



**HAL**  
open science

**Prise en compte des évolutions de la précipitation  
gamma prime dans la modélisation du comportement  
mécanique en traction du PER72® au cours du  
traitement thermique: application à la prévision des  
contraintes résiduelles après trempe**

Paul Le Baillif

► **To cite this version:**

Paul Le Baillif. Prise en compte des évolutions de la précipitation gamma prime dans la modélisation du comportement mécanique en traction du PER72® au cours du traitement thermique: application à la prévision des contraintes résiduelles après trempe. Matériaux. Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2018. Français. NNT: 2018EMAC0013 . tel-03015670

**HAL Id: tel-03015670**

**<https://theses.hal.science/tel-03015670>**

Submitted on 20 Nov 2020

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

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



# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

IMT - École Nationale Supérieure des Mines d'Albi-Carmaux

---

**Présentée et soutenue par :**

**Paul LE BAILLIF**

le 23 mai 2018

**Titre :**

Prise en compte des évolutions de la précipitation gamma prime dans la modélisation du comportement mécanique en traction du PER72® au cours du traitement thermique : application à la prévision des contraintes résiduelles après trempé

---

**École doctorale et discipline ou spécialité :**

ED MEGEP : Génie mécanique, mécanique des matériaux

**Unité de recherche :**

Institut Clément Ader (ICA), UMR CNRS 5312, IMT Mines Albi

**Directeur/trice(s) de Thèse :**

Farhad REZAI-ARIA, Professeur, IMT Mines Albi  
Vincent VELAY, Maître-assistant, IMT Mines Albi

**Jury :**

Florence PETTINARI-STURMEL, Professeur, CEMES (Présidente)  
Mohammad JHAZI, Professeur, Université du Québec (Rapporteur)  
Frédéric DESCHAUX-BEAUME, Professeur, Université de Montpellier (Rapporteur)  
Jonathan CORMIER, Maître de Conférences, Institut P Prime (Examineur)  
Denis DELAGNES, Professeur, IMT Mines Albi (Examineur)  
Christian DUMONT, Ingénieur, Aubert & Duval (Examineur)  
Jean-Michel FRANCHET, Ingénieur, Safran Aircraft Engines (Invité)  
Antoine ORGANISTA, Ingénieur, Safran Helicopter Engines (Invité)



# Table des matières

<b>INTRODUCTION</b> .....	<b>7</b>
<b>CHAPITRE I : MATERIAU ET METHODES DE CARACTERISATION</b> .....	<b>11</b>
<b>1 MATERIAU ETUDIE : LE PER72®</b> .....	<b>11</b>
1.1 STRUCTURE .....	11
1.2 ÉLÉMENTS D'ALLIAGE .....	12
1.3 PROCÉDES D'ÉLABORATION .....	13
1.3.1 <i>Élaboration par voie « lingot coulé – forgeage »</i> .....	13
1.3.2 <i>Élaboration par « métallurgie des poudres »</i> .....	14
1.3.3 <i>Elaboration de la nuance de l'étude</i> .....	16
<b>2 INFLUENCE DU TRAITEMENT THERMIQUE SUR LA MICROSTRUCTURE DE L'ALLIAGE</b> .....	<b>17</b>
2.1 EFFET DE LA MISE EN SOLUTION .....	18
2.2 EFFET DE LA TREMPE .....	19
2.2.1 <i>Effet de la vitesse de refroidissement sur la taille des précipités</i> .....	19
2.2.2 <i>Effet de la vitesse de refroidissement sur la morphologie des précipités</i> .....	22
2.3 EFFET DES VIEILLISSEMENTS.....	24
<b>3 TECHNIQUES DE CARACTERISATION DE LA MICROSTRUCTURE</b> .....	<b>25</b>
3.1 EXTRACTION PAR DISSOLUTION .....	26
3.2 DIFFRACTION DE RAYONS X.....	28
3.3 ANALYSES CHIMIQUES PAR SPECTROMÉTRIE D'ÉMISSION OPTIQUE (ICP-OES) .....	29
3.4 PRÉPARATION METALLOGRAPHIQUE .....	30
3.5 MICROSCOPIE OPTIQUE ET MEB .....	31
3.6 ANALYSE D'IMAGES.....	31
3.7 DIFFUSION DE NEUTRONS AUX PETITES ANGLES (DNPA).....	32
3.7.1 <i>Diffusion neutronique</i> .....	32
3.7.2 <i>Dispositif expérimental</i> .....	34
3.7.3 <i>Traitement des données brutes</i> .....	35



