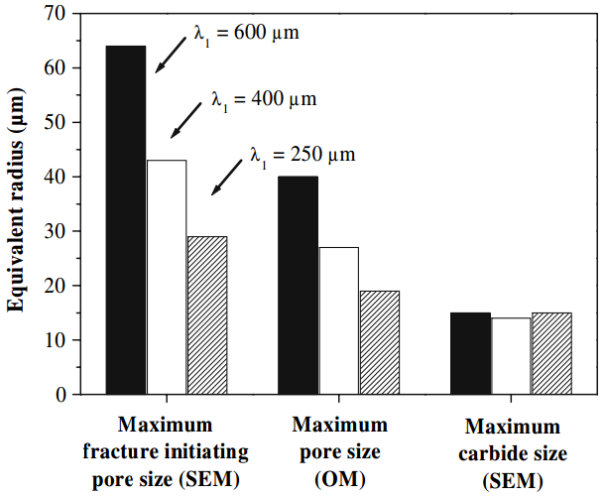


Figure I. 37 – Comparaison de la taille des pores de fonderie mesurée sur le faciès de rupture (site d'amorçage) et par analyse métallographique. Les carbures les plus gros retrouvés sur les faciès de rupture ont aussi été mesurés. Chaque colonne représente une vitesse de refroidissement différente lors de l'élaboration conduisant à des distances entre bras primaires de dendrites $\lambda_I$ de 250, 400 et 600 µm (Lamm et Singer, 2007).

Lorsque les pores de fonderie agissent comme sites d'amorçage en fatigue, une certaine dispersion peut être retrouvée dans les résultats liée, entre autre, à la distribution de la taille de pore. Des modèles proposent de prédire la durée de vie en fonction de leur diamètre et ainsi supprimer cette variabilité. Ils seront présentés dans le chapitre V. La localisation du pore, c'est-à-dire sa distance depuis la surface, a aussi une incidence sur la durée de vie. Différents auteurs ont observé des durées de vie plus faibles lorsque le pore est en surface ou proche de la surface par rapport à un amorçage interne (Brundidge, 2011; Defresne et Rémy, 1990a; Lamm et Singer, 2007). La Figure I. 38 montre par exemple les résultats de fatigue LCF du CMSX-2 à 650°C (Defresne et Rémy, 1990a). La durée de vie du CMSX-2 est 10 fois plus faible lorsque le pore est situé en surface. Defresne et Rémy attribuent cette différence à l'amorçage et la propagation de la fissure qui se fait entièrement sous air, alors que lorsque le pore est interne, le début de propagation se réalise « sous vide » (Defresne et Rémy, 1990a). Les mêmes auteurs ont montré que la vitesse de propagation des fissures était différente sous air et sous vide à 650°C (Defresne et Rémy, 1990b). Mataveli Suave a montré sur le MAR-M200+Hf que la vitesse de propagation sous air était plus faible que sous vide, par la fermeture de fissure induite par la rugosité ou les oxydes formés sur les lèvres. Le facteur d'intensité de contrainte au seuil est également plus faible sous air que sous vide (Mataveli Suave, 2017). En revanche, Perruchaut a montré que les vitesses de propagation à 950°C sous air étaient beaucoup plus élevées que sous vide lorsque la fissure est courte, c'est-à-dire lorsque le facteur d'intensité de contrainte est faible (Perruchaut, 1997). En HCF, Lamm et Singer ont émis

l'hypothèse que l'état de contrainte autour du pore puisse interagir avec la surface afin d'expliquer l'abattement de durée de vie (Lamm et Singer, 2007).

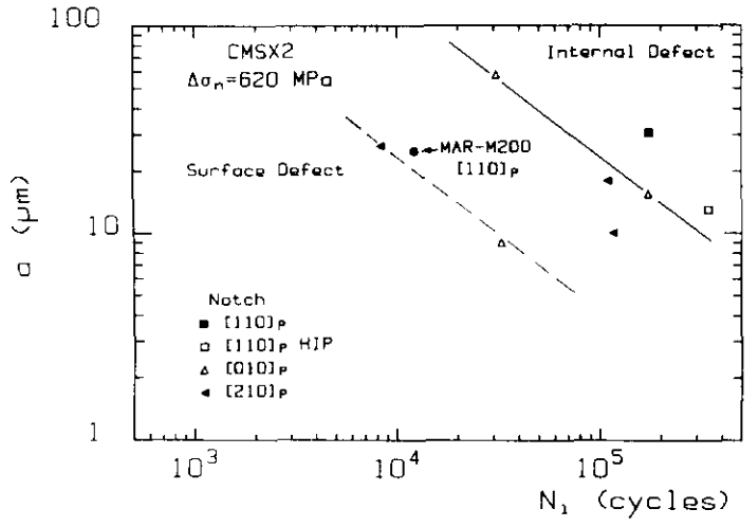


Figure I. 38 – Graphique représentant le diamètre du pore d'amorçage en fonction de la durée de vie du CMSX-2 sollicité en LCF à 650°C, 0.1 – 0.8 Hz, R = 0, Δσ = 680 MPa (Defresne et Rémy, 1990a).

Un autre moyen d'augmenter la durée de vie en fatigue est de supprimer les pores de fonderie en réalisant un traitement de Compaction Isostatique à Chaud (CIC) (voir section I.3.3.2). La Figure I. 39 compare les durées de vie de l'alliage colonnaire DZ4 standard et compacté testés à température ambiante et 20 kHz (Nie *et al.*, 2018). La durée de vie des éprouvettes compactées est 10 fois plus élevée que celles sans compaction. Les défauts « inhibés » tels que les eutectiques et les carbures, lorsque les pores de fonderie sont présents, prennent à leur tour le rôle de sites d'amorçage. Généralement, il est considéré que ces défauts ne sont pas aussi critiques que les pores de fonderie car leur taille est plus petite dans les superalliages monogranulaires de dernière génération.

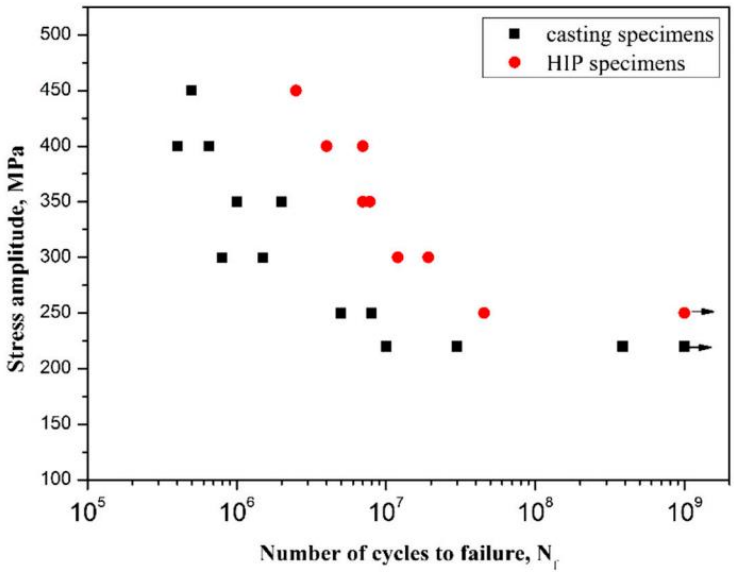


Figure I. 39 – Diagramme de Wöhler du DZ4 standard et compacté sollicités à température ambiante, 20 kHz et R = -1 (Nie *et al.*, 2018).

La Figure I. 37 montre par exemple que dans le PWA1483, les carbures mesurés directement sur le faciès de rupture sont plus petits que le pore d'amorçage (Lamm et Singer, 2007). Il en est de même des eutectiques, qui ne mesurent qu'une dizaine de microns. Néanmoins, ces défauts prennent l'ascendant sur les pores d'homogénéisation (~ 10 µm) qui peuvent être présents (Nie *et al.*, 2018).

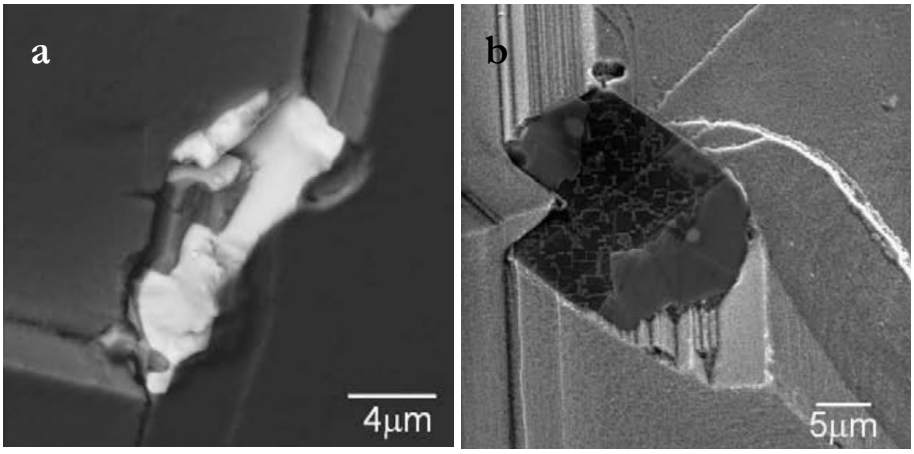


Figure I. 40 – Eprouvettes en PWA1484 compactées et sollicitées à 593°C, 20 Hz, R = 0.1, $\sigma_{max}$ = 680 MPa : amorçage sur carbure, $N_f = 6.3 \times 10^4$ cycles (a) ; amorçage sur eutectique, $N_f = 1.25 \times 10^5$ cycles (b). D'après (Morrissey *et al.*, 2009).

Différentes études réalisées sur du PWA1484 compacté rapportent des amorçages à partir de carbures (Figure I. 40(a)) ou d'eutectiques (Figure I. 40(b)) entre 593 et 1038°C (Morrissey *et al.*, 2009; Morrissey et Golden, 2007; Wright *et al.*, 2004; Yi *et al.*, 2007). Au cours de leur étude, Morrissey *et al.* ont remarqué une dispersion importante des résultats sur du PWA1484 compacté testé à 593°C, 20 Hz et R = 0.1 alors que les mécanismes de rupture sont identiques (Morrissey *et al.*, 2009). Pour une même condition de chargement ($\sigma_{max}$ = 860 MPa), la durée de vie est comprise entre $6.3 \times 10^4$ et $1.6 \times 10^7$ cycles, sans qu'un lien puisse être établi entre la durée de vie, la nature du site d'amorçage ou sa taille. Mataveli

Suave a tenté d'établir un lien entre durée de vie LCF à 650°C du MAR-M200+Hf et la taille des carbures, comme cela a déjà été fait pour les pores (Brundidge et Pollock, 2012; Steuer *et al.*, 2015), mais les résultats n'ont pas été probants (Mataveli Suave, 2017). DeLuca a notamment proposé que les eutectiques pouvaient être néfastes uniquement sur une plage de température, mais cela n'a jamais été démontré (DeLuca et Annis, 1993).

Dans les premiers superalliages base nickel monogranulaires dérivés de leur version colonnaire, la fraction volumique et/ou la taille des carbures peuvent dépasser celles des pores. Dans ce cas, les carbures sont les sites d'amorçage privilégiés en LCF (Defresne et Rémy, 1990a; Gell et Leverant, 1973; Mataveli Suave, 2017). En LCF à faible contrainte/déformation imposée ou HCF, il semble qu'une transition vers un amorçage d'un pore en interne apparaisse (Defresne et Rémy, 1990a). Une exception est néanmoins observée sur éprouvette entaillée, où les carbures surfaciques sont à nouveau les sites d'amorçage privilégiés. La fraction volumique de carbures est beaucoup plus élevée que celle de pores sur le MAR-M200+Hf, ce qui semble indiquer que dans un faible volume sollicité, les carbures prennent l'avantage. A plus haute température, ces carbures sont aussi néfastes en facilitant l'amorçage et la propagation de fissures depuis la surface. Mataveli Suave a montré qu'une exposition à 900°C d'uniquement 5 minutes était suffisante pour fissurer les carbures en surface. Ces carbures sont alors des « portes d'entrée » pour que l'oxygène pénètre dans le matériau (Mataveli Suave *et al.*, 2016a). Enfin, à haute température, les carbures peuvent amener à influencer la propagation de la fissure en fissurant pendant la sollicitation, ce qui facilite sa propagation (Crompton et Martin, 1984).

## I.7. Spécificités de la fatigue à très grand nombre de cycles (VHCF)

La fatigue gigacyclique, communément appelée VHCF, ne s'est réellement développée que depuis une vingtaine d'années avec les travaux de Bathias (Bathias, 1999; Bathias et Paris, 2004; Bathias, 2006), Stanzl-Tschegg (Stanzl, 1986; Stanzl-Tschegg, 2014), et Mayer (Mayer, 1999) malgré les premières études réalisées au Japon dans les années 70 (Kikukawa *et al.*, 1965; Naito *et al.*, 1984). Le verrou technique de cette fatigue est de pouvoir réaliser un nombre de cycles très importants (> $10^8$ cycles) en un temps relativement « restreint ». En effet, à 10 Hz $10^8$ cycles sont atteints en environ 3000 heures soit 125 jours consécutifs, ce qui complexifie fortement l'étude de ce régime. La VHCF s'est donc développée par la démocratisation des machines de fatigue dites « ultrasonores », qui permettent de travailler à des fréquences autour de 20000 Hz, et ainsi atteindre $10^8$ cycles en à peine une heure. Le principe de fonctionnement de la machine de fatigue ultrasonore sera développé dans le chapitre II.

Ce régime a été d'abord étudié afin de diminuer le temps d'essai et d'observer si la fréquence avait une influence sur les propriétés en fatigue. D'autres auteurs tels que Bathias se sont ensuite intéressés à l'existence ou non d'une limite de fatigue (Bathias, 1999). En effet, les standards utilisés sur les aciers estiment généralement que si le matériau est sollicité à une contrainte inférieure à une contrainte dite

limite de fatigue, la durée de vie de la pièce est illimitée (voir Figure I. 41) (*Atlas of Fatigue Curves*, 1986). La plupart du temps, cette limite est prise égale à la limite d'endurance à $10^7$ cycles (Cowles, 1996). Le choix s'est arrêté sur $10^7$ cycles car ce nombre de cycles peut être atteint à l'aide de machines de fatigue conventionnelles, et pour des raisons économiques (Bathias, 1999). Ces différentes études ont rapidement montré que des ruptures pouvaient arriver à des durées de vie excédant $10^9$ cycles pour la majorité des alliages métalliques. Les aciers et alliages d'aluminium pour l'industrie automobile et ferroviaire ont ainsi été fréquemment étudiés, car les pièces élaborées sont soumises à des oscillations vibratoires excédants $10^8$ cycles.

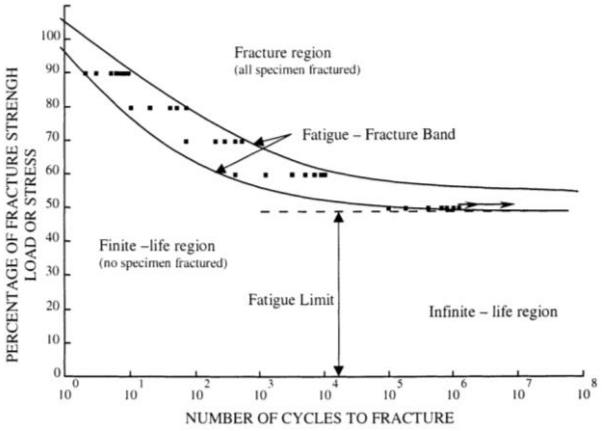


Figure I. 41 – Diagramme de Wöhler typique d'un acier à résistance moyenne conformément à l'ASM (*Atlas of Fatigue Curves*, 1986).

La phase d'amorçage en VHCF a une importance capitale sur la durée de vie, puisque 99 % du nombre de cycles à rupture peuvent être consommés par ce processus (Mughrabi et Antolovich, 2016). Dans ce type de régime, la frontière entre phase d'amorçage et phase de propagation est particulièrement difficile à distinguer, car la fissure n'est généralement pas détectable avant la rupture de la pièce. Ainsi, la phase d'amorçage est définie par l'amorçage « pur » et la micro-propagation de la fissure, jusqu'à ce que cette dernière puisse être décrite par la mécanique de la rupture (Mughrabi, 2006). Dans les aciers à haute résistance, l'amorçage en VHCF est interne à partir d'une inclusion non métallique quel que soit le type de sollicitation (uniaxial, flexion) (Nishijima et Kanazawa, 2001; Sakai *et al.*, 2016). Des cas particuliers de VHCF en torsion ont aussi conduit à l'amorçage en subsurface, quand bien même la contrainte maximale est surfacique et qu'en HCF l'amorçage est systématiquement en surface (Mayer *et al.*, 2015). Le faciès de rupture typique pour un chargement uniaxial, montré en Figure I. 42(a), est appelé « fish-eye » (Nishijima et Kanazawa, 2001). Ce faciès est également retrouvé dans certains alliages de titane (Bathias, 1999; Heinz et Eifler, 2016a) et certains superalliages polycristallins (Bathias, 1999; Shyam *et al.*, 2004).

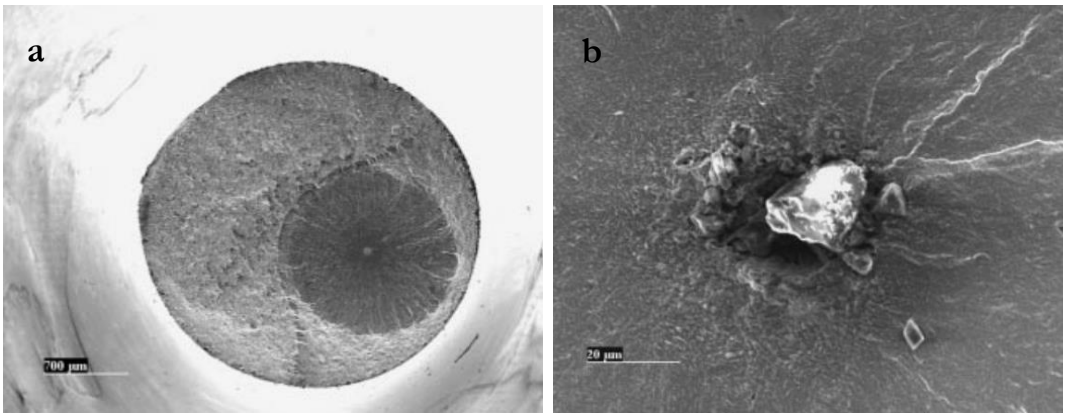


Figure I. 42 – Fish-eye dans un acier haute résistance 4240 sollicité à température ambiante, 20 kHz, R = -1, $\sigma_{max}$ = 800 MPa et $N_f$ = 5.75 × $10^8$ cycles (a) ; agrandissement sur l'inclusion qui a servi de site d'amorçage (b). D'après (Bathias, 1999).

Au centre du fish-eye, le site d'amorçage est visible (voir Figure I. 42(b)), entouré d'une zone rugueuse appelée Fine Grain Area (FGA) ou Optical Dark Area (ODA) (voir Figure I. 43(a)). La FGA n'est généralement observée dans la littérature qu'à R = -1 (Li *et al.*, 2016), sous vide (Nakamura *et al.*, 2010), et lorsque le facteur d'intensité de contrainte de l'inclusion est inférieur au seuil de propagation $\Delta K_{th}$ (Sakai *et al.*, 2016).

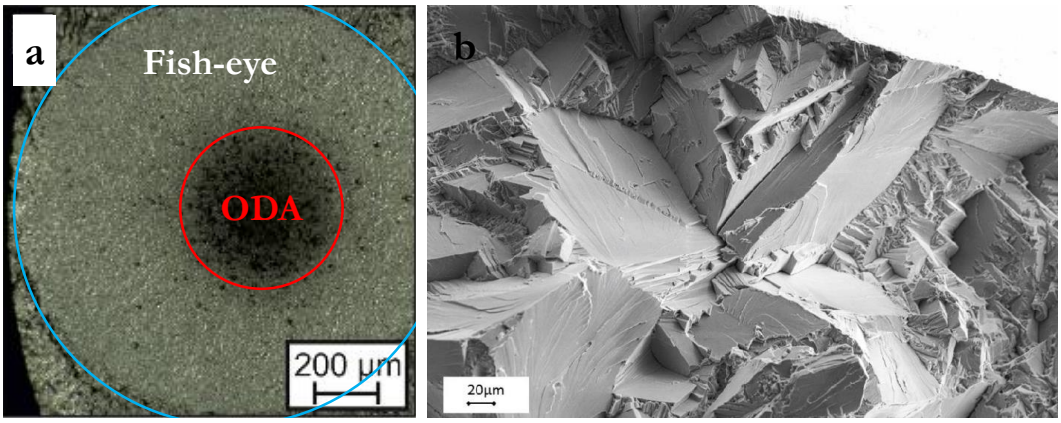


Figure I. 43 – Fish-eye et ODA observés sur un alliage de titane Ti6Al4V testé à 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 410 MPa et $N_f$ = 6 × $10^9$ cycles (Heinz et Eifler, 2016b) (a) ; CGR observée sur un superalliage INCONEL 718 à 20 kHz, R = -1, $N_f$ = 3.2 × $10^9$ cycles (Tofique *et al.*, 2016) (b).

Cette région est caractérisée par un affinement des grains, et est une indication de la micro-propagation de fissures (Heinz et Eifler, 2016b; Grad *et al.*, 2012; Hong et Sun, 2017). Différents mécanismes tentent d'expliquer la formation de cette FGA et sont encore largement sujets à discussion (Li *et al.*, 2016). Murakami *et al.* par exemple, émettent l'hypothèse que l'hydrogène contenu dans les inclusions a un lien direct avec la FGA (Murakami *et al.*, 2000), et que l'affinement des grains est uniquement causé par le frottement des lèvres de la fissure lors du passage en compression à R = -1 (Nakamura *et al.*, 2010). Néanmoins, la FGA est aussi observée sur d'autres alliages métalliques qui ne contiennent pas d'inclusions (Heinz et Eifler, 2016b). Hong *et al.* proposent également, sans que l'hydrogène ait une influence, que la FGA soit formée par le frottement d'une micro-fissure amorcée depuis une inclusion

(Hong et Sun, 2017). En revanche, Sakai (Sakai, 2009) et Grad (Grad *et al.*, 2012) considèrent que l'affinement des grains apparaît autour du site d'amorçage (inclusion) du fait de la concentration de contrainte et conduit alors à la fissuration par une diminution locale du seuil de propagation. Dans cette hypothèse, l'affinement des grains se produit avant la formation de fissures. Le modèle de Grad *et al.* est schématisé en Figure I. 44 (Grad *et al.*, 2012).

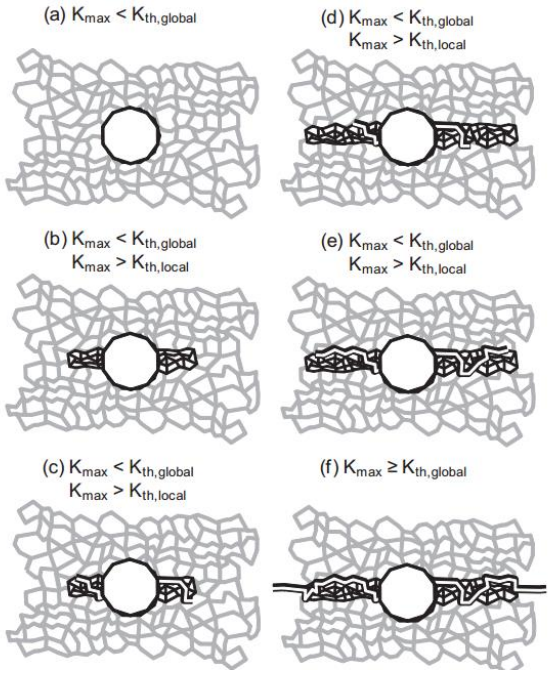


Figure I. 44 – Mécanisme de formation de la FGA proposé par Grad *et al.* (Grad *et al.*, 2012) : microstructure avant sollicitation (a) ; affinement local des grains (b) ; amorçage et propagation de la fissure le long de la FGA (c) ; affinement local des grains en pointe de fissure (d) ; propagation de la fissure dans la FGA (e) ; seuil de propagation dépassé : propagation en fish-eye (f).

D'autres faciès caractéristiques autres que la FGA ont aussi déjà été observés tels que la Crystallographic Growth Region (CGR) dans des aciers duplex (Tofique *et al.*, 2017) ou le superalliage INCONEL 718 (Tofique *et al.*, 2016) (voir Figure I. 43(b)). La CGR résulte d'un amorçage en surface ou subsurface à partir de grains ayant accumulé de la déformation plastique ou bien à partir d'un joint de grains (Tofique *et al.*, 2016). Les nombreuses facettes autour du site d'amorçage sont dues à la nature très planaire de la propagation dans chaque grain, qui forme de nombreux branchements au niveau d'un joint de grains (Tofique *et al.*, 2016). Comme pour la FGA, plus le nombre de cycles est élevé, plus le diamètre de la CGR est élevé.

Dans le cas des superalliages base nickel monogranulaires ou colonnaires, très peu d'études existent dans la littérature (Morrissey et Golden, 2007; Yi *et al.*, 2007; Nie *et al.*, 2018; Furuya *et al.*, 2012; Tien et Gamble, 1971). La Figure I. 45 présente l'ensemble des données issues de la littérature sur des superalliages base Ni monogranulaires à 593 et 1000°C, et sous deux rapports de charge (-1 et 0). Le PWA1484 compacté a été étudié à 593 et 1000°C, et la fissure fatale amorce systématiquement en interne à partir d'un carbure ou d'un eutectique (voir Figure I. 46(a) et (b)) (Morrissey et Golden, 2007; Yi *et al.*, 2007). Néanmoins, Yi

*et al.* ont noté qu'il pouvait y avoir des effets d'oxydation lors des essais de très longue durée, sans qu'il y ait d'incidence sur la durée de vie (voir flèche sur Figure I. 45 et Figure I. 46(c) et (d)) (Yi *et al.*, 2007). Quel que soit le site d'amorçage, le mode de rupture est cristallographique, avec une propagation suivant les plans {111}. Ainsi, 20000 Hz est une fréquence assez élevée pour retrouver ce type de mode de rupture, même à 1000°C. A l'heure actuelle, aucune étude n'a été réalisée sur les mécanismes d'amorçage de fissures en VHCF propre à cette classe d'alliages.

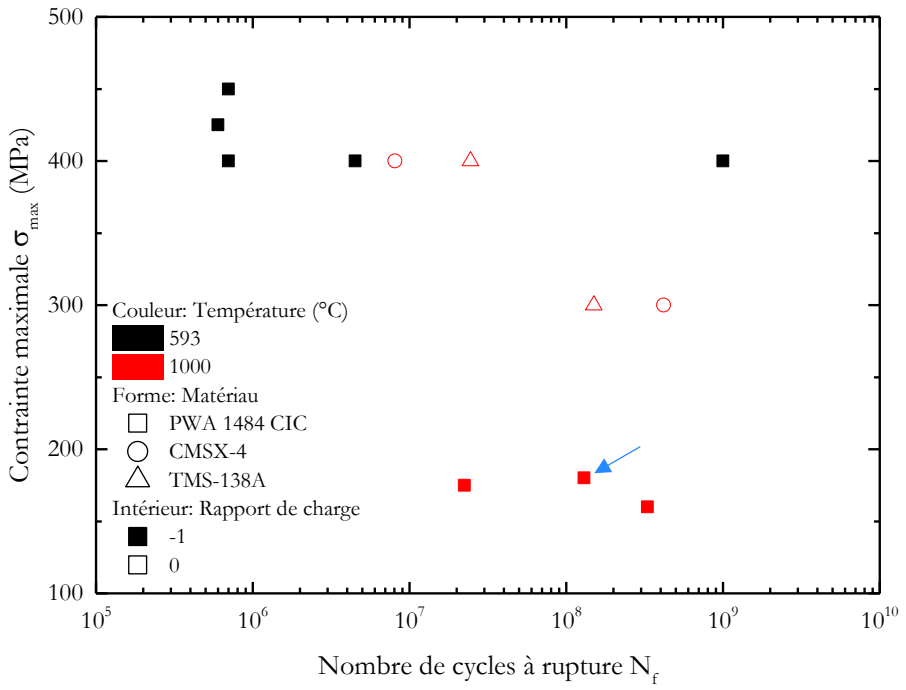


Figure I. 45 – Diagramme de Wöhler regroupant l'ensemble des données issues de la littérature VHCF sur les superalliages base nickel monogranulaires sollicités à 20 kHz (Furuya *et al.*, 2012; Morrissey et Golden, 2007; Yi *et al.*, 2007). Deux températures sont présentées (593 et 1000°C) ainsi que deux rapports de charge (-1 et 0). La flèche indique une éprouvette en PWA 1484 compactée où la fissure fatale amorce depuis la surface. Les données de Yi *et al.* sont corrigées d'un facteur 2 par rapport aux données publiées après discussion avec les auteurs.

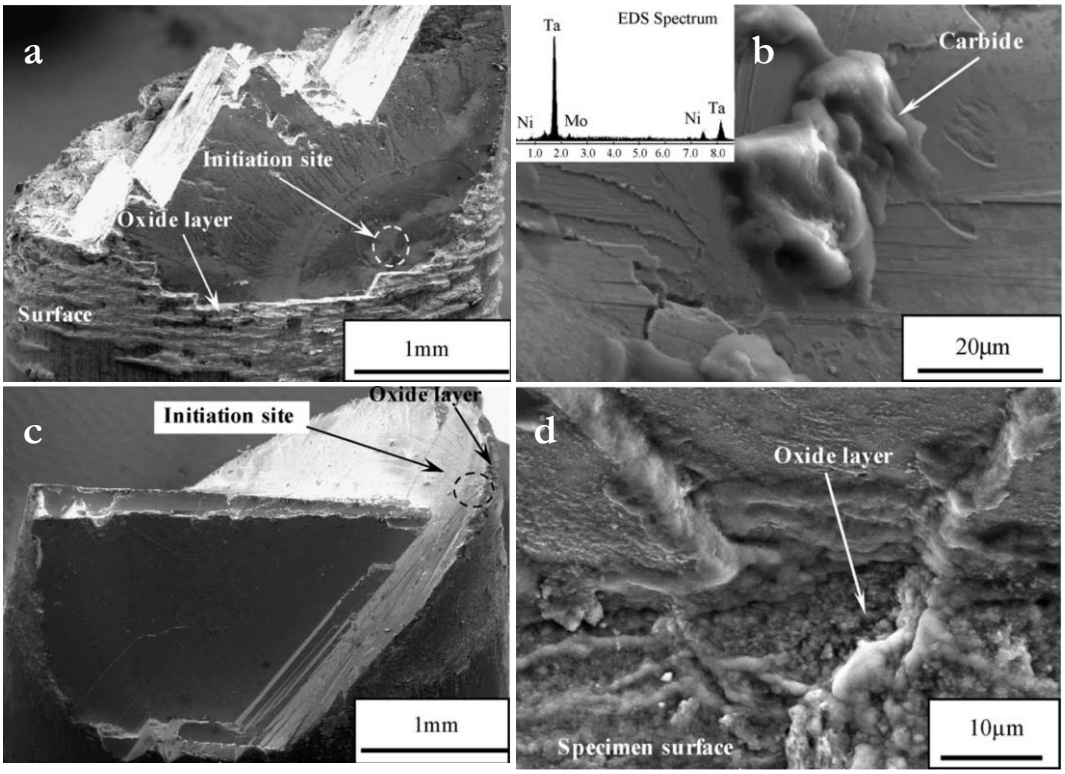


Figure I. 46 – Faciès de rupture et agrandissement sur le site d'amorçage de la fissure fatale dans d'éprouvettes en PWA 1484 compactées sollicitées à 1000°C, 20 kHz, R = -1 : $\sigma_a$ = 175 MPa et $N_f = 2.2 \times 10^7$ cycles. Le site d'amorçage est un carbure riche en tantale (a-b) ; $\sigma_a$ = 180 MPa et $N_f = 1.3 \times 10^8$ cycles. Le site d'amorçage est la couche oxydée en surface (c-d). D'après (Yi *et al.*, 2007).

## I.8. Bilan de l'étude bibliographique et motivations

Ces travaux de thèse se concentrent sur les propriétés en fatigue à grand et très grand nombre de cycles et à haute température des superalliages base nickel monogranulaires, avec des spécificités sur le CMSX-4. Cette étude bibliographique a permis de décrire les méthodes d'élaboration de ce type d'alliage et ses traitements thermiques associés afin de mieux comprendre comment ces procédés peuvent influencer les propriétés mécaniques, particulièrement en fatigue, de ce type d'alliage. Il est également montré que la microstructure de l'alliage, par le biais de sa composition chimique et des possibles évolutions en cours d'essais à haute température, a une incidence sur les propriétés en fluage, mais également en fatigue oligocyclique. Cette étude étant conduite à haute température, un comportement viscoplastique est attendu lors des essais de fatigue à grand nombre de cycles où une contrainte moyenne positive est appliquée.

Au travers de cette étude, il est clair que peu d'informations existent dans la littérature sur les propriétés en fatigue à très grand nombre de cycles, c'est-à-dire pour des durées de vie supérieures à $10^7$ cycles, sur les superalliages base Ni monogranulaires. Les connaissances dans ce domaine sont d'autant plus restreintes à haute température, où une interaction peut avoir lieu entre les mécanismes de fatigue, indépendants du temps, et ceux étant favorisés au cours de longs maintiens à haute température tels que l'oxydation et le fluage. Ces derniers mécanismes impliquent également un possible effet de

fréquence, qui peut induire un certain conservatisme sur les prédictions de durées de vie des composants tels que les aubes de turbines à gaz, dont les fréquences d'excitation en service sont de l'ordre du kilohertz, alors que les essais de fatigue conduits pour leur dimensionnement en fatigue vibratoire le sont à plus faible fréquence.

Ainsi, ces travaux de thèse s'attachent à caractériser le domaine de fatigue à très grand nombre de cycles et à haute température du CMSX-4 et des superalliages base nickel monogranulaires de manière générale. Le **procédé d'élaboration** ainsi que la **microstructure de l'alliage** sont deux points d'importance dans ces travaux, et seront des fils conducteurs sur les trois derniers chapitres. L'effet (ou non) de la fréquence sur la durée de vie et le mode de rupture doit également être éclairci. Une analyse **fine** des mécanismes d'amorçage en VHCF à 1000°C pour cette classe d'alliages sera également réalisée compte tenu de l'absence d'informations dans la littérature.

# CHAPITRE II

# METHODES EXPERIMENTALES

# Sommaire

**II.1. Introduction ..... 65**

**II.2. Matériaux et moyens expérimentaux ..... 65**

II.2.1. Matériau principal de l'étude ..... 65

II.2.2. Matériaux ajoutés et motivations de leur étude ..... 68

II.2.3. Essais mécaniques conventionnels ..... 73

II.2.4. Techniques de caractérisation ..... 78

**II.3. Développement du banc de fatigue ultrasonore à haute température ..... 80**

II.3.1. Principe de fonctionnement de la machine ..... 80

II.3.2. Essais à haute température ..... 86

II.3.3. Dimensionnement de l'éprouvette et des lignes ..... 88

II.3.4. Instrumentation ..... 101

II.3.5. Procédure d'essai ..... 107

**II.4. Synthèse des conditions d'essais ..... 110**

## II.1. Introduction

Ce chapitre est formé de deux parties principales. La première partie, intitulée « matériaux et moyens expérimentaux » a pour objectif de présenter le matériau principal de l'étude, son élaboration et les traitements thermiques reçus. Au cours de cette thèse, d'autres superalliages base nickel monogranulaires ont également été étudiés. La motivation de leur utilisation et la présentation de leur composition chimique est détaillée. Les machines d'essais conventionnels de fatigue, traction et fluage utilisées et leurs procédures sont présentées. Cette partie détaille finalement les techniques métallographiques utilisées afin de caractériser la microstructure et les endommagements rencontrés.

La deuxième partie est consacrée au développement du banc de fatigue ultrasonore à haute température. Elle synthétise les travaux effectués au début de la thèse pour pouvoir réaliser des essais de fatigue ultrasonore à 1000°C, tant du point de vue de son dimensionnement que du contrôle de la température. Cette section décrit également la procédure des essais de fatigue ultrasonore.

## II.2. Matériaux et moyens expérimentaux

### II.2.1. Matériau principal de l'étude

#### II.2.1.1. Microstructure de référence

Le matériau principalement étudié est le CMSX-4, un superalliage base nickel de 2$^{nde}$ génération utilisé dans de nombreuses applications industrielles. Ce matériau est utilisé dans l'élaboration de pales de certaines turbines à gaz chez Safran. Le CMSX-4 a été coulé sous forme de barreaux d'orientation ⟨001⟩ de diamètre 14 ou 20 mm, et de longueur d'environ 150 mm par le fournisseur Howmet. La composition chimique des deux coulées mères utilisées est indiquée dans le Tableau II. 1. L'ensemble des essais de fatigue LCF, HCF et traction fluage ont été conduits avec des éprouvettes issues de la coulée mère n°1. Pour les essais de fatigue ultrasonore, 50 % des éprouvettes sont issues de la coulée n°1, les autres de la coulée n°2. Sur ces essais, aucune distinction en termes de durée de vie ou de taille de défaut critique n'a pu être observée entre les éprouvettes issues des différentes coulées mères.

Tableau II. 1 – Composition chimique du CMSX-4 testé au cours de ces travaux de thèse (en % mass). Le Ni équilibre le reste de la composition.

| | Cr | Co | Mo | W | Al | Ti | Ta | Hf | Re |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Coulée n°1 | 6.40 | 9.50 | 0.60 | 6.20 | 5.59 | 1.00 | 6.50 | 0.12 | 2.80 |
| Coulée n°2 | 6.40 | 9.50 | 0.60 | 6.40 | 5.45 | 1.00 | 6.40 | 0.10 | 2.90 |

La mise en solution par paliers des deux coulées mères effectuée par Howmet est la suivante :

1277°C/ 2 h + 1288°C/ 2 h + 1296 °C/ 3 h + 1304 °C/ 3 h + 1313°C/ 2 h + 1316°C/ 2 h + 1318°C/ 2 h + 1321 °C / 2 h, avec une vitesse de montée de 0.6°C.min$^{-1}$. Le refroidissement est réalisé sous argon. Cette mise en solution est proche de celle recommandée par Cannon-Muskegon (Fuchs, 2001).

Cette mise en solution permet de réduire les ségrégations d'éléments chimiques et dissoudre les eutectiques tout en évitant les zones de brûlures. Après mise en solution, le taux d'eutectiques résiduels est inférieur à 0.4 %. La désorientation primaire de chaque barreau a été mesurée par Howmet via la méthode de Laue. Ces barreaux ont ensuite reçu à l'Institut Pprime les traitements thermiques suivants dans un four sous air :

- « Diffusion du revêtement » : 1100°C/ 4 h et refroidissement sous air.

- « Vieillissement » : 870°C / 20 h et refroidissement sous air.

La microstructure résultante du CMSX-4 est retrouvée en Figure II. 1. Cette microstructure est classiquement attendue après de tels traitements thermiques (Caron et Khan, 1983; Harris *et al.*, 1992; Frasier *et al.*, 1992).

Les éprouvettes sont ensuite directement usinées à partir de ces barreaux traités thermiquement. Dans le cas des barreaux Φ20, des prélèvements au centre du barreau ont été effectués par électroérosion, puis tournés.

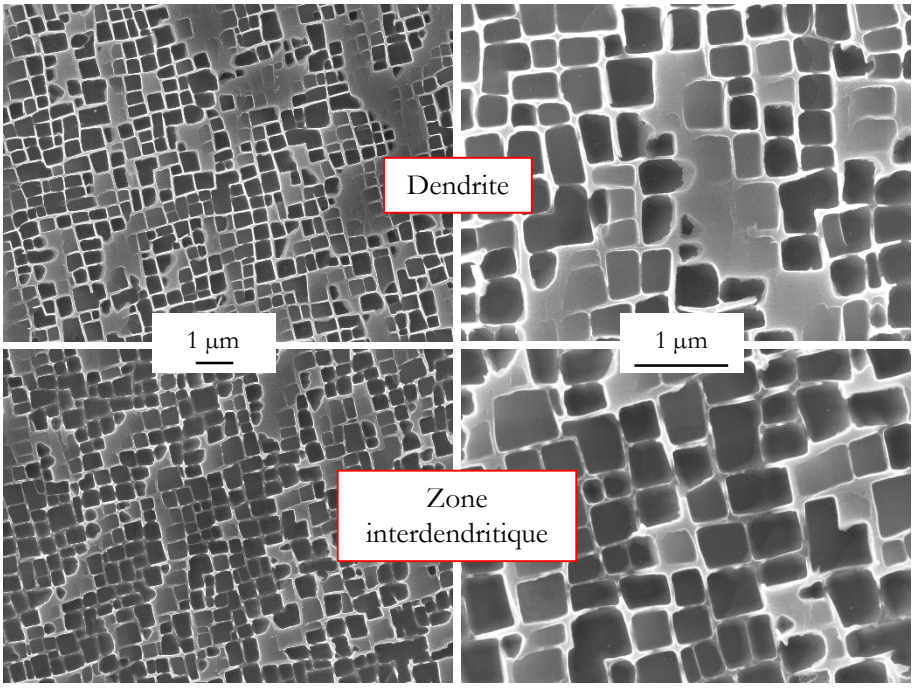


Figure II. 1 – Microstructure du CMSX-4 après mise en solution et traitement thermiques.

#### II.2.1.2. Microstructures dégradées

Dans le chapitre III, l'influence de la dégradation de la microstructure γ/γ' sur les propriétés en fatigue à très grand nombre de cycles du CMSX-4 est étudiée. Pour cela, trois microstructures dites « dégradées » ont été simulées et comparées à la microstructure standard (Figure II. 2(a)) :

→ Une microstructure vieillie par un maintien en température à 1100°C pendant 300 heures.

Après vieillissement, la microstructure obtenue est présentée en Figure II. 2(b). Par rapport à la référence, la microstructure vieillie est devenue grossière : les couloirs de la matrice se sont élargis, et les précipités grossissent afin de diminuer l'énergie d'interface γ/γ' (Acharya et Fuchs, 2004; Svetlov *et al.*, 1992). De nombreuses traces de dislocations sont observées au niveau des interfaces γ/γ' afin d'accommoder les contraintes du misfit (Link *et al.*, 2011). Des petits précipités de forme sphérique dans les couloirs de la matrice sont aussi observés (Epishin *et al.*, 2007). Ces deux phénomènes apparaissent suite au maintien à 1100°C, qui a dissout une partie de la phase γ'. Lors du refroidissement sous air, ces empreintes se forment et la phase γ' re-précipite dans la matrice (Link *et al.*, 2011).

→ Deux microstructures pré-fluées à 1100°C / 120 MPa sous deux durées, 24 (Figure II. 2(c)) et 100 heures (Figure II. 2(d)).

Ces durées permettent de stopper le pré-fluage au stade secondaire (Epishin *et al.*, 2010). Ainsi, une microstructure mise en radeaux de type N est obtenue, plus grossière lorsque la durée est de 100 heures. Arrêter le pré-fluage dans le stade secondaire permet également de prévenir un pré-endommagement excessif dans l'éprouvette, par exemple la fissuration à partir des pores.

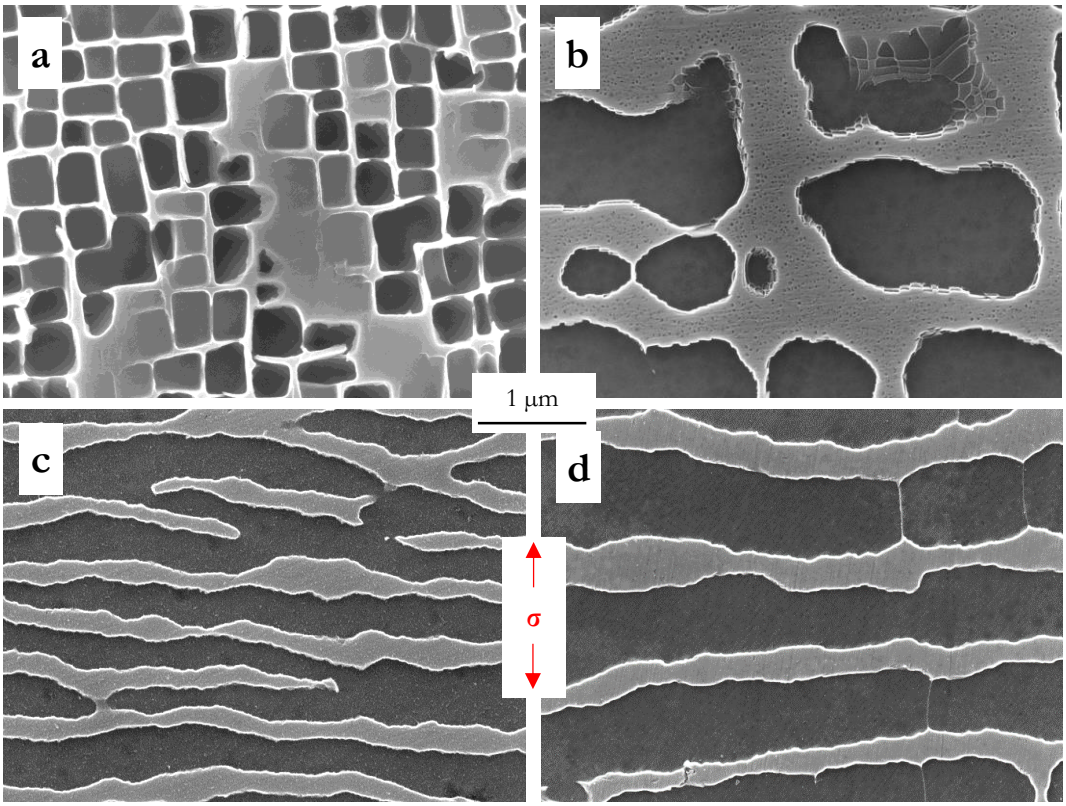


Figure II. 2 – Microstructure du CMSX-4 étudiées dans le chapitre III : référence (a) ; vieillie à 1100°C/ 300 h (b) ; pré-fluées à 1100°C/ 120 MPa/ 24 h (c) ; et 100 h (d).

La microstructure vieillie est obtenue par le maintien en température, suivi d'une trempe à l'air, des barreaux de CMSX-4 ayant reçu la mise en solution et les deux revenus standards. Les éprouvettes sont ensuite directement usinées dans les barreaux. Les deux microstructures pré-fluées sont obtenues par un essai de fluage isotherme interrompu réalisé directement sur les éprouvettes de fatigue. Deux polissages des éprouvettes sont effectués avant et après le pré-fluage. Cette procédure permet d'éviter de former une couche recristallisée en surface des éprouvettes par la relaxation des contraintes résiduelles induites par l'usinage, et d'avoir une couche oxydée avant le début de l'essai de fatigue.

### II.2.2. Matériaux ajoutés et motivations de leur étude

L'étude de l'influence de la fréquence sur la fatigue à grand nombre de cycles du CMSX-4 (chapitre IV) considère l'impact d'endommagements dépendants du temps tels que l'oxydation et le fluage sur la durée de vie. Afin de mieux appréhender la sensibilité de l'alliage à ces deux mécanismes sur ses propriétés en fatigue, il a été décidé de le comparer à d'autres alliages (MAR-M200+Hf et DS200+Hf) connus pour avoir de moins bonnes propriétés en oxydation et en fluage que le CMSX-4.

De la même manière, peu d'articles se sont penchés sur le régime à très grand nombre de cycles (VHCF) à haute température des superalliages base nickel monogranulaires (chapitre III). Il a été décidé d'utiliser différents alliages afin d'expérimenter une variété de nature et de taille de défauts, et de propriétés intrinsèques telles que la résistance à l'oxydation et à l'endommagement par fluage. Une meilleure

compréhension du rôle de chacun de ces facteurs sur les propriétés VHCF a ainsi pu être obtenue. Pour obtenir différents jeux des caractéristiques données ci-dessous, deux leviers ont été utilisés :

→ **La méthode d'élaboration du superalliage.**

Le procédé de fabrication a une influence importante sur la taille des singularités métallurgiques, notamment les pores de fonderie (Lamm et Singer, 2007; Brundidge *et al.*, 2012; Steuer *et al.*, 2015). Cinq superalliages base nickel monogranulaires et un superalliage à solidification dirigée élaborés par la méthode Bridgman ont été utilisés. De plus, deux superalliages (MC-NG et AM1) élaborés par les méthodes Bridgman et LMC ont été testés, ainsi que traités par Compaction Isostatique à Chaud (CIC). Ces alliages ont permis d'étudier l'influence de la taille des pores de fonderie sur la durée de vie VHCF. Le procédé LMC permet de réduire la taille des pores de fonderie en augmentant significativement la vitesse de solidification par rapport à la méthode de Bridgman, classiquement utilisée (Brundidge *et al.*, 2012; Elliott *et al.*, 2004). Sur les pièces élaborées par voie Bridgman, le traitement CIC complémentaire permet de refermer les pores de fonderie. Le tableau ci-dessous répertorie les superalliages utilisés au cours de cette thèse, leur élaboration, et leur provenance. A noter que toutes les mises en solutions et traitements thermiques additionnels sont standards pour chaque alliage, et permettent d'obtenir une microstructure très classique comparable à la microstructure du CMSX-4 présentée en Figure II. 1.
Le DS200+Hf et le René N5 ont tous les deux été élaborés sous forme de plaques. Des cylindres ont été prélevés à partir de ces plaques dans la direction de solidification [001]. Dans le DS200+Hf, les cylindres proviennent des zones à gros grains, qui atteignent l'ordre du millimètre dans le plan perpendiculaire à la direction de solidification. Plus d'informations sur ces prélèvements peuvent être retrouvées dans la thèse de Mataveli Suave (Mataveli Suave, 2017).

Tableau II. 2 – Procédé d'élaboration des superalliages base nickel utilisés en complément du CMSX-4.

| Superalliage base Ni | Elaboration | Forme coulée | Provenance | Réception | TTh additionnels | Autres |
|---|---|---|---|---|---|---|
| CMSX-4 | Bridgman | Barreau Φ14 et Φ20 | Howmet | MS | R1 + R2 | |
| MAR-M200+Hf | Bridgman | Barreau Φ12 | Safran Gennevilliers | MS | R1 + R2 | MS, R1 et R2 dans (Mataveli Suave, 2017) |
| DS200+Hf | Bridgman | Plaque 14×60×150 $mm^3$ | Safran Gennevilliers | MS | R1 + R2 | MS, R1 et R2 dans (Mataveli Suave, 2017) |
| AM1 | Bridgman | Barreau Φ20 | UC Santa Barbara | MS + R1 + R2 | X | MS, R1 et R2 dans (Steuer *et al.*, 2015) |
| | LMC | Barreau Φ14 | UC Santa Barbara | MS + R1 + R2 | X | MS, R1 et R2 dans (Steuer *et al.*, 2015) |
| | Bridgman + CIC | Barreau Φ14 | Howmet | CIC + MS + R1 + R2 | X | CIC : 1310°C / 2 h sous argon – 1000 bars chez Bodycote |
| René N5 | Bridgman | Plaque 14×70×70 $mm^3$ | GE Global Research | MS + R1 + R2 + R3 | X | MS confidentielle GE<br>R1 : 1120°C/ 4 h<br>R2 : 1080°C/ 4 h<br>R3 : 900°C/ 4 h |
| CMSX-4 Plus | Bridgman | Barreau Φ16 | PCC | MS + R1 + R2 | X | MS : par palier jusqu'à 1335°C/6 h<br>R1 : 1163°C/ 6 h<br>R2 : 870°C/ 20 h |
| MC-NG | Bridgman | Barreau Φ14 | Safran Gennevilliers | MS | R1 + R2 | MS : 1310°C, montée à 1340°C à 3°C.$h^{-1}$ et maintien 3 h<br>R1 identique à CMSX-4<br>R2 : 870°C/ 20 h |
| | Bridgman + CIC | Barreau Φ20 | Safran Gennevilliers | CIC + MS | R1 + R2 | CIC : 1310°C / 2 h sous argon – 1000 bars<br>MS : 1310°C, montée à 1340°C à 3°C.$h^{-1}$ et maintien 3 h<br>R1 : 1100°C/4 h<br>R2 : 870°C/20 h |

→ **La composition chimique du superalliage.**

Les éléments chimiques présents dans chaque superalliage ont une influence sur les propriétés intrinsèques (oxydation, fluage) et sur la présence de certains défauts métallurgiques (eutectiques, carbures) (Pollock et Tin, 2006). Différents superalliages ont ainsi été testés afin d'étudier l'influence de ces facteurs sur les propriétés en fatigue. Le Tableau II. 3 relève la composition chimique et la génération de chaque superalliage testé.

Tableau II. 3 – Composition chimique (pct. mass.) des superalliages base nickel testés.

| Gén. | SX | Cr | Co | Mo | W | Al | Ti | Ta | Nb | Hf | Re | Ru | C |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | MAR-M200+Hf (Mataveli Suave, 2017) | 8.6 | 9.5 | | 11.8 | 4.9 | 1.9 | | 0.86 | 1.6 | | | 0.1 |
| 1ère | AM1 (Steuer *et al.*, 2015) | 7.5 | 6.6 | 2.0 | 5.5 | 5.2 | 1.2 | 7.9 | | 0.1 | | | |
| | AM1 compacté | 8.0 | 4.6 | 0.6 | 8.0 | 5.6 | 1.0 | 6.0 | | | | | |
| 2ème | CMSX-4 | 6.5 | 9.0 | 0.6 | 6.0 | 5.6 | 1.0 | 6.4 | | 0.1 | 3.0 | | |
| | René N5 (Reed, 2008) | 7.0 | 8.0 | 2.0 | 5.0 | 6.2 | | 7.0 | | 0.2 | 3.0 | | |
| | CMSX-4 Plus (Wahl et Harris, 2016) | 3.5 | 10.0 | 0.6 | 6.0 | 5.7 | 0.9 | 8.0 | | 0.1 | 4.8 | | |
| 4ème | MC-NG (Reed, 2008) | 4.0 | <0.2 | 1.0 | 5.0 | 6.0 | 0.5 | 5.0 | | 0.1 | 4.0 | 4.0 | |

Le DS200+Hf, version à grains colonnaires du MAR-M200+Hf, provient de la même coulée mère que ce dernier (Mataveli Suave, 2017). Ces deux alliages ont donc la même composition chimique. Cela est également le cas pour le MC-NG et le MC-NG compacté, ainsi que l'AM1 Bridgman et l'AM1 LMC. En revanche, l'AM1 compacté provient d'une coulée mère différente et est une ancienne version de l'AM1 car il n'est pas Super Low Sulfur (SLS). Dans les alliages SLS, la teneur en soufre est extrêmement faible et permet d'augmenter la résistance à l'oxydation (Smialek, 1998) et la tenue d'un revêtement barrière thermique.

Le Tableau II. 4 donne ainsi les principaux défauts retrouvés dans chaque superalliage, et le motif de leur utilisation. La Figure II. 3 présente les principaux défauts retrouvés dans ces superalliages.

Tableau II. 4 – Synthèse des superalliages utilisés dans la thèse, leurs principaux défauts et l'objectif de leur utilisation.

| | Taille pores de fonderie | Eutectiques | Carbures | Utilisation | Chapitres concernés |
|---|---|---|---|---|---|
| CMSX-4 | ++ | + | | Référence | III, IV |
| MAR-M200+Hf | ++ | ++ | ++ | Nature défaut<br>Oxydation | III<br>IV |
| DS200+Hf | ++ | ++ | ++ | Nature défaut<br>Fluage | III<br>III, IV |
| AM1 | ++ | + | | Taille défaut<br>Nature défaut | III |
| AM1 LMC | + | + | | Taille défaut | III |
| AM1 compacté | | + | | Taille défaut | III |
| René N5 | ++ | + | + | Nature défaut | III |
| CMSX-4 Plus | ++ | ++ | | Nature défaut<br>Fluage | III |
| MC-NG | ++ | ++ | | Taille défaut<br>Nature défaut | III |
| MC-NG compacté | | + | | Taille défaut<br>Nature défaut | III |

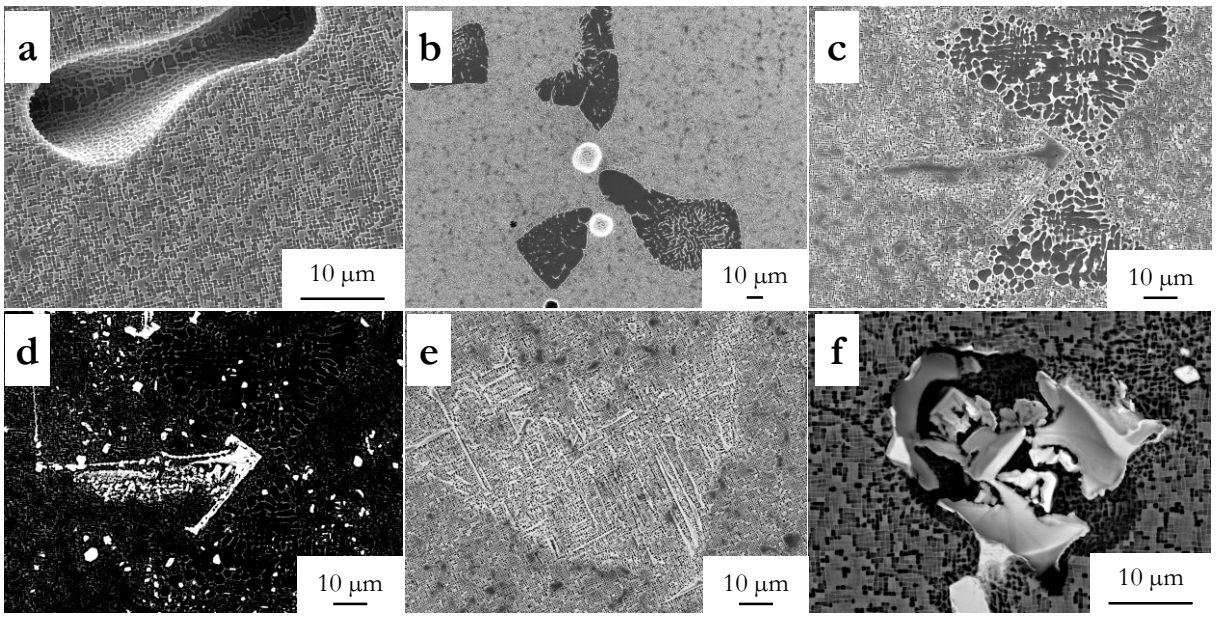


Figure II. 3 – Pore de fonderie dans un échantillon en CMSX-4 (a) ; eutectique accolé à un pore dans un échantillon en CMSX-4 Plus (b) ; eutectique et carbure dans un échantillon en MAR-M200+Hf (c) ; micrographie en mode électrons rétrodiffusés de (c) (BSE) (d) ; carbures en forme de script dans un échantillon en René N5 (e) ; carbures contenus dans un pore dans un échantillon en René N5 (f).

### II.2.3. Essais mécaniques conventionnels

#### II.2.3.1. Polissage

L'ensemble des éprouvettes de fatigue testées ont été polies de façon à effacer les stries d'usinage et obtenir un état de surface poli miroir. Cette procédure permet également d'enlever les contraintes résiduelles induites par l'usinage, et de prévenir la formation de cellules recristallisées en surface lors d'essais à haute température. Les éprouvettes ont été polies avec du papier SiC de granulométrie 180 à 4000 afin de retirer une épaisseur d'environ 0.2 mm, puis au spray diamant 3 µm et 1 µm pour la finition. Le polissage est effectué afin qu'à chaque changement de granulométrie de papier, les rayures soient croisées afin d'effacer correctement les rayures du précédent polissage. Le dernier polissage est effectué longitudinalement.

#### II.2.3.2. Fatigue LCF

*Machines d'essai*

Les essais de fatigue LCF à 0.5 Hz et une température de 1000°C ont été conduits sur deux machines électromécaniques :

→ Instron 8862 pour le rapport de charge R = -1, équipée d'un four à lampes (Figure II. 4 (a)).

Le four est constitué de quatre lampes de puissance 2 kW. Sa calibration a été effectuée à l'aide d'une éprouvette en IN718 percée de trois trous radiaux au centre et aux extrémités de la partie utile. Des thermocouples K y ont été insérés afin de mesurer la température jusqu'à 1000°C. L'utilisation d'un four à lampes ne permet pas d'avoir une aussi bonne homogénéité de la température sur la longueur utile de l'éprouvette qu'avec un four à résistances. Le four a été calibré afin d'obtenir une température de 1000°C au centre de la partie utile, soit environ 995°C en haut et 980°C en bas de la partie utile.

La procédure de chauffe est la suivante : une préchauffe manuelle des lampes jusqu'à 100°C, puis une première rampe à 50°C.min$^{-1}$ jusqu'à 400°C, une deuxième à 20°C.min$^{-1}$ jusqu'à 550°C et une dernière à 5°C.min$^{-1}$ jusqu'à 858°C (consigne) pour une température réelle de 1000°C au centre de l'éprouvette. Un maintien durant 30 minutes est ensuite effectué afin de stabiliser la température sur la ligne. Au cours de l'essai de fatigue, un suivi de la température est assuré par un thermocouple S placé sur le mors « bas » qui serre l'éprouvette.

→ Instron 8562 pour les rapports de charge positifs, équipée d'un four résistif (Figure II. 4 (b)).

Le four est constitué de deux zones de chauffe. Une éprouvette en CMSX-4 munie de deux thermocouples S posés sur la surface a été utilisée afin de calibrer le four pour une chauffe à 1000°C. Une faible hétérogénéité du champ de température a été mesurée, de l'ordre de 2°C entre le centre de la partie utile et une des extrémités.

La procédure de chauffe est la suivante : une rampe à 15°C.min$^{-1}$ jusqu'à 980°C, puis une rampe à 3°C.min$^{-1}$ jusqu'à 1007°C (consigne) pour une température réelle de 1000°C. Un maintien durant 30 minutes est ensuite effectué afin de stabiliser le champ de température. Pendant la chauffe, une charge de 0.1 kN est appliquée sur l'éprouvette afin d'éviter que cette dernière entre en compression.

Dans les deux configurations, un extensomètre haute température en céramique est utilisé afin de suivre la déformation des éprouvettes au cours des essais. L'extensomètre est inséré dans le four au début du maintien, puis est placé sur l'échantillon 15 minutes avant le début d'essai afin de le stabiliser. Lors d'essais à R = -1, les couteaux de l'extensomètre sont appliqués sur deux points de colle céramique afin d'éviter un glissement. Tous les essais ont été conduits sous force imposée ($R_\sigma$).

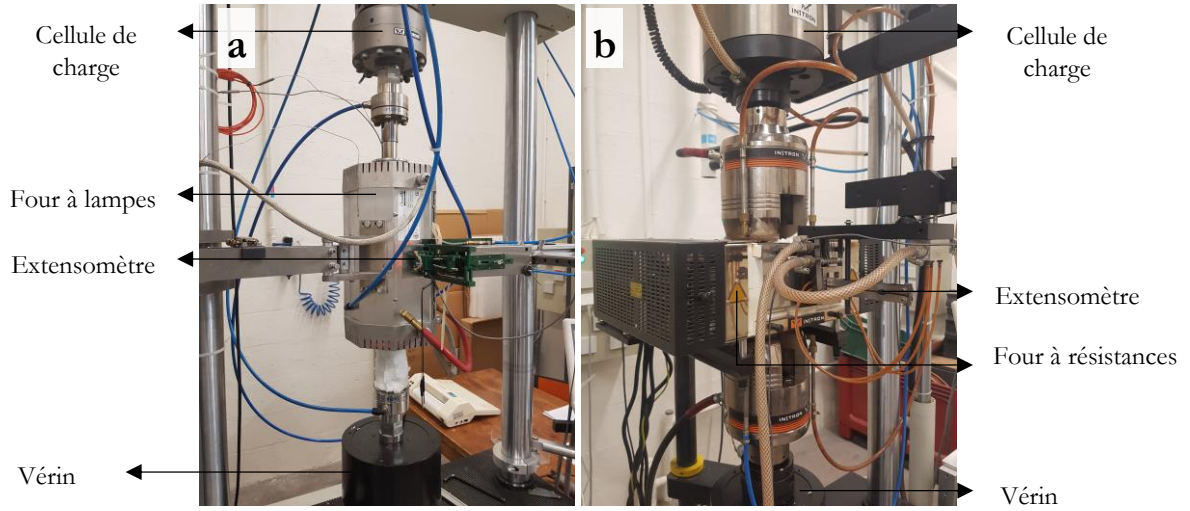


Figure II. 4 – Instron 8862 utilisée pour les essais LCF à 1000°C, 0.5 Hz, R = -1 (a) ; Instron 8562 utilisée pour les essais LCF à 1000°C, 0.5 Hz, R > 0 (b).

*Eprouvette*

Le plan de l'éprouvette utilisée est retrouvé en Figure II. 5.

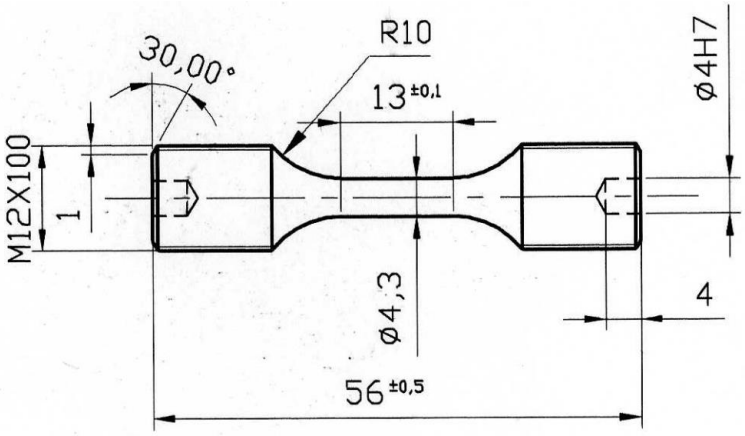


Figure II. 5 – Plan des éprouvettes LCF.

### II.2.3.3. Fatigue HCF

*Machine d'essai*

Les essais de fatigue HCF à 70 Hz et 1000°C ont été conduits sur un vibrophore Zwick Roell 10HFP422 équipé d'un four résistif (six résistances – trois zones). Une éprouvette « test » en MC2 percée de trois trous radiaux au centre et aux extrémités de la partie utile, où des thermocouples S ont été insérés, a été utilisée afin de calibrer le four pour une chauffe à 1000°C. La procédure de chauffe est la suivante : une rampe de 10°C.min$^{-1}$ jusqu'à 1000°C (consigne), pour une température réelle de 1000°C. Un maintien durant une heure est ensuite effectué afin de stabiliser la température dans la ligne.

De par les masses appliquées sur le vibrophore et la température, la fréquence de résonance de la machine lors des essais à 1000°C est autour de 70 Hz. La fin d'essai est déterminée soit par un dépassement des limites en contrainte moyenne ou alternée, soit par une diminution de la fréquence de 5 Hz.

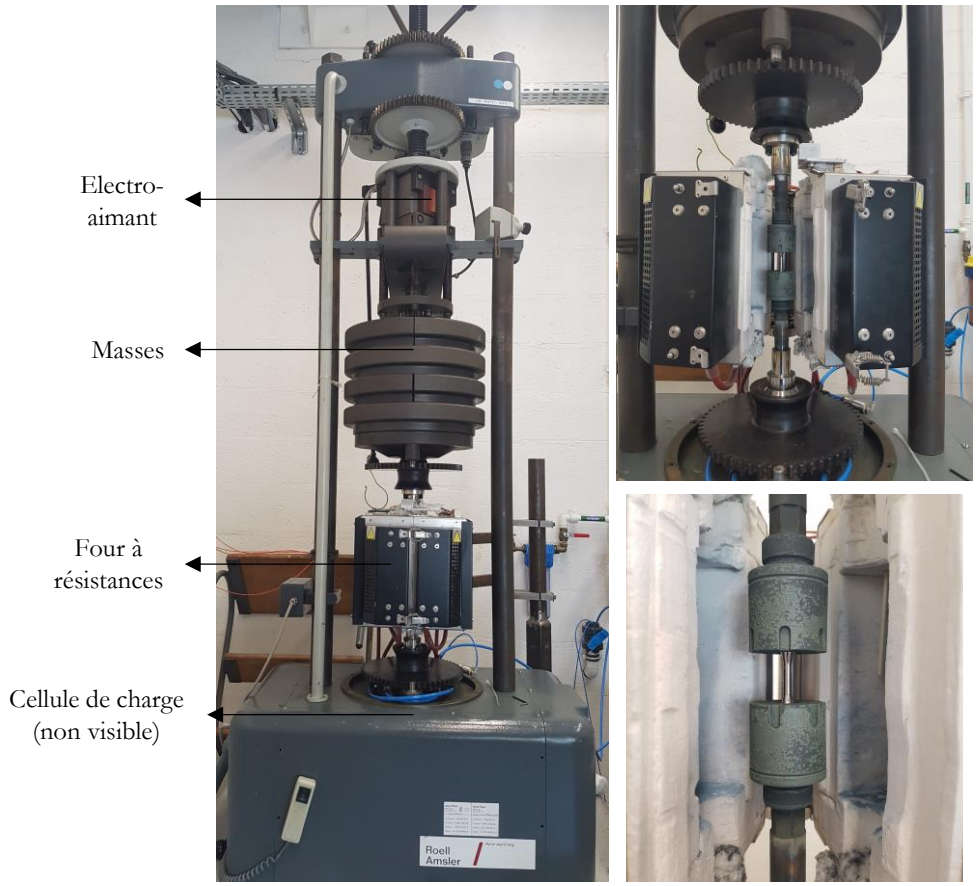


Figure II. 6 – Vibrophore utilisé pour les essais HCF à 1000°C, 70 Hz, R > 0.

La contrainte moyenne est appliquée par le déplacement de la traverse, et la contrainte alternée par la résonance de l'électro-aimant. Tous les essais ont été faits sous force imposée ($R_\sigma$). Aucun rapport de charge entraînant un passage en compression n'a été effectué sur le vibrophore, les lignes haute température n'étant pas dimensionnées pour ce type de chargement

*Eprouvette*

Le plan de l'éprouvette est retrouvée en Figure II. 7

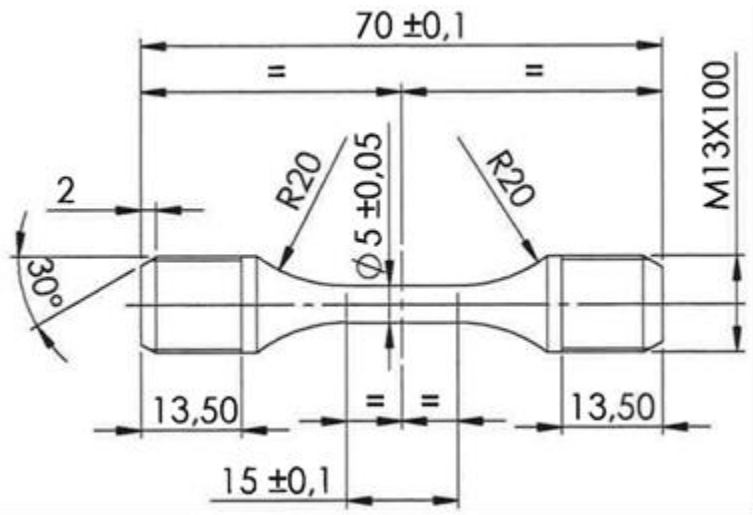


Figure II. 7 – Plan des éprouvettes HCF.

### II.2.3.4. Traction

*Machine d'essai*

Les essais de traction à 1000°C ont été conduits sur la machine électromécanique Instron 8862 décrite dans la partie II.2.3.2. La même procédure de chauffe a été utilisée. Une vitesse de déplacement de la traverse constante, correspondant à des vitesses de déformation initiales de $10^{-3}$ $s^{-1}$, $10^{-2}$ $s^{-1}$ et $3 \times 10^{-2}$ $s^{-1}$, a été appliquée.

*Eprouvette*

Le plan de l'éprouvette est retrouvée en Figure II. 8.

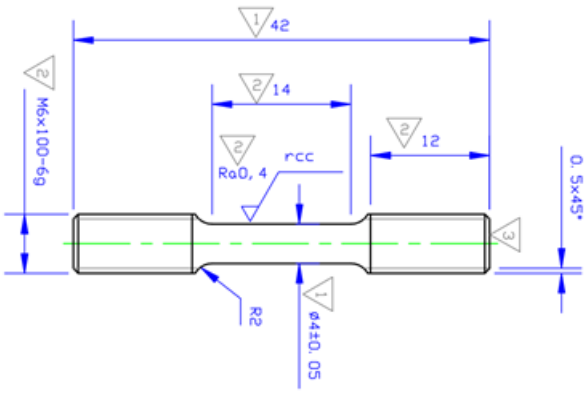


Figure II. 8 – Plan des éprouvettes de traction. Plan de Safran Helicopter Engines.

Ces éprouvettes sont polies du papier 320 au papier 4000 sur un tour manuel, sans finition.

### II.2.3.5. Fluage

*Machine d'essai*

Les essais de fluage ont été conduits sur une machine de fluage biligne (développée au laboratoire) à 1000°C. Cette configuration permet de tester deux éprouvettes en même temps à la même température, sous deux chargements différents. Le déplacement est mesuré au cours du temps à l'aide d'un LVDT sans contact.

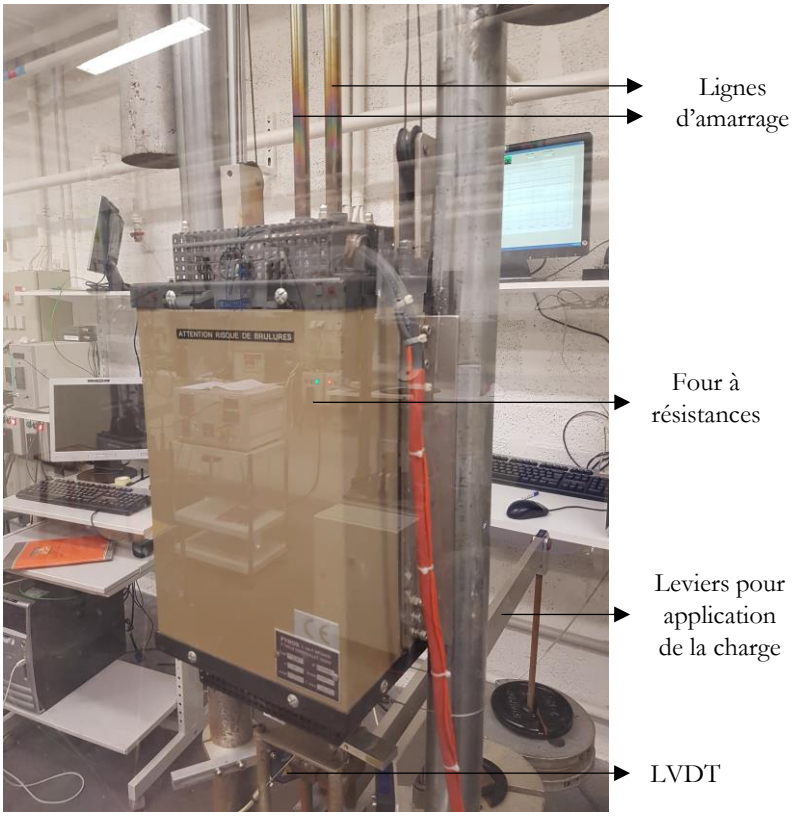


Figure II. 9 – Machine de fluage biligne utilisée à 1000°C.

*Eprouvette*

Le plan des éprouvettes de fluage est retrouvé en Figure II. 10.

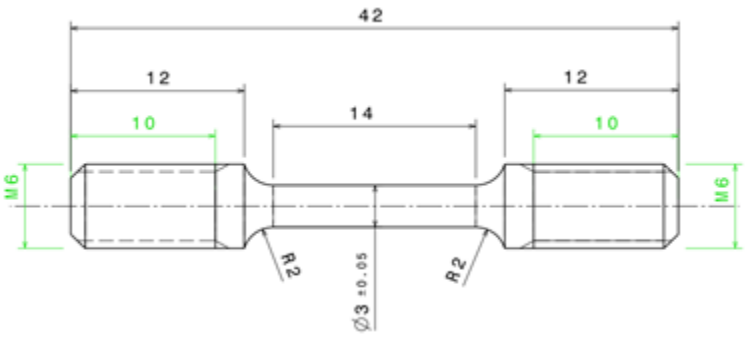


Figure II. 10 – Plan des éprouvettes de fluage.

Habituellement, les éprouvettes de fluage ont la même géométrie que les éprouvettes de traction, décrites en Figure II. 8. Cependant, les cinq essais de fluage effectués au cours de la thèse ont été conduits sous des contraintes très importantes. Afin d'éviter une possible détérioration des lignes d'essai, le diamètre a été modifié (Φ3 mm au lieu de Φ4 mm) pour diminuer la section portante. L'ensemble des éprouvettes a été poli de la même manière que les éprouvettes de traction.

## II.2.4. Techniques de caractérisation

### II.2.4.1. Coupes longitudinales

Cette étude a nécessité la caractérisation des mécanismes d'amorçage de fissures et d'endommagement sur des éprouvettes testées sous différentes conditions expérimentales. Pour cela, des éprouvettes rompues ont été choisies et coupées longitudinalement, c'est-à-dire parallèle à l'axe de chargement. A 0.5 et 70 Hz, les mécanismes de déformation et d'endommagement sont majoritairement volumiques et/ou depuis la surface. Les découpes ont donc réalisées afin d'avoir un plan d'observation proche du centre de l'éprouvette (Figure II. 11(a)).

Dans le cas des essais à 20 kHz, la majorité des faciès sont constitués de facettes très planaires avec un site d'amorçage unique et interne. Les éprouvettes ont été coupées puis polies afin d'intercepter sur le plan d'observation le site d'amorçage. De par les faciès planaires, les coupes sont faites de façon à suivre une des deux directions principales montrées en Figure II. 11(b). Sur les faciès ayant plusieurs facettes, la direction de coupe est choisie en fonction de la facette ayant la plus grande surface. Enfin, la procédure d'essai de la machine de fatigue ultrasonore permet de préserver à chaque fois au moins un faciès de rupture d'une oxydation après rupture, occasionnée par le moyen de chauffe. Les coupes longitudinales ont toujours été conduites sur ces faciès préservés afin de caractériser finement l'influence (ou non) de l'oxydation.

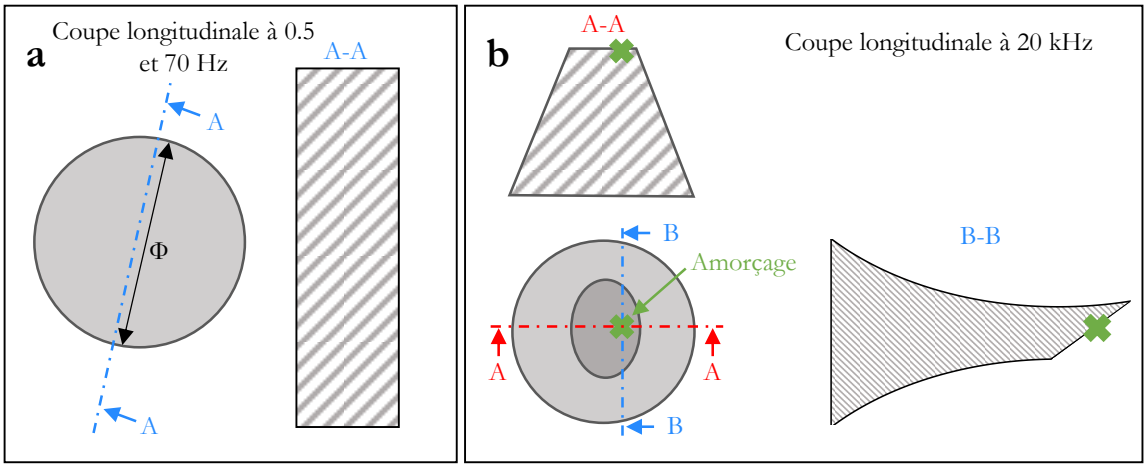


Figure II. 11 – Directions de découpes suivant l'éprouvette et fréquence d'essai : 0.5 et 70 Hz (a) ; 20 kHz (b).

### II.2.4.2. Préparation des échantillons

Les échantillons obtenus après découpe sont polis au papier SiC jusqu'au grade 4000, puis au spray diamanté 3 et 1 µm. Afin d'observer la morphologie γ/γ', ces échantillons sont attaqués chimiquement par une solution d'eau régale composée de 2/3 de HCl et 1/3 de $HNO_3$. Cette attaque est dite « négative», c'est-à-dire qu'elle attaque la phase γ' et révèle ainsi la matrice.

Des cartographies par Diffraction d'Electrons Rétrodiffusés (« Electron BackScatter Diffraction », EBSD) ont également été effectuées sur certains échantillons. Dans ce cas, le polissage est effectué minutieusement afin d'avoir les deux surfaces planes de l'échantillon (surface à observer et surface opposée) à faces parallèles. Après polissage finition à 1 µm, un polissage à partir d'une solution de silice colloïdale (0.04 µm) est effectué (OP-S). Les cartographies sont ensuite réalisées sans attaque chimique. Certains échantillons présentés dans le chapitre III ont été observés après polissage à l'OP-S, sans attaque chimique. Ce type d'observation permet de révéler certaines caractéristiques difficilement visibles après attaque. Ces cas spécifiques sont mentionnés dans la légende des figures.

### II.2.4.3. Microscopie électronique à balayage

*Faciès de rupture*

Les faciès de rupture de chaque éprouvette de fatigue ont été caractérisés à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB) conventionnel JEOL 6400 sous une tension d'accélération de 25 kV. Les observations ont été réalisées en électrons secondaires (SEI), et rétrodiffusés (BSE) si nécessaire.

*Echantillons découpés*

Les caractérisations demandées sur les échantillons découpés sont plus fines, et requièrent une meilleure résolution spatiale à fort grandissement. Ces échantillons ont donc été observés sur un MEB-FEG JEOL 7000F sous une tension d'accélération de 25 kV. Les observations ont été réalisées en modes SEI et BSE à des grandissements maximaux de x25000.

*Analyses EDS*

Les analyses EDS (Energy Dispersive X-ray Spectrometry) ont été réalisées sur un MEB conventionnel JEOL 6100 à une tension d'accélération de 20 kV. Le détecteur EDS utilisé est un détecteur au silicium Bruker AXS de type « Silicon Drift », et le logiciel de caractérisation Esprit a été utilisé. Le détecteur est étalonné pour une distance de travail de 17 mm.

*Cartographies EBSD*

La caractérisation des orientations et textures cristallographiques dans un alliage polycristallin est fréquemment effectuée à l'aide de la technique de diffraction par électrons rétrodiffusés (EBSD). Cette technique peut également être intéressante à utiliser dans un alliage monogranulaire, afin de mesurer

qualitativement des rotations locales du réseau cristallin et mettre en évidence des mécanismes de recristallisation. Des cartographies ont ainsi été effectuées sur des échantillons d'éprouvettes testées en fatigue ultrasonore (20 kHz). Pour cela, un deuxième MEB conventionnel JEOL 6100 couplé au détecteur EBSD a été utilisé sous une tension de 25 kV. Le pas de résolution utilisé a été compris entre 80 et 300 nm. Les cartographies ont été indexées par rapport à l'axe de chargement de l'éprouvette sur le logiciel OIM. Elles ont été à chaque fois superposées à l'image du détecteur d'électrons rétrodiffusés vers l'avant (FSD). Aucun nettoyage n'a été appliqué sur le post-traitement des données.

## II.3. Développement du banc de fatigue ultrasonore à haute température

Le principe de ces machines a été développé par Mason (Mason, 1956) dès les années 50 afin de diminuer le temps d'essai. Le principe n'a néanmoins été pleinement utilisé qu'à partir des années 80 lorsque les ordinateurs ont pu être utilisés comme outils de contrôle. Depuis, de nombreuses équipes ont développé l'instrumentation permettant de conduire des essais avec précision (Mayer, 1999; Koster *et al.*, 2012; Stanzl-Tschegg, 2014). Différents équipements ont été conçus afin de réaliser des mesures de détermination de seuil, ou bien des essais en torsion, flexion et autres. Ces développements sont synthétisés par Bathias (Bathias, 2006) et Mayer (Mayer, 2016). Malgré ces nombreux développements, il n'existe à l'heure actuelle aucune normalisation ou standard pour ce type de machine, bien que ce point ait été soulevé dès les années 80 (Willertz, 1980).

### II.3.1. Principe de fonctionnement de la machine

#### II.3.1.1. Principe

L'Institut Pprime possède une machine de fatigue uni-axiale traction/compression. Son principe de fonctionnement est de faire entrer en résonance l'éprouvette, c'est-à-dire qu'elle vibre librement sous une de ses fréquences propres en traction/compression. La théorie des ondes longitudinales est utilisée afin de dimensionner les éprouvettes, simplifiée par différentes hypothèses.

Une onde longitudinale est injectée à une des extrémités de l'éprouvette, considérée pour l'instant comme une barre de section constante et de longueur L. Cela permet d'estimer un cas à une seule dimension. La célérité de l'onde c au sein de l'éprouvette est déterminée par deux propriétés du matériau, à savoir son **module d'Young dynamique E** et sa **densité ρ** :

$$c = \left(\frac{E}{\rho}\right)^{1/2} \qquad \text{Equation II. 1}$$

Le temps nécessaire pour faire l'aller-retour dans la barre est égal à 2L/c. Si ce temps est égal à la période de l'onde injectée, l'onde réfléchie est en phase avec l'onde émise, et la barre entre alors en résonance. La barre peut alors être dimensionnée à partir de l'équation suivante :

$$L = \frac{n}{2f_{n-1}} \times \left(\frac{E}{\rho}\right)^{1/2}$$ Equation II. 2

Où n est l'ordre du mode de résonance. En fatigue ultrasonore, un seul nœud de déplacement est recherché au centre de la barre, ce qui équivaut au mode fondamental de la barre (n = 1). La barre est dimensionnée pour que sa longueur L soit égale à la moitié de la longueur d'onde λ.

L'amplitude maximale de déplacement A en chaque point x de la barre est alors :

$$A = A_0 \cos(kx)$$ Equation II. 3

Avec $A_0$ l'amplitude de déplacement à l'extrémité de la barre, $k = {2\pi}/{\lambda}$.

La déformation le long de la barre est :

$$\varepsilon(x) = \frac{dA}{dx} = -kA_0 \sin(kx)$$ Equation II. 4

Le déplacement et la déformation de la barre en tout point de cette dernière sont schématisés en Figure II. 12. La distribution du déplacement et de la déformation sont en opposition de phase. Ainsi, les extrémités de la barre sont des ventres de déplacement et des nœuds de déformation, alors que le centre de la barre est un ventre de déformation et un nœud de déplacement. Les essais de fatigue ultrasonore sont conduits afin d'appliquer des contraintes au sein de l'éprouvette très inférieures à la limite d'élasticité. La contrainte est ensuite déterminée à partir de la valeur de déformation en utilisant la loi de Hooke :

$$\sigma = E\varepsilon$$ Equation II. 5

Où E est le module d'Young dynamique.

La contrainte maximale est bien retrouvée au centre de l'éprouvette, dimensionnée à partir du mode propre. Elle n'est déterminée qu'à partir du déplacement imposé à une des extrémités de la barre et des propriétés matériau. Ainsi, le rapport $\sigma_{1\mu m}$ doit être déterminé afin de connaître quel déplacement appliquer suivant la contrainte alternée voulue pour l'essai. Sa valeur indique la contrainte maximale au centre de l'éprouvette lorsque 1 μm de déplacement est appliqué à l'extrémité de l'éprouvette.

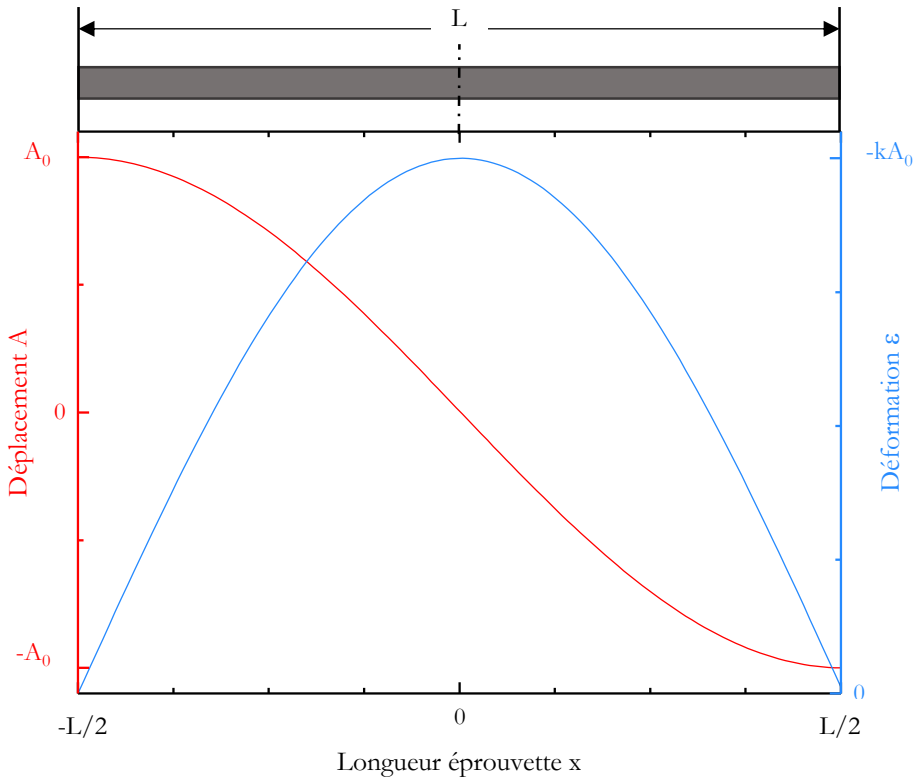


Figure II. 12 – Amplitude de déplacement et de déformation le long d'une barre de section constante en résonance (mode de traction/compression).

Dans les cas les plus simples, les éprouvettes peuvent être dimensionnées analytiquement. Pour plus d'informations, le lecteur peut se reporter aux références suivantes (Bathias et Paris, 2004; Mayer, 1999; Willertz, 1980). En cas de section variable, il est encore possible de les dimensionner analytiquement en prenant une hypothèse de profil circulaire au lieu de caténaire (Bajons et Kromp, 1978; Bathias et Paris, 2004). Cependant, une étude a montré qu'il pouvait y avoir alors une erreur importante sur la valeur de contrainte (Myung et Choi, 2016).

**Il faut donc retenir que l'éprouvette est dimensionnée de façon à ce que sa fréquence propre en traction/compression soit égale à la fréquence de travail du générateur électrique. De plus, en tension/compression pure, l'essai mécanique est piloté en déplacement imposé.**

### II.3.1.2. Description des éléments de la machine ultrasonore

Le principe de fonctionnement de ce type de machine est relativement simple, puisqu'il suffit d'imposer un déplacement à 20 kHz à l'extrémité de l'éprouvette correctement dimensionnée. La machine de fatigue ultrasonore doit être constituée de trois pièces principales (voir Figure II. 13) :

- un générateur électrique : il permet de produire des oscillations électriques sinusoïdales à 20 kHz, avec une plage d'adaptation de plus ou moins 500 Hz. Ici, c'est un générateur Branson PGB Advanced de puissance 2000 W qui est utilisé.

- un convertisseur (appelé aussi transducteur ou système piézo-électrique) : il transforme le signal électrique envoyé par le générateur en onde mécanique longitudinale. Les amplitudes créées sont comprises entre 1 et 10 µm.

- une sonotrode : les oscillations mécaniques créées par le transducteur sont amplifiées à l'aide de cette pièce. Elle permet d'augmenter les contraintes au centre de l'éprouvette. Montée en série avec le convertisseur, cette pièce doit aussi être dimensionnée afin de résonner à 20 kHz. Différentes géométries existent en fonction du coefficient d'amplification souhaité. Au cours de cette thèse, la majorité des essais ont été conduits avec la sonotrode montrée en Figure II. 13 (dite TC).

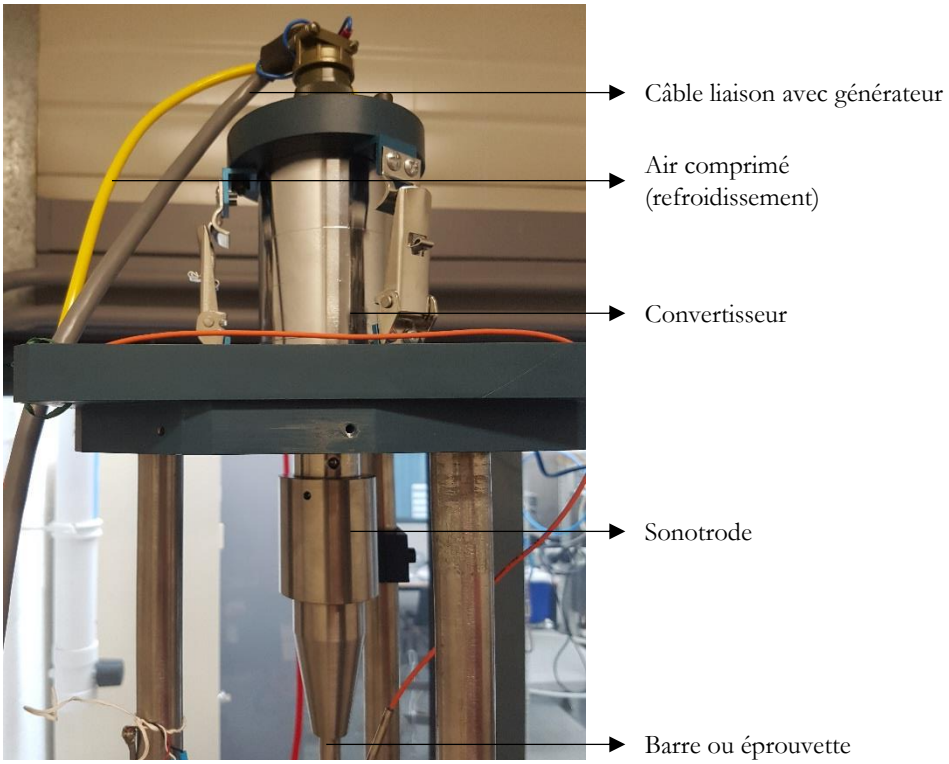


Figure II. 13 – Pièces principales constituant une machine de fatigue ultrasonore.

L'éprouvette est ensuite montée en série à la suite du convertisseur et de la sonotrode. La section précédente a montré qu'une simple barre à section constante peut être utilisée. Néanmoins, une éprouvette à section variable est généralement utilisée afin de diminuer le volume sollicité et augmenter les niveaux de contrainte en son centre. Les pièces (convertisseur, sonotrode et éprouvette) sont assemblées à l'aide de vis de serrage sans tête.

Au cours d'un essai de fatigue, la fréquence de résonance de la ligne est susceptible d'évoluer. Le générateur, par un mode dit « Autotune », règle en continue sa fréquence afin que la sollicitation soit continue. Le contrôle de la machine est réalisé à partir d'un logiciel développé par Bathias (Bathias et Paris, 2004; Wu, 1992). D'autres références permettent d'apporter plus d'informations sur le contrôle de ces machines et leur instrumentation (Mayer, 1999; Stanzl, 1986).

### II.3.1.3. Essais à rapports de charge positifs (R > 0)

Le principe de la machine ne permet de réaliser que des essais en traction/compression. Afin d'en conduire à des rapports de charge différents de -1, il est possible d'ajouter une charge moyenne positive à l'aide d'une machine électromécanique standard (Bathias et Paris, 2004; Mayer, 1999). A l'Institut Pprime, un vérin pneumatique est utilisé.

La charge moyenne ne peut être appliquée à l'extrémité libre de l'éprouvette, qui est un ventre de déplacement. Une dissipation importante d'énergie est provoquée, empêchant la ligne d'entrer en résonance. La charge moyenne est appliquée à un nœud de déplacement, où le déplacement est nul et la déformation maximale. Une barre, également dimensionnée pour entrer à résonance à 20 kHz, peut être montée à l'extrémité libre de l'éprouvette. La charge moyenne est ensuite appliquée au niveau de ses nœuds (Shyam *et al.*, 2004). Dans la majorité des bancs, c'est une deuxième sonotrode montée dans le sens inverse de la première (voir Figure II. 14). La charge est appliquée sur un nœud de déplacement, au niveau d'un changement de section. La charge est alors appliquée au moyen d'un disque (Figure II. 14). Son installation permet de re-diminuer l'amplitude des oscillations, et réduire ainsi l'énergie de dissipation perdue lors de l'application de la charge.

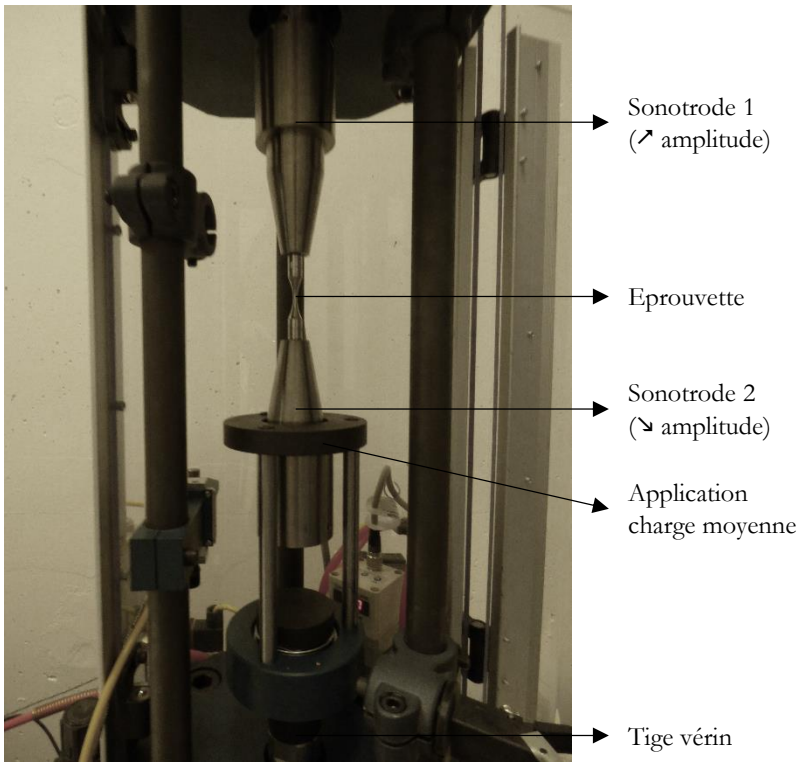


Figure II. 14 – Montage pour un essai à R > 0 à température ambiante.

### II.3.1.4. Limite des essais ultrasonores

Malgré les nombreuses possibilités qu'offre ce type de machine, le principe de résonance amène quelques limites d'utilisation et d'instrumentation.

Tout d'abord, la majorité des machines de fatigue ultrasonore travaillent à 20 kHz, et non pas à des fréquences plus faibles (1 – 10 kHz) ou plus élevées (30 kHz). Il est possible de développer des générateurs et systèmes piézo-électriques sollicitant à des fréquences plus proches de celles des composants à étudier. Néanmoins, la longueur de l'éprouvette étant inversement proportionnelle à la fréquence de sollicitation, les éprouvettes devraient avoir une dimension comprise entre 130 et 1300 mm pour des fréquences comprises entre 1 et 10 kHz, ce qui n'est pas envisageable pour des questions de coûts et d'usinabilité. De plus, ces dimensions complexifient l'instrumentation des essais, augmentent les dissipations possibles d'énergie (Willertz, 1980) et la puissance nécessaire à délivrer par le générateur.

Deuxièmement, il n'est pas possible sur ce type d'essai de **mesurer** la charge. Cette mesure demande d'installer en série sur la ligne une cellule de charge, qui n'est dimensionnée ni pour entrer en résonance, ni pour supporter des vibrations à très haute fréquence. La charge (ou contrainte maximale) peut uniquement être déterminée à partir de mesures de déplacement réalisées à l'aide de capteurs, ou bien de déformation à l'aide de jauges extensométriques. Ce point sera abordé dans la partie II.3.4.2.

Enfin, la limite la plus importante de ces essais est l'auto-échauffement qui peut se produire au cours de l'excitation de l'éprouvette. Malgré des déplacements appliqués qui entraînent des contraintes maximales bien au-dessous de la limite d'élasticité du matériau étudié, des zones plastiques très localisées se forment et dissipent alors l'énergie sous forme de chaleur. A 20 kHz, un nombre de cycles élevé est accumulé avant que cette chaleur ne puisse être correctement dissipée au sein du matériau, entraînant des auto-échauffements qui peuvent être très importants (Willertz, 1980). La fusion peut même être atteinte. Ces auto-échauffements, s'ils ne sont pas contrôlés, peuvent modifier les conditions initiales au cours d'essais et/ou la microstructure du matériau, rendant les résultats difficilement exploitables. De nombreuses équipes tentent par divers moyens d'éviter ce phénomène, en refroidissant la surface de l'éprouvette par de l'air comprimé sec, ou bien en produisant des sollicitations sous forme de « pulses » (Mayer, 1999). Au lieu d'une vibration continue, le matériau est sollicité pendant une période d'environ 250 ms (soit 5000 cycles), qui est considérée comme une durée inférieure au début d'auto-échauffement macroscopique dans la pièce. L'excitation est ensuite mise en pause pendant deux secondes, puis est à nouveau appliquée. Cette méthode, développée par l'Université de Boku (Mayer, 1999, 2016), permet d'éviter à la pièce un auto-échauffement important et est maintenant utilisée par de nombreuses équipes. Néanmoins, elle contient aussi des limites. Lors d'essais qui impliquent des phénomènes liés au temps (fluage, oxydation…), le « pulse-pause » augmente artificiellement le temps d'essai par rapport au nombre de cycles accumulés. De plus, cette méthode implique d'atteindre le plus rapidement possible la consigne en termes de contrainte, rendant possible un dépassement ponctuel de la contrainte maximale à chaque pulse.

**Au cours de cette thèse, des essais à fort rapport de charge et/ou de longue durée ont été réalisés. La sollicitation a été appliquée de manière continue afin de ne pas exacerber les endommagements liés au temps. Une procédure a été appliquée afin d'éviter l'auto-échauffement de l'éprouvette, et sera présentée en section II.3.5.2.**

## II.3.2. Essais à haute température

### II.3.2.1. Description du montage

Au cours d'un essai ultrasonore à haute température, le système piézo-électrique et la sonotrode doivent être protégés de la chaleur afin d'éviter l'endommagement des parties électriques et la perte de résonance (les sonotrodes sont dimensionnées pour entrer en résonance à température ambiante). Sur la ligne, une barre de liaison est ajoutée entre la sonotrode et l'éprouvette afin d'éloigner les parties à protéger de la source de chaleur. Une deuxième barre est ajoutée à l'extrémité libre de l'éprouvette afin de favoriser la dissipation de la chaleur provenant des sources d'auto-échauffement. Cette barre contribue également à éloigner la deuxième sonotrode lors des essais à rapport de charge positif. Le montage pour les essais à haute température est montré en Figure II. 15.

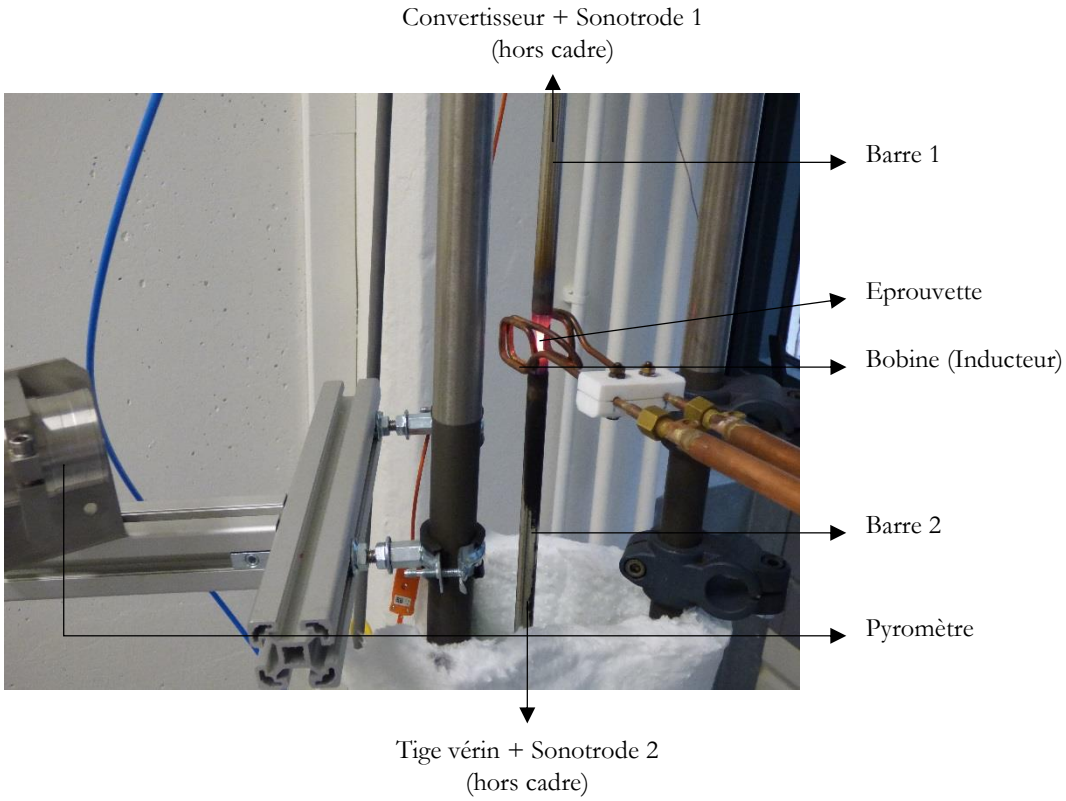


Figure II. 15 – Montage pour essais de fatigue ultrasonore à haute température.

La chauffe par induction est un moyen utilisé par les rares équipes ayant réalisé des essais VHCF à chaud (Furuya *et al.*, 2012; Morrissey et Golden, 2007; Yi *et al.*, 2007), et qui a été choisi sur le banc de l'Institut Pprime. Un inducteur Ambrell d'intensité 0 – 750 A est utilisé. L'inducteur et la bobine sont montés

sur un support à rail afin de placer la bobine au même emplacement à chaque nouvel essai. Une manette permet de régler sa hauteur afin de garder une chauffe au centre de l'éprouvette, et symétrique. Cette possibilité est particulièrement utile lors des essais réalisés à 1000°C et avec une forte contrainte moyenne (R = 0.8), où une élongation importante de l'éprouvette est possible.

La bobine utilisée a été dimensionnée et fabriquée au laboratoire. Des spires rectangulaires ont été choisies par rapport à des circulaires, car elles permettent d'avoir une chauffe plus homogène et répétable (voir Figure II. 16). L'éprouvette est insérée entre les deux bobines afin de faciliter une installation rapide et répétable entre les essais. De plus, ce montage permet de mesurer la température du centre de l'éprouvette via une instrumentation sans contact.

Figure II. 16 – Géométrie de la bobine utilisée lors des essais ultrasonores à haute température.

Les inducteurs comportent de nombreux avantages, tels que la rapidité de chauffe (1000°C en moins de cinq minutes), une inertie thermique faible, une chauffe localisée et un encombrement minimal. Néanmoins, ce type de chauffe comporte deux points d'attention qui doivent être pris en compte.

#### II.3.2.2. Gradient thermique

La chauffe par induction permet de ne chauffer que le centre de l'éprouvette, c'est-à-dire la zone sollicitée. Cette chauffe provoque un gradient thermique du centre de l'éprouvette jusqu'aux extrémités de la ligne. Ce gradient thermique implique un gradient de module d'Young E(x). Par l'Equation II. 2, le module a un effet direct sur la longueur des éprouvettes. Au cours de cette thèse, les essais ultrasonores ont été réalisés à 1000°C, ce qui conduit à des gradients thermiques importants entre le centre de l'éprouvette et l'extrémité de la ligne. Ils doivent être mesurés et pris en compte dans le dimensionnement de l'éprouvette afin qu'elle puisse entrer en résonance à 20 kHz. De plus, le module d'Young a aussi un impact sur la valeur de déformation maximale au centre de l'éprouvette via

l'Equation II. 4. La mesure et la prise en compte de ce gradient dans le dimensionnement de l'éprouvette sont présentées en section II.3.3.

#### II.3.2.3. Champ électromagnétique

Le principe de fonctionnement du chauffage par induction consiste à placer la pièce à chauffer dans un champ magnétique variable, créé par les bobines. Ce champ induit un courant électrique à la surface de la pièce, qui va par la suite chauffer l'éprouvette par effet Joule. Cependant, l'ensemble des pièces ferromagnétiques à proximité de l'inducteur vont être affectées. Les mesures par contact, telles que les jauges extensométriques et les thermocouples soudés à la surface de l'éprouvette, sont particulièrement perturbées. Ces instruments doivent être correctement isolés et éloignés du champ afin d'éviter toute fausse mesure.

### II.3.3. Dimensionnement de l'éprouvette et des lignes

#### II.3.3.1. Méthode de dimensionnement

A haute température, deux gradients co-existent (section et température), nécessitant un dimensionnement par une méthode numérique de l'éprouvette. Afin de dimensionner l'éprouvette en CMSX-4 résonnant à 20 kHz, une modélisation par éléments finis a été effectuée sur Ansys à Safran Helicopter Engines. Le protocole suivi a été le suivant :

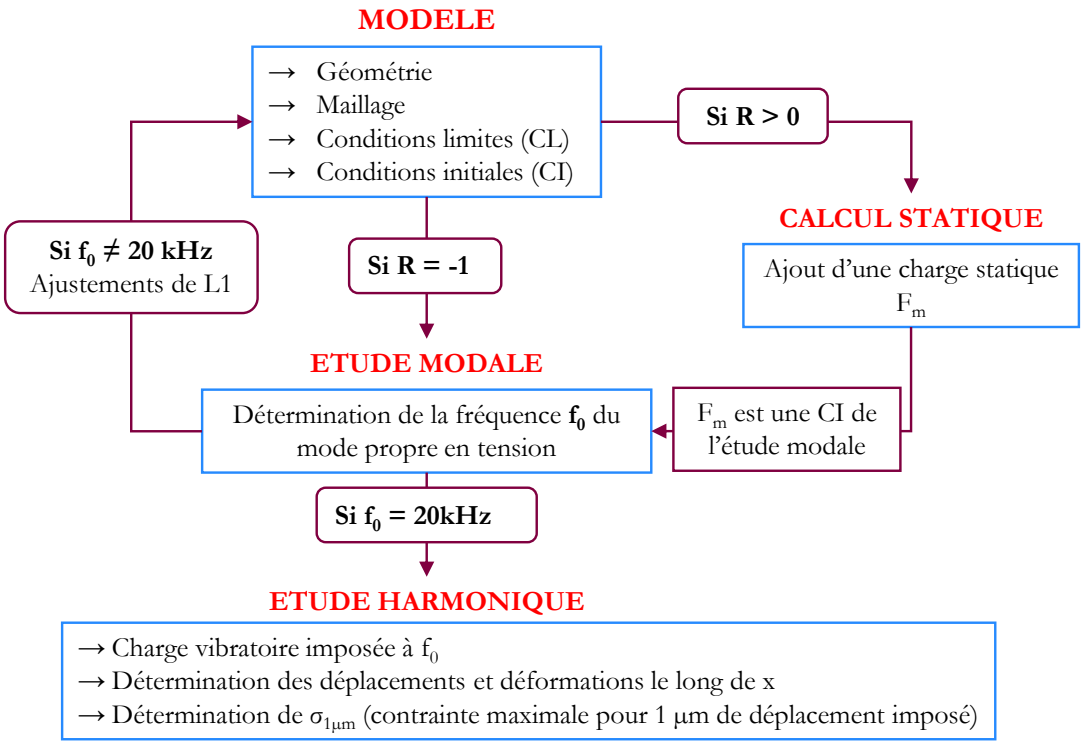


Figure II. 17 – Schéma du protocole de dimensionnement d'une éprouvette par éléments finis. La longueur L1 est définie en Figure II. 18.

Au début du développement du banc, ni les dimensions de l'éprouvette ni le gradient thermique n'étaient connus. Dans un premier temps, une éprouvette ultrasonore a été usinée à partir d'un plan issu de la littérature (Yi *et al.*, 2007) (Figure II. 18), afin de mesurer le gradient thermique.

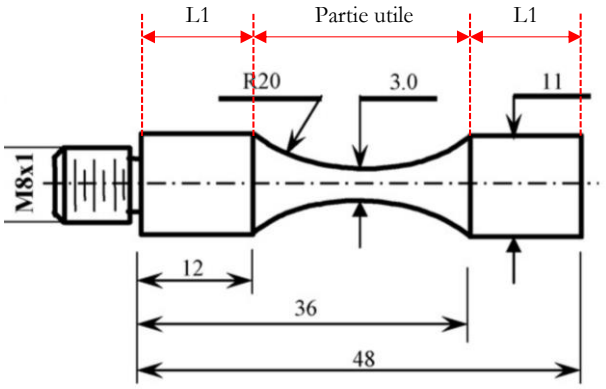


Figure II. 18 – Dimensions initiales utilisées lors de l'ajustement du modèle et des mesures de gradient thermique. Repris et modifié de (Yi *et al.*, 2007).

A la suite de ces premières mesures, la boucle schématisée dans la Figure II. 19 a été suivie :

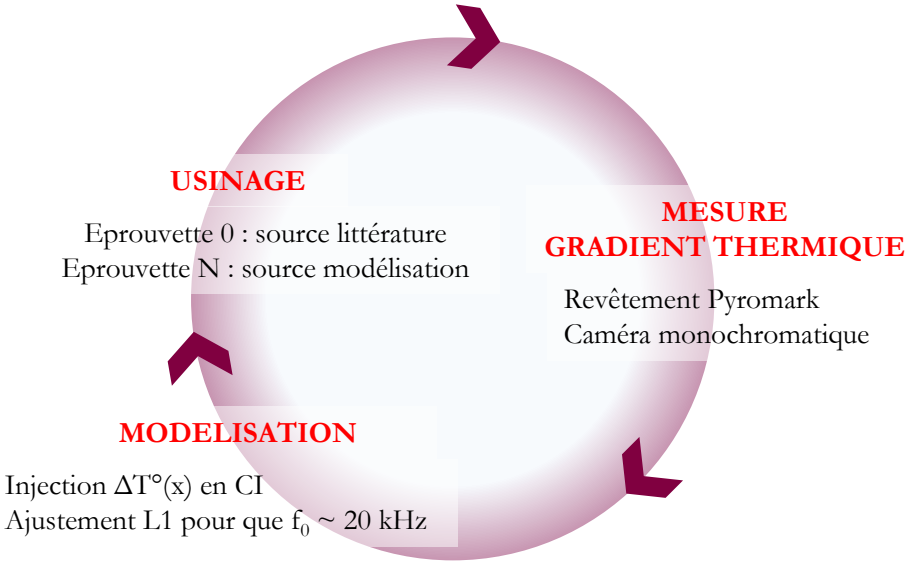


Figure II. 19 – Boucle suivie pour ajuster les dimensions de l'éprouvette en fonction du gradient thermique.

Le gradient thermique mesuré a été inséré dans le modèle numérique, permettant de corriger les dimensions de l'éprouvette. La longueur utile et les sections de l'éprouvette en Figure II. 18 ont été conservées, et les longueurs L1 ont été ajustées afin d'obtenir une fréquence de résonance proche de 20 kHz. Les dimensions de l'éprouvette ont été calculées dans le cas R = -1. Toutefois, des calculs ont été réalisés avec l'ajout d'une contrainte statique afin d'étudier l'influence de la charge moyenne sur la fréquence de résonance. A la suite de ce dimensionnement, une nouvelle éprouvette a été usinée afin de remesurer le gradient thermique.

A noter que le même type d'ajustement et de dimensionnement a été réalisé sur les barres d'insertions (barre 1 et barre 2 de la Figure II. 15) car elles sont soumises elles-aussi à un gradient thermique important entre leurs deux extrémités. Dans ce cas, les barres ont été dimensionnées seules puis ont été intégrées dans un ensemble « éprouvette + barre » afin de calculer les déformations plus précisément. Les dimensions initiales utilisées pour les premières mesures thermiques ont été choisies pour une barre de longueur λ entrant en résonance à température ambiante, soit L ~ 247 mm. En revanche, de par la complexité des mesures, le profil de température n'a été mesuré qu'une seule fois sur les barres. Après ajustement des dimensions, le profil de température a été simplement « raboté » au niveau des extrémités libres afin que la longueur du profil de température concorde avec la longueur finale des barres.

### II.3.3.2. Modèle

Le modèle réalisé comporte deux plans de symétrie afin de ne simuler qu'un quart de la ligne et diminuer le temps de calcul (Figure II. 20). Ces symétries suppriment certains modes harmoniques de l'ensemble, mais ne modifient pas le mode propre en traction/compression.

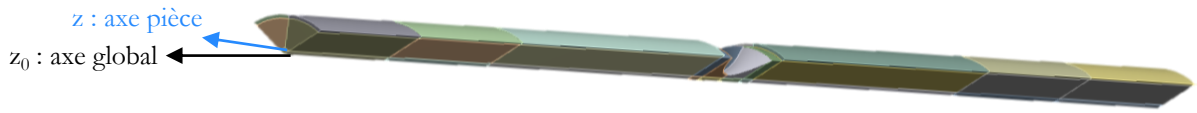


Figure II. 20 – Plan de symétrie utilisé dans le modèle « éprouvette + barres ». Simulation sur ¼ de la section.

L'axe principal z de la ligne est différent de l'axe $z_0$ du repère global afin de prendre en compte l'orientation cristalline primaire [001] de l'éprouvette. Le chapitre I a présenté la forte influence de la désorientation primaire et secondaire sur le module d'Young, et de facto sur les propriétés en fatigue. Cette anisotropie a été étudiée dans la partie II.3.3.6.

La géométrie est pré-découpée selon des plans perpendiculaires à l'axe de révolution afin de faciliter l'application de conditions limites ainsi que le maillage (Figure II. 21(a)). Pour l'éprouvette et les barres, des mailles quadratiques hexaédriques sont utilisées. A cœur des barres et de l'éprouvette, le maillage est affiné dans une section carrée afin d'améliorer les résultats (Figure II. 21(b)).

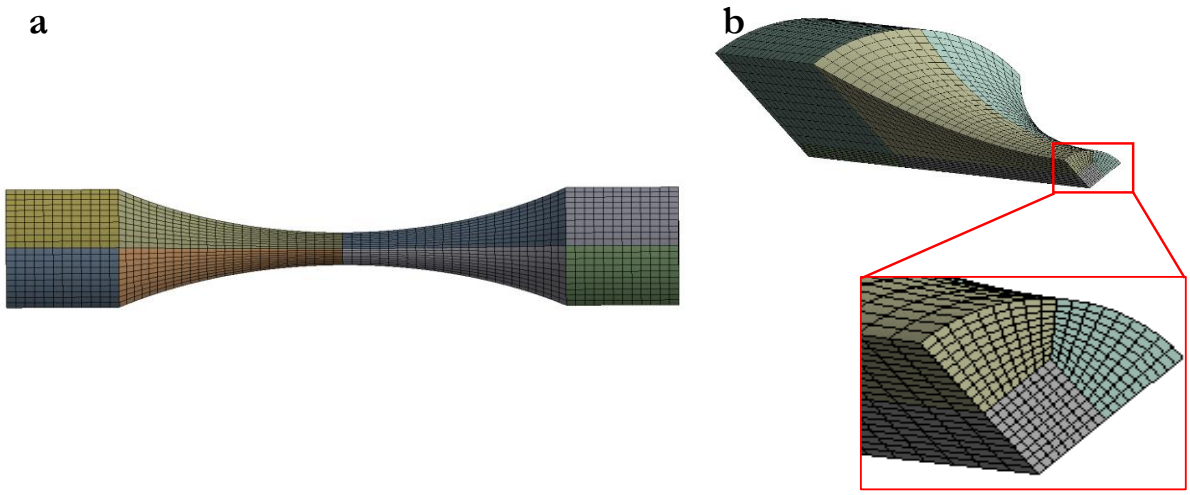


Figure II. 21 – Maillage de l'éprouvette (a) ; maillage affiné au centre (b).

Les conditions de symétrie sont les seules conditions limites du modèle afin que l'éprouvette et la ligne « éprouvette + barre » résonnent librement. Le gradient thermique de l'éprouvette et des barres le long de leur axe est injecté comme condition initiale, appliquée aux nœuds du maillage.

Au cours de cette modélisation, deux hypothèses sont utilisées :

→ L'ensemble des calculs a été fait uniquement en élasticité linéaire.

→ Une liaison parfaite « collée » est modélisée entre les pièces dans le modèle « éprouvette + barre ». Cette liaison parfaite schématise l'assemblage des pièces qui est en réalité assurée par un filetage.

Lorsque les dimensions de l'éprouvette sont fixées et sa fréquence de résonance $f_0$ connue, un calcul harmonique est réalisé afin de déterminer en tout point de l'éprouvette la déformation $\varepsilon_{zz}$ en fonction du déplacement. Pour cela, une charge suivant un signal sinusoïdal de fréquence $f_0$ est imposée à l'extrémité de l'éprouvette ou d'une des barres, suivant le modèle utilisé. Afin d'être plus réaliste, un déplacement devrait être la condition initiale, néanmoins dans le calcul harmonique sous Ansys il n'est pas possible d'effectuer cette opération.

En donnée d'entrée, les propriétés de deux matériaux sont intégrées :

- Pour l'éprouvette : le CMSX-4. Safran Helicopter Engines possède une bibliothèque des propriétés du CMSX-4 importante, notamment pour la masse volumique et coefficients de dilatation thermique. L'évolution du module d'Young dynamique du CMSX-4 en fonction de la température a été reprise de la thèse de R. Giraud (Figure II. 22). Au cours de ces travaux, il a déterminé les constantes d'élasticité $C_{ij}$ du CMSX-4 à partir de la méthode de résonance sous vide à chaud entre 20 et 960°C. Ces valeurs ont ensuite été extrapolées jusqu'à 1250°C en comparant les mesures avec celles effectuées sur deux autres superalliages base nickel monogranulaires (AM1 et MC-NG) issues d'autres études (Giraud, 2014).

- Pour les barres : le NS30. Cet acier a été sélectionné pour ses bonnes propriétés à chaud (les extrémités filetées avec l'éprouvette peuvent atteindre 600°C). Sa masse volumique est de 7.9 $g.cm^{-3}$. L'évolution de son module d'Young en fonction de la température est retrouvée en Figure II. 22.

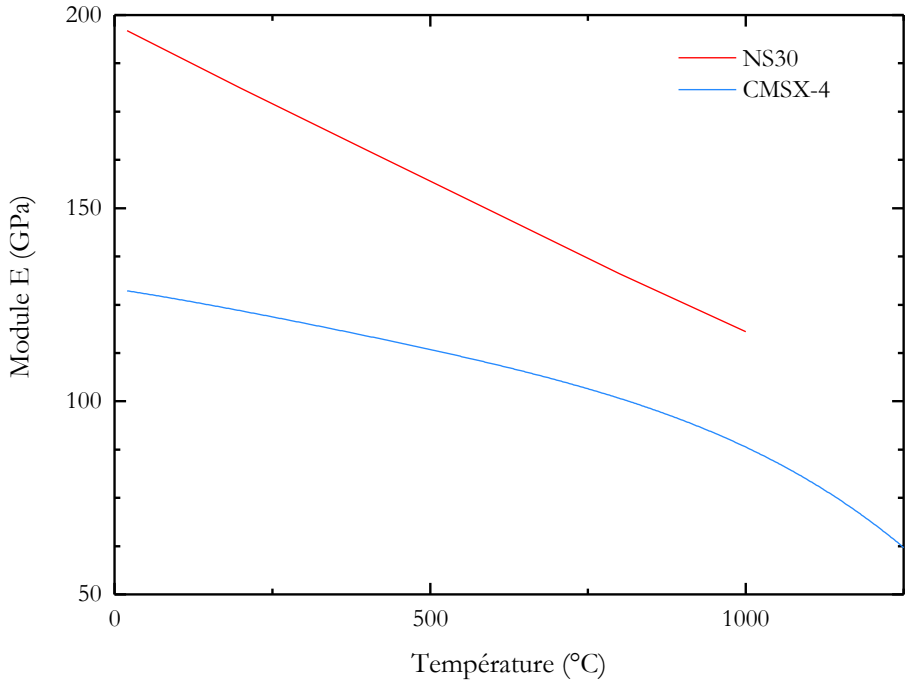


Figure II. 22 – Evolution du module d'Young en fonction de la température du CMSX-4 orienté ⟨001⟩ et du NS30.

#### II.3.3.3. Mesure des gradients thermiques

La mesure du profil de température de l'éprouvette et des barres a été effectuée avec une caméra thermique monochromatique. Afin que ces pièces aient un état de surface stable permettant de considérer le paramètre d'émissivité ε comme constant au cours de la mesure, une peinture noire et mate de marque Pyromark et tenant jusqu'à 1200°C a été déposée par projection à l'aide d'un aérographe (Figure II. 23).

Une deuxième mesure, à l'aide d'une peinture de marque Hie Coat, a donné un profil thermique équivalent sur l'éprouvette avec une différence d'à peine 10°C au niveau des extrémités.

Figure II. 23 – Eprouvette revêtue de la peinture noire et mate PYROMARK pour mesure de son profil de température lors d'essais VHCF à chaud.

Le paramètre d'émissivité de la peinture étant inconnu dans le domaine de température visé, il a été déterminé manuellement en cadrant la mesure de température du centre de l'éprouvette par la caméra avec la mesure de température effectuée par un thermocouple S chemisé. Ce thermocouple est inséré jusqu'au centre de l'éprouvette à partir d'un perçage axial, dont la procédure est décrite en section II.3.4.1.

Les profils de température **finaux** mesurés pour l'éprouvette et les barres sont les suivants :

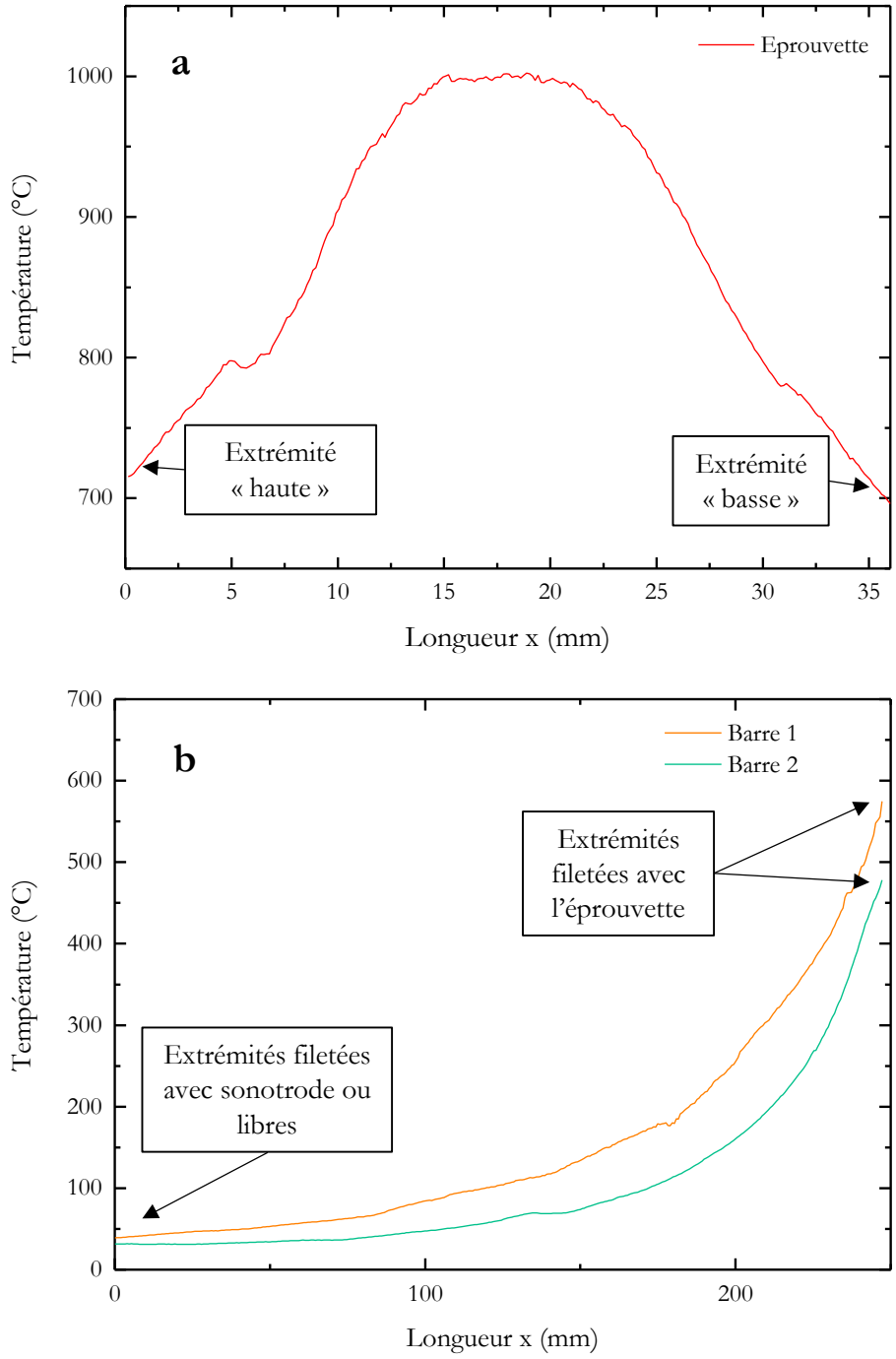


Figure II. 24 – Profils de température en régime stabilisé mesurés sur l'éprouvette en CMSX-4 (a) et les barres en NS30 (b).

Les petits plateaux et bosses mesurés sur le profil de l'éprouvette, visibles à environ 6 et 30 mm, sont situés au niveau du congé entre la section variable et section constante, expliquant ces irrégularités. Le profil de température est compris entre 675°C et 1000°C.

Par convection naturelle la barre 1 située au-dessus de l'éprouvette est plus chaude que la barre 2 (Figure II. 24(b)). La température pour la barre 1 est comprise entre 575°C et 40°C. Il existe donc un écart direct d'environ 100°C entre l'extrémité de la barre et celle de l'éprouvette.

### II.3.3.4. Dimensions de l'éprouvette et des barres

Les dimensions finales de l'éprouvette décritse par la procédure en Figure II. 17 sont les suivantes :

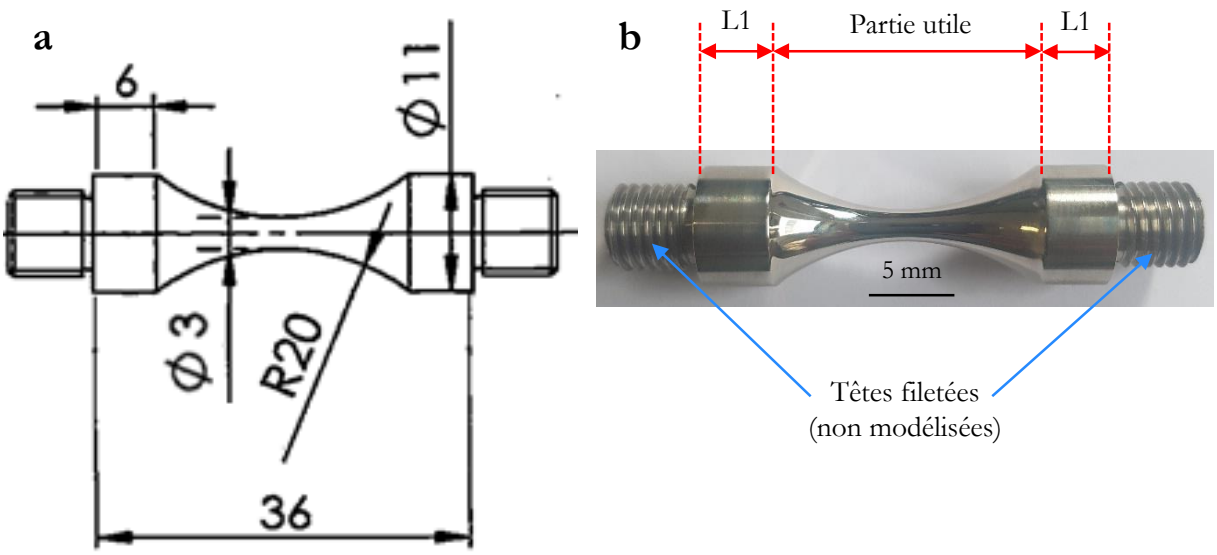


Figure II. 25 – Dimensions de l'éprouvette ultrasonore pour essais à 1000°C (a) ; image d'une éprouvette en CMSX-4 usinée et polie dans la partie utile (b).

Par rapport aux dimensions initiales utilisées à partir d'un plan de la littérature (Yi *et al.*, 2007), les longueurs des têtes L1 ont été réduites pour atteindre 6 mm. Les têtes filetées dessinées sur le plan de la Figure II. 25(a) ne sont pas prises en compte dans le modèle numérique (voir Figure II. 25(b)), puisque qu'un assemblage collé est modélisé. Ces têtes filetées M8x100 mesurent 8 mm de longueur et permettent d'assembler l'éprouvette aux barres de liaison. La gorge entre les parties filetées et la section constante Φ11 permet d'assurer un contact plan entre l'éprouvette et les barres, indispensable pour une dissipation d'énergie minimale et une excellente transmission des ondes mécaniques.

Au cours de la thèse, différents superalliages base nickel monogranulaires (autres que CMSX-4) ont été testés. D'après les résultats issus de la littérature, le module d'Young à 1000°C des superalliages base Ni monogranulaires est très proche (de Bussac et Poubanne, 1992; Giraud, 2014; Hermann *et al.*, 1996; Kuhn et Sockel, 1990; Mazot et de Fouquet, 1992; Siebörger *et al.*, 2001). **La même géométrie d'éprouvette a donc été utilisée, quelle que soit la nature du superalliage monogranulaire testé**.

Pour les barres de liaison, **la même longueur a été choisie malgré leurs profils thermiques légèrement différents**. Pour cela, le profil de température de la barre 1 (la plus chaude) a été utilisé. La longueur des barres 1 et 2 a été déterminée à 242 mm, soit 5 mm de moins qu'une barre résonnant à température ambiante à la même fréquence. Le diamètre de ces barres est de 12 mm.

Le Tableau II. 5 synthétise les dimensions et les fréquences de résonance théoriques de chaque élément.

Tableau II. 5 – Récapitulatif des longueurs de l'éprouvette et des barres de liaison, et leur fréquence de résonance.

| | **Longueur (mm)** | **Fréquence de résonance (Hz)** |
|---|---|---|
| Eprouvette | 36 | 20004 |
| Barre 1 | 242 | 20003 |
| Barre 2 | 242 | 20233 |
| « Eprouvette + barres » | 520 | 20161 |

La barre 2 a une fréquence de résonance supérieure à la barre 1, car son dimensionnement a été réalisé avec son gradient thermique réel (voir Figure II. 24(b)). Le générateur électrique ayant une plage de travail de ± 500 Hz, ces dimensions sont correctes pour conduire des essais. De plus, il est plus intéressant d'avoir une fréquence légèrement supérieure à 20000 Hz, car au début de l'essai la fréquence de la ligne diminue de quelques dizaines de Hz. Ces dimensions assurent donc de ne pas sortir de la plage de résonance au cours de l'essai.

### II.3.3.5. Valeurs de déplacement et de contrainte

Après calcul harmonique, les valeurs de déplacement et de contrainte normalisées calculées dans l'éprouvette sont données en Figure II. 26. Ces valeurs sont issues du centre de l'éprouvette.

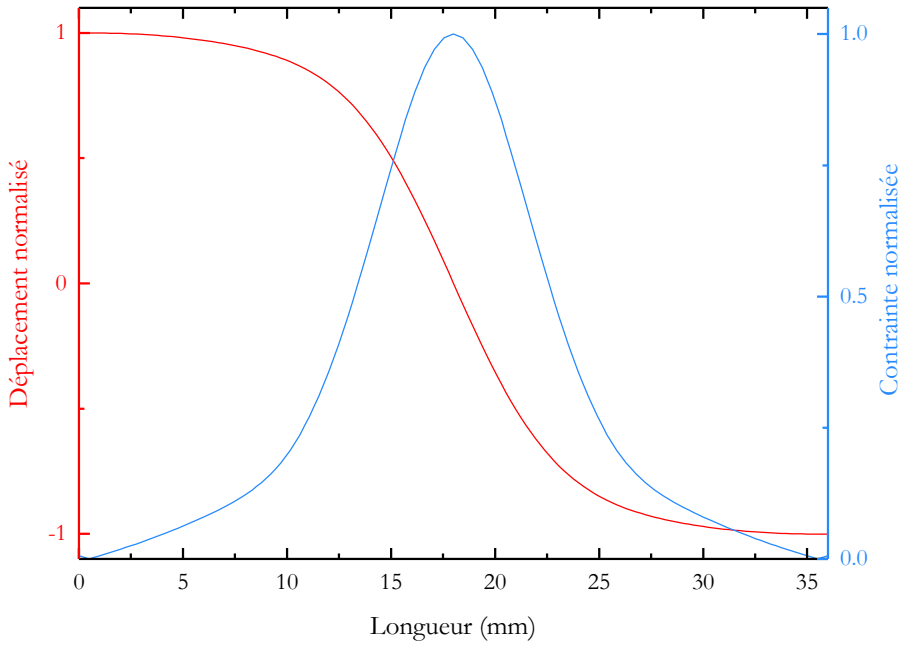


Figure II. 26 – Profils de déplacement et de contrainte normalisés le long de l'éprouvette ultrasonore. L'origine de l'abscisse est l'extrémité haute de l'éprouvette.

Un important gradient de contrainte est imposé à l'éprouvette. C'est majoritairement la géométrie de l'éprouvette qui le provoque, et non pas le gradient thermique. La contrainte supérieure à 80 % de la contrainte maximale se trouve sur une longueur de ± 2.5 mm autour du centre de l'éprouvette, soit un

volume sollicité d'environ 36 mm³. Cette zone se trouve sur le plateau de 1000°C chauffé par l'inducteur (voir Figure II. 24(a)). Après calcul, en appliquant un déplacement de 1 µm à chaque extrémité de l'éprouvette, la contrainte au centre est de 16.25 MPa. Etant donné le principe de fonctionnement de la machine, il n'existe pas d'effet d'entaille sur l'éprouvette malgré la section variable à R = -1. En revanche, lorsqu'une contrainte moyenne est appliquée, un $K_t$ de 1.08 existe.

Avec l'ensemble de la ligne d'amarrage, les profils de déplacement et de contrainte sont les suivants :

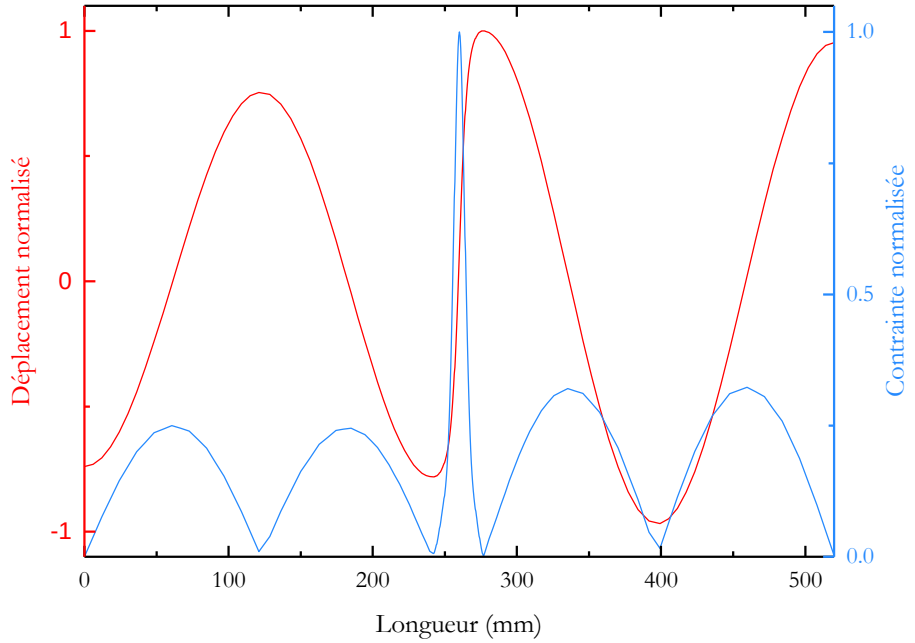


Figure II. 27 – Profil de déplacement et de contrainte le long de la ligne « éprouvette + barre ». L'origine de l'abscisse est l'extrémité de la barre 1 fixée à la sonotrode.

Le profil n'est pas totalement symétrique de par le gradient thermique « réel » appliqué à la barre 2.

### II.3.3.6. Etudes de sensibilité

La sensibilité de résonance de l'éprouvette, via la fréquence propre et les contraintes, a été étudiée sous trois modules présentés ci-dessous.

*Evolution du profil de température le long de l'éprouvette pendant la sollicitation*

Lorsque la consigne de contrainte est atteinte au cours d'un essai, le profil de température initial est susceptible d'évoluer compte tenu de l'auto-échauffement de l'éprouvette et du protocole utilisé pour le prévenir (section II.3.4.1). Aux contraintes élevées (≥ 200 MPa), la modification du profil est visible à l'œil nu comme le montre la Figure II. 28. L'objectif de cette étude a été de mesurer l'évolution du profil au cours d'un essai, et de déterminer la sensibilité de l'évolution de la contrainte maximale au centre de l'éprouvette ($\sigma_{1\mu m}$) à ce changement. La machine de fatigue ultrasonore travaillant à déplacement imposé, la modification du profil de température pourrait en effet avoir une influence sur la valeur de contrainte maximale au centre de l'éprouvette.

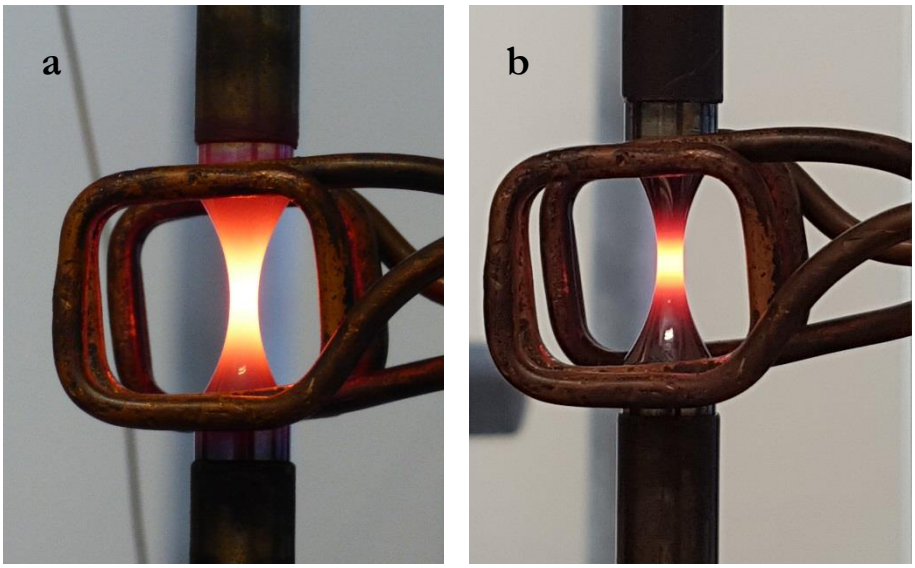


Figure II. 28 – Profil thermique stabilisé d'une éprouvette en CMSX-4 avant le début d'essai (a) ; profil thermique stabilisé d'une éprouvette en AM1 compactée et testée à $\sigma_a$ = 250 MPa (b). Réglages de luminosité et de contraste identiques entre les deux photos.

Pour cela, une éprouvette en CMSX-4 ayant suivi le protocole de polissage a été revêtue de peinture Hie Coat. Le profil de température a été mesuré avant le début d'essai, puis lorsque ce dernier était stabilisé pendant l'essai. La condition d'essai choisie est $\sigma_a$ = 200 MPa, afin que la peinture puisse rester intègre pendant la sollicitation. Les mesures de profils bruts sont retrouvées en Figure II. 29(a). Sur la tête L1 du bas, la peinture s'est écaillée avant le début de la chauffe et n'a pas permis de faire des mesures fiables. Une correction a donc été réalisée sur les deux profils au niveau de la zone L1 du bas afin de fournir un profil de température au modèle numérique. Elle consiste à considérer la même évolution de température sur la tête du haut et du bas pour chaque profil de température.

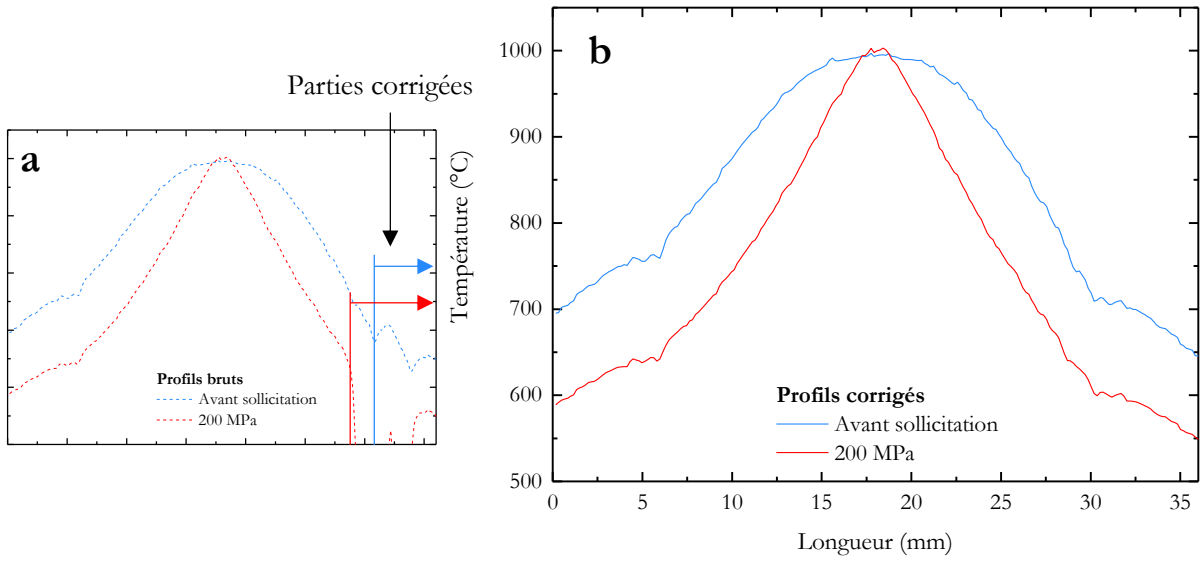


Figure II. 29 – Profils de température le long d'une éprouvette en CMSX-4 avant sollicitation et en régime stabilisé pendant un essai à $\sigma_a$ = 200 MPa : bruts (a) ; corrigés (b).

La température de 1000°C est bien conservée au centre de l'éprouvette, mais un gradient thermique beaucoup plus important apparaît autour, la température chutant d'au moins 100°C aux extrémités. Ce profil thermique a été inséré dans le modèle numérique. A noter que seul le profil de température de l'éprouvette a été mesuré, celui des barres est aussi susceptible d'évoluer, mais n'a pas été pris en compte. La correction tient compte uniquement de la modification de la distribution de température de l'éprouvette. L'évolution du rapport $\sigma_{1\mu m}$ (contrainte maximale au centre de l'éprouvette pour 1 µm de déplacement) peut être retrouvée dans le Tableau II. 6.

Tableau II. 6 – Comparaison de la fréquence propre de l'éprouvette et du rapport $\sigma_{1\mu m}$ lorsque le profil de température « réel » est pris en compte. Calculs réalisés sur le modèle « éprouvette » seule.

| | **Fréquence de résonance (Hz)** | **$\sigma_{1\mu m}$ (MPa)** | **Erreur (%)** |
|---|---|---|---|
| Sans sollicitation | 20004 | 16.25 | |
| $\sigma_a$ = 200 MPa | 20431 | 16.99 | 4.5 |

L'évolution de la fréquence de résonance de l'éprouvette est importante, mais en prenant en compte la ligne entière (« éprouvette + barres ») la fréquence est identique à quelques Hz près, quel que soit le profil de température. De plus, en ne prenant pas en compte le profil « réel » de l'éprouvette, une sous-estimation de 4.5 % de la contrainte maximale est faite à 200 MPa. Cette erreur est susceptible d'être plus importante à des contraintes élevées (entre 210 et 250 MPa), mais la difficulté de mesure (écaillage de la peinture par les vibrations) pendant la sollicitation n'a pas permis d'évaluer le profil de température à ce niveau de contrainte.

Afin de prendre en compte l'effet de la distribution de la température sur la contrainte maximale au centre de l'éprouvette, il a été décidé de suivre la procédure suivante :

→ Lorsque **$\sigma_a$ < 200 MPa** : l'erreur est considérée comme négligeable, la contrainte maximale au centre de l'éprouvette lorsque 1 µm de déplacement est imposé est celle sans sollicitation, soit $\sigma_{1\mu m}$ = 16.25 MPa.

→ Lorsque **$\sigma_a \geq$ 200 MPa** : le rapport $\sigma_{1\mu m}$ est pris égal à 16.99 MPa, c'est-à-dire en prenant en compte le profil thermique mesuré lors d'un essai sur CMSX-4 à $\sigma_a$ = 200 MPa.

→ Différents superalliages base nickel monogranulaires ont été testés. En fonction de leurs défauts intrinsèques, ils ne s'auto-échauffent pas de la même façon et n'ont pas exactement les mêmes profils thermiques à iso-contrainte. Néanmoins, les mêmes corrections décrites ci-dessus ont été utilisées.

Afin d'affiner cette sensibilité au profil de température, il serait intéressant d'utiliser une éprouvette avec un état de surface permettant une meilleure adhérence entre le revêtement et l'éprouvette. Une

éprouvette pré-oxydée (avec un oxyde adhérent et sable en cristallographie et émissivité) pourrait aussi prévenir des mesures peu fiables dues à l'écaillage de la peinture.

*Anisotropie*

Le module d'Young est dépendant de l'orientation du cristal par rapport à l'axe de chargement (Hermann *et al.*, 1996). Une étude de l'influence de l'orientation cristalline sur le rapport $\sigma_{1\mu m}$ a été conduite. Seule la désorientation primaire θ a été prise en compte, c'est-à-dire l'écart d'orientation entre l'axe ⟨001⟩ du monograin et l'axe de l'éprouvette (chargement). L'erreur calculée en fonction de la désorientation primaire est reportée sur la Figure II. 30(a).

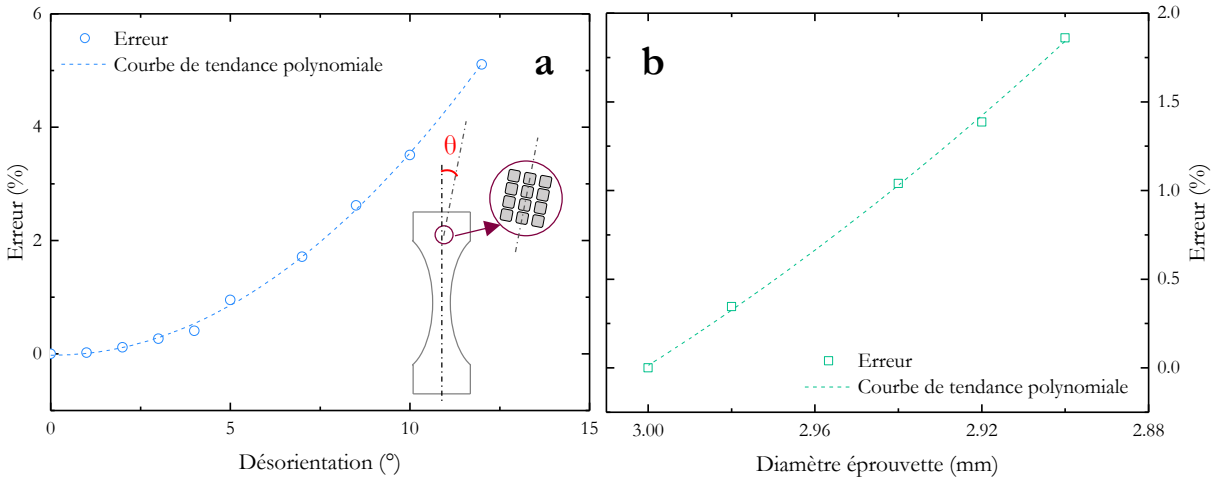


Figure II. 30 – Erreur relative sur $\sigma_{1\mu m}$ en fonction de la désorientation primaire du monograin (a) ; erreur relative sur $\sigma_{1\mu m}$ en fonction du diamètre nominal de l'éprouvette (b).

L'erreur sur $\sigma_{1\mu m}$ devient importante lorsque la désorientation primaire est supérieure à 10°. Dans les campagnes d'essais réalisées, une attention a été portée afin de n'utiliser que des barreaux faiblement désorientés (< 7°) qui ne provoquent pas d'erreur importante. L'impact de la désorientation a donc été considéré comme négligeable.

*Diamètre de l'éprouvette*

Le même type d'étude a été réalisé sur le diamètre de l'éprouvette. Le modèle utilisé considère un diamètre nominal de 3 mm (conforme au plan établi en Figure II. 25(a)), mais le polissage de la partie utile de l'éprouvette le réduit. La Figure II. 30(b) reporte les erreurs calculées sur le rapport $\sigma_{1\mu m}$. Ce graphique montre que dans la plage de diamètre étudiée, l'erreur relative sur $\sigma_{1\mu m}$ est faible. L'influence du diamètre de l'éprouvette a donc été considérée comme négligeable.

## II.3.4. Instrumentation

### II.3.4.1. Pilotage de la température

Le pilotage en température de l'essai a été, avec le dimensionnement de la ligne, l'axe de développement le plus important. En souhaitant travailler avec une sollicitation continue, l'auto-échauffement de l'éprouvette est inévitable à partir d'une certaine valeur de contrainte. Afin de conserver constamment 1000°C au centre de l'éprouvette, la puissance délivrée par l'inducteur est asservie avec une mesure de la température en direct du centre de l'éprouvette. Ainsi, si un auto-échauffement se produit, une commande est envoyée à l'inducteur afin que ce dernier baisse sa puissance de façon à conserver 1000°C au centre de l'éprouvette. L'auto-échauffement est donc utilisé comme « source de chaleur » pour avoir une température constante, et non pas évité comme dans la méthode de pulses.

Une mesure de température sans contact a été choisie, car les soudures de thermocouples ne supportent pas les taux de déformation appliqués au centre de l'éprouvette. De plus, la mesure de la température par contact est très perturbée par le champ magnétique dans cette zone. Un pyromètre bichromatique infrarouge Impac avec une plage de mesure de 700 à 1800°C a été choisi. Cette caractéristique lui permet de mesurer le rayonnement émis par l'éprouvette sur deux longueurs d'onde distinctes, $\lambda_1$ et $\lambda_2$, et diminuer les dérives de mesures causées par l'évolution de l'état de surface ou l'environnement. Le pyromètre a été placé à une distance de la surface de l'éprouvette permettant d'avoir la meilleure focalisation et minimiser le spot de mesure, qui est d'environ 1 $mm^2$.

Afin de déterminer la température réelle du centre de l'éprouvette à partir des mesures de rayonnement, le facteur d'émissivité $\varepsilon_1/\varepsilon_2$ doit être connu. Ce facteur est le rapport des constantes d'émissivité $\varepsilon_1$ et $\varepsilon_2$ de l'éprouvette sur les longueurs d'onde $\lambda_1$ et $\lambda_2$, et dépend fortement de l'état de surface. Ainsi, pour chaque état de surface testé au cours de cette thèse, il a été nécessaire de calibrer le facteur d'émissivité du pyromètre. Dans les paragraphes suivants, la procédure de calibration du pyromètre pour un état de surface poli miroir (état le plus étudié) est décrite, mais il faut noter que les états de surface sablé, sablé+revêtu et revêtu Hie Coat et Pyromark ont également été calibrés.

Le facteur d'émissivité a été ajusté en mesurant en simultané la température de l'éprouvette avec le pyromètre et avec un thermocouple S chemisé et compensé. Ce thermocouple de contact a été inséré via un perçage axial de l'éprouvette par électroérosion jusqu'à son centre. Ce dispositif permet d'éviter les perturbations induites par le champ magnétique. Le calcul de la profondeur de pénétration du champ magnétique p par l'équation ci-dessous permet de déterminer si le thermocouple S est inclu dans le champ magnétique :

$$p = \sqrt{\frac{\rho_{elec}}{\pi f \mu_0 \mu_r}}$$ Equation II. 6

Avec $\rho_{elec}$ la résistivité, f la fréquence de l'inducteur, $\mu_0$ la perméabilité du vide égale à $4 \times \pi \times 10^{-7}$ et $\mu_r$ la perméabilité magnétique relative. La perméabilité relative est égale à 1 car la température de 1000°C est supérieure au point de Curie des superalliages. La résistivité du CMSX-4 vaut (Mills *et al.*, 2006) :

$$\rho_{elec} = A(T° - 298) + B(T° - 298)^2 + C(T° - 298)^3$$ Equation II. 7

Avec T la température en Kelvin et A = 1.05, B = - $1.236 \times 10^{-3}$ et C = $3.49 \times 10^{-7}$ (Mills *et al.*, 2006). $\rho_{elec}$ est alors déterminé à 172.25 nΩ.m.

La fréquence de travail de l'inducteur est de 272 kHz. La profondeur de pénétration calculée est alors de 0.402 mm. Le diamètre utile de l'éprouvette étant de 3 mm et le diamètre du thermocouple de 1.2 mm, les mesures de température ne sont donc pas perturbées par le champ magnétique. Les Figure II. 31(a) et (b) présentent le dispositif permettant de calibrer le pyromètre.

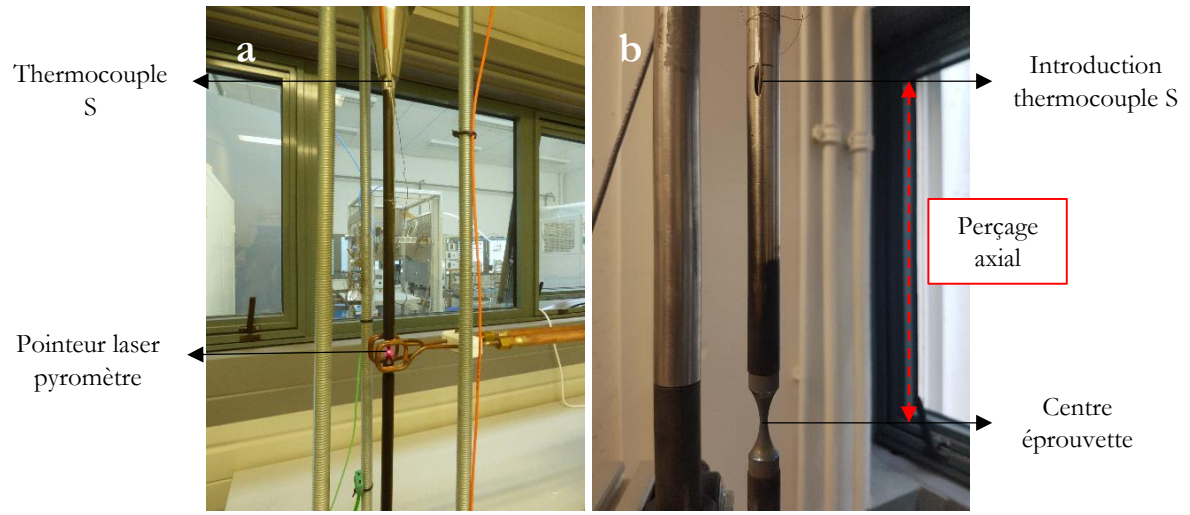


Figure II. 31 – Dispositif de calibration du facteur d'émissivité du pyromètre (a) ; agrandissement sur le perçage axial (b).

Au cours des premières minutes de chauffe, l'état de surface – et donc le facteur d'émissivité – évoluent fortement en raison de la formation des premiers oxydes sur la surface polie de l'éprouvette. Il faut donc que ce facteur se stabilise avant de le déterminer, auquel cas une dérive importante de la température « réelle » de l'échantillon peut avoir lieu. La procédure de stabilisation de l'état de surface est décrite dans la partie II.3.5.1. A la fin de cette période, un recalage manuel du facteur d'émissivité est effectué afin que la température mesurée par le pyromètre concorde avec celle du thermocouple S.

Au cours des essais, les potentielles sources d'auto-échauffement seront donc utilisées avec l'asservissement de l'inducteur pour conserver une température de l'éprouvette à 1000°C. La mesure du pyromètre étant surfacique, des questions peuvent se poser sur la température « réelle » locale au

niveau des zones d'auto-échauffement. Afin de vérifier l'homogénéité de la température dans la section de l'éprouvette, les microstructures dans le volume sollicité et au niveau d'une zone d'auto-échauffement (pore ayant conduit à l'amorçage de la fissure fatale) d'une éprouvette ont été comparées (Figure II. 32). La fraction volumique et la taille des précipités sont en effet des indicateurs de la température locale soumise à l'éprouvette (Dirand *et al.*, 2013; Royer *et al.*, 1998). Pour cela, une analyse d'image à partir du logiciel Visilog a été réalisée. Les images analysées ont un grandissement de x5000. Une image a été prise au niveau du site d'amorçage (Figure II. 32(b)), et deux autres ont été prises aléatoirement dans le volume sollicité de l'éprouvette (Figure II. 32(c) et (d)) au niveau des encadrés orange et bleu de la Figure II. 32(a). Les résultats sont compilés dans le Tableau II. 7. Un exemple de seuillage de la Figure II. 32(c) afin de déterminer la fraction volumique des précipités est présenté en Figure II. 32(e).

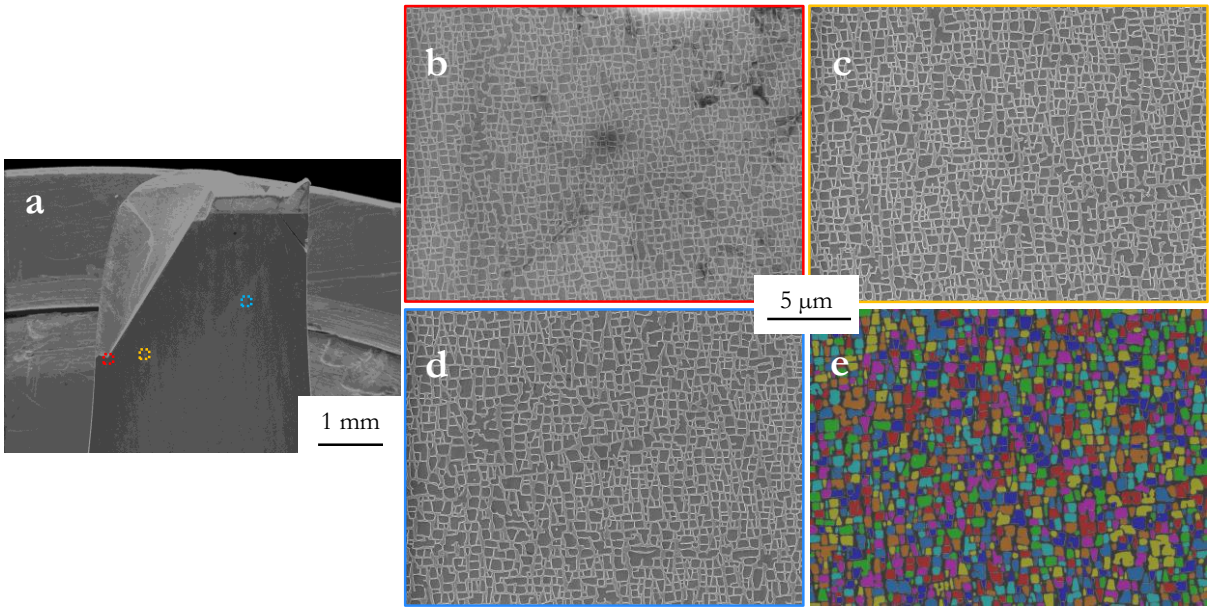


Figure II. 32 – Microstructures au grandissement x5000 dans une éprouvette en CMSX-4 testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 190 MPa, $N_f = 7.8 \times 10^7$ cycles : la coupe longitudinale croise le pore ayant conduit à l'amorçage de la fissure fatale (a) ; agrandissement de la zone encadrée en rouge, au voisinage du pore ayant conduit à l'amorçage de la fissure fatale (b) ; agrandissement de la zone encadrée en orange, dans le volume sollicité (c) ; agrandissement de la zone encadrée en bleu, dans le volume sollicité (d) ; exemple de seuillage par Visilog de l'image (c) afin de déterminer la fraction volumique des précipités. Un seuillage de type « border line » est utilisé afin de déterminer l'aire (et donc la largeur) des précipités (e).

Tableau II. 7 – Fraction volumique et taille moyenne des précipités selon la zone analysée. Images au grandissement x5000.

| | Zone rouge pore amorçage | Zone orange volume sollicité | Zone bleue volume sollicité |
|---|---|---|---|
| Fraction volumique des précipités (%) | 61.9 | 58.7 | 56.6 |
| Taille moyenne des précipités (nm) | 344 | 384 | 368 |
| Ecart-type de la taille moyenne des précipités (nm) | 47 | 40 | 36 |

Les valeurs du Tableau II. 7 sont relativement peu dispersées, compte tenu de la dispersion naturelle pouvant exister entre les dendrites et les zones interdendritiques, mais également si un sous joint de grains est présent. Ainsi, quelle que soit la zone observée, les précipités γ' ont une taille et une fraction volumique similaires, indiquant que le potentiel gradient de température créé est négligeable.

Cette méthodologie a également été appliquée entre des micrographies prises proche de la surface de l'éprouvette et dans le volume afin de vérifier que la chauffe surfacique par le moyen d'induction n'implique pas un fort gradient de température dans la section de l'éprouvette. Une faible dispersion a également été déterminée.

#### II.3.4.2. Suivi de la déformation

Au cours d'un essai, le générateur envoie une tension au transducteur, qui la convertit en amplitude de déplacement. La tension envoyée par le générateur et l'amplitude en sortie du transducteur (et de la sonotrode) sont proportionnelles, et en connaissant le rapport $\sigma_{1\mu m}$ la contrainte alternée au centre de l'éprouvette est déterminée. Cette tension est donc calibrée afin d'obtenir la contrainte alternée souhaitée. Pour cela, une calibration est effectuée à température ambiante à l'aide d'un cylindre étalon en IN718 (Figure II. 33). Un conditionneur capacitif est placé à l'extrémité libre du cylindre afin de mesurer au cours de l'étalonnage l'amplitude de déplacement. Cette amplitude est ensuite utilisée afin de calibrer la tension d'entrée et de sortie du générateur, qui permettent de réguler l'amplitude au cours d'un essai. Une jauge extensométrique est aussi utilisée afin de confirmer les mesures de déplacement effectuées. Cette jauge est placée au niveau du nœud de déplacement (déformation maximale) et permet ainsi de déterminer directement la déformation maximale.

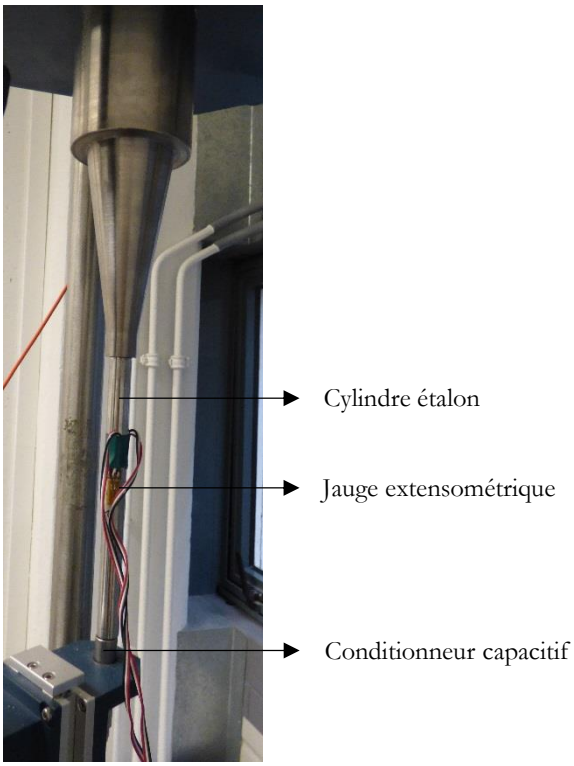


Figure II. 33 – Etalonnage de la tension du générateur en fonction de l'amplitude en sortie de sonotrode.

Au cours des essais à haute température, il n'est pas possible de placer une jauge extensométrique au centre de l'éprouvette. De plus, le conditionneur capacitif ne peut être utilisé car son principe de fonctionnement utilise l'induction, ses mesures sont donc perturbées par le champ magnétique de la bobine. Le déplacement en sortie de sonotrode – et donc la contrainte maximale au centre de l'éprouvette – sont connus à l'aide de la tension en sortie du générateur, calibrée à température ambiante.

Afin de s'assurer que le pilotage de l'amplitude est fait correctement, une jauge extensométrique est placée sur un nœud de déplacement de la barre 1. A partir de la modélisation par éléments finis il est possible, en connaissant la déformation maximale de la barre, de déterminer la contrainte maximale au centre de l'éprouvette (voir Figure II. 27). Ainsi, une jauge Vichay 125BB est utilisée, et collée à 60 mm de l'extrémité la plus froide de la barre 1, où la température est entre 60 et 70°C environ. Cette jauge moyenne la déformation sur une longueur de 1 mm environ. Le câble de liaison de la jauge a été isolé afin que les mesures ne soient pas perturbées par le champ magnétique de l'inducteur.

La période d'acquisition du signal de la jauge est de 10 µs, qui est la période d'acquisition minimale sur le type d'enregistreur isolé disponible. Il y a au maximum 5 points par cycles pour reconstruire le signal. De plus, il n'est pas possible pour des questions de mémoire d'enregistrer le signal en continu lors de l'essai. Des enregistrements réguliers d'environ 5 – 10 secondes ont donc été réalisés. Un exemple de signal obtenu au cours d'un essai ultrasonore à R = -1 est reporté sur la Figure II. 34. Afin que les données soient lisibles une plage de 1 ms est présentée, ce qui permet d'observer environ 20 cycles de

fatigue. Sur la Figure II. 34, le signal ne varie pas autour de 0 car l'offset initial de la jauge évolue du fait de la dilatation thermique de la barre.

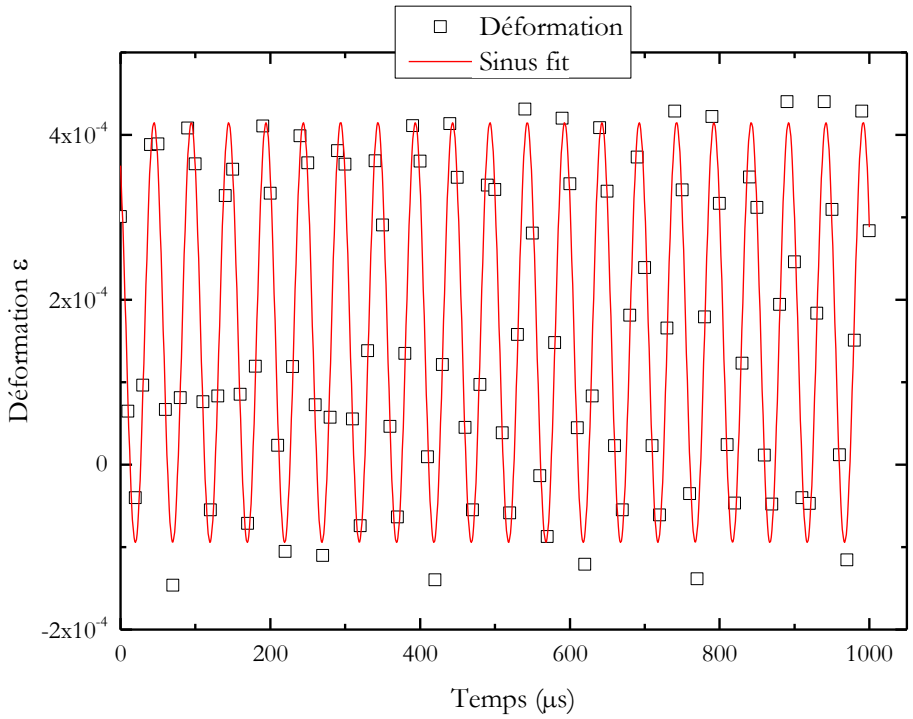


Figure II. 34 – Signal de déformation mesuré par la jauge collée à un nœud de vibration de la barre 1. Un fit des points de données (rectangles noirs) est réalisé afin de déterminer l'amplitude de déformation et la fréquence résonance de la ligne.

Une fonction sinusoïdale est ajustée au signal obtenu à l'aide du logiciel Origin afin de déterminer l'amplitude $\varepsilon_0$ et la fréquence du signal. A partir du modèle numérique et des profils d'amplitude, de contrainte (et de déformation) calculés en Figure II. 22, il est ensuite possible de retrouver l'amplitude de déplacement $A_0$ et la contrainte maximale au centre de l'éprouvette. Cette méthode comporte néanmoins quelques points qui pourraient être améliorés :

→ La déformation mesurée est une moyenne réalisée sur une zone de 1 mm, pouvant légèrement sous-estimer la valeur maximale.

→ La fréquence d'acquisition utilisée ne permet d'avoir que 5 points par cycles, ce qui a tendance à gommer les extrema. Sur la Figure II. 34, l'ajustement de la fonction sinusoïdale ne prend pas en compte les quelques points extremums mesurés, ce qui peut sous-estimer la valeur de déformation maximale.

→ Le nombre de points en jeu ne permet pas d'enregistrer le signal en continu. La durée des enregistrements réalisés doit être assez longue afin de moyenner le signal. Néanmoins, un enregistrement de 10 secondes avec les outils utilisés est déjà lourd à analyser.

Cette méthode renvoie à des valeurs de contrainte généralement 10 – 20 % plus faibles que la consigne délivrée au générateur. Néanmoins, la valeur de déplacement (et donc de contrainte estimée par le

générateur) est considérée comme la plus proche de la contrainte réelle. Les mesures réalisées par la jauge de déformation permettent de comparer qualitativement les différents essais réalisés, et vérifier la bonne conduite de l'essai.

En vue d'améliorer leur instrumentation, il serait possible d'affiner les mesures à partir de différentes techniques :

→ Mesure des déformations : une fréquence d'acquisition plus élevée (> 500 kHz) et l'automatisation des calculs de contrainte via une programmation permettraient d'affiner les valeurs à partir des signaux de jauge.

→ Mesure des déplacements : il existe des capteurs photoniques (Yi *et al.*, 2007) et des vibromètres lasers (Koster *et al.*, 2012) non perturbés par le champ magnétique qui pourraient convenir.

### II.3.5. Procédure d'essai

#### II.3.5.1. Mise en chauffe

En chauffant par induction, le centre de l'éprouvette atteint 1000°C en moins de cinq minutes. Cependant, une période de chauffe de 40 minutes est effectuée afin de stabiliser le profil de température le long de la ligne afin qu'elle puisse rentrer correctement en résonance. Ce maintien permet également de stabiliser l'état de surface (i.e. développer un oxyde stable) et le facteur d'émissivité. La procédure suivante est suivie :

Etape 1 : au démarrage, l'inducteur est piloté manuellement pendant une durée de 4 minutes à puissance constante, équivalente à environ 25 % de la puissance maximale de l'inducteur. Cette étape permet d'éviter que le pyromètre commande à l'inducteur une pleine puissance et les risques d'overshoots. En effet, le pyromètre est réglé sur une plage de mesure de 700 à 1800°C, il ne peut donc mesurer l'évolution de la température au lancement.

Etape 2 : A $t_0$ + 4 min, le pilotage automatique de l'inducteur par le pyromètre débute sous une température de consigne de 1000°C. Le facteur d'émissivité entré est $\varepsilon_1/\varepsilon_2 = 1$, soit une température réelle de l'éprouvette autour de 980°C. Cette étape dure 25 minutes et permet de stabiliser l'état de surface de l'éprouvette et stabiliser le profil thermique sur la ligne d'amarrage et sur l'éprouvette.

Etape 3 : A $t_0$ + 29 min, le facteur d'émissivité $\varepsilon_1/\varepsilon_2$ déterminé pour l'état de surface étudié est entré. Cette étape permet de faire coïncider la température du pyromètre avec la température « réelle » de l'éprouvette.

La procédure de chauffe a été réalisée sur une éprouvette percée afin de suivre simultanément la température « réelle ». Ce suivi est reporté sur la Figure II. 35. Ce graphique montre clairement que lors de l'étape 1, il est nécessaire de piloter manuellement l'inducteur car le facteur d'émissivité évolue

fortement et conduit à des variations importantes de la température mesurée. Après 5 minutes, le facteur d'émissivité se stabilise et permet de réguler directement en température. En pilotant en température, la température relevée par le pyromètre se stabilise à 1000°C et seule la température du thermocouple S peut être amenée à évoluer.

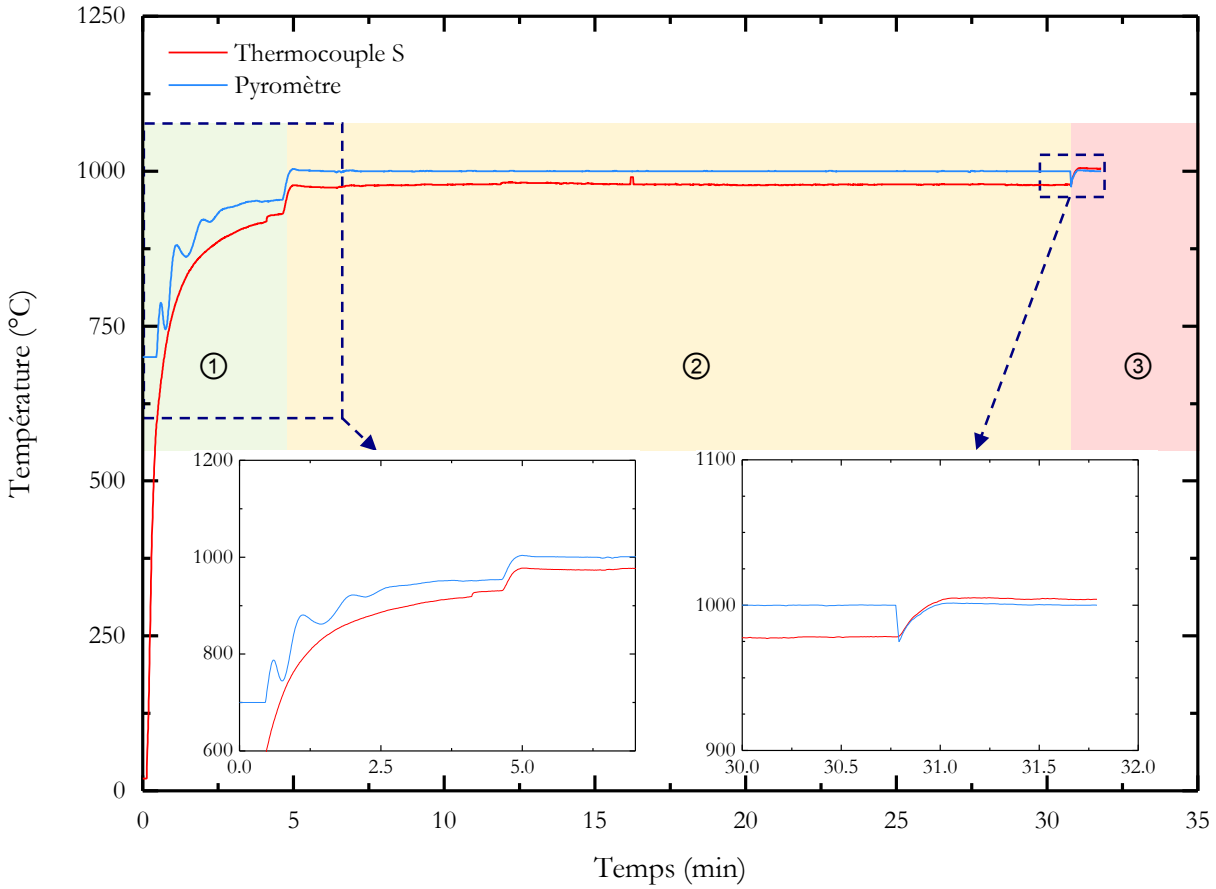


Figure II. 35 – Procédure de chauffe avant l'application de la sollicitation mécanique.

L'utilisation du pyromètre et de cette procédure permet de piloter la température du centre de l'éprouvette à 1000 ± 2°C. Quel que soit l'état de surface étudié, la même procédure a été appliquée, seule la valeur du facteur d'émissivité dans l'étape 3 a pu changer. L'état de surface « sablé+revêtu » est la seule exception qui a nécessité une modification des durées des étapes 1 et 2.

Enfin, tous les autres superalliages testés autres que le CMSX-4 l'ont été avec un état de surface poli miroir. La **même procédure que pour le CMSX-4 a été appliquée**, malgré la nature possiblement différente des oxydes pouvant se former en surface. Le faible nombre d'éprouvettes disponibles et le temps nécessaire pour effectuer l'étalonnage du pyromètre sont les raisons de ce choix. De plus, l'intensité de l'inducteur délivrée avant le début de la sollicitation (qui est un indicateur de la température réelle) a été noté comme très proche quel que soit l'alliage utilisé. Cela indique qu'après la préchauffe à 1000°C, les oxydes pouvant se former ont peu d'impact sur le facteur d'émissivité. Leur nature chimique doit être proche, ou conduit à un facteur d'émissivité quasi-identique.

### II.3.5.2. Application des vibrations

Les paramètres de régulation PID pour commander l'inducteur ont été réglés afin qu'il soit réactif et puisse faire revenir l'éprouvette à sa température de consigne rapidement (moins de deux secondes). Néanmoins, si l'amplitude des vibrations passe de 0 à la valeur souhaitée en moins d'une seconde, l'auto-échauffement est très important et devient incontrôlable. Cela peut conduire à la rupture anticipée (voire à la fusion) de l'éprouvette. Pour ne pas perdre le contrôle de l'auto-échauffement, la contrainte (ou amplitude de déplacement) est appliquée progressivement en suivant une rampe jusqu'à atteindre la consigne. Cette rampe est réglée à 2 MPa.s$^{-1}$ environ. Pendant la montée en charge, un auto-échauffement de 20°C est toléré **ponctuellement**. Un exemple de début d'essai sur un CMSX-4 à R = -1 et $\sigma_a$ = 190 MPa est montré en Figure II. 36. Au lancement de l'essai une contrainte minimale d'environ 40 MPa est appliquée instantanément avant la rampe, qui représente le déplacement minimal en sortie de sonotrode.

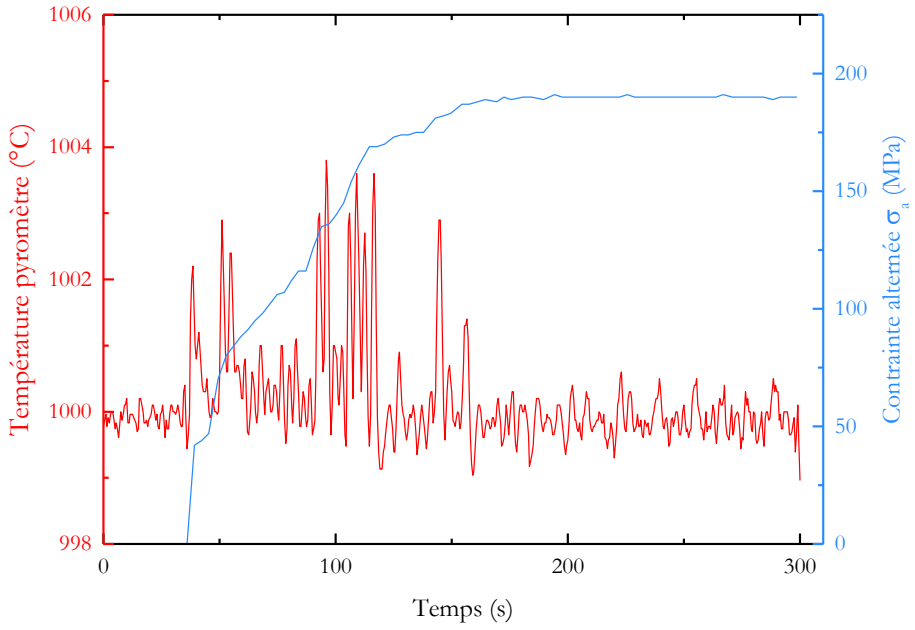


Figure II. 36 – Evolution de la température et de la contrainte alternée en début d'essai d'un CMSX-4 à 1000°C, 20 kHz, R = -1 et $\sigma_a$ = 190 MPa.

Après stabilisation de la contrainte alternée, le pyromètre régule à ± 2°C la température. Cette procédure implique qu'un certain nombre de cycles (environ $10^6$ cycles) est effectué avant d'atteindre la consigne.

$$N_{totaux} = N_{mis\ en\ charge} + N_f \qquad \text{Equation II. 8}$$

**Ces cycles ne sont pas pris en compte dans la durée de vie $N_f$ de l'éprouvette.** Le nombre de cycles de mise en charge est pris comme le nombre de cycles nécessaire pour atteindre $\sigma_a = \sigma_{consigne} - 5$ MPa. Cette procédure implique que les essais de très courte durée (< 5 × $10^6$ cycles) sont difficilement exploitables, car le nombre de cycles de mise en charge atteint le nombre de cycles à contrainte maximale.

#### II.3.5.3. Application d'une contrainte moyenne (cas des essais à R > 0)

Lors des essais à R > 0, la charge moyenne est appliquée instantanément par le vérin **avant** la contrainte alternée. Le vérin est piloté pour conserver une pression dans la chambre, et donc une contrainte moyenne, constante. Ainsi, les essais à rapport de charge positif sont une combinaison entre déplacement imposé (contrainte alternée) et charge imposée (contrainte moyenne).

## II.4. Synthèse des conditions d'essais

En tant que bilan de ce chapitre, le tableau présenté ci-dessous synthétise l'ensemble des types et conditions d'essais réalisés afin de mener à bien les travaux de cette thèse.

Tableau II. 8 – Synthèse des essais et conditions associées effectués au cours de cette thèse.

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Traction | Température (°C) | | 1000 | |
| | Vitesse de déformation ($s^{-1}$) | $10^{-3}$ | $10^{-2}$ | $3 \times 10^{-2}$ |
| | Matériaux | | CMSX-4, CMSX-4 vieilli, CMSX-4 pré-flué | |
| Fluage | Température (°C) | | 1000 | |
| | Matériaux | | CMSX-4, CMSX-4 Plus | |
| Fatigue | Température (°C) | | 1000 | |
| | Fréquence (Hz) | 0.5 | 70 | 20000 |
| | Rapport de charge | -1, 0.05, 0.3, 0.8 | 0.05, 0.3, 0.8 | -1, 0.3, 0.8 |
| | Matériaux | CMSX-4<br>MAR-M200+Hf<br>DS200+Hf | CMSX-4 | CMSX-4<br>CMSX-4 vieilli<br>CMSX-4 pré-flué<br>MAR-M200+Hf<br>DS200+Hf<br>CMSX-4 Plus<br>René N5<br>AM1 (Bridgman, LMC, CIC)<br>MCNG (Bridgman, CIC) |

# CHAPITRE III

# MECANISMES DE RUPTURE ET D'AMORÇAGE A TRES HAUTE FREQUENCE

# Sommaire

**III.1. Introduction ..... 113**

**III.2. Rôle de la microstructure ..... 113**

III.2.1. Microstructures étudiées ..... 113

III.2.2. Durées de vie à R = -1 et R = 0.8 ..... 114

III.2.3. Modes de rupture associés ..... 116

III.2.4. Influence de la dégradation de la microstructure ..... 122

**III.3. Influence des défauts de fonderie ..... 125**

III.3.1. Motivations de l'étude et description des essais ..... 125

III.3.2. Impact de la taille de pore ..... 126

III.3.3. Impact des carbures et eutectiques ..... 130

III.3.4. Précipitation de phases TCP ..... 136

**III.4. Influence de l'oxydation sur le mode de rupture à 20 kHz ..... 140**

III.4.1. Mise en évidence de l'influence de l'oxydation ..... 140

III.4.2. Influence d'une pré-oxydation ..... 142

III.4.3. Cas des (ultra)-longues durées de vie ..... 144

**III.5. Rôle du fluage à fort rapport de charge ..... 145**

**III.6. Mécanismes d'amorçage de fissures ..... 149**

III.6.1. Mécanisme d'amorçage à fort rapport de charge ..... 150

III.6.2. Mécanismes d'amorçage en fatigue pure (R = -1) ..... 154

III.6.3. Impact de l'environnement ..... 174

**III.7. Bilan ..... 178**

## III.1. Introduction

La difficulté d'effectuer et d'instrumenter des essais VHCF à haute température est une des raisons qui justifie le peu d'études VHCF sur les superalliages base nickel monogranulaires. A l'heure actuelle, seules trois études focalisées sur cette thématique et cette classe d'alliage sont dénombrées (Furuya *et al.*, 2012; Morrissey et Golden, 2007; Yi *et al.*, 2007). Néanmoins, de nombreux composants de la turbine à gaz peuvent être sujets à ce type de sollicitation et il est donc essentiel que ce régime soit étudié afin de lever un certain conservatisme utilisé lors du dimensionnement. De plus, l'étude bibliographique a montré que les régimes de fatigue oligocyclique et à grand nombre de cycles de ces alliages sont dépendants du procédé d'élaboration et/ou de leurs compositions chimiques en fonction des conditions appliquées (température, rapport de charge, niveau de contrainte, environnement, etc.). Il est donc également important d'évaluer quels sont les facteurs influençant le régime à très grand nombre de cycles des superalliages base nickel monogranulaires.

Ce chapitre a pour objectif de répondre en partie à ces questions. **Il est le cœur de cette thèse et comporte les résultats les plus originaux. Le nombre d'alliages utilisés (dix au total) et d'essais réalisés permet d'appuyer les analyses et les observations tirées.**

Ainsi, dans ce travail, une première étude examine l'influence de la microstructure sur la durée de vie dans le régime gigacyclique. Cette partie permet de présenter une première base de données solide et les modes de rupture inhérents à ce régime de fatigue. A partir de ces résultats, l'influence des défauts de fonderie et du fluage sur les propriétés en fatigue VHCF est étudiée, sur la base de données de huit autres superalliages base nickel monogranulaires et un superalliage à grains colonnaires. Les durées de vie très élevées (> $10^9$ cycles) et l'influence de l'oxydation ont également été étudiées. Ces études ont finalement conduit à analyser à une échelle plus fine les mécanismes d'amorçage jusque-là jamais observés dans la littérature, et à proposer un mécanisme décrivant cette phase.

## III.2. Rôle de la microstructure

### III.2.1. Microstructures étudiées

Après de nombreuses heures en service, la microstructure de précipitation des aubes HP est susceptible d'évoluer à la suite du phénomène de fluage à haute température. Cette dégradation de la microstructure, sous forme de précipités mis en radeaux de type N dans le CMSX-4 et les autres superalliages étudiés, implique un abattement sévère de la durée de vie en fatigue dans le domaine oligocyclique (Mughrabi *et al.*, 1997; Ott et Mughrabi, 1999; Ott *et al.*, 1999; Mughrabi et Tetzlaff, 2000; Epishin *et al.*, 2008). A 700°C, Epishin *et al.* ont émis l'hypothèse que la durée de vie dans le domaine HCF pourrait être d'autant plus abattue en considérant que la dégradation de la microstructure ait un impact plus important sur la phase d'amorçage que sur la phase de propagation (Epishin *et al.*, 2008).

Dans le cas des aubes de turbines à gaz, le fluage provoque également leur allongement, ce qui peut modifier leurs fréquences de résonance. Si initialement, l'aube est dimensionnée pour ne pas entrer en résonance, elle peut l'être à partir de plusieurs heures d'utilisation. Ainsi, cette première étude conduite sur le matériau de référence, le CMSX-4, a pour objectif de déterminer si à haute température et haute fréquence, la dégradation de la microstructure a un impact sur la durée de vie dans le domaine à très grand nombre de cycles.

Ces essais permettent également d'établir une base de données et d'avoir une première expérience sur les modes de rupture rencontrés. Pour cela, tous les essais ont été réalisés à 1000°C, 20 kHz et deux rapports de charge. La fatigue pure a été étudiée à R = -1, alors que l'influence de l'application d'une charge moyenne importante a été prise en compte à R = 0.8. Quatre microstructures sont étudiées :

→ La microstructure dite de référence, composée d'une microstructure γ/γ' de morphologie et taille standards.

→ Une microstructure vieillie thermiquement par un pré-maintien à température à 1100°C pendant 300 heures. La microstructure est coalescée sans direction privilégiée.

→ Deux microstructures pré-fluées à 1100°C/ 120 MPa pendant 24 ou 100 heures. Les précipités sont mis en radeaux de type N.

Les quatre microstructures sont décrites dans le chapitre II. Le tableau suivant donne la dénomination de chaque microstructure utilisée dans les parties suivantes, afin de faciliter la lecture.

Tableau III. 1 – Rappel des traitements thermiques ayant conduits aux microstructures du CMSX-4 utilisées, et nomenclature.

| CMSX-4 « référence » | Standard |
|---|---|
| CMSX-4 vieilli thermiquement à 1100°C/ 300 h | V300 |
| CMSX-4 pré-flué à 1100°C/ 120 MPa/ 24 h | F24 |
| CMSX-4 pré-flué à 1100°C/ 120 MPa/ 100 h | F100 |

### III.2.2. Durées de vie à R = -1 et R = 0.8

Les résultats de durées de vie pour chaque microstructure étudiée sont répertoriés dans deux diagrammes de Wöhler. Le premier, retrouvé en Figure III. 1, présente les différentes microstructures testées en fatigue pure (R = -1). La contrainte alternée $\sigma_a$ est tracée en fonction du nombre de cycles à rupture $N_f$. Le second (Figure III. 2), expose les essais conduits à fort rapport de charge (R = 0.8). La contrainte maximale $\sigma_{max}$ de l'essai est tracée en fonction du nombre de cycles à rupture $N_f$. L'ensemble des résultats peut être retrouvé dans la matrice d'essais en annexe A.

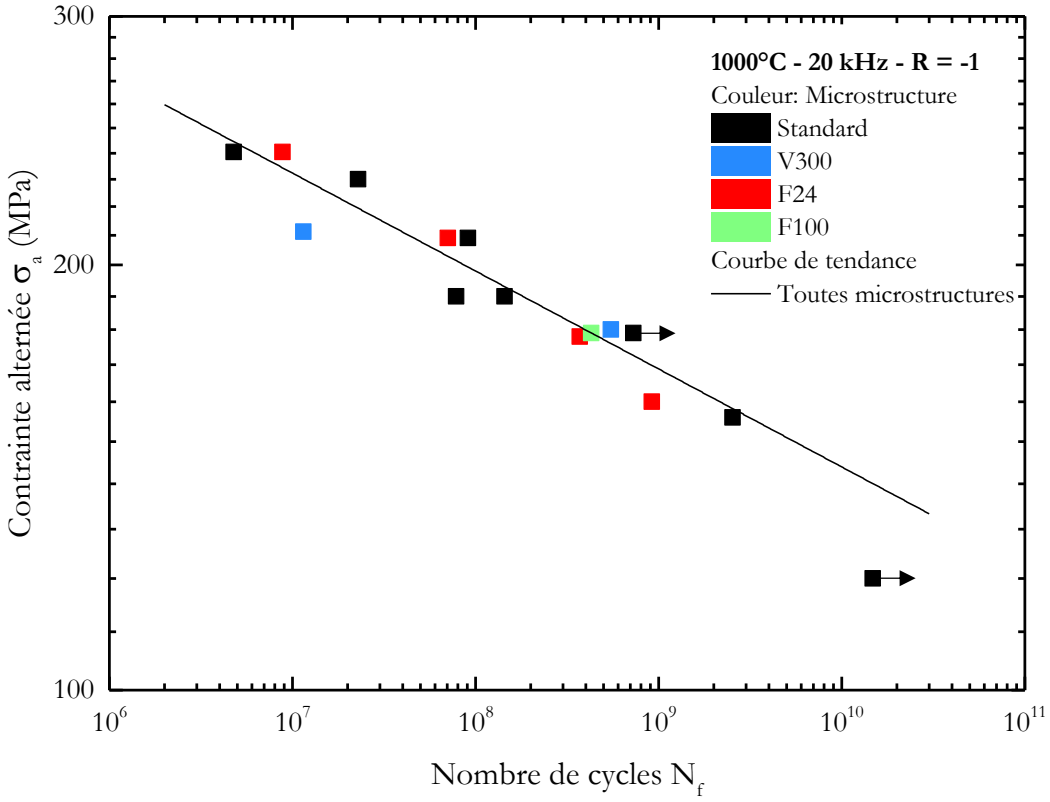


Figure III. 1 – Diagramme de Wöhler à 1000°C, 20 kHz et R = -1 pour différentes microstructures du CMSX-4. Les flèches noires indiquent des essais interrompus.

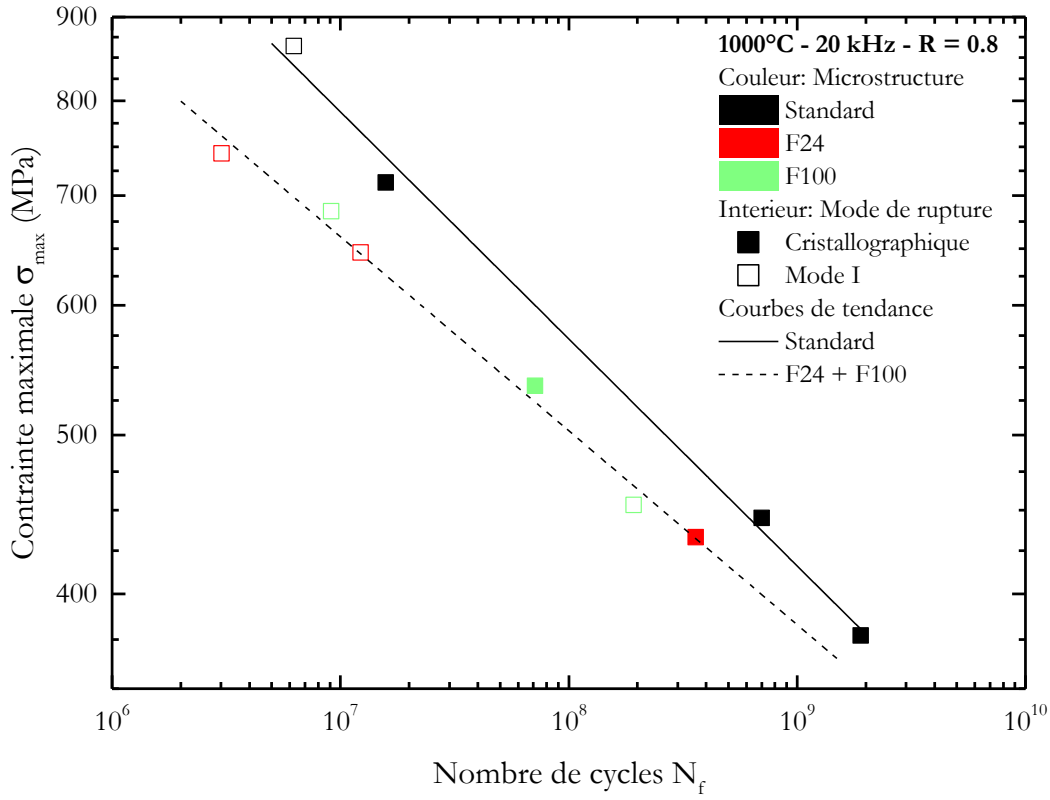


Figure III. 2 – Diagramme de Wöhler à 1000°C, 20 kHz et R = 0.8 du CMSX-4 sous différentes microstructures.

Ces premiers essais réalisés sur la machine de fatigue ultrasonore permettent d'étudier un large panel de durées de vie du CMSX-4, compris entre $10^6$ et $10^{10}$ cycles. Les temps à rupture associés vont de quelques minutes à environ une semaine d'essai en continu. Sur la plage de durée de vie testée ($10^6$ – $10^9$ cycles) aucune limite de fatigue ne peut être déterminée, chaque éprouvette ayant été sollicitée jusqu'à rupture.

En fatigue pure (R = -1) une seule tendance ressort, indépendamment de la microstructure testée (Figure III. 1). Lorsqu'une contrainte moyenne est ajoutée, deux tendances apparaissent et dépendent de la microstructure (Figure III. 2). Quel que soit le niveau de contrainte appliqué, la microstructure « standard » du CMSX-4 a une durée de vie environ deux fois supérieure à celle des microstructures pré-fluées sous forte contrainte moyenne appliquée. Dans la partie suivante, les modes de rupture associés aux microstructures étudiées et aux conditions de chargement appliquées sont présentés. L'objectif est d'établir un lien pouvant expliquer l'apparition de la sensibilité à la microstructure lorsqu'une forte contrainte moyenne est ajoutée.

### III.2.3. Modes de rupture associés

#### III.2.3.1. Mode de rupture en fatigue pure (R = -1)

Les faciès de rupture pour les quatre microstructures testées se sont révélés être similaires. En effet, chaque faciès observé présente une rupture très planaire, constituée d'une ou plusieurs facettes (voir Figure III. 3(a) et (b)). La mesure de l'angle entre la normale du plan de ces facettes et l'axe de chargement donne en moyenne 54° (± l'incertitude de mesure et la désorientation primaire du monograin), indiquant que ces facettes sont parallèles à la famille des plans octaédriques {111}. Ces ruptures cristallographiques ont déjà été observées à 20 kHz sous des conditions similaires sur le PWA 1484 compacté par Yi *et al* (Yi *et al.*, 2007). Généralement, ce type de rupture est obtenu lors d'essais de fatigue à des températures plus froides (< 800°C) et sous plus faible fréquence (Gell et Leverant, 1968; Lamm et Singer, 2007; Morrissey et Golden, 2007; Šmíd *et al.*, 2016).

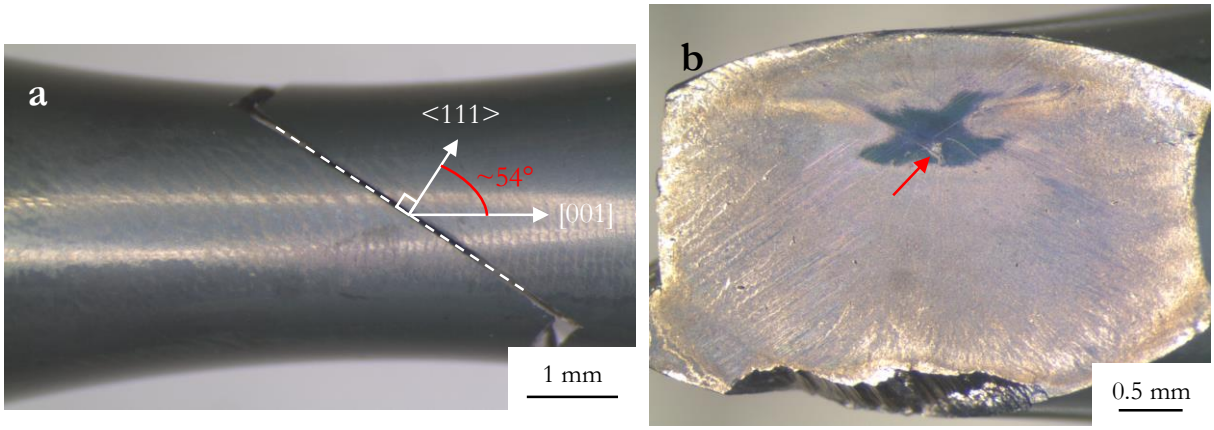


Figure III. 3 – Eprouvette en CMSX-4 standard testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 230 MPa, $N_f$ = 2.29 × $10^7$ cycles : angle de rupture entre la normale au plan de rupture et l'axe de chargement (a) ; faciès de rupture planaire, la flèche pointe l'origine de la fissure fatale (b).

Pour chaque microstructure, un seul site d'amorçage, en interne, est observé depuis un pore. Les dimensions de ces pores ont été mesurées directement sur les faciès de rupture, en définissant le diamètre circonscrit autour du pore et le diamètre « réel » représentatif de son aire réelle. La méthode de mesure peut être retrouvée dans les références suivantes (Steuer *et al.*, 2015; Cervellon *et al.*, 2017). Les dimensions, répertoriées en annexe A, sont comprises dans la même plage pour toutes les microstructures. Leur forme particulièrement tortueuse (voir les agrandissements de la Figure III. 4) et leur taille indiquent que ce sont des pores de fonderie, pour toutes les microstructures testées. Une exception est toutefois notée pour les durées de vie supérieures à $10^9$ cycles, où la zone d'amorçage est très rugueuse et empêche d'observer la nature du site. Les très longues durées de vie et les changements de nature de site d'amorçage seront décrits dans la partie III.3.3.

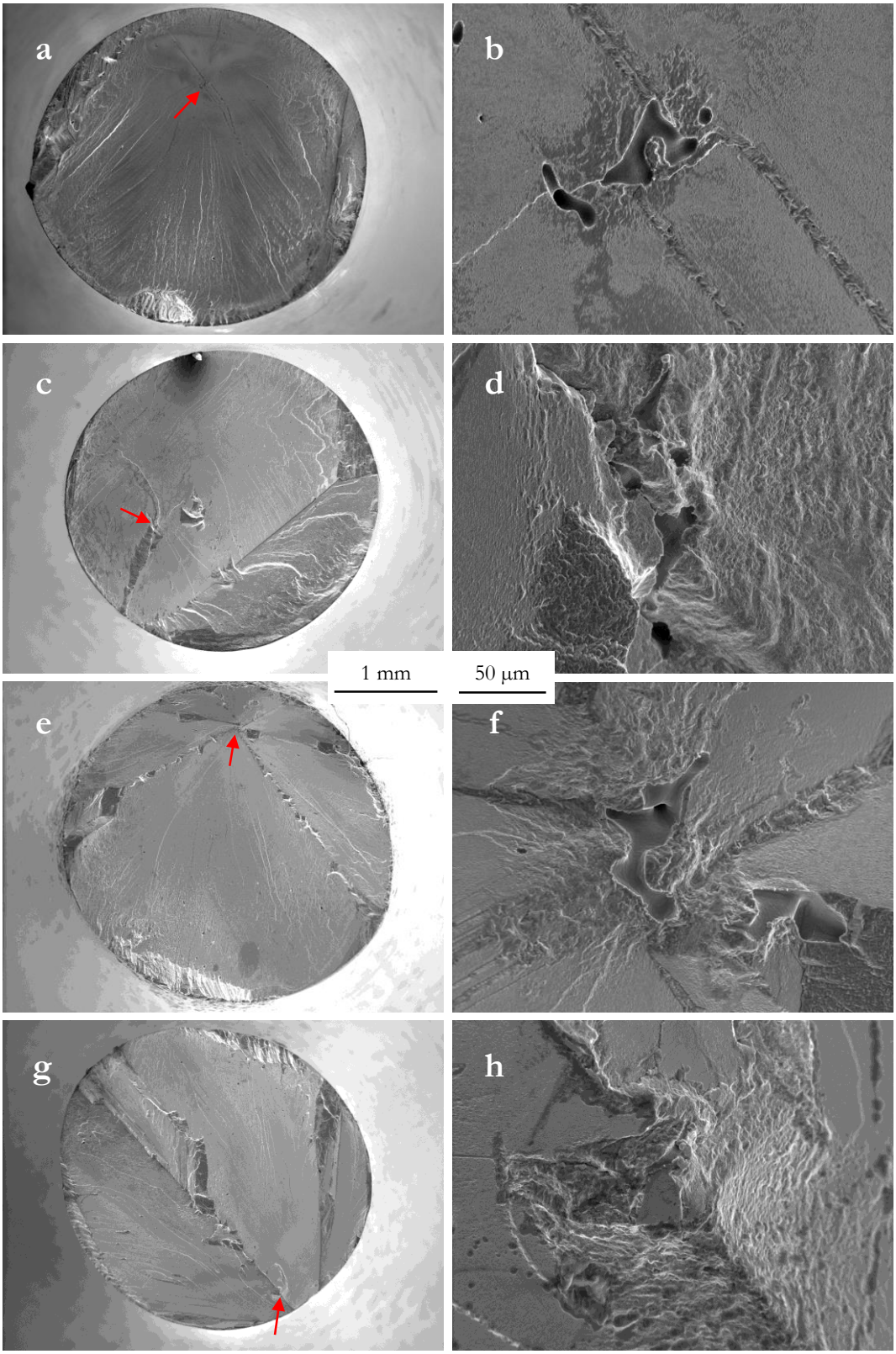


Figure III. 4 – Faciès de rupture et agrandissement au niveau du site d'amorçage (flèches rouges) des différentes microstructures du CMSX-4 testées à 20 kHz, 1000°C, R = -1 : standard, $\sigma_a$ = 230 MPa, $N_f = 2.29 \times 10^7$ cycles (a-b) ; V300, $\sigma_a$ = 180 MPa, $N_f = 5.49 \times 10^8$ cycles (c-d) ; F24, $\sigma_a$ = 210 MPa, $N_f = 7.07 \times 10^7$ cycles (e-f) ; F100, $\sigma_a$ = 180 MPa, $N_f = 4.29 \times 10^8$ cycles (g-h).

Afin d'étudier les mécanismes de rupture, certaines éprouvettes rompues ont été coupées longitudinalement puis polies afin que le plan de polissage intersecte le site d'amorçage. Quelle que soit la microstructure, la seule trace de mécanisme de déformation observée est le cisaillement des précipités et de la matrice par de nombreuses bandes de glissement parallèles aux plans {111} (voir flèches oranges sur la Figure III. 5(a) et (b)). La dégradation de la microstructure (coalescence ou mise en radeaux des précipités) n'a pas d'incidence sur la nature du mécanisme de déformation. Ces observations contrastent fortement avec celles faites habituellement en fatigue à haute température, à des fréquences plus faibles. En effet, à haute température et plus faible fréquence, la déformation s'homogénéise dans le volume de l'éprouvette par la montée de dislocations hors de leur plan de glissement ou par contournement. Sous ces conditions, la déformation reste cantonnée dans la matrice (Steuer *et al.*, 2015).

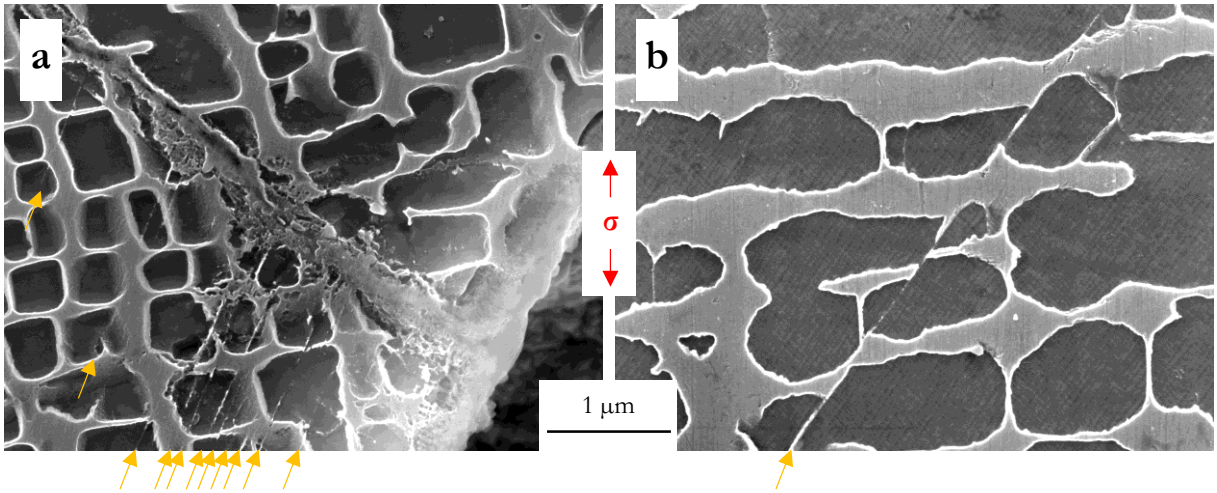


Figure III. 5 – Traces de bandes de glissement observées lors d'essais sur CMSX-4 à 1000°C, 20 kHz, R = -1 : proche du site d'amorçage sur une microstructure standard testée à $\sigma_a$ = 190 MPa, $N_f$ = 1.44 × $10^8$ cycles (a) ; proche du chemin de fissure sur une microstructure F100 testée à $\sigma_a$ = 180 MPa, $N_f$ = 4.29 × $10^8$ cycles (b).

Ces traces de déformation n'ont été observées qu'autour du pore ayant conduit à l'amorçage de la fissure fatale, ou bien le long du chemin suivi par la fissure, proche de la surface de rupture. Dans le volume, aucune trace de déformation autour d'autres pores ou eutectiques, ou d'évolution de la microstructure n'a été observée. La déformation plastique opérant lors de ces essais est particulièrement hétérogène, cantonnée autour de concentrateurs de contraintes. Dans ces conditions et entre $10^6$ et $10^9$ cycles, les pores de fonderie semblent être les singularités les plus critiques puisqu'ils sont à l'origine de 100 % des ruptures des éprouvettes. Les traces de déformation observées et le mécanisme d'amorçage de fissure en cause seront discutés dans la partie III.6.

### III.2.3.2. Mode de rupture à fort rapport de charge (R = 0.8)

L'ajout d'une forte contrainte moyenne aux essais de fatigue à très grand nombre de cycles a une incidence sur les modes de rupture observés. La phase de propagation cristallographique conduisant à la rupture des éprouvettes est observée sur chaque microstructure testée (standard et pré-fluées) comme le montrent les Figure III. 6(a) et (c). Néanmoins, certains faciès (indépendamment de

la microstructure) présentent un mode de rupture différent, avec un faciès perpendiculaire à l'axe de chargement (mode I, voir Figure III. 6(e)). Le mode de rupture en fonction de la microstructure et des conditions de chargement est indiqué dans la Figure III. 2 par le remplissage des points de données. A première vue, il semble que le mode I macroscopique soit privilégié lors de faibles durées de vie, mais le relativement faible nombre d'essais réalisés ne permet pas de conclure sur ce point.

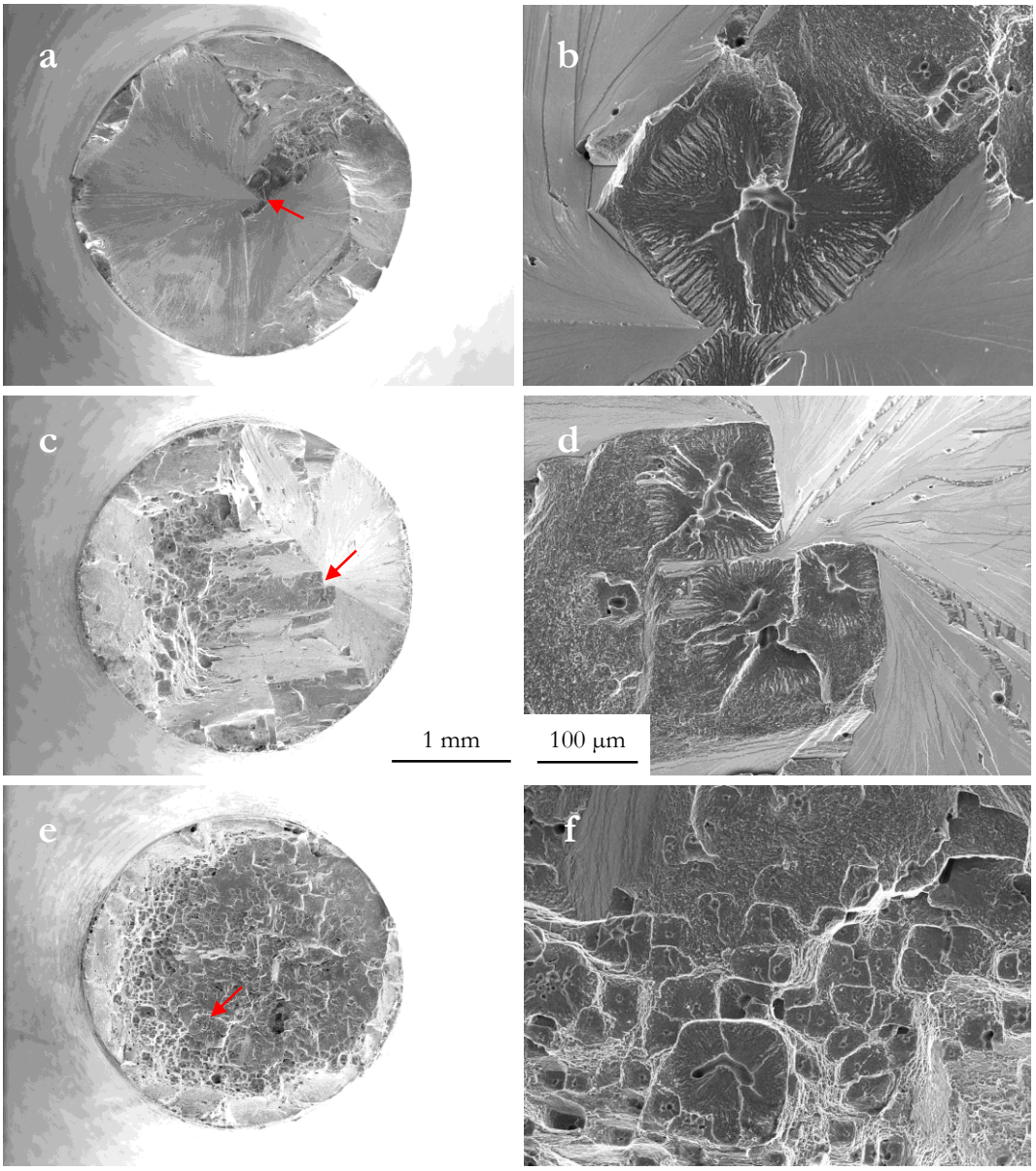


Figure III. 6 – Faciès de rupture et agrandissement au niveau de la principale zone d'amorçage (flèches rouges) des différentes microstructures du CMSX-4 testées à 20 kHz, 1000°C, R = 0.8 : standard, $\sigma_{max}$ = 445 MPa, $N_f$ = 7.01 × $10^8$ cycles (a-b) ; F24, $\sigma_{max}$ = 433 MPa, $N_f$ = 3.60 × $10^8$ cycles (c-d) ; F100, $\sigma_{max}$ = 453 MPa, $N_f$ = 1.92 × $10^8$ cycles (e-f).

A ce niveau de rapport de charge, de nombreuses micro-fissures s'amorcent en interne et à la surface depuis des pores (tout type confondu). Pour toutes les microstructures testées, les agrandissements de la Figure III. 6 montrent que ces micro-fissures se propagent en mode I. Lorsque ces micro-fissures atteignent une taille critique, ou bien qu'elles coalescent entre elles, une concentration de contrainte

importante semble se produire et conduit alors à la propagation de la fissure fatale suivant les plans {111} (voir Figure III. 6(b) et (d)).