---

<b>4</b>	<b>CARACTERISATION MECANIQUE.....</b>	<b>37</b>
4.1	MOYENS D'ESSAIS .....	37
4.1.1	<i>Essais de dureté.....</i>	37
4.1.2	<i>Essais de traction.....</i>	38
4.1.3	<i>Ligne d'amarrage pour les essais de traction « hautes températures ».....</i>	38
4.2	CONTROLE DE LA TEMPERATURE.....	39
<b>5</b>	<b>CONCLUSION .....</b>	<b>41</b>
	<b>CHAPITRE II : CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE A PLUSIEURS ECHELLES.....</b>	<b>43</b>
<b>1</b>	<b>PLAN D'EXPERIENCE .....</b>	<b>43</b>
1.1	PRESENTATION DU LOT DE MATIERE DE L'ETUDE .....	43
1.2	MATRICE EXPERIMENTALE .....	44
1.2.1	<i>Etude de la trempe.....</i>	46
1.2.2	<i>Étude des revenus.....</i>	47
1.2.3	<i>Etude des états proches de l'équilibre thermodynamique .....</i>	48
<b>2</b>	<b>ETUDE DE LA PRECIPITATION APRES ESSAIS MECANIQUES .....</b>	<b>50</b>
2.1	A L'ECHELLE DU GRAIN .....	50
2.2	A L'ECHELLE DES PRECIPITES $\gamma'$ SECONDAIRES (DE L'ORDRE DE LA CENTAINE DE NANOMETRES).....	51
2.3	A L'ECHELLE DES PRECIPITES GAMMA' TERTIAIRES (QUELQUES NM) .....	55
2.3.1	<i>Analyse des résultats de DNPA .....</i>	57
2.3.2	<i>Synthèse.....</i>	60
<b>3</b>	<b>CHIMIE ET FRACTION VOLUMIQUE DE LA PRECIPITATION <math>\gamma'</math>.....</b>	<b>60</b>
3.1	ANALYSES CHIMIQUES ET CRISTALLOGRAPHIQUES A L'EQUILIBRE.....	60
3.2	COMPARAISON DES ETATS BRUTS DE TREMPE ET VIEILLIS AVEC LES ETATS A L'EQUILIBRE .....	65
3.3	SYNTHESE PARTIELLE .....	68
<b>4</b>	<b>CONCLUSIONS ET SYNTHESE .....</b>	<b>68</b>

---

---

<b>CHAPITRE III : RELATIONS ENTRE PROPRIETES MECANIQUES ET MICROSTRUCTURE .....</b>	<b>73</b>
<b>1 ASPECTS BIBLIOGRAPHIQUES FOCALISES SUR LES SUPERALLIAGES .....</b>	<b>74</b>
1.1 MECANISMES DE FRANCHISSEMENT DES PRECIPITES PAR LES DISLOCATIONS.....	75
1.1.1 Introduction.....	75
1.1.2 Le contournement d'Orowan.....	78
1.1.3 Le cisaillement par paires de dislocations avec création de parois d'antiphase.....	78
1.1.4 Influence de la taille des précipités sur le mécanisme de franchissement adopté.....	80
1.2 INFLUENCE DES PARAMETRES MICROSTRUCTURAUX SUR LES PROPRIETES MECANIQUES EN TRACTION	81
1.2.1 Effet des précipités $\gamma$ secondaires.....	82
1.2.2 Effet des précipités $\gamma$ tertiaires.....	83
1.2.3 Effet de la distance inter-précipités .....	84
1.3 SYNTHÈSE.....	85
<b>2 CARACTERISATION MECANIQUE DE L'ALLIAGE : RESULTATS ET INTERPRETATIONS.....</b>	<b>86</b>
2.1 ETUDE DE LA TREMPE .....	86
2.1.1 Résultats des essais mécaniques.....	88
2.1.2 Impact de la température sur les propriétés mécaniques.....	94
2.1.3 Effet de la vitesse de refroidissement sur la limite d'élasticité.....	97
2.1.4 Impact des conditions de trempe sur les mécanismes activés.....	97
2.2 ETUDE DES REVENUS.....	102
2.2.1 Résultats de la caractérisation mécanique.....	102
2.2.2 Effet de la température de revenu et du temps de maintien.....	104
<b>3 CONCLUSION ET SYNTHÈSE : IDENTIFICATION DES PARAMETRES DE MICROSTRUCTURE .....</b>	<b>105</b>