Les coupes longitudinales d'éprouvettes rompues permettent d'observer de nombreux pores fissurés (Figure III. 7(a) et (b)). Sur l'agrandissement de la Figure III. 7(b), il est clair que ces fissures se propagent principalement le long des interfaces γ/γ' sans pénétrer dans les précipités. Ce mode de fissuration conduit à un mode de rupture apparent perpendiculaire à l'axe de chargement. Quelle que soit la microstructure étudiée, il existe en effet peu d'interfaces parallèles à l'axe de chargement pouvant gêner la propagation de la fissure comme l'ont démontré Ott et Mughrabi (Ott *et al.*, 1999; Ott et Mughrabi, 1999).

La fraction de pores fissurés sur le nombre de pores total a été calculée qualitativement à partir de quatre images MEB prises sur une éprouvette standard et une pré-fluée pendant 24 h ayant été soumises à des conditions de chargement proches (éprouvettes présentées en Figure III. 6(a-d) et Figure III. 7(a) et (b)). La fraction de pores fissurés est beaucoup plus élevée dans l'éprouvette pré-fluée que sur la microstructure standard, alors que l'essai est deux fois plus court (77 % de pores fissurés sur l'éprouvette pré-fluée contre 43 % dans l'éprouvette standard).

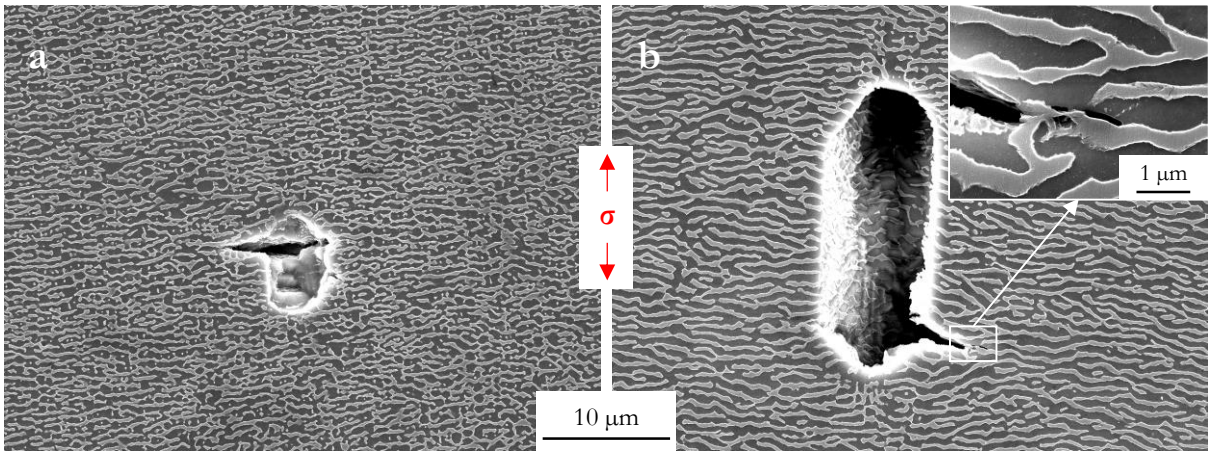


Figure III. 7 – Fissures se micro-propageant en mode I à partir de pores à 1000°C, 20 kHz, R = 0.8 : CMSX-4 standard, $\sigma_{max}$ = 445 MPa, $N_f = 7.01 \times 10^8$ cycles (a) ; F24, $\sigma_{max}$ = 433 MPa, $N_f = 3.60 \times 10^8$ cycles (b).

Au cours des essais à fort rapport de charge, la microstructure du matériau évolue. Les précipités cubiques du CMSX-4 standard évoluent en radeaux perpendiculaires à l'axe de chargement, comme le montre la Figure III. 7(a). Cette évolution morphologique n'est pas observée en fatigue pure (R = -1), indiquant que le chargement moyen appliqué en est à l'origine. De plus, l'étude bibliographique a montré que le mécanisme de mise en radeaux opère perpendiculairement à l'axe de chargement lorsque la contrainte moyenne extérieure est en tension, et que le misfit du superalliage base Ni est négatif, ce qui est le cas du CMSX-4 à 1000°C.

La micro-fissuration en mode I de pores dans le volume de l'éprouvette et l'évolution morphologique des précipités sont deux caractéristiques attestant de la présence du phénomène de fluage au cours de

ces essais de fatigue à très grand nombre de cycles, à rapport de charge positif. L'importante élongation et striction des éprouvettes, quelle que soit la microstructure, en témoignent également (voir Figure III. 8(a)). Il n'a pas été possible de déterminer quantitativement l'allongement à rupture des éprouvettes et de les comparer en fonction de la microstructure étudiée compte tenu de la section variable des éprouvettes VHCF.

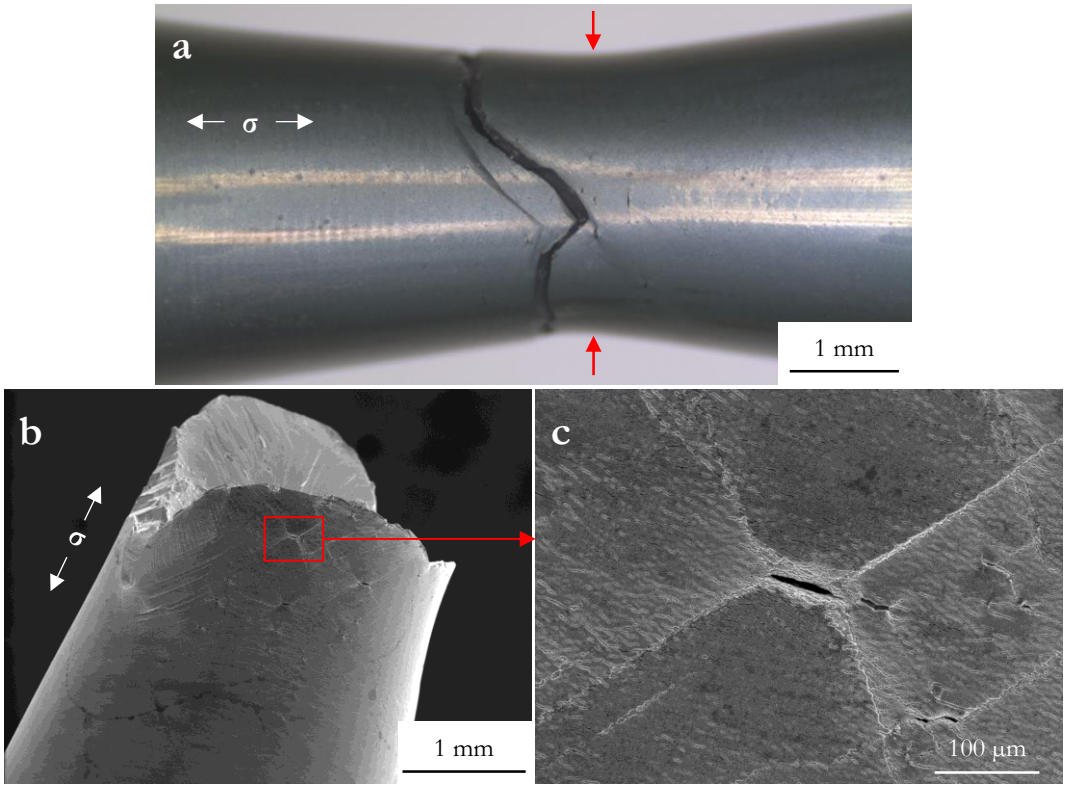


Figure III. 8 – Striction d'une éprouvette en CMSX-4 standard testée à 1000°C, 20 kHz, R = 0.8, $\sigma_{max}$ = 710 MPa, $N_f$ = 1.58 × $10^7$ cycles : image optique (a) ; imagerie au microscope électronique à balayage (b) ; agrandissement de la zone rectangulaire de (b) sur une micro-fissure propagée en mode I, où des bandes de glissement se sont formées à la pointe de fissure (c).

Le phénomène de fluage étant volumique, la déformation plastique n'est donc pas localisée autour de concentrateurs de contraintes sous ces conditions, mais est bien plus homogène. Des traces de bandes de glissement sont néanmoins visibles sur le fut, et semblent avoir pour origine des pointes de micro-fissures en mode I (voir Figure III. 8(b) et (c)). Il est donc probable que ces bandes n'apparaissent que tardivement dans la durée de vie. Ces mécanismes seront discutés dans la partie III.6.

### III.2.4. Influence de la dégradation de la microstructure

Deux modes de rupture distincts ont été observés en VHCF en fonction du rapport de charge étudié. En fatigue pure (R = -1), l'origine de la rupture est à chaque fois un pore de fonderie interne entre $10^6$ et $10^9$ cycles. La microstructure (taille et morphologie des précipités) n'a pas d'incidence notable sur ce mécanisme de rupture. A R = 0.8, malgré un aspect cristallographique observé sur certains faciès de rupture, la rupture est pilotée par un endommagement dont la cause est le fluage (voir

paragraphe précédent). Dans ces conditions, les propriétés en VHCF deviennent sensibles à l'état de la microstructure du superalliage base nickel monogranulaire testé.

Bien qu'ils soient distincts, ces deux mécanismes dépendent étroitement de la limite d'élasticité $\sigma_e$ du matériau. A R = -1, où les contraintes alternées appliquées sont très inférieures à la limite d'élasticité, c'est cette dernière qui va délimiter les zones de déformation plastique. A R = 0.8, le comportement viscoplastique est directement relié à la limite d'élasticité. Une estimation de la limite d'élasticité de chaque microstructure au cours des essais de fatigue s'est donc révélée nécessaire via des essais de traction. Les vitesses de déformation subies par les éprouvettes sont cependant extrêmement élevées à 20 kHz, de l'ordre de $5 \times 10^{1}$ $s^{-1}$ à $2.0 \times 10^{2}$ $s^{-1}$. Les essais de traction, réalisés généralement entre $10^{-5}$ $s^{-1}$ et $10^{-3}$ $s^{-1}$ ne sont pas représentatifs des vitesses de déformation dans ce domaine de fatigue. Les barres d'Hopkinson (Wang *et al.*, 2016), qui sont des essais de choc réalisés à une vitesse de $10^{3}$ $s^{-1}$ voire plus, ne représentent pas non plus correctement les essais VHCF.

Des essais de traction à 1000°C sous différentes vitesses de déformation – $10^{-3}$, $10^{-2}$ et $3 \times 10^{-2}$ $s^{-1}$ – ont donc été réalisés afin d'avoir une estimation de l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la vitesse de déformation et de la microstructure. Ces résultats sont présentés dans la Figure III. 9, et sont également synthétisés dans l'annexe A. Les courbes de traction peuvent aussi y être retrouvées.

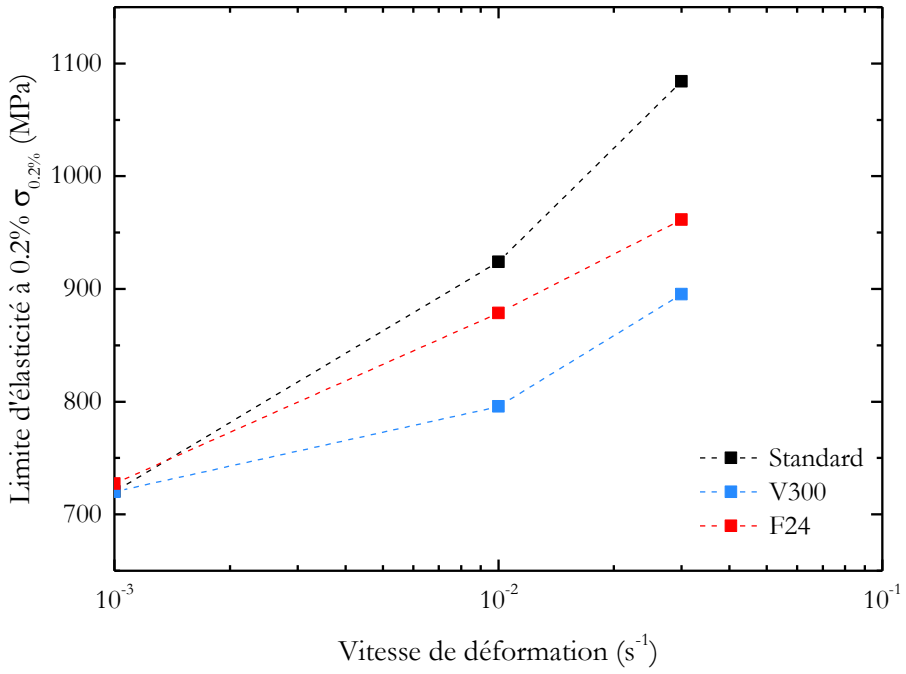


Figure III. 9 – Limite d'élasticité à 0.2 % du CMSX-4 à 1000°C en fonction de la vitesse de déformation. Trois microstructures sont présentées : standard, vieillie 300 h et pré-fluée 24 h.

Quelle que soit la microstructure testée, la limite d'élasticité augmente avec la vitesse de déformation, ce qui est communément observé sur cette plage de vitesse de déformation (Leverant *et al.*, 1971; Milligan et Antolovich, 1987). Ce graphique indique également que sur cette plage, la limite d'élasticité est plus

élevée avec la microstructure standard, par rapport à une microstructure dégradée par un vieillissement thermique ou pré-fluage en tension. Cet écart augmente avec la vitesse de déformation.

Ces observations rejoignent des études précédentes qui montrent qu'augmenter la taille des précipités au-delà de la taille optimale (Leidermark *et al.*, 2010; Pessah *et al.*, 1992), ainsi qu'élargir les couloirs de la matrice quelle que soit la morphologie des précipités (Epishin *et al.*, 2008; Fedelich *et al.*, 2012), dégrade la limite d'élasticité du CMSX-4 et d'autres superalliages base nickel monogranulaires. Cette dégradation a un lien direct sur la diminution des propriétés en fluage (Acharya et Fuchs, 2004; Epishin *et al.*, 2008; Fedelich *et al.*, 2012; Shi *et al.*, 2012). Malgré l'absence d'information sur la valeur de la limite d'élasticité « réelle » à 20 kHz, les résultats obtenus à R = 0.8 et l'évolution de la limite d'élasticité observée en Figure III. 9 permettent d'avancer qu'à 20 kHz, la limite d'élasticité est également dégradée par l'évolution morphologique ou dimensionnelle des précipités.

Cette perte des propriétés a un impact négligeable voire inexistant à R = -1 car les contraintes maximales appliquées ($\sigma_{max}$ = 240 MPa) sont bien en-deçà de la limite d'élasticité. En considérant la limite d'élasticité lors des essais VHCF égale à celle déterminée à la vitesse de $3 \times 10^{-2}$ $s^{-1}$, le rapport $\sigma_{max}/\sigma_e$ ne dépasse pas 25 %, quelle que soit la microstructure. En revanche, à R = 0.8 cette dégradation diminue les durées de vie en fatigue sur la plage étudiée, en favorisant l'amorçage de micro-fissures à partir des pores de fonderie, et donc en accélérant les cinétiques d'endommagement en fluage.

La dégradation de la microstructure par un vieillissement ou un pré-fluage impacte également la fraction volumique, le nombre et la taille des pores dans le volume de l'éprouvette. Différentes études conduites par Epishin *et al.* font état de l'apparition d'une nouvelle classe de pores dits de « déformation » au cours d'essais de fluage à haute température (Epishin *et al.*, 2013; Link *et al.*, 2006). De plus, un maintien à haute température augmente le nombre de pores d'homogénéisation et la taille des pores de fonderie (Link *et al.*, 2006). Couplé à la réduction de la limite d'élasticité, l'accroissement de la fraction volumique des pores favorise l'amorçage de micro-fissures autour de pores dans les éprouvettes pré-fluées, tous types confondus. Ces dégradations et leur impact sont schématisés sur la Figure III. 10. En fatigue pure, l'augmentation du nombre de pores (homogénéisation et déformation) est négligeable car leur taille (~ 10 µm) n'est pas significative par rapport à celle des pores de fonderie (entre 50 et 150 µm). Ce sont les plus gros pores qui conduisent à la rupture des éprouvettes dans ces conditions. Les durées de vie et taille des pores ayant conduit à la rupture sont similaires pour toutes les microstructures, ce qui indique que l'augmentation de la taille des pores de fonderie lors du maintien à haute température est négligeable par rapport à la dispersion naturelle de la durée de vie observée lors de ce type d'essai.

Enfin, la mise en radeaux des précipités a également une influence sur la cinétique de propagation des fissures à haute température (Ai *et al.*, 1993). Dans le domaine oligocyclique entre 700 et 1050°C, les radeaux perpendiculaires à l'axe de chargement diminuent la durée de vie des superalliages base Ni monogranulaires en accélérant la phase de propagation, connue pour être dominante lors de ce type de

fatigue (Epishin *et al.*, 2010; Ott et Mughrabi, 1999). Ces fissures se propagent dans la matrice ou à l'interface γ/γ', et rencontrent très peu d'interfaces parallèles à l'axe de chargement faisant obstacle à leur propagation. En VHCF et à R = 0.8, la plus grande partie de la durée de vie est passée en phase d'amorçage et de propagation des micro-fissures en mode I. Il est donc probable que la morphologie des précipités ait aussi une incidence, avec la dégradation de la limite d'élasticité, sur la durée de vie totale.

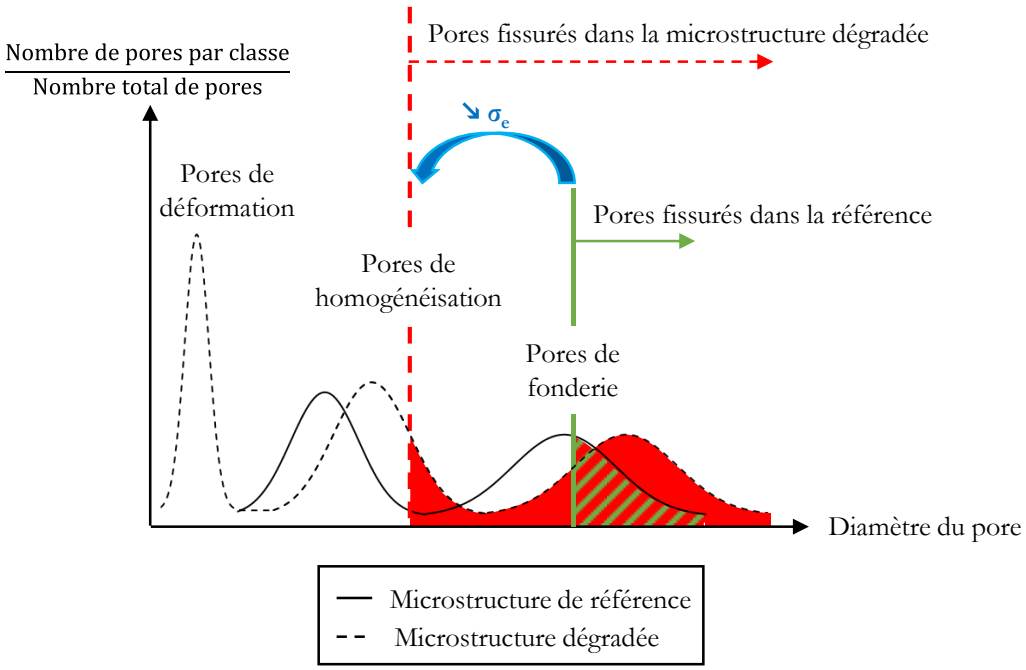


Figure III. 10 – Schématisation de l'impact de la dégradation de la microstructure sur l'occurrence de pores fissurés en mode I lors d'un essai VHCF à 1000°C, 20 kHz et R = 0.8.

## III.3. Influence des défauts de fonderie

### III.3.1. Motivations de l'étude et description des essais

La section précédente a montré qu'en fatigue pure, les pores de fonderie ont un rôle prépondérant sur la durée de vie du CMSX-4. Le procédé de solidification, responsable de la formation de ces pores, a donc un impact plus important que la morphologie des précipités. La question suivante se pose alors : quelle est l'influence de la modification du procédé de solidification, et donc de la taille des pores de fonderie, sur la durée de vie gigacyclique des superalliages base nickel monogranulaires ? Sur le PWA 1484 compacté, c'est-à-dire dans un alliage sans pores de fonderie, la fissure fatale s'amorce à partir de carbures et dans une moindre mesure, sur les eutectiques (Morrissey et Golden, 2007; Yi *et al.*, 2007). Néanmoins, aucune étude n'a abordé le cas de superalliages ayant les deux types de défauts (pores et carbures), et leur degré de nocivité reste peu connu.

Ainsi, les défauts de fonderie retrouvés dans les superalliages base nickel monogranulaires ont été étudiés sous deux aspects :

→ L'influence de la taille des pores sur la durée de vie à très grand nombre de cycles des superalliages base Ni monogranulaires. Pour cela, différents alliages élaborés par voie Bridgman (standard) ainsi que élaborés par voie LMC et compactés (CIC) ont été utilisés.

→ L'influence des carbures et des eutectiques sur la durée de vie et le mode de rupture en fatigue à très grand nombre de cycles. Pour cela, trois superalliages base Ni monogranulaires élaborés par voie Bridgman et ayant des fractions volumiques d'eutectiques différentes ont été testés. Trois alliages contenant des carbures et élaborés par voie Bridgman ont également été utilisés.

Au total, en plus du CMSX-4, huit superalliages base nickel monogranulaires et un superalliage à grains colonnaires ont été testés. Leur composition chimique et procédés d'élaboration sont différents, et permettent de couvrir des tailles et fractions volumiques de défauts distincts. Leur provenance, traitements thermiques spécifiques et états de réception peuvent être retrouvés dans le chapitre II. Le Tableau III. 2 indique chaque superalliage testé, avec leur procédé d'élaboration et singularités de fonderie associées. Leur composition chimique est également référencée dans le chapitre II.

Tableau III. 2 – Superalliages testés et leurs principales singularités. Le diamètre de pore indiqué est celui utilisant la méthode du cercle circonscrit. Les eutectiques sont considérés comme résiduels lorsque leur fraction volumique est inférieure à 0.4 %.

| **Superalliage base Ni** | **Procédé d'élaboration** | **Diamètre des pores conduisant à l'amorçage de fissures de fatigue (µm)** | **Autres singularités** |
|---|---|---|---|
| CMSX-4 | Bridgman | 50 – 150 | Eutectiques (résiduels) |
| CMSX-4 Plus | Bridgman | 60 – 100 | Eutectiques (1.6 %) |
| AM1 | Bridgman | 50 – 300 | Eutectiques (0.5 %) |
| AM1 LMC | LMC | 20 – 40 | Eutectiques (résiduels) |
| AM1 compacté | Bridgman + CIC | X | Eutectiques (0.5 %) |
| MC-NG | Bridgman | ~ 75 | Eutectiques (résiduels) |
| MC-NG compacté | Bridgman + CIC | X | Eutectiques (résiduels) |
| MAR-M200+Hf | Bridgman | 60 – 90 | Eutectiques<br>Carbures |
| DS200+Hf | Bridgman | 60 – 90 | Eutectiques<br>Carbures<br>« Joints de grains » |
| René N5 | Bridgman | 50 – 150 | Eutectiques<br>Carbures |

### III.3.2. Impact de la taille de pore

Deux diagrammes de Wöhler ont été construits afin de présenter les durées de vie des différents superalliages testés après essai à 1000°C, 20 kHz et R = -1. A chaque fois, la contrainte alternée $\sigma_a$ a été tracée par rapport au nombre de cycles à rupture $N_f$. La Figure III. 11 présente les durées de vie des

superalliages élaborés par voie Bridgman uniquement. La Figure III. 12 rapporte les durées de vie des deux superalliages ayant été élaborés par différentes méthodes (Bridgman, LMC et Bridgman + CIC), c'est-à-dire l'AM1 et le MC-NG. Sur ces deux diagrammes, la couleur représente un superalliage et la forme du point la nature du site d'amorçage de la fissure ayant conduit à la rupture.

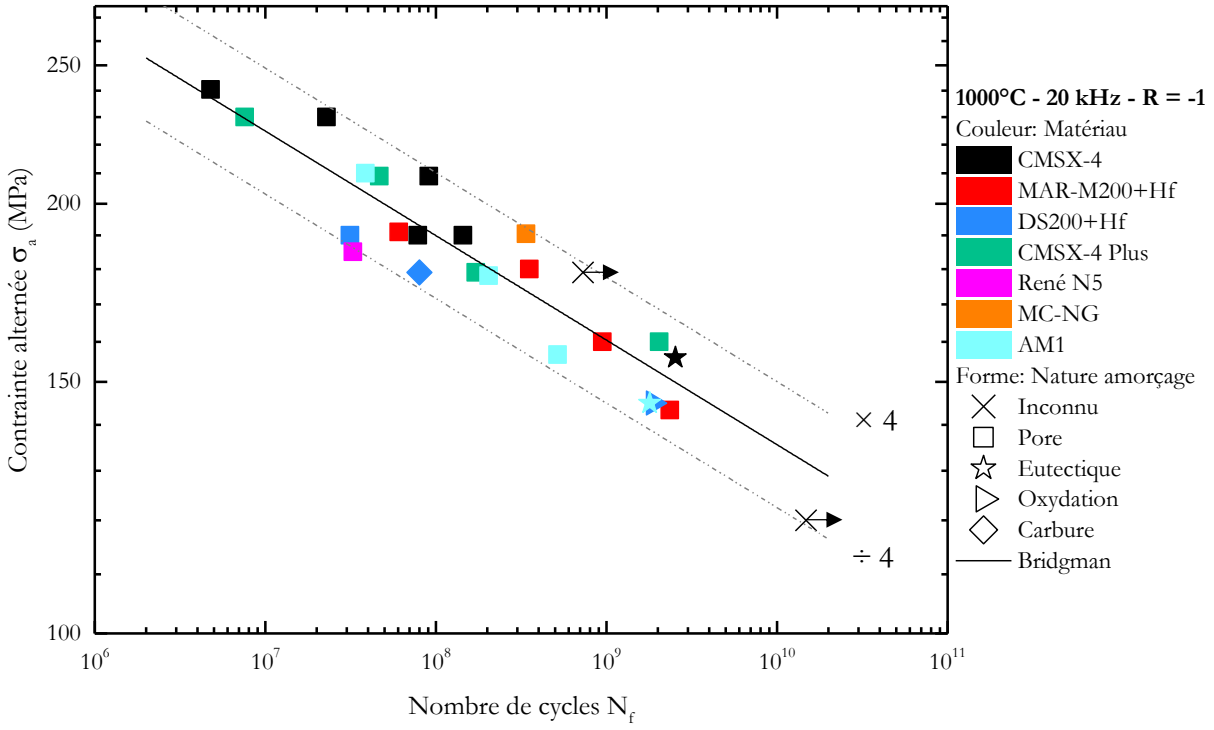


Figure III. 11 – Diagramme de Wöhler à 1000°C, 20 kHz et R = -1 regroupant les superalliages élaborés par voie Bridgman uniquement.

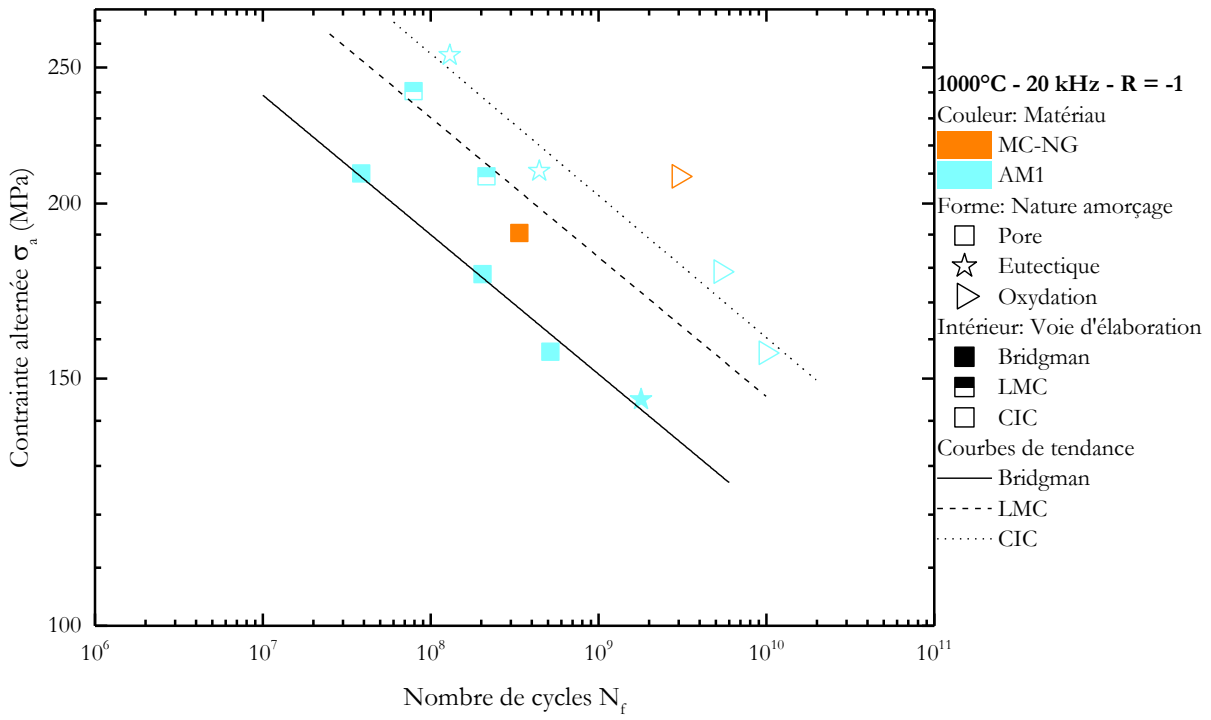


Figure III. 12 – Diagramme de Wöhler à 1000°C, 20 kHz et R = -1 regroupant les deux superalliages base Ni monogranulaires AM1 et MC-NG élaborés selon trois méthodes (Bridgman, LMC et Bridgman + CIC). Les courbes de tendance sont déterminées à partir des données des AM1 uniquement.

A partir de la Figure III. 11, deux observations principales peuvent être dégagées. Tout d'abord, l'ensemble des points rejoint une courbe de tendance, indépendamment de la composition chimique de l'alliage. Aucun écart important n'est observé suivant la nature de l'alliage. Ensuite, entre $10^6$ et $10^9$ cycles, un pore de fonderie est à chaque fois à l'origine de la rupture de l'éprouvette, en bonne adéquation avec ce qui a été observé dans la partie III.2 ainsi que la littérature à température ambiante sur un superalliage base Ni monogranulaire (Tien et Gamble, 1971) et à grains colonnaires (Nie *et al.*, 2018) dans le domaine VHCF. Les carbures et eutectiques sont donc moins nocifs que les pores de fonderie sur cette plage de durée de vie. Une seule exception a été notée sur un DS200+Hf, où le site d'amorçage est un amas de carbures. Ce cas sera discuté dans la partie III.3.3. La Figure III. 12 confirme également ces deux observations. Entre $10^6$ et $10^9$ cycles, la fissure fatale dans les éprouvettes en AM1 et MC-NG contenant des pores (Bridgman et LMC) s'est amorcée à chaque fois à partir d'un pore de fonderie. Ce diagramme montre aussi qu'à iso-contrainte, le procédé LMC augmente à minima d'un facteur 7 la durée de vie, et le procédé CIC d'un facteur 20.

Le diamètre du pore à l'origine de la rupture de chaque éprouvette a été mesuré directement sur le faciès de rupture à l'aide deux méthodes, celle du diamètre circonscrit et celle du diamètre équivalent (calculé à partir de l'aire réelle du pore). Le Tableau III. 2 indique la plage du diamètre circonscrit des pores d'amorçage pour chaque alliage. Le diamètre mesuré sur chaque éprouvette rompue selon les deux méthodes peut aussi être retrouvé dans l'annexe A. Ces mesures montrent que le diamètre du pore d'amorçage est sensiblement identique pour tous les superalliages « Bridgman », alors que l'AM1

élaboré par voie LMC a des pores conduisant à l'amorçage de la fissure fatale beaucoup plus petits. La Figure III. 13(a) et (b) montre par exemple un pore de fonderie ayant conduit à la rupture de l'éprouvette dans un alliage AM1 Bridgman et un LMC au même grandissement. Lorsqu'aucun pore de fonderie n'est présent, c'est-à-dire lorsqu'un traitement de Compaction Isostatique à Chaud (CIC) est réalisé, les sites d'amorçage sont supposés être des eutectiques entre $10^6$ et $10^9$ cycles (cf. Figure III. 13(c)). Encore une fois, les éprouvettes ayant la fissure fatale amorcée sur des sites autres que les pores de fonderie seront discutées dans la prochaine section.

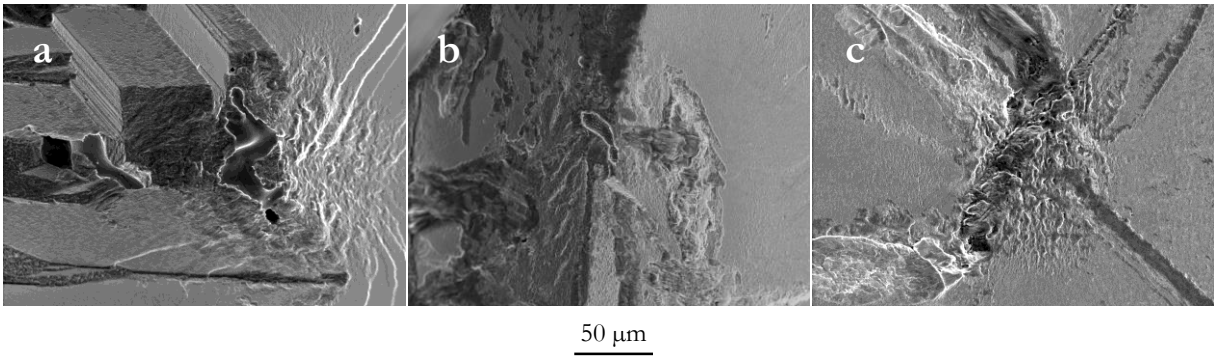


Figure III. 13 – Sites d'amorçage à l'origine de la rupture des éprouvettes testées en AM1 à 1000°C, 20 kHz, R = -1 : pore de fonderie dans un AM1 Bridgman testé à $\sigma_a$ = 178 MPa, $N_f = 2.04 \times 10^8$ cycles (a) ; pore de fonderie dans un AM1 LMC testé à $\sigma_a$ = 240 MPa, $N_f = 7.93 \times 10^7$ cycles (b) ; eutectique dans un AM1 compacté testé à $\sigma_a$ = 255 MPa, $N_f = 1.30 \times 10^8$ cycles (c).

Ainsi, plus le diamètre du pore de fonderie est petit, plus la durée de vie VHCF est élevée. Dans ce domaine de fatigue, les contraintes appliquées sont bien inférieures à la limite d'élasticité. La déformation plastique est très hétérogène et localisée au niveau de concentrateurs de contrainte. Dans les superalliages base nickel coulés, les pores de fonderie concentrent le plus de contrainte et sont donc le facteur n°1 contrôlant la durée de vie. Cette analyse rejoint les conclusions d'études précédentes réalisées dans le domaine LCF (Brundidge et Pollock, 2012; Khan et Caron, 1986; Steuer *et al.*, 2015) et HCF (Khan et Caron, 1986; Lamm et Singer, 2007), lorsque l'oxydation n'a pas d'effet important. Cela concerne des températures plus froides (≤ 800°C), ou bien des essais chauds (950°C) réalisés sous vide. La taille des pores est directement reliée à la vitesse de solidification et donc au procédé (Brundidge, 2011; Elliott *et al.*, 2004). En optimisant le procédé d'élaboration, il est donc possible d'améliorer les propriétés en fatigue à très grand nombre de cycles. Plus précisément, c'est en diminuant la position de la queue de distribution (c'est-à-dire en diminuant la taille des plus gros pores), ainsi que leur interconnexion (Brundidge, 2011), que la durée de vie en fatigue augmente. En effet, les plages données dans le Tableau III. 2 sont largement supérieures aux diamètres de pores pouvant être mesurés par métallographie (Lamm et Singer, 2007). Les pores dont le diamètre est élevé sont donc peu nombreux dans le volume. De plus, le CMSX-4 Plus et MC-NG, faisant partie de générations ayant d'importantes concentrations en éléments réfractaires, nécessitent des mises en solution plus longues que les autres alliages testés. L'augmentation de la durée de mise en solution augmente donc la fraction volumique de pores

d'homogénéisation (Epishin *et al.*, 2013; Link *et al.*, 2006). Néanmoins, la Figure III. 11 montre que cela n'a pas d'incidence directe sur la durée de vie, puisque ce sont encore une fois les plus gros pores de fonderie qui conduisent à la rupture des éprouvettes. Ainsi, plus la contrainte alternée diminue – plus le nombre de cycles augmente –, plus la déformation plastique se localise uniquement dans le voisinage des quelques pores les plus gros et critiques. En considérant que seule la taille du pore a une incidence notable sur la durée de vie en fatigue à très grand nombre de cycles, la durée de vie peut donc être prédite en considérant un modèle d'amorçage. Ces résultats sont présentés dans le chapitre V.

### III.3.3. Impact des carbures et eutectiques

A première vue, les Figure III. 11 et Figure III. 12 révèlent que la fraction volumique d'eutectiques n'a pas d'incidence entre $10^6$ et $10^9$ cycles sur les matériaux élaborés par voie Bridgman. Le CMSX-4, CMSX-4 Plus et AM1 ont des durées de vie similaires sur cette plage alors que la fraction volumique d'eutectiques est bien différente. Ces observations sont identiques dans le cas d'une fraction volumique élevée de carbures, les fissures fatales dans les éprouvettes en MAR-M200+Hf, DS200+Hf et René N5 s'amorçant également à partir d'un pore de fonderie. Néanmoins, même si ces défauts ne sont pas critiques sur la plage $10^6$ – $10^9$ cycles, il semble qu'ils aient un impact sur la phase d'amorçage et de propagation. Lorsque la durée de vie excède $10^9$ cycles, l'amorçage n'a plus pour origine un pore de fonderie. Dans ces conditions, la zone d'amorçage de la fissure fatale est rugueuse et ne permet pas d'observer correctement la nature du site. Pour les éprouvettes élaborées par voie Bridgman ayant rompu dans ce domaine et n'ayant pas de carbures (CMSX-4, CMSX-4 Plus et AM1), les eutectiques sont les seules singularités restantes issues du procédé d'élaboration. Ils sont donc considérés dans un premier temps comme les sites d'amorçage dans ces conditions d'essais sur les éprouvettes élaborées par voie Bridgman. Ces défauts conduisent également à la rupture des éprouvettes compactées entre $10^6$ et $10^9$ cycles. Ainsi, cette partie s'attache à discuter de l'influence de ces défauts sur les matériaux élaborés par voie Bridgman sur la plage $10^6$ – $10^9$ cycles. Par la suite, l'influence des eutectiques sur les grandes durées de vie et les matériaux compactés est abordée.

#### III.3.3.1. Les carbures

La criticité des carbures semble relativement négligeable par rapport à celle des pores au regard de la Figure III. 11, et ce malgré la présence d'une fraction volumique très importante de carbures dans le MAR-M200+Hf et DS200+Hf. Ces résultats rejoignent différentes études précédentes sur le René N5 et PWA1483 dans le domaine LCF/HCF lorsque l'oxydation n'a pas d'influence (Brundidge et Pollock, 2012; Lamm et Singer, 2007). Les carbures ne sont critiques qu'en présence d'un traitement CIC sur les pièces (Morrissey *et al.*, 2009; Morrissey et Golden, 2007; Yi *et al.*, 2007). En revanche, pour le MAR-M200+Hf, son pourcentage massique élevé en hafnium lui confère un nombre de carbures beaucoup plus important, notamment des clusters pouvant atteindre 200 µm (Mataveli Suave, 2017). Lorsque l'oxydation n'a pas d'impact, les fissures dans les éprouvettes élaborées dans ce matériau (ainsi que le

DS200+Hf) sont amorcées en interne à partir de ces carbures dans le domaine LCF à 650°C (Mataveli Suave, 2017). A 900°C, ce sont les carbures surfaciques et sub-surfaciques qui sont à l'origine de la rupture car une exposition à haute température de moins de cinq minutes suffit à les fissurer. Ces fissures sont alors des points d'entrée pour l'oxygène (Mataveli Suave, 2017). Au cours des essais VHCF à 1000°C, une préchauffe de 40 minutes est nécessaire pour assurer une procédure d'essai robuste et reproductible (cf. chapitre II), et il est donc très probable qu'une forte fraction de carbures surfaciques soient fissurés dès le début de la sollicitation. Pour autant, l'amorçage de la fissure conduisant à la rupture intervient en interne à partir d'un pore de fonderie, ce qui montre encore une fois leur aptitude à être de forts concentrateurs de contrainte.

Néanmoins, en s'intéressant d'un peu plus prêt à l'effet des carbures en VHCF, la Figure III. 14 présente le diagramme de Wöhler centré sur le CMSX-4 et les trois alliages ayant des carbures (René N5, MAR-M200+Hf et DS200+Hf). Les courbes de tendance de la durée de vie du DS200+Hf et MAR-M200+Hf sont inférieures à celle du CMSX-4, même si les durées de vie sont proches.

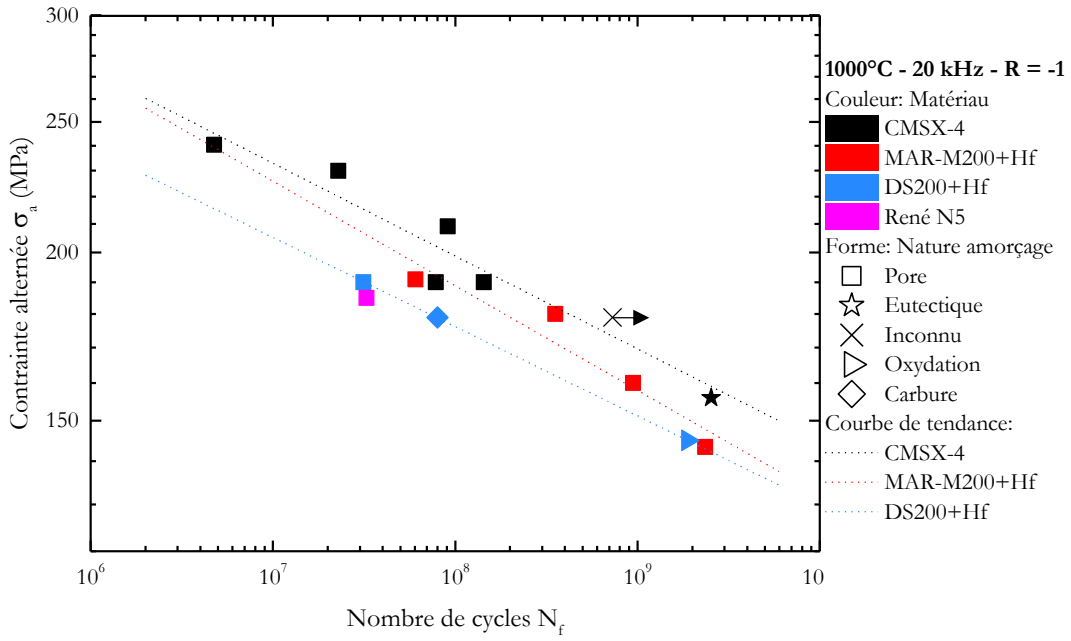


Figure III. 14 – Diagramme de Wöhler à 1000°C, 20 kHz, R =-1 regroupant le CMSX-4, MAR-M200+Hf et DS200+Hf.

Les faciès de rupture de ces trois alliages sur la Figure III. 15 présentent à chaque fois des pores remplis de petits carbures fissurés, ayant servi d'amorçage de la fissure fatale (voir agrandissement de la Figure III. 15(d)). Dans le cas du MAR-M200+Hf et du DS200+Hf, ces carbures sont principalement constitués d'hafnium et de niobium (voir Figure III. 16). Certains carbures en aiguilles peuvent être également riches en tungstène. Pour le René N5, un pore jointif avec un carbure est à l'origine de la rupture de la seule éprouvette testée. Ces derniers sont riches en tantale (Brundidge *et al.*, 2011; Elliott *et al.*, 2004). Il semble qu'un amas de carbures en forme d'écriture chinoise (chinese script) (Figure III.

15(e)) à proximité du pore soit également responsable de la rupture, au regard des rivières observées démarrant à partir de ce défaut (flèches bleues sur la Figure III. 15(f)).

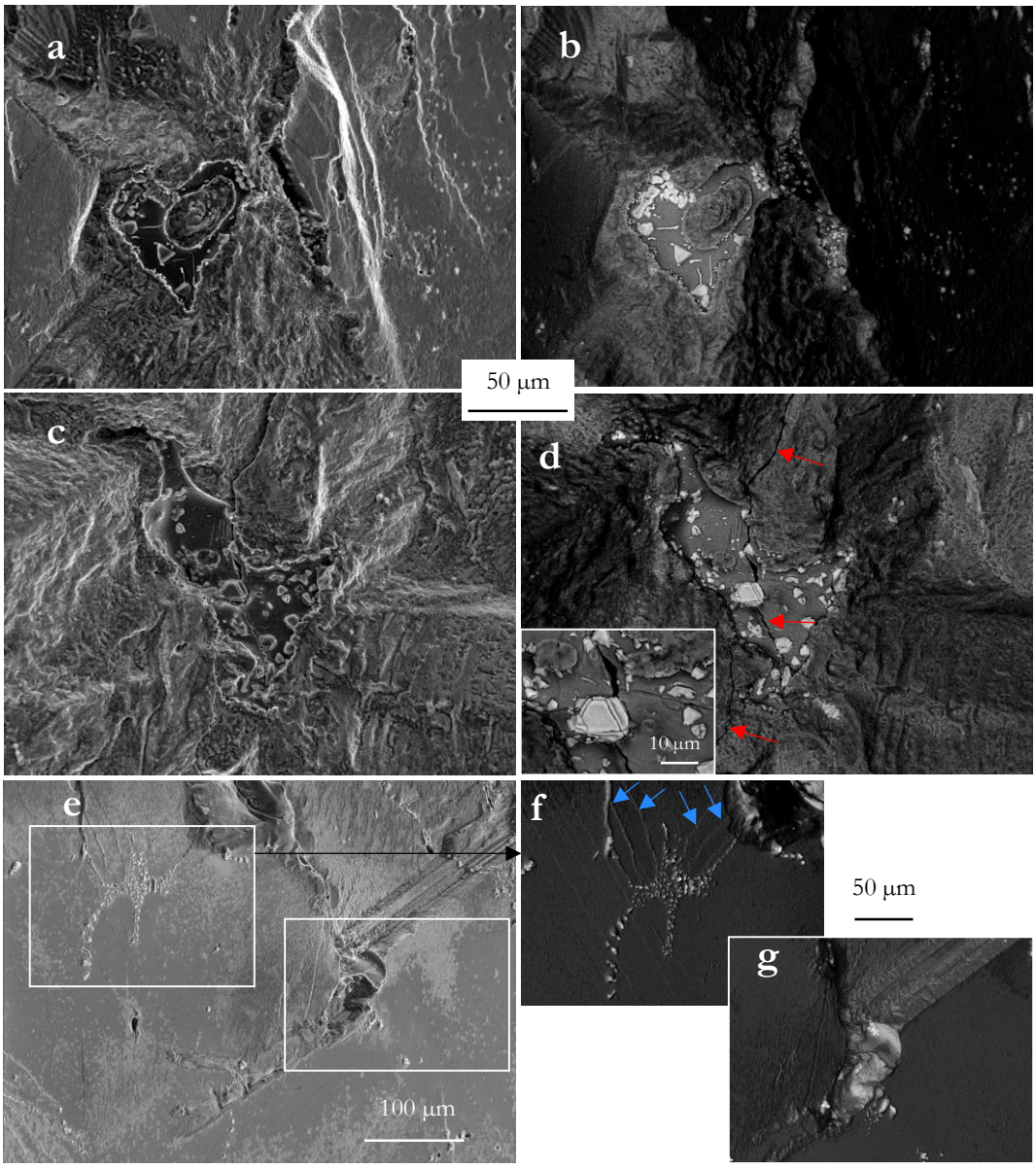


Figure III. 15 – Sites d'amorçage d'éprouvettes testées à 20 kHz, 1000°C, R = -1 : pore rempli de carbures fissurés dans du MAR-M200+Hf testé à $\sigma_a$ = 190 MPa, $N_f = 6.05 \times 10^7$ cycles (a-b) ; pore rempli de carbures fissurés dans du DS200+Hf testé à $\sigma_a$ = 190 MPa, $N_f = 3.14 \times 10^7$ cycles. Un joint de grains fissuré passant dans le pore est visible (flèches rouges) (c-d) ; pore et cluster de carbures dans du René N5 testé à $\sigma_a$ = 185 MPa, $N_f = 3.27 \times 10^7$ cycles. Les flèches bleues de (f) indiquent des rivières de fatigue (e-f-g). Les images (b) et (d) sont respectivement les images (a) et (c) prises en mode électrons rétrodiffusés afin de révéler les carbures. Les images (f) et (g) sont des agrandissements en électrons rétrodiffusés (mode BSE) du carbure et du pore de l'image (e).

Au cours des essais à 20 kHz, les éprouvettes contenant des carbures se sont à chaque fois plus auto-échauffées que les éprouvettes en CMSX-4 à conditions égales. L'annexe C décrit en détail cet aspect sur l'auto-échauffement, qui est un indicateur de la plasticité activée localement (Doudard *et al.*, 2005; Ezanno *et al.*, 2013; Mignogna *et al.*, 1981; Willertz, 1980). Ainsi, en considérant que le MAR-M200+Hf, le DS200+Hf et le René N5 ont un nombre de pores critiques proche du CMSX-4, la part d'auto-

échauffement supplémentaire est provoquée par d'autres sources d'auto-échauffement, notamment les carbures. Dans le cas du MAR-M200+Hf et du DS200+Hf, la fraction volumique de carbures est particulièrement importante, entre 2 et 5 % localement, ce qui explique pourquoi l'auto-échauffement est plus important que sur les autres matériaux. Il est donc fortement probable que les carbures augmentent le taux de déformation plastique localisée au niveau des pores de fonderie les plus critiques. Leur présence peut donc expliquer la légère diminution de la durée de vie par rapport à la référence, le CMSX-4, à R = -1.

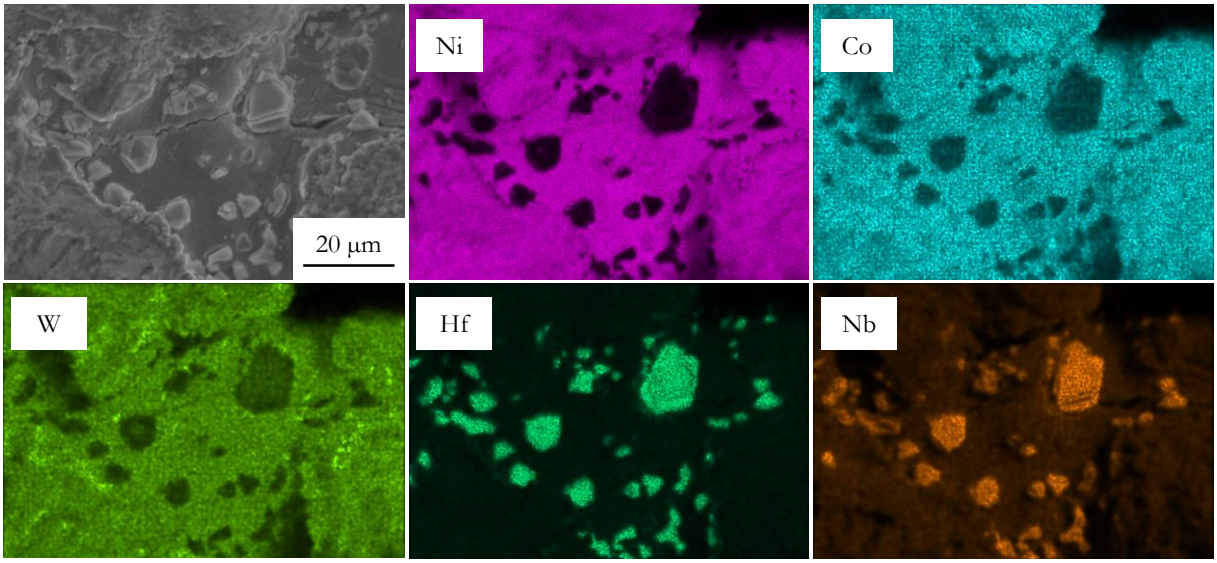


Figure III. 16 – Analyses EDS de carbures dans le pore d'amorçage d'une éprouvette en DS200+Hf sollicitée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 190 MPa, $N_f = 3.14 \times 10^7$ cycles.

Différentes coupes longitudinales révèlent que les carbures contenus dans des pores, et certains isolés, sont fissurés (Figure III. 15(b) et (d) et Figure III. 17(a) et (b)). Certaines interfaces entre la matrice et les carbures le sont également. Sur le DS200+Hf, les carbures sont majoritairement situés au niveau des joints de grains comme le montre la Figure III. 17(c) et (d). La fissuration des carbures, couplée à la sollicitation, conduit à l'endommagement progressif du joint de grains. Ce cas est visible par exemple sur la Figure III. 15(d), où un joint de grains passant dans le pore de fonderie est fissuré. De plus, sur le DS200+Hf, un site d'amorçage interne est difficile à analyser et ne semble pas être un pore (voir diagramme en Figure III. 14). Ce site est présenté en Figure III. 18. L'hypothèse retenue est que la fissuration d'un joint de grains, couplé à un cluster de carbures, soit à l'origine de l'amorçage de la fissure fatale. En effet, sur le site d'amorçage, au moins un joint de grains est observé, surligné par une ligne en pointillés blancs. Un cluster de carbures fissurés est présent non loin de ce joint et du site d'amorçage (entouré en pointillés sur la Figure III. 18(b)). Ce cas exceptionnel doit apparaître lorsque le volume sollicité ne contient pas de pores suffisamment gros au regard de la criticité des joints de grains et carbures fissurés.

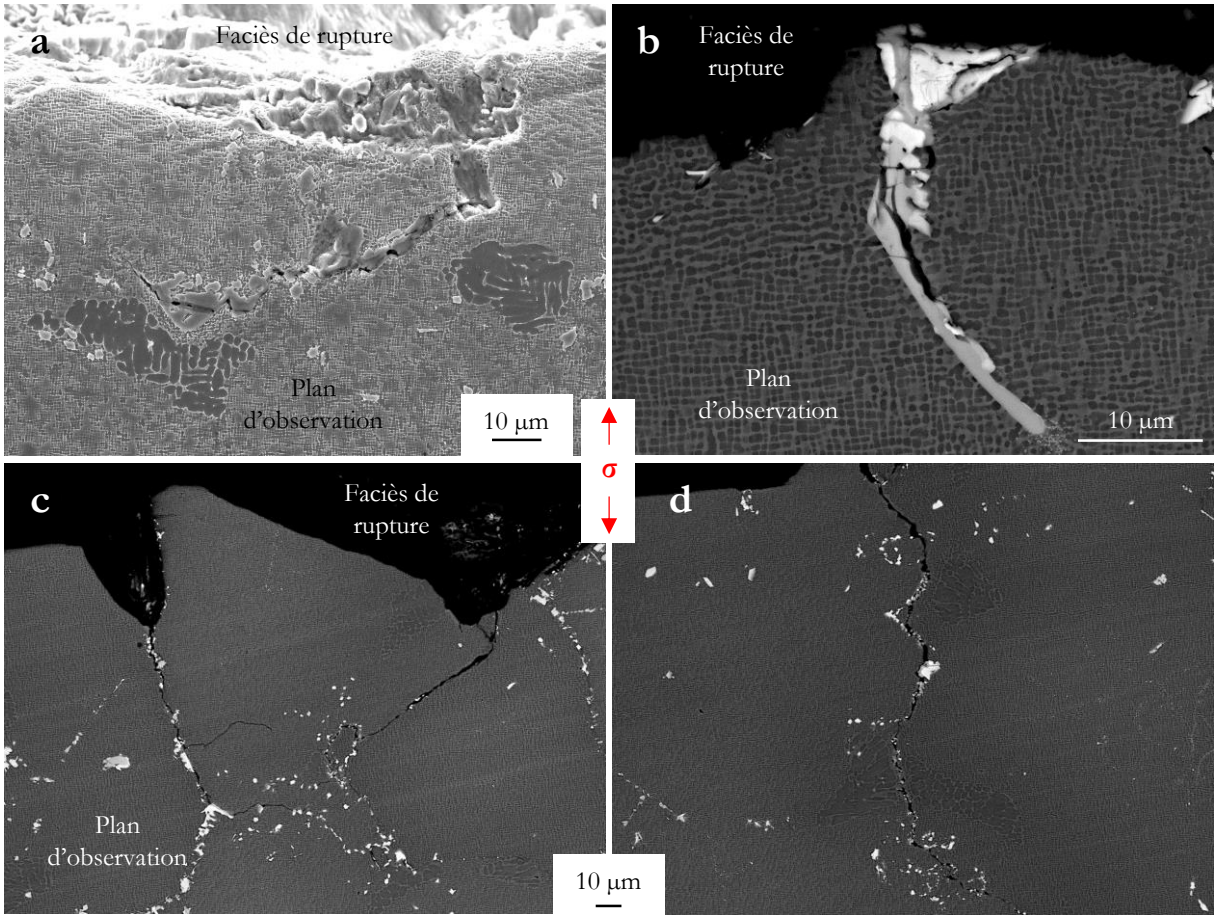


Figure III. 17 – Carbures fissurés après essai à 1000°C, 20 kHz, R = -1 dans une éprouvette en : MAR-M200+Hf, testée à $\sigma_a$ = 180 MPa, $N_f$ = 3.54 × $10^8$ cycles (a) ; DS200+Hf, testée à $\sigma_a$ = 145 MPa, $N_f$ = 1.88 × $10^9$ cycles (b) ; joints de grains fissurés dans une éprouvette en DS200+Hf testér à $\sigma_a$ = 145 MPa, $N_f$ = 1.88 × $10^9$ cycles (c-d). Les images (b,c,d) sont prises en mode BSE.

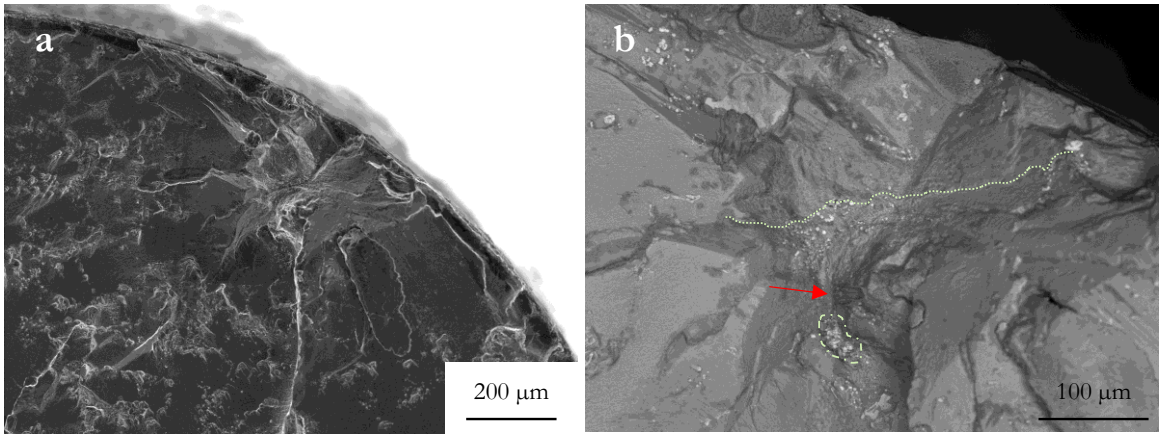


Figure III. 18 – Faciès de rupture d'une éprouvette en DS200+Hf testée à 20 kHz, 1000°C, R = -1, $\sigma_a$ = 179 MPa, $N_f$ = 8.00 × $10^7$ cycles : zone d'amorçage (a) ; agrandissement en mode BSE du site d'amorçage. La flèche rouge indique la supposée zone d'amorçage. La ligne en pointillés indique un joint de grains. Un cluster de carbures fissurés est entouré en pointillés (b).

### III.3.3.2. Les eutectiques

Dans les matériaux compactés où les pores de fonderie ont été refermés, les eutectiques sont supposés être à l'origine de la rupture, comme le montre la Figure III. 13(c). En effet, dans ces matériaux (AM1 et MC-NG), aucun défaut métallurgique autre que les eutectiques n'est présent. Certains pores d'homogénéisation (~ 10 μm) sont susceptibles d'être présents puisque le traitement CIC est réalisé avant la mise en solution, mais leur influence est négligeable. Aucun matériau compacté contenant des carbures n'a été testé, mais d'après la littérature, les carbures peuvent devenir les sites d'amorçage privilégiés une fois les pores refermés (Morrissey et Golden, 2007; Yi *et al.*, 2007).

Pour les très grandes durées de vie, c'est-à-dire celles qui dépassent $10^9$ cycles, les pores de fonderie ne sont plus toujours à l'origine de la rupture (cf. Figure III. 11). A ces niveaux extrêmement faibles de contrainte, les pores ne concentrent plus assez de déformation plastique pour conduire en premier à la rupture, laissant la place alors aux eutectiques. La Figure III. 19 présente ainsi les faciès et sites d'amorçage observés lors de ruptures au-delà de $10^9$ cycles. La zone d'amorçage est particulièrement rugueuse, et il est difficile de reconnaître la forme d'un eutectique. La caractérisation de cette zone est détaillée dans la partie III.6. Une précédente étude sur du PWA 1484 compacté à 20 Hz et 593°C a révélé des ruptures à partir d'eutectiques, facilement reconnaissables à faible durée de vie ($< 10^6$ cycles) (Morrissey et Golden, 2007). Dans leur cas, le rapport de charge est de R = 0.1, et il est donc possible que le passage en compression lors des essais à 1000°C et R = -1 soit responsable de cette zone « matée ». Aucun matériau contenant des carbures n'a rompu au-delà de cette limite. A de très faible niveaux de contrainte, il est néanmoins envisageable que les carbures puissent être à l'origine de la rupture d'éprouvettes en René N5, MAR-M200+Hf et DS200+Hf élaborées par voie Bridgman.

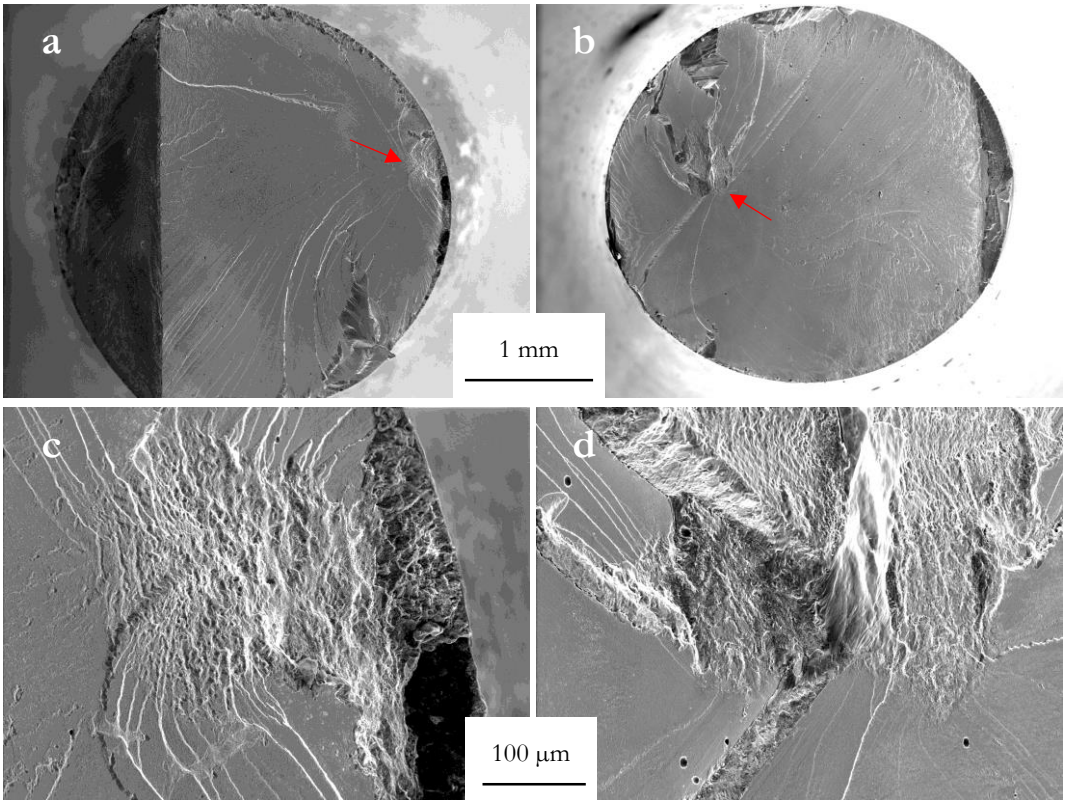


Figure III. 19 – Faciès de rupture d'éprouvettes testées à 1000°C, 20 kHz, 1000°C et rompues à des durées de vie supérieures à $10^9$ cycles : CMSX-4, $\sigma_a$ = 156 MPa, $N_f = 2.54 \times 10^9$ cycles (a) ; AM1, $\sigma_a$ = 145 MPa, $N_f = 1.80 \times 10^9$ cycles (b). Les images (c) et (d) sont respectivement les agrandissements des zones d'amorçage (flèche rouge) des faciès du CMSX-4 et AM1.

### III.3.4. Précipitation de phases TCP

Les éprouvettes ayant rompues après $10^9$ cycles ont une deuxième particularité, en plus de ne pas avoir un pore comme site d'amorçage de la fissure fatale. La zone d'amorçage est particulièrement rugueuse, rendant difficile la localisation exacte du site d'amorçage. Afin de mieux caractériser ces faciès, les fûts d'éprouvettes rompues ont été coupés afin d'observer le faciès à plat. Le faciès de rupture du CMSX-4 Plus ayant rompu après $2 \times 10^9$ cycles à partir d'un pore difficilement reconnaissable est présenté en Figure III. 20(a). Les observations en imagerie en électrons rétrodiffusés (mode BSE) font état de particules blanches de moins d'un micron de diamètre recouvrant entièrement la zone rugueuse (cf. Figure III. 20(b)). Ces particules sont alignées suivant des directions privilégiées contenues dans les plans {111} (Figure III. 20(c)) et ne sont pas observées sur le reste du faciès, sans relief (voir Figure III. 20(d)). Il est également intéressant de noter que les précipités γ' sont visibles sur les Figure III. 20(b) et (d). Leur forme triangulaire est révélatrice du plan d'observation {111}. Ils sont également visibles en imagerie en électrons secondaires (mode SEI), indiquant que la rupture est extrêmement planaire.

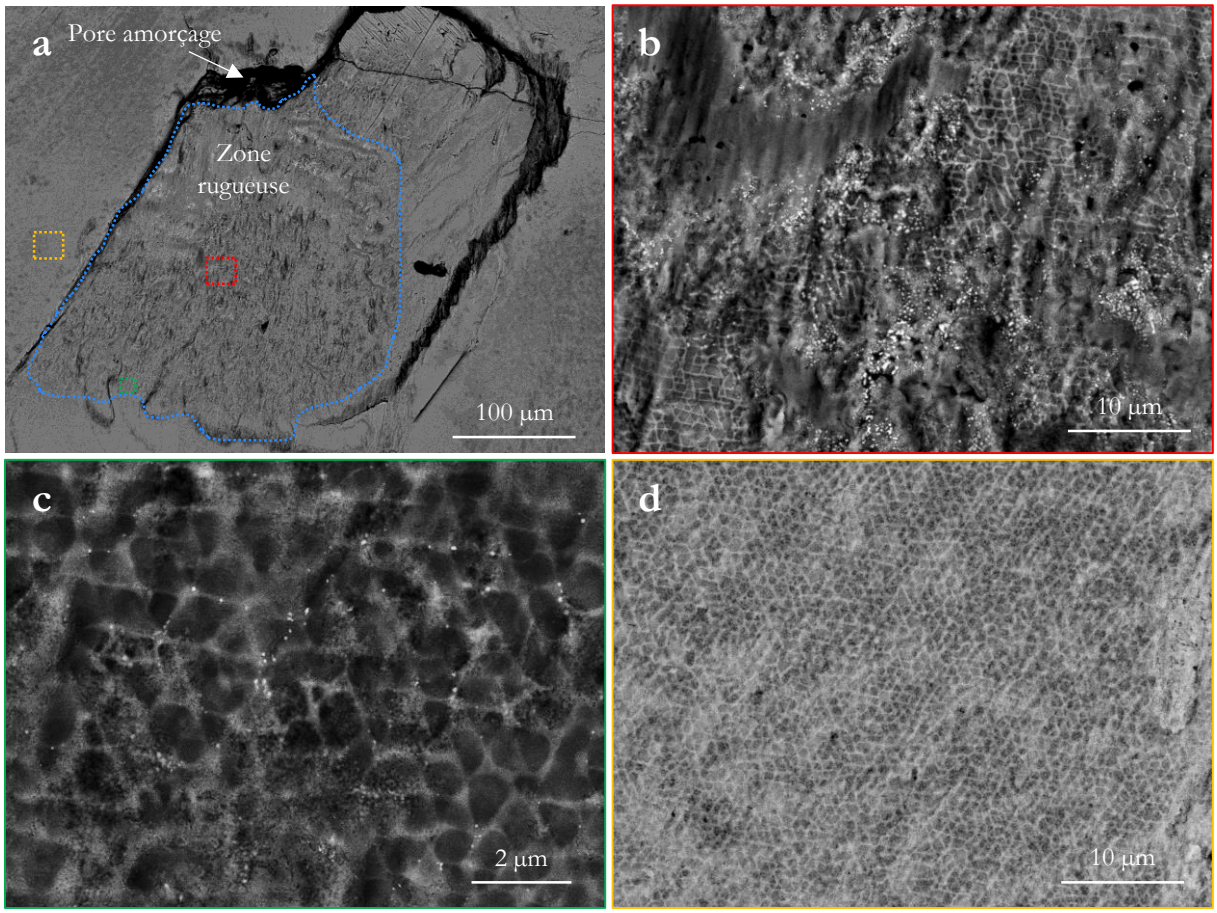


Figure III. 20 – Faciès de rupture observé à plat d'une éprouvette en CMSX-4 Plus testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 160 MPa, $N_f$ = 2.04 × $10^9$ cycles (a) ; agrandissement du rectangle rouge inclus dans la zone rugueuse : des particules blanches et la microstructure des précipités sont observés (b) ; agrandissement du petit rectangle vert permettant d'observer la localisation de ces particules. Elles sont alignées sur des droites qui semblent être des directions privilégiées sur les plans {111} (c) ; agrandissement du rectangle orange, inclus dans la zone très planaire : la microstructure γ/γ' est facilement reconnaissable, sans trace de particules (d). Les images sont prises en mode BSE sans attaque chimique.

Les mêmes observations ont été effectuées sur l'éprouvette en CMSX-4 dont le faciès est présenté en Figure III. 19(a). Des particules sont également observées uniquement dans la zone rugueuse (Figure III. 21(b)). Ce faciès a été par la suite légèrement poli puis attaqué afin de révéler la localisation de ces particules (Figure III. 21(c)). Il permet ainsi de confirmer qu'elles sont placées sur des bandes de glissement. Des analyses EDS présentées en Figure III. 22 ont été effectuées dans la zone présentée en Figure III. 21(d) afin de déterminer la composition chimique de ces particules. Ces dernières sont enrichies principalement en rhénium. Un appauvrissement d'éléments tels que le chrome et le cobalt et un enrichissement de titane et d'aluminium à leur voisinage est également observé. Autour de ces particules, les éléments γ'-gènes sont donc présents. En les comparant avec des données issues de la littérature, ces particules se rapprochent des phases TCP (Cheng *et al.*, 2011; Dubiel *et al.*, 2018). Leur localisation au niveau de bandes de glissement semble indiquer que leur précipitation est induite par la ségrégation d'éléments chimiques assistée par la plasticité (Kontis *et al.*, 2018b). Ce point sera discuté ultérieurement, dans la partie III.6.2.3.

Moverare *et al.* ont observé la précipitation de phases TCP sur des bandes de glissement au cours d'essais de fatigue thermo-mécanique (Moverare *et al.*, 2009). Ce phénomène a aussi été observé lors de maintiens à 950°C après des pré-déformations à froid en compression (Choi *et al.*, 2011).

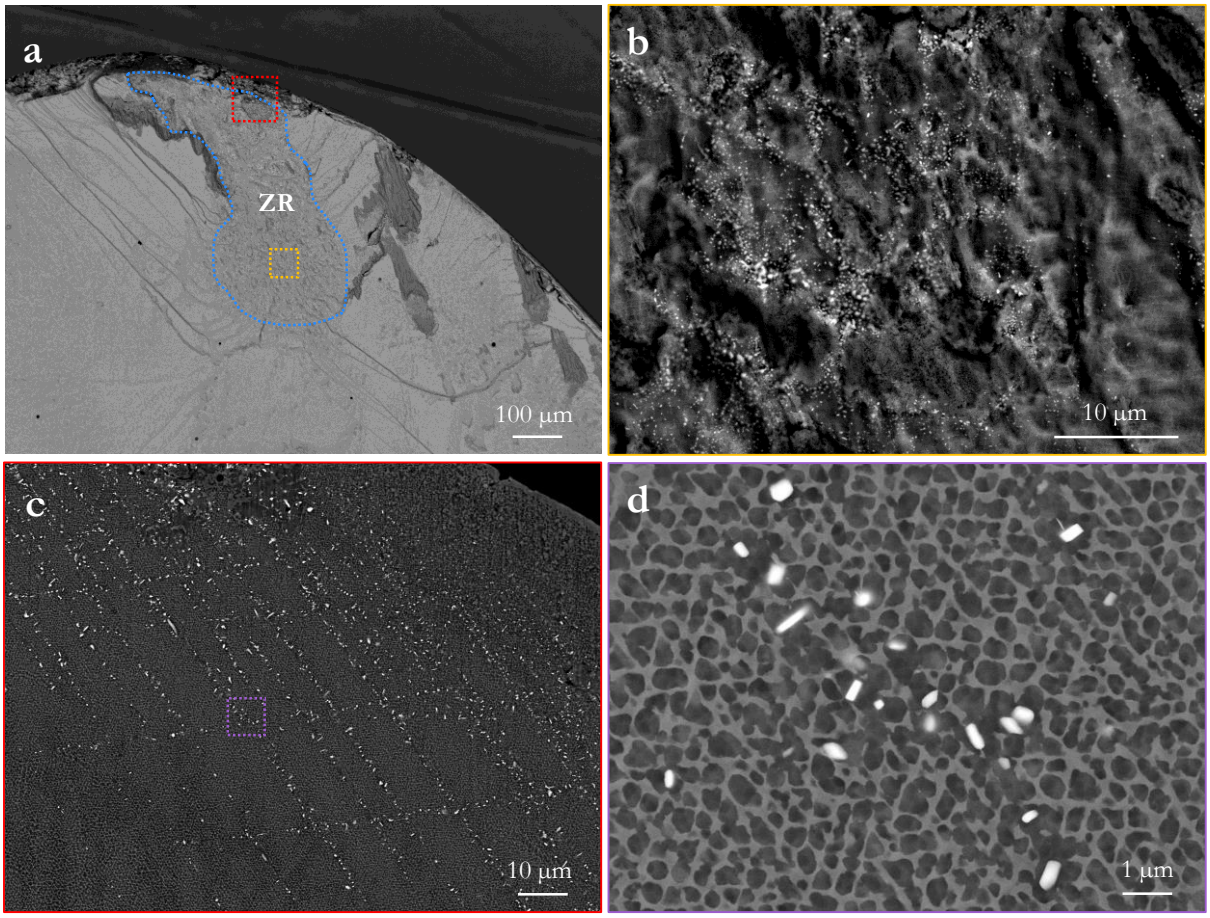


Figure III. 21 – Faciès de rupture observé à plat d'une éprouvette en CMSX-4 testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 156 MPa, $N_f$ = 2.54 × $10^9$ cycles (a) ; agrandissement du rectangle orange, inclus dans la zone rugueuse (b) ; agrandissement du rectangle rouge, inclus dans la zone rugueuse après polissage de la surface de rupture et attaque chimique (c) ; agrandissement du rectangle violet, où la précipitation de particules blanches sur des bandes de glissement est observée (d). Toutes les images sont réalisées en mode BSE.

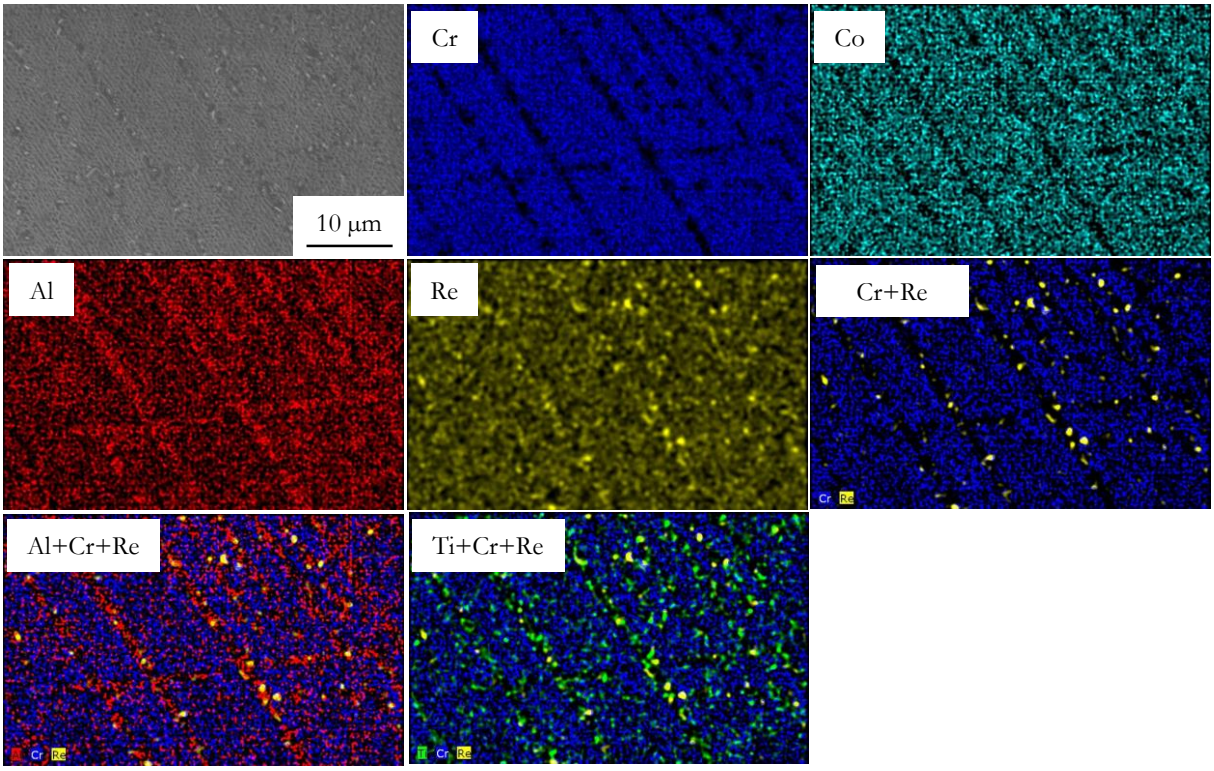


Figure III. 22 – Analyses EDS du faciès de rupture poli d'une éprouvette en CMSX-4 testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 156 MPa, $N_f$ = 2.54 × $10^9$ cycles (cf. Figure III. 21(d)).

Cette précipitation n'a pas été observée sur les faciès d'éprouvettes en AM1 compactées, présentant également une zone rugueuse (voir Figure III. 23(a) et (b)). Quelques particules blanches sont visibles sur la Figure III. 23(b), mais restent anecdotiques par rapport aux faciès des éprouvettes en CMSX-4 et CMSX-4 Plus présentées précédemment. L'AM1 est en effet un alliage sans rhénium, et contenant peu d'éléments réfractaires de manière générale. Il est donc moins susceptible de précipiter ces phases TCP. Il est également possible que la durée d'essai puisse avoir une influence sur ce type de précipitation, malgré qu'elle soit assistée par la plasticité.

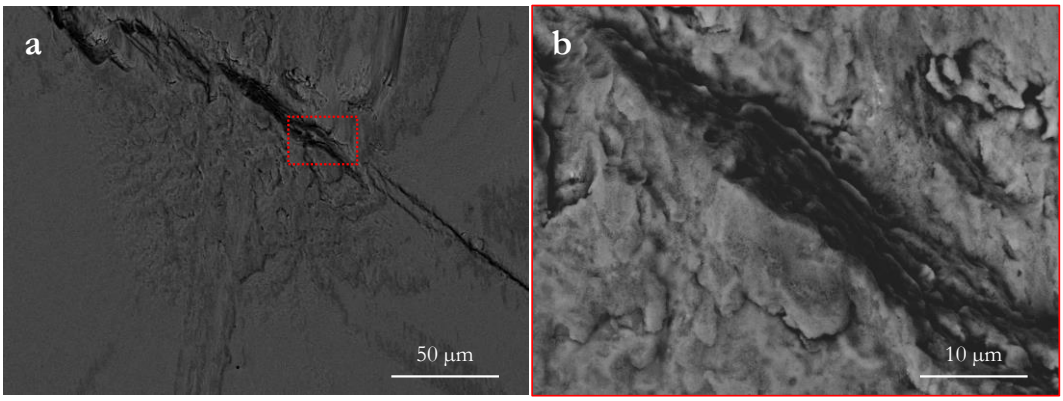


Figure III. 23 – Faciès de rupture observé à plat d'une éprouvette en AM1 compactée et testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 255 MPa, $N_f$ = 1.30 × $10^8$ cycles (a) ; agrandissement du rectangle rouge inclus dans la zone rugueuse : très peu de particules blanches sont observées (b). Images prises en mode BSE sans attaque chimique.

## III.4. Influence de l'oxydation sur le mode de rupture à 20 kHz

Les essais réalisés à 1000°C, 20 kHz et en fatigue pure (R = -1) ont dévoilé que les propriétés VHCF des superalliages base Ni monogranulaires et à grains colonnaires étaient principalement contrôlées par la taille des pores et la présence d'autres singularités métallurgiques pour les longues durées de vie. Malgré la très haute température, la phase d'amorçage semble très peu sensible à l'oxydation, puisqu'aucun amorçage surfacique conduisant à la rupture d'une éprouvette n'a été observé. Entre $10^6$ et $10^9$ cycles, tous les sites d'amorçages sont internes, même dans les matériaux connus pour avoir une faible résistance à l'oxydation tels que le MAR-M200+Hf. Cette « insensibilité » contraste avec des précédentes études conduites dans le domaine LCF et HCF sur les superalliages base nickel polycristallins (Cruchley *et al.*, 2015; Jianting *et al.*, 1984), à grains colonnaires (Gordon *et al.*, 2009) et monogranulaires (Pineau et Antolovich, 2009; Steuer *et al.*, 2015). Dans le domaine LCF à 950°C, la fissure fatale est amorcée depuis la surface à partir d'un pore oxydé et se propage en mode I, assistée par l'oxygène pénétrant en pointe de fissure. L'oxydation est un phénomène connu pour être étroitement lié au temps d'essai. Ce temps est très court à 20 kHz sur la plage $10^6$ – $10^9$ cycles, entre 1 minute et 14 heures. La question suivante se pose alors : l'oxydation a-t-elle tout de même une influence sur le mode de rupture et les propriétés dans le domaine de fatigue à très grand nombre de cycles ? Les trois sous-parties suivantes s'attachent ainsi à étudier cet endommagement.

### III.4.1. Mise en évidence de l'influence de l'oxydation

Malgré un amorçage de fissure fatale exclusivement interne quel que soit l'alliage élaboré par voie Bridgman testé, des coupes longitudinales d'éprouvettes rompues ont révélé des fissures secondaires amorcées à partir de la surface. Ces fissures sont généralement visibles lors d'essais à très grand nombre de cycles (> $10^9$ cycles), qui dépassent plusieurs heures d'essai. Elles sont observées pour des temps plus courts sur le MAR-M200+Hf et DS200+Hf, qui ont une résistance relativement faible à l'oxydation (Gell *et al.*, 1980) en raison d'une couche d'alumine poreuse et de nombreux carbures fissurés (Mataveli Suave, 2017). Un exemple de fissures observées dans le CMSX-4, MAR-M200+Hf et CMSX-4 Plus est reporté en Figure III. 24. Etonnamment, ces fissures peuvent atteindre une profondeur de plus de 80 µm, équivalente au diamètre de certains pores conduisant à la rupture d'éprouvettes. Pour autant, l'amorçage de la fissure fatale intervient en interne dans chacun des cas présenté en Figure III. 24. Un début d'endommagement provoqué par l'oxydation apparaît, mais ne conduit pas à la rupture des éprouvettes. Une compétition entre la vitesse d'amorçage depuis un défaut interne et l'amorçage et propagation d'une fissure depuis la surface, assistée par l'oxydation, est ici mise en évidence. Il est également intéressant de noter que ces fissures se propagent perpendiculairement à l'axe de sollicitation, c'est-à-dire en mode I, alors qu'à partir d'un pore interne, la fissure se propage en mode II. L'oxydation modifie le chemin de propagation de la fissure, comme cela a déjà été montré par Telesman et Ghosn (Telesman et Ghosn, 1995).

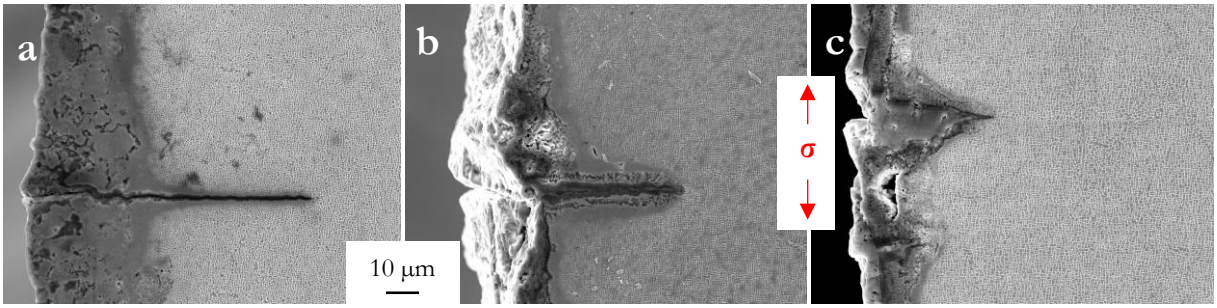


Figure III. 24 – Amorçage et propagation de fissures assistées par l'oxydation depuis la surface lors d'essais VHCF à 1000°C, 20 kHz, R = -1 : CMSX-4 testé à $\sigma_a$ = 156 MPa, $N_f$ = 2.54 × $10^9$ cycles (a) ; MAR-M200+Hf testé à $\sigma_a$ = 180 MPa, $N_f$ = 3.54 × $10^8$ cycles (b) ; CMSX-4 Plus testé à $\sigma_a$ = 179 MPa, $N_f$ = 1.72 × $10^8$ cycles (c).

Si l'oxydation assiste la formation et propagation de fissures pouvant devenir fatales, la résistance du superalliage à l'oxydation a un impact sur les propriétés VHCF lors d'essais de longue durée. L'oxydation sensibilise les propriétés VHCF à la composition chimique de l'alliage, ce qui n'est pas le cas entre $10^6$ et $10^9$ cycles. Cette sensibilité à l'oxydation est observée par exemple sur la Figure III. 25(a) et (b). A conditions égales, le DS200+Hf (Figure III. 25(a)) a des fissures secondaires beaucoup plus nombreuses et développées que le CMSX-4 (Figure III. 25(b)). Avec un nombre de cycles à rupture supérieurs à $10^9$ cycles, le DS200+Hf est le seul alliage élaboré par voie Bridgman ayant une éprouvette rompue à partir d'une fissure surfacique assistée par l'oxydation (voir triangle sur la Figure III. 11). Sur cet alliage, l'effet de l'oxydation est plus rapide que sur les autres alliages testés.

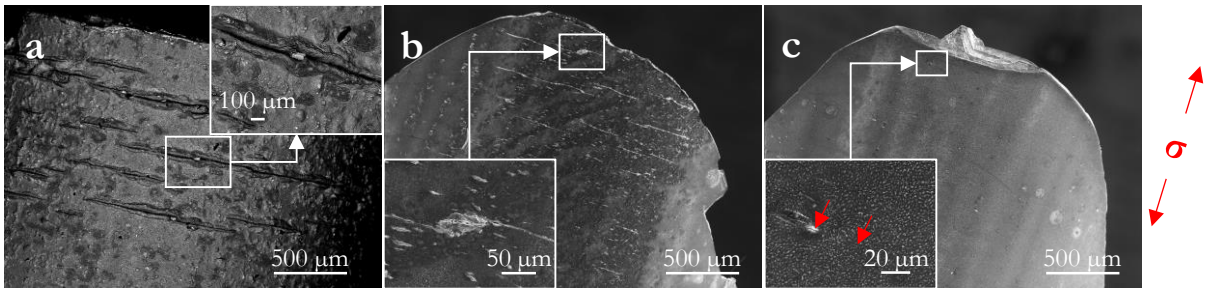


Figure III. 25 – Fissures amorcées depuis la surface d'éprouvettes testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1 : DS200+Hf testé à $\sigma_a$ = 145 MPa, $N_f$ = 1.88 × $10^9$ cycles (a) ; CMSX-4 testé à $\sigma_a$ = 156 MPa, $N_f$ = 2.54 × $10^9$ cycles (b) ; CMSX-4 pré-oxydé 100 heures et testé à $\sigma_a$ = 156 MPa, $N_f$ = 1.15 × $10^9$ cycles (c).

L'oxydation a également une influence sur le mode de rupture du MAR-M200+Hf et du DS200+Hf. La partie III.2.3.1, et plus précisément la Figure III. 4(a), décrivent le mode de rupture observé en fatigue pure à 1000°C et 20 kHz sur le CMSX-4. Le faciès est très planaire, avec des facettes parallèles à la famille de plans {111}. Ce mode de rupture cristallographique est observé sur le PWA1484 et DZ4 (DS) entre 20 et 1000°C à 20 kHz (Morrissey et Golden, 2007; Nie *et al.*, 2018; Yi *et al.*, 2007). Tous les alliages testés dans cette étude ont également ce mode de rupture. Le faciès de rupture d'un CMSX-4 Plus et MAR-M200+Hf sont par exemple montrés en Figure III. 26(a) et (b). Lorsque la durée de vie dépasse $10^8$ cycles, le mode de rupture du MAR-M200+Hf et du DS200+Hf est différent, perpendiculaire à l'axe de sollicitation, i.e. en mode I. La Figure III. 26(c) présente ce type de faciès sur

un MAR-M200+Hf. Sur l'ensemble de la surface de rupture, la trace des dendrites est visible, ce qui montre que la propagation s'effectue bien en mode I. Néanmoins autour de l'amorçage, indiqué par la flèche rouge, une zone cristallographique est observée. Depuis le site d'amorçage, cette zone s'étend jusqu'à atteindre la surface de l'éprouvette. Lorsque la fissure atteint la surface, elle se propage alors en mode I. Les nombreuses fissures secondaires autour du fût doivent également participer à cette transition et à ce mode de rupture mixte.

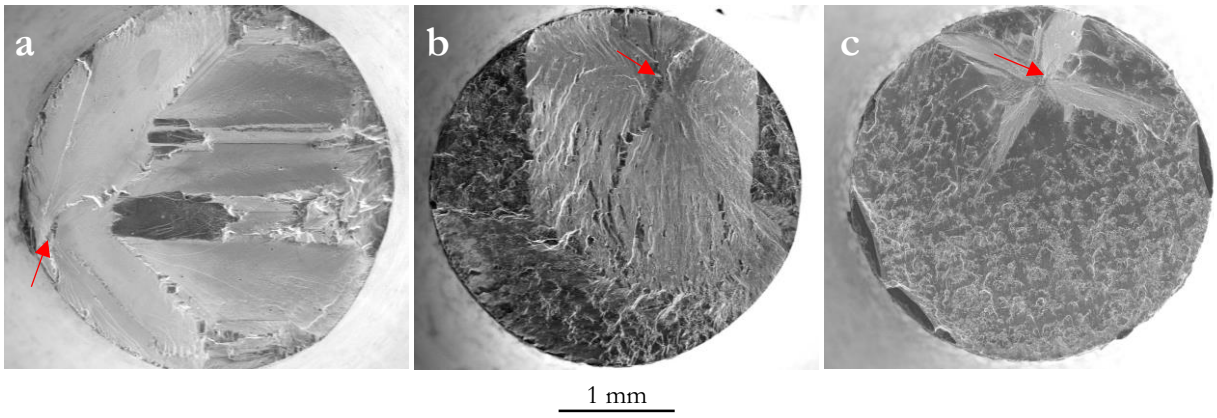


Figure III. 26 – Faciès de rupture d'éprouvettes testées à 1000°C, 20 kHz, R = -1 : mode cristallographique dans du CMSX-4 Plus testé à $\sigma_a$ = 179 MPa, $N_f = 1.72 \times 10^8$ cycles (a) ; mode cristallographique dans du MAR-M200+Hf testé à $\sigma_a$ = 190 MPa, $N_f = 6.05 \times 10^7$ cycles (b) ; mode cristallographique puis mode I dans du MAR-M200+Hf testé à $\sigma_a$ = 180 MPa, $N_f = 3.54 \times 10^8$ cycles (c).

En contact avec l'environnement ambiant, la propagation des fissures dans les alliages sensibles à l'oxydation est donc perturbée. Néanmoins, la phase de propagation macroscopique étant très minoritaire dans le domaine de fatigue à très grand nombre de cycles, la durée de vie n'est que peu affectée. De plus, Perruchaut a montré dans le domaine LCF qu'à des valeurs d'amplitude de facteur d'intensité de contrainte ΔK élevées, les vitesses de propagation sous vide et sous air étaient proches (Perruchaut, 1997).

### III.4.2. Influence d'une pré-oxydation

Afin d'exacerber le rôle de l'environnement et de mettre en évidence le couplage entre sollicitation cyclique et oxydation, des éprouvettes en CMSX-4 ont été pré-oxydées pendant 15, 50 et 100 heures à 1000°C pour former une couche d'oxyde avant même le début de l'essai. Elles ont été ensuite testées à $\sigma_a$ = 160 MPa et comparées à l'éprouvette en CMSX-4 sans pré-exposition testée dans les mêmes conditions. Les résultats dans le domaine VHCF sont référencés dans le Tableau III. 3. Pour chaque éprouvette, une coupe longitudinale a été réalisée afin de mesurer l'épaisseur de la couche d'oxyde et la profondeur maximale des fissures secondaires pouvant être observées.

Tableau III. 3 – Résultats sur les éprouvettes en CMSX-4 pré-oxydées à 1000°C puis testées à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 160 MPa.

| Durée pré-exposition à 1000°C (h) | Epaisseur couche oxydée (µm) | Profondeur maximale de fissure surfacique (µm) | Durée de vie ($N_f$) | Site amorçage | Taille pore amorçage (µm) | Distance depuis la surface (µm) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 0 | 5 – 15 | 80 | $2.54 \times 10^9$ | Eutectique | X | 190 – 330 |
| 15 | 5 | X | $1.40 \times 10^9$ | Pore | 84 | 140 |
| 50 | 3 | X | $1.72 \times 10^9$ | Pore | 97 | 980 |
| 100 | 5 | X | $1.15 \times 10^9$ | Pore | 116 | 230 |

Dans le domaine LCF, une pré-exposition à 982°C d'un alliage DS réduit considérablement la durée de vie en fatigue du fait de l'écaillage de la couche oxydée et la transition d'un amorçage interne à surfacique (Gordon *et al.*, 2009). En revanche, en VHCF une pré-exposition jusqu'à 100 heures et à 1000°C du CMSX-4 ne semble pas avoir d'incidence, d'après les résultats regroupés dans le Tableau III. 3. Un large pore de fonderie a été à chaque fois à l'origine de l'amorçage de la fissure fatale dans les éprouvettes pré-oxydées. La taille des pores d'amorçage, par rapport à celle de l'eutectique dans l'éprouvette sans pré-exposition, est une raison pouvant expliquer les durées de vie légèrement plus faibles sur les éprouvettes pré-oxydées. Plus surprenant, l'épaisseur de la couche d'oxyde est plus faible dans les éprouvettes pré-exposées. Les Figure III. 25(b) et (c) comparent les fûts de l'éprouvette en CMSX-4 de référence, et celle pré-oxydée pendant 100 heures. Très peu de fissures secondaires sont observées sur le fût de l'éprouvette pré-oxydée, et la seule observée n'est que très peu développée. Aucune fissure secondaire amorcée depuis la surface n'a été observée sur les coupes longitudinales sur les éprouvettes pré-oxydées. La pré-exposition à 1000°C semble donc avoir un effet « bénéfique » en prévenant la formation de fissures surfaciques. Cette oxydation statique a participé à la formation d'une couche d'alumine $\alpha$-$Al_2O_3$ adhérente et non poreuse (Göbel *et al.*, 1993; Younes *et al.*, 2007). Sans pré-exposition, la couche d'oxyde se forme au cours de la sollicitation. Il est donc possible que les vibrations affectent la formation d'une couche d'oxyde dense et protectrice, occasionnant un écaillage de la couche et la formation de fissures secondaires assistées par l'oxydation. Avec la pré-oxydation, la couche formée est adhérente et plus difficile à fissurer. Les faibles contraintes alternées appliquées au cours des essais VHCF peuvent également expliquer pourquoi ces observations diffèrent de celles faites au cours d'études dans le domaine LCF.

Ces pré-expositions n'ont donc pas permis d'exacerber le rôle de l'oxydation et de modifier le mode d'amorçage d'éprouvettes élaborées par voie Bridgman. D'autres essais à des niveaux de contraintes plus faibles sur des éprouvettes pré-oxydées pourraient permettre de mettre en évidence cette compétition. L'utilisation de matériaux formant des couches d'oxydes non adhérentes et rapidement

écaillées tels que le MAR-M200+Hf (Aghion *et al.*, 1991) et le RR3000 (Younes *et al.*, 2007) est également une solution méritant d'être testée.

### III.4.3. Cas des (ultra)-longues durées de vie

Les deux sous parties précédentes ont détaillé les effets de l'oxydation, à travers la formation de fissures secondaires profondes et la modification du mode de rupture. L'influence de l'oxydation n'a été observée que pour des durées de vie relativement longues, autour de $10^9$ cycles, sur les matériaux élaborés par voie Bridgman. Entre $10^6$ et $10^9$ cycles, les pores de fonderie permettent de développer des fissures critiques plus rapidement que l'oxydation ne le peut.

Sur les éprouvettes compactées, qui ne contiennent pas de pores de fonderie, la phase d'amorçage depuis un défaut interne est beaucoup plus longue. La fissuration depuis la surface du matériau, et assistée par l'oxydation, a donc le « temps » de se développer. Ainsi, les matériaux compactés sont beaucoup plus sensibles aux effets d'oxydation lors de très longues durées de vie (plus de 40 heures, voir triangles en Figure III. 12). Dans ces conditions, la résistance à l'oxydation de chaque alliage a une importance capitale sur les essais à très grand nombre de cycles, rendant sensibles les propriétés VHCF à la composition chimique. La rupture est induite dans ces cas par des fissures surfaciques, comme le montre la Figure III. 27(a) et (b). Il est intéressant de noter que le mode de rupture est mixte, avec une partie cristallographique en pointe de fissure « d'oxydation », et une partie en mode I induite par la profondeur très importante des fissures surfaciques. Ce faciès a été ensuite coupé longitudinalement afin d'observer les endommagements présents. Comme sur les matériaux élaborés par voie Bridgman, cette éprouvette compactée présente de nombreuses fissures secondaires qui peuvent atteindre une profondeur de 120 µm. Sur la pointe de la fissure secondaire présentée en Figure III. 27(d), une petite fissure récemment propagée dans la matrice est visible (Figure III. 27(e) et (f)). En agrandissant dans cette zone, les premiers effets de l'oxydation sont visibles. Des traces de bandes de glissement dans le voisinage de la pointe de cette nouvelle fissure sont également présentes, indiquant une importante localisation de la déformation dans cette zone. Cette Figure III. 27(f) met ainsi en lumière les deux phénomènes agissant d'abord en couplage puis en compétition au cours de ces essais : la propagation en mode I d'une fissure assistée par l'oxydation, puis la localisation de la déformation, sous forme de bandes de glissement dans certaines zones de concentration de contrainte, en raison de la fatigue pure.

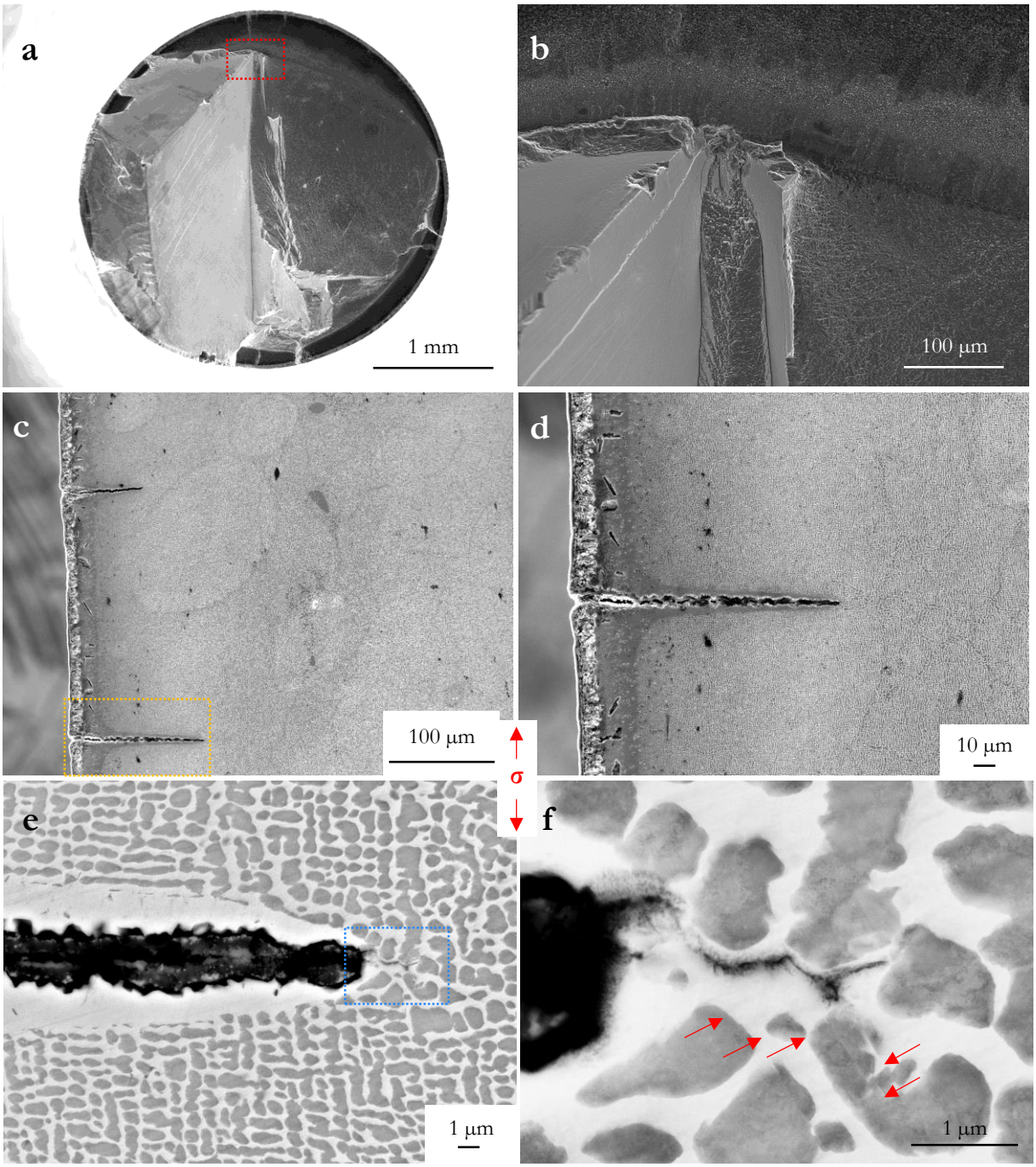


Figure III. 27 – Faciès de rupture dans une éprouvette en AM1 compactée et testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, à $\sigma_a$ = 179 MPa, $N_f = 5.32 \times 10^9$ cycles (a) ; agrandissement de l'encadré en rouge, au niveau de la région où la fissure fatale s'est propagée cristallographiquement (b) ; coupe longitudinale de l'éprouvette, de nombreuses fissures secondaires se propagent depuis la surface, assistées par l'oxydation (c) ; agrandissement sur une fissure secondaire (d) ; agrandissement sur la pointe de fissure montrée en (d) ; (e) ; bandes de glissement indiquées par les flèches rouges au niveau de la fine pointe de fissure récemment formée (f).

## III.5. Rôle du fluage à fort rapport de charge

Les premières analyses réalisées sur le CMSX-4 dans la partie III.2.3.2 révèlent qu'ajouter une contrainte moyenne lors des essais de fatigue à haute température modifie le mode de rupture et le comportement du matériau. Quasi-insensible à la microstructure à R = -1, les propriétés en fatigue à

très grand nombre de cycles le deviennent à fort rapport de charge. L'activation du phénomène de fluage, qui génère un endommagement plus volumique et contrôle alors la durée de vie, est responsable de cette sensibilité (Caron et Khan, 1983; Murakumo *et al.*, 2004; Ruttert *et al.*, 2017). Les différentes générations de superalliages base nickel monogranulaires ont été développées essentiellement pour augmenter la résistance en fluage à haute température (Caron, 2000). Cette partie s'attache ainsi à comparer les durées de vie de trois superalliages de générations et compositions chimiques différentes. L'objectif est ainsi de noter si la résistance au fluage a un lien direct avec la durée de vie à fort rapport de charge et haute température dans le domaine de fatigue à très grand nombres de cycles.

Pour cela, le DS200+Hf, le CMSX-4 et le CMSX-4 Plus ont été testés dans des conditions similaires, et les durées de vie comparées. Le diagramme de Wöhler en Figure III. 28 présente les résultats ainsi que les courbes de tendance. A des conditions équivalentes, le CMSX-4 Plus a des durées de vie supérieures au DS200+Hf et au CMSX-4.

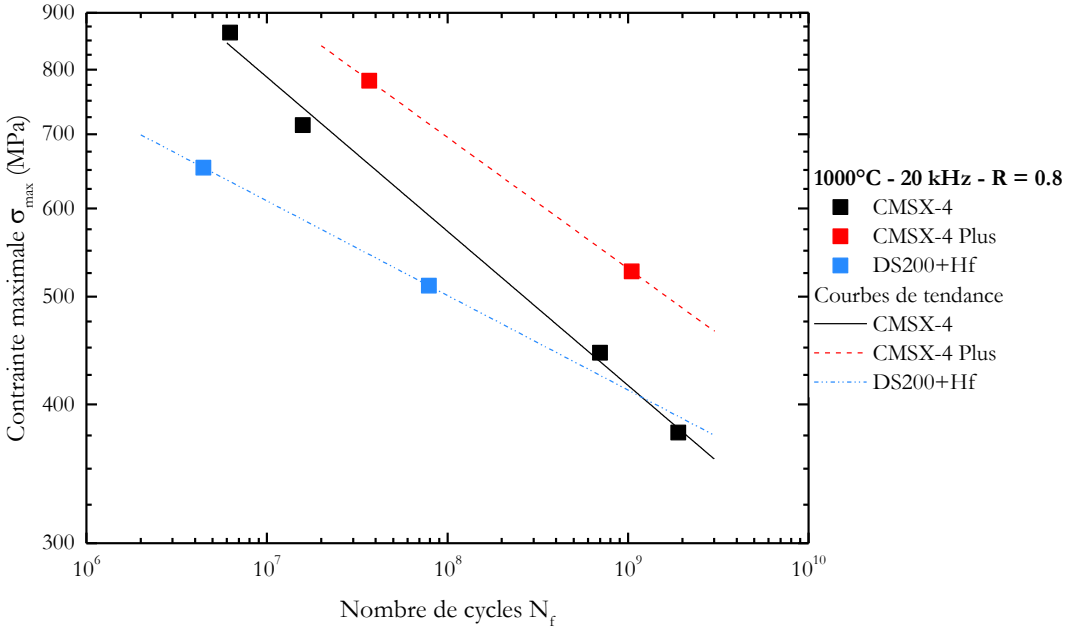


Figure III. 28 – Diagramme de Wöhler réalisés à 1000°C, 20 kHz et R = 0.8 regroupant le CMSX-4, le CMSX-4 Plus et le DS200+Hf.