---

<b>CHAPITRE IV : MODELISATION DU COMPORTEMENT MECANIQUE .....</b>	<b>109</b>
<b>1 CONTEXTE INDUSTRIEL .....</b>	<b>109</b>
<b>2 LOIS CONSTITUTIVES DU MODELE DE COMPORTEMENT .....</b>	<b>111</b>
2.1 PRESENTATION DU MODELE .....	112
<b>3 METHODOLOGIE D'IDENTIFICATION DES PARAMETRES .....</b>	<b>113</b>
3.1 PREMIERE ETAPE : IDENTIFICATION DE LA CONTRAINTE VISQUEUSE .....	113
3.2 SECONDE ETAPE : IDENTIFICATION DES PARAMETRES Q, B ET $\Sigma_0$ .....	118
<b>4 INTRODUCTION DES VARIABLES DE MICROSTRUCTURE DANS L'EXPRESSION DE LA LIMITE D'ELASTICITE.....</b>	<b>121</b>
4.1 EVOLUTIONS DES PARAMETRES MICROSTRUCTURAUX AVEC LES CONDITIONS DE TREMPE.....	121
4.2 CONDITIONS D'ACTIVATION DES DIFFERENTS MECANISMES DE FRANCHISSEMENT.....	125
4.2.1 <i>Dépendance en température</i> .....	125
4.2.2 <i>Dépendance en taille de précipités</i> .....	125
4.3 RESUME DES EQUATIONS DU MODELE DE COMPORTEMENT .....	126
4.4 SIMULATION DES ESSAIS DE TRACTION AVEC LE MODELE UNIFIE : VERIFICATION DE LA QUALITE DE L'IDENTIFICATION.....	129
<b>5 VALIDATION DU MODELE : INTEGRATION SOUS FORGE® .....</b>	<b>132</b>
5.1 MISE EN DONNEE. ....	132
5.2 RESULTATS DU CALCUL ET COMPARAISON AVEC L'EXPERIENCE .....	135
<b>6 CONCLUSIONS .....</b>	<b>140</b>
<b>CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES .....</b>	<b>141</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE.....</b>	<b>145</b>
<b>ANNEXES.....</b>	<b>151</b>

---

# Introduction

Depuis la fin de la seconde guerre mondiale, l'industrie aéronautique s'est particulièrement investie dans le développement des turbomoteurs. En effet le rendement associé à ce type de moteur est plus élevé que celui des moteurs à piston à haute vitesse (subsoniques – Mach 0,7 à 0,9), et nécessite un encombrement et un poids moindres à puissance équivalente. Ce type de moteur ou ses dérivés se retrouvent ainsi dans l'aviation commerciale ou militaire, mais aussi dans la plupart des hélicoptères.

Parmi les composants des turbomachines, les turbines HP (hautes pressions) constituent un des éléments les plus critiques. En effet, elles sont soumises à de fortes sollicitations thermo-mécaniques en raison de la vitesse de rotation pouvant atteindre 60000 tours par minute, ainsi qu'à l'exposition partielle aux gaz de combustion portés à très hautes températures (supérieures à 1500°C). Le disque, partie centrale de la turbine, va ainsi subir des contraintes de fatigue notamment au niveau de l'alésage, du fluage au niveau des interpailes, de la corrosion favorisée par l'exposition en température (jusqu'à 600°C), ainsi que de la fatigue thermique en raison des cycles de vols. Parmi les matériaux compatibles avec ces sollicitations extrêmes, les superalliages à base de nickel se sont révélés être de très bons candidats. En particulier, le PER72<sup>®</sup>, qui fait l'objet de cette étude, est un superalliage base nickel élaboré par voie coulé-forgé par la société Aubert & Duval. Il est constitué d'une matrice de nickel dans laquelle sont répartis les différents éléments d'addition soit en solution solide, soit en phase précipitée de type  $Ni_3(Ti, Al)$ .

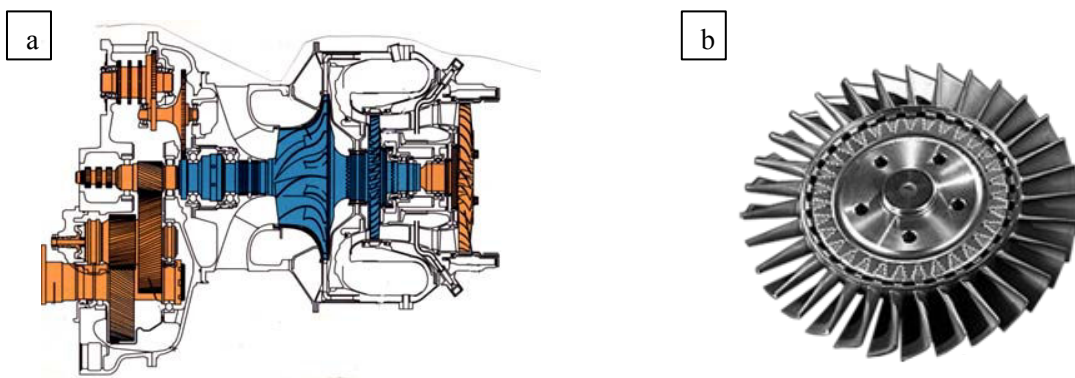


Figure 0 - 1 : Coupe d'un turbomoteur de type Arrius (a), disque de turbine équipé d'aubes (b) [www.lavionnaire.fr]