Les faciès de rupture du DS200+Hf et du CMSX-4 Plus sont proches du faciès du CMSX-4 testé à R = 0.8 et observé sur la Figure III. 6(a) et (b). Dans l'éprouvette en CMSX-4 Plus, de nombreux pores sont micro-fissurés en mode I. La coalescence de ces fissures développées en mode I conduit à la rupture finale, causée par une fissure principale qui suit les plans {111} (voir exemple Figure III. 29(a) et (b)). Dans l'éprouvette en DS200+Hf, le même mode de rupture est observé, à l'exception que le site d'amorçage principal est un cluster de carbures (Figure III. 29(c) et (d)). Quelques pores (remplis de carbures) micro-fissurés en mode I sont néanmoins observés sur les faciès. Il est intéressant de remarquer qu'en ajoutant une contrainte moyenne, les carbures sont à nouveau critiques dans le domaine de fatigue à très grand nombre de cycles, comme ce qui est usuellement observé dans le

domaine LCF (quel que soit le rapport de charge) et en fluage à haute température (Mataveli Suave, 2017). Dans le domaine VHCF, Bathias et Paris avaient déjà remarqué que les pores étaient plus critiques à R = -1 et pouvaient inhiber l'influence des carbures dans un superalliage polycristallin N18 (Bathias et Paris, 2010). A rapport de charge positif, c'est-à-dire lorsque la déformation plastique devient plus homogène, les inclusions solides deviennent à nouveau critiques.

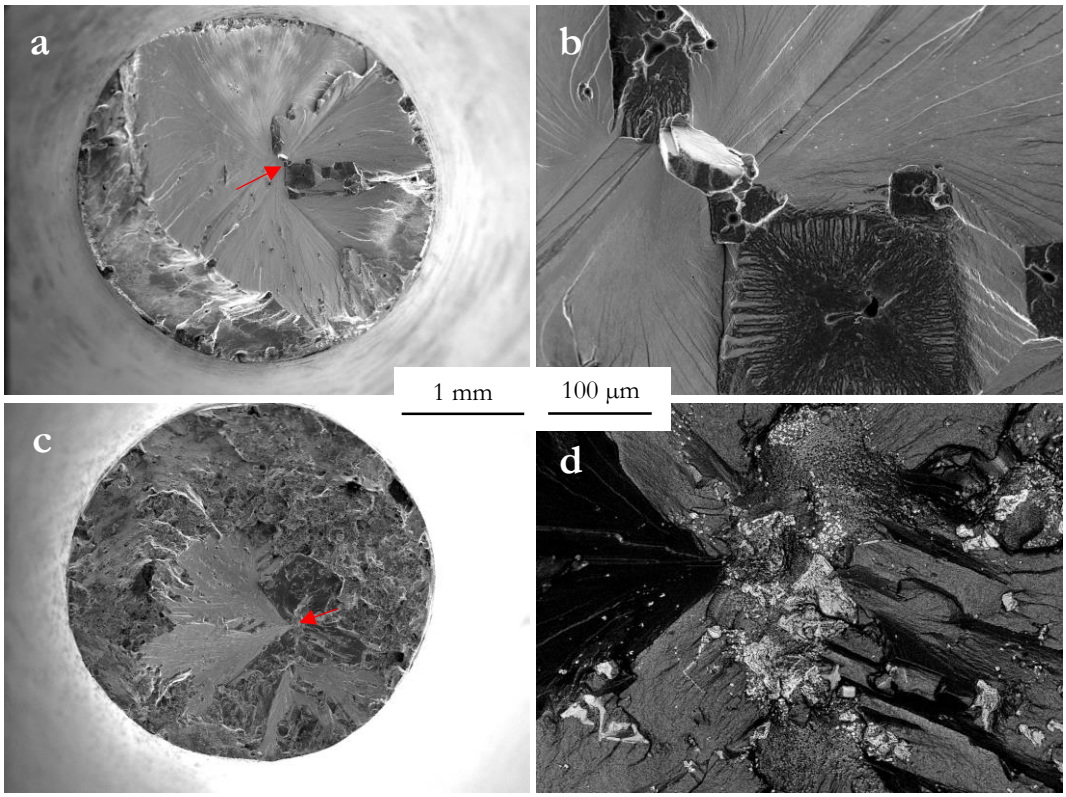


Figure III. 29 – Faciès de rupture et agrandissement sur le principal site d'amorçage d'éprouvettes testées à 1000°C, 20 kHz, R = 0.8 : CMSX-4 Plus testé à $\sigma_{max}$ = 530 MPa, $N_f = 1.05 \times 10^9$ cycles (a) ; amorçage principal à partir de pores micro-fissurés en mode I (b) ; DS200+Hf testé à $\sigma_{max}$ = 655 MPa, $N_f = 4.45 \times 10^6$ cycles (c) ; amorçage principal à partir d'un cluster de carbures (mode BSE) (d).

Le CMSX-4 Plus est un alliage récemment développé pour avoir des propriétés en fluage supérieures au CMSX-4 et aux alliages de première génération (Wahl et Harris, 2016). A l'inverse, il est connu que les alliages à grains colonnaires ont une résistance au fluage plus faible que les alliages monogranulaires. L'élément rhénium est également absent de la composition chimique du DS200+Hf. Cet élément chimique améliore les propriétés à haute température en ralentissant la cinétique de coalescence des précipités (Giamei et Anton, 1985) et en renforçant la matrice (Blavette *et al.*, 1986; Pröbstle *et al.*, 2016).

Ainsi, le classement de l'alliage ayant les meilleures propriétés VHCF à haute température et fort rapport de charge suit le même ordre que le classement des alliages en termes de résistance en fluage. A l'exception de la rupture cristallographique finale, qui est un processus très court dans la durée de vie totale, l'endommagement est provoqué par le fluage. Lukas *et al.* avaient déjà noté qu'à fort rapport de charge, les vibrations (i.e. cyclage mécanique) avaient comme rôle principal d'accélérer la rupture finale engendrée par un endommagement en fluage (Lukáš et Kunz, 1996). Sur un essai de fluage, la fatigue

doit donc avoir un impact lors du stade tertiaire, et n'influence que peu le temps à rupture. Lors de ces conditions d'essais, les mécanismes dépendant du temps, et donc de la durée d'essai, dominent par rapport à ceux dépendants du cyclage mécanique. Les temps à rupture des essais VHCF de chaque alliage peuvent donc être comparés aux temps à rupture prédits par une loi de fluage, dont les paramètres ont été identifiés pour chaque alliage. Pour le CMSX-4 et le CMSX-4 Plus, la loi de Rabotnov-Kachanov a été utilisée :

$$t_r = \frac{1}{k+1}\left[\frac{\sigma_0}{A_0}\right]^{-k} \qquad \text{Equation III. 1}$$

$t_r$ est le temps à rupture en heures et $\sigma_0$ la contrainte moyenne ($\sigma_m$) appliquée au cours de l'essai VHCF. $A_0$ et k sont des constantes matériaux identifiées par Safran Helicopter Engines pour le CMSX-4, et Safran Tech pour le CMSX-4 Plus. Pour le DS200+Hf, aucune constante de Rabotnov-Kachanov n'a été identifiée à l'heure actuelle dans la littérature à 1000°C. Le diagramme de Larson-Miller identifié pour cet alliage dans la thèse de Mataveli Suave (Mataveli Suave, 2017) a donc été utilisé. Les durées de vie VHCF et les prédictions en fluage sont répertoriées dans la Figure III. 30. La contrainte moyenne de l'essai de fatigue est tracée en fonction du temps à rupture.

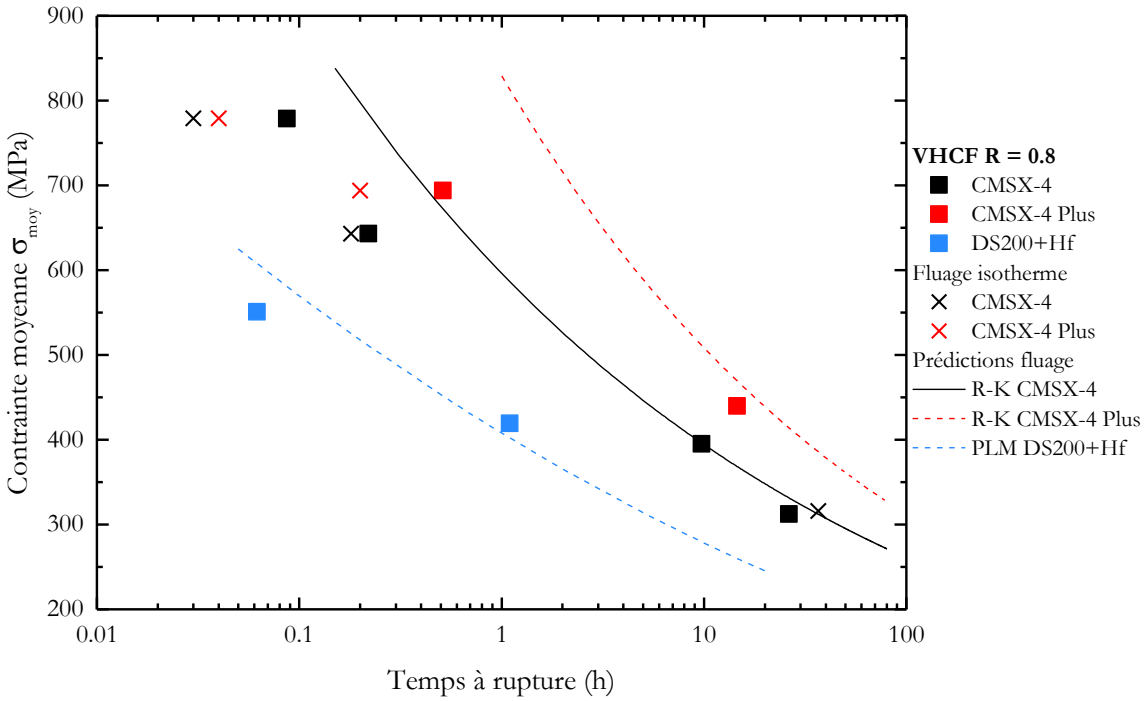


Figure III. 30 – Comparaison des durées de vie expérimentales en VHCF à 1000°C, 20 kHz et R = 0.8 du CMSX-4, du CMSX-4 Plus et du DS2000+Hf avec les prédictions basées sur des lois de fluage. Les croix sont des essais de fluage isotherme conduits à 1000°C aux mêmes contraintes moyennes que les essais VHCF.

Ce graphique permet de mettre en avant la dépendance des propriétés VHCF à fort rapport de charge au temps à rupture. Dans le cas du DS200+Hf, le paramètre de Larson-Miller identifié permet de prédire correctement la durée de vie dans le domaine VHCF à partir de $10^7$ cycles (~ 0.1 heure). En effet, les constantes du diagramme de Larson-Miller sont identifiées dans la plage de contraintes et de

temps équivalents aux essais VHCF. Dans le cas du CMSX-4 et CMSX-4 Plus, lorsque la durée d'essai dépasse 5 heures, la loi de Rabotnov-Kachanov permet de prédire la durée de vie avec un faible facteur d'erreur (1.3). En revanche à des contraintes élevées (temps inférieurs à une heure), les durées de vie VHCF sont largement surestimées par la loi de Rabotnov-Kachanov.

Trois essais de fluage isotherme sur le CMSX-4 et un sur le CMSX-4 Plus ont été réalisés à de fortes contraintes, équivalentes à la contrainte moyenne des essais VHCF. Ces essais ont été conduits afin de déterminer si la surestimation de la durée de vie provenait d'un mécanisme différent du fluage, opérant à très forte contrainte moyenne, ou bien si cela avait comme origine les paramètres (A et r) identifiés dans la loi. Les résultats sont représentés sous forme de croix dans la Figure III. 30. Les courbes de déformation de ces essais sont tracées dans l'annexe A. Les temps à rupture des essais de fluage « courts » sont largement surestimés par la loi de Rabotnov-Kachanov, et se rapprochent plutôt des durées de vie VHCF à la même contrainte moyenne. Deux informations principales ressortent de ces observations. Tout d'abord, quelle que soit la durée de l'essai, l'endommagement par fluage est à l'origine de la rupture, et contrôle la durée de vie des essais VHCF à fort rapport de charge et haute température. Deuxièmement, les constantes matériaux du CMSX-4 et du CMSX-4 Plus sont identifiées à partir d'essais de fluage isotherme ayant une durée d'au moins 10 heures, et ne permettent pas de prédire correctement la durée de vie des essais VHCF courts.

Au regard des résultats sur les essais de fluage courts, un changement de pente sur la Figure III. 30 est attendu entre 0.01 – 1 heure et la plage supérieure à 5 heures d'essai. Pour des durées de vie supérieures à 5 heures et à 1000°C, le mécanisme de mise en radeaux des précipités opère (voir Figure III. 7(a)). Le comportement en fluage à haute température classiquement étudié dans la littérature est retrouvé (Reed *et al.*, 1999). Pour les durées de vie inférieures à 1 heure, un mécanisme de déformation différent doit contrôler le phénomène de fluage. Ce changement de pente et cette sensibilité à la contrainte d'essai à forte contrainte a déjà été mis en évidence sur un superalliage polycristallin à 750°C (Thébaud *et al.*, 2015) ainsi que dans le CMSX-4 à 850°C (Mattiello, 2018). Des observations par microscopie électronique à transmission de ces éprouvettes de fluage pur et de leur équivalent en VHCF permettraient de mettre en évidence ce changement de mécanisme.

## III.6. Mécanismes d'amorçage de fissures

A partir de la comparaison des durées de vie de différents superalliages base Ni monogranulaires et de l'étude des faciès de rupture par microscopie électronique à balayage, nous avons pu établir trois scénarios d'endommagement en fatigue à très grand nombre de cycles et à haute température en fonction des conditions de chargement. En fatigue pure (R = -1), l'amorçage d'une fissure depuis le concentrateur de contrainte le plus critique (pore de fonderie) conduit à la rupture dans la majorité des cas observés. Aux très grandes durées de vies, et en l'absence de défauts critiques, la

fissuration depuis la surface, assistée par l'oxydation, est à l'origine de la rupture des éprouvettes. A fort rapport de charge en revanche, un endommagement en fluage est généré plus rapidement et conduit à la rupture des éprouvettes. Dans ces conditions, la part de fatigue dans l'endommagement de l'éprouvette est négligeable par rapport à celui du fluage.

Il reste maintenant à déterminer quels sont les mécanismes d'amorçage en jeu dans chacune de ces conditions pouvant expliquer les endommagements observés sur les superalliages base Ni monogranulaires et à grains colonnaires dans le régime de fatigue à très grand nombre de cycles. Pour cela, une importante campagne d'observations micrographiques à l'aide d'un MEB-FEG couplées à des analyses EBSD et EDS a été effectuée. Les résultats présentés ci-dessous, notamment en fatigue pure, sont à notre connaissance les premiers de la littérature pour ce type de sollicitation.

Dans une première partie, le mécanisme d'amorçage observé à fort rapport de charge, similaire à celui retrouvé en fluage isotherme à haute température, est détaillé. Ensuite, les analyses se concentrent sur les mécanismes d'amorçage inhérents au domaine de fatigue à très grand nombre de cycle observé à R = -1, sans et avec influence de l'environnement.

### III.6.1. Mécanisme d'amorçage à fort rapport de charge

Les essais VHCF à 1000°C et fort rapport de charge sont en réalité majoritairement des essais de fluage, la contrainte alternée étant particulièrement faible (< 100 MPa). La coalescence de pores (quelle que soit leur famille) et leur fissuration en mode I est à l'origine de la rupture des éprouvettes. La forte contrainte moyenne, qui induit une mise en radeaux de type N des précipités rapide, joue également un rôle sur la micro-propagation en mode I des fissures et donc du temps à rupture des éprouvettes. Néanmoins, des coupes longitudinales et cartographies EBSD ont été réalisées afin de vérifier si des traces de déformation à cause du cyclage mécanique étaient présentes. Pour cela, l'éprouvette en CMSX-4 dont le faciès est présenté en Figure III. 6(a) a été utilisée. Des cartographies EBSD ont été réalisées dans des zones où des pores fissurés étaient présents. Le pore fissuré en mode I ayant conduit à la rupture finale a également été étudié.

Avant le début de fissuration, le réseau cristallin autour des pores est légèrement désorienté (< 10°) autour des deux lobes supérieur et inférieur. Ces désorientations sont situées autour des zones de concentrations de contraintes des pores sphériques lors d'essais de fluage à haute température (Cormier *et al.*, 2009; le Graverend *et al.*, 2012).

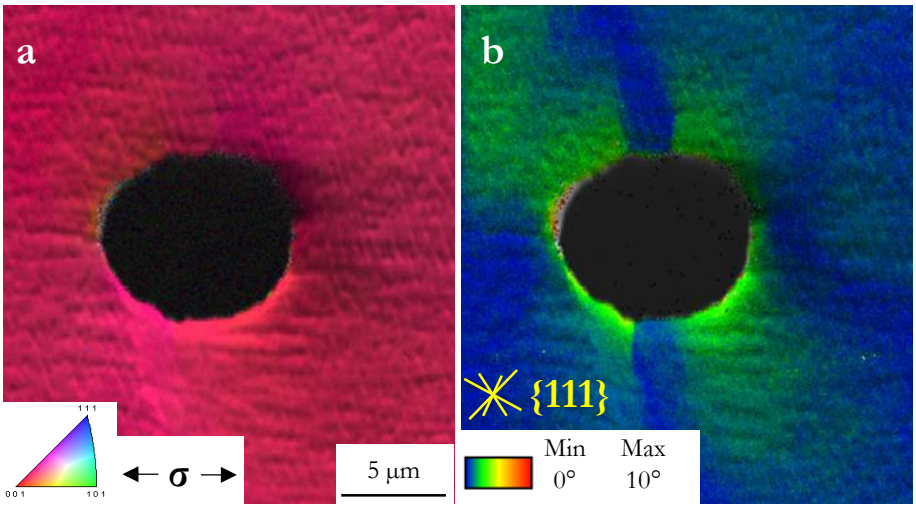


Figure III. 31 – Pore non fissuré dans une éprouvette en CMSX-4 testée à 20 kHz, 1000°C, R = 0.8, $\sigma_{max}$ = 445 MPa, $N_f = 7.01 \times 10^8$ cycles : orientation cristallographique, la carte est codée selon l'axe de chargement de l'éprouvette (a) ; désorientation locale par rapport à l'orientation moyenne du réseau cristallin (GROD) (max 10°) (b). Cartographies superposées à l'image du détecteur d'électrons rétrodiffusés vers l'avant (FSD).

Par la suite, des fissures en mode I s'amorcent sur les pores aux intersections entre les zones de désorientations et celles non tournées (voir Figure III. 32). Ces fissures induisent une forte concentration de contrainte à leur pointe, et conduisent à la formation de micro macles d'environ 200 nm d'épaisseur et quelques micromètres de longueur (voir Figure III. 33). Ces macles, de par leur faible taille, ne sont pas communément observées lors d'essais de fluage à 1000°C sur des superalliages base Ni monogranulaires d'orientation ⟨001⟩. Néanmoins, leur présence atteste d'une très forte triaxialité locale induite par le pore et la fissure formée (le Graverend *et al.*, 2018), qui n'est pas spécifique à la VHCF.

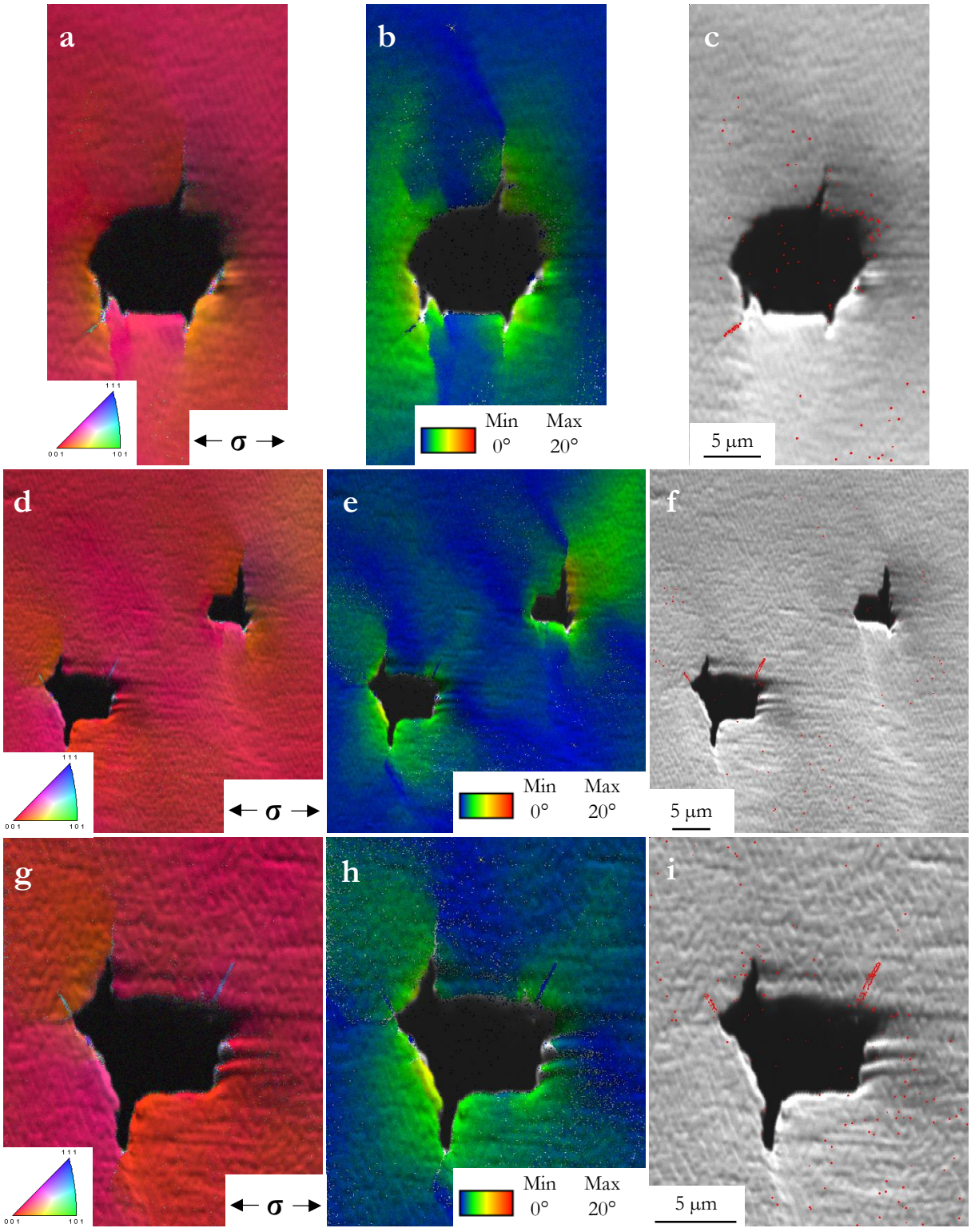


Figure III. 32– Pores fissurés dans une éprouvette en CMSX-4 testée à 20 kHz, 1000°C, R = 0.8, $\sigma_{max}$ = 445 MPa, $N_f$ = 7.01 × $10^8$ cycles : orientations cristallographiques superposées à la FSD, les cartes sont codées selon l'axe de chargement de l'éprouvette (a-d-g) ; GROD superposée à la FSD (max 20°) (b-e-h) FSD avec surlignage en rouge des joints de macles (c-f-i).

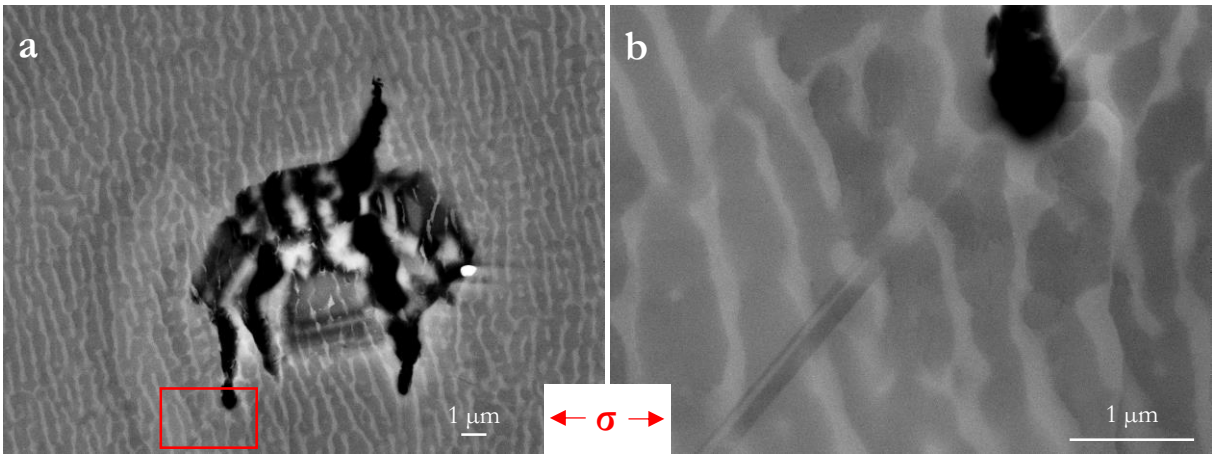


Figure III. 33 – Pore fissuré dans une éprouvette en CMSX-4 testée à 20 kHz, 1000°C, R = 0.8, $\sigma_{max}$ = 445 MPa, $N_f$ = 7.01 × $10^8$ cycles (a) ; agrandissement sur la macle en pointe de fissure (b). Observations en mode BSE après polissage avec une solution de silice colloïdale (OP-S), sans attaque chimique.

Au cours de ces observations, très peu de traces de déformation inhérentes à la fatigue ont été observées. Autour du pore fissuré ayant conduit à la propagation cristallographique de la fissure fatale, quelques bandes de glissement ont été remarquées (Figure III. 34). Néanmoins, les désorientations du réseau cristallin autour de ce pore ressemblent à celles observées autour de pores ayant un début d'amorçage de fissure en mode I (voir Figure III. 32 et Figure III. 35). Les bandes de glissement doivent se former lorsque les fissures en mode I concentrent suffisamment de contrainte, c'est-à-dire tardivement dans la durée de vie totale de la pièce. L'ensemble de ces observations valident un phénomène de fluage largement dominant, avec une influence de la fatigue uniquement à un stade où l'éprouvette est déjà fortement dégradée par l'apparition de nombreuses fissures en mode I autour des pores.

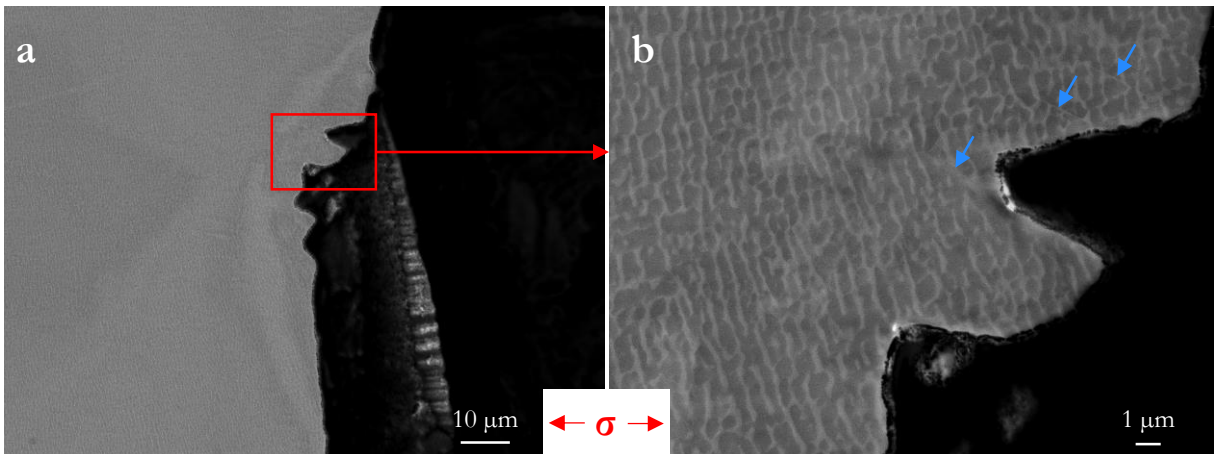


Figure III. 34 – Pore fissuré en mode I ayant conduit à la propagation cristallographique de la fissure fatale dans une éprouvette en CMSX-4 testée à 20 kHz, 1000°C, R = 0.8, $\sigma_{max}$ = 445 MPa, $N_f$ = 7.01 × $10^8$ cycles : vue générale (a) ; agrandissement sur les bandes de glissement (flèches bleues) (b). Observations réalisées en mode BSE après polissage à l'OP-S, sans attaque chimique.

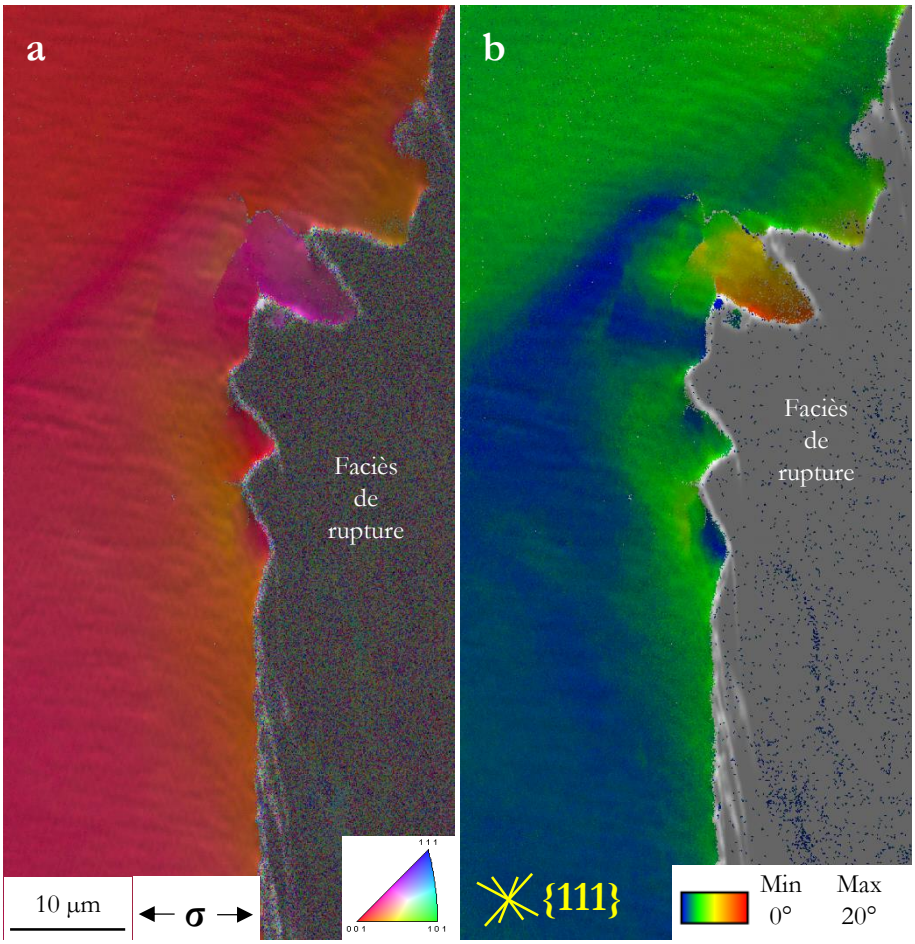


Figure III. 35– Pore fissuré en mode I ayant conduit à la propagation cristallographique de la fissure fatale dans une éprouvette en CMSX-4 testée à 20 kHz, 1000°C, R = 0.8, $\sigma_{max}$ = 445 MPa, $N_f$ = 7.01 × $10^8$ cycles : orientation cristallographique, la carte est codée selon l'axe de chargement de l'éprouvette (a) ; GROD (max 20°) (b). Cartographies superposées à la FSD.

## III.6.2. Mécanismes d'amorçage en fatigue pure (R = -1)

### III.6.2.1. Rapprochement avec les mécanismes observés sur d'autres alliages métalliques

La zone rugueuse observée autour du site d'amorçage des éprouvettes est une particularité des essais VHCF à R = -1 (voir section III.3.4). Cette zone est clairement observée pour des durées de vie supérieures à $10^9$ cycles (voir Figure III. 19(c) et (d)). A des durées de vie inférieures à $10^9$ cycles, cette zone est plus petite voire inexistante à moins de $10^7$ cycles. Cette zone particulière est étudiée depuis une vingtaine d'années dans la littérature s'intéressant aux mécanismes d'amorçage dans le régime VHCF des aciers. Les appellations « Fine Granular Area » (FGA) (Sakai *et al.*, 2016) et « Optical Dark Area » (ODA) (Murakami *et al.*, 2000) sont les plus retenues. Brièvement, cette zone est la caractéristique d'un affinement des grains sur quelques micromètres d'épaisseur depuis la surface de rupture dans les aciers. La description de la FGA peut être retrouvée dans l'étude bibliographique. Dans les aciers à haute résistance, la taille de cette FGA augmente lorsque la contrainte alternée diminue, c'est-à-dire

lorsque la durée de vie augmente (Li *et al.*, 2016). Afin de comparer ce mécanisme d'amorçage avec celui observé sur les alliages monogranulaires à 1000°C et R = -1, l'aire de la zone rugueuse (ZR) a été mesurée sur chaque faciès d'éprouvette. L'aire de la zone rugueuse ne prend pas en compte l'aire du pore d'amorçage. Ces mesures sont tracées en fonction du nombre de cycles à rupture sur la Figure III. 36.

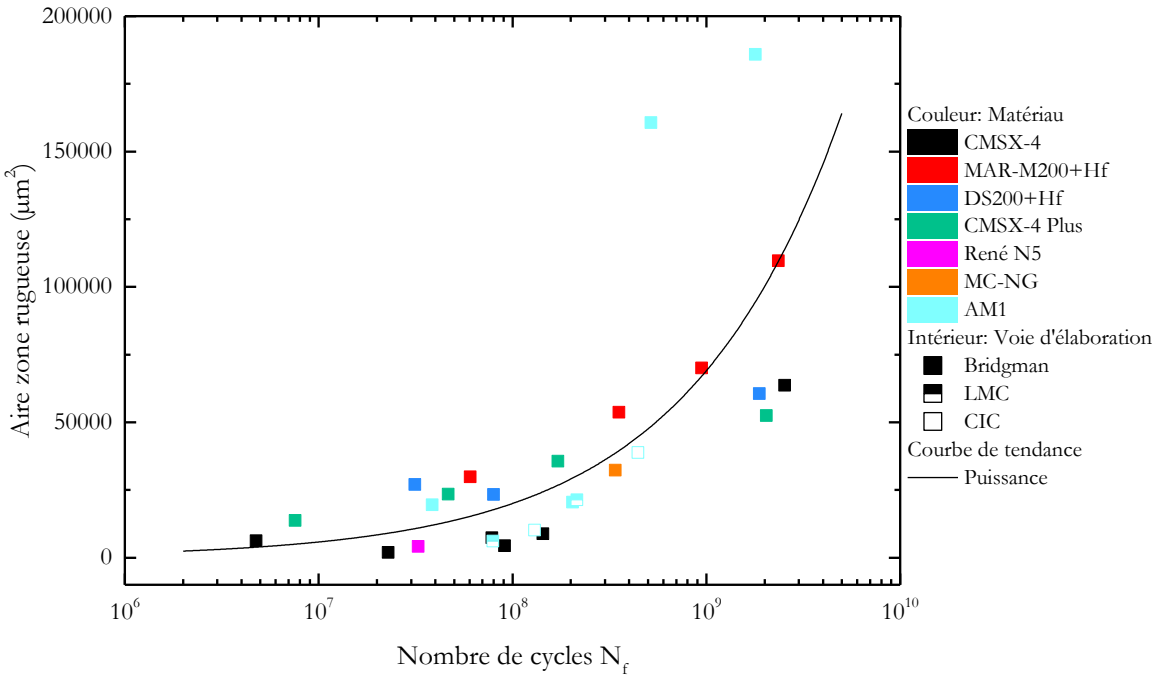


Figure III. 36 – Aire de la zone rugueuse en fonction du nombre de cycles à rupture pour les éprouvettes testées à 1000°C, 20 kHz, R = -1. L'aire de cette zone est mesurée directement sur le faciès de rupture des éprouvettes, et ne prend pas en compte l'aire réelle du pore ayant conduit à la rupture.

La Figure III. 36 montre clairement qu'il existe également une relation entre l'aire de la ZR observée sur les superalliages monogranulaires, et la durée de vie dans le régime VHCF à 1000°C et R = -1. Plus le nombre de cycles à rupture est élevé, plus la taille de la ZR augmente. La Figure III. 37 présente ainsi cette surface sur trois éprouvettes en CMSX-4 Plus testées sous différentes contraintes, dont la taille augmente avec la diminution de la contrainte alternée. L'aire de cette zone devient particulièrement élevée lorsque le nombre de cycles dépasse les $10^9$ cycles. Cela indique également que la formation de la ZR fait partie de la phase d'amorçage, qui représente jusqu'à 99% de la durée de vie totale dans le régime gigacyclique.

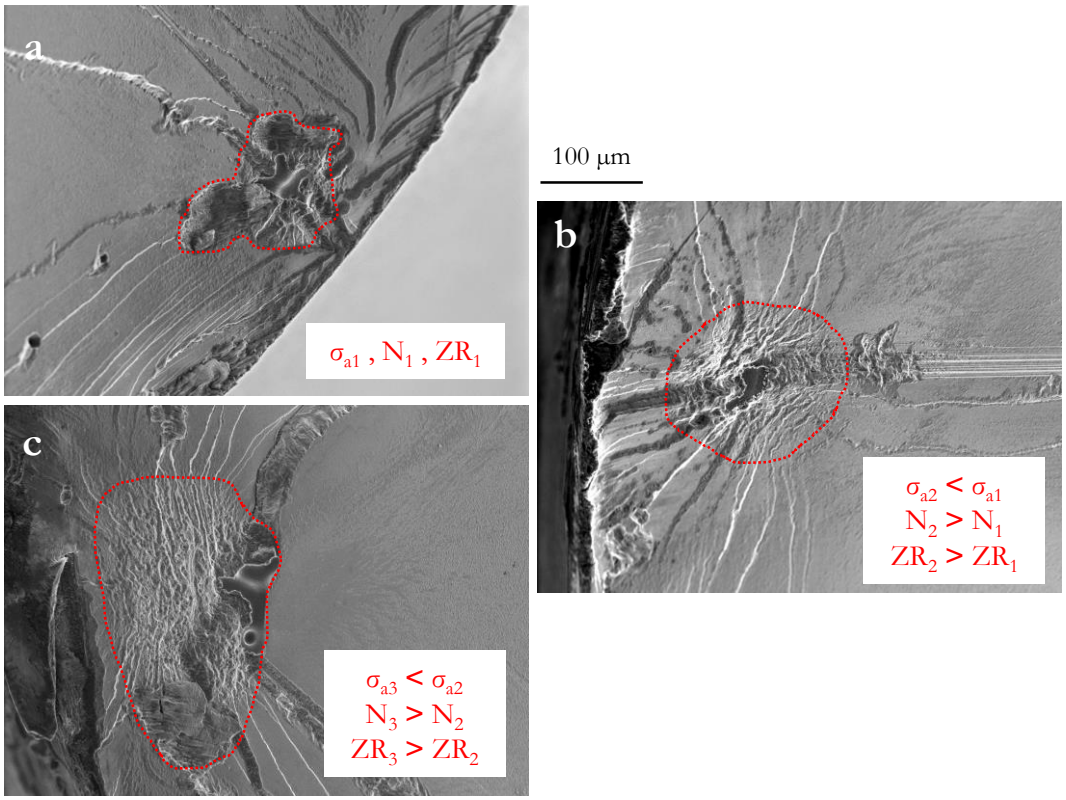


Figure III. 37 – Taille de la zone rugueuse sur CMSX-4 Plus testé à 1000°C, 20 kHz, R = -1 : $\sigma_{a1}$ = 230 MPa, $N_1$ = 7.58 × $10^6$ cycles (a) ; $\sigma_{a2}$ = 210 MPa, $N_2$ = 4.66 × $10^7$ cycles (b) ; $\sigma_{a3}$ = 179 MPa, $N_3$ = 1.72 × $10^8$ cycles (c).

Dans les aciers à haute résistance, la formation de la FGA est activée lorsque le facteur d'intensité de contrainte $K_{max}$ autour du site d'amorçage est inférieur au seuil de propagation des fissures longues $K_{th}$. Dans ce domaine de fatigue, $K_{max}$ est calculé à partir de l'Equation III. 2 en prenant en compte la surface de la FGA $A_{FGA}$. A mesure que la FGA grossit, $K_{max}$ augmente jusqu'à atteindre $K_{th}$. Lorsque le seuil de propagation est dépassé, la phase de propagation de la fissure commence (au sens d'une fissure longue) (Grad *et al.*, 2012).

$$K_{max} = 0.50 \times \sigma_{max} \times \sqrt{\pi \sqrt{A_{FGA}}} \qquad \text{Equation III. 2}$$

En considérant que le seuil de propagation ne dépend pas de la méthode d'élaboration, et qu'il est peu impacté par la composition chimique de l'alliage, la surface de la zone rugueuse devrait être plus élevée, à conditions de chargement identiques et quel que soit le superalliage base Ni monogranulaire testé, sur les éprouvettes élaborées par voie LMC ou ayant reçu un traitement CIC. Or sur la Figure III. 36, l'ensemble des données se regroupent sur une seule courbe maîtresse, sans qu'un de ces procédés ne soit au-dessus de la tendance globale. Le peu d'essais sur éprouvettes compactées ou LMC ayant conduit à la formation d'une zone rugueuse ne permettent pas de valider le scénario détaillé ci-dessus, d'autres essais complémentaires sont nécessaires afin de le valider.

Sur les aciers, la FGA est également caractérisée par une forme circulaire autour du site d'amorçage, généralement une inclusion non métallique de forme sphérique. Sur les superalliages base Ni

monogranulaires, la ZR n'a pas de forme définie et se propage préférentiellement depuis une zone très localisée dans le voisinage du pore (voir Figure III. 37(c)). A la différence des inclusions dans les aciers à haute résistance, les pores de fonderie ont des formes particulièrement tortueuses, qui suivent les bras secondaires des dendrites. Les prochaines parties vont ainsi montrer que la zone rugueuse est la trace d'une activité plastique intense et très localisée. Il est donc probable qu'elle se forme dans des zones du pore concentrant le plus de contrainte, d'autant plus lors des essais faiblement chargés.

Un rapprochement entre la FGA, communément observée sur d'autres alliages métalliques, et la zone rugueuse observée sur les superalliages base nickel monogranulaires a ainsi pu être établi. Dans le cas des aciers, différentes hypothèses tentent d'expliquer la formation de la FGA. Pour les superalliages base nickel monogranulaires, les deux prochaines sous parties tentent de décrire le mécanisme d'amorçage opérant, ainsi que la formation de la zone rugueuse. Pour cela, cette étude s'appuie sur des observations microscopiques minutieuses réalisées à partir de coupes longitudinales croisant le site d'amorçage principal. Des cartographies EBSD sont également utilisées afin de mettre en évidence des désorientations cristallographiques et des recristallisations locales. La première partie considère les essais dont la durée de vie est comprise entre $10^6$ et $10^9$ cycles, où la zone rugueuse est relativement petite voire inexistante. La deuxième partie détaille le mécanisme d'amorçage à très grande durée de vie, en prenant en compte la formation de la zone rugueuse et la précipitation de phases TCP. Dans ces deux plages de durées de vie, le mécanisme d'amorçage primaire est le même, mais ne conduit pas aux mêmes observations.

#### III.6.2.2. Durées de vie entre $10^6$ et $10^9$ cycles

Dans le domaine de fatigue à très grand nombre de cycles, la déformation plastique est localisée dans des zones de concentrations de contrainte, généralement autour de pores de fonderie. La Figure III. 38 montre par exemple des observations réalisées sur une coupe d'une éprouvette en CMSX-4, autour du pore ayant conduit à l'amorçage de la fissure fatale. Sur une zone très localisée (~ 500 $\mu m^2$) entourée en rose sur la Figure III. 38(a), la microstructure $\gamma/\gamma'$ est très déformée et n'est plus reconnaissable (Figure III. 38(b)). A l'intérieur de cette zone, la microstructure $\gamma/\gamma'$ est observée dans certaines « poches ». Des traces de bandes de glissement sont observées dans ces poches (Figure III. 38(c)), et il semble qu'une rotation du réseau cristallographique ait eu lieu. Les bandes de glissement semblent suivre la rotation du réseau, sans pouvoir savoir si elles se sont formées avant ou après cette dernière. Au voisinage du pore, en dehors de la zone très déformée, une activité plastique importante sous forme de bandes de glissement est également observée (Figure III. 38(d)). Etonnamment, la microstructure en-dessous de la zone déformée et éloignée du pore d'amorçage ne semble pas être soumise à une zone d'activité plastique. La frontière entre activité et non activité plastique semble très fine. Aucune activité plastique (zone déformée, bandes de glissement) n'a été observée dans le reste du volume de l'éprouvette.

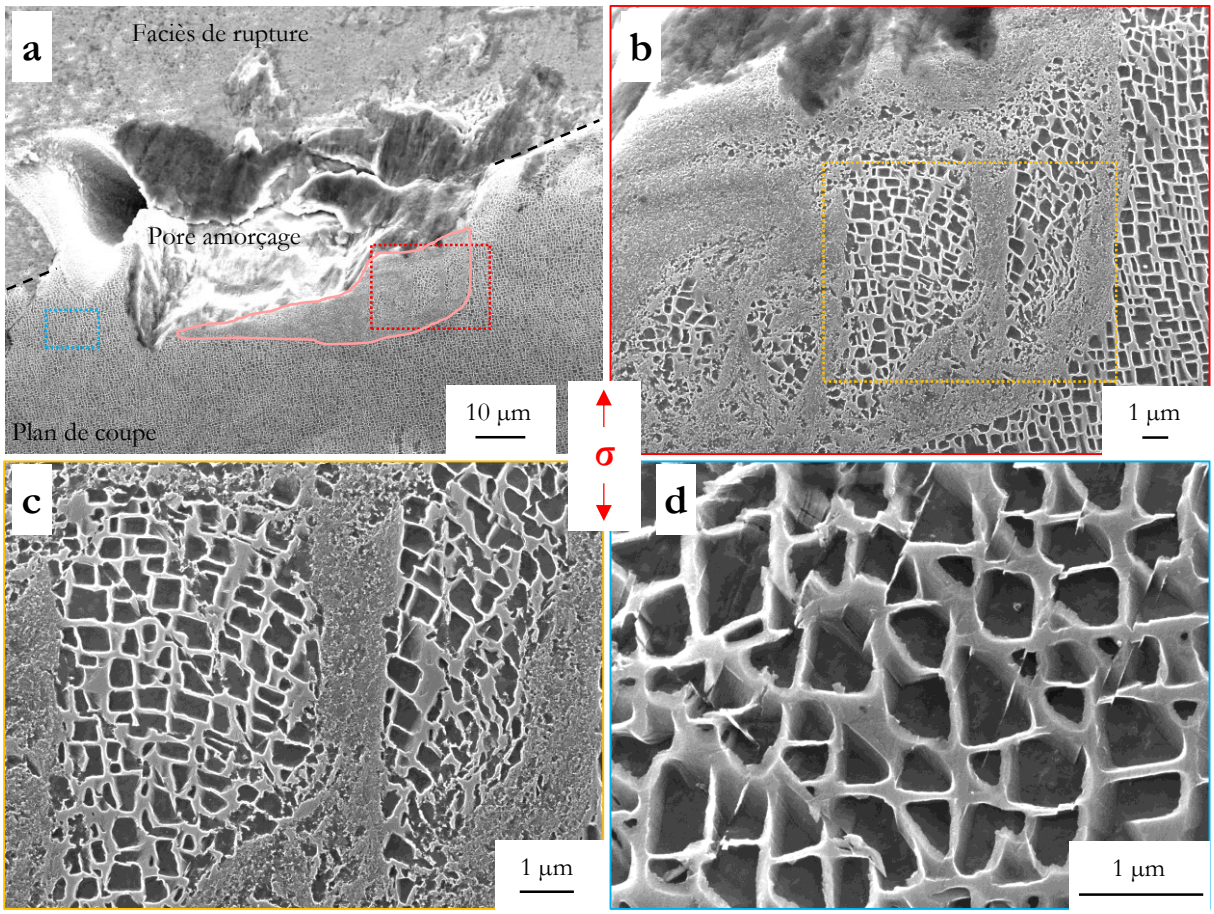


Figure III. 38 – Coupe longitudinale d'une éprouvette en CMSX-4 testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 190 MPa, $N_f$ = 1.44 × $10^8$ cycles : pore d'amorçage, la zone entourée en rose présente une microstructure γ/γ' indiscernable, contrairement au reste de l'image (a) ; agrandissement de la zone encadrée en rouge dans (a), dans la zone où la microstructure est indiscernable (b) ; agrandissement de la zone encadrée en orange dans (b), où la microstructure γ/γ' est observée dans des poches inclues la zone très déformée (c) ; agrandissement de la zone encadrée en bleu dans (a), où des traces de bandes de glissement sont observées au voisinage du pore d'amorçage (d). Observations réalisées après attaque chimique de la phase γ'.

Cette coupe longitudinale a ensuite été polie avec une solution de silice colloïdale (OP-S) afin de réaliser une cartographie EBSD au niveau du pore d'amorçage (voir Figure III. 39 et Figure III. 40). La zone très déformée où la microstructure γ/γ' n'est plus reconnaissable (zone entourée en rose dans la Figure III. 38(a)) n'est pas indexée par le logiciel d'acquisition des données EBSD, malgré les poches où la microstructure est encore reconnaissable (Figure III. 38(c)). Cette zone d'intense activité plastique modifie profondément le réseau cristallin, qui ne peut plus alors être considéré comme « monogranulaire de type CFC » dans cette zone. En dehors de cette région, la microstructure « non-déformée » est à nouveau indexée avec succès par le logiciel d'acquisition. Autour du pore, le réseau a tourné par rapport à l'orientation cristallographique principale moyenne du monograin. Cette rotation est faible (< 10°) et est observable sur la cartographie de désorientation (Figure III. 40). Elle n'est pas visible à l'œil sur les images micrographiques prises par microscopie électronique à balayage (Figure III. 38(a)). Cette rotation est observée d'abord jusqu'à un pore de forme sphérique. Cela pourrait indiquer que ce pore sphérique est connecté au pore d'amorçage, et que la microstructure a tourné par rapport

à son orientation initiale à cause d'une concentration de contrainte. La déformation plastique dans cette zone doit néanmoins être beaucoup plus faible qu'autour du pore d'amorçage, puisqu'aucune bande de glissement ou microstructure déformée n'ont été observées. Plus loin du pore d'amorçage, d'autres régions témoignent de la rotation du réseau cristallin. Il est possible que ces zones soient interconnectées, et/ou qu'un pore de fonderie soit hors du plan d'observation. A des contraintes élevées (ici, $\sigma_a$ = 190 MPa), plusieurs pores concentrent la contrainte et peuvent conduire à la rupture. Il est également possible que la proximité entre ces pores puisse influencer le facteur de criticité de chaque pore. En effet, en dehors de cette zone, aucune trace d'activité plastique (bandes de glissement, zone déformée et rotation réseau) n'a été observée. La Figure III. 41 présente une cartographie EBSD prise au niveau d'un pore à cœur situé à environ 1.5 mm du pore d'amorçage (distance selon la direction perpendiculaire à l'axe de chargement). Aucune rotation, malgré un seuil maximum fixé à 10°, n'a été relevée alors que le pore a une taille comparable à ceux observés près du pore d'amorçage en Figure III. 39 et en Figure III. 40.

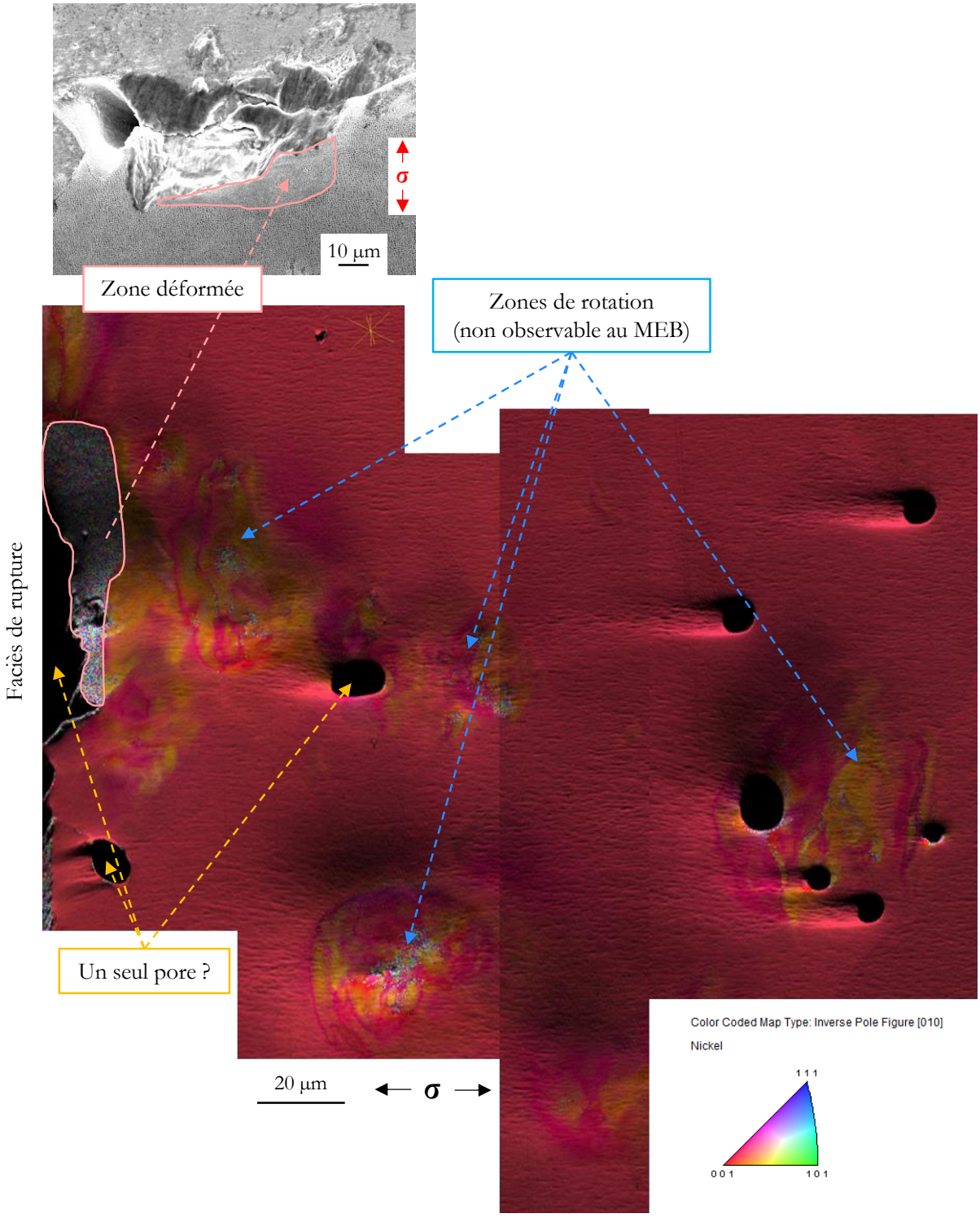


Figure III. 39 – Cartographie de l'orientation cristallographique superposée à la FSD d'une éprouvette en CMSX-4 testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 190 MPa, $N_f$ = 1.44 × $10^8$ cycles. Cartographie prise au niveau du pore d'amorçage. La carte est codée selon l'axe de chargement de l'éprouvette.

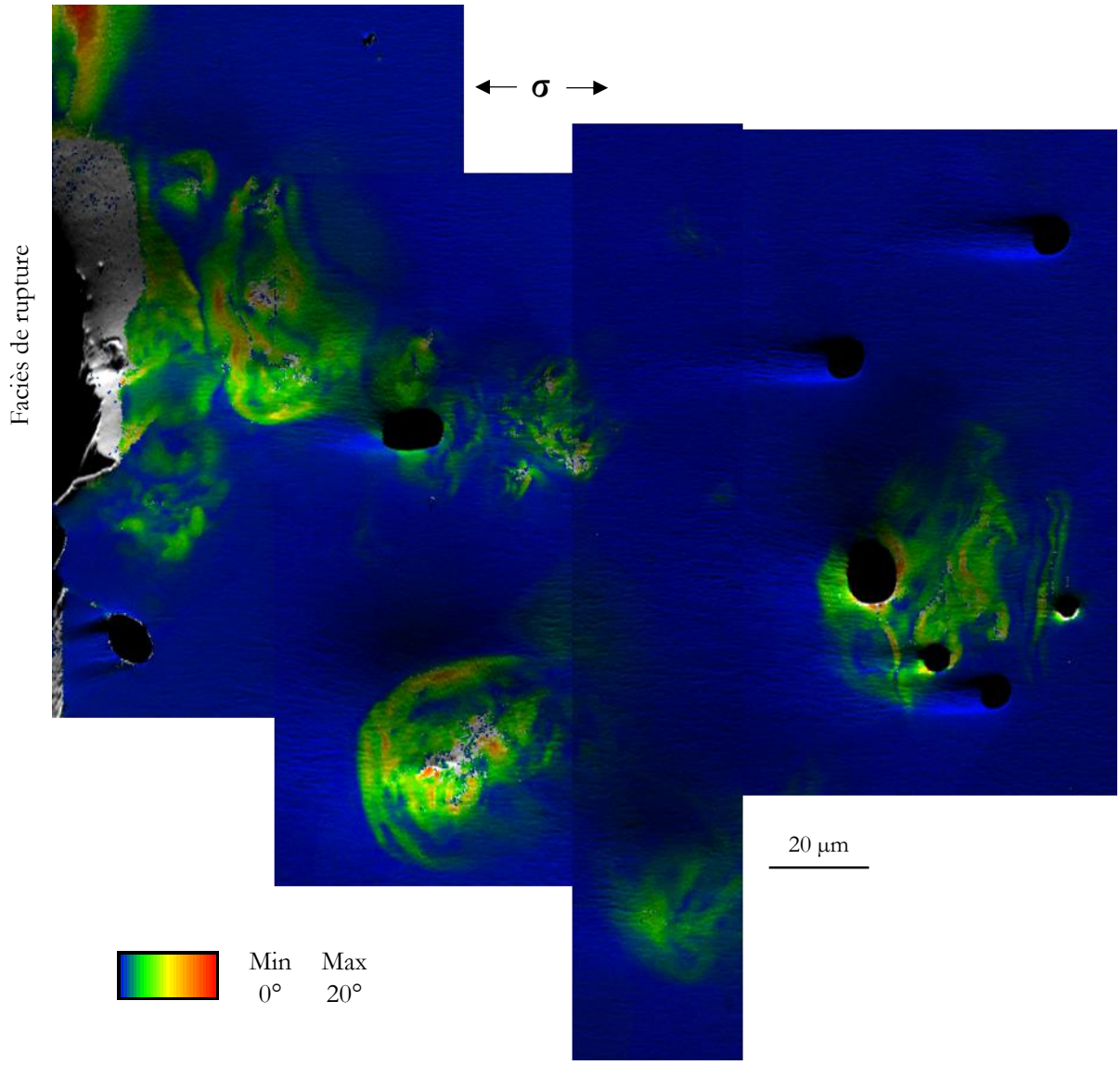


Figure III. 40 – Cartographie de la désorientation locale par rapport à l'orientation moyenne du réseau cristallin (GROD) (max 20°) superposée à la FSD d'une éprouvette en CMSX-4 testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 190 MPa, $N_f$ = 1.44 × $10^8$ cycles. Cartographie prise au niveau du pore d'amorçage.

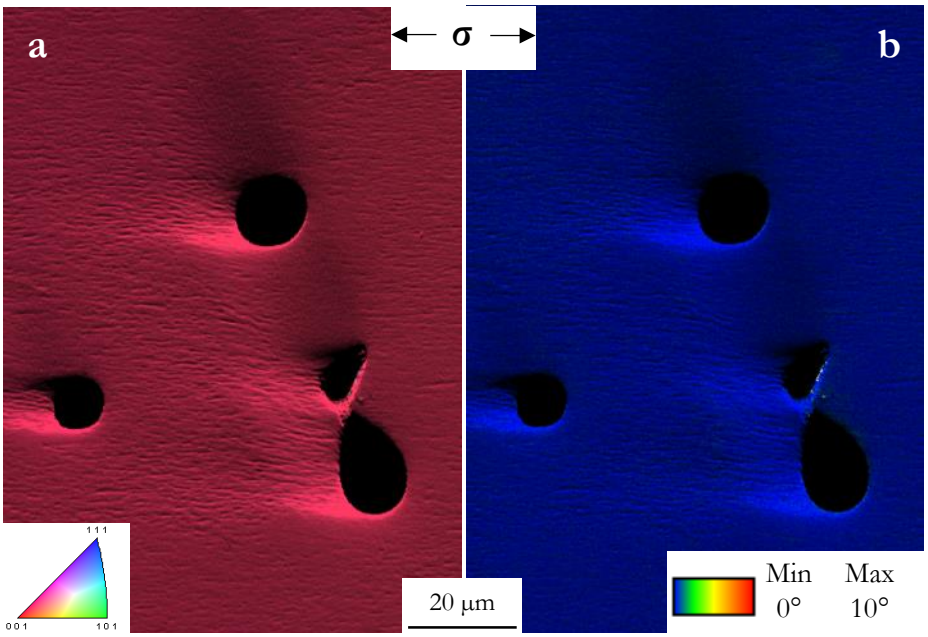


Figure III. 41 – Cartographies superposées à la FSD d'une éprouvette en CMSX-4 testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 190 MPa, $N_f$ = 1.44 × $10^8$ cycles : orientation cristallographique. La carte est codée selon l'axe de chargement de l'éprouvette (a) ; GROD (max 10°) (b). Cartographie prise au niveau d'un pore situé à 1 mm de la surface de rupture et 1.5 mm du pore d'amorçage.

Le même type de coupe a été réalisé sur un autre alliage, le CMSX-4 Plus, testé à une contrainte $\sigma_a$ de 210 MPa. Le pore d'amorçage est montré en Figure III. 37(b). Dans ce cas, les observations micrographiques présentées en Figure III. 42 sont faites après polissage avec une solution de silice colloïdale (OP-S), sans attaque chimique, et en électrons rétrodiffusés (BSE). Autour du pore d'amorçage, la microstructure standard γ/γ' n'est pas observée dans certaines régions. Des petits grains monophasés d'une taille de l'ordre du micromètre sont formés, confirmé par la cartographie EBSD en Figure III. 43(a). Certains grains présentent des macles $\Sigma_3$ (voir Figure III. 43(c)). Ces macles sont petites et ne ressemblent pas aux macles habituellement observées lors de déformations plastiques intenses (Barba *et al.*, 2017b). Dans cette région recristallisée, des cavités sont visibles. Il est probable qu'elles se forment au niveau des joints de grains recristallisés au cours de la sollicitation. Des traces de bandes glissement très localisées cisaillent les précipités et la matrice à proximité du pore, comme le montre la Figure III. 42(c). Au niveau des bandes et de la zone recristallisée, des petites particules blanches riches en éléments lourds sont observées. Ces particules ne sont observées que dans ces zones, qui témoignent d'une activité plastique intense et très localisée. Enfin, une évolution du contraste est observée autour du pore sur la Figure III. 42(a). Ce changement témoigne d'une rotation du réseau cristallin par rapport à son orientation initiale de quelques degrés (Figure III. 43(b)).

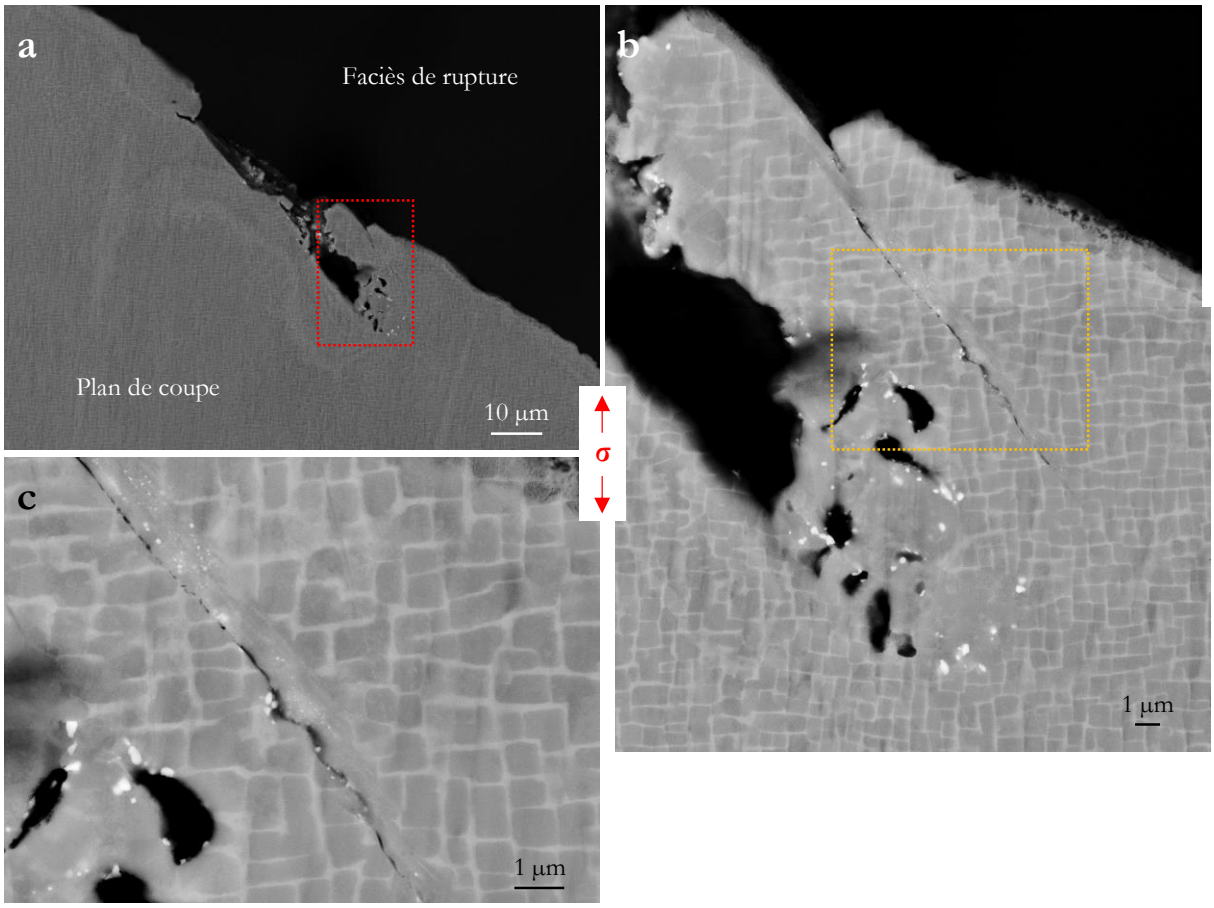


Figure III. 42 – Coupe longitudinale d'une éprouvette en CMSX-4 Plus testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 210 MPa, $N_f = 4.66 \times 10^7$ cycles : pore d'amorçage (a) ; agrandissement de la zone encadrée en rouge, au voisinage du pore (b) ; agrandissement de la zone encadrée en orange, faisant état d'une fissure formée autour de bandes glissement (c). Observations réalisées après polissage à l'OP-S, sans attaque chimique, en mode BSE.

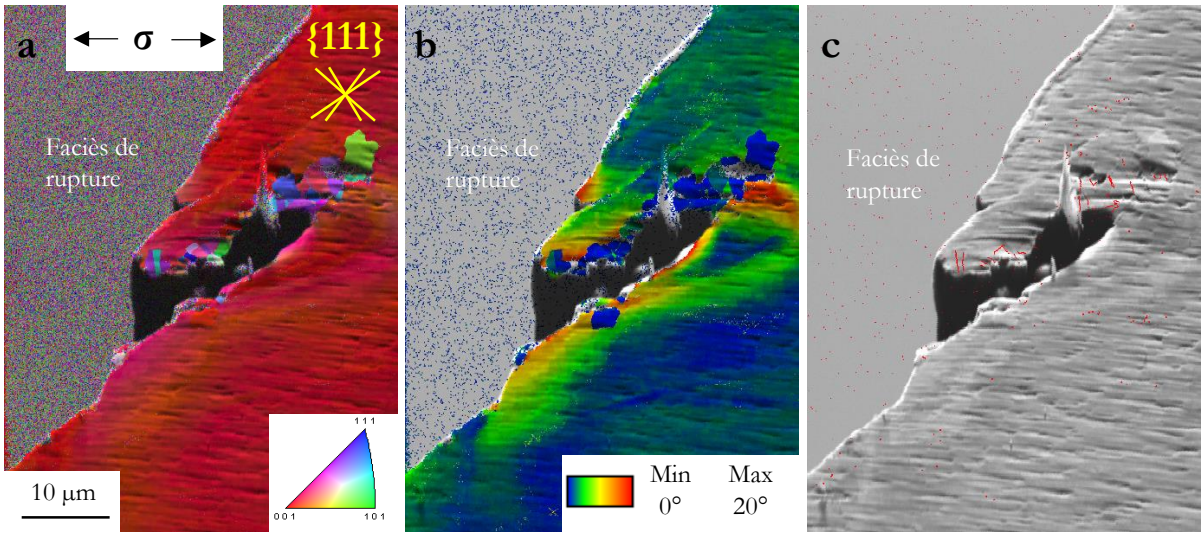


Figure III. 43 – Cartographies superposées à la FSD d'une éprouvette en CMSX-4 Plus testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 210 MPa, $N_f = 4.66 \times 10^7$ cycles : orientation cristallographique. La carte est codée selon l'axe de chargement de l'éprouvette (a) ; GROD (max 20°) (b) FSD avec surlignage en rouge des joints de macles (c).

Il est intéressant de comparer les mécanismes de déformation observés à des contraintes proches dans le CMSX-4 et le CMSX-4 Plus. Dans ces deux alliages, une rotation du réseau cristallin a été observée autour du pore d'amorçage. Une déformation plastique confinée dans des bandes de glissement est également le mécanisme de déformation opérant, quelle que soit la composition chimique du superalliage. En revanche, les mécanismes de déformation semblent être différents entre ces deux alliages dans les zones concentrant le plus de contrainte, où l'activité plastique est intense. Dans le CMSX-4, cette déformation plastique résulte en une microstructure très déformée et non reconnaissable, qui n'est pas indexée avec succès par le logiciel d'acquisition des données EBSD. Aucune trace de grain recristallisé n'a pu être observée sur le CMSX-4, contrairement au CMSX-4 Plus qui forme des grains monophasés et des macles. La composition chimique de cet alliage semble le rendre plus propice à recristalliser à haute température et forte déformation plastique. En effet, sur le CMSX-4 Plus, d'autres grains recristallisés très localisés ont été détectés par des cartographies EBSD (Figure III. 44).

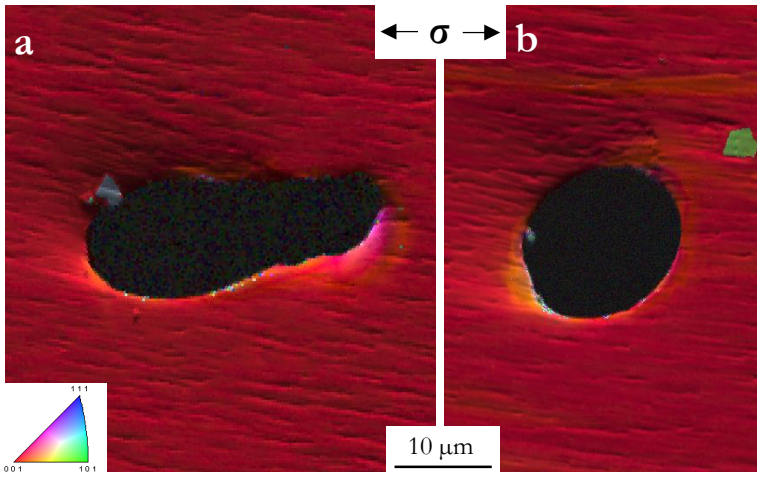


Figure III. 44 – Cartographies d'orientations cristallographiques superposées à la FSD d'une éprouvette en CMSX-4 Plus testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 210 MPa, $N_f$ = 4.66 × $10^7$ cycles : grains recristallisés autour de pores (a) et (b) pris aléatoirement dans le volume sollicité, éloignés de la surface de rupture. La carte est codée selon l'axe de chargement de l'éprouvette.

Lorsque les contraintes deviennent relativement élevées dans le domaine VHCF ($\sigma_a \geq$ 180 MPa), le nombre de concentrateurs de contrainte augmente dans le volume de la pièce. Ces coupes longitudinales ont permis d'observer des traces de déformation plastique très localisées autour de pores n'ayant pas conduit à la rupture de l'éprouvette. A chaque fois, ces observations ont été réalisées sur une éprouvette en MAR-M200+Hf, qui contient une fraction volumique importante de carbures, notamment dans les pores, et qui s'auto-échauffe plus que les autres alliages (cf. annexe D). La Figure III. 45 montre ainsi une coupe longitudinale d'une éprouvette en MAR-M200+Hf, où une zone très déformée a été observée loin du site d'amorçage. Au niveau du pore d'amorçage, quelques bandes de glissement ont été observées mais dans une moindre mesure que sur les images Figure III. 45(b), (c) et (d). La déformation, localisée, n'est pas toujours observable selon la direction du plan de coupe.

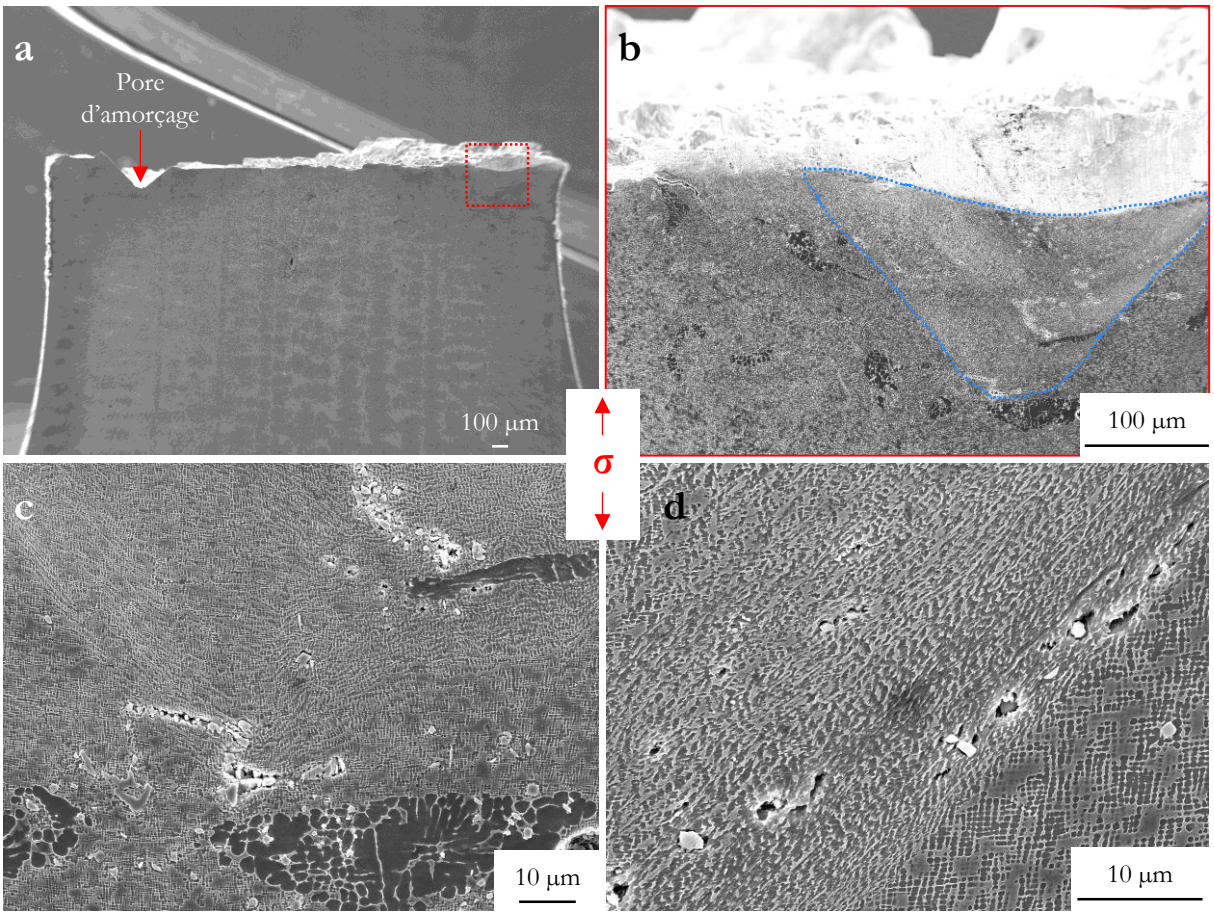


Figure III. 45 – Coupe longitudinale d'une éprouvette en MAR-M200+Hf testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 180 MPa, $N_f$ = 3.54 × $10^8$ cycles : vue générale de la coupe montrant le pore d'amorçage et la région déformée (a) ; agrandissement de la zone déformée entourée en pointillés bleus (b) ; microstructure déformée et carbures déchaussés (c-d). Observations réalisées après attaque chimique de la phase γ'.

Cette zone déformée est confinée dans un volume triangulaire. La forme de cette région ressemble fortement à la zone du pore d'amorçage, où la fissure fatale s'amorce à partir du pore de fonderie et se propage suivant les plans cristallographiques avant de dévier en mode I. Les caractérisations EBSD de la Figure III. 46 montrent que cette zone est formée de bandes de glissement, parallèles aux traces des plans {111}, qui se sont accumulées jusqu'à ne plus pouvoir reconnaître la microstructure γ/γ'. Comme pour le CMSX-4, la zone très déformée n'est pas indexée par le logiciel d'acquisition, à l'exception de régions isolées. Aucun grain recristallisé n'a été vu dans ou aux alentours de cette région, mais les Figure III. 46(a) et (b) présentent des rotations du réseau cristallin importantes et localisées qui semblent former des sous joints de grains, et qui pourraient par la suite devenir des joints de grains. A l'intérieur de la zone, les carbures sont déchaussés de la matrice. Un concentrateur de contrainte ne se trouvant pas dans le plan de coupe doit se trouver à proximité de cette zone. Il est fortement probable que sans la présence du pore d'amorçage, cette zone aurait conduit à la rupture de l'éprouvette.

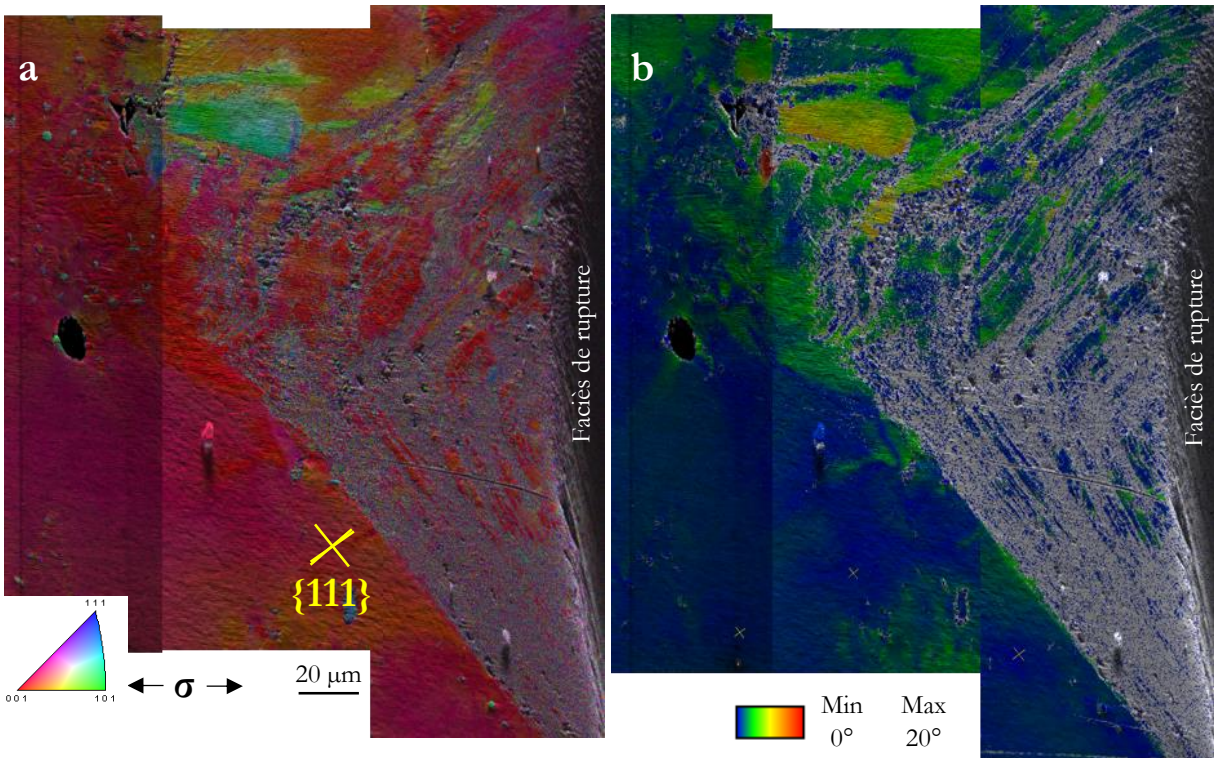


Figure III. 46 – Cartographies superposées à la FSD d'une éprouvette en MAR-M200+Hf testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 180 MPa, $N_f$ = 3.54 × $10^8$ cycles : orientation cristallographique. La carte est codée selon l'axe de chargement de l'éprouvette (a) ; GROD (max 20°) (b).

Pour les trois alliages présentés ci-dessus les traces d'activité plastique et de début d'amorçage sont similaires, à savoir la formation et l'accumulation de bandes de glissement suivant les plans {111}. Dans les zones concentrant le plus de contraintes, l'accumulation de ces bandes conduit à cette microstructure faiblement reconnaissable ou bien à la recristallisation de grains monophasés, selon la chimie de l'alliage. Entre $10^6$ et $10^9$ cycles, ces traces de déformation n'ont pas toujours été observées sur les différentes coupes longitudinales réalisées. La déformation plastique est, encore une fois, cantonnée uniquement dans certaines zones autour du pore d'amorçage. La zone dite « rugueuse » présentée dans la partie III.6.2.1 n'a également pas pu être étudiée sur ces coupes du fait de sa surface relativement petite, qui ne permet pas toujours de l'intersecter avec le plan de coupe (voir Figure III. 36).

### III.6.2.3. Cas des durées de vie supérieures à $10^9$ cycles

Dans cette plage de durée de vie particulièrement élevée, la taille de la zone rugueuse augmente de façon exponentielle. Lors de coupes longitudinales, il est donc plus facile d'intercepter cette zone sur le plan d'observation. La Figure III. 47 montre par exemple une coupe longitudinale sur le CMSX-4 pré-oxydé à 1000°C pendant 50 heures, où la zone rugueuse autour du pore d'amorçage rencontre le plan de coupe. Les fissures fatales dans les éprouvettes pré-oxydées ayant amorcé à partir d'un pore de fonderie interne, ces éprouvettes sont soumises à des mécanismes d'amorçage identiques à celles « standards ». Sur cette figure, une microstructure ayant perdu le caractère γ/γ' est observée proche de la surface de rupture et rappelle la microstructure très déformée observée autour du site d'amorçage à

des plus faibles durées de vie (zone entourée en rose sur la Figure III. 38(a)). Cette zone, épaisse de quelques micromètres, est continue sous la zone rugueuse observée directement sur le faciès de rupture (Figure III. 47(a)). La déformation de cette microstructure apparaît suivant les plans {111}. Cette région très déformée s'accompagne d'une rotation du réseau cristallin et de bandes de glissement (Figure III. 47(c)) ainsi que de particules blanches (Figure III. 47(d)). Sortis de la zone rugueuse, ce type de microstructure n'est plus observé.

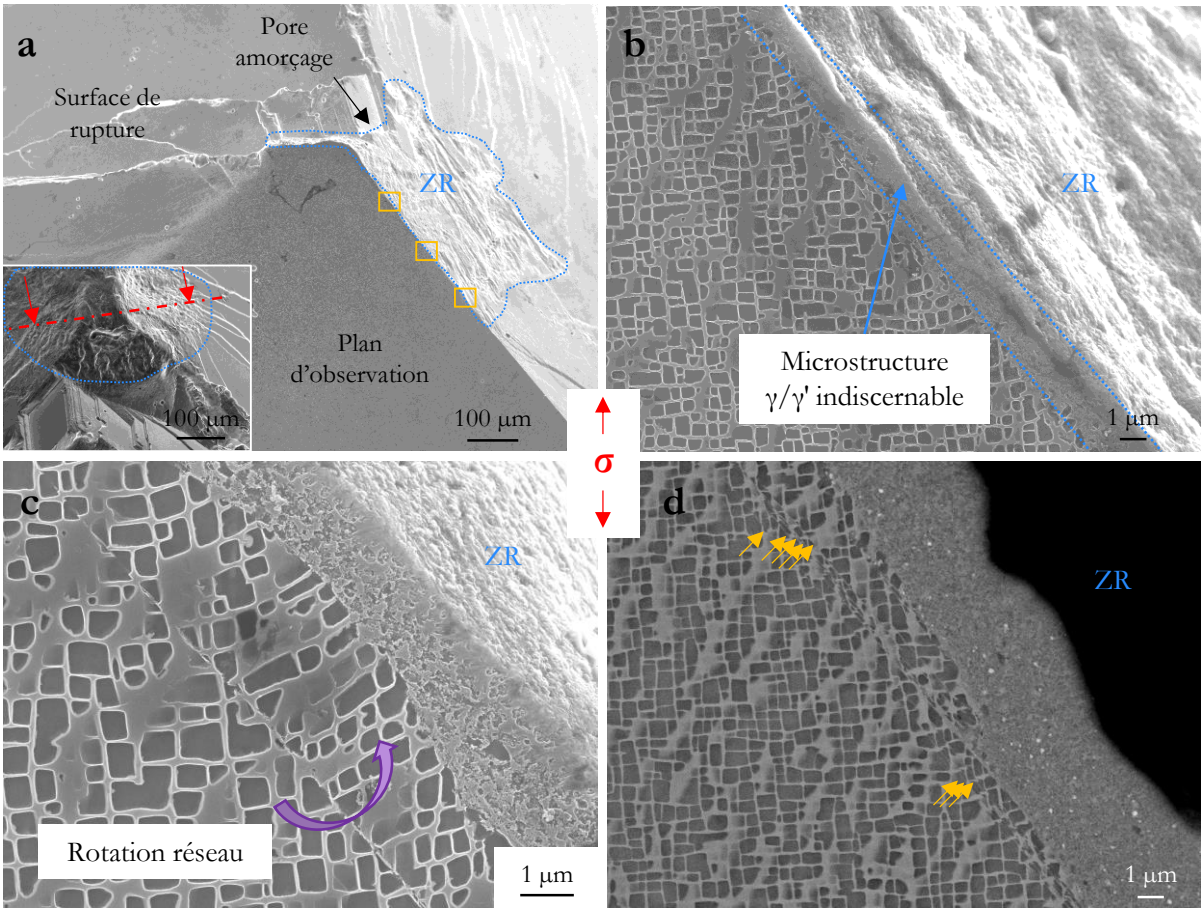


Figure III. 47 – Coupe longitudinale d'une éprouvette en CMSX-4 pré-oxydée à 1000°C pendant 50 heures et testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 156 MPa, $N_f$ = 1.72 × $10^9$ cycles : vue générale de la coupe montrant la zone d'amorçage. La vignette présente un agrandissement du pore d'amorçage directement sur le faciès de rupture, et le plan de coupe (a) ; microstructure déformée dans la zone rugueuse (carré orange haut) (b) ; microstructure déformée et rotation du réseau cristallin dans la zone rugueuse (carré orange intermédiaire) (c) ; bandes de glissement et particules blanches dans la zone déformée (carré orange bas) (BSE) (d). Observations réalisées après attaque de la phase γ'.

La zone rugueuse, typiquement observée sur les faciès d'éprouvettes compactées et/ou sur les grandes durées de vie, est donc la signature d'une zone d'activité plastique intense, comme autour des sites d'amorçage. Déjà explicité dans la partie précédente (III.6.2.1), la formation de cette zone rugueuse fait bien partie intégrante du processus d'amorçage et de micro-propagation de la fissure en VHCF à 1000°C.

Ce processus a également été observé sur une éprouvette en MAR-M200+Hf rompue après plus de 2 × $10^9$ cycles. La Figure III. 48(a) présente la coupe longitudinale de cette éprouvette ayant intercepté le

pore d'amorçage. Le long du pore, la microstructure γ/γ' n'a plus sa forme typique, et le contraste n'est pas le même comparativement au cœur de l'éprouvette (voir agrandissement de la Figure III. 38(a)). Avec une épaisseur d'environ 2 µm, cette zone est identique à la zone observée sur le CMSX-4 en Figure III. 47, ainsi qu'aux coupes longitudinales précédentes. Cette zone n'est pas correctement indexée par le logiciel d'acquisition, et juste en-dessous, le réseau cristallin a légèrement tourné (voir Figure III. 49(a) et (b)). Quelques grains recristallisés, en contact avec la surface de rupture sont également détectés. Sur cette zone, de nombreuses particules blanches sont visibles. Ces particules ont une taille trop petite, avoisinant le pas de caractérisation, pour pouvoir être indexées correctement.

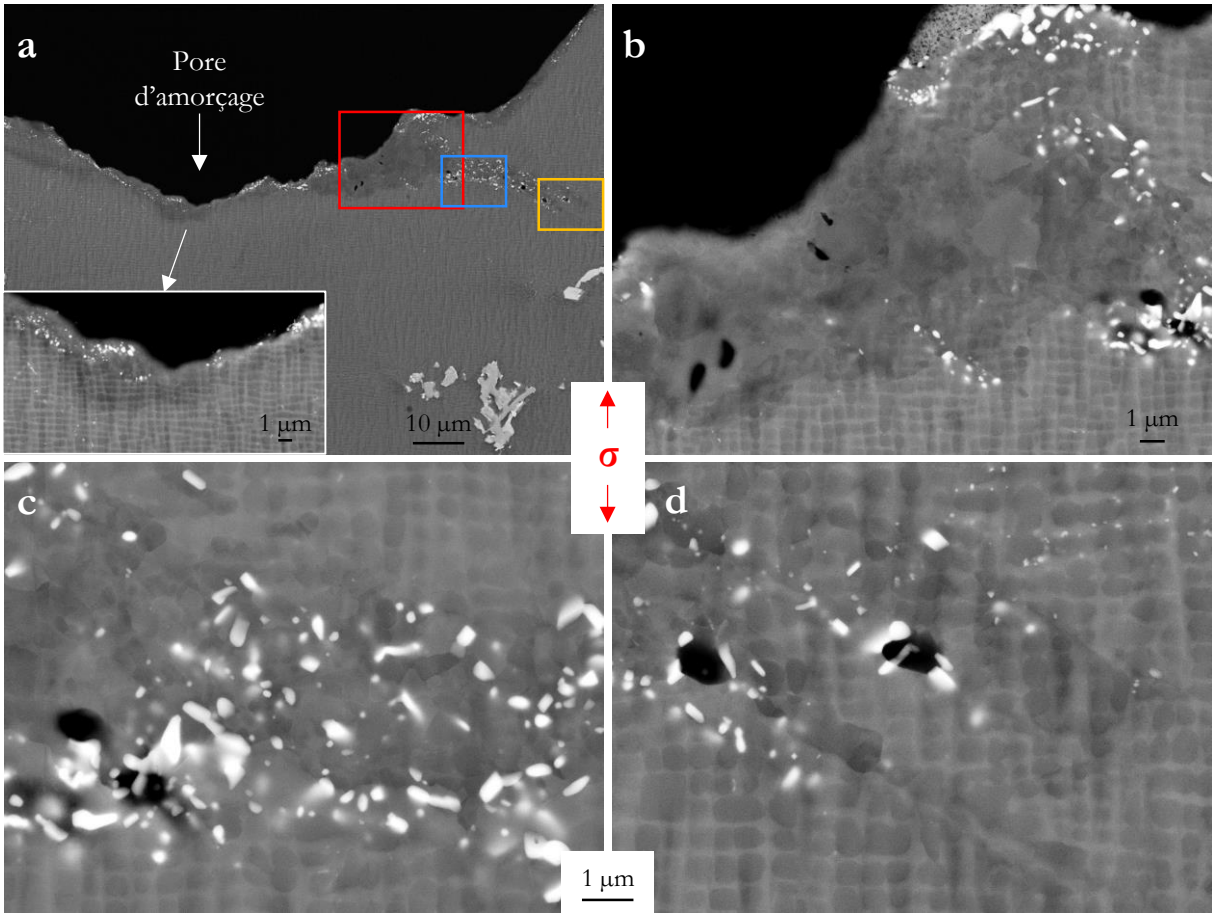


Figure III. 48 – Coupe longitudinale d'une éprouvette en MAR-M200+Hf testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 143 MPa, $N_f$ = 2.36 × $10^9$ cycles : vue générale de la coupe montrant le pore d'amorçage et la région déformée (a) ; agrandissement du rectangle rouge : grains recristallisés et bandes de glissement (b) ; agrandissement du rectangle bleu : particules blanches sur zone déformée, cavitations (c) ; agrandissement du rectangle orange : la pointe de la zone déformée est constituée de bandes de glissement où des particules blanches sont ségrégées (d). Observations réalisées après polissage à l'OP-S, sans attaque chimique, en mode BSE.

Jusqu'ici, les différentes coupes longitudinales présentées ont fait état de la zone rugueuse post-mortem, sans que son processus de formation ne puisse être formellement identifié. En effet, après rupture, cette zone rugueuse est directement sur la surface de rupture. Sa faible épaisseur (≤ 5 µm) ne donne que peu d'informations en subsurface sur les plans de coupe. La Figure III. 48 de l'éprouvette en MAR-M200+Hf est pour cela une véritable « mine d'or », révélant de nombreuses informations sur la

formation de cette zone rugueuse. Encadrée par plusieurs rectangles de couleur sur la Figure III. 48(a), une zone avec un contraste différent peut être observée à partir du pore d'amorçage et pénétrant dans le volume. Les différents agrandissements en Figure III. 48(b), (c) et (d) montrent une zone déformée identique à ce qui peut être observé en contact avec le pore d'amorçage. En effet, une microstructure typique peu reconnaissable, avec des grains recristallisés et des cellules de désorientations cristallines locales, est identifiée (voir cartographies EBSD dans la Figure III. 49). Des bandes de glissement, où des particules blanches ont précipité, sont en bout de cette zone. Sans la rupture de l'éprouvette, il semble que cette zone aurait continué à se propager dans le volume de l'éprouvette. Il est également intéressant d'observer que la région est extrêmement localisée, et se propage suivant les plans {111}. L'hypothèse retenue est que cette zone est caractéristique de la formation de la zone rugueuse, pendant l'essai, sur un plan de glissement moins favorable que celui ayant conduit à la rupture.

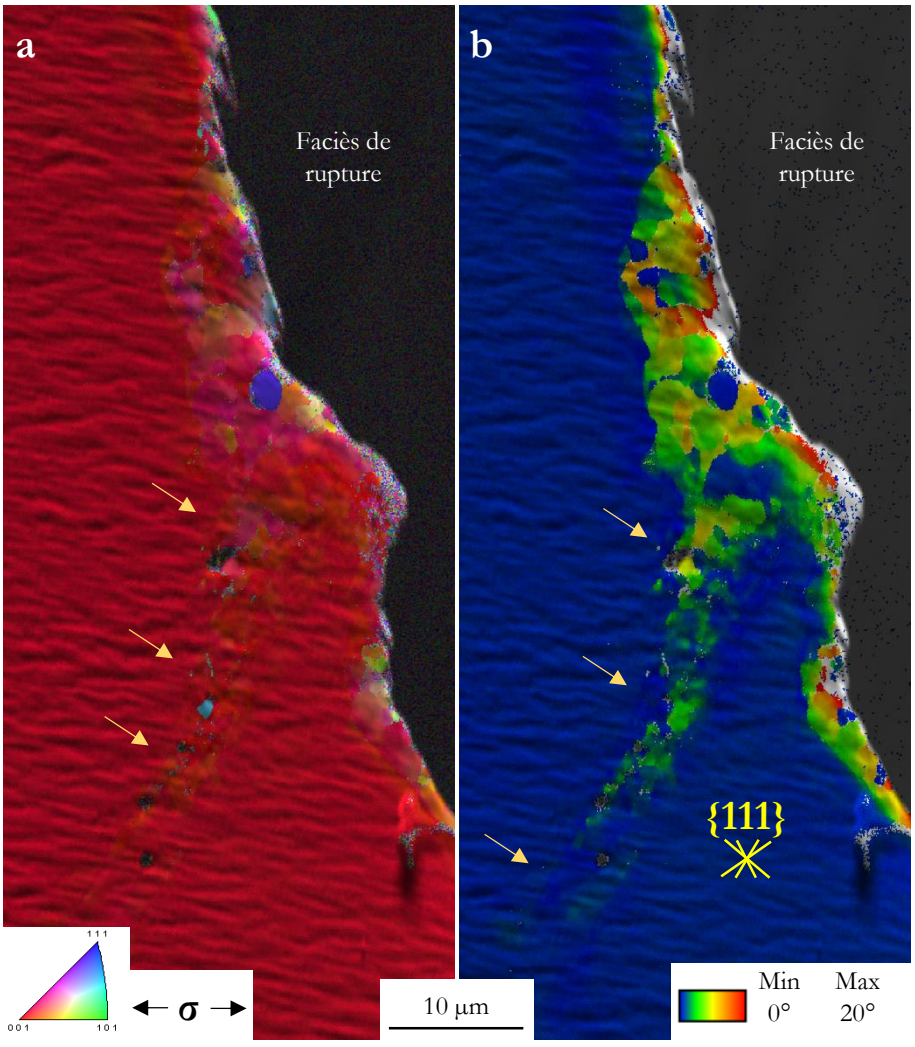


Figure III. 49– Cartographies superposées à la FSD d'une éprouvette en MAR-M200+Hf testeé à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 143 MPa, $N_f$ = 2.36 × $10^9$ cycles : orientation cristallographique. La carte est codée selon l'axe de chargement de l'éprouvette (a) ; GROD (max 20°) (b). Les flèches jaunes indiquent la zone rugueuse en cours de formation.

Lors de grandes durées de vie (> $10^9$ cycles), les particules blanches sont observées sur plusieurs alliages de compositions chimiques différentes. Les phases TCP habituellement observées sont riches en éléments lourds tels que le rhénium (Giamei et Anton, 1985; Pollock, 1995) et le tungstène (Pessah *et al.*, 1992; Simonetti et Caron, 1998). Dans ce cas, ces phases ne peuvent être riches en rhénium, puisqu'elles précipitent également dans le MAR-M200+Hf, qui ne contient pas cet élément. Malgré leur petite taille, des analyses EDS ont été effectuées sur la zone déformée du MAR-M200+Hf présenté ci-dessus (voir micrographies de la Figure III. 50). La zone déformée ne montre aucun enrichissement en hafnium, principal contributeur à la formation de carbures dans le MAR-M200+Hf, ce qui permet de confirmer que ces particules ne sont, à priori, pas des carbures dans cet alliage. D'après la cartographie EDS, il semble que cette zone soit enrichie principalement en chrome et en tungstène, au détriment des éléments Al, Ni et Ti, ce qui indique que ces particules seraient plutôt des phases TCP (Pessah *et al.*, 1992; Simonetti et Caron, 1998).

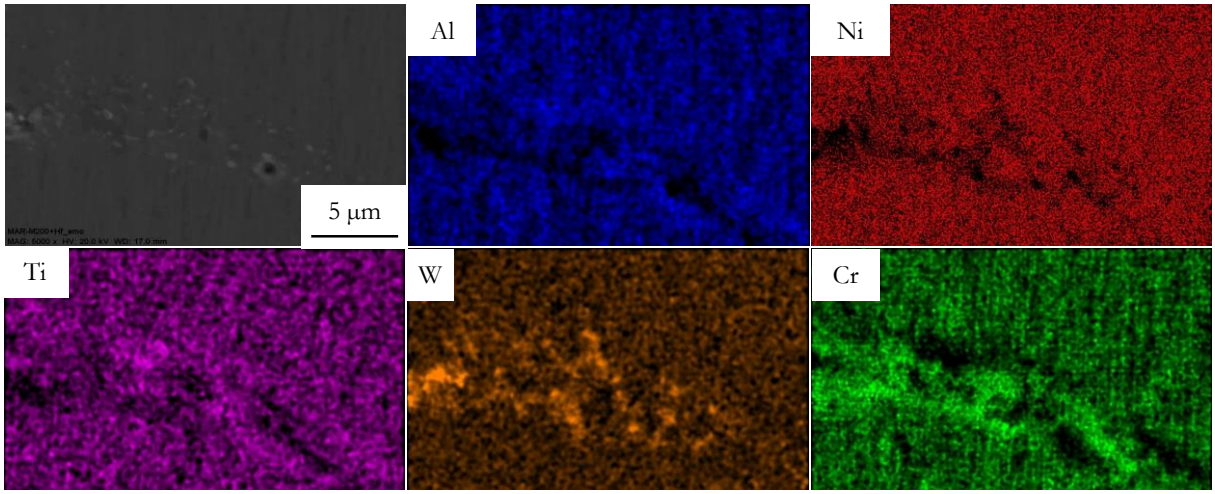


Figure III. 50 – Analyses EDS de la zone recristallisée avec précipitation de phases TCP dans une éprouvette en MAR-M200+Hf testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 143 MPa, $N_f = 2.36 \times 10^9$ cycles.

Généralement, il est considéré qu'une densité de dislocations importante permet de faire diffuser plus rapidement des éléments chimiques par un mécanisme de « pipe diffusion ». Par la méthode de la sonde atomique tomographique (APT), Kontis et *al.* ont montré que les dislocations étaient un puit à éléments tels que le chrome et le cobalt dans le superalliage IN792 et le superalliage base Ni monogranulaire MC2 (Kontis *et al.*, 2018b). Ce mécanisme de diffusion conduit localement à un enrichissement en chrome et en cobalt. En contrepartie, autour de ces solutés un appauvrissement dans la teneur de ces éléments est observé dans la matrice. Cet appauvrissement conduit dans l'IN792 a une augmentation de la solubilité du nickel dans la matrice, et à une dissolution des précipités γ'.

Au cours de la phase d'amorçage dans le régime VHCF, les zones conduisant à la formation de la zone rugueuse contiennent une très haute densité de dislocations sous forme de bandes de glissement. Il est donc fortement probable qu'à ce niveau de déformation très élevée, le mécanisme de « pipe diffusion » opère et conduise localement à une ségrégation d'éléments tels que le chrome et le tungstène pour le

MAR-M200+Hf (voir Figure III. 50). Dans le CMSX-4, et sûrement le CMSX-4 Plus, les analyses EDS de faciès d'éprouvettes présentées en Figure III. 22 ont montré que les particules TCP étaient enrichies en rhénium. A 1000°C, cette ségrégation conduit à la précipitation de phases TCP sur les bandes de glissement contenant une densité élevée de dislocations, de par une modification de la chimie locale. Afin de confirmer cette hypothèse, il serait fortement intéressant de prélever des échantillons pour analyses en sonde tomographique atomique au niveau de bandes de glissement et dans la zone très déformée, afin d'observer une possible haute concentration de ces éléments.

#### III.6.2.4. Scénario d'amorçage de fissure en fatigue pure proposé

A partir des observations réalisées dans les deux sous parties précédentes, un scénario peut être établi afin de décrire le mécanisme d'amorçage survenant dans le régime de fatigue à très grand nombre de cycles, haute température et R = -1. Ce scénario est schématisé dans la Figure III. 51.

Initialement, avant sollicitation, les pièces élaborées en superalliage base Ni monogranulaire ont une microstructure γ/γ' avec une morphologie standard ou dégradée (pour rappel la dégradation de la microstructure n'influe pas sur les propriétés macroscopiques en VHCF de ces alliages à R = -1, voir section III.2.4). Les pores de fonderie, de par leur morphologie complexe, sont les concentrateurs de contrainte les plus critiques dans ce type d'alliage (Figure III. 51(a)).

Lorsque le cyclage mécanique est appliqué, l'orientation cristallographique du grain et le champ de contrainte local au niveau d'une zone de concentration de contrainte (pore) favorisent les systèmes de glissement les plus favorablement orientés. De nombreuses bandes de glissement sont générées et s'accumulent. La très haute fréquence de l'essai empêche l'homogénéisation de la déformation par le phénomène de montée de dislocations ou de contournement des précipités. Des bandes s'accumulent également moins facilement sur d'autres zones du pore, à cause de systèmes de glissement moins favorablement orientés (Figure III. 51(b)).

L'accumulation de dislocations le long de bandes de glissement dans une zone très localisée conduit à la forte déformation des précipités qui perdent alors leur morphologie cuboïdale caractéristique. La distorsion de la structure cristallographique dans cette zone dégrade les propriétés mécaniques locales. Une rotation locale du réseau cristallin dans le voisinage de cette zone se produit afin d'accommoder la déformation plastique. Suivant la composition chimique de l'alliage, un début de restauration par la formation de cellules de désorientations cristallines (< 15°) et/ou de grains recristallisés (> 15°) monophasés se produit. Les superalliages base Ni monogranulaires n'ayant pas d'éléments chimiques renforçant les joints de grains, ces nouveaux grains forment des cavités au niveau de leurs joints. Par la perte des propriétés mécaniques locales, de nouvelles bandes de glissement s'accumulent et grossissent la zone déformée. Cette zone très déformée et la zone où des bandes de glissement s'accumulent forment la zone rugueuse (ZR). Lorsque le facteur d'intensité de contrainte de la ZR dépasse le seuil

de propagation de fissures longues, une fissure cristallographique est amorcée et se propage très rapidement sur le système de glissement le plus favorable, conduisant à la rupture de l'éprouvette (Figure III. 51(c)).

La forte densité locale de dislocations conduit également à la ségrégation d'éléments chimiques favorisant la précipitation de phases intermétalliques de type TCP via un mécanisme de « pipe diffusion » dans la zone déformée et sur les bandes de glissement. Ces phases TCP sont plus facilement observables lorsque la durée de vie des pièces dépasse $10^9$ cycles, où les contraintes appliquées sont faibles et la cinétique de formation de la ZR est lente. Dans ce domaine de très longues durées de vie, la fissure conduisant à la rupture de la pièce peut également amorcer à partir d'un autre défaut qu'un pore de fonderie (Figure III. 51(d)).

Cette première approche simplifiée du mécanisme d'amorçage en fatigue pure permet de relier les observations micrographiques réalisées avec les différents résultats de durée de vie et les faciès observés. Néanmoins, certains points restent à éclaircir, notamment sur la chimie locale dans la zone rugueuse, dans la zone très déformée et autour des bandes de glissement. La composition chimique des grains monophasés observés dans différents superalliages base Ni monogranulaires doit être étudiée afin de voir si la ségrégation d'éléments chimiques et la précipitation de phases TCP a un impact sur leur chimie. L'étude dans ce régime gigacyclique (> $10^9$ cycles) d'alliages moins propices à la précipitation de phases TCP tels que l'AM1 pourrait également permettre de mieux évaluer le rôle de la ségrégation d'éléments chimiques sur le mécanisme d'amorçage.

Enfin, malgré la faible sensibilité de la durée de vie à la chimie et à la microstructure de l'alliage à R = -1, il est possible que ces paramètres aient un rôle l'échelle microscopique. En effet, le mécanisme de déformation primaire est le cisaillement des précipités par les nombreuses dislocations contenues dans des bandes de glissement. Certains éléments chimiques tels que le tantale sont ajoutés dans la composition afin de rendre difficile le cisaillement des précipités, et ainsi augmenter la durée de vie en fatigue (Brundidge, 2011). Ainsi, l'étude des mécanismes de déformation à l'échelle de la dislocation à l'aide d'un microscope électronique à transmission permettrait également de répondre à ces questions.

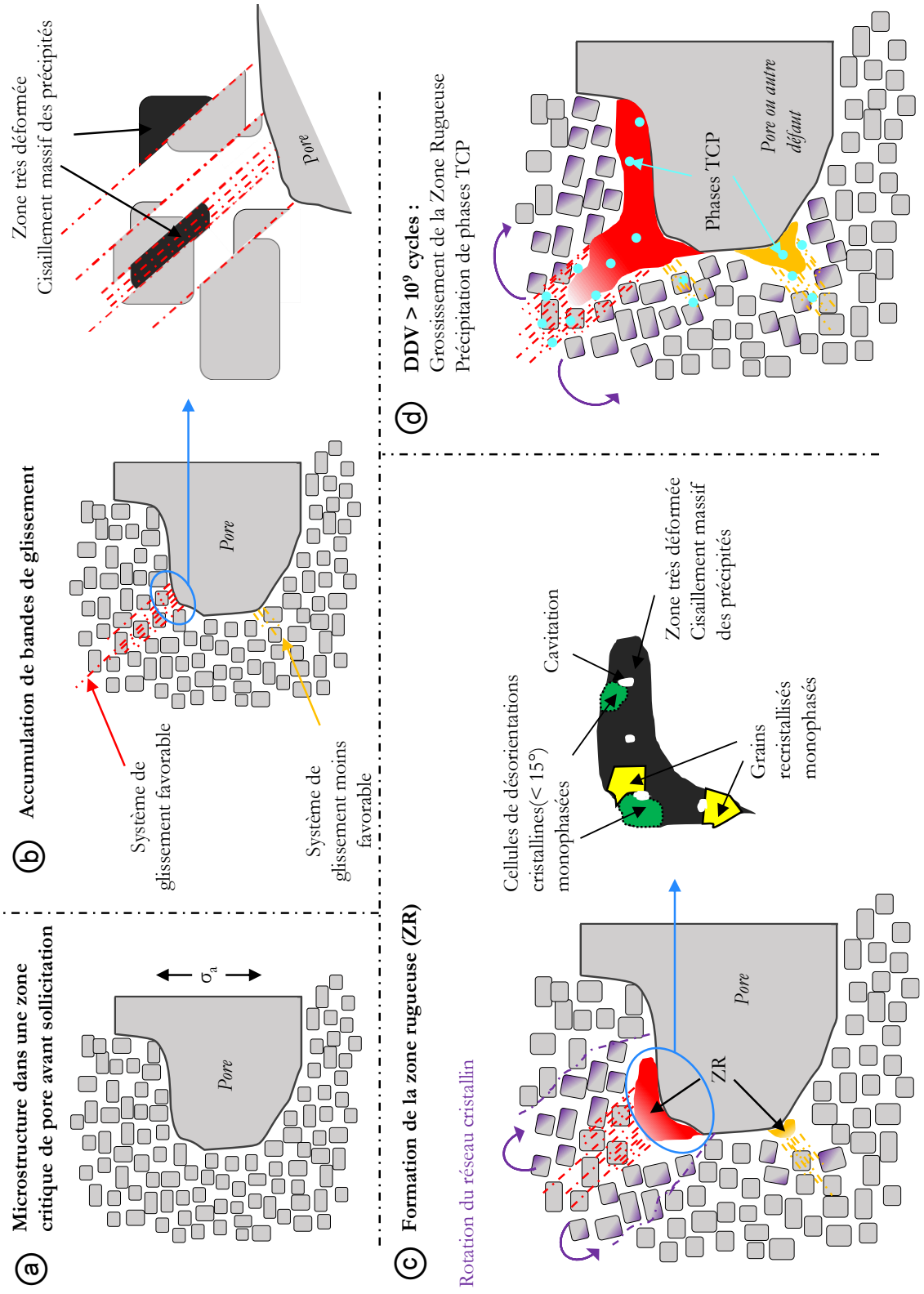


Figure III. 51 – Schéma du principe du mécanisme d'amorçage de fissure lors d'essais VHCF à haute fréquence et haute température dans les superalliages base Ni monogranulaires et à grains colonnaires.

### III.6.3. Impact de l'environnement

Lorsque la durée de vie est supérieure à $10^9$ cycles, la rupture des éprouvettes ne contenant pas de pores de fonderie est provoquée par des fissures en mode I amorcées depuis la surface. Lorsque la contrainte alternée appliquée est faible, la cinétique de formation de la zone rugueuse autour de défauts relativement peu critiques par rapport aux pores est lente. L'oxydation, par la durée de l'essai et l'accumulation de cycles, conduit à la rupture des éprouvettes en assistant ces fissures en mode I amorcées depuis la surface.

Afin d'observer au plus près le couplage entre oxydation et fatigue cyclique, la pointe de la fissure secondaire de l'éprouvette en AM1 compactée présentée en Figure III. 27 a été polie avec une solution de silice colloïdale (OP-S), puis caractérisée par EBSD. Les cartographies de la Figure III. 52 (a) et (b) montrent un grain recristallisé, ressemblant fortement à ceux observés dans la zone rugueuse d'éprouvettes en CMSX-4 Plus et en MAR-M200+Hf. Etonnamment, ce grain a une orientation primaire ⟨001⟩ proche du monograin initial, ce qui ne permet pas de l'observer avec un code couleur suivant la direction de chargement. L'orientation cristallographique a été codée par rapport à la direction D (Figure III. 52(b)) afin de le mettre en évidence. Ce grain est la trace d'une déformation plastique locale très élevée au niveau de la pointe de fissure nouvellement formée. Une importante désorientation du réseau cristallin est déterminée au niveau de la pointe de fissure « macroscopique » – zone où la couche oxydée est développée – et au niveau de la pointe de fissure nouvellement formée. Ces zones de désorientation s'étendent dans le volume de l'éprouvette en suivant une forme de « V ». Les deux plans limitant cette zone sont des plans {111} (voir traces de plans {111} sur la Figure III. 53 (b)).

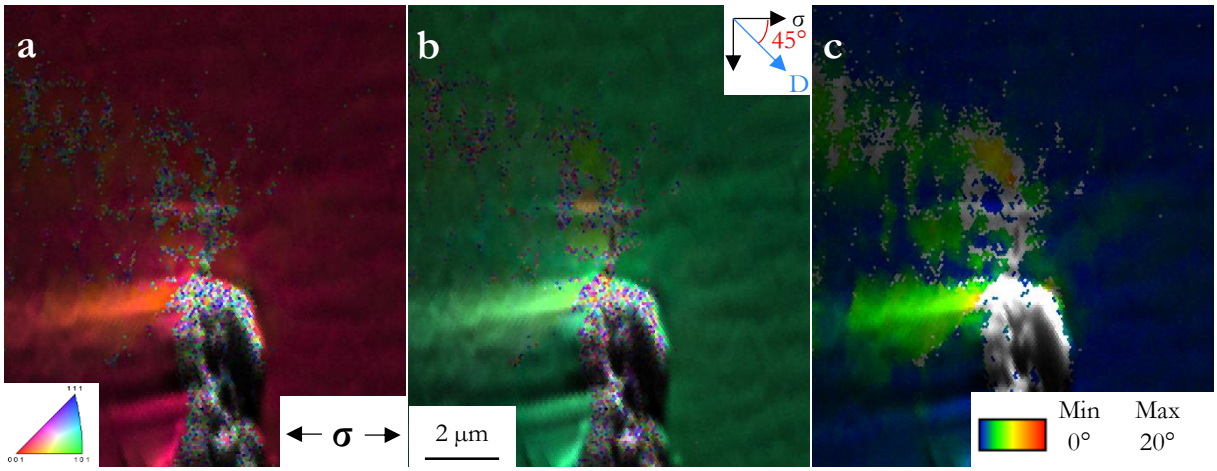


Figure III. 52 – Cartographies superposées à la FSD de l'éprouvette en AM1 compactée et testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, à $\sigma_a$ = 179 MPa, $N_f$ = 5.32 × $10^9$ cycles. Pointe de fissure secondaire amorcée depuis la surface : orientation cristallographique. La carte est codée selon l'axe de chargement de l'éprouvette (a) ; orientation cristallographique. La carte est codée selon la direction D (b) ; GROD (max 20°) (c).

Dans ce cas, il est possible que la recristallisation soit favorisée par le début de la diffusion des atomes d'aluminium, prompts à réagir avec l'oxygène. Une cartographie EBSD à mi-longueur du chemin de fissuration depuis la surface n'a pas permis d'observer d'autres grains recristallisés (voir Figure III.

53(c)). Il est possible que l'épaississement de la couche oxydée et de la zone de dépletion « mange » ces grains formés lors du passage de la pointe de fissure. Néanmoins, l'absence de grains recristallisés a également été constatée sur d'autres pointes de fissures secondaires plus courtes que celle cartographiée ici. Ces grains doivent donc se former uniquement lorsque la fissure atteint une longueur critique, et de manière très localisée, ne permettant pas de les observer sur chaque coupe longitudinale.

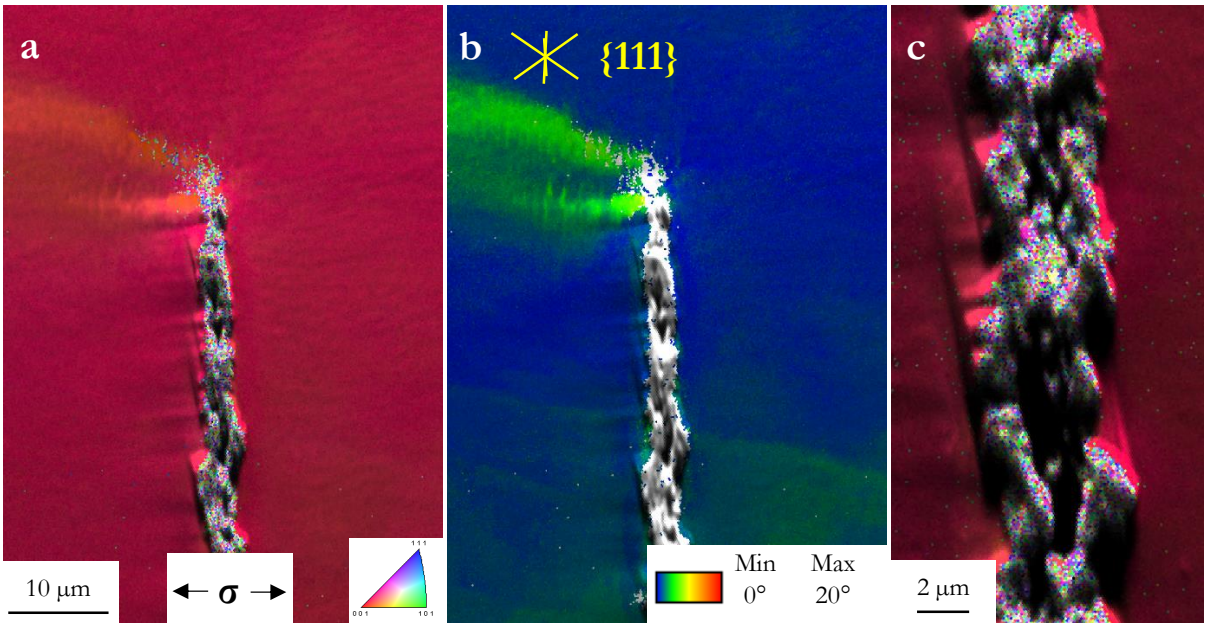


Figure III. 53– Cartographies superposées à la FSD d'une éprouvette en AM1 compactée et testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, à $\sigma_a$ = 179 MPa, $N_f$ = 5.32 × $10^9$ cycles : pointe de fissure secondaire amorcée depuis la surface, avec une focalisation sur l'orientation cristallographique (a) ; et GROD (max 20°) (b). Cartographie superposée à la FSD sur le milieu de la fissure en (c). Les cartes d'orientation (a) et (c) son codées selon l'axe de chargement de l'éprouvette.

Après polissage avec une solution de silice colloïdale, cette coupe a également été observée au MEB-FEG en mode électrons rétrodiffusés (BSE) sans attaque chimique (Figure III. 54). Des contrastes différents autour de la pointe de fissure sont visibles, et sont situés au niveau de la zone où la microstructure a tourné par rapport à son orientation initiale. Dans les couloirs de la matrice, un contraste blanc et dense est noté. La coupe longitudinale et le polissage semblent être parallèles à un plan cristallographique, permettant de faire ressortir le contraste des dislocations comme avec la méthode Electron Channelling Contrast Imaging (ECCI) (Zaefferer et Elhami, 2014). Au niveau de la pointe nouvellement formée, ce contraste blanc, qui atteste de la présence de dislocations, est retrouvé dans les précipités et est orienté parallèle aux traces des plans de glissement {111}. Ce contraste est retrouvé plus dense à gauche de la fissure qu'à droite. L'orientation cristallographique du monograin et le champ de contrainte induit par la pointe de fissures favorisent ces systèmes de glissement, plutôt que ceux retrouvés à droite de la pointe. Ce type de déformation plastique est assimilable à celui observé lors de la fatigue pure, montrant ainsi qu'à partir d'une longueur critique, les fissures assistées par l'oxydation deviennent des défauts critiques en fatigue tels que les autres défauts.

Le grain, identifié lors des caractérisations EBSD, semble être collé à un deuxième petit grain. Leur taille (~500 nm) les rend difficiles à détecter, le pas minimum de caractérisation utilisé ayant été de 80 nm. Ces grains sont monophasés, sans que la phase (γ ou γ') ne soit connue. Sur la Figure III. 54(b), il semble qu'un autre grain, ou tout au moins une cellule de désorientation cristalline, soit présente en pointe de fissure. La fissure ne traverse pas la cellule, et suit plutôt les sous-joints de grains.

Enfin, sur cette coupe, aucune trace de déformation plastique attestant de la formation d'une zone rugueuse n'a été observée dans le volume de l'éprouvette. Les défauts critiques étant peu nombreux après un traitement de compaction isostatique à chaud, il est statistiquement très peu probable de pouvoir retrouver une zone de ce type, qui doit néanmoins exister. Il serait particulièrement intéressant de sonder le volume entier d'une de ces éprouvettes afin de révéler l'existence d'une zone rugueuse en cours de formation, et d'en quantifier sa taille.

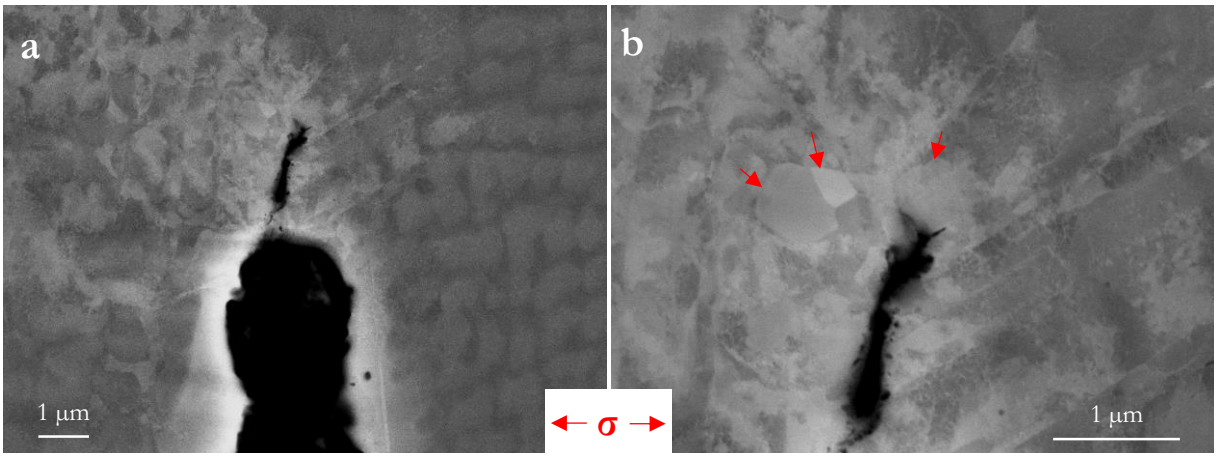


Figure III. 54 – Coupe longitudinale d'une éprouvette en AM1 compactée et testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, à $\sigma_a$ = 179 MPa, $N_f = 5.32 \times 10^9$ cycles : vue générale sur la pointe de fissure secondaire (a) ; agrandissement sur la pointe de fissure récemment formée avec grains recristallisés et cellules désorientées (flèches rouges) (b). Observations en mode BSE après polissage à l'OP-S, sans attaque chimique.

La formation de grains monophasés recristallisés a également été obtenue dans de nombreuses éprouvettes de MAR-M200+Hf et de DS200+Hf (voir cartographies de la Figure III. 55). D'après la Figure III. 56, ces grains ou sous-joints se forment dans la zone de dépletion en phase γ' autour de la couche oxydée. Certains sous-joints semblent suivre la direction des traces des plans {111}. Aucune désorientation du réseau n'a été relevée autour de ces zones, ou se propageant dans le volume, comme montré dans l'éprouvette en AM1 compactée. Des grains sont également indexés dans la couche oxydée, ce qui indique que cette dernière a bien une structure cristallographique de type CFC. Ce type de grain dans la zone de dépletion n'a pas été relevé après des essais de fluage et LCF à 900°C dans la thèse de Mataveli Suave (Mataveli Suave, 2017). Dans son étude, aucune caractérisation EBSD autour de fissures assistées par l'oxydation n'a été conduite. Il n'est donc pas possible de conclure si la formation de ces grains dans cette zone particulière est due à la sollicitation en fatigue ou aux contraintes de croissance des oxydes dans la fissure. Il est en effet possible que la Figure III. 55 (b) mette en

évidence la relaxation de contraintes de compression induites par la formation des oxydes en pointe de fissure.

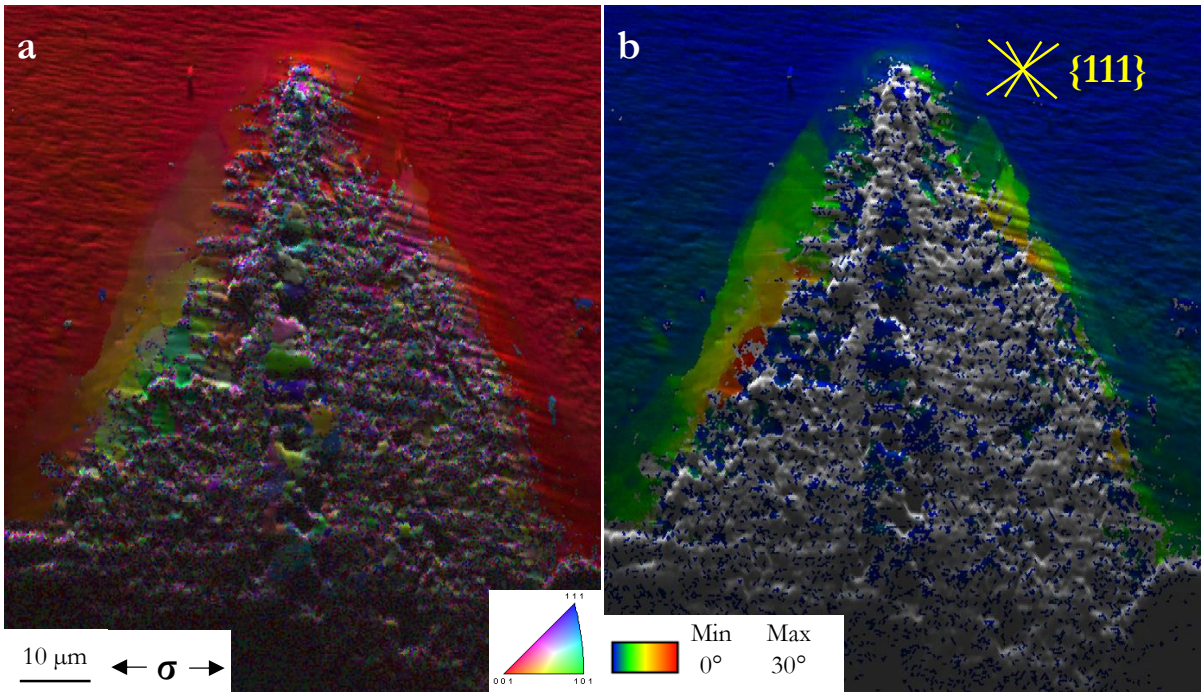


Figure III. 55– Cartographies superposées à la FSD sur une fissure secondaire amorcée depuis la surface d'une éprouvette en MAR-M200+Hf testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 143 MPa, $N_f$ = 2.36 × $10^9$ cycles : orientation cristallographique. La carte est codée selon l'axe de chargement de l'éprouvette (a) ; GROD (max 30°) (b).

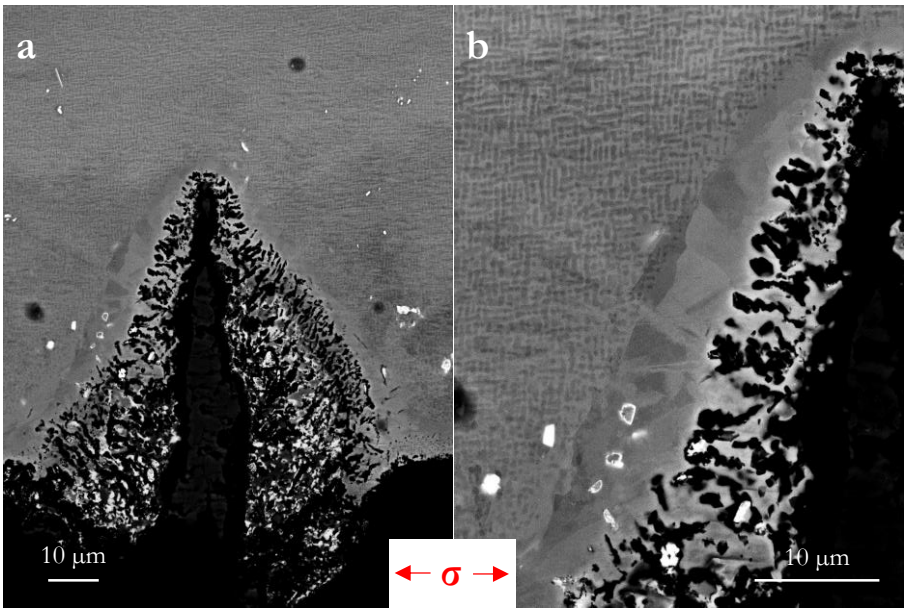


Figure III. 56 – Fissure amorcée depuis la surface et assistée par l'oxydation dans une éprouvette en MAR-M200+Hf testée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 143 MPa, $N_f$ = 2.36 × $10^9$ cycles (a) ; agrandissement sur les cellules désorientées (b). Observations réalisées en mode BSE après polissage à l'OP-S, sans attaque chimique.

## III.7. Bilan

Ce chapitre regroupe le travail effectué afin de comprendre les propriétés en fatigue à très grand nombre de cycles et à haute température des superalliages base nickel monogranulaires et à grains colonnaires. Le nombre important d'essais effectués et d'alliages testés permettent de renforcer la discussion et les principales conclusions tirées et synthétisées ci-dessous.

En fatigue pure, le procédé d'élaboration, à travers son influence sur la présence de pores de fonderie et leur taille, est le facteur d'ordre un contrôlant la durée de vie en fatigue à 1000°C et 20 kHz entre $10^6$ et $10^9$ cycles. Quel que soit l'alliage contenant des pores de fonderie testé, l'amorçage intervient à partir d'un de ces pores internes. Les propriétés VHCF en fatigue pure (R = -1) sont peu sensibles à la microstructure et à la présence d'autres défauts (eutectiques, carbures). A de grandes durées de vie (> $10^9$ cycles), les pores de fonderie ne semblent plus être les défauts critiques, laissant la place à d'autres sites d'amorçage tels que les eutectiques. Lorsque la taille des pores de fonderie est réduite (procédé LMC) ou lorsque les pores de fonderie sont refermés (CIC) la durée de vie en fatigue est améliorée par un facteur 10 ou 20, respectivement. Sur ces alliages ayant reçu un traitement de compaction isostatique à chaud (CIC), l'amorçage de la fissure conduisant à la rupture a alors pour origine d'autres défauts tels que les eutectiques. Un impact de l'oxydation a également été observé lors d'essais à très grandes durées de vie. Une compétition entre la fissuration depuis la surface, assistée par l'oxydation, et la déformation plastique cyclique confinée autour de zones de concentration de contrainte a été mise en évidence. Ces principales conclusions à R = -1 sont schématisées dans la Figure III. 57.

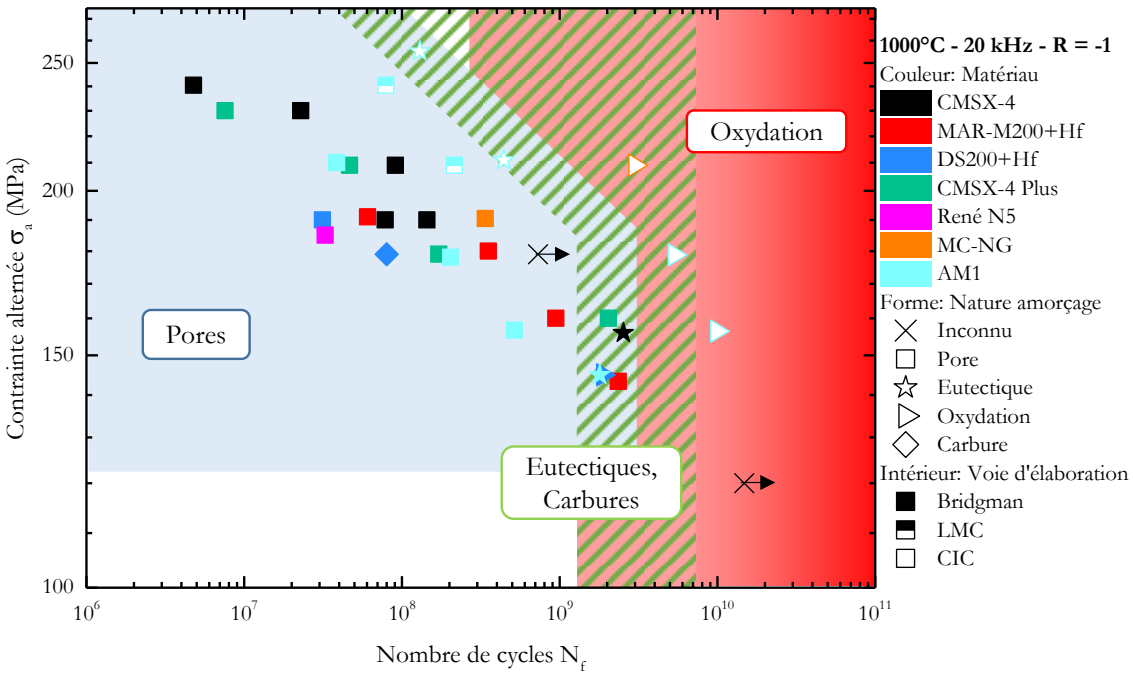


Figure III. 57 – Bilan de l'influence des singularités métallurgiques et de l'impact de l'oxydation sur le mode de rupture et la durée de vie des superalliages base nickel monogranulaires à 1000°C, 20 kHz et R = -1.

Au cours de ces travaux, une attention particulière a également été portée sur l'influence du fluage au cours d'essais à fort rapport de charge sur la durée de vie dans le régime gigacyclique. Le fluage contrôle le début de l'endommagement, et par conséquent la durée de vie de ces matériaux entre $10^6$ et $10^9$ cycles, en amorçant et micro-propageant des fissures en mode I depuis les pores contenus dans le volume sollicité. Ainsi, la mise en radeaux de type N des précipités, en favorisant la micro-propagation de ces fissures, diminue la durée de vie de ces composants par rapport à une microstructure cuboïdale classique. Les superalliages base Ni développés pour avoir une meilleure résistance au fluage ont également des durées de vie plus élevées qu'un superalliage standard.

Enfin, un travail minutieux a été réalisé afin de caractériser les mécanismes d'amorçage à haute fréquence et haute température en fatigue pure, jusque-là non développés dans la littérature. Cette caractérisation a été effectuée à partir de coupes longitudinales croisant le site à l'origine de la rupture de différentes éprouvettes. Les observations à l'aide d'un MEB-FEG couplées à des caractérisations EBSD et analyses EDS ont permis de proposer un mécanisme d'amorçage opérant sur ce type de matériaux et dans les conditions testées.

A partir de ces conclusions, des modèles de prédictions semblent primordiaux afin de prendre en compte l'influence de la taille des pores lors de conditions où la fatigue est dominante, et l'influence du fluage à fort rapport de charge. La stratégie de prédiction proposée lors de ces travaux de thèse est discutée dans le chapitre V. L'influence de la fréquence, au travers des phénomènes liés au temps tels que l'oxydation et le fluage, est également nécessaire à évaluer afin de déterminer qualitativement les durées de vie des composants sous leurs fréquences de résonance. Cette étude est détaillée dans le chapitre suivant (chapitre IV).

# CHAPITRE IV

# INFLUENCE DE LA FREQUENCE SUR LES MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT

# Sommaire

**IV.1. Introduction ..... 183**

**IV.2. Modes de rupture et durée de vie entre 0.5 et 70 Hz ..... 183**

IV.2.1. Résultats à 70 Hz ..... 183

IV.2.2. Résultats à 0.5 Hz ..... 187

IV.2.3. Comparaison des trois fréquences étudiées ..... 191

**IV.3. Influence de l'environnement ..... 194**

IV.3.1. Pourquoi comparer le CMSX-4 et le MAR-M200+Hf ? ..... 194

IV.3.2. Caractérisation de la couche oxydée ..... 196

IV.3.3. Compétition entre défauts internes et surface ..... 203

IV.3.4. Endommagement par oxydation : une question de temps ou de nombre de cycles ? ..... 206

**IV.4. Influence du fluage ..... 207**

IV.4.1. Cas des forts rapports de charge ($R \geq 0.8$) ..... 207

IV.4.2. Cas des rapports de charges intermédiaires ($0 \leq R \leq 0.3$) ..... 213

**IV.5. Bilan de l'influence de la fréquence ..... 216**

## IV.1. Introduction

Les tracés de diagrammes de Goodman est une méthodologie conventionnellement utilisée afin de valider la bonne tenue en fatigue à grand nombre de cycles de composants sujets à ce type de sollicitation. Généralement, des machines de fatigue « standardisées » travaillant entre 10 et 100 Hz sont utilisées. Néanmoins, ces fréquences de sollicitation sont éloignées des fréquences d'excitation des aubes de turbine à gaz, comprises entre 1 et 10 kHz. Aussi, l'environnement chaud de ces composants implique des endommagements actifs à haute température et dépendants du temps, tels que l'oxydation et le fluage.

Ce chapitre a donc pour objectif de comparer les résultats d'essais de fatigue conduits à 0.5, 70 et 20000 Hz au cours de cette thèse et d'analyser les endommagements présents suivant les conditions d'essais. Cette analyse permet ainsi de proposer un modèle de prédiction de durée de vie détaillé dans le chapitre V.

Ce travail se décompose en trois parties. La première partie vise à présenter les essais de fatigue conduits à 0.5 et 70 Hz sous différents rapports de charge. Ils sont ensuite compilés avec les résultats de durée de vie à 20 kHz décrits dans le chapitre III, et les tendances sont discutées. La deuxième partie détaille l'influence de l'oxydation sur la durée de vie et le mode de rupture du CMSX-4, en s'appuyant sur des résultats sur d'autres alliages ayant une sensibilité plus élevée à l'oxydation. Enfin, la troisième partie présente l'influence qu'a le fluage sur les résultats de fatigue à rapport de charge positif.

## IV.2. Modes de rupture et durée de vie entre 0.5 et 70 Hz

### IV.2.1. Résultats à 70 Hz

La Figure IV. 1 présente le diagramme de Wöhler du CMSX-4 testé à 1000°C, 70 Hz et sous différents rapports de charge (R = 0.05, R = 0.3 et R = 0.8). La contrainte maximale au cours de l'essai est tracée en fonction du nombre de cycles à rupture. Les conditions d'essais ont été choisies afin d'approcher une durée de vie d'environ $10^7$ cycles, limite d'endurance conventionnellement utilisée pour ce type de matériau.

La Figure IV. 1 montre qu'à R = 0.05, la limite d'endurance à $10^7$ cycles est plus élevée que celle observée à R = 0.8. A R = 0.3, la durée de vie est proche des tendances retrouvées pour le rapport de charge de 0.05. Pour un nombre de cycles à rupture autour de $10^7$ cycles, la limite d'endurance augmente lorsque R tend vers 0. Ces résultats sont concordants avec l'étude de Wright *et al.* réalisée à 59 Hz, 1038°C sur du PWA1484 compacté et revêtu d'une couche de PtAl (Wright *et al.*, 2004).

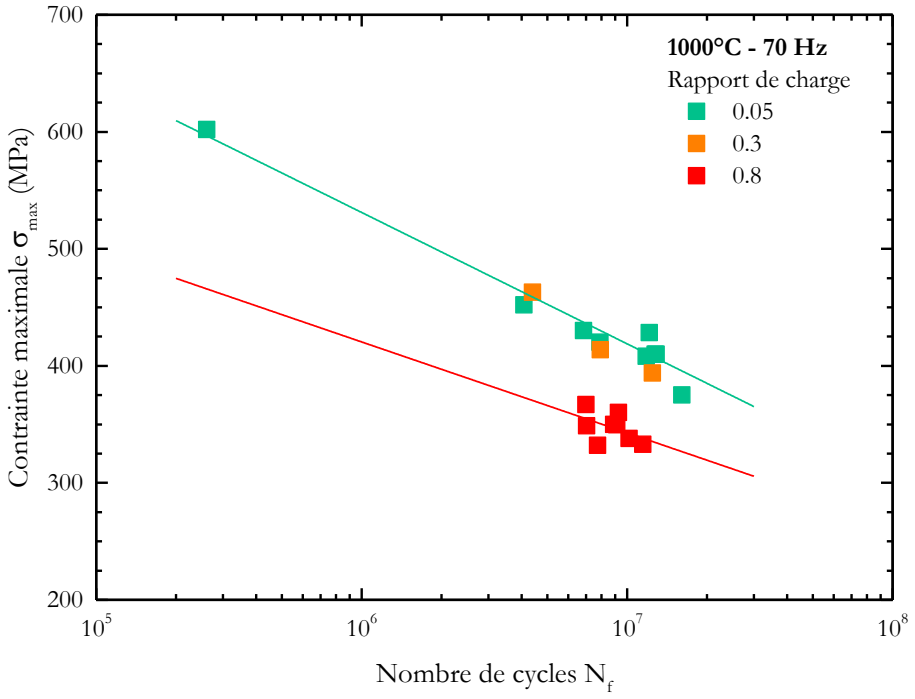


Figure IV. 1 – Diagramme de Wöhler du CMSX-4 à 1000°C, 70 Hz et différents rapports de charge (0.05, 0.3 et 0.8). La contrainte maximale est tracée en fonction du nombre de cycles à rupture.

Les résultats à R = 0.05 montrent peu de dispersion entre 4 × $10^6$ et 1.3 × $10^7$ cycles, la plupart des points se rejoignent sur une courbe de tendance de type puissance entre $10^5$ et $10^7$ cycles environ. Malgré des durées de vie similaires, différents types d'amorçage de fissures fatales ont été observés à R = 0.05 comme le montre la Figure IV. 2. Sur huit éprouvettes ayant une durée de vie comprise entre 4 × $10^6$ et 1.3 × $10^7$ cycles, six ont un faciès proche de celui présenté en Figure IV. 2(a) et (b). L'amorçage de la fissure principale se situe en surface, à partir de la couche oxydée. La présence d'un pore surfacique n'a pas été systématiquement relevée. Des amorçages secondaires à partir de pores subsurfaciques, ou de la couche oxydée en surface, ont aussi été observés dans la majorité de ces cas.

Dans un cas d'éprouvette (cf. Figure IV. 2(c) et (d)), la rupture a été provoquée par l'interaction entre un amorçage de la fissure depuis la surface, et un amorçage interne à partir d'un pore de fonderie. Enfin, un dernier cas (cf. Figure IV. 2(e) et (f)) présente uniquement un amorçage de la fissure principale à partir d'un gros cluster de pores de fonderie en interne. Sur ce faciès, une zone de micro-propagation de la fissure « sous vide » peut être observée, avant que la fissure atteigne la surface de l'éprouvette. Il est intéressant de noter que le site d'amorçage se trouve au centre de cette zone, qui n'a pas une forme circulaire, mais plutôt carrée aux coins arrondis. Ces observations et les implications seront discutées dans la section IV.3.3.

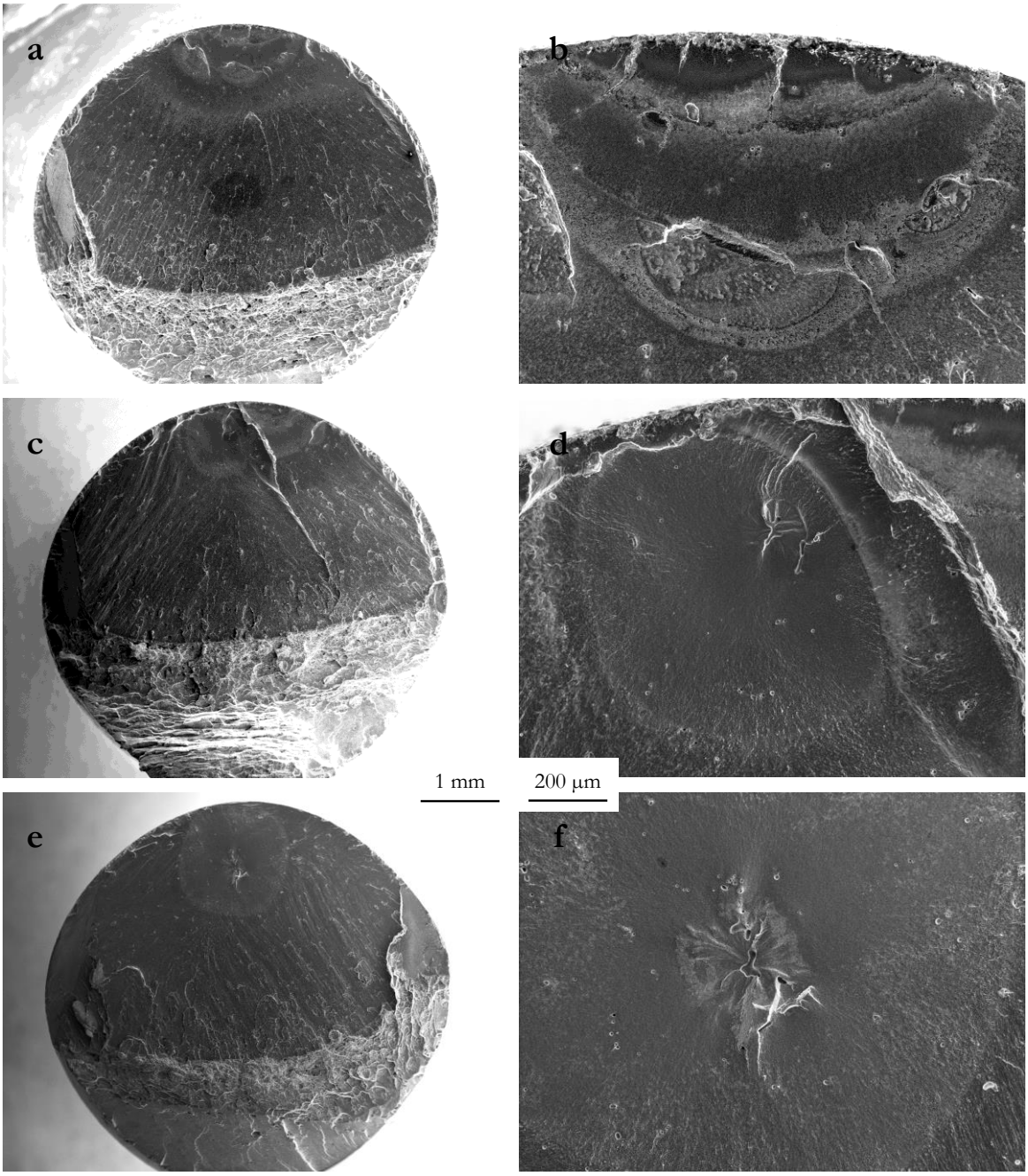


Figure IV. 2 – Faciès de rupture et agrandissement sur la zone d'amorçage principale d'éprouvettes en CMSX-4 sollicitées à 1000°C, 70 Hz et R = 0.05 : amorçage à partir de la surface, $\sigma_{max}$ = 410 MPa et $N_f = 1.27 \times 10^7$ cycles (a-b) ; amorçage en surface et à partir d'un pore en subsurface, $\sigma_{max}$ = 408 MPa et $N_f = 1.18 \times 10^7$ cycles (c-d) ; amorçage en interne à partir d'un pore, $\sigma_{max}$ = 428 MPa et $N_f = 1.21 \times 10^7$ cycles (e-f).

A R = 0.3, aucun amorçage de fissure à partir de la surface n'a été observé sur les trois éprouvettes testées. L'amorçage est interne à partir d'un pore de fonderie dans deux cas (cf. Figure IV. 3(a) et (b)), alors que la troisième rupture est due à une interaction entre un pore interne et un pore subsurfacique oxydé (cf. Figure IV. 3(c) et (d)). Les modes de rupture observés sont proches de ceux obtenus à R = 0.05, néanmoins la surface oxydée semble ne plus être à l'origine de la rupture des éprouvettes.

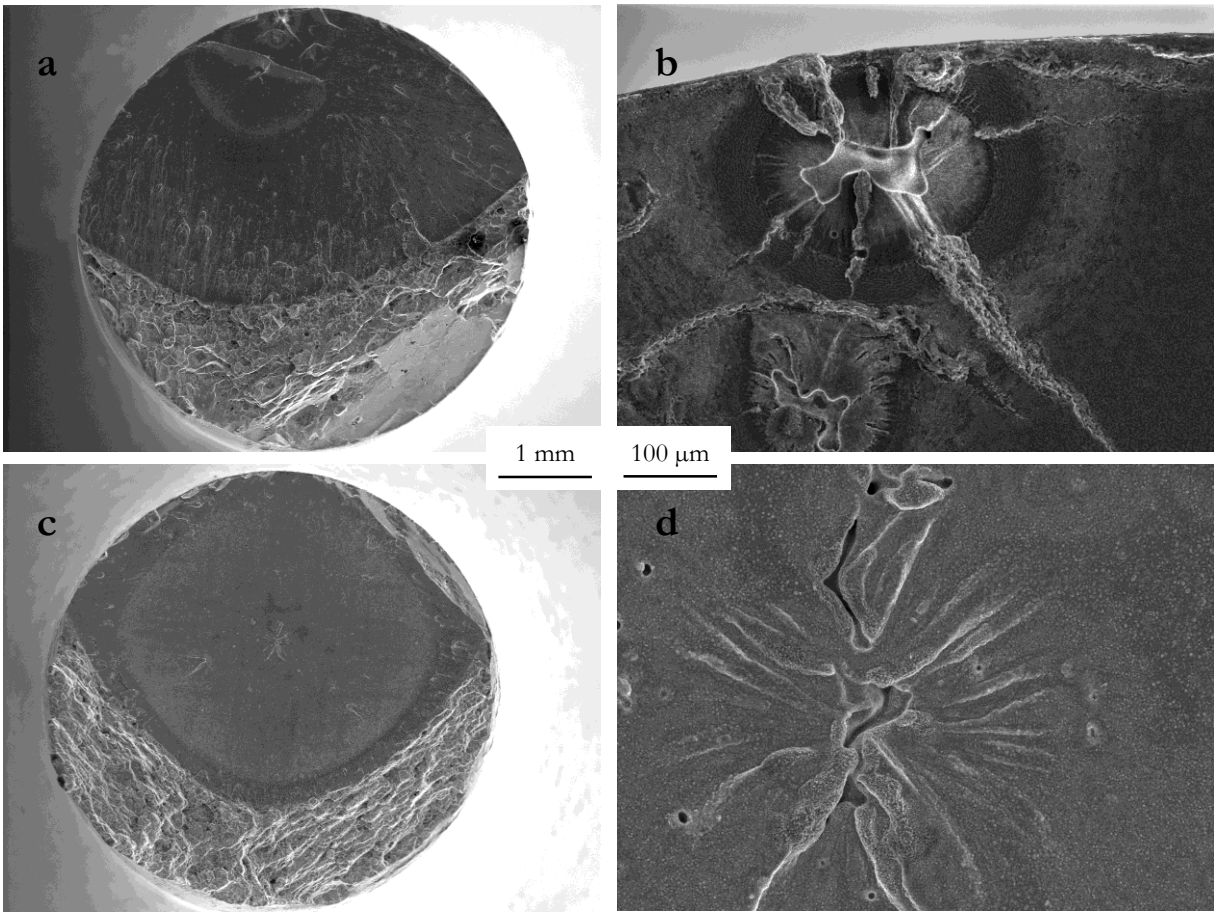


Figure IV. 3 – Faciès de rupture et agrandissement sur la zone d'amorçage principale d'éprouvettes en CMSX-4 sollicitées à 1000°C, 70 Hz et R = 0.3 : amorçage en interne à partir d'un pore subsurfacique et d'un pore en interne, $\sigma_{max}$ = 414 MPa et $N_f = 7.93 \times 10^6$ cycles (a-b) ; amorçage à partir d'un gros pore de fonderie, $\sigma_{max}$ = 394 MPa et $N_f = 1.25 \times 10^7$ cycles (c-d).

Les faciès de rupture retrouvés à R = 0.8 sont en revanche bien différents de ceux observés dans les deux premiers rapports de charge présentés. Toutes les éprouvettes testées, au nombre de sept, présentent un faciès qui peut être assimilé à celui d'un essai de fluage isotherme à 1000°C comme le montre la Figure IV. 4(a) (Giraud, 2014). Toutes les éprouvettes présentent un fort allongement ainsi qu'une importante striction. La striction peut être observée qualitativement en comparant le diamètre des éprouvettes sur les micrographies des faciès à R = 0.05 et R = 0.3 (Figure IV. 2(a), (c) et (e) et Figure IV. 3(a) et (c)) avec celui de R = 0.8, pris au même grandissement (x 20). De plus, contrairement aux deux autres rapports de charge qui présentaient un ou plusieurs amorçages de fissure identifiables et un stade de propagation, ces phases ne sont pas observées sur les faciès à R = 0.8. L'endommagement est volumique avec l'ensemble des pores qui ont développé des micro-fissures en mode I comme le montrent les Figure IV. 4(b), (c) et (d). Dans ce cas, l'environnement ne semble pas avoir une influence particulière ou supérieure sur l'endommagement des éprouvettes par rapport au fluage. Les pores micro-fissurés ne sont pas préférentiellement situés en surface, mais localisés entièrement dans la section de l'éprouvette.

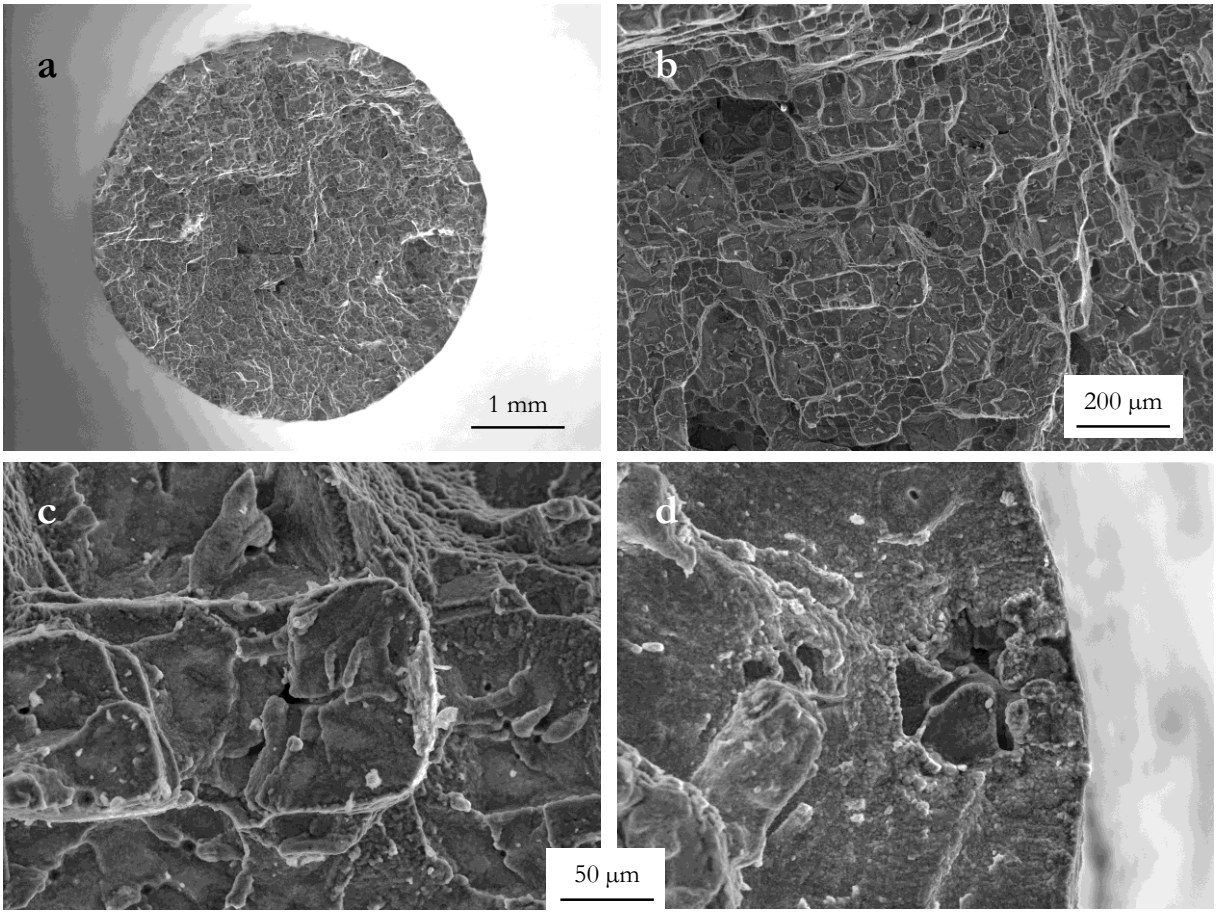


Figure IV. 4 – Faciès de rupture d'un CMSX-4 sollicité à 1000°C, 70 Hz, R = 0.8, $\sigma_{max}$ = 350 MPa et $N_f = 8.92 \times 10^6$ cycles. Le faciès montre un endommagement volumique, typique d'essais de fluage isothermes classiques (a) ; agrandissements dans le volume, montrant la cavitation et micro-fissuration en mode I des pores (b-c) ; agrandissement sur un pore micro-fissuré en surface (d).

### IV.2.2. Résultats à 0.5 Hz

De la même manière qu'à 70 Hz, la Figure IV. 5 présente le diagramme de Wöhler du CMSX-4 sollicité à 1000°C, 0.5 Hz et différents rapports de charge allant de -1 à 0.8. Les conditions d'essais ont été choisies afin de couvrir une gamme de durée de vie comprise entre $10^3$ et $10^6$ cycles. La fréquence étant particulièrement faible, il n'a pas été possible de réaliser des essais conduisant à une durée de vie proche de $10^7$ cycles (soit 231 jours d'essai consécutifs).

Encore une fois, la limite d'endurance, en parlant de contrainte maximale, est la plus élevée à des rapports de charge proches de 0. Le rapport de charge 0.3 rejoint, comme à 70 Hz, la courbe de tendance du rapport de charge R = 0.05. La Figure IV. 21 présente quant à elle la contrainte alternée en fonction du nombre de cycles à rupture. Comme attendu, les valeurs de contrainte alternée diminuent lorsque le rapport de charge tend vers 1. Enfin, malgré le faible de nombre d'essais par rapport de charge, une très faible dispersion est notée sur les durées de vie quel que soit le rapport de charge. Les points d'essais s'alignent correctement avec les courbes de tendance de type puissance tracées.

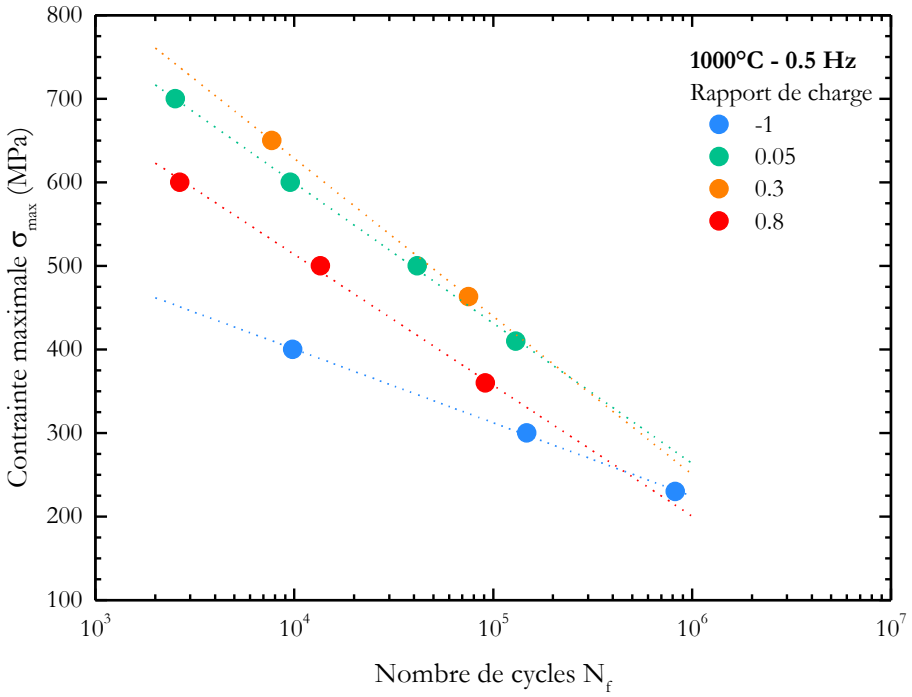


Figure IV. 5 – Diagramme de Wöhler du CMSX-4 à 1000°C, 0.5 Hz et différents rapports de charge (R = -1, R = 0.05, R = 0.3 et R = 0.8). La contrainte maximale est tracée en fonction du nombre de cycles à rupture.

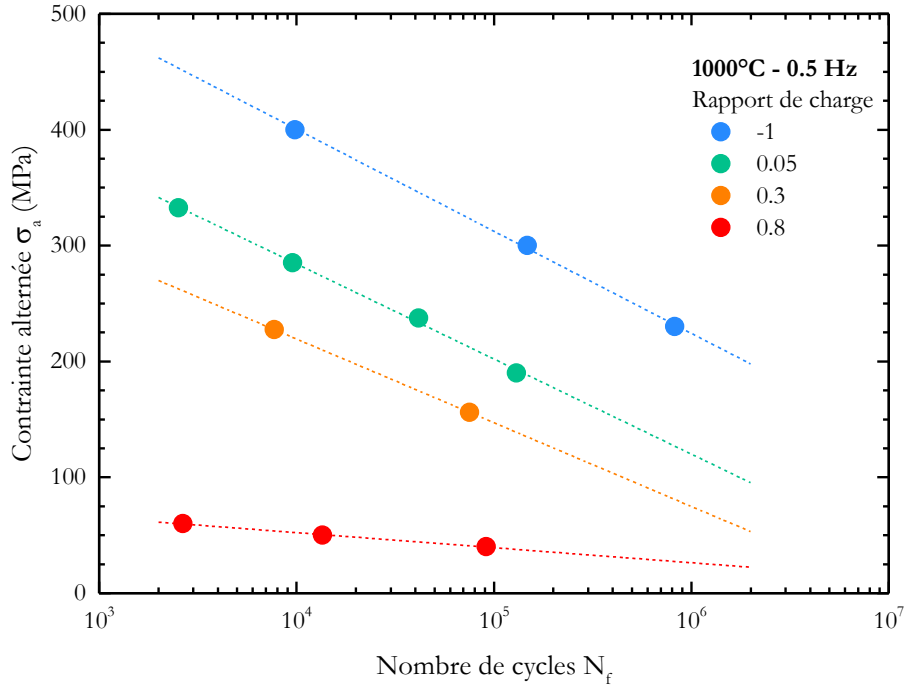


Figure IV. 6 – Diagramme de Wöhler du CMSX-4 à 1000°C, 0.5 Hz et différents rapports de charge (R = -1, R = 0.05, R = 0.3 et R = 0.8). La contrainte alternée est tracée en fonction du nombre de cycles à rupture.

Des essais à R = -1 ont pu être réalisés à 0.5 Hz. En tension/compression, l'amorçage de la fissure fatale provient systématiquement de la surface, et ce, quelle que soit la durée de vie visée. Entre $10^4$ et $10^6$ cycles, plusieurs fissures fatales amorcent depuis la couche oxydée ou de pores surfaciques comme le montre la Figure IV. 7(a) et (b). Dans les études dans le régime oligocyclique réalisées par Steuer

(Steuer *et al.*, 2015) et Perruchaut (Perruchaut, 1997) sur de l'AM1 à 950°C, la majorité des amorçages de fissure ont pour origine un pore surfacique oxydé. Dans des conditions d'essais proches mais à 1000°C, il semble que la couche oxydée devienne plus critique en termes d'amorçage.

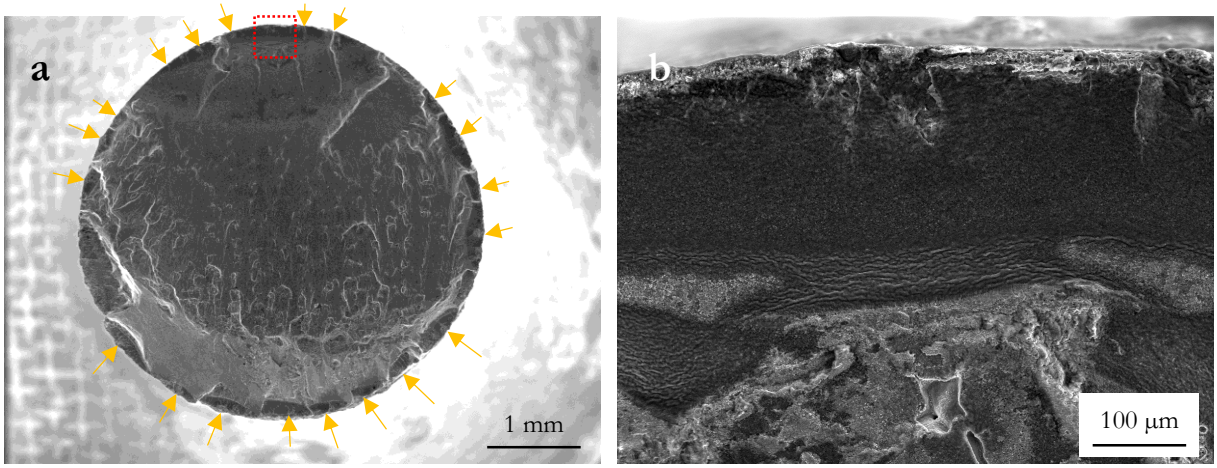


Figure IV. 7 – Faciès de rupture d'une éprouvette en CMSX-4 testée à 1000°C, 0.5 Hz, R = -1, $\sigma_{max}$ = 230 MPa et $N_f$ = 8.24 × $10^5$ cycles (a) ; Agrandissement sur la zone d'amorçage principale. Une compétition avec un amorçage de fissure depuis un pore subsurfacique est visible (b).

A R = 0.05, deux modes de rupture distincts sont observés. A faible durée de vie ($10^3$ – $10^4$ cycles), la rupture découle de l'amorçage de fissures depuis plusieurs pores surfaciques oxydés (cf. Figure IV. 8(a) et (b)). Ces résultats sont concordants avec ceux réalisés en LCF par Perruchaut (Perruchaut, 1997) à 950°C et R = 0 sur de l'AM1. Lorsque la durée de vie augmente, l'amorçage et la micro-propagation de fissure en mode I depuis un pore en interne sont à l'origine de la rupture (cf. Figure IV. 8(c) et (d)). Une contrainte maximale élevée (ou faible durée de vie) augmente le nombre de pores susceptibles de concentrer la contrainte, et donc d'amorcer une fissure. Les pores subsurfaciques étant proches de la surface sont rapidement exposés à l'environnement, augmentant leur criticité. Lorsque les contraintes appliquées sont plus faibles, seuls les pores les plus gros amorcent. Statistiquement parlant, ces pores ont plus de chances d'être dans le volume qu'en surface, c'est pourquoi l'amorçage de fissure est interne.

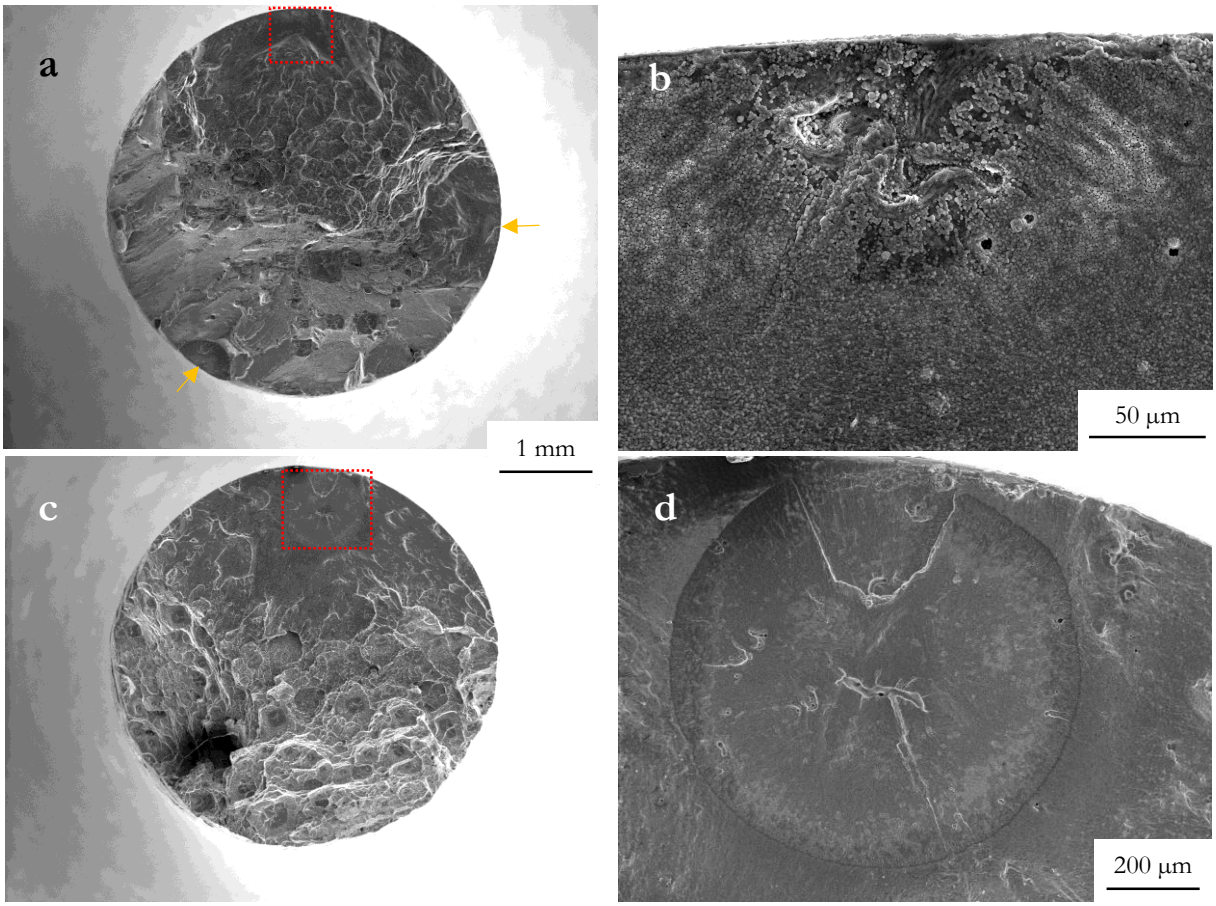


Figure IV. 8 – Faciès de rupture et agrandissement sur la zone d'amorçage principale d'éprouvettes en CMSX-4 sollicitées à 1000°C, 0.5 Hz et R = 0.05 : amorçage en suface à partir d'un pore de fonderie, $\sigma_{max}$ = 600 MPa et $N_f$ = 9.55 × $10^3$ cycles (a-b) ; amorçage à partir d'un pore interne, $\sigma_{max}$ = 410 MPa et $N_f$ = 1.30 × $10^5$ cycles (c-d).

A R = 0.3 et R = 0.8, les faciès sont très proches comme le montre la Figure IV. 9. Comme à 70 Hz, les éprouvettes testées sous ces conditions sont fortement strictionnées et allongées. Les faciès de rupture sont similaires à ceux d'éprouvettes testées lors de conditions de fluage isotherme à haute température (Giraud, 2014).

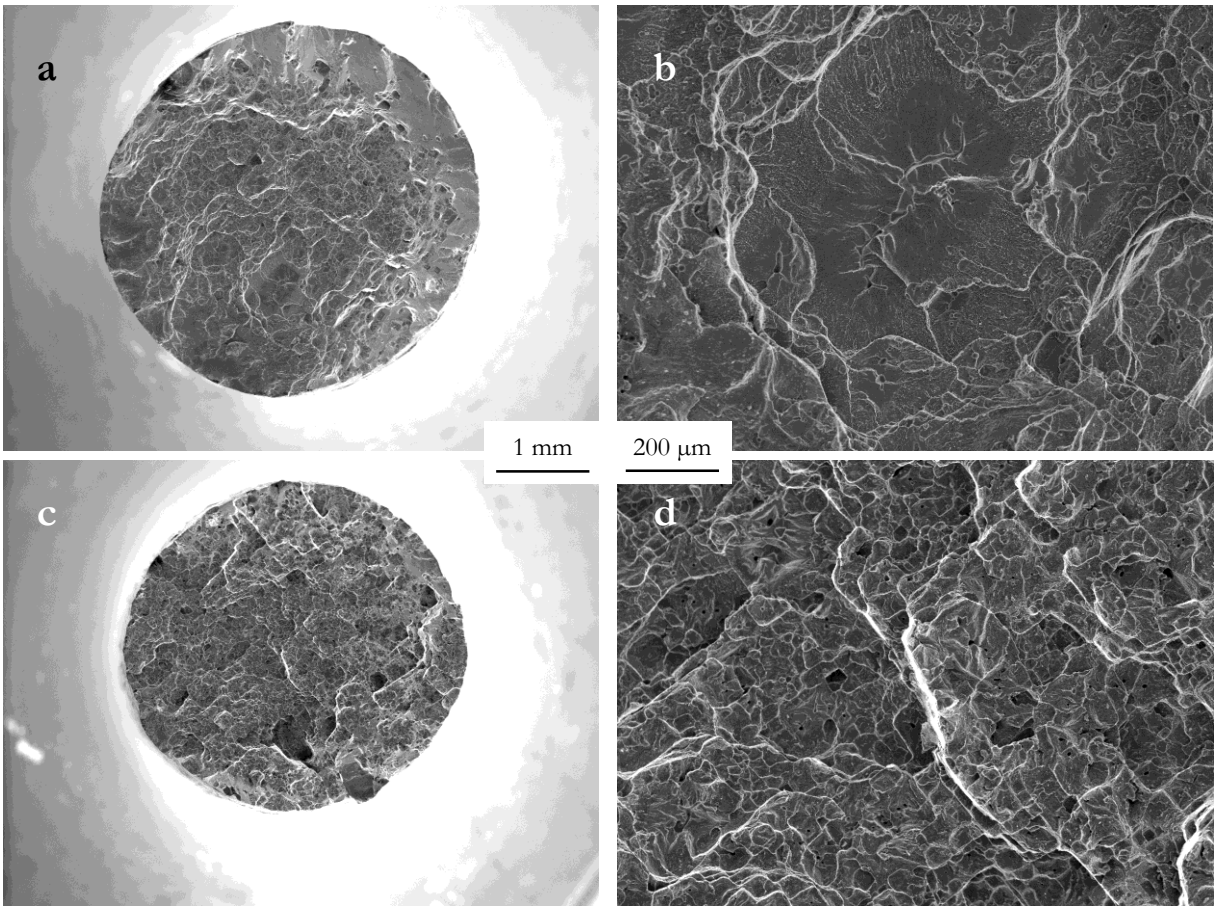


Figure IV. 9 – Faciès de rupture d'éprouvettes en CMSX-4 sollicitées à 1000°C et 0.5 Hz : rupture fluage avec multi-amorçages en surface, R = 0.3, $\sigma_{max}$ = 463 MPa et $N_f$ = 7.52 × $10^4$ cycles (a-b) ; rupture fluage, R = 0.8, $\sigma_{max}$ = 500 MPa et $N_f$ = 1.36 × $10^3$ cycles (c-d).

### IV.2.3. Comparaison des trois fréquences étudiées

Les deux précédentes sections couplées au chapitre III montrent qu'à très haute température, les durées de vie et les modes de rupture associés sont étroitement liés à la fréquence et au rapport de charge, c'est-à-dire à l'application ou non d'une contrainte moyenne au cours de l'essai.

La Figure IV. 10 a ainsi pour objectif de regrouper dans un diagramme de Wöhler l'ensemble des essais de fatigue conduits sur le CMSX-4 au cours de cette thèse. Les essais à 20 kHz présentés dans le chapitre III ont été ajoutés. Les différentes fréquences utilisées sont représentées par la forme des symboles, alors que les rapports de charge sont différenciés par la couleur. Les résultats sont présentés sur une échelle log-log.

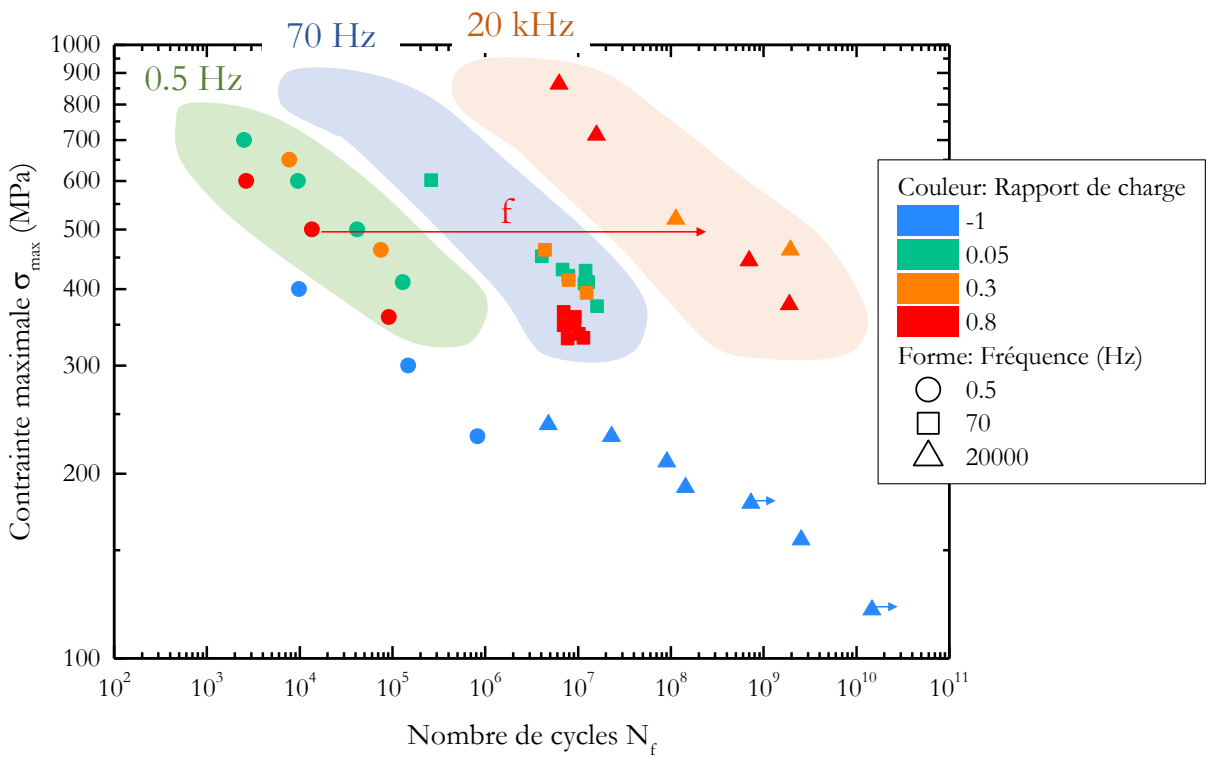


Figure IV. 10 – Diagramme de Wöhler du CMSX-4 regroupant les résultats de fatigue à 1000°C sous différentes fréquences (0.5, 70 et 20000 Hz) et rapports de charge (-1, 0.05, 0.3 et 0.8). La contrainte maximale est tracée en fonction du nombre de cycles à rupture.

Ce diagramme montre clairement qu'à conditions de chargement égales, plus la fréquence augmente et plus la durée de vie est élevée. Cette observation concerne particulièrement les rapports de charge positifs. En effet, à R = -1 malgré la faible intersection des plages de durée de vie testées à 0.5 et 20000 Hz, le gain de durée de vie est beaucoup plus faible, voire négligeable, par rapport à R > 0 en augmentant la fréquence.

La littérature discutée dans la section I.6 du chapitre I a montré qu'en fatigue à grand nombre de cycles et à haute température, c'est essentiellement un effet de temps à travers les phénomènes d'oxydation à faibles rapports de charge et de fluage à forts rapport de charge qui permettent d'expliquer cet effet de fréquence (Wright *et al.*, 2004). La Figure IV. 11 trace ainsi le même diagramme de Wöhler que la Figure IV. 10, à l'exception près que le temps à rupture remplace le nombre de cycles à rupture sur l'axe des abscisses. Ce temps est calculé simplement en divisant le nombre de cycles à rupture par la fréquence au cours de l'essai.

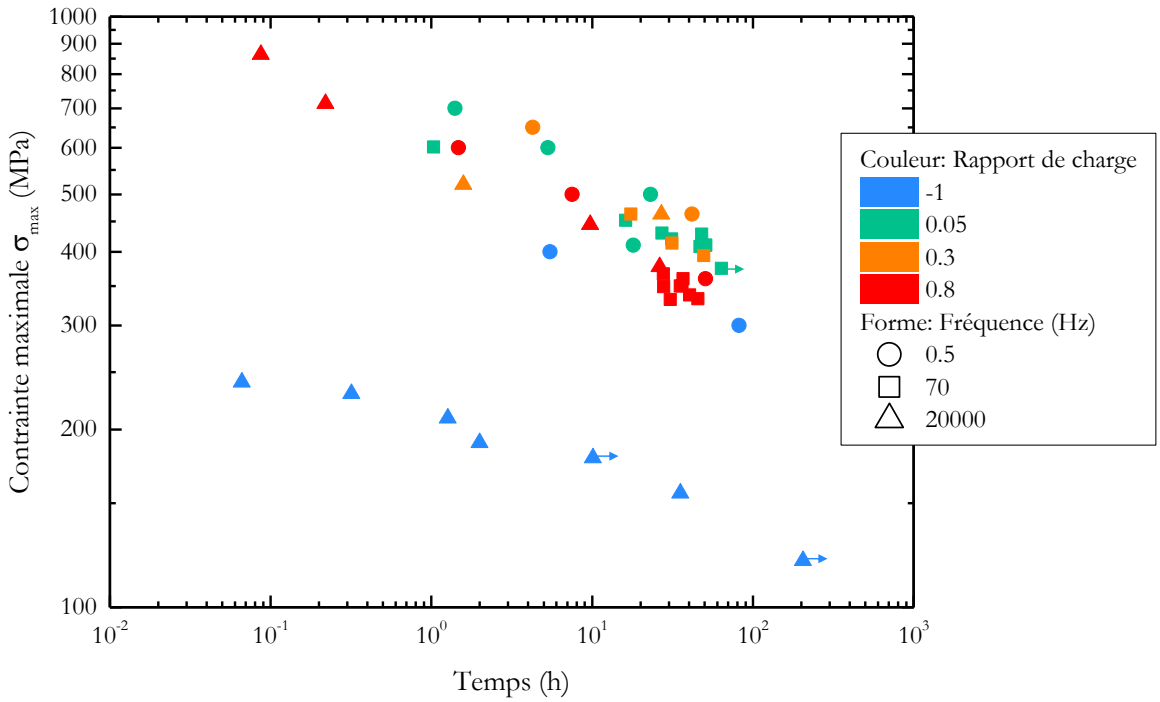


Figure IV. 11 – Diagramme de Wöhler du CMSX-4 regroupant les résultats de fatigue à 1000°C sous différentes fréquences (0.5, 70 et 20000 Hz) et rapports de charge (-1, 0.05, 0.3 et 0.8). La contrainte maximale est tracée en fonction du temps à rupture.

En traçant cette fois-ci par rapport au temps, l'ensemble des fréquences étudiées se regroupent globalement sur une droite tendance par rapport de charge étudié. Un effet du temps est présent, et semble prendre de l'importance à mesure que le rapport de charge augmente. Les modes de rupture similaires retrouvés à 0.5, 70 et 20000 Hz à R = 0.8 appuient les remarques tirées de la Figure IV. 11. En revanche pour le rapport R = -1, les deux fréquences étudiées ne convergent pas sur une même tendance. Deux mécanismes de rupture distincts doivent donc opérer à 0.5 et 20000 Hz sous ce rapport de charge. D'un côté à 20000 Hz, où quelle que soit la durée de vie entre $10^6$ et $10^9$ cycles, le mode de rupture n'est pas été affecté par l'environnement. De l'autre à 0.5 Hz, il a été montré en section IV.2.2 que l'ensemble des faciès des éprouvettes testées à R = -1 amorce à partir de la surface. Cet aspect environnemental n'a pas pu être étudié par Wright, qui travaillait avec des éprouvettes revêtues de PtAl (Wright *et al.*, 2004). Il est également intéressant de noter que le plateau observé à R = -1 sur la Figure IV. 10 entre $10^6$ et $10^8$ cycles a déjà été observé par Stinville *et al.* sur un superalliage polycristallin. D'après ces auteurs, ce plateau est dû à un changement de mécanismes d'endommagement depuis la surface vers des amorçages de fissures internes (Stinville *et al.*, 2018).

Les effets de temps ont été généralement étudiés dans le domaine LCF jusqu'à 950°C (Gell et Leverant, 1973; Leverant et Gell, 1975; MacLachlan et Knowles, 2001), et le domaine HCF n'a été que peu étudié avec des durées de vie ne dépassant pas $10^8$ cycles (MacLachlan et Knowles, 2001; Wright *et al.*, 2004). Les deux prochaines sections ont donc pour objectif d'étudier ces deux endommagements dépendants du temps d'essai sur la fatigue des superalliages base Ni monogranulaires à 1000°C, en considérant le domaine

LCF, HCF et VHCF. Ainsi, la section IV.3 est axée sur l'influence de l'environnement, en discutant principalement des rapports de charge -1 et 0.05. Afin d'étayer la discussion, une comparaison des essais sur CMSX-4 avec d'autres réalisés sur du MAR-M200+Hf est effectuée. La section IV.4 est, elle, focalisée sur l'influence du fluage sur la durée de vie, en discutant principalement des rapports de charge 0.05, 0.3 et 0.8. Une comparaison des durées de vie avec l'alliage DS200+Hf est faite afin de renforcer la discussion.

## IV.3. Influence de l'environnement

### IV.3.1. Pourquoi comparer le CMSX-4 et le MAR-M200+Hf ?

Afin d'évaluer au mieux l'influence de l'environnement sur les propriétés en fatigue à haute température, les résultats obtenus sur le CMSX-4 ont été comparés à ceux d'un autre alliage, le MAR-M200+Hf. Cet alliage de première génération a des propriétés de résistance à l'oxydation faibles en comparaison avec les autres base Ni, comme cela a déjà été discuté dans le chapitre III. Pour rappel, ses nombreux carbures se fissurent en moins de cinq minutes à haute température, favorisant la pénétration de l'oxygène. Sa couche oxydée est poreuse et se fissure également très rapidement (Mataveli Suave, 2017). Comparer ces deux alliages va donc permettre d'étudier la sensibilité à l'oxydation en fonction de la fréquence et des mécanismes d'amorçage mis en jeu à R = -1.

La Figure IV. 12 compare les durées de vie des deux alliages testés sous les mêmes conditions. A 20 kHz, la même pente est observée entre les deux courbes de tendance de chaque alliage, alors qu'à 0.5 Hz, le MAR-M200+Hf a une courbe de tendance plus pentue que celle du CMSX-4. De plus, à même contrainte, sa durée de vie est divisée par un facteur compris entre 10 et 20 par rapport au CMSX-4.

En VHCF, ces courbes de tendance parallèles ne sont pas étonnantes puisque l'amorçage de la fissure principale provient dans les deux alliages d'un pore de fonderie en interne (voir section III.3 du chapitre III). A 0.5 Hz, l'écart de durée de vie entre les deux alliages augmente lorsque la contrainte alternée diminue. Afin de s'assurer que sur cette plage de durée de vie $10^3$ – $10^6$ cycles, l'écart est uniquement dû au facteur environnemental, la contrainte alternée a été normalisée par la limite d'élasticité dans la Figure IV. 13. La limite d'élasticité a été déterminée pour chaque point en fonction des conditions d'essai (fréquence et contrainte alternée). La méthode de calcul ainsi que les données utilisées MacLachlan *et al.* (MacLachlan et Knowles, 2001) pour le CMSX-4 et Leverant *et al.* (Leverant *et al.*, 1971) pour le MAR-M200+Hf peuvent être retrouvées en annexe B. Les deux sources bibliographiques ne prédisent pas la même évolution du comportement viscoplastique des deux matériaux. Néanmoins, ces données permettent de réaliser une comparaison qualitative.

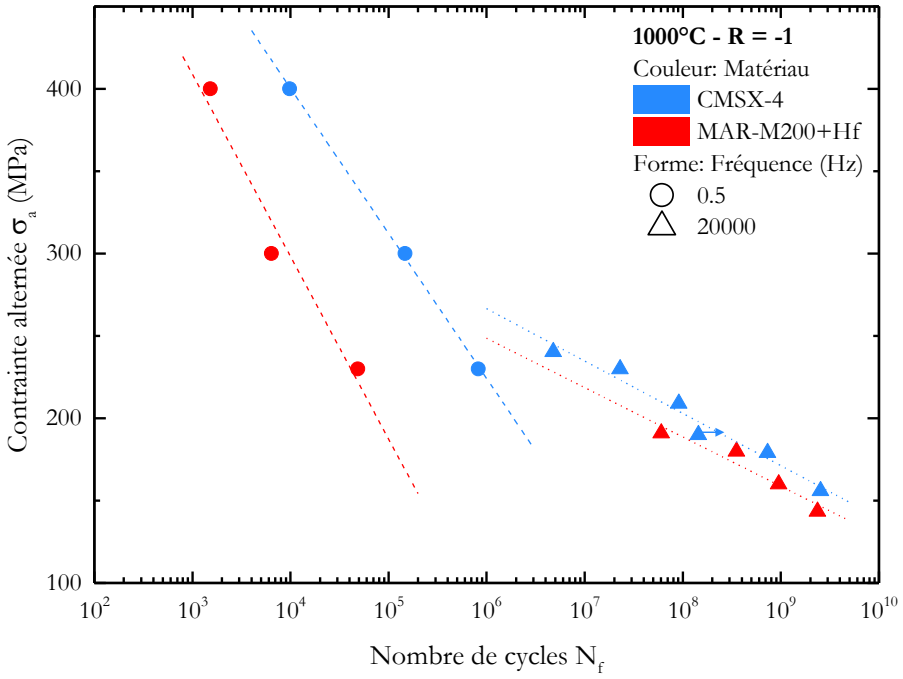


Figure IV. 12 – Comparaison des durées de vie entre le CMSX-4 et le MAR-M200+Hf testés sous les mêmes conditions, à savoir 1000°C, R = -1 et 0.5 – 20000 Hz.

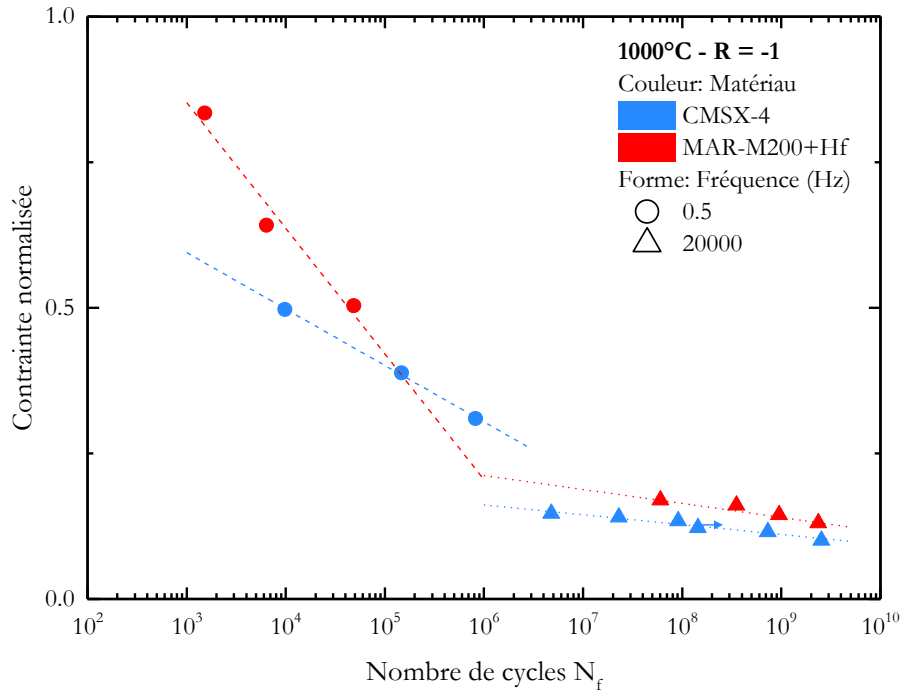


Figure IV. 13 – Comparaison des durées de vie entre le CMSX-4 et le MAR-M200+Hf testés à 1000°C, R = -1, 0.5 – 20000 Hz. La contrainte a été normalisée par la limite d'élasticité (fonction de la vitesse de déformation et de la température).

Normaliser la contrainte appliquée au cours de l'essai met en évidence à 0.5 Hz deux courbes de tendance entre le CMSX-4 et le MAR-M200+Hf avec des pentes toujours très différentes. La pente de la droite du MAR-M200+Hf a un coefficient plus élevé, indiquant qu'à 1000°C le MAR-M200+Hf est plus affecté par l'environnement que le CMSX-4. Ce coefficient plus élevé est aussi observé dans la

Figure IV. 12, et peut être maintenant attribué objectivement à l'environnement et non pas à une différence de comportement viscoplastique. Il reste maintenant à définir comment l'oxydation impacte le mode de rupture et la durée de vie en fatigue pure.

### IV.3.2. Caractérisation de la couche oxydée

A 1000°C, 0.5 Hz et R = -1, les défauts ne sont pas toujours observés au niveau du site d'amorçage de la fissure principale. En effet, la présence d'un pore surfacique pour le CMSX-4 ou d'un carbure oxydé pour le MAR-M200+Hf n'a pas été systématiquement relevée (voir faciès en Figure IV. 14(a), (b), et (c)). La couche oxydée est donc plus critique à haute température et en fatigue pure (R = -1). Ces résultats contrastent avec des études réalisées sous les mêmes conditions mais à des températures légèrement plus faibles (950°C), qui ont montré que les pores surfaciques dans l'AM1 contrôlent la durée de vie en fatigue (Perruchaut, 1997; Steuer *et al.*, 2015). A 900°C et R = 0.05, Mataveli Suave a également observé que les carbures surfaciques oxydés contrôlent la durée de vie dans le domaine LCF du MAR-M200+Hf (Mataveli Suave, 2017).

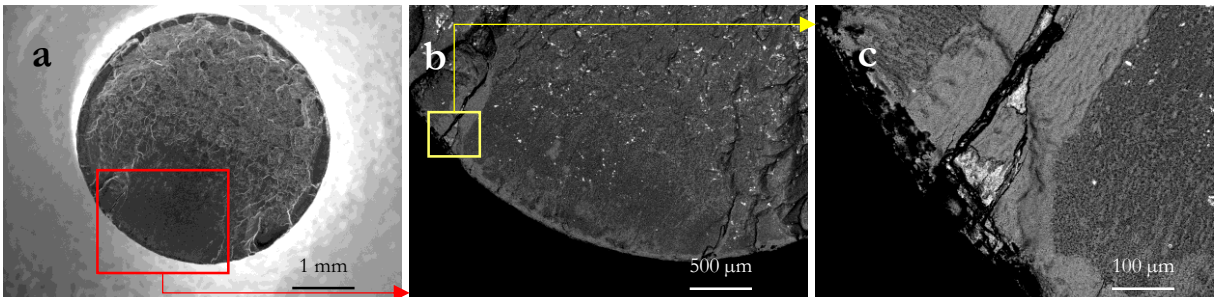


Figure IV. 14 – Faciès de rupture d'une éprouvette en MAR-M200+Hf testée à 1000°C, 0.5 Hz, R = -1, $\sigma_{max}$ = 230 MPa et $N_f$ = 4.88 × $10^4$ cycles (a) ; agrandissement sur la zone d'amorçage principale (b) ; carbure fissuré en surface dans la zone d'amorçage principale (c). Les deux dernières images sont observées en mode électrons rétrodiffusés (BSE).

Ainsi, augmenter la température exacerbe la criticité de la couche oxydée. Que cela soit pour le CMSX-4 ou le MAR-M200+Hf, de nombreuses fissures secondaires sont présentes sur le fût des éprouvettes testées à 0.5 Hz (Figure IV. 15) et ne semblent pas nécessairement amorcer à partir d'un défaut surfacique. La fatigue pure et/ou les essais de longue durée semblent particulièrement favoriser l'amorçage de fissures depuis cette couche oxydée. En effet, à R = 0.05 et 0.5 Hz, l'amorçage de la fissure principale a pour origine un défaut surfacique, alors qu'à 70 Hz et R = 0.05, c'est-à-dire des essais où le nombre de cycles et la durée ont été plus élevés, l'amorçage principal est à nouveau à partir de la couche oxydée.

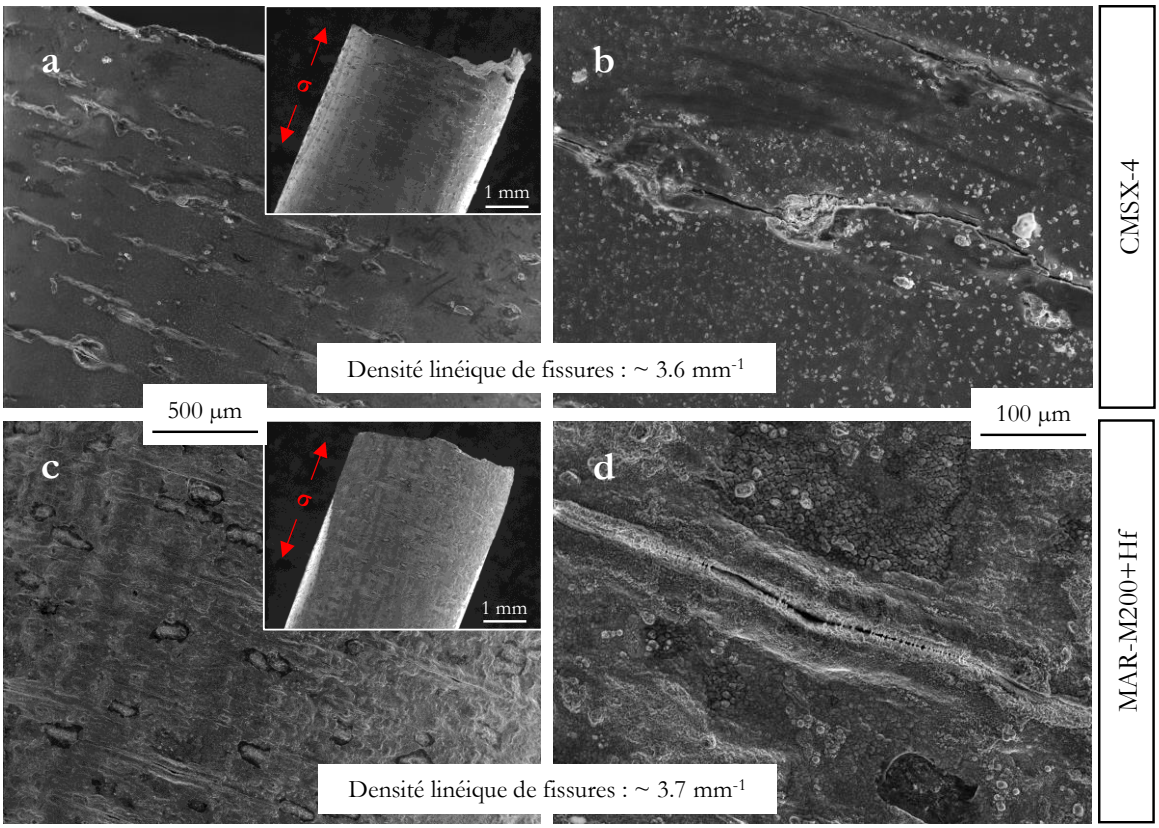


Figure IV. 15 – Fûts d'éprouvettes testées à 1000°C, 0.5 Hz, R = -1, $\sigma_a$ = 230 MPa : CMSX-4, $N_f = 8.24 \times 10^5$ cycles (a-b) ; MAR-M200+Hf, $N_f = 4.88 \times 10^4$ cycles (c-d). Les densités linéiques présentées ont été déterminées à partir de deux mesures sur les images en vignette, sur une longueur d'environ 1 mm.

La contrainte alternée est donc le principal élément influant sur l'endommagement surfacique assisté par l'oxydation. La différence dans l'épaisseur et dans la nature de la couche oxydée pourraient expliquer l'écart de durée de vie aussi important entre le CMSX-4 et le MAR-M200+Hf, malgré des modes de ruptures identiques. La Figure IV. 15 compare les fûts d'éprouvettes de ces deux matériaux sollicités sous exactement les mêmes conditions d'essai (1000°C, 0.5 Hz, R = -1, $\sigma_a$ = 230 MPa). Le fût de l'éprouvette en MAR-M200+Hf a une densité de fissures secondaires proche et des écaillages plus nombreux que celui du CMSX-4 alors que l'éprouvette a accumulé 20 fois moins de cycles à rupture. La composition chimique de l'alliage a donc un impact considérable sur le nombre d'amorçages de fissures secondaires. De plus, le fût de l'éprouvette en CMSX-4 a une couche oxydée beaucoup plus homogène et non poreuse par rapport à celle en MAR-M200+Hf.

Ces constations sont également valables à 20 kHz, malgré l'absence d'effet d'environnement sur le mode de rupture. A 1000°C et 20 kHz, les éprouvettes en MAR-M200+Hf ont un nombre de fissures secondaires beaucoup plus important à conditions de chargement et de durée d'essai équivalentes par rapport à celles en CMSX-4 (voir Figure IV. 16). Des fissures secondaires sont observées sur les fûts d'éprouvettes en MAR-M200+Hf lors d'essais qui durent à peine une heure mais qui accumulent un nombre très important de cycles (Figure IV. 16(b)). Le nombre de fissures secondaires est donc

étroitement lié à la contrainte alternée appliquée, le nombre de cycles accumulés et la nature de la couche d'oxyde, qui se différencie nettement entre le MAR-M200+Hf et le CMSX-4.

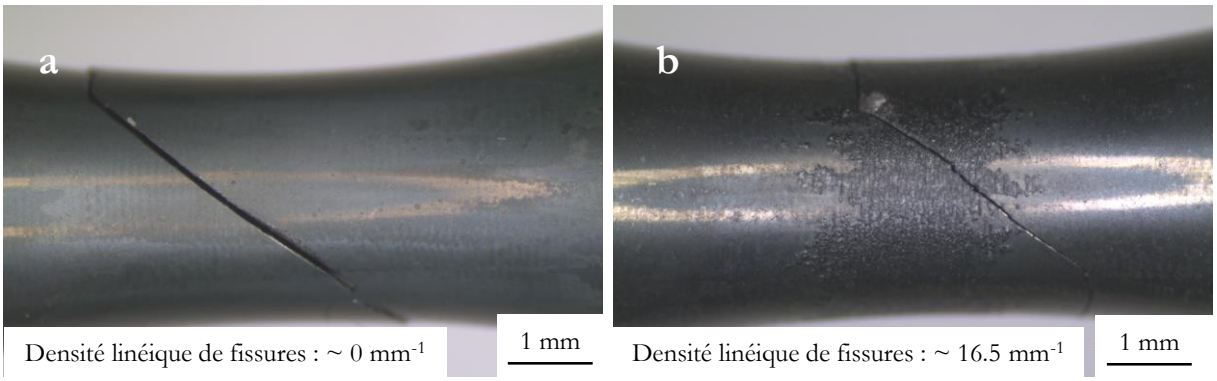


Figure IV. 16 – Fûts d'éprouvettes testées à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 190 MPa : CMSX-4, $N_f = 1.44 \times 10^8$ cycles (a) ; MAR-M200+Hf, $N_f = 6.05 \times 10^7$ cycles (b). Le site est un pore interne pour les deux alliages. Les densités linéiques présentées ont été déterminées à partir de deux mesures, chacune sur une longueur d'environ 1 mm.

Afin de comprendre en quoi la couche oxydée du MAR-M200+Hf est moins résistance que celle formée à la surface du CMSX-4, les fûts d'éprouvettes montrées en Figure IV. 15 ont été coupés longitudinalement. Pour le CMSX-4 tout d'abord, la Figure IV. 17(a) montre que la couche oxydée est fissurée dans son épaisseur. Ces fissures sont des portes d'entrée pour l'oxygène dans le volume. De nombreuses petites fissures secondaires ont été observées dans la zone de déplétion en γ', sans début de propagation dans la matière saine (Figure IV. 17(a)). Cette zone, appauvrie en éléments γ'-gènes en raison de leur diffusion vers la surface pour réagir avec l'oxygène, est constituée principalement de la phase γ. Ces fissures, assistées par l'oxydation, se propagent en mode I et ne rencontrent aucun obstacle à leur propagation dans la zone de déplétion en γ'.

L'observation en mode électrons rétrodiffusés (BSE) (Figure IV. 17(b)) dévoile une couche oxydée constituée de deux couches principales de natures chimiques différentes, chacune fissurée. Leur épaisseur peut être retrouvée dans le Tableau IV. 1. Même si la littérature n'indique pas toujours la même nature de ces couches, elle s'accorde sur leurs propriétés dans le cas du CMSX-4. Cette dernière est constituée de deux couches compactes et adhérentes entre 900 et 1100°C (Göbel *et al.*, 1993; Li *et al.*, 2003; Akhtar *et al.*, 2006; Younes *et al.*, 2007). A 900°C, elles sont constituées principalement à la surface de spinels de NiO, $NiCoAl_2O_4$, et $(Ni,Cr)_2O_4$, et à l'intérieur de $\alpha$-$Al_2O_3$ (Younes *et al.*, 2007).

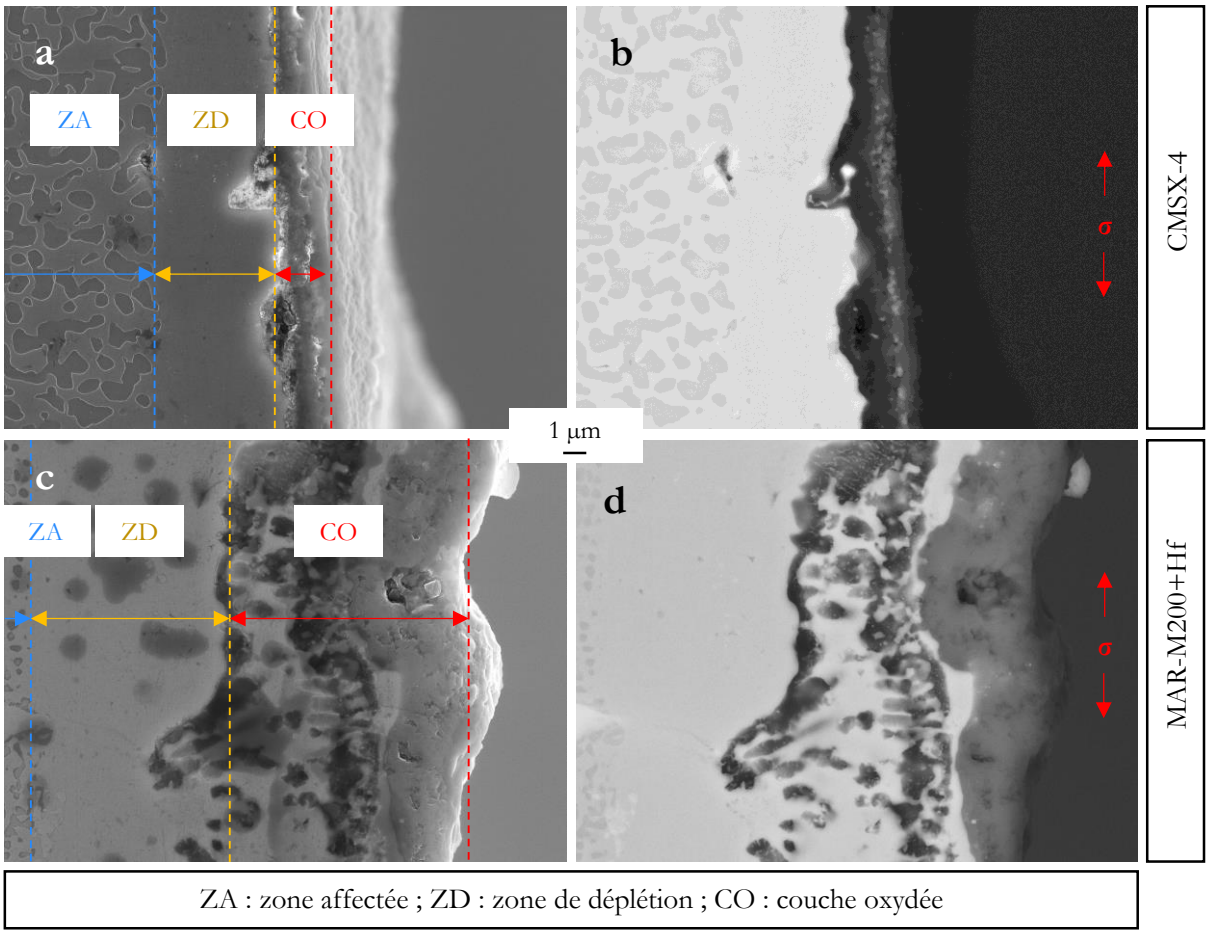


Figure IV. 17 – Agrandissement sur la couche oxydée après essai de fatigue à 1000°C, 0.5 Hz, R = -1, $\sigma_a$ = 230 MPa : CMSX-4, $N_f$ = 8.24 × $10^5$ cycles (a-b) ; MAR-M200+Hf, $N_f$ = 4.88 × $10^4$ cycles (c-d). Les images (b) et (d) sont respectivement les images (a) et (c) en électrons rétrodiffusés.

Tableau IV. 1 – Mesure de la couche oxydée et de la zone de déplétion en γ' sur une coupe longitudinale. Eprouvettes en CMSX-4 et en MAR-M200+Hf testées à 1000°C, 0.5 Hz, R = -1, $\sigma_a$ = 230 MPa. Pour rappel, l'essai du MARM200+Hf a duré deux fois moins longtemps. Les valeurs sont des moyennes de trois mesures par photo faites sur trois photos aux grandissements x5000 et x10000.

| | **CMSX-4 (µm)** | | **MAR-M200+Hf (µm)** | |
|---|---|---|---|---|
| Zone de déplétion en γ' | 3.78 | | 8.12 | |
| Couche surface | NiO | 0.74<br>pas toujours observée | $Cr_2O_3$ | 4.41 |
| Couche intermédiaire | $NiCoAl_2O_4$<br>$(Ni,Cr)_2O_4$ | 0.69 | X | X |
| Couche interne | $Ni(Cr,Al)_2O_4$ | 0.98 | $Al_2O_3$ | 7.17 |
| Couche oxydée total | 1.86 | | 10.98 | |

Dans le cas du MAR-M200+Hf, la comparaison de l'épaisseur et de la morphologie avec la couche oxydée du CMSX-4 en Figure IV. 17 est éclairante. Pour un temps d'essai deux fois moins long, la zone de déplétion en γ' est deux fois plus épaisse, et la couche oxydée cinq fois plus (voir synthèse du Tableau IV. 1). La morphologie de la couche est aussi complètement différente (Figure IV. 17(c) et (d)). Les

interfaces entre les différentes couches ont plus de relief que celles du CMSX-4. De nombreuses petites fissures secondaires amorcées à partir de la couche oxydée et se propageant uniquement dans la zone de déplétion sont observées, comme dans le CMSX-4. D'après Aghion *et al.*, le MAR-M200+Hf forme à 975°C des oxydes riches en chrome ($Cr_2O_3$) et aluminium ($Al_2O_3$), aussi observés à 900°C par Mataveli Suave (Aghion *et al.*, 1991; Mataveli Suave, 2017). L'important taux de chrome par rapport au CMSX-4 rend le MAR-M200+Hf plus propice à former de l'oxyde $Cr_2O_3$ (Younes *et al.*, 2007).

Cette couche poreuse facilite le passage de l'oxygène, à l'inverse de la couche compacte retrouvée sur le CMSX-4 qui ralentit la diffusion des espèces chimiques ayant des affinités avec l'oxygène vers la surface. Afin de confirmer ces observations, la cinétique de croissance de ces couches a été étudiée par analyse thermogravimétrique. La Figure IV. 18 présente ainsi l'évolution des gains de masse par unité de surface lors de l'oxydation de pastilles de CMSX-4 et MAR-M200+Hf à 1000°C et sous air sec. L'évolution du MAR-M200+Hf à 900°C est également tracée (Mataveli Suave, 2017).

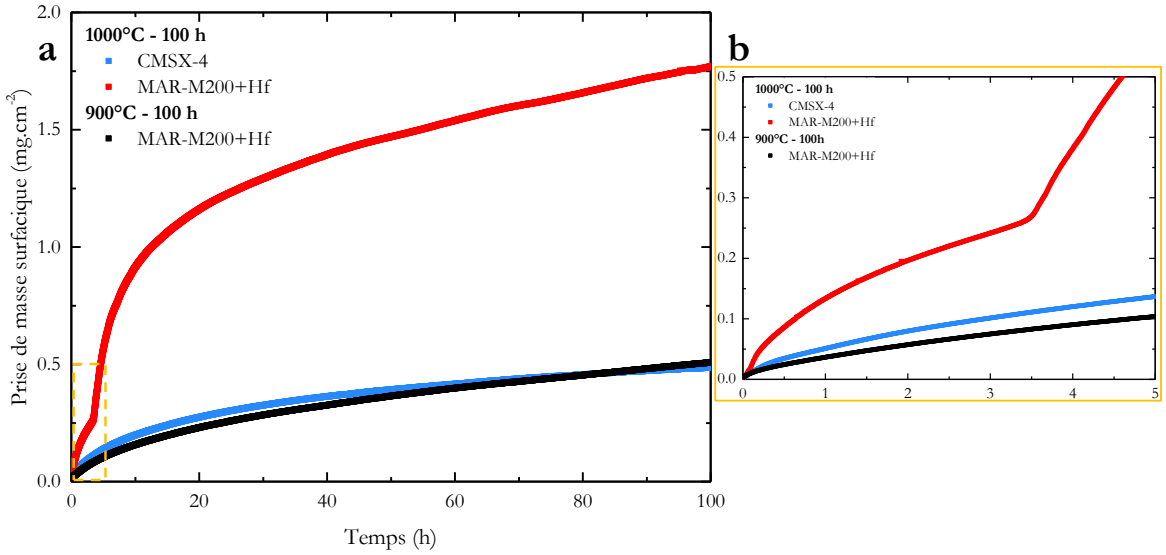


Figure IV. 18 – Comparaison de l'évolution des gains de masse par unité de surface lors de l'oxydation isotherme sous air sec reconstitué à 1000°C de pastilles en CMSX-4 et en MAR-M200+Hf et 900°C d'une pastille MAR-M200+Hf (a) ; agrandissement de la zone encadrée en orange représentant la prise de masse surfacique durant les cinq premières heures d'oxydation (b). Les résultats du CMSX-4 à 1000°C et du MAR-M200+Hf à 900°C sont issus des thèses de E. Drouelle (Drouelle, 2017) et L. Mataveli Suave (Mataveli Suave, 2017). Les trois essais ont été réalisés sur la même machine d'analyse thermogravimétrique, dont la procédure peut être retrouvée ici (Drouelle, 2017). Les gains de masse sont mesurés lorsque le four atteint la température de consigne.

Les analyses thermogravimétriques (ATG) de la Figure IV. 18 confirment, sans aucun doute, les observations réalisées à partir de la Figure IV. 17. En à peine trois heures, la pastille en MAR-M200+Hf a une prise de masse deux fois plus élevée que celle en CMSX-4. Ensuite, à environ 3 – 4 heures d'essai, la prise de masse de la pastille en MAR-M200+Hf augmente brutalement, alors que celle en CMSX-4 garde la même tendance. Cette brusque évolution de la prise de masse, absente à 900°C, indique la formation d'un nouveau type d'oxyde, ou la fissuration de carbures surfaciques, qui augmentent alors la surface « oxydable ». Néanmoins, cinq minutes à 900°C suffisent à fissurer les carbures surfaciques

du MAR-M200+Hf (Mataveli Suave *et al.*, 2016b) et l'inflexion de prise de masse est absente à 900°C. Il est donc probable qu'au bout de trois heures un nouvel oxyde se forme, même si ce point n'a pas pu être vérifié.

Nous venons de voir que la croissance d'oxydes est associée à la nature des oxydes formés (et donc à la composition chimique de l'alliage) mais également de la cinétique d'oxydation. Aussi, cette croissance induit des contraintes, généralement de compression, dans cette couche oxydée. Ces contraintes augmentent avec l'épaisseur de la couche oxydée (Evans, 1995). A R = -1, le passage en compression favorise donc la fissuration de ces couches (Evans, 1995). Dans le cas du CMSX-4, cette couche reste néanmoins compacte et adhérente alors que dans le MAR-M200+Hf, la sollicitation couplée à la porosité des couches facilite d'autant plus le passage de l'oxygène.

La Figure IV. 19(a) et (b) présente ainsi la morphologie des fissures du CMSX-4 et MAR-M200+Hf amorcées depuis la surface, et assistées dans leur propagation par l'oxydation. Ces fissures proviennent d'essais réalisés à 0.5 Hz, mais le même type de morphologie peut être retrouvé à 20 kHz (voir Figure IV. 19(c) et (d)). Les fissures présentes dans les deux alliages se propagent perpendiculairement à l'axe de sollicitation, en mode I. La pointe de fissure se propage dans une zone de dépletion, observée sur les agrandissements de la Figure IV. 19, qui fragilise localement les propriétés mécaniques du superalliage (Telesman et Ghosn, 1995).