Cet alliage acquiert ses propriétés au travers d'un traitement thermique constitué d'une mise en solution, d'une trempe, puis de deux revenus. La mise en solution permet de dissoudre tout ou partie de la précipitation selon la température appliquée, et permet également un grossissement des grains

d'autant plus important que la quantité de précipités restante est faible, les précipités contrôlant ainsi la mobilité des joints de grains. Plus précisément, un alliage dit « High Strength » (haute résistance) sera obtenu par une mise en solution subsolvus. L'application « creep resistant » (résistant au fluage) sera quant à elle obtenue après un traitement supersolvus, permettant d'obtenir une macrostructure constituée de gros grains. La mise en solution s'achève ensuite par la trempe. Ce refroidissement entraîne une sursaturation de l'alliage en titane et aluminium. Une précipitation intragranulaire est alors formée. C'est cette dernière qui confère à l'alliage ses excellentes propriétés mécaniques en traction, en particulier sa forte limite d'élasticité aux températures de service (600°C) qui atteint des valeurs de l'ordre de 600MPa (PER72<sup>®</sup> « High Strength »). Le traitement thermique s'achève par deux revenus consécutifs pendant lesquels la taille des précipités est affinée. La limite d'élasticité s'en trouve alors augmentée d'une centaine de mégapascals.

De part la massivité de la pièce et la variation de contraction de l'alliage avec la température, la trempe peut générer des contraintes à l'origine de déformations plastiques. La plasticité se traduit alors en fin de traitement thermique par la présence de contraintes résiduelles, qui sont à l'origine, dans les cas extrêmes, de microfissurations (figure 0-2) parfois difficilement détectables, ou, dans une moindre mesure, de distorsions après usinage.

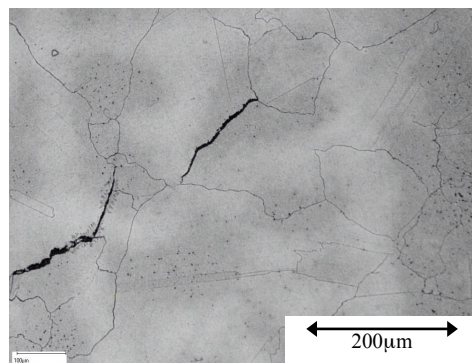


Figure 0 - 2 : Exemple de microfissures dans le PER72<sup>®</sup> après trempe [Aubert & Duval]

En raison des besoins de puissance et de fiabilité toujours croissants exprimés par les motoristes, la compréhension de l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques avec le traitement thermique représente un réel enjeu pour les élaborateurs. C'est dans ce contexte que le projet collaboratif COMMETAD 720 (**CO**mportement **M**étallurgique, **M**écanique **Et** Thermomécanique pour l'Alliage pour **D**isque de type Udimet<sup>®</sup>720) a été lancé au début de l'année 2011, réunissant Turboméca du groupe Safran, Aubert & Duval, L'institut P'-ENSMA et l'Institut Clément Ader-Mines Albi (ICAA). Mon travail de thèse s'est déroulé au sein de l'ICAA et s'inscrit dans le cadre de ce projet.

Afin de comprendre les phénomènes conduisant à la génération de ce type de contraintes, la trempe du PER72<sup>®</sup> a été particulièrement étudiée. Comme le montre le schéma de la figure 0-3, l'origine des contraintes résiduelles est associée à deux effets. D'une part, une contrainte d'origine thermomécanique est générée par les variations de température qui diffèrent d'un point à l'autre de la pièce. D'autre part, ces différences de température et de vitesses de refroidissement entraînent des différences de microstructure et donc des propriétés mécaniques locales dans la pièce. Cette combinaison peut alors être à l'origine de déformations plastiques qui, une fois la pièce complètement refroidie, génèrent des contraintes résiduelles. Autant la simulation du comportement thermomécanique d'un matériau donnée est connue, autant la prise en compte de l'évolution du matériau au cours du traitement ne l'est pas. Cet aspect innovant représente l'enjeu principal de ce travail de thèse.