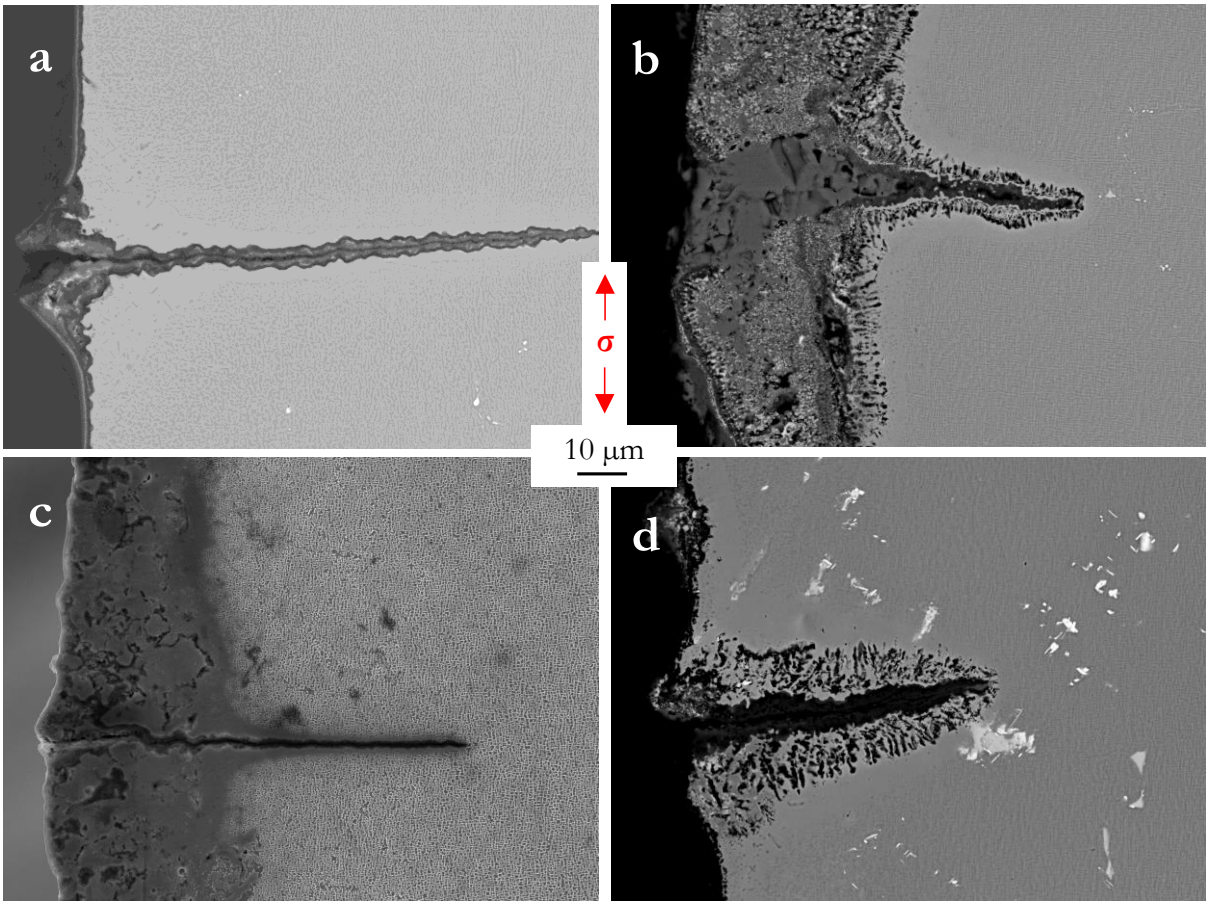


Figure IV. 19 – Fissures secondaires après essais de fatigue à 1000°C, R = -1 : CMSX-4, 0.5 Hz, $\sigma_a$ = 230 MPa, $N_f$ = 8.24 × $10^5$ cycles (a) ; MAR-M200+Hf, 0.5 Hz, $\sigma_a$ = 230 MPa, $N_f$ = 4.88 × $10^4$ cycles (b) ; CMSX-4, 20 kHz, $\sigma_a$ = 156 MPa, $N_f$ = 2.54 × $10^9$ cycles (c) ; MAR-M200+Hf, 20 kHz, $\sigma_a$ = 143 MPa, $N_f$ = 2.36 × $10^9$ cycles (d). Les images (a), (b) et (d) sont prises en mode électrons rétrodiffusés.

En revanche, il est clair que la morphologie de la fissure n'est pas la même entre les deux alliages. Alors que pour les éprouvettes en CMSX-4, la fissure amorcée depuis la surface est fine et pointue au niveau de son extrémité, les fissures dans les éprouvettes en MAR-M200+Hf sont plus rugueuses et épaisses, avec une pointe arrondie. Malgré des essais de fatigue généralement plus courts que ceux réalisés sur le CMSX-4, les éprouvettes en MAR-M200+Hf présentent des fissures beaucoup plus épaisses, indiquant que la cinétique d'oxydation observée lors des analyses thermogravimétriques est conservée. Cette couche épaisse est bénéfique en fissuration par rapport à un environnement sous vide, car elle diminue la vitesse de propagation (Mataveli Suave, 2017). Néanmoins, sous air, la croissance de ces oxydes (et donc l'augmentation des contraintes de compression) ne semble pas bénéfique au MAR-M200+Hf et participe à la propagation plus rapide de fissures assistées par l'oxydation par rapport au CMSX-4. A 20 kHz, cet endommagement précoce sur les éprouvettes en MAR-M200+Hf n'a pas d'influence sur le mode de rupture entre $10^6$ et $10^9$ cycles, car l'accumulation rapide de cycles conduit à la rupture depuis un défaut critique interne.

### IV.3.3. Compétition entre défauts internes et surface

Dans la section précédente, nous avons montré qu'à R = -1 et 0.5 Hz, aucune rupture en interne n'a été observée, l'environnement contrôlant le mode de rupture. En revanche, à 0.5 – 70 Hz et R = 0.05 – 0.3, une compétition entre amorçages depuis la surface et/ou depuis un pore de fonderie interne ont été relevés, sans incidence sur la durée de vie. Wright *et al.,* sous des conditions proches et à R = -1, ont également observé ces deux types d'amorçage, sans qu'un écart de durée de vie n'ait été noté entre ces deux modes de rupture (Wright *et al.*, 2004). En augmentant encore la fréquence, nous avons montré dans le chapitre III qu'à 20 kHz et sur la plage $10^6$ – $10^9$ cycles, l'amorçage est systématiquement interne malgré la présence de fissures secondaires amorcées à partir de la surface. La littérature présentée dans le chapitre I a mis en évidence le rôle de la taille des pores en fatigue, qui augmente avec le nombre de cycles et en l'absence d'effet d'environnement (Brundidge et Pollock, 2012; Lamm et Singer, 2007; Perruchaut, 1997; Steuer *et al.*, 2015).

Ainsi, augmenter la fréquence d'essai révèle une compétition importante entre un amorçage de fissure depuis des défauts critiques internes, et la fissuration depuis la couche oxydée. Quel que soit l'environnement présent, les pores les plus critiques concentrent la contrainte, et vont conduire à l'amorçage d'une fissure qui se propage dans un premier temps sous vide. De manière synchronisée et en présence d'oxydation, une couche d'oxyde se forme en surface, puis va fissurer sous la sollicitation, et conduire à la propagation d'une fissure. Suivant la fréquence de sollicitation et la nature de la couche d'oxyde, la couche oxydée par un effet combiné du temps et du cyclage, ou bien le pore en interne à travers l'accumulation de cycles, conduisent à la rupture de l'éprouvette. Ainsi, malgré une rupture provoquée par une fissure depuis la surface, la Figure IV. 20 montre par exemple à 0.5 Hz et R = -1 un amorçage secondaire depuis un pore interne.

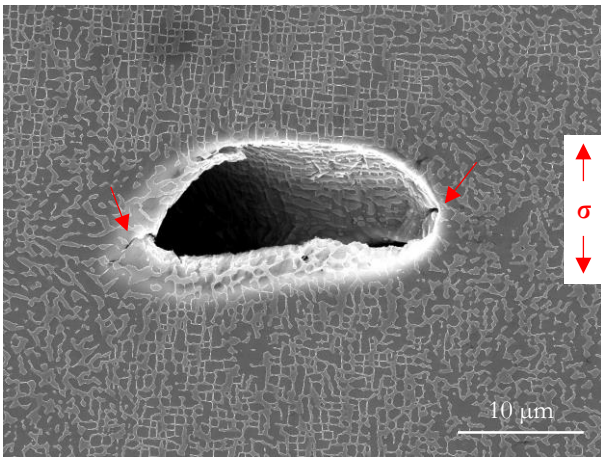


Figure IV. 20 – Coupe longitudinale d'une éprouvette en CMSX-4 testée à 1000°C, 0.5 Hz, R = -1, $\sigma_a$ = 230 MPa, $N_f$ = 8.24 × $10^5$ cycles : fissure secondaire amorcée depuis un pore de fonderie. Une fissure secondaire amorcée depuis la surface sur la même éprouvette est montrée en Figure IV. 19(a).

Le Tableau IV. 2 regroupe les éprouvettes testées à 0.5 et 70 Hz dont la fissure fatale a amorcé en interne. Cette synthèse met en évidence la taille imposante des pores ayant conduit à la rupture des éprouvettes. Ces pores sont particulièrement gros et dépassent les plages de taille habituellement mesurées sur ce type de matériaux élaborés par voie Bridgman (Brundidge et Pollock, 2012; Lamm et Singer, 2007). A 1000°C, l'effet de l'environnement est largement dominant, à l'exception des éprouvettes contenant des pores ayant une taille sortant de l'ordinaire ou lorsque la fréquence est suffisamment élevée pour inhiber cet endommagement. Dans ce cas, c'est à nouveau « la loi du maillon faible » qui contrôle la durée de vie. Il est intéressant de remarquer que le Tableau IV. 2 ne regroupe que des essais à rapport de charge positif, où le fluage a sûrement une influence non négligeable. Un comportement viscoplastique semble donc favoriser l'amorçage depuis des pores internes que depuis la surface.

Il est également intéressant de noter que sur la Figure IV. 20, la fissure depuis le pore est courte, l'amorçage interne est donc beaucoup plus lent que depuis la surface. Les premiers stades de propagation de la fissure sont également en mode I, et non pas suivant les plans {111} comme à 20 kHz (voir section III.2.3.1 du chapitre III). Sur les superalliages base Ni monogranulaires, différents auteurs ont déjà remarqué la forte influence de la fréquence (Gell et Leverant, 1973; Leverant et Gell, 1975; MacLachlan et Knowles, 2001) sur les modes et vitesses de propagation, mais à des rapports de charge positifs où le fluage ne peut être négligé. Ici, sans contrainte moyenne, seuls les mécanismes activés thermiquement sont à l'origine du changement de mode de rupture lorsque la fréquence diminue. La partie du cycle en traction semble donc être à l'origine de l'endommagement à R = -1 lorsque la rupture est en mode I.

Tableau IV. 2 – Dimensions des sites d'amorçage et des zones de propagation sous vide mesurés sur les faciès d'éprouvettes en CMSX-4 ayant amorcé à partir de pores en interne (0.5 et 70 Hz uniquement). Les mentions « coté carré » et « diagonale carré » sont définies en Figure IV. 21.

| f (Hz) | R | $\sigma_{max}$ (MPa) | $N_f$ | $\Phi_{eq}$ pore (µm) | $\Phi_{réel}$ pore (µm) | Distance surface (µm) | Côté carré (µm) | Diagonale carré (µm) | Côté / Diagonale |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 70 | 0.05 | 428 | $1.21 \times 10^7$ | 310 | 82 | 82 | 1303-1340 | 1441-1467 | 1.10 |
| 70 | 0.05 | 602 | $2.61 \times 10^5$ | 105 | 68 | 1306 | 2180-2200 | 2510-2540 | 1.15 |
| 70 | 0.3 | 463 | $4.40 \times 10^6$ | 100 | 57 | 650 | 1290-1307 | 1415-1468 | 1.11 |
| 70 | 0.3 | 414 | $7.93 \times 10^6$ | 309 | 81 | 1840 | 2945-2973 | 3110-3385 | 1.09 |
| 0.5 | 0.05 | 500 | $4.16 \times 10^4$ | 199 | 79 | 1703 | 2748-2773 | 3383-3511 | 1.24 |
| 0.5 | 0.05 | 410 | $1.30 \times 10^5$ | 197 | 69 | 497 | 842-872 | 865-877 | 1.02 |

Lorsque la fissure fatale amorce depuis un défaut interne et se propage en mode I, celle-ci n'a pas une forme circulaire mais plutôt d'un carré aux coins arrondis (voir Figure IV. 21). Les dimensions de ces zones carrées sont retrouvées dans le Tableau IV. 2. Avec un nombre de cycles équivalents, la fissure

interne parcourt suivant des orientations tournées de 90° une distance en moyenne 1.1 – 1.25 fois plus élevée. L'anisotropie est d'autant plus visible sur les éprouvettes ayant amorcé loin de la surface, où la distance à parcourir sous vide est grande. Une corrélation existe donc entre l'orientation secondaire du monograin et ces directions où la fissure longue se propage plus rapidement. Sur le faciès présenté en Figure IV. 21(b) sont visibles les marques de bras secondaires de dendrites en forme de croix, qui suivent les directions [100] et [010]. La distance parcourue par la fissure est plus élevée suivant ces directions, indiquant que la vitesse dépend de l'orientation secondaire du monograin. En fissuration, Fleury (Fleury, 1991) et Defresne (Defresne et Rémy, 1990a) ont observé l'influence de l'orientation secondaire sur la vitesse de propagation de fissures longues à 650°C sur l'AM1 et le CMSX-2 orientés suivant la direction cristallographique [001]. Les fissures se propagent beaucoup plus rapidement suivant les directions [010] et [100] que suivant la direction ⟨110⟩. Ces deux auteurs attribuent cette anisotropie à la fermeture de fissure, beaucoup plus importe suivant l'orientation ⟨110⟩. Cette raison est également avancée par Anton (Anton, 1984). Lorsque le rapport de charge augmente, les vitesses de propagation le long d'orientations ⟨010⟩ et ⟨110⟩ se rapprochent, car l'effet de fermeture diminue (Geuffrard, 2010).

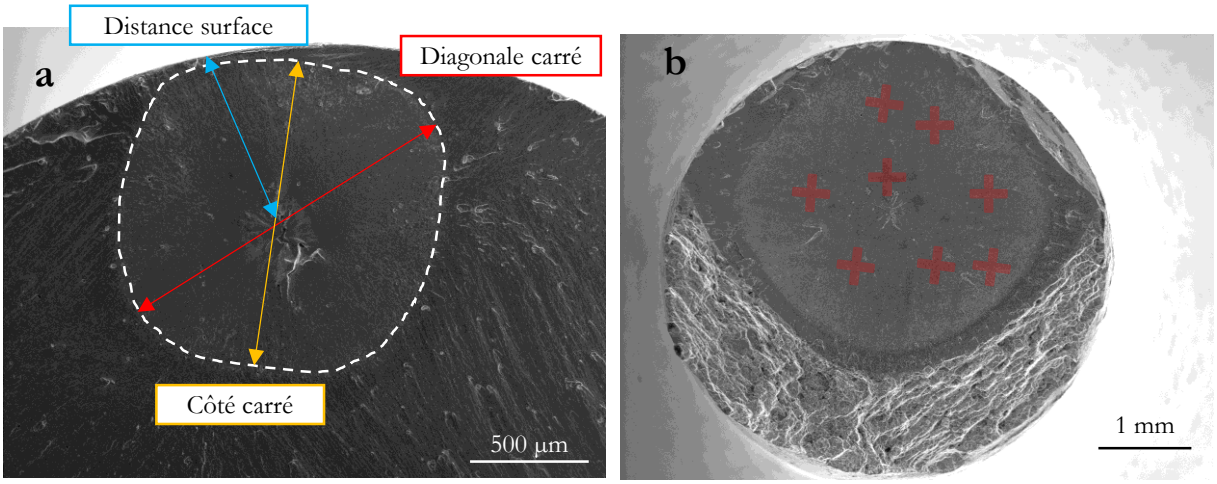


Figure IV. 21 – Anisotropie de vitesse de (micro-) propagation d'une fissure sous vide : indication des termes « diagonale du carré », « côté carré » et « distance de la surface » (a) ; marques des dendrites visibles sur la zone de propagation sous vide d'une éprouvette en CMSX-4. Les fissures se propagent plus rapidement le long des bras secondaires de dendrites, soit suivant les orientations [100] et [010] (b).

Par rapport à une fissuration depuis un défaut interne, l'oxydation peut avoir un effet bénéfique ou néfaste sur la vitesse de propagation par rapport à un environnement sous vide. Bénéfique, en augmentant la rugosité en pointe de fissure et induire une plus grande fermeture de fissure, modifiant ainsi la valeur du ΔK effectif (Geuffrard, 2010; Mataveli Suave, 2017). Cet effet est important pour les faibles rapports de charge ($R \leq 0$). Dans d'autres cas, l'oxydation est considérée comme néfaste, car elle fragilise le matériau en pointe de fissure compte tenu de la diffusion de l'oxygène et augmente la vitesse de propagation. Perruchaut a mis en évidence sur l'AM1 à 950°C que la phase de micro-propagation était la plus affectée par l'environnement, c'est-à-dire les essais à faible amplitude (Perruchaut, 1997). Au-

delà d'une longueur de fissure seuil ou bien d'un ΔK, les vitesses de propagation sont semblables sous air et sous vide (Mataveli Suave *et al.*, 2016b; Perruchaut, 1997).

### IV.3.4. Endommagement par oxydation : une question de temps ou de nombre de cycles ?

En comparant le CMSX-4 avec le MAR-M200+Hf, le rôle de l'environnement sur l'endommagement en fatigue a été mis en avant mais il n'est pas clair quelle est l'interaction entre fatigue et environnement. Généralement, l'oxydation est vue comme un phénomène dépendant du temps, mais nous avons vu que le cyclage a également un impact. En effet, le diagramme de Wöhler de la Figure IV. 11, tracé en fonction du temps à rupture, montre que les essais à 0.5 et 20 kHz sont sur la même plage de durée. Pour autant, aucun amorçage de fissure fatale depuis la surface n'a été observé à 20 kHz. Deux modes de rupture distincts ont été observés entre les deux fréquences, rendant difficile l'analyse de l'influence de l'environnement en fonction de la fréquence d'essai.

Ainsi, des résultats d'essais réalisés dans la thèse de Perruchaut sur de l'AM1 compacté à 950°C et 0.5 Hz ont été utilisés. Au cours de sa thèse, deux environnements ont été testés, sous air et sous vide, qui permettent de mettre en évidence le rôle de l'oxydation sur la durée de vie (Perruchaut, 1997). Sous air, la rupture provient depuis la surface et est assistée par l'oxydation. Sous vide, la rupture provient depuis la surface et la fissure se propage entièrement sous vide. Ces deux essais ont été comparés à ceux réalisés sur le même matériau compacté et testé à 20 kHz lors de ces travaux. En effet, les matériaux compactés sont les seuls où une influence de l'environnement sur le mode de rupture a été observée à 20 kHz (voir section III.4.3 du chapitre III). La Figure IV. 22 compare ces données obtenues sur de l'AM1 compacté en donnant les informations sur la cause de rupture (couleur), la fréquence d'essai (forme) et l'environnement testé (air ou vide).

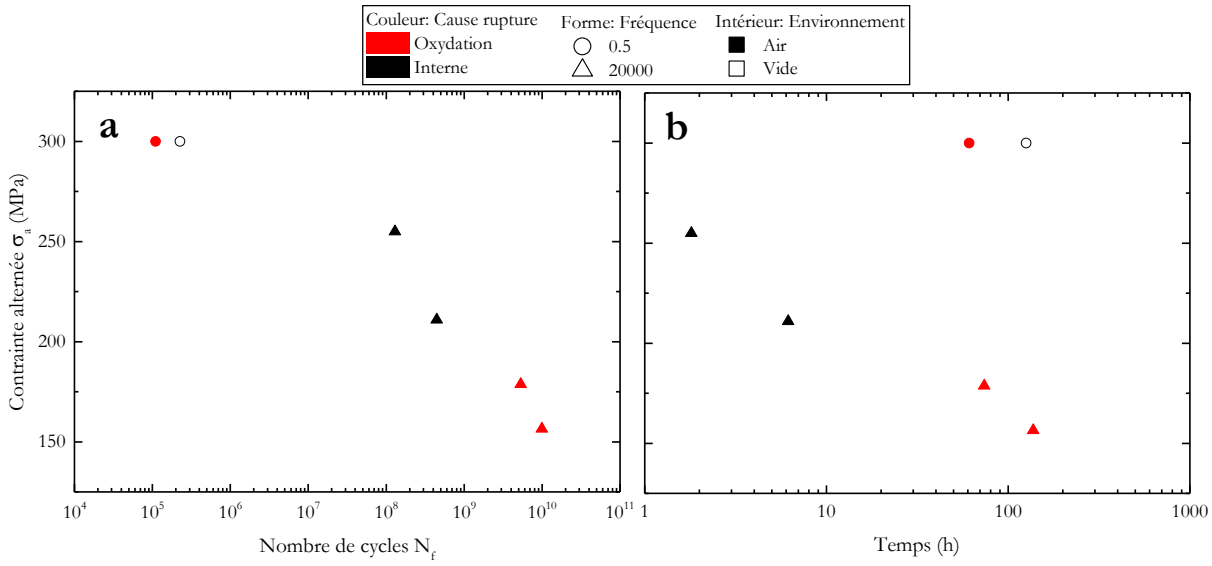


Figure IV. 22 – Comparaison des résultats sur des éprouvettes en AM1 compactées et testées à 1000°C/ 20 kHz et 950°C/ 0.5 Hz. La contrainte alternée est tracée en fonction du nombre de cycles à rupture (a) ; et du temps (b).

A 20 kHz lorsque la durée de vie est inférieure à $10^9$ cycles et à 0.5 Hz sous vide, l'amorçage de la fissure fatale est dans les deux cas indépendant de l'environnement. En traçant en fonction du nombre de cycles à rupture, la durée de vie augmente légèrement avec la fréquence, ce qui peut être dû au comportement viscoplastique à 0.5 Hz. Le plus intéressant est de comparer les durées de vie des éprouvettes rompues depuis la surface à 0.5 et 20000 Hz. En traçant en fonction du nombre de cycles à rupture ou en traçant en fonction du temps, les points à 0.5 et 20000 Hz ne tendent pas sur une même tendance alors qu'ils ont le même mode de rupture. Le cyclage a donc bien une influence sur la formation de l'endommagement depuis la surface.

En considérant que les contraintes en pointe de fissure induites par la croissance des oxydes sont à l'origine de l'amorçage puis de la propagation de fissures depuis la surface, ces résultats indiquent qu'en diminuant la fréquence, l'oxydation a plus de temps pour pénétrer en pointe de fissure et d'assister la fatigue cyclique en formant des oxydes. En revanche, à plus haute fréquence, le cyclage rapide empêche l'oxydation de correctement pénétrer en pointe de fissure, et diminue alors la vitesse de croissance des oxydes. Il est donc possible que la propagation de ces fissures assistées par l'oxydation soit moins rapide à 20 kHz qu'à 0.5 Hz. Des essais de fissuration à 1000°C, 0.5 et 20000 Hz, avec mesure de la fermeture pourraient répondre à ces nombreuses questions, mais ces essais restent complexes à réaliser et à instrumenter.

## IV.4. Influence du fluage

### IV.4.1. Cas des forts rapports de charge (R ≥ 0.8)

Le diagramme présenté en Figure IV. 11 rappelle qu'en traçant la contrainte maximale des essais en fonction du temps à rupture à fort rapport de charge et 1000°C, l'effet de fréquence n'existe plus.

En travaillant sur une plage de fréquence comprise entre 0.6 et 900 Hz, Wright *et al.* ont montré que la fatigue à haute température était essentiellement contrôlée par l'endommagement en fluage (Wright *et al.*, 2004). Les éprouvettes testées à 0.5 et 70 Hz ont un allongement à rupture important et une importante striction. Les faciès présentés dans les Figure IV. 4 et Figure IV. 9(c) et (d) font état d'une rupture provoquée par l'amorçage et la coalescence de fissures en mode I depuis différents types de pores. Dans le chapitre III, les analyses ont également montré le même type d'endommagement ayant conduit à la rupture à R = 0.8 et 20 kHz.

Des coupes longitudinales sur des éprouvettes en CMSX-4 testées à 70 et 20 kHz ont été réalisées afin d'observer la microstructure et le type d'endommagement retrouvé. La Figure IV. 23(a) présente la microstructure observée après essai à 70 Hz, et la Figure IV. 23(b) après essai à 20 kHz. Pour les deux fréquences, les précipités sont mis en radeaux de type N, perpendiculaires à l'axe de chargement. Malgré des fréquences et vitesses de déformation différentes, le même type d'évolution microstructurale est observé. Cette dernière coïncide avec les évolutions observées après un essai de fluage isotherme à chaud (> 900°C) (Reed *et al.*, 1999; Schneider *et al.*, 1992). Il serait intéressant de mesurer la largeur des couloirs de la matrice et des précipités, et de les comparer avec des simulations de mise en radeaux, afin d'analyser si la contrainte alternée a un impact sur la cinétique de mise en radeaux. Les coupes longitudinales effectuées sur des éprouvettes testées à 70 Hz (Figure IV. 23(b)) et 20 kHz (Figure IV. 23(d)) mettent également en évidence que sur l'ensemble du volume des éprouvettes, de nombreux pores sont fissurés. Les fissures suivent les interfaces γ/γ', sans cisailler les précipités. Des pores de fluage sont aussi observés, quelle que soit la fréquence de l'essai et sont généralement observées lors d'essais de fluage isotherme (Ai *et al.*, 1992; Reed *et al.*, 2007). Nous avons vu dans le chapitre III qu'à R = 0.8 et 20 kHz, les éprouvettes présentent un faciès cristallographique, où la fissure ayant conduit à la rupture se propage rapidement (voir section III.2.3.2). Cette fissure macroscopique a pour origine la pointe d'une fissure amorcée depuis des pores et qui s'est micro-propagée en mode I. C'est donc bien la micro-propagation de ces fissures qui conduit à la rupture de l'éprouvette, et qui contrôle la majeure partie de leur durée de vie, quelle que soit la fréquence de sollicitation.

A 20 kHz et des durées de vie inférieures à une heure, aucune coupe longitudinale n'a été réalisée afin d'observer les possibles évolutions de la microstructure. Il est peu probable qu'une mise en radeaux complète et développée soit observée, mais le chapitre III a montré que ces résultats VHCF sont comparables à des essais de fluage courts isothermes, dont les mécanismes de déformation semblent différents de ceux retrouvés à plus faible contrainte moyenne. Il serait donc judicieux de réaliser sur ces essais de fluage courts des coupes longitudinales afin d'identifier les mécanismes de déformation par analyse au microscope électronique à transmission, puis de les comparer aux essais VHCF à faible durée de vie.

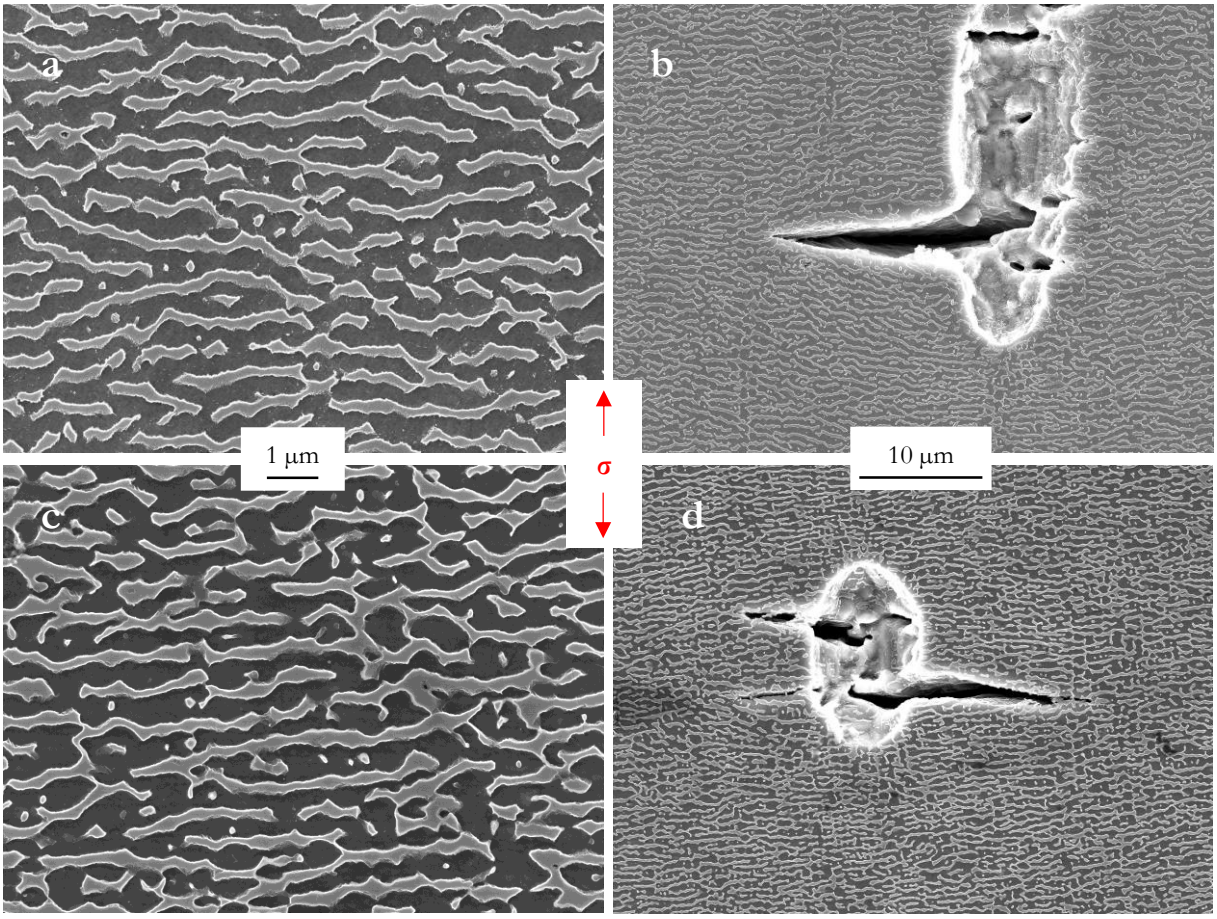


Figure IV. 23 – Eprouvette en CMSX-4 sollicitée à 1000°C, 70 Hz, R = 0.8, $\sigma_{max}$ = 349 MPa, $N_f$ = 7.04 × $10^6$ cycles : mise en radeaux des précipités (a) ; cavitation depuis un pore (b). Eprouvette en CMSX-4 sollicitée à 1000°C, 20 kHz, R = 0.8, $\sigma_{max}$ = 445 MPa, $N_f$ = 7.01 × $10^8$ cycles : mise en radeaux des précipités (c) ; cavitation depuis un pore (d).

Les faciès et les évolutions de la microstructure mettent bien en avant le rôle prédominant du fluage sur la durée en fatigue à haute température, quels que soient la fréquence et le régime de fatigue étudié. Contrairement à des rapports de charge plus faibles, l'endommagement est volumique et non pas localisé. Sous ces conditions, la microstructure et la composition chimique des superalliages base Ni, développés pour augmenter leurs performances en fluage, sont donc l'élément d'ordre un contrôlant la durée de vie des éprouvettes.

L'alliage DS200+Hf a alors été testé à 0.5 et 20 kHz à fort rapport de charge afin de confirmer cette sensibilité à la microstructure et à la composition chimique. Les résultats peuvent être retrouvés sur la Figure IV. 24. Quelle que soit la fréquence étudiée ou la plage de durée de vie testée, le DS200+Hf a des performances en fatigue à haute température et rapport de charge positif plus faibles que le CMSX-4.

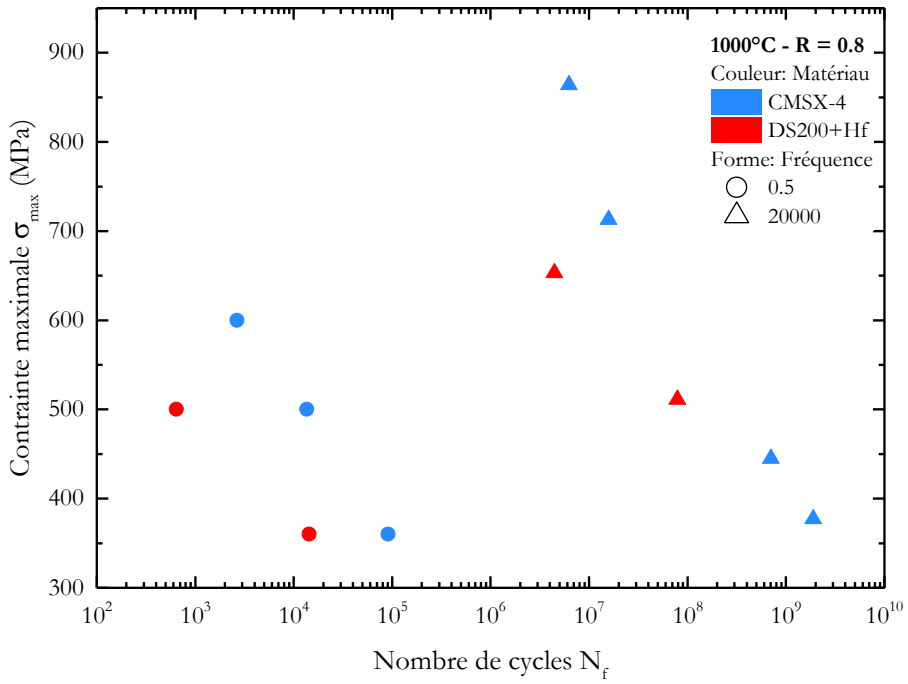


Figure IV. 24 – Diagramme de Wöhler du CMSX-4 et du DS200+Hf à 1000°C, 20 kHz et R = 0.8.

Les faciès du DS200+Hf testé à R = 0.8 révèlent également un endommagement par fluage important, avec une importante striction et allongement (Figure IV. 25). L'amorçage et la micro-propagation de fissures depuis des pores remplis de petits carbures fissurés et des amas de carbures (Figure IV. 26), sont à l'origine de la rupture, quelle que soit la fréquence de sollicitation. Dans le DS200+Hf, une fissuration au niveau de l'interface carbure/matrice est observée (Figure IV. 27), connue pour être un endommagement en fluage sur les alliages contenant des gros carbures (Ai *et al.*, 1992; Mataveli Suave, 2017).

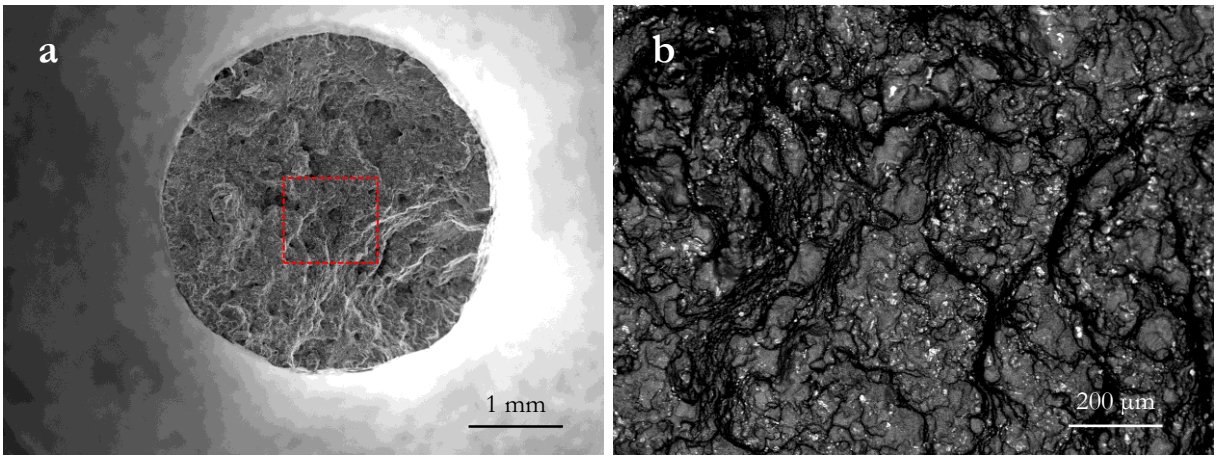


Figure IV. 25 – Faciès de rupture d'une éprouvette en DS200+Hf sollicitée à 1000°C, 0.5 Hz, R = 0.8, $\sigma_{max}$ = 360 MPa, $N_f = 1.44 \times 10^4$ cycles (a) ; agrandissement au centre de l'éprouvette (mode électrons rétrodiffusés) (b).

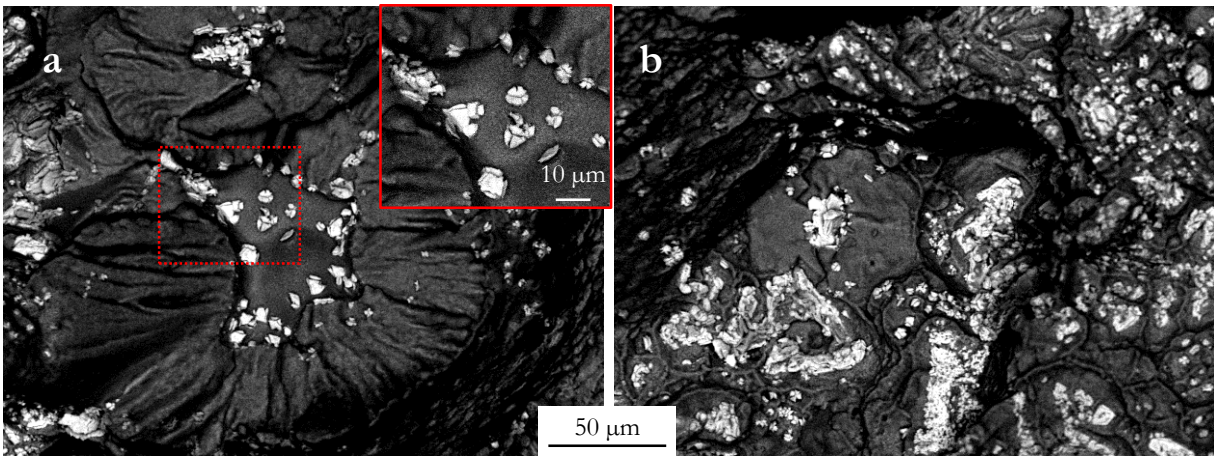


Figure IV. 26 – Faciès de rupture d'une éprouvette en DS200+Hf sollicitée à 1000°C, 20 kHz, R = 0.8, $\sigma_{max}$ = 510 MPa, $N_f$ = 7.90 × $10^8$ cycles : agrandissement sur un pore rempli de carbures (a) ; et de carbures (b) ayant micro-fissurés en mode I sur le faciès de rupture. Observations réalisées en mode électrons rétrodiffusés.

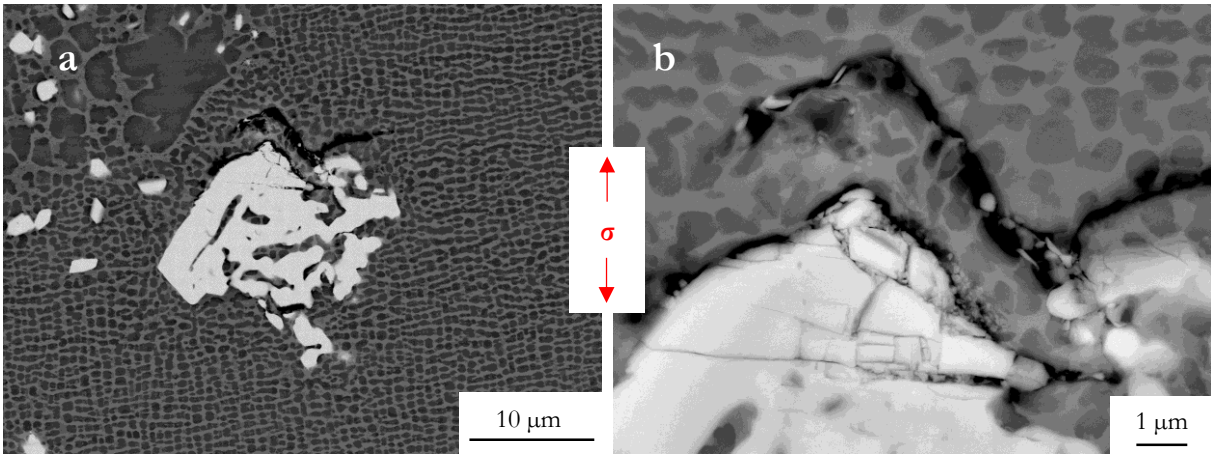


Figure IV. 27 – Coupe longitudinale d'une éprouvette en DS200+Hf sollicitée à 1000°C, 20 kHz, R = 0.8, $\sigma_{max}$ = 510 MPa, $N_f$ = 7.90 × $10^8$ cycles : fissuration à l'interface carbure/matrice (a) ; agrandissement sur le carbure (b). Observations réalisées en mode électrons rétrodiffusés.

Afin de mettre en évidence l'influence du fluage à R = 0.8, dépendant du temps, la contrainte moyenne de l'essai de fatigue est tracée en fonction du temps à rupture pour le CMSX-4 et DS200+Hf sur la Figure IV. 28. Avec une forte contrainte moyenne, les deux alliages ont une durée de vie indépendante de la fréquence. Sur ce graphique, la prédiction du temps à rupture en fluage isotherme à 1000°C des essais de fatigue a été ajoutée. La contrainte moyenne de l'essai de fatigue est utilisée pour calculer la durée de vie en fluage. La loi de Rabotnov-Kachanov est utilisée pour prédire le temps à rupture du CMSX-4. Dans le cas du DS200+Hf, les temps à rupture ont été prédits à partir d'un diagramme de Larson-Miller identifié par Mataveli Suave (Mataveli Suave, 2017).

Les données expérimentales en fatigue se confondent avec les prédictions en fluage isotherme à la même température et contrainte moyenne, pour les deux alliages. Lorsque le temps à rupture ne dépasse pas une heure, les données de fatigue ne suivent plus la tendance prédite par la loi de Rabotnov-Kachanov. Les coefficients A et k utilisés ne sont pas identifiés pour des temps à rupture aussi courts

et surestiment alors les temps à rupture des essais de fatigue, mais également les essais de fluage à très forte contrainte (voir section III.5 dans le chapitre III). La rupture est néanmoins provoquée par un endommagement par fluage. Dans le cas du DS200+Hf, les données expérimentales concordent de manière très satisfaisante avec la prédiction obtenue par l'approche de Larson-Miller. En effet, les temps à rupture à 1000°C conduisent à des paramètres de Larson-Miller (PLM) très proches de ceux utilisés par Mataveli Suave pour identifier une loi polynomiale d'ordre 2 entre la contrainte appliquée et le PLM.

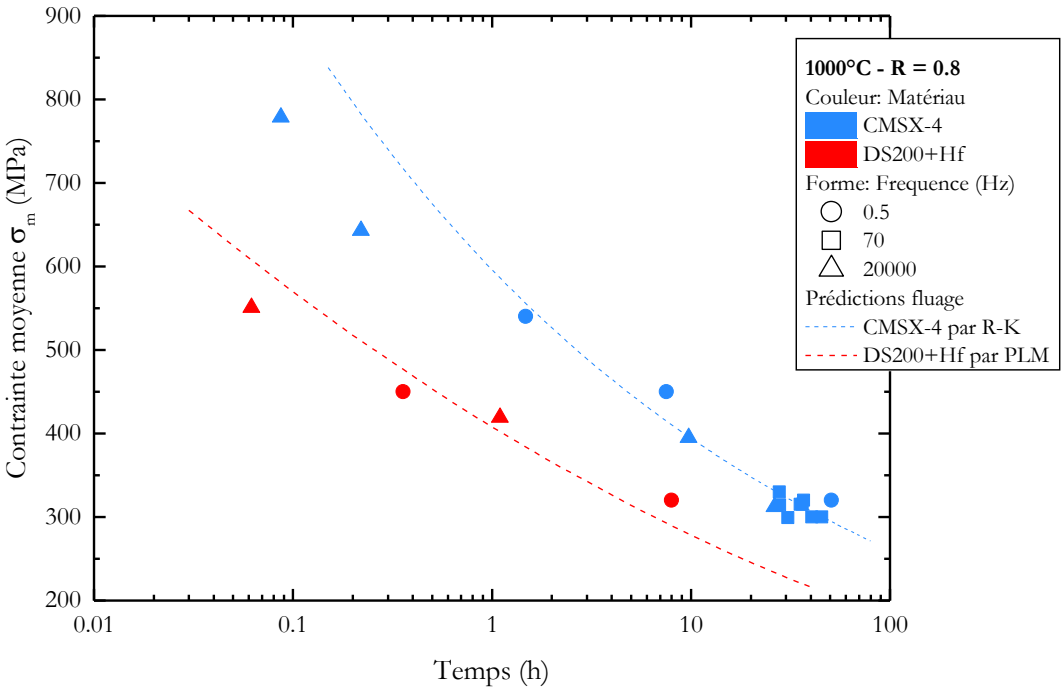


Figure IV. 28 – Comparaison des temps à rupture du CMSX-4 et DS200+Hf sollicités à 1000°C, R = 0.8, 0.5 et 20000 Hz. La contrainte moyenne appliquée lors de l'essai en fatigue a été tracée en fonction du temps à rupture. Ces points sont comparés à des prédictions de temps à rupture en essai de fluage isotherme à 1000°C par une loi de Rabotnov-Kachanov pour le CMSX-4, et à partir du paramètre de Larson-Miller du MAR-M200+Hf pour le DS200+Hf.

D'après la Figure IV. 28, **les durées de vie en fatigue à fort rapport de charge peuvent donc être prédites à partir d'une loi de fluage, quelle que soit la fréquence de sollicitation** (≤ 20 kHz). Ainsi, la microstructure et la chimie de l'alliage sont deux facteurs ayant une forte influence sur la durée de vie en fatigue à fort rapport de charge et haute température. Le DS200+Hf, connu pour avoir des propriétés en fluage plus faibles que le CMSX-4 à haute température, a de la même façon une durée de vie en fatigue plus faible, quel que soit le domaine visé (LCF, HCF et VHCF).

Il faut également garder en mémoire que la dégradation de la microstructure, par un pré-fluage ou un maintien à haute température, réduit la durée de vie à fort rapport de charge. En effet, dans la section III.2.4 du chapitre III nous avons montré qu'à 20 kHz et R = 0.8, la mise en radeaux des précipités de type N diminue par un facteur 2 la durée de vie des éprouvettes. Les précipités mis en radeaux perpendiculaires à l'axe de chargement facilitent, ou tout au moins ne ralentissent pas la micro-propagation des fissures amorcées depuis des pores. A de plus basses fréquences, ou le même

endommagement contrôle la durée de vie, la dégradation de la microstructure aura donc également une influence sur la durée de vie.

### IV.4.2. Cas des rapports de charges intermédiaires ($0 \leq R \leq 0.3$)

Lorsque la valeur de contrainte alternée est particulièrement faible par rapport à la contrainte moyenne, la section précédente montre que les mécanismes d'endommagement par fatigue sont négligeables par rapport à ceux de fluage. Les seules évidences d'endommagement par fatigue ont été observées à 20 kHz (voir section III.5 du chapitre III) et ne semblent apparaître que lorsque l'endommagement par fluage est déjà bien établi. En fatigue pure, la fissuration de la couche oxydée et sa propagation dans la matière saine est un facteur non négligeable pour des essais ayant des temps à rupture relativement longs. Il s'agit maintenant d'étudier ces mécanismes qui se déroulent à des rapports de charge intermédiaires ($0 \leq R \leq 0.3$), o* peuvent potentiellement interagir :

- La fatigue pure, par une localisation de la déformation plastique autour de concentrateurs de contrainte.
- L'oxydation, par la fissuration de la couche oxydée et propagation assistée par la diffusion de l'oxygène.
- Le fluage, qui conduit à une évolution de la microstructure et à une fissuration de la majorité des pores contenus dans le volume.

A $R = 0.05$ sous les deux fréquences étudiées (0.5 et 70 Hz), l'oxydation est à l'origine dans la majorité des cas de l'amorçage de la fissure fatale dans les éprouvettes. Néanmoins, la microstructure post-mortem de ces éprouvettes révèle, comme à plus fort rapport de charge, une mise en radeaux des précipités perpendiculaire à l'axe de chargement (voir Figure IV. 29(a)) pour les essais ayant duré au moins 20 heures. Il est donc évident que ces éprouvettes fluent et qu'une probable interaction entre l'oxydation, le fluage, et la fatigue ait lieu. Dans d'autres cas à $R = 0.05$ et 70 Hz, l'amorçage de la fissure fatale est à partir d'un gros pore interne, montrant qu'une interaction entre les endommagements en fatigue et en fluage a lieu. La Figure IV. 29(b) montre par exemple un amorçage secondaire sur une éprouvette sollicitée à 70 Hz. Très peu d'amorçages secondaires ont été observés, et les rares observés ne l'ont été qu'à partir de gros pores de fonderie. Crompton et Martin ont montré qu'augmenter le rapport de charge augmente la vitesse de fissuration à haute température (Crompton et Martin, 1984).

Le fluage n'est donc pas toujours l'endommagement conduisant à la rupture des éprouvettes, mais peut interagir avec des endommagements en fatigue déjà amorcés lors de la phase de propagation. Par exemple, nous savons que la phase de propagation est d'autant plus accélérée lorsque les précipités sont mis en radeaux perpendiculaire à l'axe de sollicitation, évitant tout obstacle à la propagation de fissure en mode I (Ott et Mughrabi, 1999).

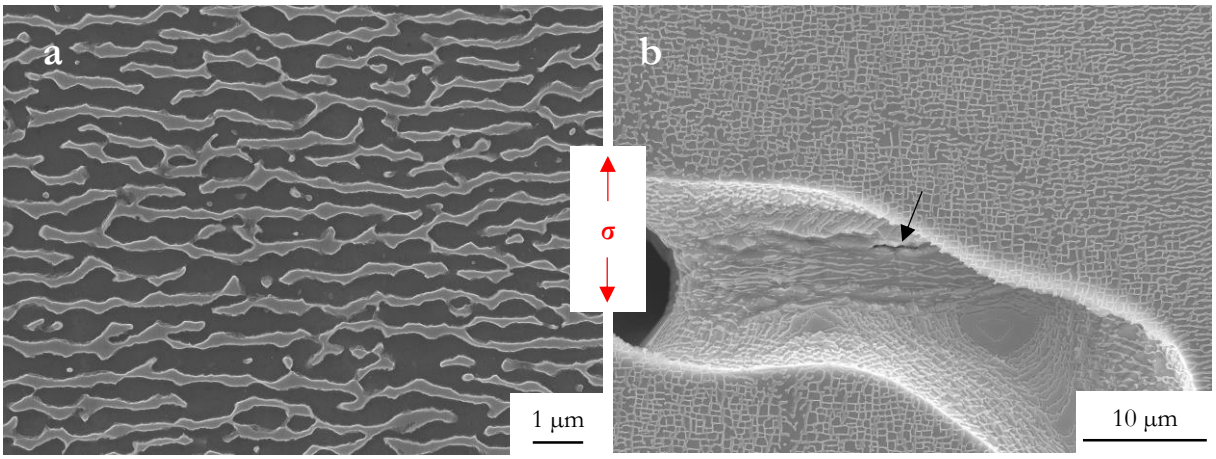


Figure IV. 29 – Eprouvette en CMSX-4 sollicitée à 1000°C, 70 Hz, R = 0.05, $\sigma_{max}$ = 408 MPa, $N_f$ = 1.18 × $10^7$ cycles : mise en radeaux des précipités (a) ; début de micro-fissuration en mode I d'un pore indiqué par la flèche noire (b).

A R = 0.3, les résultats se révèlent aussi intéressants. Une condition de chargement identique a été appliquée pour les trois fréquences étudiées. Les faciès de rupture sont présentés sur la Figure IV. 30. Ce rapport de charge est le seul étudié à avoir un mode de rupture distinct pour chaque fréquence. En augmentant la fréquence, la transition de mécanismes dépendants du temps à indépendants du temps est clairement visible. Alors qu'à 0.5 Hz, la fissuration en mode I de nombreux pores provoque la rupture, à 70 Hz et 20 kHz un pore unique et interne y conduit. A 20 kHz, malgré l'application d'une contrainte moyenne non négligeable, la fissure depuis le pore amorce et se propage uniquement de manière cristallographique. Une coupe longitudinale de l'éprouvette n'a pas permis d'observer un début de micro-fissuration en mode I à partir d'autres pores, malgré le fait que les précipités soient mis en radeaux (Figure IV. 31). Des traces de bandes de glissement, une microstructure γ/γ' très déformée (moins de 500 nm d'épaisseur) et des particules TCP ont été observées autour du pore d'amorçage. Une petite zone dite « rugueuse » semble également observée au voisinage de ce dernier (Figure IV. 30(c)), typique d'une rupture par fatigue à haute fréquence dans le domaine VHCF (voir section III.6 du chapitre III).

A très haute fréquence, la mise en radeaux des précipités est donc concomitante avec la localisation de la déformation plastique. La plage de rapport de charge autour de 0.3 – 0.5 doit être étudiée de manière plus détaillée à 20 kHz et 1000°C, car une compétition entre la fatigue et le fluage semble être présente. Le temps d'essai doit également avoir une influence importante sur cette transition entre rupture par fatigue ou par fluage.

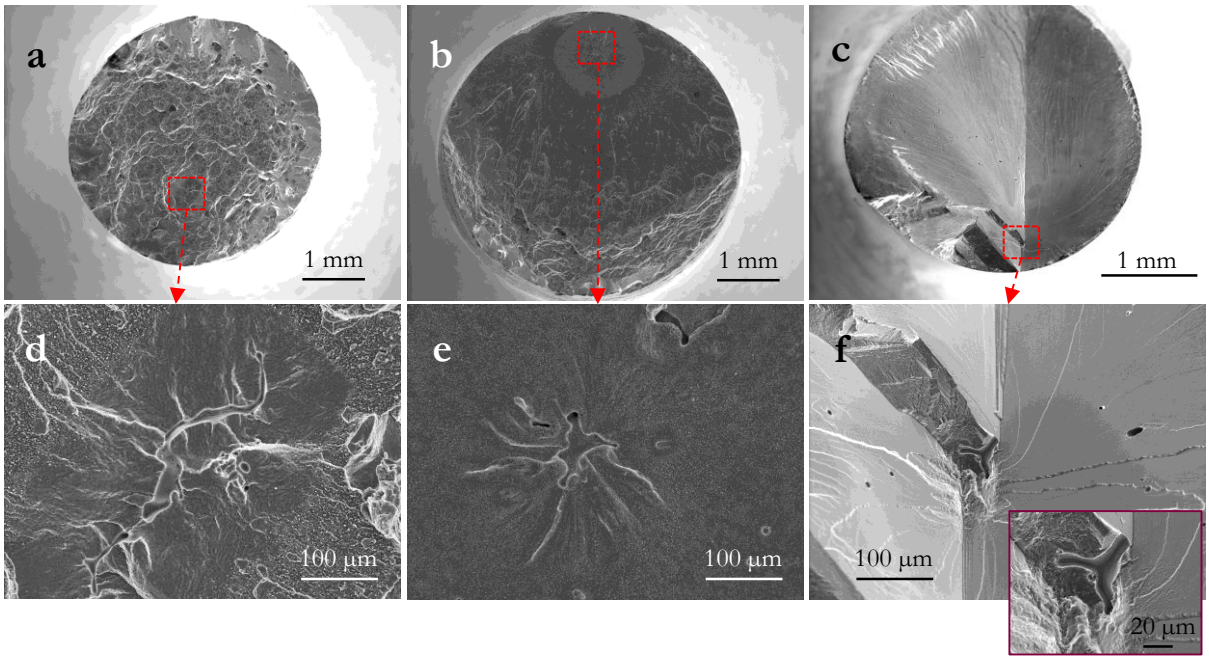


Figure IV. 30 – Faciès de rupture (a,b,c) et agrandissement sur le site d'amorçage principal (d,e,f) sur des éprouvettes en CMSX-4 sollicitées à 1000°C, R = 0.3, $\sigma_{max}$ = 463 MPa : 0.5 Hz, $N_f = 7.52 \times 10^4$ cycles. Dans ce cas, il n'existe pas de site d'amorçage principal, mais une cavitation des pores (a,d) ; 70 Hz, $N_f = 4.40 \times 10^6$ cycles (b,e) ; 20 kHz, $N_f = 1.94 \times 10^9$ cycles (c,f).

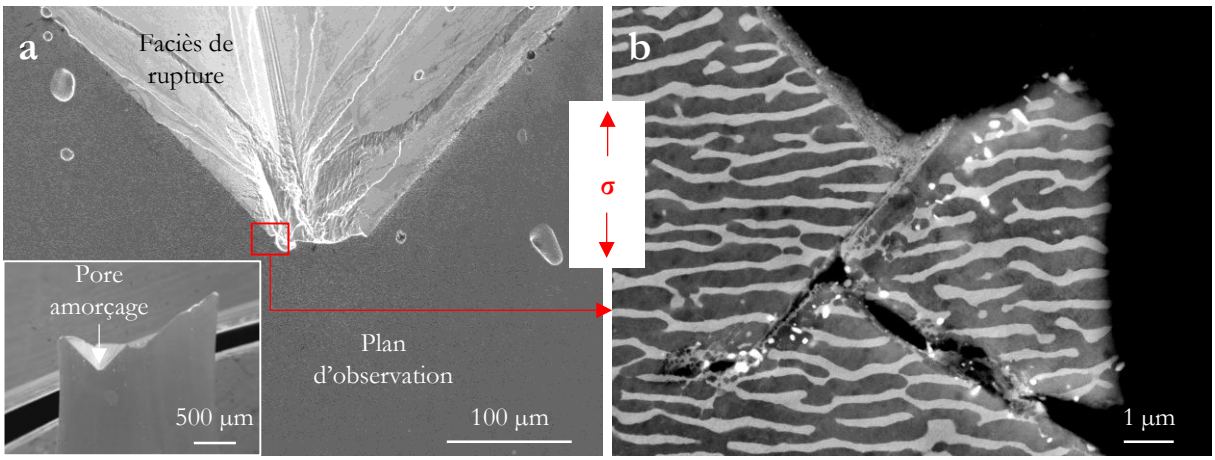


Figure IV. 31 – Coupe longitudinale d'une éprouvette en CMSX-4 testée à 1000°C, 20 kHz, R = 0.3, $\sigma_{max}$ = 463 MPa, $N_f = 1.94 \times 10^9$ cycles : pore d'amorçage, sans trace de fissuration en mode I (a) ; traces de bandes de glissement et de phases TCP. Précipités mis en radeaux (b). Observations réalisées en mode électrons rétrodiffusés après attaque chimique.

A ce stade, il est clair que la contrainte moyenne influence l'endommagement par fluage, et favorise un endommagement volumique distribué au détriment d'un amorçage de fissures depuis la surface. Il est cependant plus difficile de connaître la contribution de la contrainte alternée sur le fluage et la partie cyclique. Ce point sera abordé lors de la prédiction de la durée de vie des essais de fatigue à haute température dans le chapitre V.

## IV.5. Bilan de l'influence de la fréquence

Ce chapitre a traité de l'influence des mécanismes dépendants du temps sur la fatigue à haute température du CMSX-4, à travers la fréquence d'essai. Trois endommagements peuvent être en compétition au cours de ces essais, à savoir une fissuration sous vide autour de concentrateurs de contrainte par accumulation rapide de cycles, une fissuration depuis la surface assistée par l'oxydation, et une micro-propagation de fissure depuis des pores en fluage. En fonction des conditions d'essais (fréquence, rapport de charge, nombre de cycles à rupture et/ou durée d'essai), l'interaction entre ces trois endommagements peut être importante, ou bien un mécanisme peut prendre l'ascendant.

En fatigue pure par exemple, lorsque l'environnement n'a pas d'influence prépondérante, la taille des pores de fonderie contrôle la durée de vie, quelle que soit la fréquence d'essai. Une fréquence élevée inhibe dans un premier temps les effets d'oxydation et favorise l'activation de mécanismes de déformation indépendants du temps. Sous environnement oxydant, les faibles rapports de charge (R = 0.05 et R = -1) et les essais de longue durée sont impactés par l'environnement. La couche oxydée formée en surface va rapidement permettre l'amorçage de fissures, qui se propagent ensuite dans le volume assistées par l'oxydation.

Lorsqu'une contrainte moyenne est présente, le fluage opère rapidement de par la très haute température et prend l'ascendant sur les autres endommagements. A fort rapport de charge, quelle que soit la fréquence ou la durée de vie, le fluage est l'endommagement conduisant à la rupture de l'éprouvette, et contrôle en conséquence la durée de vie. Les traces de déformation localisées, révélatrices d'un endommagement par fatigue, ne sont observées qu'à haute fréquence et ne semblent avoir une incidence que très tardivement dans la durée de vie totale. En conséquence, la durée de vie peut être prédite par une simple loi de fluage identifiée sur les temps à rupture des essais de fatigue. Aux rapports de charge intermédiaires, malgré une phase d'amorçage contrôlée par l'oxydation (amorçage depuis la surface) ou la fatigue (amorçage en interne depuis un pore de fonderie), le fluage est suspecté d'influencer la vitesse de propagation des fissures, notamment par la mise en radeaux des précipités.

Enfin, l'endommagement provoqué par l'oxydation ne peut pas être simplement séparé de la fatigue, les contraintes et la fréquence de sollicitation appliquées ayant une incidence sur la croissance des oxydes et donc sur la propagation de la fissure assistée par l'oxydation. Des essais sous vide sont nécessaires afin d'enlever toute ambiguïté entre les effets d'oxydation et l'interaction entre la fatigue et le fluage, malgré l'utilisation d'alliages ayant une résistance à l'oxydation différente.

A partir de ces résultats et des trois endommagements principaux observés, le chapitre V est développé afin de prédire la durée de vie en fatigue à grand et très grand nombre de cycles des superalliages base Ni monogranulaires à haute température.

# CHAPITRE V

# PREDICTION DE LA DUREE DE VIE EN FATIGUE A HAUTE TEMPERATURE

# Sommaire

**V.1. Introduction ..... 219**

**V.2. Prédictions en fatigue pure sans influence de l'environnement ..... 219**

**V.3. Prédictions en fatigue à rapport de charge positif ..... 225**

V.3.1. Prise en compte de l'endommagement en fluage ..... 225

V.3.2. Méthode « sinus » ..... 228

**V.4. Cumul fatigue – fluage : modèle de Wright ..... 232**

**V.5. Diagrammes de Goodman ..... 235**

V.5.1. Diagramme de Goodman « expérimental » à $10^8$ cycles ..... 236

V.5.2. Prédictions du diagramme ..... 238

**V.6. Paramètres influençant le diagramme de Goodman ..... 240**

V.6.1. Méthode d'élaboration ..... 241

V.6.2. Dégradation de la microstructure ..... 242

**V.7. Bilan ..... 245**

## V.1. Introduction

Ce dernier chapitre a pour objectif de relier les observations décrites dans les chapitres III et IV, à des méthodologies de dimensionnement industrielles. A partir des modes de rupture observés à 20000 Hz et à plus basse fréquence sur le CMSX-4 et les différents superalliages testés, les questions suivantes se posent : comment prendre en compte l'influence des endommagements dépendants du temps, i.e. le fluage, ou indépendants du temps, i.e. le cyclage mécanique, sur la prédiction de la durée de vie en fatigue à haute température du CMSX-4, et des superalliages base nickel à solidification dirigée de manière générale ? Quelles sont les conséquences de la possible interaction de ces endommagements sur la forme du diagramme de Goodman du CMSX-4 ?

Ainsi, la première partie de ce chapitre s'attache à présenter un modèle permettant de prédire la durée de vie en fatigue pure, en considérant l'influence de l'environnement comme nulle. Dans un deuxième temps, différentes méthodes employées pour prédire la durée de vie en fatigue à haute température et rapports de charge positifs sont présentées et discutées. Le modèle de Wright, qui se base sur un cumul linéaire des endommagements en fatigue pure et en fluage pur, est ensuite présenté.

Enfin, la dernière partie s'appuie sur ce modèle afin de prédire la limite d'endurance à $10^8$ cycles du CMSX-4, quel que soit le rapport de charge et la fréquence de sollicitation. Ces diagrammes de Goodman prédits sont comparés au diagramme de Goodman construit à partir des données expérimentales de la thèse à 0.5, 70 et 20000 Hz. L'influence de la méthode de solidification (i.e. le diamètre des pores) et de la dégradation de la microstructure sur la forme du diagramme est discutée.

## V.2. Prédictions en fatigue pure sans influence de l'environnement

A partir de ces prédictions, l'objectif est de pouvoir déterminer les limites d'endurance aux fréquences d'excitation des aubes pouvant conduire à de la fatigue à grand et très nombre de cycles, généralement de l'ordre du kHz. La fréquence de 0.5 Hz, qui a montré une dépendance importante à l'environnement à R = -1, n'est donc pas représentative des fréquences recherchées (voir section IV.3 du chapitre IV). C'est pourquoi, les prédictions en fatigue pure n'ont été recherchées qu'à haute fréquence, où l'influence de l'environnement est minime entre $10^6$ et $10^9$ cycles.

Sans influence de l'environnement, la taille des pores de fonderie est le facteur contrôlant la durée de vie quel que soit le régime de fatigue. Ceci est particulièrement vrai à R = -1 et 20 kHz dans notre cas. L'amélioration du procédé d'élaboration est le moyen permettant d'augmenter la durée de vie d'un facteur pouvant atteindre la valeur de 20 en LCF à des températures jusqu'à à 760°C (Khan *et al.*, 1986; Brundidge et Pollock, 2012; Steuer *et al.*, 2015), en HCF jusqu'à 870°C (Khan et Caron, 1986; Lamm et Singer, 2007) et en VHCF à température ambiante (Nie *et al.*, 2018). En inhibant l'influence de l'environnement,

ce comportement est retrouvé à plus haute température, jusqu'à 950°C dans le domaine LCF (Steuer *et al.*, 2015) et 1000°C dans le domaine VHCF (voir chapitre III).

A partir de ce constat, la phase d'amorçage peut être considérée comme dominante sur la phase de propagation, sans influence de l'environnement. Il est alors possible sous ces conditions de prédire la durée de vie en fatigue pure en VHCF et à 1000°C des superalliages base nickel colonnaires en utilisant un modèle d'amorçage qui prend en compte la taille des pores de fonderie. Les pores sont alors considérés comme des petites entailles. Pour cela, les approches de Fatemi-Socie (Fatemi et Shamsaei, 2011; Fatemi et Socie, 1988) et Castelluccio-McDowell (Castelluccio et McDowell, 2012; Przybyla *et al.*, 2013) du Fatigue Indicator Parameter (FIP), qui prennent en compte la déformation plastique maximale de cisaillement sur le plan de glissement le plus critique ont été utilisées (Equation V. 1) :

$$FIP_{FS} = \Delta\gamma^{p}_{max}\left[1 + k\frac{\sigma_n^{max}}{\sigma_y}\right] \qquad \text{Equation V. 1}$$

Où $\Delta\gamma^{p}_{max}$ est l'amplitude de déformation plastique cyclique en cisaillement maximale, $\sigma_n^{max}$ est la contrainte maximale normale au plan de cisaillement le plus critique, normalisée par la limite d'élasticité $\sigma_y$. k est une constante entre 0.5 et 1. McDowell et Berard ont postulé que le paramètre $FIP_{FS}$ peut représenter la force motrice en fatigue conduisant à l'amorçage et jouer un rôle proche de l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte ΔK (McDowell et Berard, 1992). Ces approches ont été modifiées par Steuer *et al.* pour prendre en compte la taille du pore et le plan de glissement activé sur la prévision de la durée de vie (Steuer *et al.*, 2015) :

$$FIP = \frac{\mu\Delta\sigma}{E}\left[1 + k\frac{\Delta K}{\Delta K_{th}}\right] \qquad \text{Equation V. 2}$$

Cette écriture modifiée du FIP permet d'estimer la déformation plastique sur le plan de glissement le plus chargé macroscopiquement par l'amplitude de contrainte positive, divisée par le module d'Young E, puis multipliée par le facteur de Schmid μ. Cette plasticité est modulée par l'effet de concentration de contrainte au voisinage des défauts les plus critiques en terme d'amorçage (pores de fonderie), déterminé par le facteur d'intensité de contrainte ΔK. Ce facteur permet de rendre compte de la taille des pores de fonderie par l'Equation V. 3, proposée par Murakami (Murakami et Endo, 1994). Ce facteur est normalisé par le seuil de propagation $\Delta K_{th}$.

$$K_I = Y\sigma\sqrt{\pi\sqrt{A_{défaut}}} \qquad \text{Equation V. 3}$$

σ est l'amplitude de contrainte positive appliquée et Y est pris égal à 0.5 pour des défauts considérés comme internes et 0.65 pour ceux considérés comme subsurfaciques ou surfaciques. Un défaut est considéré comme interne si la condition suivante est vraie (Murakami et Endo, 1994) :

$$\frac{\Phi_{\text{défaut}}}{d_{\text{surface}}} < 1.6 \qquad \text{Equation V. 4}$$

Avec $\Phi_{\text{défaut}}$ le diamètre du pore et $d_{\text{surface}}$ la distance entre le pore et la surface de l'échantillon.

Dans l'Equation V. 3, $A_{\text{défaut}}$ représente l'aire du pore. Cette aire est déterminée en considérant l'aire réelle du pore (voir Figure V. 1(a)), directement sur le faciès de rupture des éprouvettes. La valeur de $\Delta K$ a également été calculée à partir de l'aire du cercle circonscrit au pore (voir Figure V. 1(b)), et conduit aux mêmes tendances présentées ci-dessous.

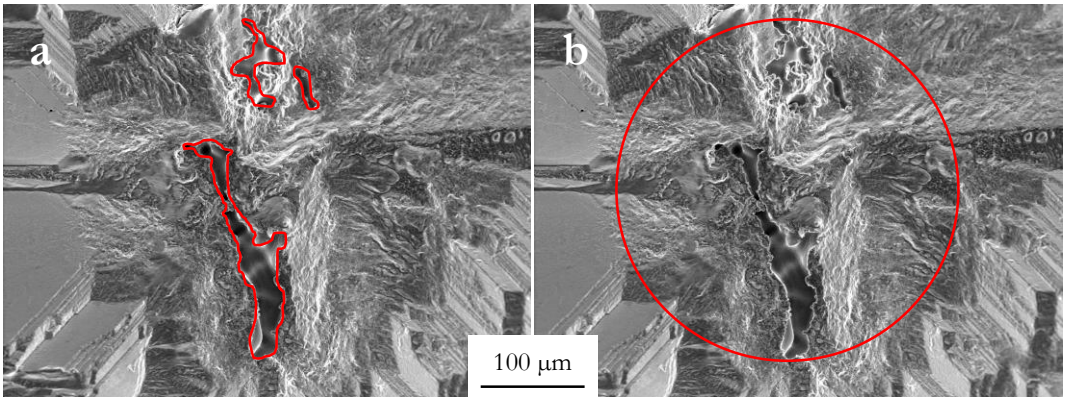


Figure V. 1 – Méthode de détermination de l'aire du pore d'amorçage : aire réelle du pore (a) ; aire du cercle circonscrit au pore (b). Ces aires sont déterminées à partir de mesures réalisées sur le faciès de rupture des éprouvettes.

En prenant en compte la concentration de contrainte au voisinage du pore le plus critique conduisant à la rupture des éprouvettes, le critère FIP considère que l'essentiel de la durée de vie est passé en micro-propagation, ce qui est cohérent avec le scénario de croissance de la zone rugueuse proposé dans le chapitre III (voir section III.6.2).

Ainsi, le FIP a été calculé pour tous les superalliages base Ni présentés dans le chapitre III dont la fissure fatale a amorcé à partir d'un pore de fonderie, c'est-à-dire entre $10^6$ – $10^9$ cycles et ayant été élaborés par voie Bridgman ou LMC. A partir de différentes données issues de la littérature, le module de Young E a été considéré comme équivalent pour tous les superalliages base Ni testés (de Bussac et Poubanne, 1992; Giraud, 2014; Hermann *et al.*, 1996; Kuhn et Sockel, 1990; Mazot et de Fouquet, 1992; Siebörger *et al.*, 2001). L'orientation cristalline de chaque superalliage base Ni testé a été prise en compte afin de calculer le facteur de Schmid $\mu$ et le module de Young E. La constante k a été prise égale à 1, de la même façon que Steuer *et al.* (Steuer *et al.*, 2015). Le seuil de propagation $\Delta K_{th}$ de l'AM1 à 950°C sous air dans le cas de fissures longues a été utilisé, égal à 10 MPa.m$^{1/2}$ (Geuffrard, 2010).

Les valeurs sont compilées dans la Figure V. 2, où le critère FIP est tracé en fonction du nombre de cycles à rupture. Les données dans le domaine VHCF à 1000°C sont comparées à deux études : une réalisée par Steuer *et al.* dans le domaine LCF à 750°C sur de l'AM1 Bridgman et LMC (Steuer *et al.*, 2015), l'autre réalisée par Nie *et al.* dans le domaine VHCF à 20°C sur le superalliage à grains colonnaires

DZ4 (Nie *et al.*, 2018). Dans l'étude de Nie *et al.*, seules les données du DZ4 non compacté, c'est-à-dire avec des pores de fonderie, ont été utilisées.

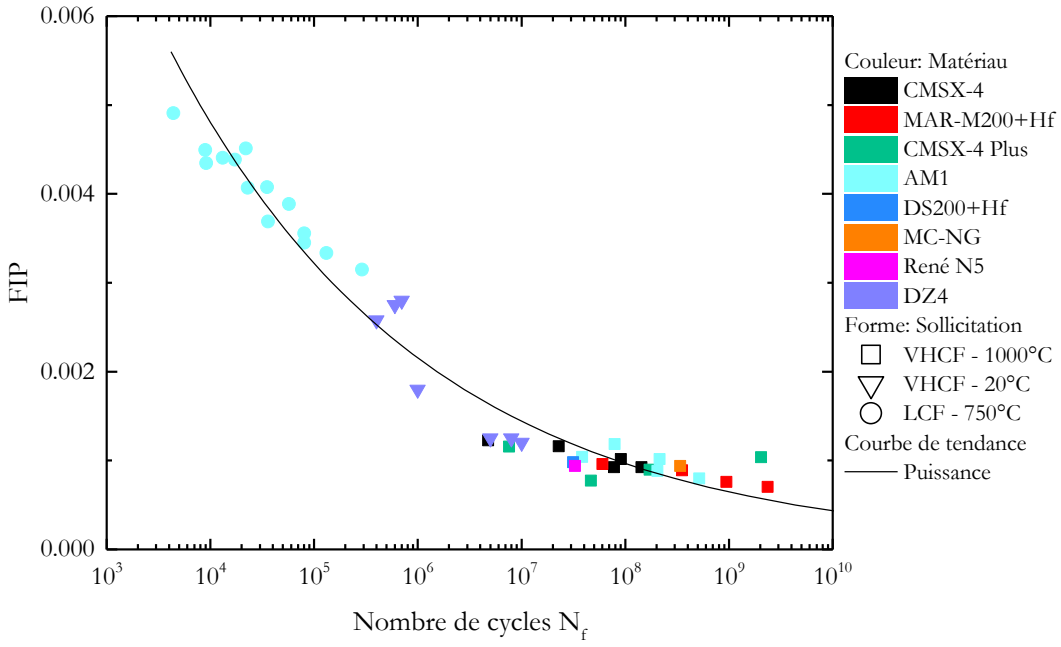


Figure V. 2 – FIP tracé en fonction du nombre de cycles à rupture. Les données VHCF à 1000°C et issues de la littérature à 20°C (Nie *et al.*, 2018) et 750°C (Steuer *et al.*, 2015) sont représentées.

La Figure V. 2 montre qu'il est possible à partir du critère FIP d'établir une seule courbe de tendance reliant le paramètre FIP à la durée de vie, quels que soient les régimes de fatigue, températures, superalliages base Ni et voies d'élaboration. Le facteur d'intensité de contrainte $K_I$ permet de prendre en compte correctement la concentration de contrainte en fonction du diamètre du pore et de la contrainte appliquée. L'amplitude de déformation plastique sur le plan de glissement le plus critique est correctement calculée par la prise en compte du module d'Young et du facteur de Schmid en fonction de l'orientation cristalline du monograin. Une courbe de tendance de type puissance (Equation V. 5) a été déterminée à partir des données de la Figure V. 2. Les coefficients a et b sont respectivement égaux à $4.94 \times 10^{10}$ et -5.74.

$$N_f = a(FIP)^b \qquad \text{Equation V. 5}$$

A partir de l'Equation V. 5, les durées de vie expérimentales sont estimées et sont comprises dans un facteur 3. Au regard de la large plage en durées de vie, températures et fréquences de sollicitations utilisée, cette approche permet de calculer la durée vie des superalliages base Ni en fatigue pure à partir du diamètre des pores de manière très satisfaisante. En connaissant la méthode d'élaboration, c'est-à-dire la taille des pores de fonderie les plus critiques, il est donc possible avec une méthode simple de prédire la durée de vie en fatigue pure (R = -1) quelles que soient les conditions de température et fréquence de sollicitation.

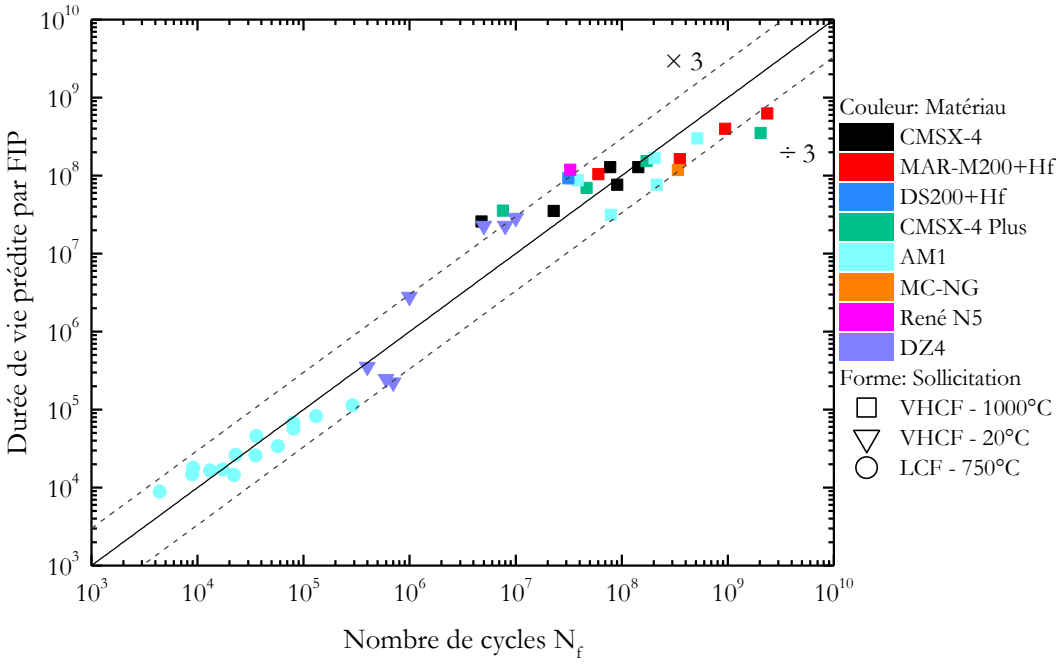


Figure V. 3 – Prédiction des durées de vie calculées par l'approche FIP en fonction des durées de vie expérimentales dans le domaine LCF à 750°C (Steuer *et al.*, 2015) et VHCF à 20 (Nie *et al.*, 2018) et 1000°C.

D'autres données issues de la littérature sont également disponible sur le PWA1483 testé dans le domaine HCF à 850°C, 95 Hz et R = -1 par Lamm et Singer (Lamm et Singer, 2007). Les auteurs ont testé sous deux conditions de contrainte alternée le matériau PWA1483 solidifié sous trois vitesses différentes, c'est-à-dire avec des tailles de pores différentes. Le FIP de chaque éprouvette rompue en PWA1483 a été calculé en utilisant l'aire réelle du pore référencée dans leur étude. Le module d'Young a été pris égal à 100 GPa pour chaque essai, la désorientation cristalline n'étant pas indiquée. Les auteurs ont référencé quelques distances depuis la surface des sites d'amorçage, toutes à au moins 100 µm de la surface. Le paramètre Y a donc été considéré comme égal à 0.5 dans chaque cas, malgré l'absence d'information sur la distance depuis la surface de la plupart des pores servant de sites d'amorçage aux fissures fatales. Les FIP calculés ont été ajoutés dans la Figure V. 4(a), où le diagramme est toujours tracé en fonction du nombre de cycles à rupture.

Sous les deux conditions de contrainte alternée testées ($\sigma_a$ = 400 MPa et $\sigma_a$ = 450 MPa), le FIP reste relativement constant (autour de 0.002), alors que la durée de vie varie entre $10^4$ et $10^7$ cycles. Il est peu probable que cette importante dispersion soit uniquement corrigée par la prise en compte de l'orientation cristallographique réelle. En effet, Steuer *et al.* n'ont pas pris en compte l'orientation cristallographique de chaque éprouvette dans leur étude malgré une déviation de l'orientation primaire des échantillons (< 10°), et la dispersion montrée en Figure V. 3 est faible. Il est intéressant de noter que le nuage de données HCF à 850°C du PWA1483 suit une tendance quasiment parallèle au nuage des différents superalliages base Ni testés dans le domaine VHCF à 1000°C. Néanmoins, aucune conclusion ou analyse sur ces deux tendances avec des pentes similaires n'a pu être faite.

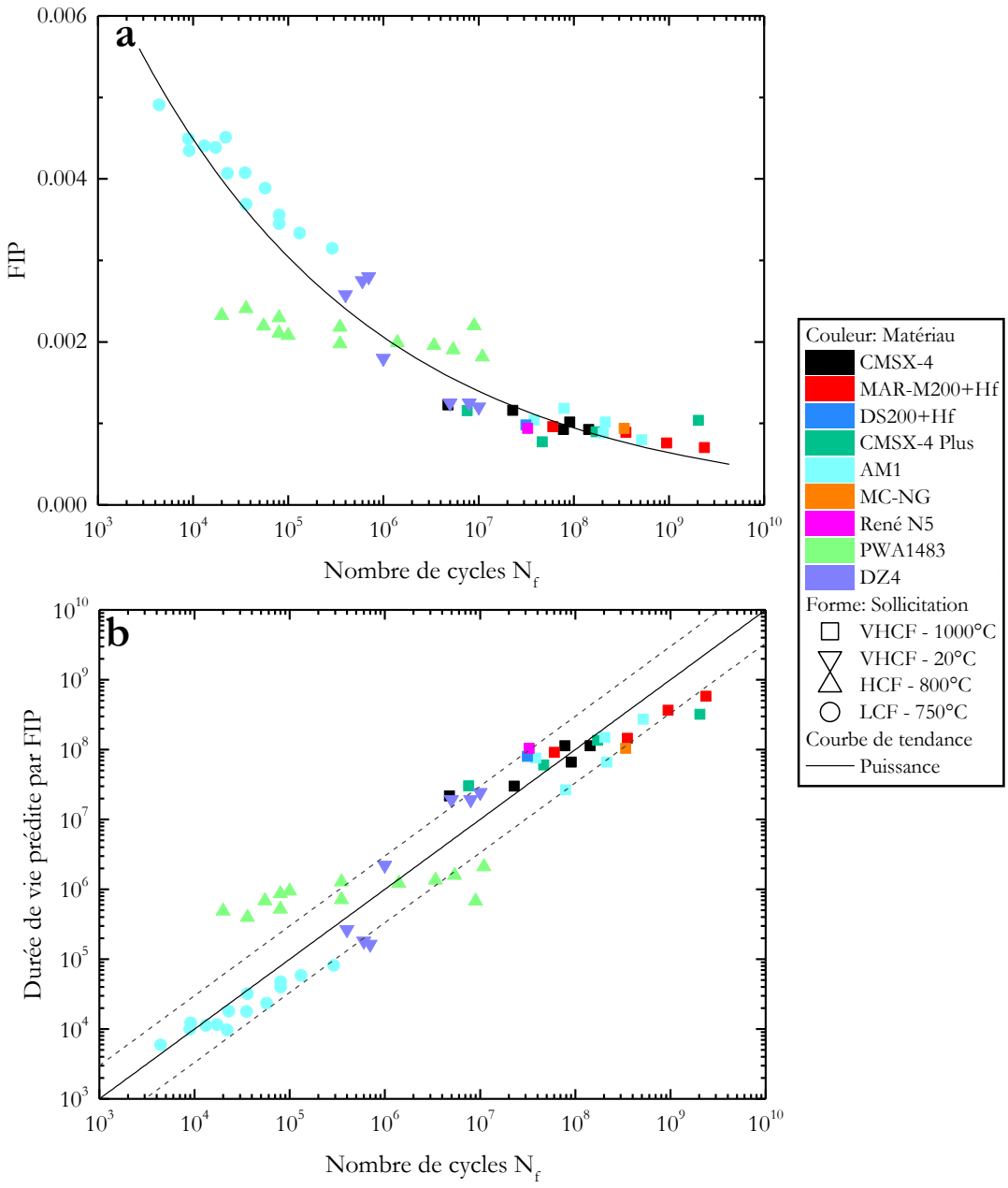


Figure V. 4 – FIP tracé en fonction du nombre de cycles à rupture. Les données VHCF à 1000°C et issues de la littérature à 20°C (Nie *et al.*, 2018), 750°C (Steuer *et al.*, 2015) et 850°C (Lamm et Singer, 2007) sont représentées (a) ; prédictions des durées de vie calculées par l'approche FIP en fonction du nombre de cycles à rupture expérimental (b).

Dans leur étude, Lamm et Singer ont utilisé des barreaux et des plaques de différentes dimensions et géométries, servant à l'usinage des éprouvettes, pouvant participer à la dispersion des résultats. Aussi, le PWA1483 contenant des carbures, il est possible que leur présence participe à la dispersion des résultats. Le MAR-M200+Hf et le DS200+Hf testés au cours de cette thèse n'ont cependant pas montré autant de dispersion. La variabilité retrouvée dans le domaine HCF peut être également due au paramètre Y, qui est peu sensible au ratio « diamètre du pore / distance depuis la surface ».

Ce modèle est particulièrement intéressant pour prédire la durée de vie des superalliages base Ni élaborés par voie de fonderie. En connaissant la taille des pores les plus critiques à partir de la voie

d'élaboration, il est possible de prédire la durée de vie en fonction de la température et de la contrainte appliquée, quel que soit le régime de fatigue lorsque l'environnement n'est pas influent. La Figure V. 5 montre par exemple la prédiction de la durée de vie à 1000°C d'un superalliage base Ni en fonction de deux diamètres de pores. Les diamètres de 18 et 50 µm ont été choisis pour représenter la méthode de solidification LMC et Bridgman, respectivement. Ces calculs ont été réalisés en considérant un monograin parfaitement orienté [001], dont le site d'amorçage est interne (Y = 0.5). Les coefficients du FIP sont ceux identifiés dans la Figure V. 2.

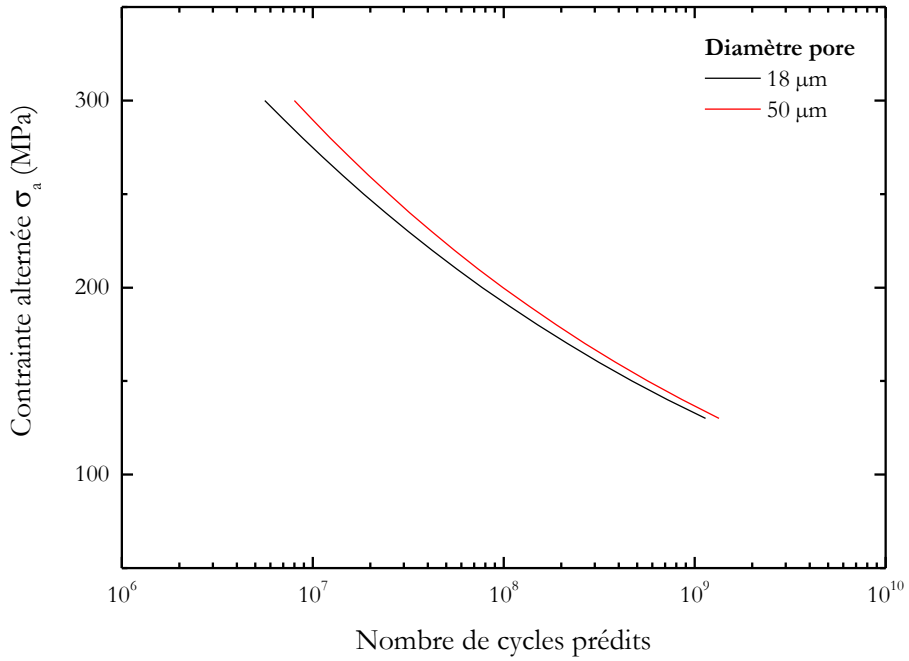


Figure V. 5 – Prédiction de la durée de vie à 1000°C et R = -1 dans le régime VHCF d'un superalliage base Ni en fonction du diamètre des pores les plus gros.

## V.3. Prédictions en fatigue à rapport de charge positif

### V.3.1. Prise en compte de l'endommagement en fluage

A fort rapport de charge et à haute température, la durée de vie en fatigue peut être prédite par une simple loi d'endommagement en fluage pur quelle que soit la fréquence d'essai (voir section III.5 du chapitre III). Ces prédictions sont calculées en utilisant uniquement la contrainte moyenne ($\sigma_m$) de l'essai de fatigue, sans prendre en compte la contrainte alternée. La Figure V. 6 regroupe ainsi en un seul diagramme des données présentées dans les chapitres III et IV. Quel que soit le superalliage base Ni utilisé, une loi en fluage correctement identifiée dans la plage de durée de vie en fatigue permet de prédire le nombre de cycles à rupture avec un facteur de 1.3. Pour rappel, les durées de vie du CMSX-4 et du CMSX-4 Plus ont été prédites à partir d'une loi de Rabotnov-Kachanov, dont les constantes matériaux $A_0$ et k ont été identifiées par Safran Helicopter Engines et Safran Tech, respectivement.

$$t_r = \frac{1}{k+1} \times \left(\frac{\sigma_0}{A_0}\right)^{-k} \qquad \text{Equation V. 6}$$

Les durées de vie du DS200+Hf ont été prédites à partir du paramètre de Larson-Miller (Equation V. 7), identifié par Mataveli Suave (Equation V. 8) (Mataveli Suave, 2017).

$$PLM = T_{[°K]} \times (\log_{10}(t_r) + 20) \qquad \text{Equation V. 7}$$

$$\sigma_0 = 1 \times 10^{-5} \times PLM^2 - 0.6237 \times PLM + 9805.1 \qquad \text{Equation V. 8}$$

Les prédictions du DS200+Hf sont correctes quelle que soit la durée de vie entre $10^3$ et $10^8$ cycles. En effet, ce modèle a été identifié entre 750 et 1100°C sur une plage de temps équivalente à celle des essais de fatigue réalisés au cours de cette thèse. Pour le CMSX-4 et le CMSX-4 Plus, pour des essais de moins d'une heure, les prédictions s'éloignent des durées de vie expérimentales car les constantes matériaux ne sont pas identifiées sur cette plage de contrainte à 1000°C.

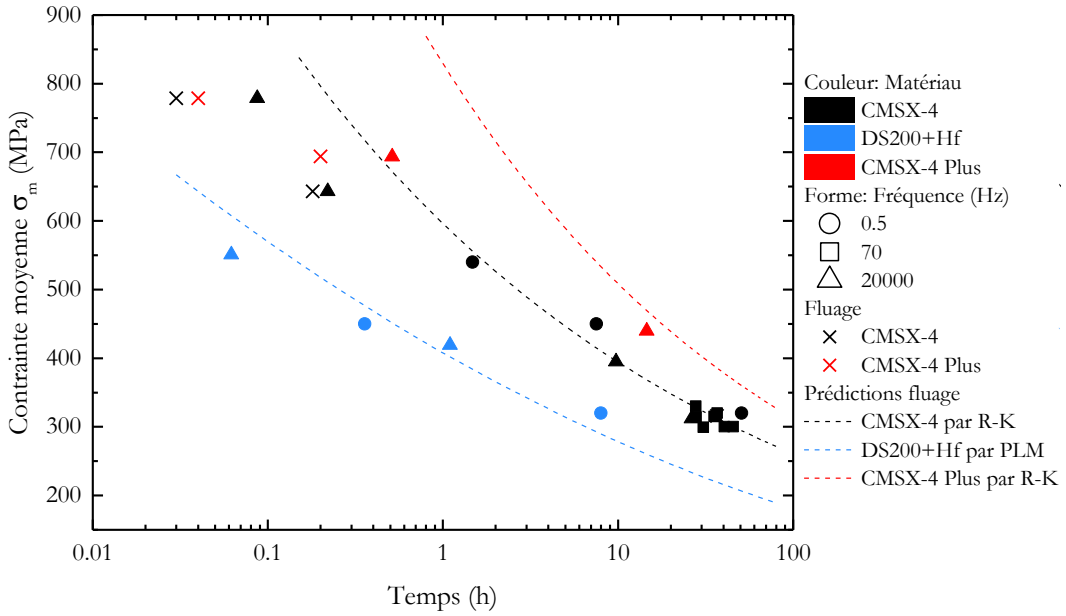


Figure V. 6 – Contrainte moyenne des essais de fatigue réalisés à 1000°C, R = 0.8 et sous trois fréquences (0.5, 70 et 20000 Hz) en fonction du temps à rupture. Trois superalliages sont présentés : le CMSX-4, le DS200+Hf et le CMSX-4 Plus. Les essais de fatigue VHCF du CMSX-4 et du CMSX-4 Plus sont comparés à des essais de fluage isothermes courts à 1000°C (croix). Les durées de vie en fatigue de chaque alliage sont comparées à des prédictions calculées à partir de lois en fluage (R-K = Rabotnov-Kachanov et PLM = Paramètre de Larson-Miller).

A des rapports de charge intermédiaires compris entre 0.05 et 0.8, une contrainte moyenne est également appliquée, le phénomène de fluage est donc attendu. Pour le CMSX-4, les durées de vie sous ces conditions de fatigue ($0.05 \leq R \leq 0.3$) ont donc été comparées aux prédictions en fluage en utilisant la contrainte moyenne de l'essai de fatigue (Figure V. 7(a)). Les prédictions ont également été faites à partir de la contrainte maximale (Figure V. 7(b)).

La prédiction de la durée de vie en fatigue n'est pas satisfaisante en ne prenant en compte que la contribution en fluage de la contrainte moyenne. Les prédictions surestiment les durées de vie aux

rapports de charge intermédiaires, et d'autant plus lorsque le rapport de charge tend vers 0. En prédisant la durée de vie à partir de la contrainte maximale de l'essai de fatigue, elles sont cette fois-ci à chaque fois sous-estimées par la loi de fluage. La sous-estimation augmente également lorsque le rapport de charge tend vers 0.

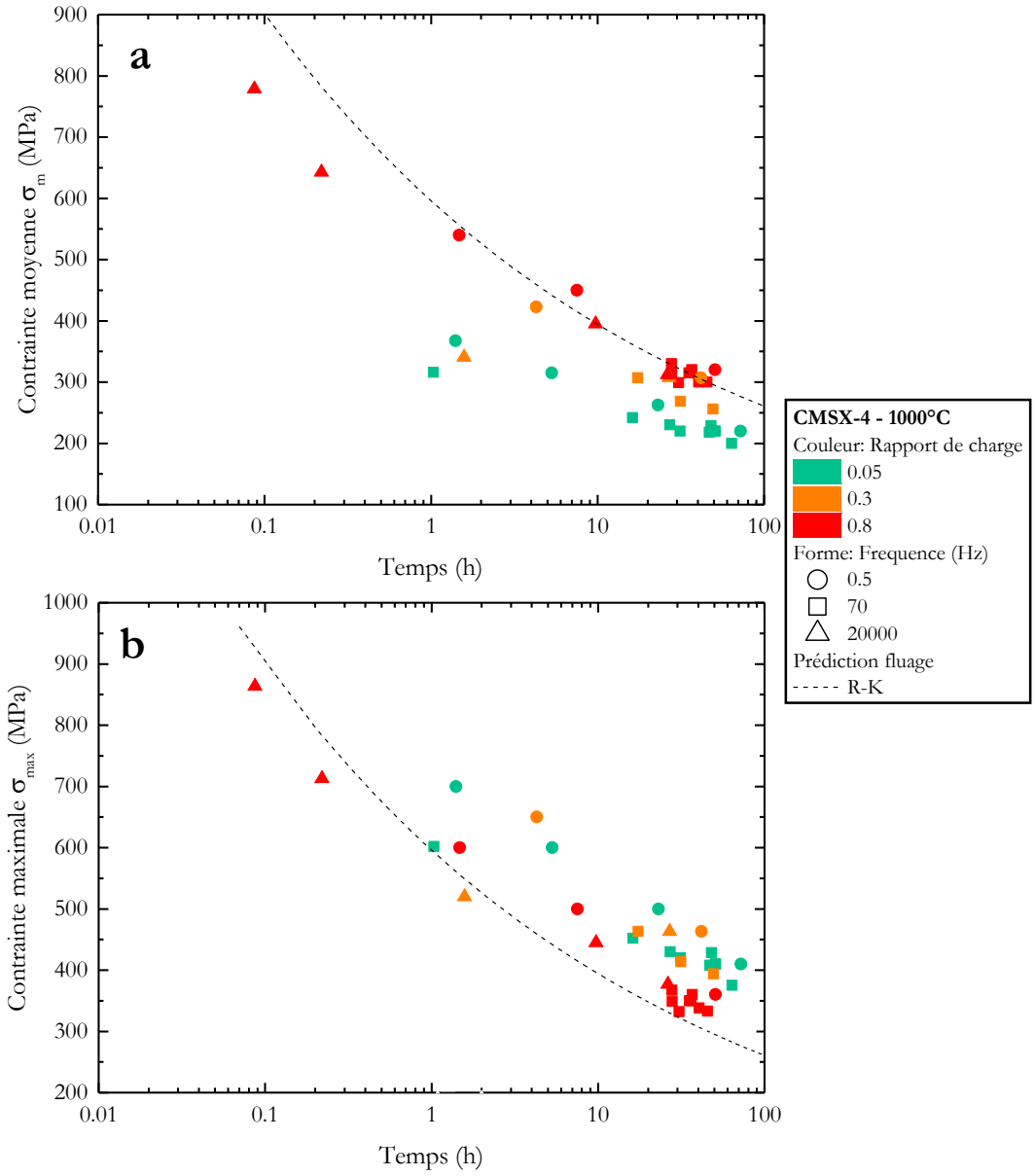


Figure V. 7 – Diagramme du CMSX-4 à 1000°C où la contrainte moyenne (a) et la contrainte maximale (b) de l'essai de fatigue sont tracées en fonction du temps à rupture.

Néanmoins, un effet de temps est bien présent à des rapports de charges intermédiaires car pour chaque rapport de charge, l'effet de fréquence est absent. Une seule courbe de tendance pour tous les essais, quelle que soit la fréquence, est obtenue lorsque les essais de fatigue sont tracés en fonction du temps à rupture. A partir des faciès de rupture des éprouvettes présentées dans le chapitre IV, l'endommagement en oxydation pourrait expliquer pourquoi à mesure que le rapport de charge tend vers 0, les essais de fatigue ne peuvent plus être correctement prédits par une loi de fluage. La contrainte

alternée contribue fortement à l'endommagement depuis la surface, assisté par l'oxydation. Néanmoins, l'influence de l'oxydation dépend du temps à rupture, mais également du nombre de cycles à rupture (voir chapitre IV). Il semble que le mode d'endommagement contrôlant à l'ordre 1 la durée de vie aux rapports de charge intermédiaires soit uniquement dépendant du temps, comme le fluage. Une simple loi de fluage de type Rabotnov-Kachanov ne prédit cependant pas correctement la durée de vie sous les conditions expérimentales testées à partir de la contrainte moyenne ou de la contrainte maximale.

Deux approches ont donc été évaluées afin de prédire la durée de vie en fatigue à haute température quel que soit le rapport de charge et la fréquence de sollicitation. La première repose sur le modèle construit par MacLachlan et Knowles (MacLachlan et Knowles, 2001), identifié pour le CMSX-4 et le RR2000. Ces auteurs considèrent un modèle de prédiction en fatigue dépendant principalement de la limite d'élasticité. Cette propriété est définie comme dépendante de la vitesse de déformation (c'est-à-dire de la fréquence) et de la température. Néanmoins, les résultats n'ont pas été concluants dans les conditions expérimentales testées au cours de cette thèse. La deuxième approche repose sur l'utilisation des lois en fluage présentées ci-dessus, en intégrant la contribution de la contrainte alternée dans l'endommagement en fluage. Cette méthode est présentée dans la partie suivante.

### V.3.2. Méthode « sinus »

La méthode dite « sinus » propose de prendre en compte la contribution de la contrainte alternée dans l'endommagement en fluage (Corpace, 2017). Pour cela, l'endommagement de « fluage » est calculé sur chaque cycle de fatigue en le découpant en petits incréments de temps $\Delta t_i$ tels que présentés sur la Figure V. 8. Sur chacun de ces pas de temps, la contrainte $\sigma_i$ est considérée comme constante et est calculée de la manière suivante :

$$\sigma_i = \sigma_m + \sigma_a \times \sin(2\pi f \times t_i) \qquad \text{Equation V. 9}$$

Avec $\sigma_m$ et $\sigma_a$ la contrainte moyenne et alternée de l'essai de fatigue, et f la fréquence d'essai. Le temps à rupture en fluage $t_{r,i}$ sous une contrainte $\sigma_i$ est calculé en utilisant la loi de Rabotnov-Kachanov présentée en Equation V. 6.

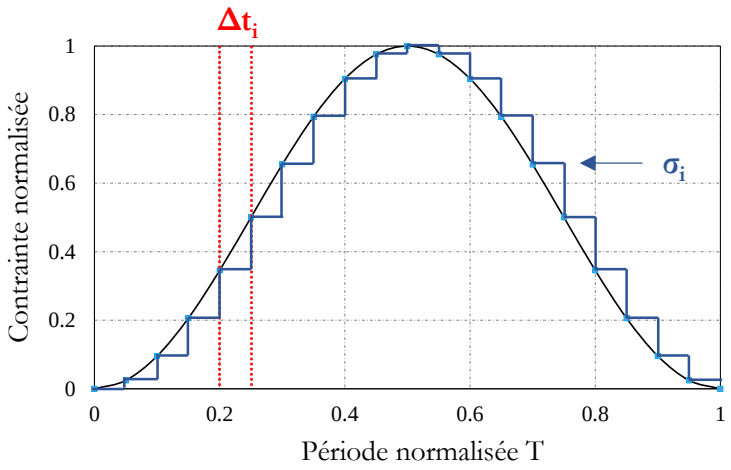


Figure V. 8 – Schématisation de la découpe d'un cycle de fatigue en incréments de temps Δt. Sur chaque Δt, la contrainte $\sigma_i$ est considérée comme constante.

Ensuite, la fraction du pas de temps $\Delta t_i$ sur le temps à rupture $t_{r,i}$ est calculée :

$$\frac{\Delta t_i}{t_{r,i}} \qquad \text{Equation V. 10}$$

Cette fraction représente l'endommagement en fluage provoqué par le temps $\Delta t_i$ passé sous la contrainte $\sigma_i$. En utilisant un cumul linéaire de l'endommagement, l'endommagement en fluage provoqué par un cycle de fatigue est déterminé en additionnant chaque fraction calculée sur un incrément de temps d'un cycle. Finalement, le nombre de cycles à rupture en fatigue N est déterminé en considérant qu'il y a rupture lorsque l'endommagement en fluage est égal à 1 soit :

$$N \times \sum \frac{\Delta t_i}{t_{r,i}} = 1 \qquad \text{Equation V. 11}$$

Sous cette approche, la durée de vie en fatigue est prédite uniquement en fluage, sans considérer l'endommagement provoqué par la fatigue cyclique. La deuxième hypothèse de cette approche est que la durée de l'essai de fatigue ne peut dépasser le temps à rupture en fluage associé.

A partir de cette durée de vie, il est possible de revenir vers un temps à rupture $t_r$ avec la fréquence d'essai. En inversant la loi de Rabotnov-Kachanov, une contrainte $\sigma_{eq}$ dite équivalente est déterminée et permet de prédire la durée de vie en fatigue à haute température en prenant en compte la contrainte moyenne et la contribution de la contrainte alternée (Equation V. 12). Cette contrainte équivalente est schématisée sur la Figure V. 9.

$$\sigma_{eq} = A \times \left((k+1) \times t_r\right)^{-1/k} \qquad \text{Equation V. 12}$$

La contrainte équivalente peut être définie de la manière suivante :

$$\sigma_{eq} = \sigma_m + x \times \sigma_a \qquad \text{Equation V. 13}$$

Où $x$ est une variable dépendant de la loi de fluage utilisée et du rapport de charge de l'essai de fatigue. La contrainte équivalente est une valeur indépendante de la fréquence d'essai.

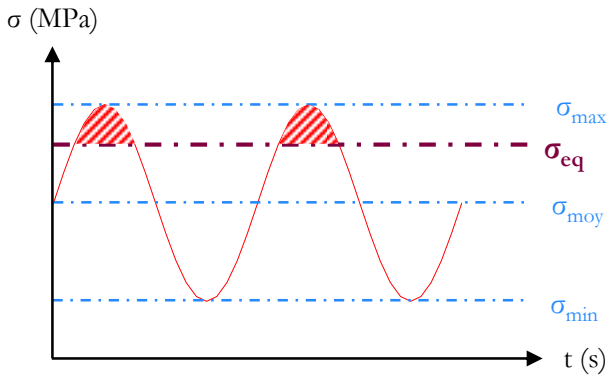


Figure V. 9 – Schématisation de la valeur de la contrainte équivalente calculée.

Les calculs ont été réalisés pour tous les essais de fatigue réalisés sur le CMSX-4 à rapport de charge positif avec un pas de temps constant (20 incréments par cycle). La Figure V. 10 présente les résultats.

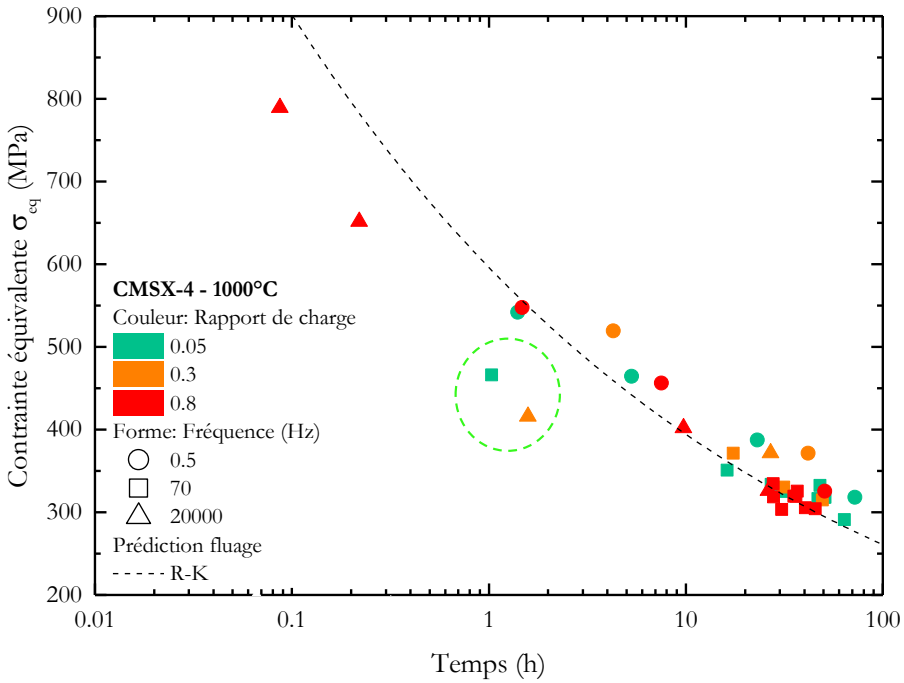


Figure V. 10 – Contrainte équivalente en fonction du temps à rupture pour les données de fatigue du CMSX-4 à 1000°C.

La prise en compte de la contribution de la contrainte alternée dans l'endommagement en fluage permet de prédire, quelle que soit la fréquence et rapport de charge (positif), la durée de vie en fatigue à haute température. L'ensemble des données se regroupent relativement bien sur une courbe de tendance, bien mieux que si seule la contrainte moyenne (ou maximale) est prise en compte (Figure V. 7). La contrainte équivalente permet d'une certaine manière de normaliser la contrainte moyenne et alternée par rapport au rapport de charge. A quelques exceptions près qui seront discutées ultérieurement,

l'ensemble des durées de vie expérimentales sont bien prédites dans un intervalle de $2 \times N_f$ / $N_f \div 2$, comme le montre la Figure V. 11.

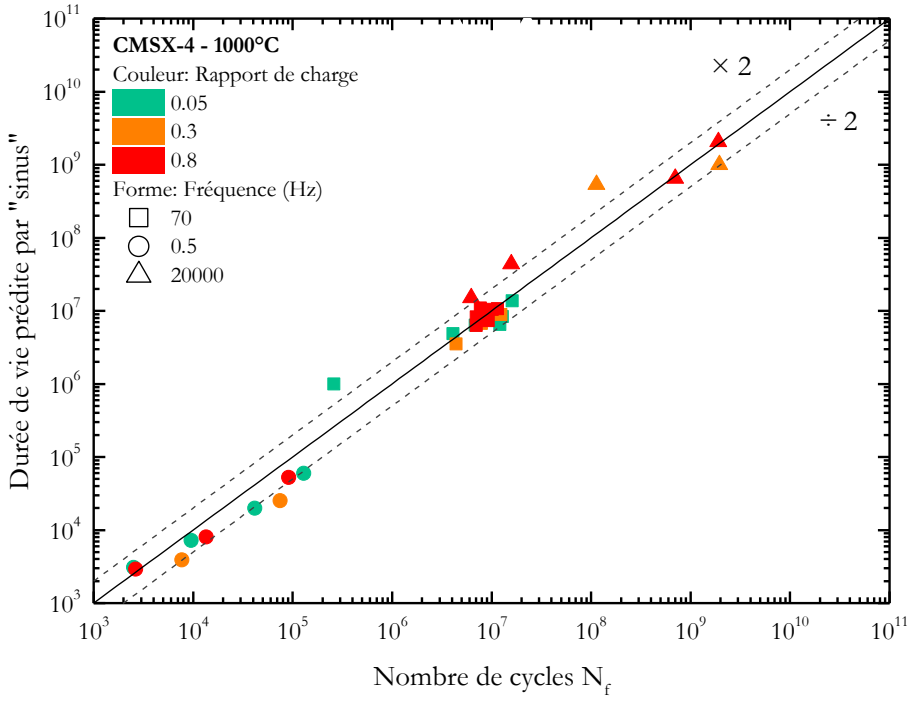


Figure V. 11 – Comparaison entre les durées de vie expérimentales et prédites calculées par la méthode « sinus » du CMSX-4 à 1000°C.

A la vue de certains faciès observés dans le chapitre IV, tels que ceux à 70 Hz et R = 0.05 où la fissure fatale amorce depuis la couche oxydée, ces résultats montrent que le fluage est dominant malgré un effet de l'oxydation sur le site d'amorçage. Dans ces conditions, la majorité de la durée de vie doit être passée en phase de micro-propagation, dont la vitesse dépend majoritairement du fluage. Sur les éprouvettes dont la fissure fatale amorce depuis un pore de fonderie ($0.05 \leq R \leq 0.3$ et 0.5 – 70 Hz), la fatigue cyclique influence l'amorçage. Néanmoins, la phase de propagation doit également représenter la majorité de la durée de vie totale.

Certaines conditions expérimentales ne sont cependant pas correctement prédites en utilisant cette approche. C'est le cas pour le CMSX-4 lorsque la durée de vie est inférieure à une heure, les constantes matériaux de la loi de fluage n'étant pas identifiées pour de si faibles temps à rupture. Des conditions spécifiques telles que des faibles durées et hautes fréquences, dont les points sont entourés en pointillés dans la Figure V. 10, sortent également de la plage de prédiction et leurs durées de vie sont surestimées. De par leurs faciès de rupture, présentés en Figure V. 12, une compétition entre la fatigue cyclique et le fluage a lieu. Chacun de ces faciès est constitué de facettes cristallographiques suivant les plans {111}, et amorce en interne à partir d'un pore de fonderie (Figure V. 12(b)) ou d'un cluster de pore (Figure V. 12(a)). Sous ces conditions d'essais, l'endommagement en fatigue cyclique ne peut être négligé. Le

modèle présenté dans la partie suivante a pour objectif de prendre en compte cet endommagement en fatigue, en plus de celui en fluage.

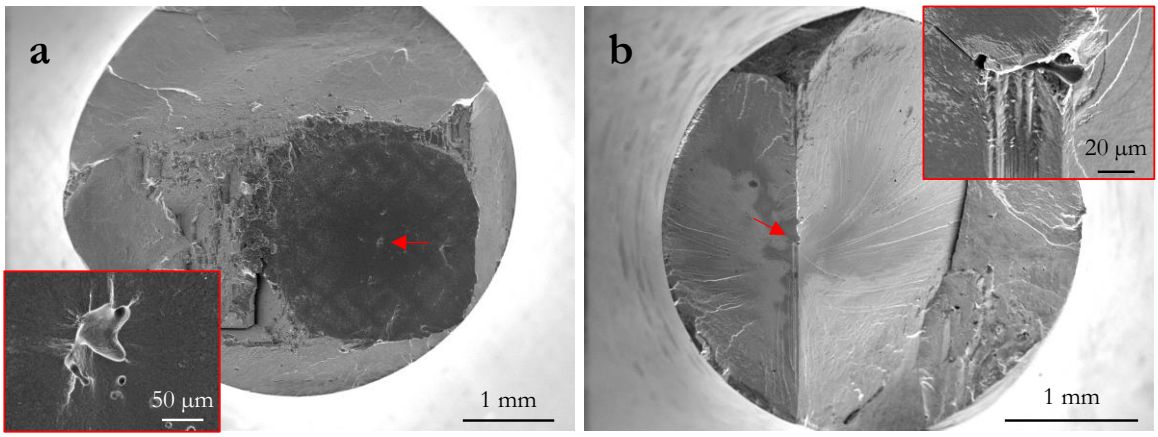


Figure V. 12 – Faciès de rupture et agrandissement sur le site d'amorçage (flèches rouges) d'éprouvettes en CMSX-4 testées à 1000°C : 70 Hz, R = 0.05, $\sigma_{max}$ = 602 MPa, $N_f = 2.61 \times 10^5$ cycles (a) ; 20 kHz, R = 0.3, $\sigma_{max}$ = 520 MPa, $N_f = 1.14 \times 10^8$ cycles (b).

## V.4. Cumul fatigue – fluage : modèle de Wright

A haute température, le phénomène de fluage est largement dominant dans de nombreuses configurations expérimentales avec un rapport de charge positif. Néanmoins, certaines conditions conduisent à une compétition importante entre le fluage et la fatigue cyclique, qui ne peut être négligée si une bonne prédiction en fatigue est souhaitée. Ces compétitions sont retrouvées en augmentant la fréquence, et/ou en diminuant la durée de vie et le rapport de charge, par exemple.

Wright *et al.* proposent un modèle d'endommagement combinant la fatigue cyclique et le fluage. Ces auteurs ont étudié le PWA1484 compacté et revêtu de PtAl à 1038°C à des rapports de charge compris entre -1 et 1, ainsi qu'à des fréquences entre 0.6 et 900 Hz (Wright *et al.*, 2004). Ils proposent de prédire la durée de vie en fatigue et en fluage séparément, puis de combiner les deux modes d'endommagement dans un modèle de cumul linéaire de type :

$$D_F + D_C = \left(\frac{N}{N_f}\right) + \left(\frac{t}{t_r}\right) = 1 \qquad \text{Equation V. 14}$$

Avec $D_F$ l'endommagement en fatigue et $D_C$ l'endommagement en fluage. $N_f$ est la durée de vie en fatigue pure et $t_r$ le temps à rupture en fluage pur. N et t sont les durées de vie en nombre de cycles et temps à rupture prédits par le modèle de Wright.

La durée de vie en fatigue pure $N_f$ est calculée à partir d'une loi de type Basquin :

$$N_f = K_f \times (\sigma_w)^n \qquad \text{Equation V. 15}$$

Où $K_f$ et n sont des constantes identifiées à partir des essais de fatigue, et $\sigma_w$ une contrainte équivalente calculée à partir de la contrainte alternée $\sigma_a$ de la manière suivante :

$$\sigma_w = \sigma_a \times (1 - R)^{(w-1)} \qquad \text{Equation V. 16}$$

Où w est l'exposant de Walker, également identifié expérimentalement. Cette contrainte $\sigma_w$ est régulièrement utilisée afin de prendre en compte le rapport de charge dans la détermination de la durée de vie en fatigue.

Les constantes $K_f$, n et w sont identifiées par Wright *et al.* à partir des essais de fatigue réalisés à des rapports de charge strictement inférieurs à 0.1, ainsi que ceux conduits à R = 0.1 à des fréquences élevées (≥ 250 Hz).

Le temps à rupture $t_r$ est déterminé à partir d'une loi puissance montrée ci-dessous, dont les constantes $K_r$ et m ont été identifiées à partir d'essais de fluage :

$$t_r = K_r \times (\overline{\sigma})^m \qquad \text{Equation V. 17}$$

$\overline{\sigma}$ peut être la contrainte moyenne $\sigma_m$ de l'essai de fatigue, ou bien la contrainte équivalente $\sigma_{eq}$ présentée dans la partie précédente.

Le modèle de Wright a été utilisé dans cette étude afin de prédire la durée de vie du CMSX-4 à 1000°C, quelle que soit la fréquence et le rapport de charge appliqués. La version du modèle a néanmoins été légèrement modifiée d'après l'expérience acquise sur les deux parties montrées précédemment. Tout d'abord, la loi en fluage utilisée est celle de Rabotnov-Kachanov, présentée dans l'Equation V. 6, en prenant en compte la contribution de la contrainte alternée dans l'endommagement en fluage, c'est-à-dire en utilisant la contrainte équivalente $\sigma_{eq}$. Ensuite, la partie V.2 a montré que la fatigue pure des superalliages base Ni contenant des pores dépend essentiellement de leur diamètre entre $10^6$ et $10^9$ cycles. Ainsi, le modèle FIP a été utilisé en considérant un monograin parfaitement orienté avec un diamètre de pore de 50 µm, représentatif de la taille des pores les plus critiques créés par voie Bridgman. Ce modèle permet de considérer dans la loi en fatigue des essais uniquement à R = -1, où l'influence de l'environnement est négligeable. Dans le modèle FIP, seule la contribution de la contrainte alternée a été prise en compte.

Ces calculs ont été réalisés en considérant que les deux types d'endommagement $D_C$ et $D_F$ suivaient un cumul linéaire. Initialement, la loi de Rabotnov-Kachanov est un modèle d'endommagement permettant de prendre un cumul de dommage non linéaire, décrite à partir de l'équation suivante :

$$D_C = 1 - \left(1 - \frac{t}{t_r}\right)^{\frac{1}{k(\sigma)+1}} \qquad \text{Equation V. 18}$$

Cette non-linéarité a été prise en compte dans l'Equation V. 14. Les résultats obtenus sont sensiblement identiques à ceux où un cumul linéaire est considéré dans les conditions d'essais testés au cours de la thèse. Les durées de vie prédites présentées dans cette partie sont donc calculées à partir d'un cumul

linéaire. Dans les sections suivantes, qui traitent de la construction du diagramme de Goodman, les durées de vie ont été prédites par cumul linéaire et non linéaire.

Il faut également noter que dans ce modèle, un endommagement en fluage est calculé pour le rapport de charge à R = -1. Dans ces conditions, le cycle en compression n'a pas été considéré comme endommageant en fluage. En effet, peu d'information est retrouvée dans la littérature sur l'endommagement présent lors du fluage compression à haute température, et ne nous permettent pas de considérer que cet endommagement est symétrique en traction et compression. Mataveli Suave a montré sur l'alliage à grains colonnaires DS200+Hf testé en sens travers (i.e. perpendiculaire à l'axe de solidification des grains) à 850°C et -600 MPa que la déformation opère sous forme de bandes de glissement le long des plans {111}, ce qui n'est pas observé en traction (Mataveli Suave, 2017).

Les durées de vie prédites par rapport aux nombre de cycles à rupture expérimentaux $N_f$ sont tracées dans la Figure V. 13. Les valeurs moyennes des endommagements à partir de la loi de fatigue pure $D_F$ et de la loi de fluage $D_C$ déterminées sont reportées dans le Tableau V. 1.

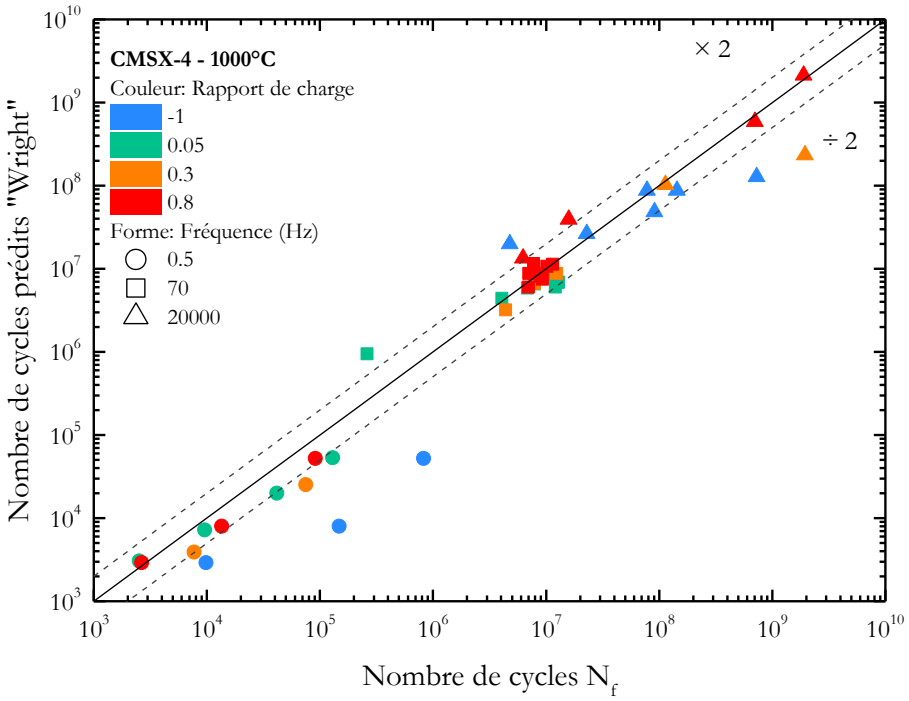


Figure V. 13 – Comparaison entre les durées de vie expérimentales et prédites calculées par le modèle de Wright du CMSX-4 à 1000°C.

Avec un intervalle de $2 \times N_f$ / $N_f \div 2$, les durées de vie expérimentales sont correctement prédites quel que soit le rapport de charge ou la fréquence d'essai. En effet, les essais à fort rapport de charge (R = 0.8) sont majoritairement pilotés en endommagement en fluage ($D_C$ ~1, voir Tableau V. 1). Le constat est le même quel que soit le rapport de charge positif à faible fréquence. Sous ces conditions seule la loi de Rabotnov-Kachanov, qui a montré des résultats corrects dans la partie précédente, a une influence.

Les points ayant une compétition importante entre la fatigue et le fluage, (voir points entourés sur la Figure V. 10 et faciès de la Figure V. 12) sont mieux prédits avec la méthode de Wright, puisque un endommagement en fatigue de 0.14 (70 Hz) et 0.21 (20 kHz) sont déterminés. En revanche, certaines durées de vie à 20 kHz sont sous-estimées à R = -1 et R = 0.3. Il est possible que dans ces cas particuliers, le diamètre moyen du pore pris à 50 µm ne soit pas judicieux.

Tableau V. 1 – Valeurs moyennes des endommagements en fatigue $D_F$ et en fluage $D_C$ calculés sur les données expérimentales par cumul linéaire des endommagements.

| Fréquence (Hz) | Rapport de charge | $D_F$ | $D_C$ |
|---|---|---|---|
| 0.5 | -1 | 0.05 | 0.95 |
| | 0.05 | ~ 0 | ~ 1 |
| | 0.3 | ~ 0 | ~ 1 |
| | 0.8 | ~ 0 | ~ 1 |
| 70 | 0.05 | 0.07 – 0.14 | 0.86 – 0.93 |
| | 0.3 | ~ 0 | ~ 1 |
| | 0.8 | ~ 0 | ~ 1 |
| 20000 | -1 | ~ 1 | ~ 0 |
| | 0.3 | ~ 0.21 | ~ 0.79 |
| | 0.8 | ~ 0 | ~ 1 |

Il est intéressant de noter qu'avec ce cumul linéaire des endommagements en fatigue et en fluage, les durées de vie prédites à 0.5 Hz et R = -1 sont majoritairement dus à l'endommagement en « fluage ». Evidemment, à ce rapport de charge le fluage n'opère pas et les précipités restent cubiques, sans évoluer vers des radeaux perpendiculaires à l'axe de chargement. Cette condition est la seule qui n'est pas correctement prédite, avec des sous-estimations importantes de la durée de vie. Cela montre également que l'endommagement du cycle en compression n'a pas le même effet qu'en traction, puisque nous aurions eu des sous-estimations d'autant plus importantes en le prenant en compte de façon symétrique. Malgré l'absence de fluage, les mécanismes de déformation activés sont dépendants du temps et de la vitesse de déformation et restent cantonnés dans la matrice. Une interaction entre les endommagements en fluage et en fatigue doit opérer, qui n'est pas prise en compte par ce modèle.

## V.5. Diagrammes de Goodman

A partir des données expérimentales des essais conduits à 1000°C et différents rapports de charge ($-1 \leq R \leq 0.8$), il est possible de construire un diagramme de Goodman pour chaque fréquence testée (0.5, 70 et 20000 Hz). Ce diagramme est essentiel pour le dimensionnement de pièces qui sont soumises à des sollicitations en fatigue à grand et très grand nombre de cycles vis-à-vis des autorités de certification (EASA, FAA). Il permet en effet de situer les zones sur les pièces, en fonction de leur condition de chargement (contrainte alternée et moyenne), qui pourraient conduire à la rupture avant

un nombre de cycles choisis, généralement $10^7$ ou plus. Cette partie s'attache à présenter le diagramme de Goodman à $10^8$ cycles du CMSX-4 à 1000°C construit aux trois fréquences testées. Ensuite, le diagramme de Goodman expérimental est comparé à celui pouvant être prédit à l'aide de l'approche de « sinus » et la méthode de Wright. Enfin, les paramètres tels que la taille de pore et la dégradation de la microstructure, qui influencent le diagramme, sont détaillés.

### V.5.1. Diagramme de Goodman « expérimental » à $10^8$ cycles

Le diagramme de Goodman typique massif du CMSX-4 à 1000°C et $10^8$ cycles, construit à l'aide des données expérimentales, est présenté en Figure V. 14. Sa construction a nécessité d'utiliser différentes méthodes afin de déterminer la limite d'endurance pour chaque rapport de charge et fréquence concernée (voir Tableau V. 2).

Tableau V. 2 – Méthode de calcul de la limite d'endurance pour chaque rapport de charge et fréquence pour la construction du diagramme de Goodman à $10^8$ cycles du CMSX-4 à 1000°C.

| Rapport de charge | Fréquence (Hz) | Méthode de calcul de la limite d'endurance |
|---|---|---|
| 1 | 0.5<br>70<br>20000 | - Pour chaque fréquence, un temps à rupture $t_r$ est déterminé à partir du nombre de cycles à rupture recherché ($10^8$ cycles).<br>- La limite d'endurance est déterminée en inversant la loi de Rabotnov-Kachanov. |
| 0.8 | 0.5<br>70 | - La contrainte moyenne est calculée en utilisant la méthode à R = 1.<br>- La contrainte alternée est déterminée à partir du rapport de charge et de la contrainte moyenne. |
| | 20000 | - La contrainte maximale est déterminée à partir d'une loi de Basquin identifiée à partir des points expérimentaux à R = 0.8 et 20000 Hz.<br>- La contrainte alternée et moyenne sont déterminées à partir de $\sigma_{max}$. |
| 0.3 | 70<br>20000 | - Pour chaque fréquence, la contrainte maximale est déterminée à partir d'une loi de Basquin identifiée à partir des points expérimentaux.<br>- La contrainte alternée et moyenne sont déterminées à partir de $\sigma_{max}$. |
| 0.05 | 0.5<br>70 | - Pour chaque fréquence, la contrainte maximale est déterminée à partir d'une loi de Basquin identifiée à partir des points expérimentaux.<br>- La contrainte alternée et moyenne sont déterminées à partir de $\sigma_{max}$. |
| -1 | 0.5 | - La contrainte alternée est déterminée à partir d'une loi de Basquin identifiée à partir des points expérimentaux. |
| | 70<br>20000 | - La contrainte alternée est déterminée à partir du modèle FIP considérant un diamètre de pore de 50 µm. |

Dans la majorité des cas, les limites d'endurance ont été déterminées à partir d'une loi de Basquin identifiée à partir des données expérimentales de chaque fréquence. A 0.5 et 70 Hz, les limites d'endurance ont donc été extrapolées à partir des données expérimentales, aucun essai n'ayant été conduit jusqu'à $10^8$ cycles (particulièrement à 0.5 Hz). Ces extrapolations peuvent conduire à une sur-estimation de la limite d'endurance « réelle ».

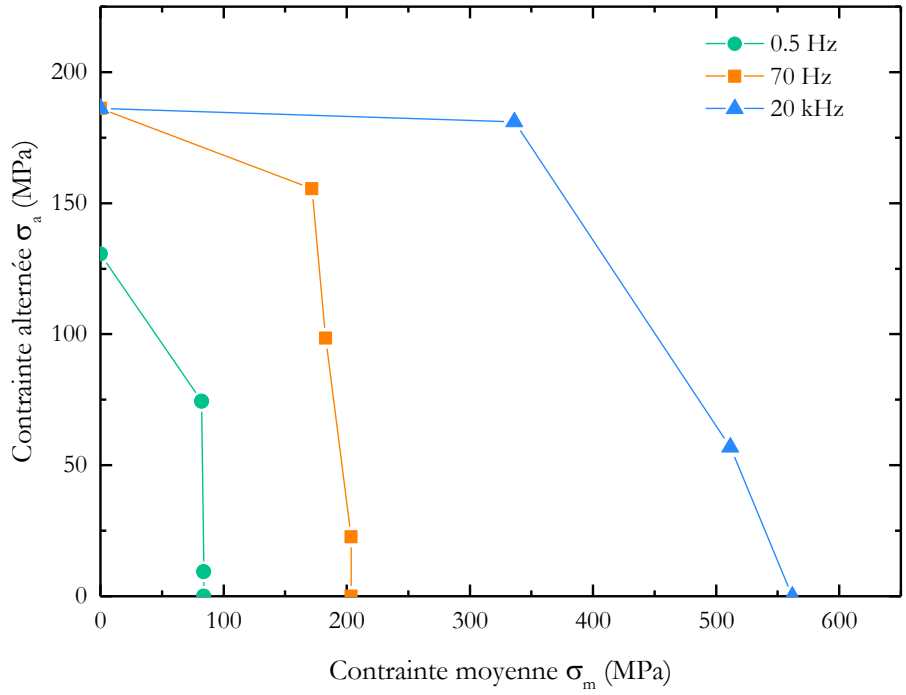


Figure V. 14 – Diagramme de Goodman à $10^8$ cycles du CMSX-4 à 1000°C et à 0.5, 70 et 20000 Hz établis à partir des résultats expérimentaux.

Ce diagramme de Goodman montre qu'augmenter la fréquence d'essai augmente la limite d'endurance aux rapports de charge les plus élevés. A R = -1, le gain est faible entre 70 et 20000 Hz, la durée de vie étant principalement contrôlée par la taille de pore. Aux rapports de charge positifs, le phénomène de fluage devient dominant à mesure que le rapport de charge augmente et/ou que la fréquence diminue. La limite d'endurance devient ainsi dépendante du temps, ce qui explique qu'en augmentant la fréquence, la limite d'endurance est plus élevée.

Pour rappel, ce diagramme de Goodman est construit comme un outil pour le dimensionnement en fatigue à grand nombre de cycles d'aubes de turbines à gaz en CMSX-4. Les fréquences d'excitation qui pourraient conduire à des sollicitations en fatigue sur ces pièces sont comprises entre 1 et 10 kHz en service. Le plus souvent, ces diagrammes sont construits à partir d'essais de fatigue sur des machines conventionnelles, travaillant autour de 100 Hz comme le vibrophore (ici 70 Hz). Le diagramme à 20 kHz montre qu'un diagramme construit à 70 Hz est conservatif aux forts rapports de charge, en considérant que le fluage contrôle la durée de vie sous ces conditions entre 0.5 et 20000 Hz. Sur la Figure V. 15 a été ajouté le diagramme de Goodman fictif pour une fréquence de sollicitation de 10 kHz. Ce diagramme a été construit par une régression de type puissance entre celui de 70 Hz et celui de 20 kHz. Il n'a aucune valeur prédictive en soi, mais il permet de s'apercevoir de la sous-estimation qu'il peut y avoir à 10 kHz par rapport à une référence prise à 70 Hz.

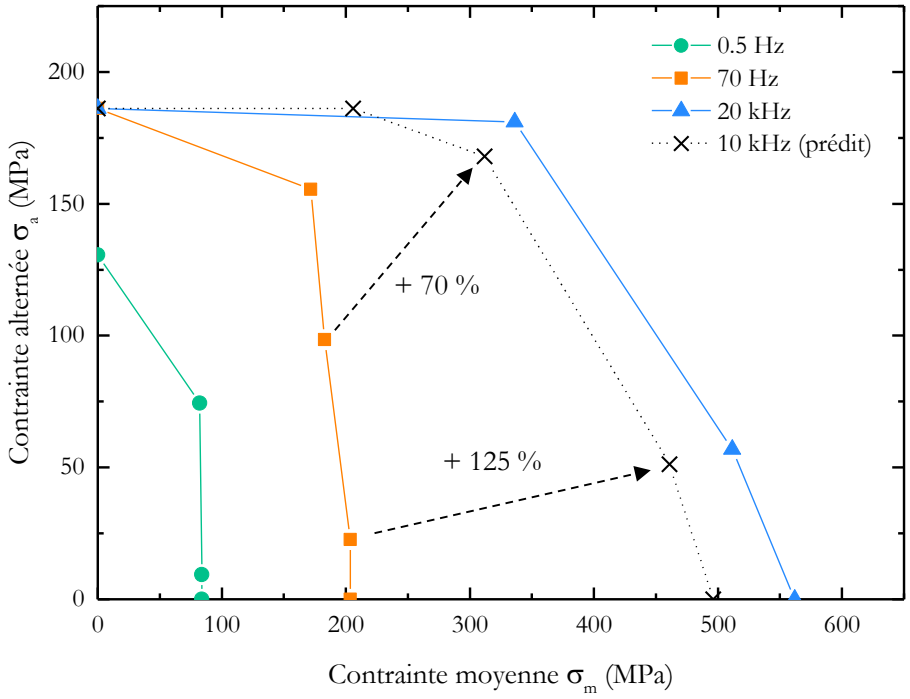


Figure V. 15 – Diagramme de Goodman à $10^8$ cycles du CMSX-4 à 1000°C, 0.5, 70 et 20000 Hz établis à partir des résultats expérimentaux et à 10 kHz (prédit).

### V.5.2. Prédictions du diagramme

La méthode de « sinus » et le modèle de cumul linéaire de Wright, si les lois en fatigue et en fluage sont correctement identifiées, peuvent permettre également de tracer un diagramme de Goodman d'une fréquence difficilement atteignable par des techniques expérimentales telles que 10 kHz. L'utilisation de ces approches pourrait également permettre d'affiner un diagramme de Goodman construit à partir de données expérimentales, par exemple à des rapports de charges positifs non testés (R = 0.6).

La Figure V. 16 compare ainsi le diagramme de Goodman construit à partir des données expérimentales des trois fréquences testées avec celui construit par la méthode sinus, c'est-à-dire la prédiction de la durée de vie uniquement à partir d'une loi en fluage prenant en compte la contribution de la contrainte alternée. A fort rapport de charge ($R \geq 0.8$), la méthode sinus permet de prédire correctement la durée de vie en fatigue à 1000°C quelle que soit la fréquence comprise entre 0.5 et 20000 Hz.

A des rapports de charge compris entre 0.05 et 0.8 et pour des fréquences inférieures ou égales à 70 Hz, la durée de vie « expérimentale » semble sous-estimée par la méthode sinus. Pour rappel, les durées de vie expérimentales à $10^8$ cycles ont été extrapolées à partir d'essais conduits entre $10^3$ et $10^7$ cycles (voir construction du diagramme dans la section V.5.1). Ces extrapolations à partir de lois de Basquin sur-estiment la limite d'endurance à $10^8$ cycles. Dans ces conditions particulières, les prédictions par la méthode sinus sont plus proches de la durée de vie réelle que les extrapolations à partir des lois en fatigue. En effet, lorsque le diagramme de Goodman à $10^7$ cycles est tracé, les prédictions faites par la

méthode sinus se juxtaposent aux données expérimentales conduites à 70 Hz (R > 0). Ce diagramme n'est pas présenté pour des raisons de confidentialité.

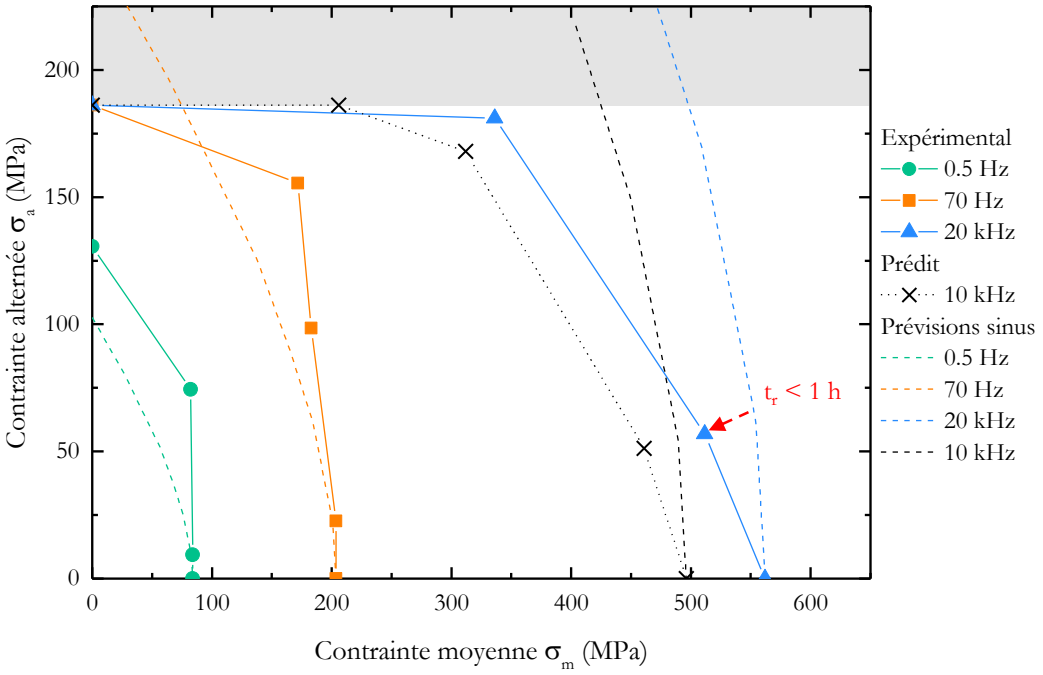


Figure V. 16 – Diagramme de Goodman à $10^8$ cycles du CMSX-4 à 1000°C prédit par la méthode sinus.

A R = 0.8 et 20 kHz, la limite d'endurance est cette fois-ci sur-estimée en raison des coefficients de la loi de Rabotnov-Kachanov, non identifiés pour ce temps à rupture.

Pour chaque fréquence, à partir de 70 Hz, il existe également un rapport de charge « seuil » où les prédictions par la méthode sinus deviennent irréalistes, la contrainte alternée calculée étant supérieures à la limite d'endurance en fatigue pure (R = -1) (voir zone grisée dans la Figure V. 16). Ce rapport de charge a tendance à s'approcher de rapports de charge élevés (~ 0.6) lorsque la fréquence augmente.

Le modèle de Wright, présenté dans la section V.4, est intéressant pour construire un diagramme de Goodman car il permet de prédire la durée à n'importe quel rapport de charge en prenant en compte l'endommagement en fatigue et en fluage. La Figure V. 17 présente les prédictions faites à partir de ce modèle en considérant un cumul linéaire et non linéaire de l'endommagement en fluage. Tout d'abord, l'endommagement en fluage étant calculé à partir de l'approche sinus, les mêmes erreurs sont retrouvées, à savoir une sur-estimation de la durée de vie à haute fréquence et fort rapport de charge (quel que soit le type de cumul). Les durées de vie expérimentales à 0.5 et 70 Hz sont supérieures aux prédictions, mais il a été montré précédemment que cela est dû à l'extrapolation des données de fatigue à partir de lois de Basquin.

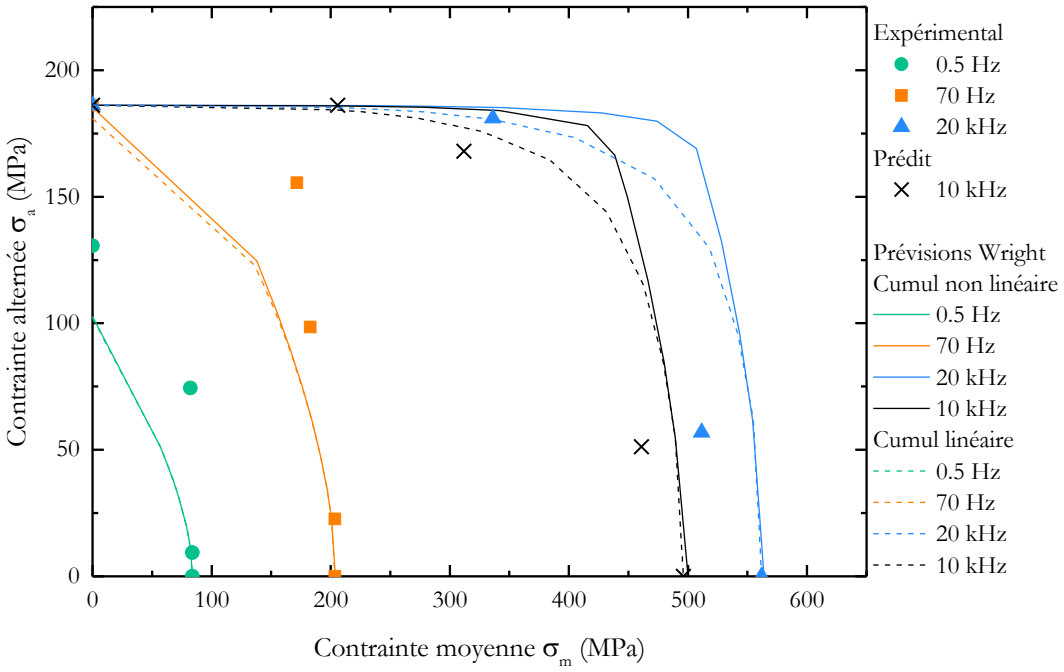


Figure V. 17 – Diagramme de Goodman à $10^8$ cycles du CMSX-4 à 1000°C prédit par le modèle de Wright.

Aux rapports de charge intermédiaires, les deux types de cumul ne prédisent pas les mêmes limites d'endurance, particulièrement à haute fréquence (20 kHz). Le cumul non linéaire considère qu'un des deux endommagements (fatigue ou fluage) est toujours dominant. Un coude marqué est observé pour un rapport de charge autour de 0.5, où une interaction (compétition) fatigue/fluage opère. Le cumul linéaire considère une transition de la fatigue au fluage lorsque le rapport tend vers 1 beaucoup plus douce, et semble mieux suivre les points expérimentaux, notamment à R = 0.3 et 20 kHz. Les prévisions à 10 kHz sont proches des interpolations réalisées à partir des valeurs expérimentales à 70 et 20000 Hz.

Le modèle de Wright, en utilisant un cumul linéaire pour les deux types d'endommagement, semble donc être un outil acceptable pour prédire le diagramme de Goodman à $10^8$ cycles du CMSX-4 à 1000°C. Néanmoins, cela est satisfaisant pour les conditions testées, qui présentent des interactions relativement faibles entre la fatigue et le fluage. Un endommagement est en effet généralement majoritaire, ce qui permet de prédire la limite d'endurance correctement. Il serait nécessaire de conduire des essais à des conditions où les deux endommagements sont en compétition, et où une plus forte interaction entre les deux endommagements pourrait avoir lieu. Ces conditions sont par exemple à R = 0.5 et une fréquence de 20 kHz. Elle pourrait également permettre de mieux évaluer une approche par cumul d'endommagement non linéaire.

## V.6. Paramètres influençant le diagramme de Goodman

Cette partie présente l'influence de deux paramètres étudiés dans le chapitre III ayant une influence sur la durée de vie du CMSX-4 à haute température, à savoir le procédé d'élaboration et la dégradation de la microstructure. L'objectif est de présenter l'impact de ces deux paramètres sur les

limites d'endurance expérimentales et sur le tracé du diagramme de Goodman. Ensuite, la possibilité de prendre en compte ces deux paramètres sur la prédiction du diagramme à partir du modèle de Wright est discutée.

### V.6.1. Méthode d'élaboration

Si la durée de vie en fatigue pure (i.e. R = -1) est contrôlée par le procédé d'élaboration du superalliage base Ni, le diagramme de Goodman n'aura pas la même forme selon la voie d'élaboration. Sur la Figure V. 18, le diagramme de Goodman du CMSX-4 est comparé à deux limites d'endurance de l'AM1 à R = -1 et 20 kHz. L'étoile noire représente la limite pour l'AM1 élaboré par voie Bridgman. Naturellement, cette limite se trouve sur le diagramme du CMSX-4 tracé pour une taille de pore de 50 µm. L'étoile rouge est la limite d'endurance de l'AM1 élaboré par voie LMC, supérieure d'environ 40 MPa par rapport à celle du Bridgman. Il est donc essentiel de prendre en compte la taille de ces pores afin d'être le plus représentatif du diagramme de Goodman.

La Figure V. 18 présente également les prévisions du diagramme de Goodman à $10^8$ cycles du CMSX-4 en considérant un diamètre de pore de 18 µm. Le gain sur la limite d'endurance se fait aux hautes fréquences et rapports de charge inférieurs à 0.2, où les mécanismes d'endommagement par fatigue dominent. A 0.5 Hz, la partie précédente a montré qu'un endommagement « fluage » est calculé et est supérieur à celui de la fatigue (voir Tableau V. 1). Ainsi, une diminution de la taille de pore n'a pas d'incidence sur la durée de vie prédite par le modèle de Wright. Ces prédictions rejoignent des observations faites par Steuer *et al.* à 950°C sur l'AM1 Bridgman et LMC, testé à 0.5 Hz et R = -1 sous air. Sous ces conditions, très peu d'écart de durée de vie a été observé entre les AM1 élaborés différemment. Néanmoins, il doit être souligné que ces auteurs ont montré que l'oxydation est le facteur contrôlant la durée de vie sous ces conditions expérimentales. A d'aussi basses fréquences et hautes durées de vie, il est possible que l'oxydation soit principalement néfaste de par la durée de l'essai et non pas de par le nombre de cycles. Ainsi, l'effet de cet endommagement principalement relié au temps sous ces conditions peut être prédit par un autre endommagement lié au temps, le fluage.

Cette figure permet également de noter un écart de limite d'endurance à R = -1 entre 70 et 20000 Hz, qui augmente lorsque la taille de pore diminue. Cet écart est dû à un endommagement en fluage non nul à 70 Hz, qui diminue alors légèrement la limite d'endurance calculée en fatigue.

A 20 kHz, les prédictions sont inférieures à la limite d'endurance de l'AM1 LMC. Seuls deux points ont été testés expérimentalement, d'autres essais sont nécessaires pour préciser la valeur de la limite d'endurance. Néanmoins, la Figure V. 18 montre qu'il est possible de prendre en compte la taille de pore, qui a des conséquences jusqu'à un rapport de charge proche de 0.5.

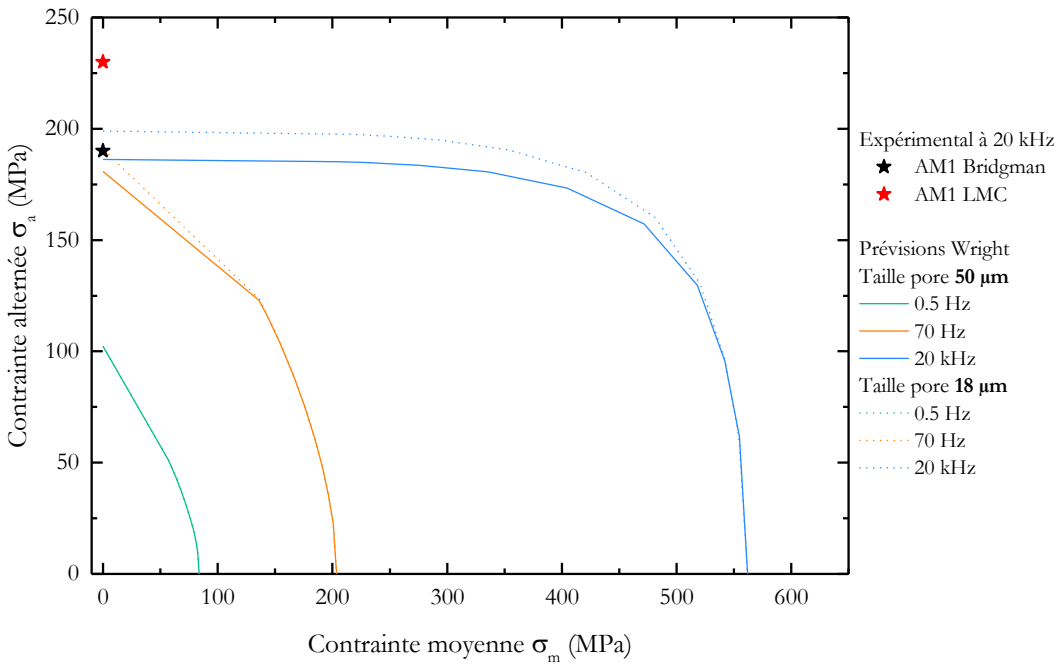


Figure V. 18 – Comparaison du diagramme de Goodman à $10^8$ cycles du CMSX-4 à 1000°C construit à partir des prédictions du modèle de Wright en utilisant une taille de pore de 18 et 50 µm. L'endommagement en fluage est calculé par cumul linéaire. Les étoiles représentent les limites d'endurance déterminées expérimentalement pour l'AM1 Bridgman et LMC.

### V.6.2. Dégradation de la microstructure

A partir du modèle de Wright, il est possible pour chaque alliage, connaissant sa taille de pore maximale et ses propriétés en fluage, de prédire sa durée de vie et construire un diagramme de Goodman en conséquence. Il ne faut pas oublier que ces aubes de turbine, en service, sont dimensionnées pour ne rentrer en résonance que sur des périodes très courtes, de l'ordre de la seconde, et sur des périodes transitoires (décollage, atterrissage,…). Pour atteindre $10^8$ cycles en fatigue à grand nombre de cycles, la pièce aura subi préalablement de nombreuses heures de service. Aussi, les pales peuvent être initialement dimensionnées pour ne pas entrer en résonance. En service, le fluage conduit à leur allongement et à l'évolution de leur mode propre de résonance. La sollicitation en fatigue à grand nombre de cycles peut donc apparaître qu'après plusieurs heures de service.

Ces deux faits suggèrent que la microstructure avant sollicitation est donc potentiellement dégradée, et une pré-oxydation peut être présente. Cette « pré-oxydation » et cette dégradation de la microstructure peuvent avoir des conséquences sur le diagramme de Goodman, et ne sont pas pris en compte dans la méthodologie présentée dans les parties précédentes de ce chapitre.

Le chapitre IV a montré que l'oxydation a un impact aux rapports de charge inférieurs ou égaux à 0, lorsque l'endommagement en fluage est minoritaire. Le chapitre III a également montré qu'à 20 kHz, une pré-oxydation à 1000°C pendant 100 heures n'influence pas la phase d'amorçage et la durée de vie entre $10^6$ et $10^9$ cycles. Dans les conditions testées, la pré-oxydation est donc considérée comme peu endommageante et ne sera pas traitée.

En revanche, à fort rapport de charge et quelle que soit la fréquence, l'endommagement en fluage contrôle la durée de vie. Le chapitre III a montré que la dégradation de la microstructure par un pré-vieillissement ou un pré-fluage à 1100°C/120 MPa pendant 24 ou 100 heures diminuent par un facteur deux la durée de vie du CMSX-4 testé à 1000°C, 20 kHz et R = 0.8. Cette dégradation est sans effet à R = -1 et 20 kHz, le diamètre des pores de fonderie étant le facteur d'ordre 1 contrôlant la durée de vie. La Figure V. 19 présente le diagramme de Goodman construit à partir des essais réalisés sur les éprouvettes « standard » (c'est-à-dire avec une microstructure initiale optimisée cuboïdale), avec celui construit avec les essais réalisés sur les éprouvettes pré-fluées à 1100°C/ 120 MPa pendant 24 heures. Seuls deux rapports de charge ont été testés avec ce type d'éprouvette, R = -1 et R = 0.8. A R = -1, les pré-expositions en service n'ont donc pas d'influence sur les propriétés en fatigue pure à haute fréquence et haute température. A R = 0.8 en revanche, la limite d'endurance diminue. Ainsi, il est nécessaire de prendre en compte ces heures de service afin d'être au plus près des conditions réelles.

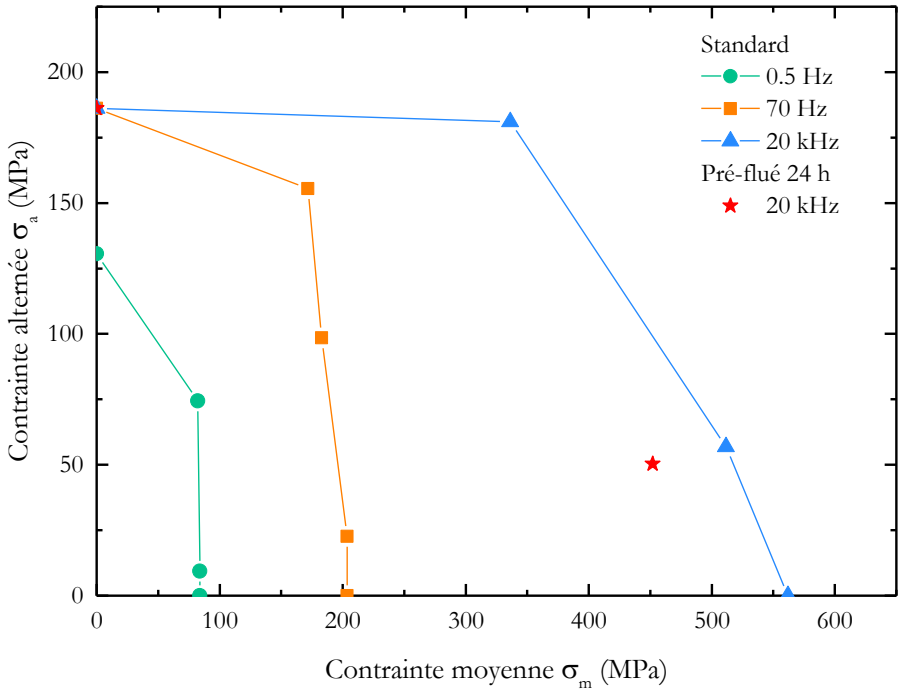


Figure V. 19 – Comparaison du diagramme de Goodman à $10^8$ cycles du CMSX-4 à 1000°C avec une microstructure initiale optimisée cuboïdale, et un pré-fluage à 1100°C / 120 MPa / 24 h.

Pour cela, le modèle de Wright a été utilisé afin de prendre en compte un pré-endommagement en fluage. Par un cumul linéaire, le pré-endommagement a été pris en compte en considérant que l'endommagement en fluage $D_C$ initial est non pas égal à 0, mais à la fraction $t_1/t_{r,1}$ où $t_1$ est le temps passé dans le pré-endommagement et $t_{r,1}$ le temps à rupture à la température et contrainte imposée $\sigma_1$ (Figure V. 20(a)). Afin de comparer ces prédictions avec les résultats expérimentaux, $\sigma_1$ vaut 120 MPa et $t_1$, 24 heures. $A_1$ et $k_1$ sont identifiés pour le pré-fluage à 1100°C.

Dans un second temps, le pré-endommagement et l'endommagement en fluage ont été calculés par un cumul non-linéaire. Ainsi, l'endommagement en fluage $D_C$ pendant l'essai de fatigue dépend d'un pré-endommagement $D_{C,1}$ calculé à partir de l'Equation V. 19 :

$$D_{C,1} = 1 - \left(1 - \frac{t_1}{t_{r,1}}\right)^{\frac{1}{k_1+1}} \qquad \text{Equation V. 19}$$

Avec $t_1$ la durée du pré-endommagement et $t_{r,1}$, le temps à rupture passé à la contrainte $\sigma_1$. $t_{r,1}$ est calculé à partir de l'Equation V. 6 et des constantes matériaux $k_1$ et $A_1$, identifiées à la température du pré-endommagement. Ensuite, l'endommagement au cours de l'essai de fatigue est calculé à partir de l'expression suivante :

$$D_C = 1 - \left(\left(1 - D_{C,1}\right)^{k_2+1} - \frac{t_2}{t_{r,2}}\right)^{\frac{1}{k_2+1}} \qquad \text{Equation V. 20}$$

Avec $t_2$ la durée de l'essai de fatigue et $t_{r,2}$, le temps à rupture passé à la contrainte équivalente $\sigma_{eq}$ (voir Equation V. 13). Les constantes matériaux $k_2$ et $A_2$ sont identifiées à la température de l'essai de fatigue (ici, 1000°C). Cette prévision par un cumul non linéaire est présentée sur la Figure V. 20(b).

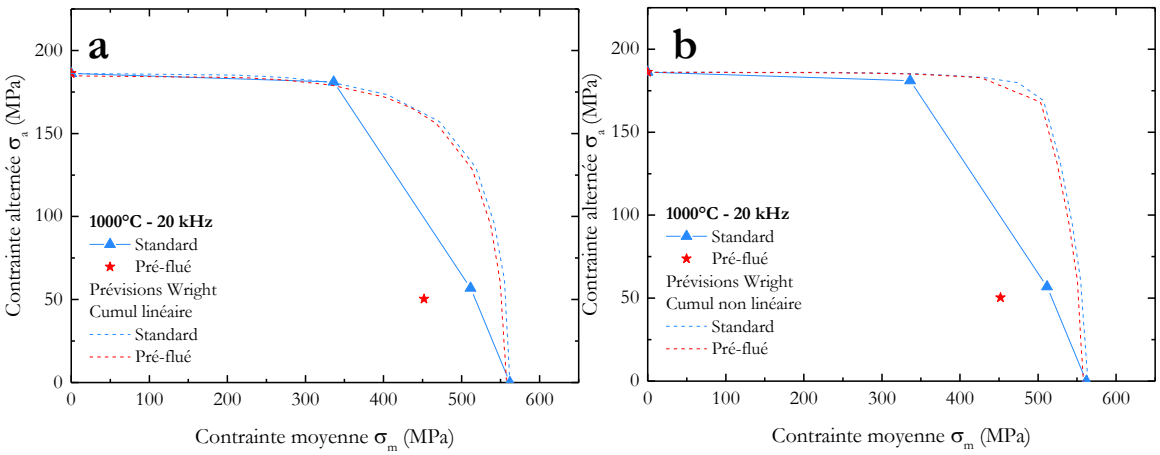


Figure V. 20 – Prévisions du diagramme de Goodman à $10^8$ cycles du CMSX-4 pré-flué à 1100°C/120 MPa/ 24 heures par le modèle de Wright. L'endommagement et le pré-endommagement en fluage sont calculés : par un cumul linéaire (a) ; par un cumul non linéaire (b).

Par rapport aux données expérimentales, les prévisions surestiment clairement la durée de vie, que cela soit calculé linéairement ou non. Avec un pré-fluage, une interaction importante entre les endommagements en fatigue et en fluage doit opérer, notamment lors de l'amorçage et la micro-propagation de fissures en mode I. Par la mise en radeaux des précipités, les micro-fissures se propagent plus rapidement dans la microstructure dégradée, ce qui n'est pas pris en compte par ce modèle qui n'additionne que des endommagements calculés séparément. Aussi, les paramètres $k_2$ et $A_2$, qui sont les coefficients de la loi de Rabotnov-Kachanov à 1000°C utilisés pour déterminer l'endommagement au cours de l'essai de fatigue, ne sont plus corrects puisqu'ils ont été déterminés lors d'essais de fluage

réalisés avec une microstructure initiale cuboïdale et non pas mise en radeaux (ou grossière). Or, certains auteurs ont montré que la mise en radeaux ou coalescence des précipités diminue les propriétés en fluage (Acharya et Fuchs, 2004; Caron *et al.*, 1986; Caron et Khan, 1983).

Enfin, si le pré-endommagement est élevé (contrainte $\sigma_1$ ou $t_1$ plus élevés), cela a des conséquences sur le rapport de charge R = -1, ce qui n'est pas représentatif puisque la microstructure pré-fluée n'a pas d'incidence sur les mécanismes en fatigue pure.

Un dernier aspect à ne pas oublier doit également être mentionné. Sur ces prédictions, le maintien sous une contrainte constante et à haute température n'impacte que l'endommagement en fluage, compte tenu de l'évolution de la microstructure. Néanmoins, un maintien de longue durée (>> 100 heures) augmente la fraction volumique et également la taille des pores de fonderie (Anton et Giamei, 1985; Link *et al.*, 2006). Pour de très longues durées, cette augmentation de la taille des pores peut avoir un impact non négligeable sur la durée de vie en fatigue à faible rapport de charge ($-1 \leq R \leq 0$). Elle doit donc être prise en compte à l'aide du modèle FIP. De plus, ces prédictions restent correctes si aucune micro-fissuration en mode I depuis les pores n'apparaît. En effet, ces fissures sont des concentrateurs de contrainte et il est attendu qu'elles aient une forte incidence sur les faibles rapports de charge.

## V.7. Bilan

Ce chapitre a montré qu'à partir d'approches simples en fatigue pure et en fluage pur, il est possible de prédire la durée de vie en fatigue à haute température d'un superalliage base Ni pour de nombreux rapports de charge et fréquences de sollicitation. Ces prédictions reposent néanmoins sur une identification robuste au préalable, sur les temps à rupture en fatigue visés, des constantes matériaux inclues dans les modèles d'endommagement en fatigue et en fluage employés.

A partir de ces différentes études, il est montré que le diagramme de Goodman dépend de trois paramètres clés, schématisés sur la Figure V. 21 :

→ La méthode de solidification et traitements thermiques associés qui impactent directement le diamètre des pores et la limite d'endurance en fatigue entre $10^6$ et $10^9$ cycles.

→ La résistance intrinsèque au fluage, qui dépend de la composition chimique de l'alliage. Ce paramètre a une influence à fort rapport de charge, lorsque les propriétés en fluage contrôlent la durée de vie.

→ Le vécu de la pièce et du matériau avant que la sollicitation de fatigue à grand et très grand nombres de cycles ne débute. Cet historique, généralement sous forme de maintien à haute température et/ou de pré-fluage, impacte la microstructure et donc les propriétés en fatigue à fort rapport de charge.

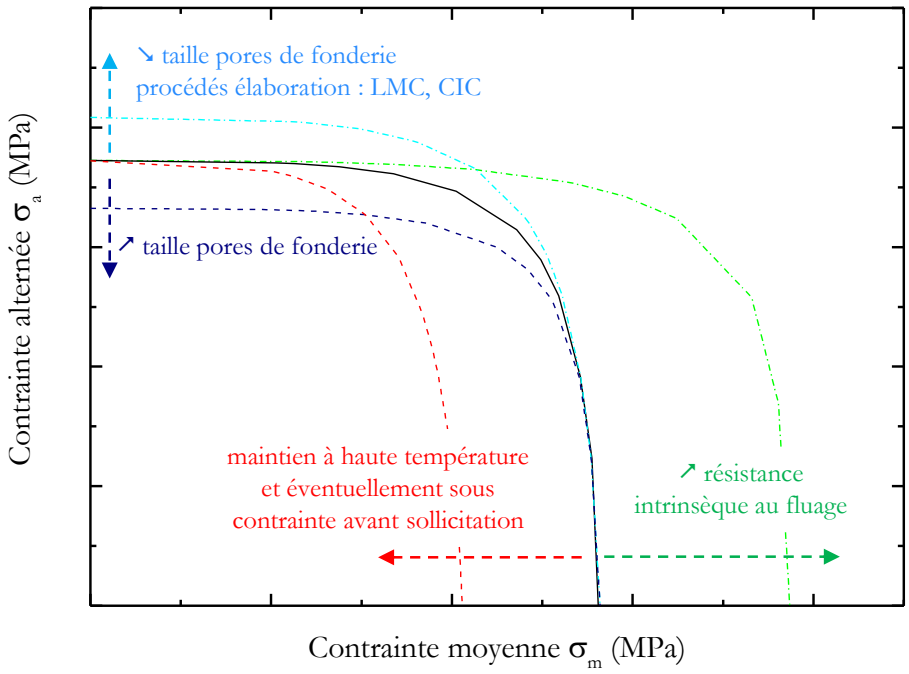


Figure V. 21 – Schématisation de l'effet de la taille de pore et d'un maintien à haute température et éventuellement sous contrainte sur le diagramme de Goodman.

A partir du modèle de Wright, il est possible de prendre en compte les deux premiers paramètres afin d'établir des diagrammes de Goodman plus représentatifs de certains composants. Un pré-endommagement, en créant une interaction réelle entre les endommagements en fatigue et en fluage, notamment lors de la micro-propagation des fissures en mode I, ne peut être correctement pris en compte à partir de ce modèle simple. Ce modèle peut en effet mettre en compétition les deux endommagements, mais en aucun cas les faire interagir, puisque les deux contributions sont calculées indépendamment l'une de l'autre. Des données expérimentales à 20 kHz et R = 0.5, où une interaction, ou forte compétition, entre les deux endommagements est attendue, sont nécessaires afin de vérifier si ce modèle est adapté.

Afin d'améliorer la représentativité de ce modèle, l'influence de l'environnement à faible fréquence et sur les matériaux compactés (i.e. sans pores) pourrait être également ajoutée sous forme d'un troisième endommagement. Ce dernier pourrait prendre en compte les essais de longues durées et être en compétition vis-à-vis de l'endommagement en fatigue, lorsque des pores sont présents. Les rapports de charge négatifs ($-1 \leq R \leq 0$) mériteraient également être étudiés, notamment au niveau de l'influence du fluage compression sur le diagramme de Goodman.

# CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Cette thèse a porté sur l'étude de la fatigue à grand et très grand nombre de cycles et à haute température des superalliages base Ni monogranulaires, et plus spécifiquement du CMSX-4, utilisés pour l'élaboration des aubes de turbines à gaz. Ce type de sollicitation, qui doit être aujourd'hui pris en compte dans leur dimensionnement, n'était encore que peu étudié dans la littérature, particulièrement dans le régime gigacyclique (i.e. durées de vie largement supérieures à $10^7$ cycles). Les principaux résultats de ce travail, focalisés à haute température (1000°C), ont été traités sous deux axes principaux :

→ **l'étude des modes de rupture et d'amorçage en fatigue à très grand nombre de cycles et à haute fréquence.**

Le régime gigacyclique à haute température des superalliages base Ni monogranulaires a pu être étudié en modifiant un banc de fatigue ultrasonore, qui permet de conduire des essais à 20 kHz et jusqu'à 1000°C. Neuf superalliages base Ni monogranulaires et un superalliage à grains colonnaires ont été testés, et ont permis de dresser une large base de données dans ce régime, jusque-là très limitée dans la littérature. D'importants efforts ont également été déployés afin de caractériser les mécanismes d'amorçage opérant à haute fréquence à l'aide de différents outils de microscopie (MEB-FEG, EDS et EBSD). Ces résultats constituent les travaux les plus originaux de cette thèse.

→ **l'étude de l'influence de la fréquence sur les mécanismes d'endommagement en fatigue**

Des essais ont été conduits sous trois fréquences de sollicitation (0.5, 70 et 20000 Hz) et différents rapports de charge (-1, 0.05, 0.3 et 0.8) afin d'évaluer l'influence de la fréquence, notamment au travers de l'activation d'endommagements dépendants du temps tels que l'oxydation et le fluage, sur la durée en fatigue à grand nombre de cycles du superalliage CMSX-4. Cette étude a ensuite permis de proposer un modèle d'endommagement, utilisable quelle que soit la nature du superalliage base Ni monogranulaire, qui prend en compte les principaux endommagements sur la durée de vie en fatigue.

Aussi, l'influence du **procédé d'élaboration** (i.e. présence et taille des singularités métallurgiques) et de l'**historique** de la pièce (i.e. dégradation de la microstructure) ont été étudiés transversalement à ces deux axes afin d'approcher des conditions réelles appliquées aux aubes de turbines à gaz.

L'étude du régime de fatigue à très grand nombre de cycles des superalliages base Ni monogranulaires a révélé deux endommagements très différents à haute température, selon le rapport de charge appliqué. En fatigue pure (R = -1), la déformation est très hétérogène, et se localise au niveau de concentrateurs de contrainte, tels que les pores de fonderie de par leur importante taille. En conséquence, entre $10^6$ et $10^9$ cycles, la rupture est induite par une fissure fatale amorcée depuis un pore de fonderie, qui se propage ensuite suivant les plans de glissement {111}. Le pore ayant conduit à l'amorçage de cette fissure est le plus critique contenu dans le volume sollicité. Dans ces conditions, le mode de rupture, et

donc la durée de vie à 1000°C, sont peu sensibles à la présence et à la fraction volumique d'autres singularités métallurgiques (carbures ou eutectiques) ainsi qu'à la microstructure γ/γ' (composition chimique et morphologie des précipités). En revanche, le procédé d'élaboration, en impactant directement la taille des pores de fonderie, contrôle la durée de vie à R = -1 en fatigue à très grand nombre de cycles. Lorsque le volume sollicité ne contient pas de pores de fonderie (i.e. par l'addition d'un traitement de compaction isostatique à chaud), ou lorsque la durée de vie excède $10^9$ cycles, les pores n'ont plus ce potentiel à concentrer la contrainte, et la rupture provient alors d'une zone particulièrement rugueuse (ZR), où la nature du site d'amorçage est difficile à analyser. La zone rugueuse a été assimilée à la Fine Grain Area (FGA), observée sur les faciès d'éprouvettes en acier à haute résistance lors de sollicitations en fatigue gigacyclique, et est la marque du mécanisme d'amorçage et de micro-propagation opérant dans ces conditions. Cette zone est caractérisée par une microstructure γ/γ' très déformée par des bandes de glissement, de la recristallisation, ainsi que par la précipitation de phases TCP assistée par plasticité lorsque la durée de vie dépasse $10^9$ cycles. Sa caractérisation a permis de proposer un scénario de mode d'amorçage opérant à R = -1 en fatigue à très grand nombre de cycles.

Ces essais ont également mis en avant le très faible impact de l'environnement à R = -1 et entre $10^6$ et $10^9$ cycles, qui n'a pas été à l'origine de la rupture d'éprouvettes dans la majorité des alliages, et ce malgré la présence de fissures secondaires amorcées depuis la couche oxydée. Néanmoins, dans les alliages contenant peu de défauts (compactés), une importante interaction entre fatigue et oxydation a été observée, et conduit à la rupture des éprouvettes lorsque la durée de vie dépasse plusieurs milliards de cycles. Il est également suspecté que cet endommagement ait un impact plus rapide sur les alliages « standards » (i.e. avec des pores de fonderie) avec une très faible résistance à l'oxydation.

Lorsqu'une forte contrainte moyenne est ajoutée à ces essais à haute température (R = 0.8), le fluage est actif et la déformation est homogénéisée dans le volume sollicité. La rupture en fatigue à très grand nombre de cycles est alors induite par l'amorçage et la micro-propagation de fissures en mode I depuis des pores contenus dans le volume, révélateurs d'un endommagement volumique typique d'essais de fluage isothermes à haute température. En conséquence, l'endommagement en fluage contrôle la durée de vie à haute fréquence et à haute température des superalliages base Ni monogranulaires. Dans ces conditions, la microstructure de l'alliage a une influence beaucoup plus marquée que la méthode d'élaboration. La mise en radeaux de type N des précipités conduit à un abattement de la durée de vie, en accélérant l'amorçage de fissures depuis des pores et en facilitant leur micro-propagation. De plus, les superalliages base Ni développés pour améliorer les propriétés en fluage à haute température ont des durées de vie plus élevées que les alliages de générations plus anciennes.

L'ensemble des essais réalisés à 20 kHz a ensuite été comparé à des essais conduits à des fréquences plus faibles (0.5 et 70 Hz) afin d'évaluer l'influence des mécanismes dépendants du temps tels que

l'oxydation et le fluage sur la durée de vie en fatigue à grand nombre de cycles des superalliages base Ni monogranulaires. A R = -1 et 1000°C, l'endommagement depuis la couche oxydée et depuis un défaut interne sont en compétition. Lorsque la fréquence est diminuée à 0.5 Hz, l'oxydation limite la criticité des défauts internes tels que les pores en formant une couche oxydée en surface, qui est fissurée très rapidement au cours de la sollicitation et conduit à la propagation de la fissure fatale. La diffusion de l'oxygène est plus aisée en pointe de fissure à cette fréquence qu'à 20 kHz en raison de la durée plus longue du cycle en traction (1 s à 0.5 Hz contre 25 µs à 20 kHz), et accélère alors la formation des oxydes et la propagation de la fissure depuis la surface. A fort rapport de charge (R = 0.8), le fluage est l'endommagement (i.e. l'amorçage et la micro-propagation de fissures en mode I depuis des pores) conduisant à la rupture des éprouvettes, et ce quel que soit la fréquence de sollicitation (0.5, 70, 20000 Hz) ou la durée de vie. Aux rapports de charge intermédiaires (R = 0.05 – 0.3), malgré des amorçages de fissures fatales depuis un pore interne ou depuis la surface, indiquant la présence d'un endommagement de type fatigue et/ou d'oxydation, le fluage contrôle la durée de vie de la majorité des éprouvettes dans les conditions testées.

A partir de ces observations, un modèle d'endommagement capable de prédire la durée de vie en fatigue à grand nombre de cycles du CMSX-4 a été proposé, et peut être transposé à d'autres superalliages base Ni monogranulaires. Ce modèle considère un cumul linéaire des endommagements en fatigue pure et en fluage pur. L'endommagement en fatigue pur a été calculé à partir d'un modèle d'amorçage considérant la taille des pores les plus critiques. L'endommagement en fluage pur a été déterminé à partir de la loi de Rabotnov-Kachanov, avec une approche permettant de prendre en compte la contribution de la contrainte alternée dans l'endommagement en fluage. Ce modèle d'endommagement permet de prédire de manière très satisfaisante l'ensemble des essais de fatigue conduits au cours de cette thèse. Il a ensuite été utilisé afin de construire un diagramme de Goodman du CMSX-4, et comparé à celui déterminé à partir des essais expérimentaux à chaque fréquence. Les limites de ce modèle, notamment dans la prise en compte de l'effet de la dégradation de la microstructure sur la durée de vie à fort rapport de charge, ont finalement été présentées.

Au cours de ces travaux, de nombreuses portes sont restées ouvertes ou ont été ouvertes, et conduisent à des perspectives. Tout d'abord, dans le domaine de la fatigue à très grand nombre de cycles, le processus d'amorçage (i.e. la formation de la zone rugueuse) au voisinage des défauts les plus critiques demande encore à être étudié par différents moyens afin de répondre à de nombreuses interrogations. Les plus pertinentes sont synthétisées ici :

- Le mécanisme de « pipe diffusion » est-il bien derrière la précipitation de phases TCP à très grand nombre de cycles (> $10^9$ cycles) dans la zone rugueuse ? Pour cela, l'utilisation de moyens tels que la sonde atomique tomographique pourrait donner des éléments de réponse.

- Quelle est la nature des sites d'amorçage et la cinétique de formation de la zone rugueuse par rapport à une fissuration depuis la surface dans les éprouvettes compactées ? Le sondage d'un volume sollicité entier au cours d'essais interrompus permettrait de mieux étudier ces deux points.

- Quel est l'impact de la résistance au cisaillement des précipités sur la durée de vie ? A 1000°C et R = -1, la composition chimique n'est pas un facteur d'ordre 1 sur la durée de vie. A plus basse température (~ 750°C), son influence pourrait être cependant beaucoup plus importante et mériterait d'être étudiée.

De plus, une meilleure évaluation de l'influence de la fréquence sur l'endommagement assisté par l'oxydation, en fonction de la fréquence et du rapport de charge étudié, doit être réalisée en conduisant des essais sous vide, ainsi qu'à des fréquences comprises entre 70 et 20000 Hz, par exemple 1000 Hz. Ces essais permettraient également de mieux étudier, à R = -1, la transition entre les mécanismes d'amorçage depuis la surface et interne, observée entre $10^6$ et $10^7$ cycles. Des essais conduits à une fréquence et un rapport de charge où les endommagements en fatigue, fluage et oxydation peuvent apparaître tels qu'à 20 kHz et R = 0.4 – 0.5 pourraient également permettre de mieux étudier les interactions existantes. L'effet du revêtement sur la durée de vie des éprouvettes en fonction de la fréquence appliquée est également un axe à approfondir, en plus de la première étude présentée en annexe D.

Enfin, malgré une bonne prédiction de la durée de vie en fatigue à haute température du CMSX-4 à partir du modèle proposé, ce dernier ne peut pas correctement prendre en compte la réduction de la durée de vie induite par le vécu ou l'historique du composant (i.e. dégradation de la microstructure de l'alliage). Cet historique est essentiel à intégrer, car la majorité des aubes ne résonne qu'après plusieurs heures d'utilisation. Le modèle RaftX, développé dans la thèse de A. Mattiello (Mattiello, 2018) et qui prend en compte l'évolution de la microstructure sur les propriétés en fluage, pourrait être un élément permettant d'améliorer les prédictions réalisées sur la fatigue à grand nombre de cycles des superalliages base Ni monogranulaires.

# Annexes

# Sommaire

Annexes ..... 253

Annexe A – Matrice d'essai ..... 255

A.1. Essais de traction à 1000°C ..... 255

A.2. Essais de fluage isotherme à 1000°C ..... 257

A.3. Essais de fatigue oligocyclique (LCF) à 1000°C et 0.5 Hz ..... 259

A.4. Essais de fatigue à grand nombre de cycles (HCF) à 1000°C et 70 Hz ..... 260

A.5. Essais de fatigue à très grand nombre de cycles (VHCF) à 1000°C et 20 kHz ..... 261

Annexe B – Détermination de la limite d'élasticité ..... 264

B.1. Détermination de la limite d'élasticité du CMSX-4 ..... 264

B.2. Détermination de la limite d'élasticité du MAR-M200+Hf ..... 264

B.3. Détermination de la limite d'élasticité selon les conditions expérimentales ..... 265

Annexe C – Auto-échauffement lors de sollicitations en fatigue à haute fréquence ..... 267

Annexe D – Influence de l'état de surface sur les propriétés en fatigue ..... 271

D.1. Influence du sablage et du revêtement sur les propriétés en fatigue à grand nombre de cycles.. 271

D.2. Influence de la zone recristallisée sur les propriétés en fatigue gigacyclique ..... 277

# Annexe A – Matrice d'essai

## A.1. Essais de traction à 1000°C

Le tableau suivant regroupe les propriétés en traction à 1000°C du CMSX-4. Les essais ont été conduits à vitesse de déplacement de la traverse constante, correspondant à des vitesses de déformation initiales de $10^{-3}$ $s^{-1}$, $10^{-2}$ $s^{-1}$ et $3 \times 10^{-2}$ $s^{-1}$. Le CMSX-4 a été testé sous trois microstructures : la standard, une vieillie à 1100°C pendant 300 heures et une pré-fluée à 1100°C/120 MPa pendant 24 heures.

Les propriétés en traction sont déterminées à partir des courbes de traction, où la contrainte rationnelle σ est tracée en fonction de la déformation rationnelle ε. σ et ε sont calculées à partir des expressions suivantes :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \times (1 + e) \qquad \text{Equation A. 1}$$

$$\varepsilon = \ln(1 + e) \qquad \text{Equation A. 2}$$

Avec $S_o$ la section initiale de l'éprouvette et e la déformation conventionnelle.

Tableau A. 1 – Propriétés en traction à 1000°C du CMSX-4 standard et sous microstructures dégradées.

| Matériau | Microstructure | Vitesse de déformation ($s^{-1}$) | $\sigma_{e\ 0.2\ \%}$ | $R_m$ | A % |
|---|---|---|---|---|---|
| CMSX-4 | Standard | $10^{-3}$ | 720.4 | 865.3 | 15.7 |
| CMSX-4 | Standard | $10^{-2}$ | 924.0 | 1010.9 | 14.2 |
| CMSX-4 | Standard | $3 \times 10^{-2}$ | 1084.1 | 1143.0 | 12.3 |
| CMSX-4 | V300 | $10^{-3}$ | 720.0 | 770.0 | 15.6 |
| CMSX-4 | V300 | $10^{-2}$ | 795.7 | 917.3 | 15.2 |
| CMSX-4 | V300 | $3 \times 10^{-2}$ | 895.4 | 1008.6 | 16.5 |
| CMSX-4 | F24 | $10^{-3}$ | 727.2 | 720.8 | 15.6 |
| CMSX-4 | F24 | $10^{-2}$ | 878.6 | 944.8 | 8.7 |
| CMSX-4 | F24 | $3 \times 10^{-2}$ | 961.3 | 1055.3 | 12.0 |

Les courbes de tractions sont tracées ci-dessous. Chaque figure représente une vitesse de chargement imposée, où les trois microstructures sont comparées.

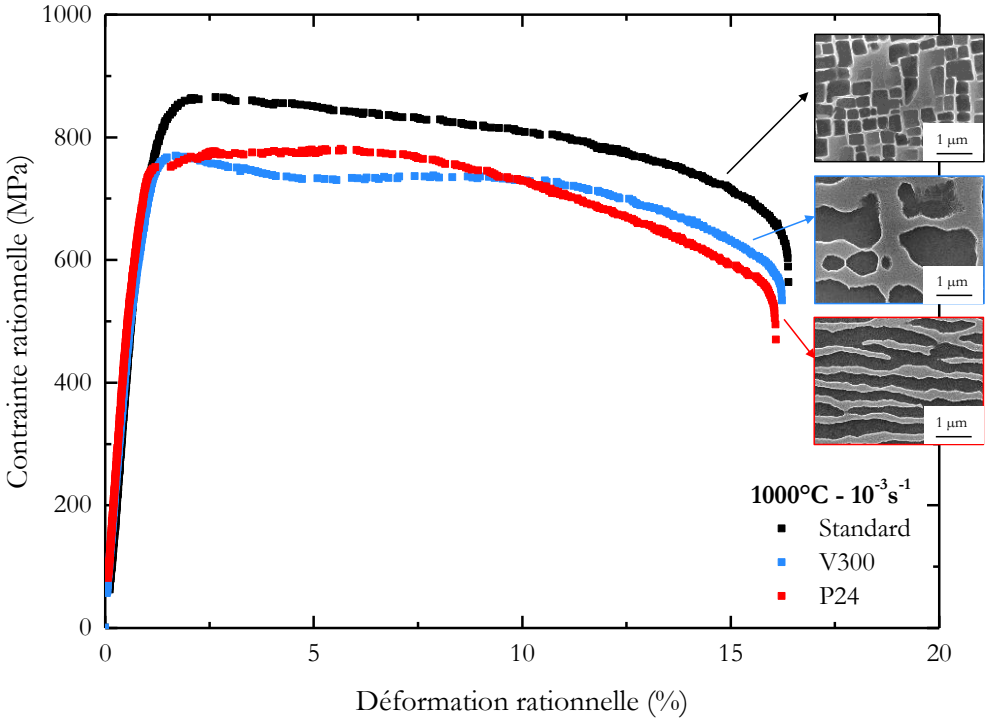


Figure A. 1 – Courbes de traction à 1000°C et vitesse de déplacement de $10^{-3}$ $s^{-1}$ du CMSX-4 sous trois microstructures : standard, vieillie à 1100°C/ 300 h (V300) et pré-fluée à 1100°C/120 MPa / 24 h (P24).

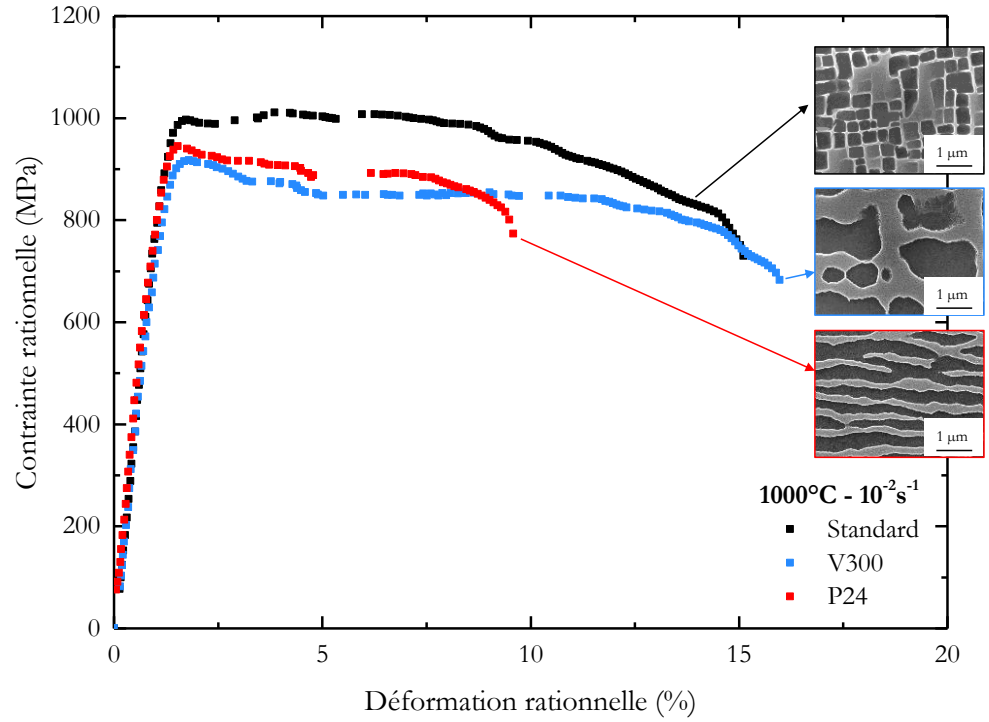


Figure A. 2 – Courbes de traction à 1000°C et vitesse de déplacement de $10^{-2}$ $s^{-1}$ du CMSX-4 sous trois microstructures : standard, vieillie à 1100°C/ 300 h (V300) et pré-fluée à 1100°C/120 MPa / 24 h (P24).

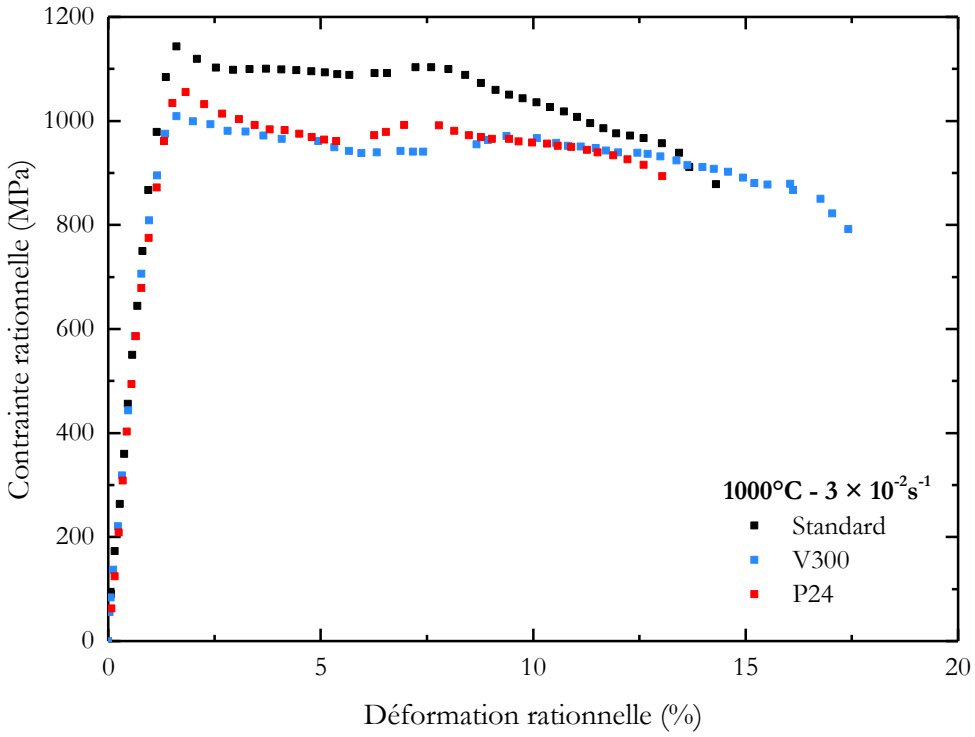


Figure A. 3 – Courbes de traction à 1000°C et vitesse de déplacement de 3 × $10^{-2}$ $s^{-1}$ du CMSX-4 sous trois microstructures : standard, vieillie à 1100°C/ 300 h (V300) et pré-fluée à 1100°C/120 MPa / 24 h (P24).

## A.2. Essais de fluage isotherme à 1000°C

Le Tableau A. 2 présente les résultats obtenus lors d'essais de fluage isotherme sous air 1000°C.

Tableau A. 2 – Propriétés en fluage isotherme à 1000°C.

| Matériau | $\sigma_0$ | Durée (h) |
|---|---|---|
| CMSX-4 | 779 | 0.03 |
| CMSX-4 | 643 | 0.18 |
| CMSX-4 | 316 | 36.67 |
| CMSX-4 Plus | 779 | 0.04 |
| CMSX-4 Plus | 694 | 0.20 |

La Figure A. 4 présente les courbes de déformation des cinq essais de fluage conduits à 1000°C sur le CMSX-4 et CMSX-4 Plus. Au vu des temps à rupture très courts sur les quatre essais réalisés à une contrainte supérieure à 600 MPa, ces derniers sont compilés sur la Figure A. 5 afin de mieux observer les courbes de déformation.

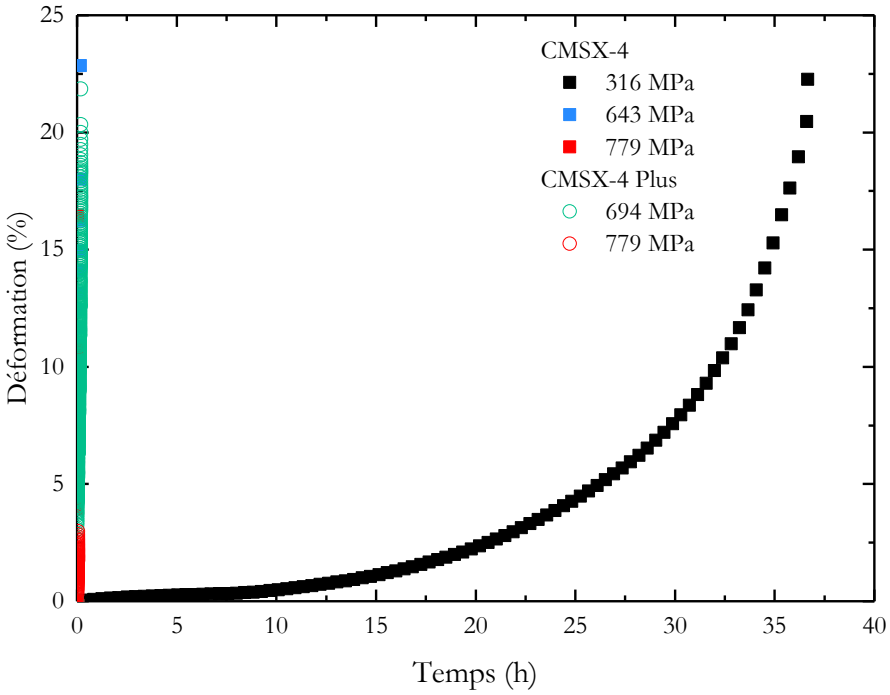


Figure A. 4 – Courbes de déformation en fonction du temps d'essais de fluage isotherme à 1000°C conduits sur le CMSX-4 et CMSX-4 Plus.

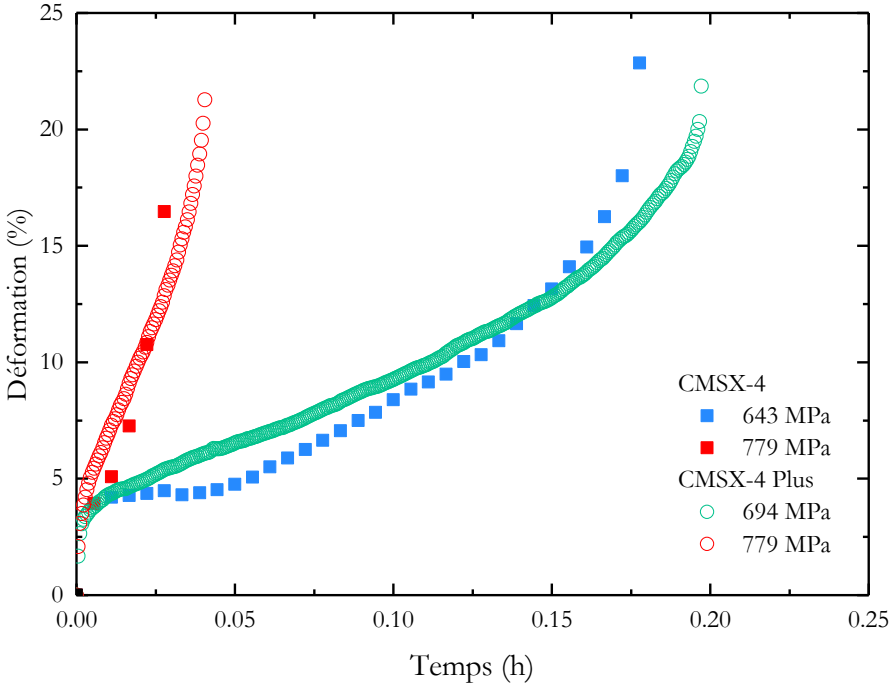


Figure A. 5 – Courbes de déformation en fonction du temps d'essais de fluage court à 1000°C sur le CMSX-4 et CMSX-4 Plus. La courbe de déformation à 316 MPa du CMSX-4 ne peut être ajoutée, la période d'acquisition étant trop élevée (0.4 h).

## A.3. Essais de fatigue oligocyclique (LCF) à 1000°C et 0.5 Hz

Le tableau suivant présente l'ensemble des essais LCF conduits sous air à 1000°C et 0.5 Hz. Pour rappel, la forme du signal est sinusoïdale.

Tableau A. 3 – Essais LCF conduits à 1000°C et 0.5 Hz.

| Matériau | R | $\sigma_{max}$ (MPa) | $N_f$ | Durée (h) |
|---|---|---|---|---|
| CMSX-4 | -1 | 400 | 9838 | 1.37 |
| CMSX-4 | -1 | 300 | 147849 | 20.53 |
| CMSX-4 | -1 | 230 | 824346 | 114.49 |
| CMSX-4 | 0.05 | 700 | 2527 | 1.41 |
| CMSX-4 | 0.05 | 600 | 9554 | 5.31 |
| CMSX-4 | 0.05 | 500 | 41588 | 23.10 |
| CMSX-4 | 0.05 | 410 | 129918 | 72.18 |
| CMSX-4 | 0.3 | 650 | 7712 | 4.28 |
| CMSX-4 | 0.3 | 463 | 75240 | 41.8 |
| CMSX-4 | 0.8 | 600 | 2659 | 1.48 |
| CMSX-4 | 0.8 | 500 | 13552 | 7.53 |
| CMSX-4 | 0.8 | 360 | 91371 | 50.76 |
| MAR-M200+Hf | -1 | 400 | 1529 | 0.85 |
| MAR-M200+Hf | -1 | 300 | 6422 | 3.57 |
| MAR-M200+Hf | -1 | 230 | 48836 | 27.13 |
| DS200+Hf | 0.05 | 500 | 1270 | 0.71 |
| DS200+Hf | 0.05 | 410 | 5892 | 3.27 |
| DS200+Hf | 0.8 | 500 | 643 | 0.36 |
| DS200+Hf | 0.8 | 360 | 14382 | 7.99 |

## A.4. Essais de fatigue à grand nombre de cycles (HCF) à 1000°C et 70 Hz

Le tableau suivant présente l'ensemble des essais HCF conduits sous air à 1000°C et 70 Hz.

Tableau A. 4 – Essais HCF conduits à 1000°C et 70 Hz.

| Matériau | R | $\sigma_{max}$ (MPa) | $N_f$ | Durée (h) |
|---|---|---|---|---|
| CMSX-4 | 0.05 | 602 | 260864 | 1.04 |
| CMSX-4 | 0.05 | 452 | 4085745 | 16.21 |
| CMSX-4 | 0.05 | 430 | 6847569 | 27.17 |
| CMSX-4 | 0.05 | 428 | 12129320 | 48.13 |
| CMSX-4 | 0.05 | 420 | 7900716 | 31.35 |
| CMSX-4 | 0.05 | 410 | 12863310 | 51.04 |
| CMSX-4 | 0.05 | 410 | 12743130 | 50.58 |
| CMSX-4 | 0.05 | 408 | 11811160 | 46.87 |
| CMSX-4 | 0.05 | 375 | Interrompu à 16098980 | 63.88 |
| CMSX-4 | 0.3 | 463 | 4398596 | 14.45 |
| CMSX-4 | 0.3 | 414 | 7928063 | 31.46 |
| CMSX-4 | 0.3 | 394 | 12466320 | 49.47 |
| CMSX-4 | 0.8 | 367 | 7011158 | 27.82 |
| CMSX-4 | 0.8 | 360 | 9281923 | 36.83 |
| CMSX-4 | 0.8 | 350 | 8917397 | 35.39 |
| CMSX-4 | 0.8 | 350 | 9136535 | 36.26 |
| CMSX-4 | 0.8 | 349 | 7037198 | 27.93 |
| CMSX-4 | 0.8 | 338 | 10194219 | 40.45 |
| CMSX-4 | 0.8 | 333 | 11465143 | 45.50 |
| CMSX-4 | 0.8 | 332 | 7741320 | 30.72 |

## A.5. Essais de fatigue à très grand nombre de cycles (VHCF) à 1000°C et 20 kHz

De nombreux essais ont été conduits à 1000°C et 20 kHz afin d'étudier le domaine VHCF. Les résultats sont compilés sous quatre tableaux thématiques. Le premier tableau ci-dessous regroupe les essais réalisés sur le CMSX-4 à R = -1 sous ses différentes microstructures étudiées. La nature du site d'amorçage, le diamètre du pore d'amorçage, la distance du site d'amorçage depuis la surface et l'aire de la zone rugueuse sont détaillés.

Tableau A. 5 – Essais VHCF à 1000°C, 20 kHz et R = -1 conduits sur le CMSX-4 sous différentes microstructures, et pré-oxydations. V300 = vieilli à 1100°C/300 h ; F24 = pré-flué 1100°C/120 MPa/ 24 h ; F100 = pré-flué 1100°C/ 120 MPa/ 100 h ; Pox = pré-oxydé à 1000°C.

| Type | $\sigma_a$ (MPa) | $N_f$ | Durée (h) | Site d'amorçage | $\Phi_{eq}$ pore (µm) | $\Phi_{réel}$ pore (µm) | Distance surface (µm) | Aire ZR (µm²) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Standard | 240 | 4772083 | 0.07 | Pore | 103 | 42 | 733 | 7589 |
| Standard | 230 | 22886769 | 0.32 | Pore | 152 | 37 | 1000 | 2974 |
| Standard | 210 | 90944692 | 1.26 | Pore | 73 | 28 | 290 | 5046 |
| Standard | 190 | 143916216 | 2.00 | Pore | 56 | 34 | 440 | 9756 |
| Standard | 190 | 78272083 | 1.09 | Pore | 57 | 38 | 174 | 8489 |
| Standard | 179 | Interrompu à 730170223 | 10.14 | - | - | - | - | - |
| Standard | 156 | 2542726338 | 35.32 | Eutectique | - | - | 190 – 330 | 63672 |
| Standard | 120 | Interrompu à 14769670000 | 205.13 | - | - | - | - | - |
| V300 | 211 | 11494291 | 0.16 | Pore | 62 | 19 | 400 | 4229 |
| V300 | 180 | 549243779 | 7.63 | Pore | 176 | 45 | 804 | 41420 |
| F24 | 240 | 8827000 | 0.12 | Pore | 87 | 53 | 100 | 2236 |
| F24 | 210 | 70709000 | 0.98 | Pore | 101 | 48 | 400 | 18614 |
| F24 | 178 | 370880000 | 5.15 | Couche recristallisée en surface | - | - | - | 13550 |
| F24 | 160 | 918574453 | 12.76 | Pore | 63 | 35 | 255 | 49100 |
| F100 | 179 | 429283636 | 5.96 | Pore | 84 | 39 | 230 | 31712 |
| Pox 15 h | 156 | 1402565791 | 19.48 | Pore | 84 | 36 | 136 | 47538 |
| Pox 50 h | 156 | 1717503765 | 23.85 | Pore | 97 | 43 | 978 | 141500 |
| Pox 100 h | 156 | 1146209416 | 15.92 | Pore | 116 | 54 | 227 | 41255 |

Ce deuxième tableau présente les résultats sur les différents superalliages testés élaborés par voie Bridgman sous les mêmes conditions que précédemment (1000°C, 20 kHz et R = -1). Cela concerne le MAR-M200+Hf, le DS200+Hf, le CMSX-4 Plus et le René N5. Encore une fois, la nature du site d'amorçage, le diamètre du pore d'amorçage, la distance du site d'amorçage depuis la surface et l'aire de la zone rugueuse sont détaillés.

Tableau A. 6 – Essais VHCF à 1000°C, 20 kHz, R = -1 conduits sur différents superalliages base Ni monogranulaires et colonnaires élaborés par voie Bridgman.

| Matériau | $\sigma_a$ (MPa) | $N_f$ | Durée (h) | Site d'amorçage | $\Phi_{eq}$ pore (µm) | $\Phi_{réel}$ pore (µm) | Distance surface (µm) | Aire ZR (µm²) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| MAR-M200+Hf | 190 | 60526720 | 0.84 | Pore rempli de carbures | 80 | 60 | 570 | 32647 |
| MAR-M200+Hf | 180 | 354011606 | 4.92 | Pore rempli de carbures | 75 | 51 | 523 | 55757 |
| MAR-M200+Hf | 160 | 947935921 | 13.17 | Pore rempli de carbures | 65 | 46 | 780 | 71736 |
| MAR-M200+Hf | 143 | 2358344062 | 32.75 | Pore rempli de carbures | 91 | 62 | 640 | 112666 |
| DS200+Hf | 190 | 31383597 | 0.44 | Pore rempli de carbures | 168 | 81 | 673 | 32168 |
| DS200+Hf | 179 | 79965679 | 1.11 | Joint de grains + carbure | - | - | - | 23300 |
| DS200+Hf | 145 | 1877658936 | 26.08 | Oxydation | - | - | - | 60562 |
| CMSX-4 Plus | 230 | 7577117 | 0.11 | Pore | 63 | 39 | 90 | 14867 |
| CMSX-4 Plus | 210 | 46624421 | 0.65 | Pore | 61 | 31 | 170 | 24234 |
| CMSX-4 Plus | 179 | 171677654 | 2.38 | Pore | 100 | 55 | 220 | 38000 |
| CMSX-4 Plus | 160 | 2043308521 | 28.38 | Pore | 61 | 35 | 385 | 53434 |
| René N5 | 185 | 32706619 | 0.45 | Pore + carbure | 92 | 63 | 353 | 7182 |

Le troisième tableau (Tableau A. 7) présente les résultats à 1000°C, 20 kHz et R = -1 sur les deux superalliages testés élaborés par différentes méthodes (MC-NG et AM1) : Bridgman, LMC ou Bridgman + compacté (CIC). La nature du site d'amorçage, le diamètre du pore d'amorçage, la distance du site d'amorçage depuis la surface et l'aire de la zone rugueuse sont également donnés.

Enfin, le Tableau A. 8 regroupe les essais VHCF réalisés à rapport de charge positif sur le CMSX-4 et ses différentes microstructures, ainsi que le CMSX-4 Plus et le DS200+Hf.

Tableau A. 7 – Essais VHCF à 1000°C, 20 kHz et R = -1 conduits sur l'AM1 et MC-NG, élaborés selon plusieurs méthodes.

| Mat. | Elab. | $\sigma_a$ (MPa) | $N_f$ | Durée (h) | Site d'amorçage | $\Phi_{eq}$ pore (µm) | $\Phi_{réel}$ pore (µm) | Distance surface (µm) | Aire ZR (µm²) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| AM1 | Bridgman | 210 | 38614650 | 0.54 | Pore | 51 | 30 | 527 | 20175 |
| AM1 | Bridgman | 178 | 204480247 | 2.84 | Pore | 90 | 44 | 446 | 21946 |
| AM1 | Bridgman | 157 | 517907217 | 7.19 | Pore | 332 | 93 | 1425 | 167425 |
| AM1 | Bridgman | 145 | 1795122915 | 24.93 | Eutectique | - | - | - | 185905 |
| AM1 | LMC | 240 | 79339518 | 1.10 | Pore | 37 | 18 | 125 | 6358 |
| AM1 | LMC | 210 | 215107383 | 2.99 | Pore | 36 | 19 | 327 | 6635 |
| AM1 | CIC | 255 | 129891237 | 1.80 | Eutectique | - | - | - | 10165 |
| AM1 | CIC | 211 | 444209522 | 6.17 | Eutectique | - | - | - | 38799 |
| AM1 | CIC | 179 | 5324896850 | 73.96 | Oxydation | - | - | - | - |
| AM1 | CIC | 156 | 9907699544 | 137.61 | Oxydation | - | - | - | - |
| MC-NG | Bridgman | 191 | 338878124 | 4.71 | Pore | 73 | 37 | 529 | 33443 |
| MC-NG | CIC | 209 | 3002972950 | 41.71 | Oxydation | - | - | - | - |

Tableau A. 8 – Essais VHCF à 1000°C, 20 kHz et R > 0 conduits sur le CMSX-4 (sous différentes microstructures), CMSX-4 Plus et DS200+Hf.

| Matériau | Microstructure | R | $\sigma_{max}$ (MPa) | $N_f$ | Durée (h) |
|---|---|---|---|---|---|
| CMSX-4 | Standard | 0.3 | 520 | 113773170 | 1.58 |
| CMSX-4 | Standard | 0.3 | 463 | 1942288604 | 26.98 |
| CMSX-4 | Standard | 0.8 | 864 | 6256572 | 0.09 |
| CMSX-4 | Standard | 0.8 | 710 | 15800113 | 0.22 |
| CMSX-4 | Standard | 0.8 | 445 | 701125733 | 9.74 |
| CMSX-4 | Standard | 0.8 | 377 | 1898411770 | 26.37 |
| CMSX-4 | F24 | 0.8 | 743 | 3018355 | 0.04 |
| CMSX-4 | F24 | 0.8 | 646 | 12272604 | 0.17 |
| CMSX-4 | F24 | 0.8 | 433 | 359869215 | 5.00 |
| CMSX-4 | F100 | 0.8 | 685 | 9111447 | 0.13 |
| CMSX-4 | F100 | 0.8 | 536 | 71383602 | 0.99 |
| CMSX-4 | F100 | 0.8 | 453 | 192349456 | 2.67 |
| CMSX-4 Plus | - | 0.8 | 782 | 36997295 | 0.51 |
| CMSX-4 Plus | - | 0.8 | 530 | 1051324793 | 14.60 |
| DS200+Hf | - | 0.8 | 655 | 4450316 | 0.06 |
| DS200+Hf | - | 0.8 | 510 | 79034804 | 1.10 |

# Annexe B – Détermination de la limite d'élasticité

La valeur de la limite d'élasticité en fonction de la température et de la fréquence (i.e. vitesse de déformation) a été utilisée dans le chapitre III afin de normaliser des données issues d'essais réalisés sur des éprouvettes en CMSX-4 et en MAR-M200+Hf. La procédure de détermination pour chaque alliage est décrite dans les parties suivantes.

## B.1. Détermination de la limite d'élasticité du CMSX-4

La limite d'élasticité à 0.1 % du CMSX-4 $\sigma_{y,\,0.1\,\%}$ a été déterminée à partir de l'expression proposée par MacLachlan et Knowles (MacLachlan et Knowles, 2001) décrite ci-dessous :

$$\sigma_{y,0.1\,\%} = A_0 \exp\left(\frac{-\Delta H_0}{RT}\right) \times \left(1 - \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon_0}}\right)^{-A_1} \exp\left(\frac{-\Delta H_1}{RT}\right)\right) \qquad \text{Equation B. 1}$$

Où $A_0$, $A_1$ et $\dot{\varepsilon_0}$ sont des constantes matériaux, $\Delta H_0$ et $\Delta H_1$ des énergies d'activation, T la température et R la constante des gaz parfaits. Les constantes matériaux et les énergies d'activation ont été déterminées par MacLachlan et Knowles pour le CMSX-4 à partir de données expérimentales. Ces données sont des essais de tractions conduits entre 550 et 1050°C, à des vitesses de déformation comprises entre $3 \times 10^{-6}$ et $1.70 \times 10^{0}$ $s^{-1}$.

Des essais de traction ont été réalisés sur des éprouvettes en CMSX-4 à 1000°C et à des vitesses de déformation comprises entre $10^{-3}$ et $3 \times 10^{-2}$ $s^{-1}$, soit dans la plage étudiée par les auteurs. Ces données expérimentales sont comparées à la prédiction de l'évolution de la limite d'élasticité du CMSX-4 sur la Figure B. 1. Les valeurs proposées par MacLachlan et Knowles sous-estiment les données expérimentales issues de cette thèse. De plus, l'évolution de la limite d'élasticité ne suit pas la même tendance. Néanmoins, ces deux auteurs avaient déjà mentionné dans leur étude que l'expression décrite dans l'Equation B. 1 est principalement une description qualitative de la limite d'élasticité avec pour objectif de la relier à la température et à la vitesse de déformation.

## B.2. Détermination de la limite d'élasticité du MAR-M200+Hf

La limite d'élasticité à 0.1 % du MAR-M200+Hf a été déterminée à partir de données expérimentales d'essais de traction issus d'une étude de Leverant *et al.* sur le MAR-M200 à 1010°C (Leverant *et al.*, 1971). Une loi puissance (voir Equation B. 2) a ensuite été extraite à partir des données expérimentales sur les plages de vitesse de déformation de $1.67 \times 10^{-5} – 5 \times 10^{-3}$ $s^{-1}$ (0.1 – 30 %.$min^{-1}$) et $5 \times 10^{-3} – 8.3\ 10^{-1}$ $s^{-1}$ (30 – 5000 %.$min^{-1}$).

$$\sigma_{y,0.1\,\%} = a \times (\dot{\varepsilon})^{b}$$ Equation B. 2

## B.3. Détermination de la limite d'élasticité selon les conditions expérimentales

A partir de la valeur de vitesse de déformation, il est donc possible de calculer pour le CMSX-4 et le MAR-M200+Hf la limite d'élasticité à 0.1 % et à 1000°C. La vitesse de déformation est déterminée à partir des conditions d'essais, à savoir la fréquence et la contrainte alternée appliquée. La vitesse de déformation est calculée en considérant que la vitesse est constante au cours du temps, c'est-à-dire que le signal est triangulaire et non pas sinusoïdal (voir schématisation de la Figure B. 2). De plus, la déformation à chaque essai est déterminée à partir de la loi de Hooke.

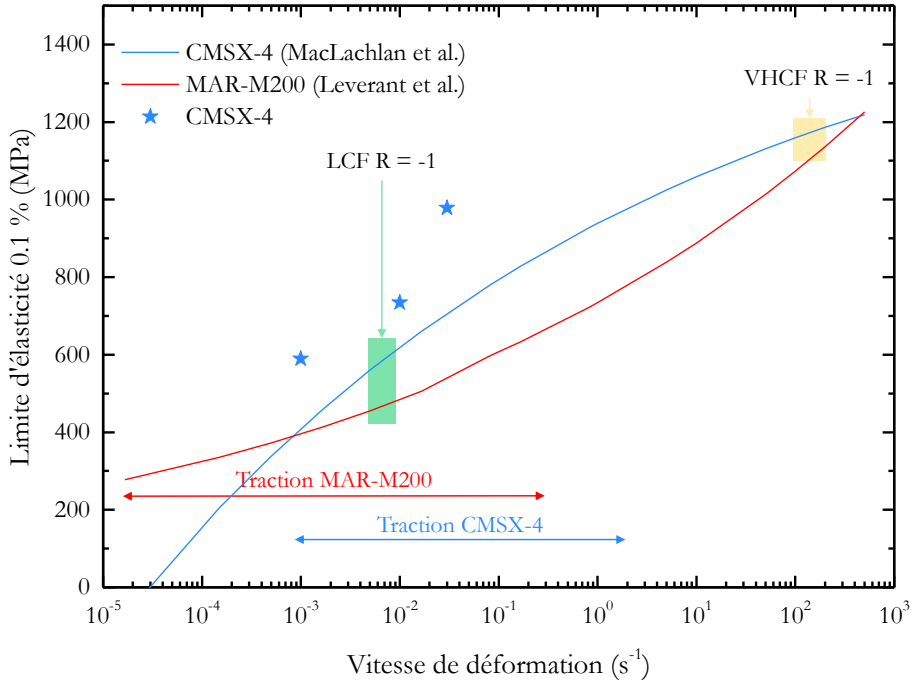


Figure B. 1 – Evolution de la limite d'élasticité du CMSX-4 et du MAR-M200+Hf à 1000°C en fonction de la vitesse de déformation. Les étoiles bleues sont les essais de traction conduits au cours de cette thèse sur le CMSX-4 à 1000°C. Les flèches bleues et rouges indiquent les plages de vitesse de déformation où les essais de traction ont été conduits par les différents auteurs afin de déterminer l'évolution de la limite d'élasticité du CMSX-4 (MacLachlan et Knowles, 2001) et MAR-M200+Hf (Leverant *et al.*, 1971), respectivement. En vert et jaune, les plages de vitesse de déformation au cours des essais LCF à 0.5 Hz et VHCF à 20 kHz, respectivement.

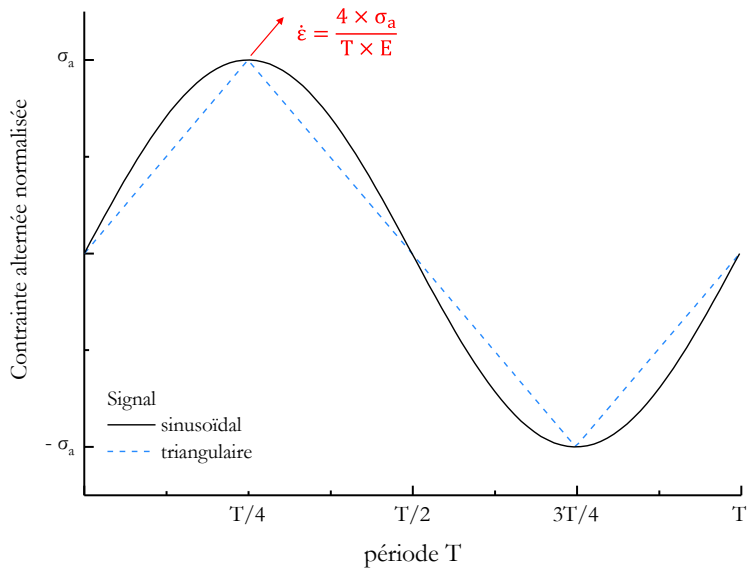


Figure B. 2 – Schématisation de la détermination de la vitesse de déformation en prenant comme hypothèse que le signal est triangulaire et non pas sinusoïdal.

Les plages de vitesses de déformation déterminées pour les essais conduits à 0.5 Hz et 20 kHz en fatigue pure (R = -1) sont présentées sur la Figure B. 1. A 0.5 Hz, les valeurs de limite d'élasticité calculées sont dans la plage de vitesse des essais de traction, alors qu'à 20 kHz, les valeurs sont largement extrapolées pour les deux alliages. Néanmoins, cela permet d'avoir une première approche qualitative. L'objectif n'est pas de déterminer précisément une limite d'élasticité, mais de normaliser la contrainte alternée appliquée au cours des essais de fatigue afin de comparer deux alliages.

# Annexe C – Auto-échauffement lors de sollicitations en fatigue à haute fréquence

Lorsqu'une contrainte externe est appliquée sur une éprouvette, notamment sous la forme d'une sollicitation cyclique dans le régime de fatigue à grand et très nombre de cycles, la déformation plastique apparaît autour de concentrateurs de contrainte tels que les pores dans les superalliages base Ni monogranulaires et à grains colonnaires fabriqués par fonderie. L'auto-échauffement est un indicateur de cette plasticité activée localement dans la pièce (Doudard *et al.*, 2005; Ezanno *et al.*, 2013). En considérant qu'aucun auto-échauffement revient à dire qu'il n'y a pas de zones de plasticité dans le volume et donc qu'il n'y aura pas de rupture (durée de vie « illimitée »), la mesure de cet auto-échauffement peut donc être, dans un sens, un indicateur de la limite de fatigue. A très haute fréquence, l'auto-échauffement est d'autant plus élevé car le volume sollicité accumule un nombre de cycles très importants avant de pouvoir naturellement dissiper la chaleur induite par les frottements internes. La Figure C. 1 montre, par exemple, la plage d'auto-échauffement pouvant être mesurée lors d'un essai faiblement chargé sur une éprouvette en CMSX-4 à 20 kHz, 1000°C et R = -1. Lors de cet essai, la boucle d'asservissement entre la température du centre de l'éprouvette mesurée par le pyromètre et l'inducteur n'était pas activée.

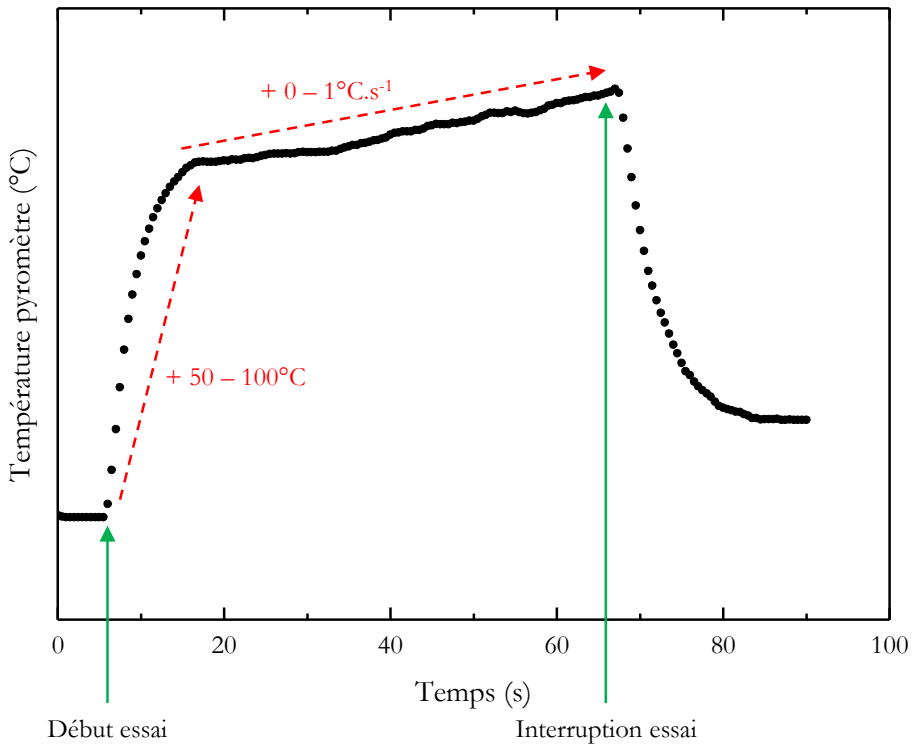


Figure C. 1 – Essai à 1000°C, 20 kHz, R = -1 sur une éprouvette en CMSX-4 sans pilotage en température.

Lors des essais de fatigue ultrasonore, l'auto-échauffement ne peut être mesuré directement avec notre procédure d'essai puisque les essais sont régulés en température. Néanmoins, il est possible d'en avoir

une indication qualitative en relevant la valeur de l'intensité de courant de l'inducteur émise avant sollicitation $I_0$, et lorsque la consigne de contrainte est atteinte I. En effet, si un auto-échauffement se produit une commande est envoyée à l'inducteur pour abaisser sa puissance (et son intensité) initiale afin de conserver 1000°C au centre de l'éprouvette. Cette baisse est directement reliée à la valeur d'auto-échauffement du volume sollicité. Plus l'auto-échauffement est important, plus l'intensité de l'inducteur est réduite. A partir des valeurs I et $I_0$, la variation d'intensité relative $\Delta I$ est calculée :

$$\Delta I = \frac{I - I_0}{I_0} \qquad \text{Equation C. 1}$$

Ainsi, pour chaque superalliage base Ni testé à 1000°C, 20 kHz et R = -1, les valeurs $I_0$ et I de l'essai ont été relevées. Les données entre ces différents superalliages peuvent être comparées, les mécanismes d'amorçage étant les mêmes (voir section III.6 du chapitre III). Seuls les AM1 et MC-NG compactés et testés à des contraintes inférieures ou égales à 200 MPa ont un amorçage de la fissure fatale à partir de la surface et non pas à partir d'un défaut interne. Néanmoins, le même mécanisme d'amorçage en interne est concomitant avec la fissuration depuis la surface, et conduit à un auto-échauffement constant dès le début de l'essai.

Sur la Figure C. 2 est présentée cette variation $\Delta I$ en fonction de la contrainte alternée appliquée au cours de l'essai. Malgré une certaine dispersion induite par la méthode de détermination, l'auto-échauffement, représenté par la variation d'intensité, augmente avec la contrainte alternée pour chaque superalliage base Ni testé. Cette évolution est commune à la majorité des alliages métalliques.

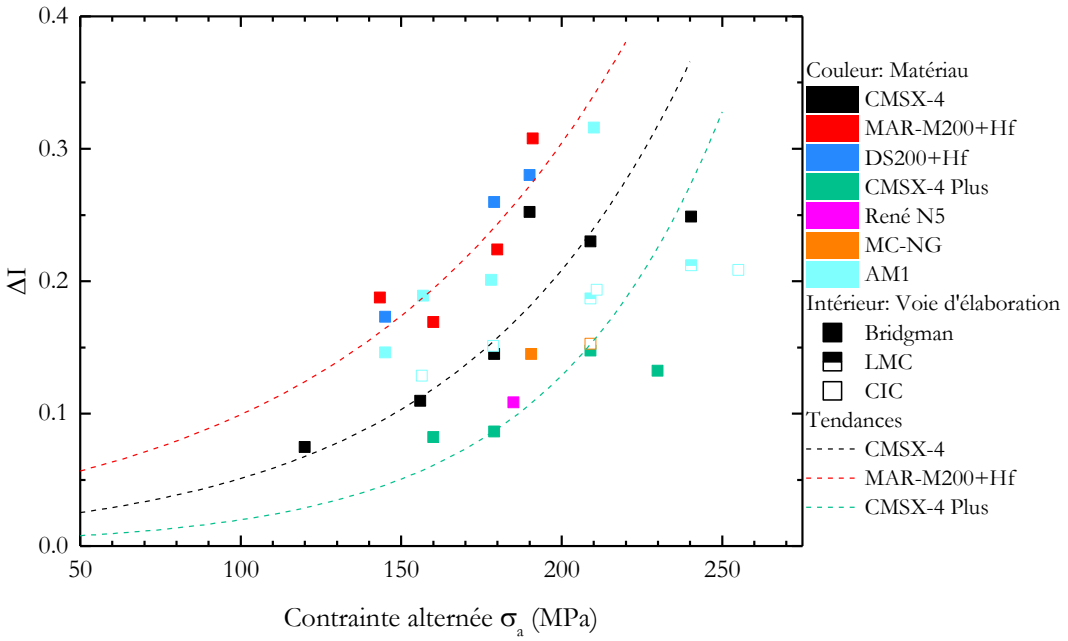


Figure C. 2 – « Auto-échauffement » mesuré à partir de la baisse de puissance de l'inducteur en fonction de la contrainte alternée appliquée lors d'essais de fatigue à 1000°C, 20 kHz, R = -1 sur différents superalliages base Ni monogranulaires.

Il est intéressant de noter que certains alliages s'auto-échauffent plus que d'autres. C'est le cas du MAR-M200+Hf et du DS200+Hf, par rapport au CMSX-4. A contrario, le CMSX-4 Plus est l'alliage qui semble le moins s'auto-échauffer.

Les alliages MAR-M200+Hf et DS200+Hf ont une fraction volumique importante en carbures, et donc un nombre plus important de concentrateurs de contrainte dans le volume sollicité. Pour une même contrainte appliquée, ces deux alliages ont un nombre de sources d'auto-échauffement plus important que les autres bases nickel et ont donc une plus grande augmentation de la température. A contrario, les éprouvettes en AM1 procédées par voie LMC ou compactées s'auto-échauffent moins que celles élaborées par voie Bridgman, car elles présentent une taille de pore critique beaucoup plus petite (voire absence totale de pores de fonderie dans les éprouvettes compactées) par rapport à celles élaborées par voie Bridgman. L'écart entre les éprouvettes en AM1 compactées et celles élaborées par voie LMC avec les éprouvettes en AM1 élaborées par voie Bridgman diminue lorsque la contrainte alternée est réduite. En effet, ces conditions impliquent des durées de vie très élevées (> $10^9$ cycles) et peu de sources d'auto-échauffement. La fissure fatale dans les éprouvettes en AM1 Bridgman n'amorce plus à partir de pores de fonderie, mais à partir d'autres défauts, tels que les eutectiques pour les éprouvettes compactées testées entre $10^6$ et $10^9$ cycles (voir section III.4.3 du chapitre III). Les pores ne sont plus les concentrateurs de contrainte les plus critiques, et ne sont alors plus des grosses sources d'auto-échauffement.

Enfin, il est intéressant de noter que le CMSX-4 Plus est l'alliage qui semble le moins s'auto-échauffer par rapport aux autres. Pourtant, la durée de vie de cet alliage par rapport au CMSX-4 est sensiblement

la même. Une explication plausible est que le CMSX-4 Plus puisse avoir des défauts plus petits que le CMSX-4 et les autres alliages élaborés par voie Bridgman, mais qu'ils aient les pores critique de la même taille, conduisant alors à des durées de vie similaires tout en ayant moins d'auto-échauffement (voir schéma en Figure C. 3). Néanmoins, cette hypothèse doit être confirmée. Le CMSX-4 Plus a également une fraction volumique en γ' plus élevée que celle des autres alliages, ce qui peut avoir une influence sur la part d'auto-échauffement.

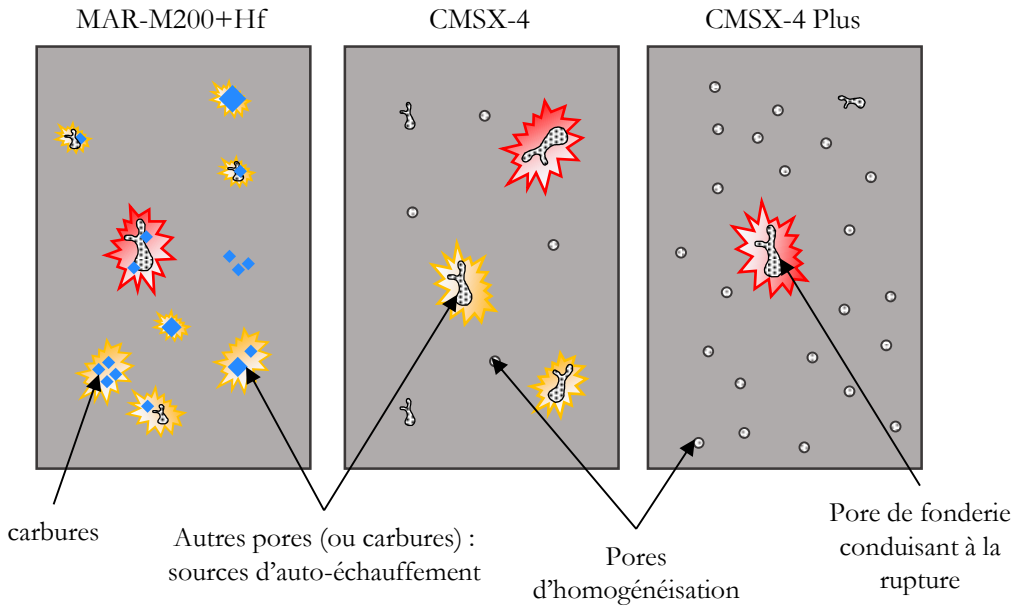


Figure C. 3 – Schématisation des sources d'auto-échauffement dans le volume sollicité d'éprouvettes en MAR-M200+Hf, CMSX-4 et CMSX-4 Plus testés à 1000°C, 20 kHz et R = -1. Cas des ruptures entre $10^6$ et $10^9$ cycles.

L'étude très qualitative de l'auto-échauffement produit dans le volume des éprouvettes testée à 1000°C, 20 kHz et R = -1 des différents superalliages base Ni testés est un complément pour comprendre les mécanismes d'amorçage et d'endommagement dans le régime de fatigue à très grand nombre de cycles. L'étude de la variation de température en fonction de la contrainte alternée sur des éprouvettes pourrait également permettre de valider les données du la Figure C. 2 (sans asservissement de l'inducteur). La thèse portée par V. Roué à l'IRDL a ainsi pour objectif de déterminer les durées de vie HCF de l'AM1 à haute température à partir de mesures d'auto-échauffement (Roué *et al.*, 2018). Ces résultats semblent fortement intéressants à comparer avec ce qui a pu être observé de manière très qualitative dans ces travaux.

# Annexe D – Influence de l'état de surface sur les propriétés en fatigue

## D.1. Influence du sablage et du revêtement sur les propriétés en fatigue à grand nombre de cycles

Les profils d'aubes utilisées dans les turbines à gaz reçoivent des traitements de surface et sont revêtus afin d'augmenter leur résistance à l'environnement. Selon la composition chimique du revêtement et sa méthode de dépose, il peut être nécessaire de sabler au préalable le profil de pale afin d'augmenter l'accroche entre le revêtement et le matériau, appelé « substrat ». Ensuite, les pièces revêtues reçoivent différents traitements thermiques (revenus dits R1 et R2 également utilisés pour optimiser la microstructure des superalliages) afin d'augmenter l'accroche entre le revêtement et le substrat en créant un ancrage chimique.

Ces traitements de surface puis thermiques affectent profondément la surface des profils d'aube, et peuvent avoir un impact sur les propriétés en fatigue. Des campagnes d'essais sur des éprouvettes sablées et des éprouvettes sablées puis revêtues d'un revêtement de type NiCoCrAlYTa ont donc été menées afin d'étudier leur influence sur les propriétés en fatigue à grand nombre de cycles. Ces essais ont été réalisés à 1000°C, 70 Hz, et deux rapports de charge (R = 0.05 et R = 0.8). Les résultats à R = 0.05 sont comparés aux essais réalisés sur des éprouvettes « nues », c'est-à-dire sans traitements de surface (état poli miroir) en Figure D. 1. La contrainte maximale, normalisée pour des raisons de confidentialité, est tracée en fonction du nombre de cycles à rupture.

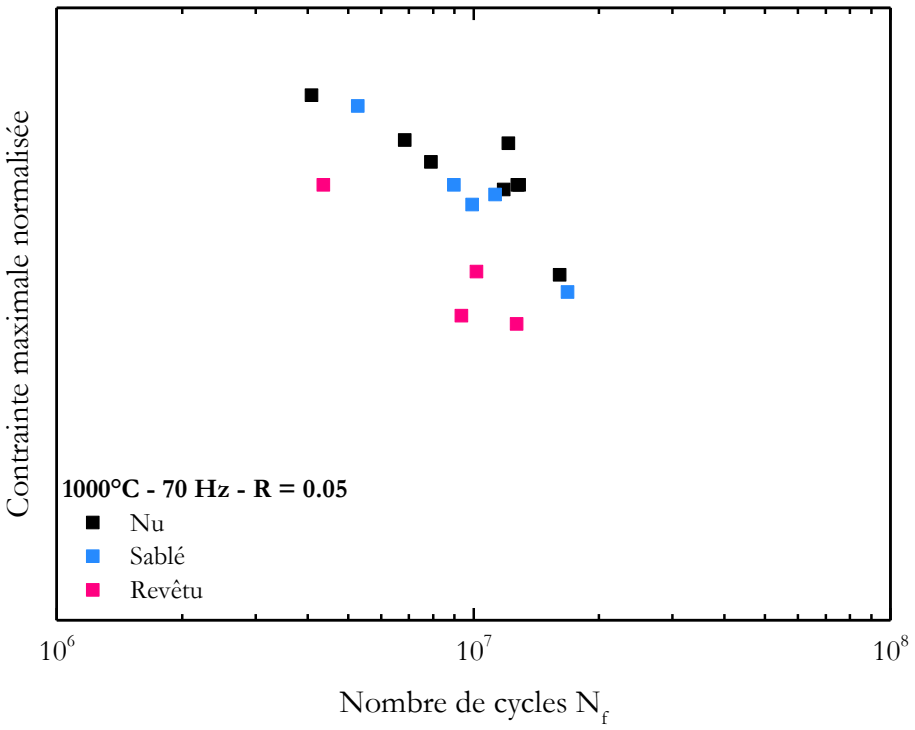


Figure D. 1 – Diagramme de Wöhler du CMSX-4 testé à 1000°C, 70 Hz, R = 0.05 sous trois états de surface : nu (état poli miroir de référence), sablé et revêtu.

D'après la Figure D. 1, l'état de surface sablé ne semble pas avoir d'incidence sur la limite d'endurance dans les conditions d'essais testées par rapport à l'état de référence. Les faciès de rupture sont similaires à ceux retrouvés sur l'état de référence (voir section IV .2.1 du chapitre IV), comme le montre la Figure D. 2. La fissure fatale de chaque éprouvette testée a amorcé depuis la surface, au niveau de la couche oxydée en surface. La phase de propagation dans le substrat, quelles soient les éprouvettes de référence ou sablées, est assistée par l'oxydation et n'est pas influencée par l'état de surface. La présence d'une couche de cellules recristallisées en surface d'une vingtaine de micromètres d'épaisseur, induites par le traitement de sablage appliqué avant le début de l'essai de fatigue, ne semble donc pas fortement influencer la phase d'amorçage (Figure D. 3). La rugosité de surface ne semble également pas affecter la phase d'amorçage de la fissure fatale.

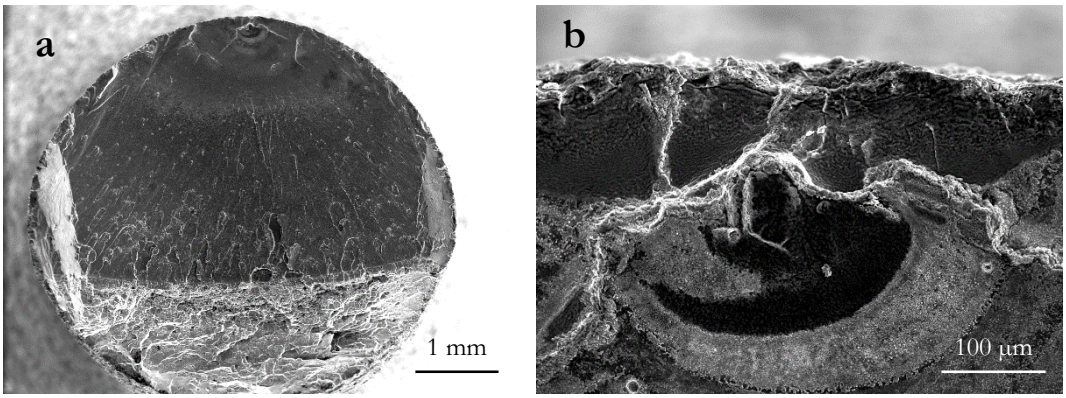


Figure D. 2 – Faciès de rupture et agrandissement au niveau de la zone d'amorçage principale d'une éprouvette en CMSX-4 sablée et testée à 1000°C, 70 Hz, R = 0.05, $N_f$ = 8.98 × $10^6$ cycles.

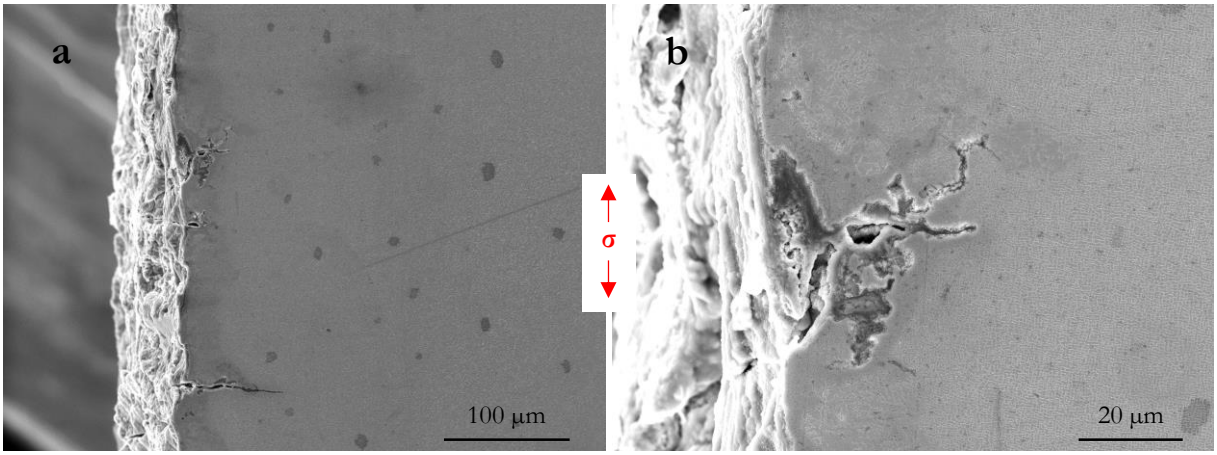


Figure D. 3 – Coupe longitudinale d'une éprouvette en CMSX-4 sablée et testée à 1000°C, 70 Hz, R = 0.05, $N_f$ = 8.98 × $10^6$ cycles.

En revanche, l'état de surface revêtu réduit sensiblement la limite d'endurance à $10^7$ cycles du CMSX-4 par rapport à un état de surface poli miroir. Sur l'état revêtu, la fissure fatale amorce, comme les autres états de surface, à partir de la surface de l'éprouvette. La phase de propagation dans le substrat, assistée par oxydation, n'est pas affectée par l'état de surface. L'état revêtu, en diminuant la limite d'endurance par rapport à un état de surface de référence, affecte donc la phase d'amorçage de la fissure.

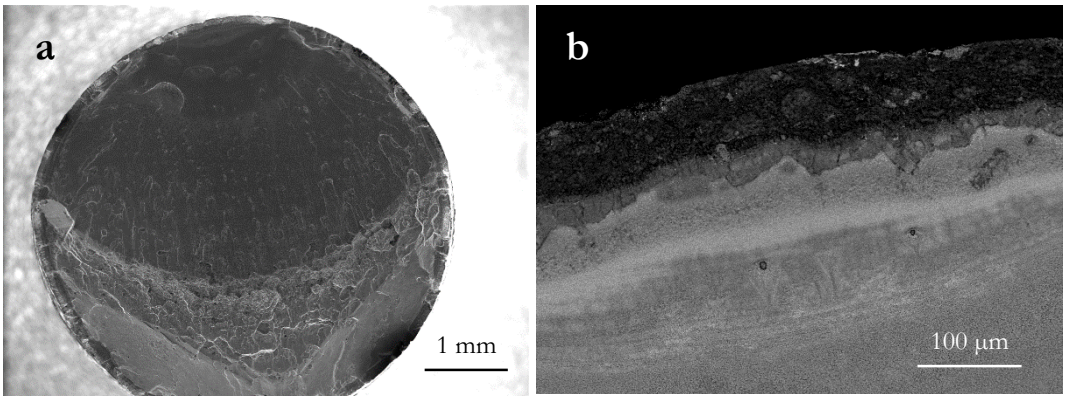


Figure D. 4 – Faciès de rupture et agrandissement au niveau de la zone d'amorçage principale d'une éprouvette en CMSX-4 revêtue et testée à 1000°C, 70 Hz, R = 0.05, $N_f = 4.36 \times 10^6$ cycles.

La surface de ces éprouvettes est constituée du revêtement en NiCoCrAlYTa, composé principalement d'une matrice γ et de phases β-(Ni,Co)Al et γ'-$(Ni,Co,Cr)_3(Al,Ta)$. Cette couche est suivie d'une zone d'interdiffusion formée lors des traitements thermiques, afin de créer un ancrage chimique entre le substrat et le revêtement. La zone d'interdiffusion est constituée d'une matrice γ-(Ni,Co)Cr avec des précipités β-(Ni,Co)Al (Raffaitin, 2007). Sous cette zone sont retrouvées des cellules recristallisées, induites par le traitement de sablage appliqué avant les revenus R1 et R2. Sur les cellules recristallisées, des phases TCP sont précipitées par la présence du revêtement, car elles ne sont pas retrouvées sur les éprouvettes uniquement sablées. Le substrat (microstructure γ/γ' cuboïdale non influencée par le revêtement) est retrouvé en-dessous. D'après les coupes longitudinales réalisées sur des éprouvettes rompues, deux mécanismes conduisent à l'endommagement de l'éprouvette (Figure D. 5):

- Les grains d'alumine de sablage, coincés dans la zone d'interdiffusion, au niveau de la surface initiale de l'éprouvette avant pose du revêtement. Ces grains sont enfoncés dans la matière lors du traitement de sablage, qui envoie du corrindon sous haute pression à la surface de l'éprouvette afin de créer de la rugosité de surface, et augmenter l'accroche mécanique entre le substrat et le revêtement. La Figure D. 5(d) montre que des fissures s'amorcent depuis ces grains, et se propagent ensuite au travers des joints des cellules recristallisées. Néanmoins, ces grains sont également présents sur l'état sablé, qui n'a pas d'influence sur les propriétés en fatigue par rapport à l'état de référence, dans les conditions d'essais testées. Cet endommagement semble donc secondaire.

- La surface du revêtement, d'où s'amorcent de nombreuses fissures secondaires, et d'où semble provenir la fissure fatale (Figure D. 5(a), (b) et (c)). La méthode de déposition du revêtement conduit à une rugosité de surface importante, corrigée par un traitement final de tribofinition. Néanmoins des aspérités de surface sont encore présentes, et conduisent à l'amorçage de nombreuses fissures par effet d'entaille. Ces fissures, assistées par l'oxydation, pénètrent ensuite rapidement dans le substrat (Figure D. 5(c)), malgré que certaines d'entre elles soient déviées par la zone d'interdiffusion (Figure D. 5(b)). Il est intéressant de noter que la composition chimique du revêtement semble affectée par l'oxydation

sur une vingtaine de microns à la surface des éprouvettes ainsi qu'autour des fissures amorcées depuis la surface.

Ce deuxième endommagement (i.e. l'amorçage de fissures depuis la surface et leur micro-propagation dans le revêtement) est à l'origine de la rupture des éprouvettes revêtues, et intervient plus rapidement que l'amorçage depuis la couche oxydée sur les états de surface de référence et sablé.

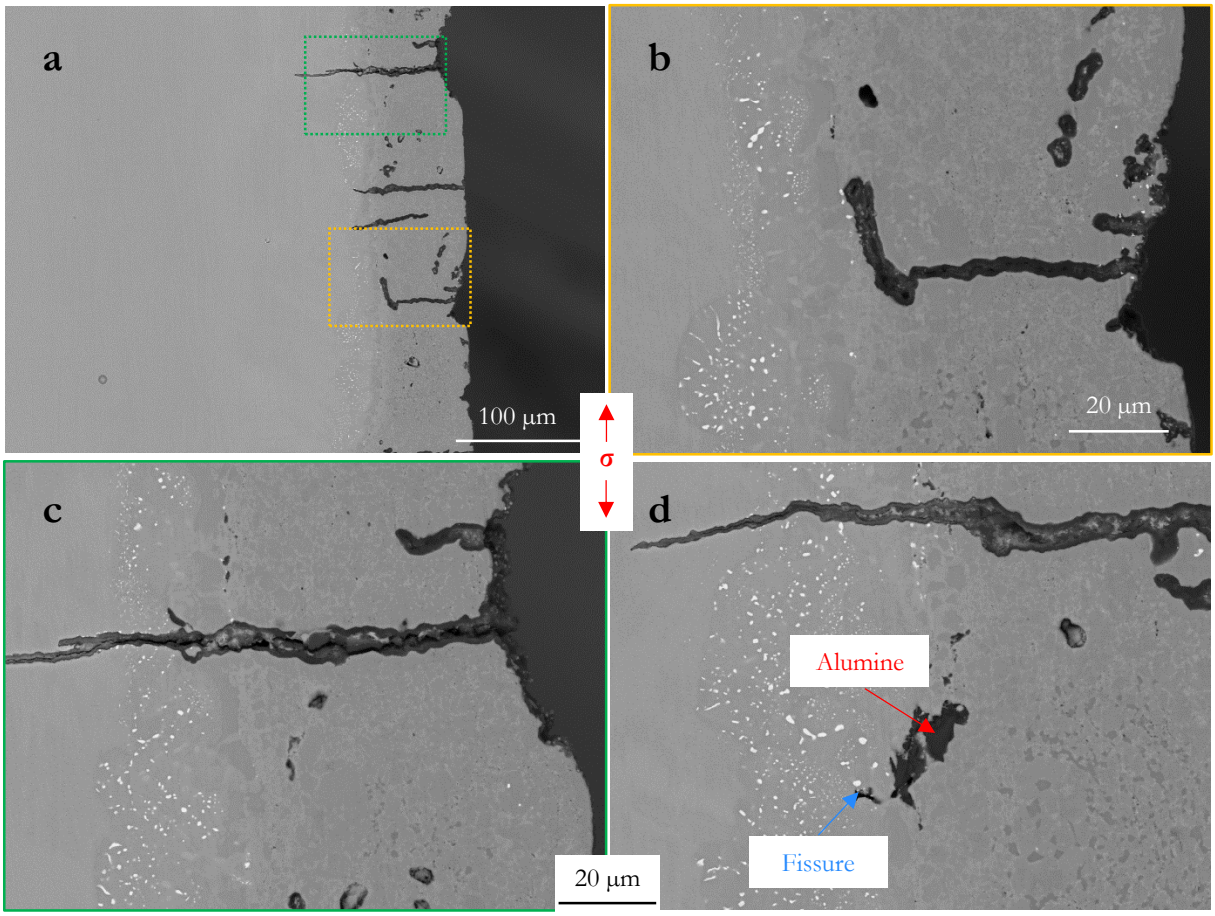


Figure D. 5 – Coupe longitudinale d'une éprouvette en CMSX-4 revêtue et testée à 1000°C, 70 Hz, R = 0.05, $N_f$ = 4.36 × $10^6$ cycles. Observations en mode BSE réalisées après polissage à l'OP-S, sans attaque chimique.

Sous les conditions de 1000°C, 70 Hz et R = 0.8, la limite d'endurance à $10^7$ cycles est en revanche similaire, quel que soit l'état de surface testé (Figure D. 6). Les faciès de rupture des éprouvettes sont identiques quel que soit l'état de surface, et font état d'un endommagement volumique provoqué par le fluage (voir section IV.2.1 du chapitre IV pour l'état de référence et Figure D. 7 pour les états sablés et revêtus). En effet, l'amorçage et la micro-propagation de fissures en mode I à partir de pores contenus dans le volume des éprouvettes est à l'origine de chaque rupture. Malgré un endommagement formé au niveau des joints de cellules recristallisées et à l'interface de la zone d'interdiffusion (Figure D. 8), l'état de surface a peu d'influence par rapport à l'endommagement volumique sur des éprouvettes massives. Il a donc un impact négligeable sur la durée de vie des éprouvettes dans les conditions d'essais testées.

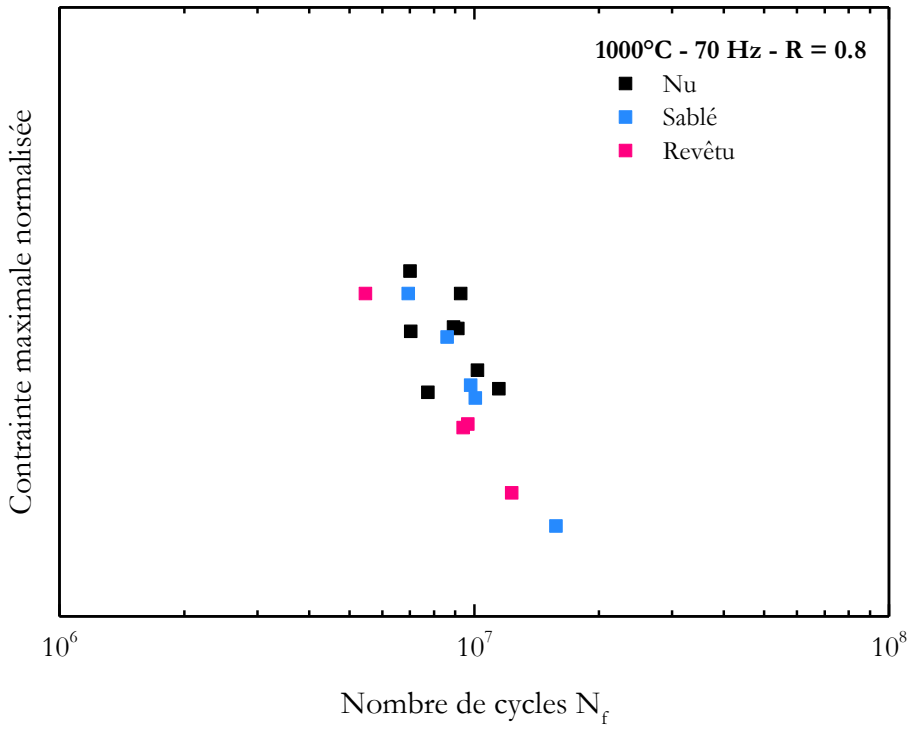


Figure D. 6 – Diagramme de Wöhler du CMSX-4 testé à 1000°C, 70 Hz, R = 0.8 sous trois états de surface : nu (état poli miroir de référence), sablé et revêtu.

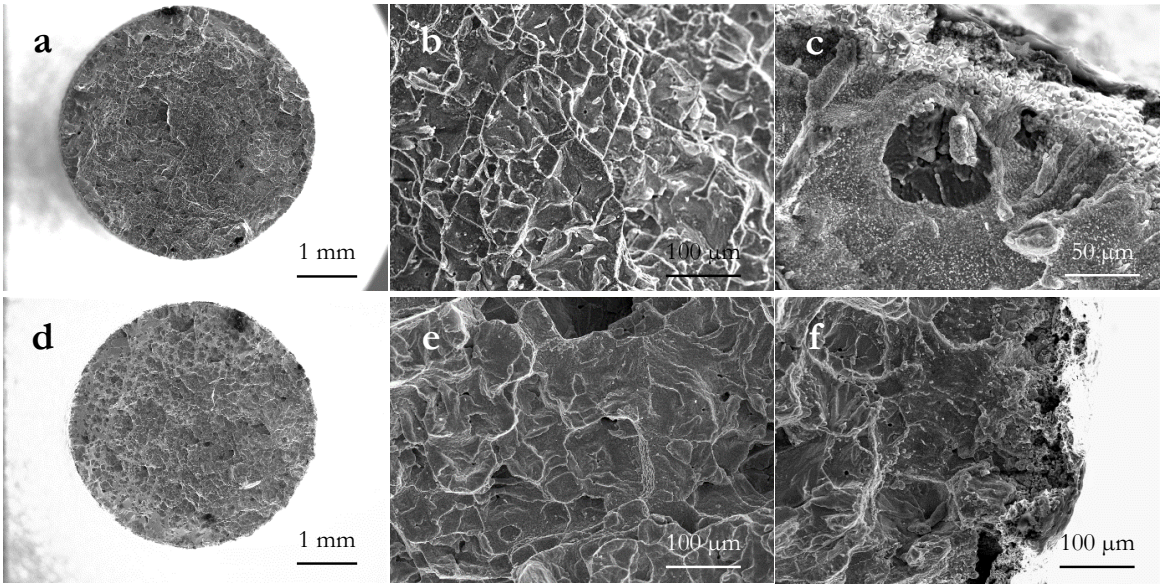


Figure D. 7 – Faciès de rupture et agrandissement au centre et à la surface d'une éprouvette en CMSX-4 testée à 1000°C, 70 Hz, R = 0.8 : sablée, $N_f = 6.94 \times 10^6$ cycles (a-b-c) ; revêtue, $N_f = 5.47 \times 10^6$ cycles (d-e-f).

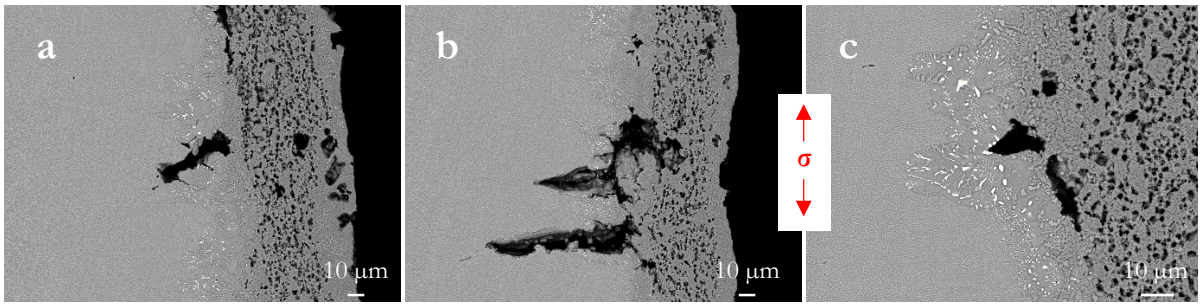


Figure D. 8– Coupe longitudinale d'une éprouvette en CMSX-4 revêtue et testée à 1000°C, 70 Hz, R = 0.8, Nf = 5.47 × 106 cycles. Les cavités observés dans le revêtement sont dues à l'attaque chimique négative réalisée. Observations en mode BSE après attaque chimique.

## D.2. Influence de la zone recristallisée sur les propriétés en fatigue gigacyclique

Trois essais de fatigue gigacyclique à 1000°C, 20 kHz et R = -1 ont été conduits sur des éprouvettes peu polies (i.e. avec des contraintes résiduelles lors de l'usinage restantes), maintenues à 1100°C pendant 300 heures et repolies afin d'enlever la couche oxydée. Ce maintien à haute température avec des contraintes résiduelles surfaciques conduit à une recristallisation sous forme de cellules à la surface des éprouvettes, telle que celle observée après traitement de sablage et maintien à haute température. Néanmoins, la procédure utilisée conduit à une recristallisation beaucoup plus épaisse (jusqu'à 200 µm), qui ne dépasse pas 20 µm lors d'un traitement conventionnel de sablage suivi des revenus R1 et R2.

Ces éprouvettes ont été testées sous la même contrainte ($\sigma_a$ = 180 MPa) et ont été comparées à la durée de vie de référence, c'est-à-dire sur une éprouvette sans recristallisation cellulaire à la surface. Les résultats de durée de vie peuvent être retrouvés dans le Tableau D. 1.

Tableau D. 1 – Comparaison des durées de vie d'éprouvettes testées à 1000°C, 20 kHz et R = -1 en fonction de l'épaisseur moyenne de couche recristallisée retrouvée en surface.

| Epaisseur moyenne couche recristallisée (µm) | Durée de vie |
|---|---|
| 0 | $7.30 \times 10^8$ (interrompu) |
| 50 | $3.71 \times 10^8$ |
| 100 | $2.67 \times 10^6$ |
| 200 | $2.83 \times 10^5$ |

Lorsque la couche recristallisée en surface a une épaisseur comprise entre 50 et 200 µm, l'amorçage de la fissure fatale a pour origine la couche recristallisée et non plus un pore de fonderie interne (voir section III.2.3.1 du chapitre III et la Figure D. 9). Avec une épaisseur moyenne de 50 µm, la couche a une incidence sur le site d'amorçage mais la durée de vie est très peu affectée par le changement. En revanche, lorsque l'épaisseur de la couche dépasse 100 µm, la durée de vie est réduite. A 200 µm, la durée de vie est ainsi diminuée d'un facteur 100. La coupe longitudinale de cette éprouvette montre

que la sollicitation conduit à la fissuration de l'ensemble des joints longitudinaux et transversaux des cellules recristallisées, qui se déchaussent alors (Figure D. 10). Cette fissuration est à l'origine de l'amorçage de la fissure fatale suivant les plans cristallographiques {111}.

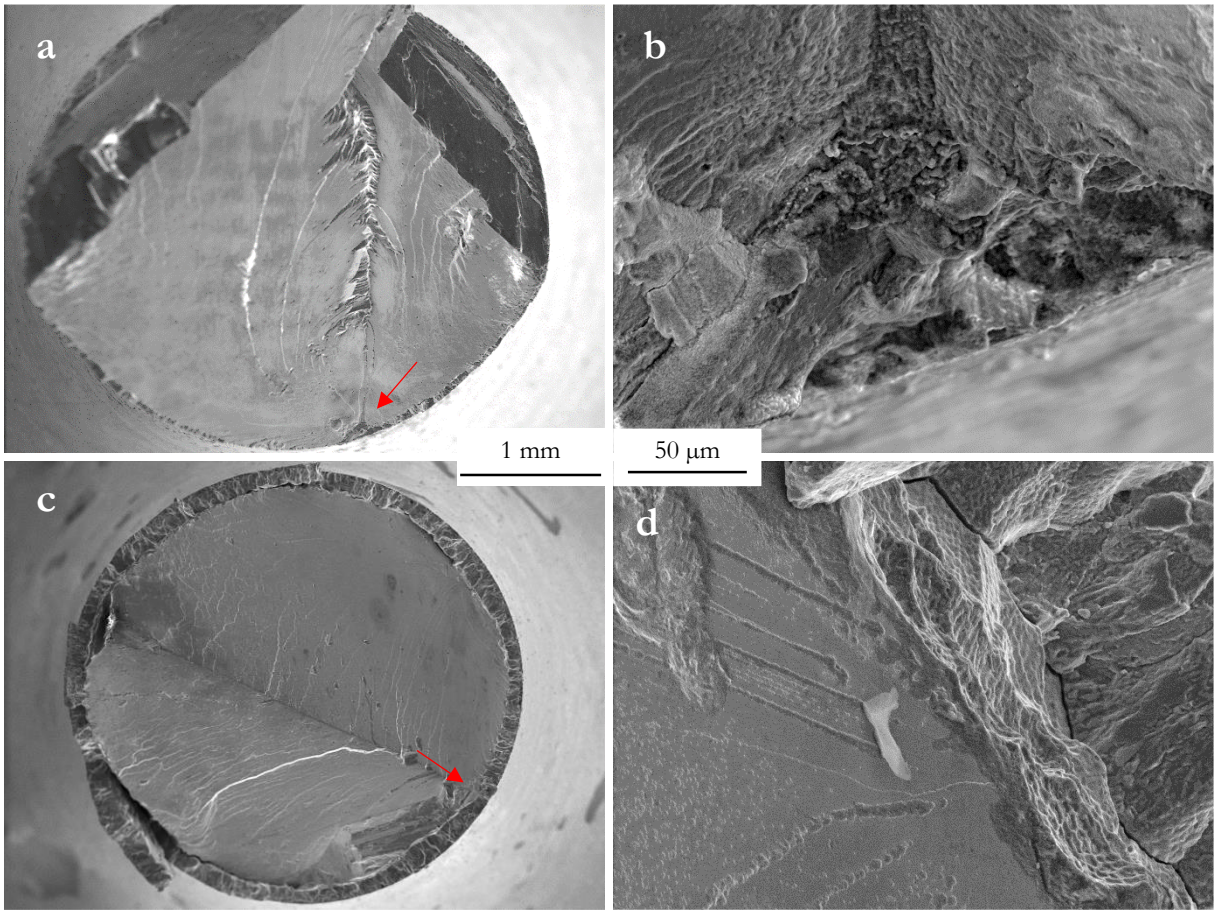


Figure D. 9 – Faciès de rupture et agrandissement sur le site d'amorçage d'éprouvettes en CMSX-4 sollicitées à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 180 MPa avec une couche recristallisée d'épaisseur : 50 µm sans incidence sur la durée de vie, $N_f$ = 3.71 × $10^8$ cycles (a-b) ; 200 µm avec une diminution d'un facteur 100 de la durée de vie, $N_f$ = 2.83 × $10^5$ cycles (c-d).

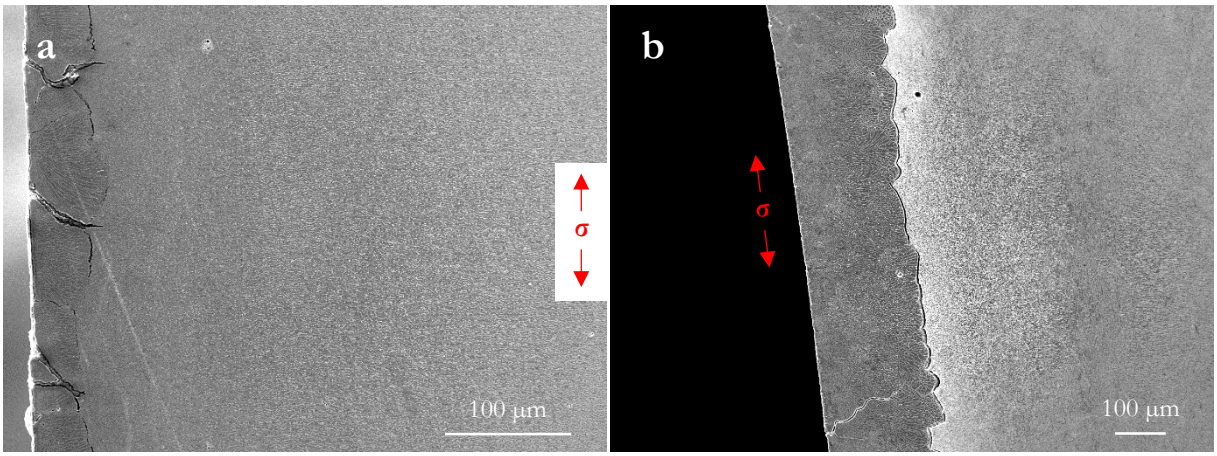


Figure D. 10 – Coupe longitudinale d'une éprouvette en CMSX-4 avec une couche recristallisée en surface de 200 µm et sollicitée à 1000°C, 20 kHz, R = -1, $\sigma_a$ = 180 MPa, $N_f$ = 2.83 × $10^5$ cycles.

# RÉFÉRENCES

**Acharya, M. V. et Fuchs, G. E. (2004)** The effect of long-term thermal exposures on the microstructure and properties of CMSX-10 single crystal Ni-base superalloys. Materials Science and Engineering: A, vol. 381, n°1, p. 143‑153.

**Aghion, E.**, Bamberger, M. et Berkovits, A. **(1991)** High-temperature low-cycle fatigue of a nickel-based MAR-M200 + Hf alloy in AR and AR + 20% O2 environment. Journal of Materials Science, vol. 26, n°7, p. 1873‑1881.

**Ai, S. H.**, Lupinc, V. et Maldini, M. **(1992)** Creep fracture mechanisms in single crystal superalloys. Scripta Metallurgica et Materialia, vol. 26, n°4, p. 579‑584.

**Ai, S. H.**, Lupinc, V. et Onofrio, G. **(1993)** Influence of precipitate morphology on high temperature fatigue crack growth of a single crystal nickel base superalloy. Scripta Metallurgica et Materialia, vol. 29, n°11, p. 1385‑1390.

**Akhtar, A.**, Hegde, S. et Reed, R. C. **(2006)** The oxidation of single-crystal nickel-based superalloys. JOM, vol. 58, n°1, p. 37‑42.

**Allen, N. P. (1951)** Creep-resisting alloys for gas turbines. Nature, vol. 167, p. 836‑838.

**Anton, D. L. (1984)** Low cycle fatigue characteristics of 〈001〉 and randomly aligned superalloy single crystals. Acta Metallurgica, vol. 32, n°10, p. 1669‑1679.

**Anton, D. L. et Giamei, A. F. (1985)** Porosity distribution and growth during homogenization in single crystals of a nickel-base superalloy. Materials Science and Engineering, vol. 76, p. 173‑180.

**Atlas of Fatigue Curves (1986)**. ASM International.

**Bajons, P. et Kromp, W. (1978)** Determination of magnification and resonance length of samples used in ultrasonic fatigue tests. Ultrasonics, vol. 16, n°5, p. 213‑217.

**Barba, D.**, Alabort, E., Pedrazzini, S., Collins, D. M., Wilkinson, A. J., Bagot, P. A. J., Moody, M. P., Atkinson, C., Jérusalem, A. et Reed, R. C. **(2017a)** On the microtwinning mechanism in a single crystal superalloy. Acta Materialia, vol. 135, p. 314‑329.

**Barba, D.**, Pedrazzini, S., Vilalta-Clemente, A., Wilkinson, A. J., Moody, M. P., Bagot, P. A. J., Jérusalem, A. et Reed, R. C. **(2017b)** On the composition of microtwins in a single crystal nickel-based superalloy. Scripta Materialia, vol. 127, p. 37‑40.

**Bathias (1999)** There is no infinite fatigue life in metallic materials. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, vol. 22, n°7, p. 559‑565.

**Bathias, C. (2006)** Piezoelectric fatigue testing machines and devices. International Journal of Fatigue, Third International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF-3), vol. 28, n°11, p. 1438‑1445.

**Bathias, C. et Paris, P. C. (2004)** Gigacycle Fatigue in Mechanical Practice. CRC Press.

**Bathias, C. et Paris, P. C. (2010)** Gigacycle fatigue of metallic aircraft components. International Journal of Fatigue, Selected Papers of the 17th European Conference of Fracture (ECF 17), vol. 32, n°6, p. 894‑897.

**Biermann, H.**, Tetzlaff, U., Mughrabi, H., von Grossmann, B., Mechsner, S. et Ungár, T. **(2000)** Investigations of the origin and effect of anomalous rafting. In T. M. Pollock, R. D. Kissinger, R. R. Bowman, K. A. Green, M. McLean, S. Olson, et J. J. Schirra (dir.), Superalloys 2000, p. 525‑534. TMS.

**Brien, V. et Décamps, B. (2001)** Low cycle fatigue of a nickel based superalloy at high temperature: deformation microstructures. Materials Science and Engineering: A, vol. 316, n°1–2, p. 18‑31.

**Blavette, D.**, Caron, P. et Khan, T. **(1986)** An atom probe investigation of the role of rhenium additions in improving creep resistance of Ni-base superalloys. Scripta Metallurgica, vol. 20, n°10, p. 1395‑1400.

**Brochure Arriel 1D1, Safran Helicopter Engines (2012)**.

**Brundidge, C. L. (2011)** Thèse de doctorat : Development of a processing-structure-fatigue property model for single crystal superalloys. (Ann Arbor.). University of Michigan.

**Brundidge, C. L.**, Miller, J. D. et Pollock, T. M. **(2011)** Development of dendritic structure in the liquid-metal-cooled, directional-solidification process. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 42, n°9, p. 2723‑2732.

**Brundidge, C. L.**, Drasek, D. van, Wang, B. et Pollock, T. M. **(2012)** Structure refinement by a liquid metal cooling solidification process for single-crystal nickel-base superalloys. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 43, n°3, p. 965‑976.

**Brundidge, C. L. et Pollock, T. M. (2012)** Processing to fatigue properties: benefits of high gradient casting for single crystal airfoils. In E. S. Huron, R. C. Reed, M. C. Hardy, M. J. Mills, R. E. Montero, P. D. Portella, et J. Telesman (dir.), Superalloys 2012, p. 369–377. TMS.

**Burgel, R.**, Portella, P. D. et Preuhs, J. **(2000)** Recrystallization in single crystals of nickel base superalloys. In T. M. Pollock, R. D. Kissinger, R. R. Bowman, K. A. Green, M. McLean, S. Olson, et J. J. Schirra (dir.), Superalloys 2000, vol. 5, p. 229–238. TMS.

**Caron, P. (2000)** High y' solvus new generation nickel-based superalloys for single crystal turbine blade applications. In T. M. Pollock, R. D. Kissinger, R. R. Bowman, K. A. Green, M. McLean, S. Olson, et J. J. Schirra (dir.), Superalloys 2000, p. 737–746. TMS.

**Caron, P. et Khan, T. (1983)** Improvement of creep strength in a nickel-base single-crystal superalloy by heat treatment. Materials Science and Engineering, vol. 61, n°2, p. 173‑184.

**Caron, P.**, Henderson, P. J., Khan, T. et McLean, M. **(1986)** On the effects of heat treatments on the creep behaviour of a single crystal superalloy. Scripta Metallurgica, vol. 20, n°6, p. 875‑880.

**Caron, P.**, Ohta, Y., Nakagawa, Y. G. et Khan, T. **(1988)** Creep deformation anisotropy in single crystal superalloys. In S. Reichman, D. N. Duhl, G. Maurer, S. D. Antolovich, et C. Lund (dir.), Superalloys 1988, p. 215‑224. TMS.

**Caron, P.**, Cornu, D., Khan, T. et De Monicault, J. M. **(1996)** Development of a hydrogen resistant superalloy for single crystal blade application in rocket engine turbopumps. In R. D. Kissinger, D. J. Deye, D. L. Anton, A. D. Cetel, M. V. Nathal, T. M. Pollock, et D. A. Woodford (dir.), Superalloys 1996, p. 53‑60. TMS.

**Caron, P. et Khan, T. (1999)** Evolution of Ni-based superalloys for single crystal gas turbine blade applications. Aerospace Science and Technology, vol. 3, n°8, p. 513‑523.

**Caron, P.**, Ramusat, C. et Diologent, F. **(2008)** Influence of the γ' fraction on the γ/γ' topological inversion during high temperature creep of single crystal superalloys. In R. C. Reed, K. A. Green, P. Caron, T. P. Gabb, M. G. Fährmann, E. S. Huron, et S. A. Woodard (dir.), Superalloys 2008, p. 159‑167. TMS.

**Carter, P.**, Cox, D. C., Gandin, C. A. et Reed, R. C. **(2000)** Process modelling of grain selection during the solidification of single crystal superalloy castings. Materials Science and Engineering: A, vol. 280, n°2, p. 233‑246.

**Castelluccio, G. M., et McDowell, D. L. (2012)**. Assessment of small fatigue crack growth driving forces in single crystals with and without slip bands. International Journal of Fracture, vol. 176, n°1, p. 49‑64.

**Cervellon, A.**, Cormier, J., Mauget, F. et Hervier, Z. **(2017)** VHCF life evolution after microstructure degradation of a Ni-based single crystal superalloy. International Journal of Fatigue, vol. 104, p. 251‑262.

**Chan, K. S.**, Hack, J. E. et Leverant, G. R. **(1987)** Fatigue crack growth in MAR-M200 single crystals. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 18, n°4, p. 581‑591.

**Chang, J.-C.**, Choi, C., Kim, J.-C. et Yun, Y.-H. **(2003)** Development of microstructure and mechanical properties of a Ni-base single-crystal superalloy by hot-isostatic pressing. Journal of Materials Engineering and Performance, vol. 12, n°4, p. 420‑425.

**Cheng, K.**, Jo, C., Jin, T. et Hu, Z. **(2011)** Effect of stress on μ phase formation in single crystal superalloys. Materials Science and Engineering: A, vol. 528, n°6, p. 2704‑2710.

**Chevenard, P. (1928)** Les alliages à hautes teneurs en nickel et en chrome. Revue de Métallurgie, vol. 25, n°1, p. 14‑34.

**Choi, B. G.**, Jo, C. Y., Hong, H. U., Kim, I. S., Seo, S. M. et Kim, H. M. **(2011)** Effect of pre-strain on microstructural evolution during thermal exposure of single crystal superalloy CMSX-4. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, vol. 21, n°6, p. 1291‑1296.

**Copley, S. M.**, Giamei, A. F., Johnson, S. M. et Hornbecker, M. F. **(1970)** The origin of freckles in unidirectionally solidified castings. Metallurgical Transactions, vol. 1, n°8, p. 2193‑2204.

**Cormier, J. (2018)** Communication privée.

**Cormier, J.**, Villechaise, P. et Milhet, X. **(2009)** γ'-phase morphology of Ni-based single crystal superalloys as an indicator of the stress concentration in the vicinity of pores. Materials Science and Engineering: A, vol. 501, n°1, p. 61‑69.

**Cormier, J.**, Jouiad, M., Hamon, F., Villechaise, P. et Milhet, X. **(2010)** Very high temperature creep behavior of a single crystal Ni-based superalloy under complex thermal cycling conditions. Philosophical Magazine Letters, vol. 90, n°8, p. 611‑620.

**Corpace, F. (2017)**. Comparaison de la DDV HCF avec la DDV fluage, Note technique interne Safran Aircraft Engines YQ/2017/00294.

**Cowles, B. A. (1996)** High cycle fatigue in aircraft gas turbines—an industry perspective. International Journal of Fracture, vol. 80, n°2‑3, p. 147‑163.

**Crompton, J. S. et Martin, J. W. (1984)** Crack growth in a single crystal superalloy at elevated temperature. Metallurgical Transactions A, vol. 15, n°9, p. 1711‑1719.

**Cruchley, S.**, Li, H. Y., Evans, H. E., Bowen, P., Child, D. J. et Hardy, M. C. **(2015)** The role of oxidation damage in fatigue crack initiation of an advanced Ni-based superalloy. International Journal of Fatigue, vol. 81, p. 265‑274.

**Darolia, R.**, Lahrman, D. F. et Field, R. D. **(1988)** Formation of topologically closed packed phases in nickel base single crystal superalloys. In S. Reichman, D. N. Duhl, G. Maurer, S. D. Antolovich, et C. Lund (dir.), Superalloys 1988, p. 255‑264. TMS.

**de Bussac, A. et Poubanne, P. (1992)** Loi de comportement anisotrope de l'AM1 de 20°C à 1200°C, Note technique interne SNECMA YKOM1/YLEV 60291.

**Defresne, A. et Rémy, L. (1990a)** Fatigue behaviour of CMSX 2 superalloy [001] single crystals at high temperature I: Low cycle fatigue of notched specimens. Materials Science and Engineering: A, vol. 129, n°1, p. 45‑53.

**Defresne, A. et Rémy, L. (1990b)** Fatigue behaviour of CMSX 2 superalloy [001] single crystals at high temperature II: Fatigue crack growth. Materials Science and Engineering: A, vol. 129, n°1, p. 55‑64.

**DeLuca, D. P. et Annis, C. (1993)** Fatigue in single crystal nickel superalloys (No. FR2198-20). Pratt and Whitney.

**Despres, L.**, Cormier, J., Costil, S. et Cariou, R. **(2018)** Tensile properties at intermediate temperature of Ni-based single crystal superalloys after microstructure degradation. Eurosuperalloys 2018. Oxford.

**Dirand, L.**, Cormier, J., Jacques, A., Chateau-Cornu, J.-P., Schenk, T., Ferry, O. et Bastie, P. **(2013)** Measurement of the effective γ/γ' lattice mismatch during high temperature creep of Ni-based single crystal superalloy. Materials Characterization, vol. 77, p. 32‑46.

**Doudard, C.**, Calloch, S., Cugy, P., Galtier, A. et Hild, F. **(2005)** A probabilistic two-scale model for high-cycle fatigue life predictions. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, vol. 28, n°3, p. 279‑288.

**Douin, J.**, Veyssière, P. et Beauchamp, P. **(1986)** Dislocation line stability in Ni3Al. Philosophical Magazine A, vol. 54, n°3, p. 375‑393.

**Drouelle, E. (2017)** Thèse de doctorat : Relations microstructure, propriétés mécanique et résistance à l'oxydation de la phase MAX Ti3AlC2. Poitiers : Université de Poitiers.

**Dubiel, B.**, Indyka, P., Kalemba-Rec, I., Kruk, A., Moskalewicz, T., Radziszewska, A., Kąc, S., Kopia, A., Berent, K. et Gajewska, M. **(2018)** The influence of high temperature annealing and creep on the microstructure

and chemical element distribution in the γ, γ' and TCP phases in single crystal Ni-base superalloy. Journal of Alloys and Compounds, vol. 731, p. 693‑703.

**Duhl, D. N. et Sullivan, C. P. (1971)** Some effects of hafnium additions on the mechanical properties of a columnar-grained nickel-base superalloy. JOM, vol. 23, n°7, p. 38‑40.

**EASA (2003)** Certification specifications for engines CS-E 650 : turbine engines vibration survey ( No. 2003/9/RM). European Aviation Safety Agency.

**Elliott, A. J.**, Pollock, T. M., Tin, S., King, W. T., Huang, S.-C. et Gigliotti, M. F. X. **(2004)** Directional solidification of large superalloy castings with radiation and liquid-metal cooling: A comparative assessment. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 35, n°10, p. 3221‑3231.

**Epishin, A.**, Link, T., Brückner, U. et Portella, P. D. **(2002)** Investigation of porosity in single-crystal nickel base superalloy. In I. Lecomte-Beckers, M. Carton, F. Schubert, et P. J. Ennis (dir.), The Seventh Conference on Materials for Advanced Power Engineering, p. 710‑714.

**Epishin, A. et Link, T. (2004)** Mechanisms of high temperature creep of nickel-base superalloys under low applied stress. In K. A. Green, T. M. Pollock, H. Harada, T. E. Howson, R. C. Reed, J. J. Schirra, et S. Walston (dir.), Superalloys 2004, p. 137‑143. TMS.

**Epishin, A.**, Link, T., Brückner, U., Fedelich, B. et Portella, P. **(2004)** Effects of segregation in nickel-base superalloys: dendritic stresses. In K. A. Green, T. M. Pollock, H. Harada, T. E. Howson, R. C. Reed, J. J. Schirra, et S. Walston (dir.), Superalloys 2004, p. 537–543. TMS.

**Epishin, A.**, Link, T. et Nolze, G. **(2007)** SEM investigation of interfacial dislocations in nickel-base superalloys. Journal of Microscopy, vol. 228, n°2, p. 110‑117.

**Epishin, A.**, Link, T., Nazmy, M., Staubli, M. et Nolze, G. **(2008)** Microstructural degradation of CMSX-4, kinetics and effect on mechanical properties. In R. C. Reed, K. A. Green, P. Caron, T. P. Gabb, M. G. Fährmann, E. S. Huron, et S. A. Woodard (dir.), Superalloys 2008, p. 725‑731. TMS.

**Epishin, A.**, Link, T., Klingelhöffer, H., Fedelich, B. et Portella, P. **(2010)** Creep damage of single-crystal nickel base superalloys: mechanisms and effect on low cycle fatigue. Materials at High Temperatures, vol. 27, n°1, p. 53‑59.

**Epishin, A.**, Link, T., Svetlov, I. L., Nolze, G., Neumann, R. S. et Lucas, H. **(2013)** Mechanism of porosity growth during homogenisation in single crystal nickel-based superalloys. International Journal of Materials Research, vol. 104, n°8, p. 776‑782.

**Epishin, A. I. et Svetlov, I. L. (2016)** Evolution of pore morphology in single-crystals of nickel-base superalloys. Inorganic Materials: Applied Research, vol. 7, n°1, p. 45‑52.

**Ezanno, A.**, Doudard, C., Calloch, S. et Heuzé, J.-L. **(2013)** A new approach to characterizing and modeling the high cycle fatigue properties of cast materials based on self-heating measurements under cyclic loadings. International Journal of Fatigue, vol. 47, p. 232‑243.

**Evans, H. E. (1995)** Stress effects in high temperature oxidation of metals. International Materials Reviews, vol. 40, n°1, p. 1‑40.

**Fährmann, M.**, Fährmann, E., Paris, O., Fratzl, P. et Pollock, T. M. **(1996)** An experimental study of the role of plasticity in the rafting kinetics of a single crystal Ni-base superalloy. In R. D. Kissinger, D. J. Deye, D. L. Anton, A. D. Cetel, M. V. Nathal, T. M. Pollock, et D. A. Woodford (dir.), Superalloys 1996, p. 191‑200. TMS.

**Fatemi, A. et Socie, D. F. (1988)**. A critical plane approach to multiaxial fatigue damage including out-of-phase loading. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, vol. 11, n°3, p. 149‑165.

**Fatemi, A. et Shamsaei, N. (2011)**. Multiaxial fatigue: An overview and some approximation models for life estimation. International Journal of Fatigue, vol. 33, n°8, p. 948‑958.

**Fedelich, B.**, Künecke, G., Epishin, A., Link, T. et Portella, P. **(2009)** Constitutive modelling of creep degradation due to rafting in single-crystalline Ni-base superalloys. Materials Science and Engineering: A, 11th International Conference of Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, vol. 510–511, p. 273‑277.

**Fedelich, B.**, Epishin, A., Link, T., Klingelhöffer, H., Künecke, G. et Portella, P. D. **(2012)** Experimental characterization and mechanical modeling of creep induced rafting in superalloys. Computational Materials Science, Proceedings of the 21st International Workshop on Computational Mechanics of Materials (IWCMM 21), vol. 64, p. 2‑6.

**Feller-Kniepmeier, M.**, Link, T., Poschmann, I., Scheunemann-Frerker, G. et Schulze, C. **(1996)** Temperature dependence of deformation mechanisms in a single crystal nickel-base alloy with high volume fraction of γ' phase. Acta Materialia, vol. 44, n°6, p. 2397‑2407.

**Flemings, M. C. (1974)** Solidification processing. Metallurgical Transactions, vol. 5, n°10, p. 2121‑2134.

**Fleury, E. (1991)** Thèse de doctorat : Endommagement du superalliage monocristallin AM1 en fatigue isotherme et anisotherme. Paris : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

**Frasier, D. J.**, Whetstone, J. R., Harris, K., Erickson, G. L. et Schwer, R. E. **(1992)** Process and alloy optimization for CMSX4 superalloy single crystal airfoils (p. 1281‑1300). Cannon-Muskegon Corporation.

**Fuchs, G. E. (2001)** Solution heat treatment response of a third generation single crystal Ni-base superalloy. Materials Science and Engineering: A, vol. 300, n°1, p. 52‑60.

**Furuya, Y.**, Kobayashi, K., Hayakawa, M., Sakamoto, M., Koizumi, Y. et Harada, H. **(2012)** High-temperature ultrasonic fatigue testing of single-crystal superalloys. Materials Letters, vol. 69, p. 1‑3.

**Gallagher, J.**, Nicholas, T., Gunderson, A., Ruschau, J., Miedlar, P., Hutson, A., Hardy, G., Walls, D., Annis, C. et deLaneuville, R. **(2004)** Advanced High Cycle Fatigue (HCF) life assurance methodologies (No. UDR-TR-2003-00115). Dayton Univ OH Research Inst.

**Gell, M. et Leverant, G. R. (1968)** The characteristics of stage I fatigue fracture in a highstrength nickel alloy. Acta Metallurgica, vol. 16, n°4, p. 553‑561.

**Gell, M. et Leverant, G. R. (1973)** Mechanisms of high-temperature fatigue. Fatigue at Elevated Temperatures, ASTM STP 520, American Society for Testing and Materials, vol. 520, p. 37‑67.

**Gell, M.**, Duhl, D. N. et Giamei, A. F. **(1980)** The development of single crystal superalloy turbine blades. Superalloys 1980, vol. 41, p. 205‑214. Warrendale : TMS.

**Geuffrard, M. (2010)** Thèse de doctorat : Amorçage et micro-propagation de fissure en fatigue à haute température à partir de défauts dans un superalliage monocristallin. Paris : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

**Giamei, A. F. et Kear, B. H. (1970)** On the nature of freckles in nickel base superalloys. Metallurgical Transactions, vol. 1, n°8, p. 2185‑2192.

**Giamei, A. F. et Tschinkel, J. G. (1976)** Liquid metal cooling: A new solidification technique. Metallurgical Transactions A, vol. 7, n°9, p. 1427‑1434.

**Giamei, A. F. et Anton, D. L. (1985)** Rhenium additions to a Ni-base superalloy: Effects on microstructure. Metallurgical Transactions A, vol. 16, n°11, p. 1997‑2005.

**Giraud, R. (2014)** Thèse de doctorat : Influence de l'histoire thermique sur les propriétés mécaniques à haute et très haute température du superalliage monocristallin CMSX-4. Poitiers : ISAE-ENSMA.

**Giraud, R.**, Cormier, J., Hervier, Z., Bertheau, D., Harris, K., Wahl, J., Milhet, X., Mendez, J. et Organista, A. **(2012)** Effect of the prior microstructure degradation on the high temperature/low stress non-isothermal creep behavior of CMSX-4 Ni-based single crystal superalloy. In E. S. Huron, R. C. Reed, M. C. Hardy, M. J. Mills, R. E. Montero, P. D. Portella, et J. Telesman (dir.), Superalloys 2012, p. 265–74. TMS.

**Göbel, M.**, Rahmel, A. et Schütze, M. **(1993)** The isothermal-oxidation behavior of several nickel-base single-crystal superalloys with and without coatings. Oxidation of Metals, vol. 39, n°3‑4, p. 231‑261.

**Gordon, A. P.**, Neu, R. W. et McDowell, D. L. **(2009)** Effect of pre-exposure on crack initiation life of a directionally solidified Ni-base superalloy. International Journal of Fatigue, vol. 31, n°2, p. 393‑401.

**Grad, P.**, Reuscher, B., Brodyanski, A., Kopnarski, M. et Kerscher, E. **(2012)** Mechanism of fatigue crack initiation and propagation in the very high cycle fatigue regime of high-strength steels. Scripta Materialia, vol. 67, n°10, p. 838‑841.

**Harris, K.**, Erickson, G. L., Sikkenga, S. L., Brentnall, W. D., Aurrecoechea, J. M. et Kubarych, K. G. **(1992)** Development of the rhenium containing superalloys CMSX-4 & CM 186 LC for single crystal blade and directionally solidified vane applications in advanced turbine engines. In S. D. Antolovich, R. W. Stusrud, R. A. MacKay, D. L. Anton, T. Khan, R. D. Kissinger, et D. L. Klarstrom (dir.), Superalloys 1992, vol. 297. TMS.

**He, Y. H.**, Hou, X. Q., Tao, C. H. et Han, F. K. **(2011)** Recrystallization and fatigue fracture of single crystal turbine blades. Engineering Failure Analysis, vol. 18, n°3, p. 944‑949.

**Heinz, S. et Eifler, D. (2016a)** Very high cycle fatigue and damage behavior of Ti6Al4V. Key Engineering Materials, vol. 664, p. 71‑80.

**Heinz, S. et Eifler, D. (2016b)** Crack initiation mechanisms of Ti6Al4V in the very high cycle fatigue regime. International Journal of Fatigue, Gigacycle Fatigue-Theory and Applications Dedicated to the Memory of Professor Claude Bathias, vol. 93, p. 301‑308.

**Hermann, W.**, Sockel, H. G., Han, J. et Bertram, A. **(1996)** Elastic properties and determination of elastic constants of nickel-base superalloys by a free-free beam technique. In R. D. Kissinger, D. J. Deye, D. L. Anton, A. D. Cetel, M. V. Nathal, T. M. Pollock, et D. A. Woodford (dir.), Superalloys 1996. TMS.

**Hoffelner, W. (1982)** Fatigue of high-temperature materials at ultrasonic frequencies. High Temperature Alloys for Gas Turbines 1982 (p. 645‑657). Springer, Dordrecht.

**Hong, Y. et Sun, C. (2017)** The nature and the mechanism of crack initiation and early growth for very-high-cycle fatigue of metallic materials – An overview. Theoretical and Applied Fracture Mechanics, vol. 92, p. 331‑350.

**Jiang, X. W.**, Wang, D., Xie, G., Li, H., Lou, L. H. et Zhang, J. **(2014)** The effect of long-term thermal exposure on the microstructure and stress rupture property of a directionally solidified Ni-based superalloy. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 45, n°13, p. 6016‑6026.

**Jianting, G.**, Ranucci, D., Picco, E. et Strocchi, P. M. **(1984)** Effect of environment on the low cycle fatigue behaviour of cast nickel-base superalloy IN738LC. International Journal of Fatigue, vol. 6, n°2, p. 95‑99.

**Johansson, S.**, Moverare, J., Leidermark, D., Simonsson, K. et Kanesund, J. **(2010)** Investigation of localized damage in single crystals subjected to thermalmechanical fatigue (TMF). Procedia Engineering, Fatigue 2010, vol. 2, n°1, p. 657‑666.

**Kamaraj, M.**, Mayr, C., Kolbe, M. et Eggeler, G. **(1998)** On the influence of stress state on rafting in the single crystal superalloy CMSX-6 under conditions of high temperature and low stress creep. Scripta Materialia, vol. 38, n°4.

**Kamaraj, M. (2003)** Rafting in single crystal nickel-base superalloys — An overview. Sadhana, vol. 28, n°1‑2, p. 115‑128.

**Karunaratne, M. S. A.**, Cox, D. C., Carter, P. et Reed, R. C. **(2000)** Modelling of the microsegregation in CMSX-4 superalloy and its homogenisation during heat treatment. In T. M. Pollock, R. D. Kissinger, R. R. Bowman, K. A. Green, M. McLean, S. Olson, et J. J. Schirra (dir.), Superalloys 2000, p. 263–272. TMS.

**Kear, B. H. et Oblak, J. M. (1974)** Deformation modes γ' precipitation hardened nickel-base alloys. Le Journal de Physique Colloques, vol. 35, n°C7, p. C7-35-C7-45.

**Khan, T. et Caron, P. (1986)** Effect of processing conditions and heat treatments on mechanical properties of single-crystal superalloy CMSX-2. Materials Science and Technology, vol. 2, n°5, p. 486‑492.

**Khan, T.**, Caron, P. et Nakagawa, Y. G. **(1986)** Mechanical behavior and processing of DS and single crystal superalloys. JOM, vol. 38, n°7, p. 16‑19.

**Kikukawa, M.**, Ohji, K. et Ogura, K. **(1965)** Push-pull fatigue strength of mild steel at very high frequencies of stress up to 100 kc/s. Journal of Basic Engineering, vol. 87, n°4, p. 857‑864.

**Knowles, D. M. et Chen, Q. Z. (2003)** Superlattice stacking fault formation and twinning during creep in γ/γ' single crystal superalloy CMSX-4. Materials Science and Engineering: A, vol. 340, n°1, p. 88‑102.

**Kontis, P.**, Collins, D. M., Wilkinson, A. J., Reed, R. C., Raabe, D. et Gault, B. **(2018a)** Microstructural degradation of polycrystalline superalloys from oxidized carbides and implications on crack initiation. Scripta Materialia, vol. 147, p. 59‑63.

**Kontis, P.**, Li, Z., Collins, D. M., Cormier, J., Raabe, D. et Gault, B. **(2018b)** The effect of chromium and cobalt segregation at dislocations on nickel-based superalloys. Scripta Materialia, vol. 145, p. 76‑80.

**Koster, M.**, Nutz, H., Freeden, W. et Eifler, D. **(2012)** Measuring techniques for the very high cycle fatigue behaviour of high strength steel at ultrasonic frequencies. International Journal of Materials Research, vol. 103, n°1, p. 106‑112.

**Kovarik, L.**, Unocic, R. R., Li, J., Sarosi, P., Shen, C., Wang, Y. et Mills, M. J. **(2009)** Microtwinning and other shearing mechanisms at intermediate temperatures in Ni-based superalloys. Progress in Materials Science, "The Nabarro legacy – Perspectives for advanced materials in the 21 century" A collection of invited lectures at the MRS Spring Meeting 2008, vol. 54, n°6, p. 839‑873.

**Kuhn, H.-A. et Sockel, H. G. (1990)** Contributions of the different phases of two nickel-base superalloys to the elastic behaviour in a wide temperature range. Physica Status Solidi, vol. 119, p. 93‑105.

**Lamm, M. et Singer, R. F. (2007)** The effect of casting conditions on the high-cycle fatigue properties of the single-crystal nickel-base superalloy PWA 1483. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 38, n°6, p. 1177‑1183.

**le Graverend, J.-B.**, Cormier, J., Kruch, S., Gallerneau, F. et Mendez, J. **(2012)** Microstructural parameters controlling high-temperature creep life of the nickel-base single-crystal superalloy MC2. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 43, n°11, p. 3988‑3997.

**le Graverend, J.-B.**, Adrien, J. et Cormier, J. **(2017)** Ex-situ X-ray tomography characterization of porosity during high-temperature creep in a Ni-based single-crystal superalloy: toward understanding what is damage. Materials Science and Engineering: A, vol. 695, p. 367‑378.

**le Graverend, J.-B.**, Pettinari-Sturmel, F., Cormier, J., Hantcherli, M., Villechaise, P. et Douin, J. **(2018)** Mechanical twinning in Ni-based single crystal superalloys during multiaxial creep at 1050°C. Materials Science and Engineering: A, vol. 722, p. 76‑87.

**Leidermark, D.**, Moverare, J. J., Johansson, S., Simonsson, K. et Sjöström, S. **(2010)** Tension/compression asymmetry of a single-crystal superalloy in virgin and degraded condition. Acta Materialia, vol. 58, n°15, p. 4986‑4997.

**Lerch, B. A. et Antolovich, S. D. (1990)** Fatigue crack propagation behavior of a single crystalline superalloy. Metallurgical Transactions A, vol. 21, n°8, p. 2169‑2177.

**Leverant, G. R.**, Gell, M. et Hopkins, S. W. **(1971)** The effect of strain rate on the flow stress and dislocation behavior of a precipitation-hardened nickel-base alloy. Materials Science and Engineering, vol. 8, n°3, p. 125‑133.

**Leverant, G. R. et Gell, M. (1975)** The influence of temperature and cyclic frequency on the fatigue fracture of cube oriented nickel-base superalloy single crystals. Metallurgical Transactions A, vol. 6, n°2, p. 367.

**Li, M. H.**, Sun, X. F., Jin, T., Guan, H. R. et Hu, Z. Q. **(2003)** Oxidation behavior of a single-crystal Ni-base superalloy in air—II: at 1000, 1100, and 1150°C. Oxidation of Metals, vol. 60, n°1‑2, p. 195‑210.

**Li, Y.-D.**, Zhang, L.-L., Fei, Y.-H., Liu, X.-Y. et Li, M.-X. **(2016)** On the formation mechanisms of fine granular area (FGA) on the fracture surface for high strength steels in the VHCF regime. International Journal of Fatigue, vol. 82, p. 402‑410.

**Link, T.**, Zabler, S., Epishin, A., Haibel, A., Bansal, M. et Thibault, X. **(2006)** Synchrotron tomography of porosity in single-crystal nickel-base superalloys. Materials Science and Engineering: A, vol. 425, n°1, p. 47‑54.

**Link, T.**, Epishin, A., Paulisch, M. et May, T. **(2011)** Topography of semicoherent γ/γ'-interfaces in superalloys: Investigation of the formation mechanism. Materials Science and Engineering: A, vol. 528, n°19–20, p. 6225‑6234.

**Liu, L.**, Huang, T. W., Zhang, J. et Fu, H. Z. **(2007)** Microstructure and stress rupture properties of single crystal superalloy CMSX-2 under high thermal gradient directional solidification. Materials Letters, vol. 61, n°1, p. 227‑230.

**Liu, L. R.**, Jin, T., Zhao, N. R., Sun, X. F., Guan, H. R. et Hu, Z. Q. **(2003)** Formation of carbides and their effects on stress rupture of a Ni-base single crystal superalloy. Materials Science and Engineering: A, vol. 361, n°1, p. 191‑197.

**Lukáš, P. et Kunz, L. (1996)** Effect of vibrations on creep behaviour of CMSX-4 single crystals. Materials Science and Engineering: A, vol. 214, n°1–2, p. 167‑169.

**Lukáš, P. et Kunz, L. (2001)** Cyclic slip localisation and fatigue crack initiation in fcc single crystals. Materials Science and Engineering: A, vol. 314, n°1–2, p. 75‑80.

**Lukáš, P.**, Preclík, P., Kunz, L., Čadek, J. et Svoboda, M. **(2002)** Effect of notches on high temperature fatigue/creep behaviour of CMSX-4 superalloy single crystals. In L. R. and J. Petit (dir.), European Structural Integrity Society, International Conference on Temperature-Fatigue Interaction, Nineth International Spring Meeting, vol. 29, p. 55‑64. Elsevier.

**Lukáš, P.**, Kunz, L. et Svoboda, M. **(2005)** High-temperature ultra-high cycle fatigue damage of notched single crystal superalloys at high mean stresses. International Journal of Fatigue, Fatigue Damage of Structural Materials V5th International Conference on Fatigue Damage of Structural Materials, vol. 27, n°10–12, p. 1535‑1540.

**MacLachlan, D. W. et Knowles, D. M. (2001)** Fatigue behaviour and lifing of two single crystal superalloys. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, vol. 24, n°8, p. 503‑521.

**Madison, J.**, Spowart, J., Rowenhorst, D., Aagesen, L. K., Thornton, K. et Pollock, T. M. **(2010)** Modeling fluid flow in three-dimensional single crystal dendritic structures. Acta Materialia, vol. 58, n°8, p. 2864‑2875.

**Mason, W. P. (1956)** Internal friction and fatigue in metals at large strain amplitudes. The Journal of the Acoustical Society of America, vol. 28, n°6, p. 1207‑1218.

**Matan, N.**, Cox, D. C., Carter, P., Rist, M. A., Rae, C. M. F. et Reed, R. C. **(1999)** Creep of CMSX-4 superalloy single crystals: effects of misorientation and temperature. Acta Materialia, vol. 47, n°5, p. 1549‑1563.

**Mataveli Suave, L. (2017)** Thèse de doctorat : High temperature damage mechanisms in DS200+Hf alloy. Poitiers : ISAE-ENSMA.

**Mataveli Suave, L.**, Cormier, J., Villechaise, P., Bertheau, D., Benoit, G., Cailletaud, G. et Marcin, L. **(2016a)** Anisotropy in creep properties of DS200 + Hf alloy. Materials at High Temperatures, vol. 33, n°4‑5, p. 361‑371.

**Mataveli Suave, L.**, Cormier, J., Villechaise, P., Bertheau, D., Benoit, G., Mauget, F., Cailletaud, G. et Marcin, L. **(2016b)** High temperature creep damage mechanisms in a directionally solidified alloy: impact of crystallography and environment. In M. C. Hardy, E. Huron, U. Glatzel, B. Griffin, B. Lewis, C. Rae, V. Seetharaman, et S. Tin (dir.), Superalloys 2016, p. 745–756. TMS.

**Mattiello, A. (2018)** Thèse de doctorat : Visco-plasticity and damage modeling of single crystal superalloys at high temperatures: a tensorial microstructure-sensitive approach. Paris-Saclay : Ecole Normale Supérieure Paris-Saclay.

**Mayer, H. (1999)** Fatigue crack growth and threshold measurements at very high frequencies. International Materials Reviews, vol. 44, n°1, p. 1‑34.

**Mayer, H. (2016)** Recent developments in ultrasonic fatigue. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, vol. 39, n°1, p. 3‑29.

**Mayer, H.**, Schuller, R., Karr, U., Irrasch, D., Fitzka, M., Hahn, M. et Bacher-Höchst, M. **(2015)** Cyclic torsion very high cycle fatigue of VDSiCr spring steel at different load ratios. International Journal of Fatigue, vol. 70, p. 322‑327.

**Mazot, P. et de Fouquet, J. (1992)** Détermination par la méthode de résonance des constantes d'élasticité de monocristaux de superalliage base nickel AM1 entre l'ambiante et 1100°C. Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie, p. 165‑170.

**McDowell, D. L. et Berard, J.-Y. (1992)**. A ΔJ-based approach to biaxial fatigue. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, vol. 15, n°8, p. 719‑741.

**Mignogna, R. B.**, Green, R. E., Duke, J. C., Henneke, E. G. et Reifsnider, K. L. **(1981)** Thermographic investigation of high-power ultrasonic heating in materials. Ultrasonics, vol. 19, n°4, p. 159‑163.

**Miller, M. D.**, Reed, P. A. S., Joyce, M. R., Henderson, M. B., Brooks, J. W., Wilcock, I. et Wu, X. **(2007)** Effect of environment on notch fatigue behaviour in CMSX4. Materials Science and Technology, vol. 23, n°12, p. 1439‑1445.

**Milligan, W. W. et Antolovich, S. D. (1987)** Yielding and deformation behavior of the single crystal superalloy PWA 1480. Metallurgical Transactions A, vol. 18, n°1, p. 85‑95.

**Mills, K. C.**, Youssef, Y. M., Li, Z. et Su, Y. **(2006)** Calculation of thermophysical properties of Ni-based superalloys. ISIJ International, vol. 46, n°5, p. 623‑632.

**Morrissey, R. J. et Golden, P. J. (2007)** Fatigue strength of a single crystal in the gigacycle regime. International Journal of Fatigue, Fatigue Damage of Structural Materials VI, vol. 29, n°9, p. 2079‑2084.

**Morrissey, R. J.**, John, R. et John Porter, W. **(2009)** Fatigue variability of a single crystal superalloy at elevated temperature. International Journal of Fatigue, Fatigue Damage of Structural Materials VII, vol. 31, n°11, p. 1758‑1763.

**Moverare, J. J.,** Johansson, S. et Reed, R. C. **(2009)** Deformation and damage mechanisms during thermal–mechanical fatigue of a single-crystal superalloy. Acta Materialia, vol. 57, n°7, p. 2266‑2276.

**Moverare, J. J.**, Segersäll, M., Sato, A., Johansson, S. et Reed, R. C. **(2012)** Thermomechanical fatigue of single-crystal superalloys: influence of composition and microstructure. In E. S. Huron, R. C. Reed, M. C. Hardy, M. J. Mills, R. E. Montero, P. D. Portella, et J. Telesman (dir.), Superalloys 2012, p. 369–377. TMS.

**Mughrabi, H.**, Ott, M. et Tetzlaff, U. **(1997)** New microstructural concepts to optimize the high-temperature strength of γ'-hardened monocrystalline nickel-based superalloys. Materials Science and Engineering: A, vol. 234, p. 434‑437.

**Mughrabi, H. et Tetzlaff, U. (2000)** Microstructure and high-temperature strength of monocrystalline nickel-sase superalloys. Advanced Engineering Materials, vol. 2, n°6, p. 319‑326.

**Mughrabi, H. (2006)** Specific features and mechanisms of fatigue in the ultrahigh-cycle regime. International Journal of Fatigue, Third International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF-3), vol. 28, n°11, p. 1501‑1508.

**Mughrabi, H. (2014)** The importance of sign and magnitude of γ/γ' lattice misfit in superalloys—with special reference to the new γ'-hardened cobalt-base superalloys. Acta Materialia, vol. 81, p. 21‑29.

**Mughrabi, H. et Antolovich, S. D. (2016)** A tribute to Claude Bathias – Highlights of his pioneering work in Gigacycle Fatigue –. International Journal of Fatigue, vol. 93, p. 217‑223.

**Mujica Roncery, L.**, Lopez-Galilea, I., Ruttert, B., Huth, S. et Theisen, W. **(2016)** Influence of temperature, pressure, and cooling rate during hot isostatic pressing on the microstructure of an SX Ni-base superalloy. Materials & Design, vol. 97, p. 544‑552.

**Murakami, Y. et Endo, M. (1994)**. Effects of defects, inclusions and inhomogeneities on fatigue strength. International Journal of Fatigue, vol. 16, n°3, p. 163‑182.

**Murakami, Y.**, Nomoto, T., Ueda, T. et Murakami, Y. **(2000)** On the mechanism of fatigue failure in the superlong life regime (N>107 cycles). Part 1: influence of hydrogen trapped by inclusions. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, vol. 23, n°11, p. 893‑902.

**Murakumo, T.**, Kobayashi, T., Koizumi, Y. et Harada, H. **(2004)** Creep behaviour of Ni-base single-crystal superalloys with various γ' volume fraction. Acta Materialia, vol. 52, n°12, p. 3737‑3744.

**Myung, N. et Choi, N.-S. (2016)** Dynamic stress analysis of the specimen gauge portion with a circular profile for the ultrasonic fatigue test. International Journal of Fatigue, vol. 92, p. 71‑77.

**Naito, T.**, Ueda, H. et Kikuchi, M. **(1984)** Fatigue behavior of carburized steel with internal oxides and nonmartensitic microstructure near the surface. Metallurgical Transactions A, vol. 15, n°7, p. 1431‑1436.

**Nakamura, T.**, Oguma, H. et Shinohara, Y. **(2010)** The effect of vacuum-like environment inside sub-surface fatigue crack on the formation of ODA fracture surface in high strength steel. Procedia Engineering, Fatigue 2010, vol. 2, n°1, p. 2121‑2129.

**Nazmy, M.**, Epishin, A., Link, T. et Staubli, M. **(2006)** A review of degradation in single crystal nickel based superalloys. Energy Materials, vol. 1, n°4, p. 263‑268.

**Nie, B.**, Zhao, Z., Liu, S., Chen, D., Ouyang, Y., Hu, Z., Fan, T. et Sun, H. **(2018)** Very high cycle fatigue behavior of a directionally solidified Ni-base superalloy DZ4. Materials, vol. 11, n°1, p. 98.

**Nishijima, S. et Kanazawa, K. (2001)** Stepwise S- N curve and fish- eye failure in gigacycle fatigue. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, vol. 22, n°7, p. 601‑607.

**Organ, F. E. et Gell, M. (1971)** The effect of frequency on the elevated temperature fatigue of a nickel-base superalloy. Metallurgical Transactions, vol. 2, n°4, p. 943‑952.

**Ott, M. et Mughrabi, H. (1999)** Dependence of the high-temperature low-cycle fatigue behaviour of the monocrystalline nickel-base superalloys CMSX-4 and CMSX-6 on the γ/γ'-morphology. Materials Science and Engineering: A, vol. 272, n°1, p. 24‑30.

**Ott, M.**, Tetzlaff, U. et Mughrabi, H. **(1999)** Influence of directional coarsening on the isothermal high-temperature fatigue behaviour of the monocrystalline nickel-base superalloys CMSX-6 and CMSX-4. Microstructure and mechanical properties of metallic high-temperature materials. Research report.

**Paul, U.**, Sahm, P. R. et Goldschmidt, D. **(1993)** Inhomogeneities in single-crystal components. Materials Science and Engineering: A, vol. 173, n°1, p. 49‑54.

**Pearson, D. D.**, Lemkey, F. D. et Kear, B. H. **(1980)** Stress coarsening of γ' and its influence on creep properties of a single crystal superalloy. Superalloys 1980, p. 513–519. Warrendale : TMS.

**Perruchaut, P. (1997)** Thèse de doctorat : Etude des interactions fatigue-fluage-oxydation sur l'endommagement du superalliage monocristallin AM1. Poitiers : Université de Poitiers.

**Pessah, M.**, Caron, P. et Khan, T. **(1992)** Effect of μ phase on the mechanical properties. In S. D. Antolovich, R. W. Stusrud, R. A. MacKay, D. L. Anton, T. Khan, R. D. Kissinger, et D. L. Klarstrom (dir.), Superalloys 1992, p. 567‑576. TMS.

**Pierce, C. J.**, Palazotto, A. N. et Rosenberger, A. H. **(2010)** Creep and fatigue interaction in the PWA1484 single crystal nickel-base alloy. Materials Science and Engineering: A, vol. 527, n°29, p. 7484‑7489.

**Pineau, A. et Antolovich, S. D. (2009)** High temperature fatigue of nickel-base superalloys – A review with special emphasis on deformation modes and oxidation. Engineering Failure Analysis, Special issue honouring Professor Manuel Elices on the occasion of his 70th birthday, vol. 16, n°8, p. 2668‑2697.

**Pollock, T. M. et Argon, A. S. (1994)** Directional coarsening in nickel-base single crystals with high volume fractions of coherent precipitates. Acta Metallurgica et Materialia, vol. 42, n°6, p. 1859‑1874.

**Pollock, T. M. (1995)** The growth and elevated temperature stability of high refractory nickel-base single crystals. Materials Science and Engineering: B, Containing papers presented at the Indo-US Workshop on Nucleation and Growth in Solids, vol. 32, n°3, p. 255‑266.

**Pollock, T. M. et Tin, S. (2006)** Nickel-based superalloys for advanced turbine engines: chemistry, microstructure and properties. Journal of Propulsion and Power, vol. 22, n°2, p. 361‑374.

**Pröbstle, M.**, Neumeier, S., Feldner, P., Rettig, R., Helmer, H. E., Singer, R. F. et Göken, M. **(2016)** Improved creep strength of nickel-base superalloys by optimized γ/γ' partitioning behavior of solid solution strengthening elements. Materials Science and Engineering: A, vol. 676, n°Supplement C, p. 411‑420.

**Przybyla, C. P.**, Musinski, W. D., Castelluccio, G. M. et McDowell, D. L. **(2013)**. Microstructure-sensitive HCF and VHCF simulations. International Journal of Fatigue, vol. 57, p. 9‑27.

**Rae, C. M. F. et Reed, R. C. (2001)** The precipitation of topologically close-packed phases in rhenium-containing superalloys. Acta Materialia, vol. 49, n°19, p. 4113‑4125.

**Raffaitin, A. (2007)** Thèse de doctorat : Influence du cyclage thermique sur les comportements en oxydation/corrosion et en fluage des systèmes MCrAlY/superalliage à base de nickel. Toulouse : INP Toulouse.

**Reed, R. C.**, Matan, N., Cox, D. C., Rist, M. A. et Rae, C. M. F. **(1999)** Creep of CMSX-4 superalloy single crystals: effects of rafting at high temperature. Acta Materialia, vol. 47, n°12, p. 3367‑3381.

**Reed, R. C.**, Cox, D. C. et Rae, C. M. F. **(2007)** Damage accumulation during creep deformation of a single crystal superalloy at 1150 °C. Materials Science and Engineering: A, vol. 448, n°1–2, p. 88‑96.

**Reed, R. C. (2008)** The Superalloys: Fundamentals and Applications. Cambridge University Press.

**Riallant, F. (2014)** Thèse de doctorat : Modes d'endommagement à chaud du système AM1/NiAlPt/BT EBPVD : impact de la plasticité et interactions revêtement - substrat. Poitiers : ISAE-ENSMA.

**Ross, E. W. et O'Hara, K. S. (1996)** Rene N4: a first generation single crystal turbine airfoil alloy with improved oxidation resistance, low angle boundary strength and superior long time rupture strength. In R. D. Kissinger, D. J. Deye, D. L. Anton, A. D. Cetel, M. V. Nathal, T. M. Pollock, et D. A. Woodford (dir.), Superalloys 1996, p. 19–25. TMS.

**Roué, V.**, Doudard, C., Calloch, S., Montel, F., Pujol D'Andrebo, Q. et Corpace, F. **(2018)** Rapid determination of the high cycle fatigue properties of high temperature aeronautical alloys by self-heating measurements. In G. Hénaff (dir.), MATEC Web of Conferences, vol. 165, p. 22022.

**Royer, A.**, Bastie, P. et Veron, M. **(1998)** In situ determination of γ' phase volume fraction and of relations between lattice parameters and precipitate morphology in Ni-based single crystal superalloy. Acta Materialia, vol. 46, n°15, p. 5357‑5368.

**Ruttert, B.**, Bürger, D., Roncery, L. M., Parsa, A. B., Wollgramm, P., Eggeler, G. et Theisen, W. **(2017)** Rejuvenation of creep resistance of a Ni-base single-crystal superalloy by hot isostatic pressing. Materials & Design, vol. 134, p. 418‑425.

**Ruttert, B.**, Horst, O., Lopez-galilea, I., Langenkämper, D., Kostka, A., Somsen, C., Goerler, J. V., Ali, M. A., Shchyglo, O., Steinbach, I., Eggeler, G. et Theisen, W. **(2018)** Rejuvenation of Single-Crystal Ni-Base Superalloy Turbine Blades: Unlimited Service Life? Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 49, n°9, p. 4262‑4273.

**Sakai, T. (2009)** Review and prospects for current studies on very high cycle fatigue of metallic materials for machine structural use. Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering, vol. 3, n°3, p. 425‑439.

**Sakai, T.**, Nakagawa, A., Oguma, N., Nakamura, Y., Ueno, A., Kikuchi, S. et Sakaida, A. **(2016)** A review on fatigue fracture modes of structural metallic materials in very high cycle regime. International Journal of Fatigue, vol. 93, p. 339‑351.

**Schneider, W.**, Hammer, J. et Mughrabi, H. **(1992)** Creep deformation and rupture behavior of the monocrystalline superalloy CMSX-4 - A comparison with the alloy SRR99. In S. D. Antolovich, R. W. Stusrud, R. A. MacKay, D. L. Anton, T. Khan, R. D. Kissinger, et D. L. Klarstrom (dir.), Superalloy 1992, p. 589‑598. TMS.

**Sengupta, A.**, Putatunda, S. K., Bartosiewicz, L., Hangas, J., Nailos, P. J., Peputapeck, M. et Alberts, F. E. **(1994)** Tensile behavior of a new single-crystal nickel-based superalloy (CMSX-4) at room and elevated temperatures. Journal of Materials Engineering and Performance, vol. 3, n°1, p. 73–81.

**Shi, Z.**, Li, J., Liu, S. et Han, M. **(2011)** High cycle fatigue behavior of the second generation single crystal superalloy DD6. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, vol. 21, n°5, p. 998‑1003.

**Shi, Z.**, Li, J. et Liu, S. **(2012)** Effect of long term aging on microstructure and stress rupture properties of a nickel based single crystal superalloy. Progress in Natural Science: Materials International, vol. 22, n°5, p. 426‑432.

**Shi, Z.**, Liu, S., Yue, X., Hu, L., Yang, W., Wang, X. et Li, J. **(2017)** Effect of cellular recrystallization on tensile properties of a nickel-based single crystal superalloy containing Re and Ru. Journal of Iron and Steel Research, International, vol. 24, n°10, p. 1059‑1064.

**Shyam, A.**, Torbet, C. J., Jha, S. K., Larsen, J. M., Caton, M. J., Szczepanski, C. J., Pollock, T. M. et Jones, J. W. **(2004)** Development of ultrasonic fatigue for rapid, high temperature fatigue studies in turbine engine materials. In K. A. Green, T. M. Pollock, H. Harada, T. E. Howson, R. C. Reed, J. J. Schirra, et S. Walston (dir.), Superalloys 2004, p. 19–23. Champion, PA : TMS.

**Siebörger, D.**, Knake, H. et Glatzel, U. **(2001)** Temperature dependence of the elastic moduli of the nickel-base superalloy CMSX-4 and its isolated phases. Materials Science and Engineering: A, vol. 298, n°1, p. 26‑33.

**Simonetti, M. et Caron, P. (1998)** Role and behaviour of μ phase during deformation of a nickel-based single crystal superalloy. Materials Science and Engineering: A, vol. 254, n°1, p. 1‑12.

**Sims, C. T.**, Stoloff, N. S. et Hagel, W. C. **(1987)** Superalloys II: High-Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power.

**Smialek, J. L. (1998)** Oxidation resistance and critical sulfur content of single crystal superalloys. Journal of Engineering for Gas Turbines and Power, vol. 120, n°2, p. 370‑374.

**Šmíd, M.**, Kunz, L., Hutař, P. et Hrbáček, K. **(2014)** High cycle fatigue of nickel-based superalloy MAR-M 247 at high temperatures. Procedia Engineering, XVII International Colloquium on Mechanical Fatigue of Metals (ICMFM17), vol. 74, p. 329‑332.

**Šmíd, M.**, Hutař, P., Horník, V., Hrbáček, K. et Kunz, L. **(2016)** Stage I fatigue cracking in MAR-M 247 superalloy at elevated temperatures. Procedia Structural Integrity, 21st European Conference on Fracture, ECF21, 20-24 June 2016, Catania, Italy, vol. 2, p. 3018‑3025.

**Stanzl, S. E. (1986)** Fatigue testing at ultrasonic frequencies. Journal of the Society of Environmental Engineers, vol. 25, p. 11‑16.

**Stanzl-Tschegg, S. (2014)** Very high cycle fatigue measuring techniques. International Journal of Fatigue, New Advances in VHCF, vol. 60, p. 2‑17.

**Steuer, S.**, Hervier, Z., Thabart, S., Castaing, C., Pollock, T. M. et Cormier, J. **(2014)** Creep behavior under isothermal and non-isothermal conditions of AM3 single crystal superalloy for different solutioning cooling rates. Materials Science and Engineering: A, vol. 601, p. 145‑152.

**Steuer, S.**, Villechaise, P., Pollock, T. M. et Cormier, J. **(2015)** Benefits of high gradient solidification for creep and low cycle fatigue of AM1 single crystal superalloy. Materials Science and Engineering: A, vol. 645, p. 109‑115.

**Stinville, J. C.**, Martin, E., Karadge, M., Ismonov, S., Soare, M., Hanlon, T., Sundaram, S., Echlin, M. P., Callahan, P. G., Lenthe, W. C., Miller, V. M., Miao, J., Wessman, A. E., Finlay, R., Loghin, A., Marte, J. et Pollock, T. M. **(2018)** Fatigue deformation in a polycrystalline nickel base superalloy at intermediate and high temperature: Competing failure modes. Acta Materialia, vol. 152, p. 16‑33.

**Strangman, T. E.**, Hoppin III, G. S., Phipps, C. M., Harris, K. et Schwer, R. E. **(1980)** Development of exothermically cast single-crystal Mar-M 247 and derivative alloys. Superalloys 1980, p. 215‑224. Warrendale : TMS.

**Svetlov, I. L.**, Golovko, B. A., Epishin, A. I. et Abalakin, N. P. **(1992)** Diffusional mechanism of γ'-phase particles coalescence in single crystals of nickel-base superalloys. Scripta Metallurgica et Materialia, vol. 26, n°9, p. 1353‑1358.

**Telesman, J. et Ghosn, L. J. (1995)** Fatigue crack growth behavior of PWA 1484 single crystal superalloy at elevated temperatures. International Gas Turbine and Aeroengine Congress & Exposition, p. 1‑11. Houston : The American Society of Mechanical Engineers ASME.

**Thébaud, L.**, Villechaise, P., Cormier, J., Crozet, C., Devaux, A., Béchet, D., Franchet, J.-M., Organista, A. et Hamon, F. **(2015)** Relationships between microstructural parameters and time-dependent mechanical properties of a new nickel-based superalloy AD730TM. Metals, vol. 5, n°4, p. 2236‑2251.

**Tien, J. K. et Copley, S. M. (1971)** The effect of uniaxial stress on the periodic morphology of coherent gamma prime precipitates in nickel-base superalloy crystals. Metallurgical Transactions, vol. 2, n°1, p. 215‑219.

**Tien, J. K. et Gamble, R. P. (1971)** The room temperature fatigue behavior of nickel-base superalloy crystals at ultrasonic frequency. Metallurgical Transactions, vol. 2, n°7, p. 1933‑1938.

**Tin, S. et Pollock, T. M. (2003)** Phase instabilities and carbon additions in single-crystal nickel-base superalloys. Materials Science and Engineering: A, vol. 348, n°1, p. 111‑121.

**Tofique, M. W.**, Bergström, J. et Burman, C. **(2016)** Very high cycle fatigue crack initiation mechanisms in different engineering alloys. Procedia Structural Integrity, 21st European Conference on Fracture, ECF21, 20-24 June 2016, Catania, Italy, vol. 2, p. 1181‑1190.

**Tofique, M. W.**, Bergström, J., Svensson, K., Johansson, S. et Peng, R. L. **(2017)** ECCI/EBSD and TEM analysis of plastic fatigue damage accumulation responsible for fatigue crack initiation and propagation in VHCF of duplex stainless steels. International Journal of Fatigue, vol. 100, n°1, p. 251‑262.

**Véron, M.**, Brechet, Y. et Louchet, F. **(1996)** Directional coarsening of nickel based superalloys: driving force and kinetics. In R. D. Kissinger, D. J. Deye, D. L. Anton, A. D. Cetel, M. V. Nathal, T. M. Pollock, et D. A. Woodford (dir.), Superalloys 1996, p. 181–190. TMS.

**Versnyder, F. I. et Shank, M. E. (1970)** The development of columnar grain and single crystal high temperature materials through directional solidification. Materials Science and Engineering, vol. 6, n°4, p. 213‑247.

**Versnyder, F. I. (1982)** Superalloy technology - Today and tomorrow. High Temperature Alloys for Gas Turbines 1982 (p. 1‑49). Springer, Dordrecht.

**Wahl, J. B. et Harris, K. (2016)** CMSX-4® Plus single crystal alloy development, characterization and application development. In M. C. Hardy, E. Huron, U. Glatzel, B. Griffin, B. Lewis, C. Rae, V. Seetharaman, et S. Tin (dir.), Superalloys 2016, p. 25‑33. TMS.

**Walston, W. S.**, Schaeffer, J. C. et Murphy, W. H. **(1996)** A new type of microstructural instability in superalloys-SRZ. In R. D. Kissinger, D. J. Deye, D. L. Anton, A. D. Cetel, M. V. Nathal, T. M. Pollock, et D. A. Woodford (dir.), Superalloys 1996, p. 9–18. TMS.

**Wang, J.**, Guo, W.-G., Su, Y., Zhou, P. et Yuan, K. **(2016)** Anomalous behaviors of a single-crystal Nickel-base superalloy over a wide range of temperatures and strain rates. Mechanics of Materials, vol. 94, p. 79‑90.

**Wang, N.**, Liu, L., Gao, S., Zhao, X., Huang, T., Zhang, J. et Fu, H. **(2014)** Simulation of grain selection during single crystal casting of a Ni-base superalloy. Journal of Alloys and Compounds, vol. 586, p. 220‑229.

**Willertz, L. E. (1980)** Ultrasonic fatigue. International Metals Reviews, vol. 25, n°1, p. 65‑78.

**Wilson, B. C.**, Hickman, J. A. et Fuchs, G. E. **(2003)** The effect of solution heat treatment on a single-crystal Ni-based superalloy. JOM, vol. 55, n°3, p. 35‑40.

**Wright, P. K. et Anderson, A. F. (1980)** The influence of orientation on the fatigue of directionally solidified superalloys. Superalloys 1980, p. 689‑698. Warrendale : TMS.

**Wright, P. K.**, Jain, M. et Cameron, D. **(2004)** High cycle fatigue in a single crystal superalloy: time dependence at elevated temperature. In K. A. Green, T. M. Pollock, H. Harada, T. E. Howson, R. C. Reed, J. J. Schirra, et S. Walston (dir.), Superalloys 2004, p. 657–666. TMS.

**Wu, T. (1992)** Thèse de doctorat : Modélisation de la fissuration en fatigue vibratoire à haute température : applications aux alliages à base nickel. Paris : Ecole Centrale de Paris.

**Xie, G.**, Wang, L., Zhang, J. et Lou, L. H. **(2011)** Intermediate temperature creep of directionally solidified Ni-based superalloy containing local recrystallization. Materials Science and Engineering: A, vol. 528, n°7–8, p. 3062‑3068.

**Yi, J. Z.**, Torbet, C. J., Feng, Q., Pollock, T. M. et Jones, J. W. **(2007)** Ultrasonic fatigue of a single crystal Ni-base superalloy at 1000 °C. Materials Science and Engineering: A, vol. 443, n°1–2, p. 142‑149.

**Zhang, W.**, Li, Y., Liu, G., Zhao, A., Tao, C., Tian, J. et Yao, G. **(2004)** Recrystallization and fatigue failure of DS alloy blades. Engineering Failure Analysis, vol. 11, n°3, p. 429‑437.

**Younes, C. M.**, Allen, G. C. et Nicholson, J. A. **(2007)** High temperature oxidation behaviour of single crystal superalloys RR3000 and CMSX-4. Corrosion Engineering, Science and Technology, vol. 42, n°1, p. 80‑88.

**Zaefferer, S. et Elhami, N.-N. (2014)** Theory and application of electron channelling contrast imaging under controlled diffraction conditions. Acta Materialia, vol. 75, p. 20‑50.

## Propriétés en fatigue à grand et très grand nombre de cycles et à haute température des superalliages base nickel monogranulaires

Alice CERVELLON

Les propriétés en fatigue à grand et très grand nombre de cycles des superalliages base Ni monogranulaires ont été étudiées à 1000°C sous trois fréquences (0.5, 70 et 20000 Hz) et quatre rapports de charge (-1, 0.05, 0.3, 0.8), en prenant le CMSX-4 comme alliage de référence.
Dans un premier temps, le régime de fatigue à très grand nombre de cycles a été étudié à 20 kHz. A R = -1, la fissure fatale s'amorce à chaque fois depuis un pore de fonderie en interne et se propage suivant les plans cristallographiques {111}, pour des durées de vie entre $10^6$ et $10^9$ cycles, et ce malgré la présence d'autres défauts tels que les eutectiques ou carbures. Le procédé d'élaboration, en impactant directement la taille des pores de fonderie, contrôle la durée de vie alors que la microstructure a peu d'influence. A R = 0.8, le fluage contrôle la durée de vie en fatigue gigacyclique, et rend alors ce régime sensible à la microstructure et à la composition chimique de l'alliage. Les essais à très longues durées de vie (> $10^9$ cycles) ont également été caractérisés et ont permis de proposer un mécanisme d'amorçage dans ce régime de fatigue.
Dans un second temps, l'influence de la fréquence d'essai sur les endommagements dépendants du temps tels que l'oxydation et le fluage, et leur interaction, a été étudiée. A $R \leq 0$, diminuer la fréquence d'essai revient à inhiber la criticité des défauts internes en favorisant l'endommagement en surface par oxydation. A $R \geq 0.8$, le fluage est l'endommagement conduisant à la rupture des éprouvettes quelle que soit la fréquence de sollicitation ou la durée de vie. Les rapports de charge intermédiaires présentent une interaction importante entre les endommagements en oxydation, fatigue et fluage en fonction de la fréquence de sollicitation et des conditions de chargement. A partir de ces observations, un modèle d'endommagement a été proposé afin de prédire la durée de vie du CMSX-4 et présente des résultats satisfaisants par rapport aux données expérimentales.

Mots-clés : Endommagement, Mécanique de l' (milieux continus), Alliages réfractaires, Métaux—Effets des hautes températures, Alliages—Fatigue, Fluage, Durée de vie (ingénierie), Moulage (fonderie), Métaux—Défauts, Oxydation, Cycles, Superalliage base Ni monogranulaire, Fatigue à grand nombre de cycles, Fatigue gigacyclique, effet de fréquence.

## High and very high cycle fatigue of Ni-based single crystal superalloys at high temperature

High and very high cycle fatigue properties of Ni-based single crystal superalloys have been studied at 1000°C using three frequencies (0.5, 70, 20000 Hz), four stress ratios (-1, 0.05, 0.3, 0.8) and CMSX-4 alloy as reference.
Firstly, the very high cycle fatigue regime (VHCF) has been studied at 20 kHz. At R = -1, fatal crack always initiates between $10^6$ and $10^9$ cycles from an internal casting pore et then propagates in a crystallographic mode, despite the presence of other metallurgical defects such as eutectics and carbides. The elaboration process controls VHCF life under these conditions as it directly affects casting pore size, whereas microstructure has no relevant influence. At R = 0.8, creep controls VHCF life and makes this regime sensitive to microstructure and alloy's chemical composition. Long term tests (> 109 cycles) have also been characterized and have enabled to propose a crack initiation mechanism operating in the VHCF regime.
Secondly, the influence of frequency on time-dependent damages such as oxidation and creep, and their interaction, has been studied. At $R \leq 0$, reducing frequency inhibits the harmfulness of internal critical defects by promoting oxidation surface damage. At $R \geq 0.8$, creep damage leads to specimens rupture for all frequency test and loading conditions. Intermediate stress ratios present an important interaction between oxidation, fatigue and creep damage according to the frequency and loading conditions. Based on these observations, a damage model that predicts CMSX-4 fatigue life has been proposed and presents satisfying results in comparison to experimental data.

Keywords : Continuum damage mechanics, Heat resistant alloys, Metals—Effect of high temperatures on, Alloys—Fatigue, Creep, Service life (Engineering), Moulding (Founding), Metals—Defects, Oxidation, Cycles, Single crystal superalloy, HCF, VHCF, frequency effect