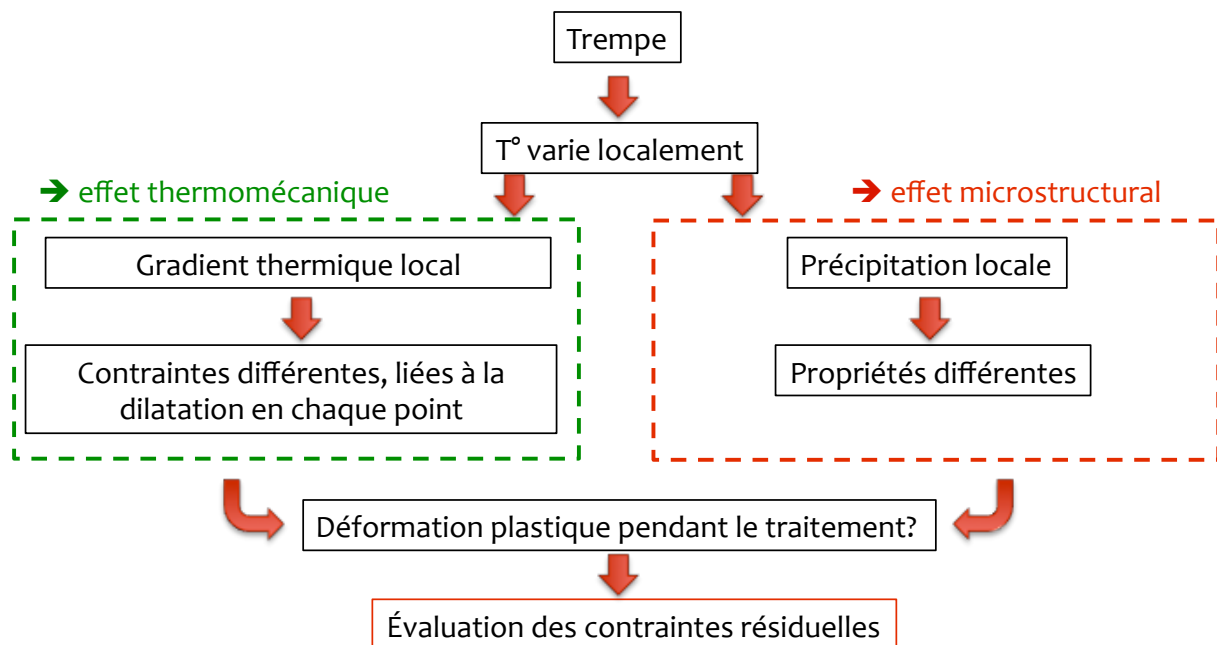


Figure 0 - 3 : Schéma de la génération des contraintes résiduelles au cours de la trempe

Ainsi, dans l'optique de définir un premier modèle permettant d'estimer les contraintes résiduelles, plusieurs objectifs ont été définis au préalable :

Tout d'abord, il est nécessaire de reproduire en laboratoire, sur un élément de volume de l'alliage, une trempe contrôlée in situ en mesurant précisément la température, la vitesse de trempe et permettant de plus d'accéder aux caractéristiques mécaniques en cours de refroidissement.

L'étape suivante est la compréhension des phénomènes métallurgiques conduisant à la génération de contraintes résiduelles, par l'étude de la microstructure de l'alliage.

La formulation d'un modèle de comportement mécanique adapté à la trempe constitue la dernière étape à l'estimation des contraintes résiduelles.

A partir des objectifs énoncés ci-dessus, ce manuscrit s'est articulé autour de quatre parties :

La première partie présente tout d'abord la nuance de l'étude : le superalliage à base de nickel PER72<sup>®</sup>. Le traitement thermique et son influence sur la microstructure de l'alliage sont ensuite abordés. Enfin, les différents moyens de caractérisations de la microstructure sont décrits.

Dans la seconde partie, les différentes conditions expérimentales de l'étude sont tout d'abord précisées et justifiées en référence au procédé industriel. Ensuite, les influences de la vitesse de refroidissement à partir de la mise en solution ainsi que de la température d'arrêt du refroidissement sur la microstructure seront présentées. Les évolutions de la fraction volumique et de la taille des précipités au cours de la trempe seront quantifiées, et ces éléments seront comparés aux résultats obtenus lors d'un traitement « industriel ».

La troisième partie est consacrée à la description de l'influence de la microstructure de l'alliage sur les propriétés mécaniques. L'évolution des propriétés mécaniques associée à chacun des traitements thermiques étudiés sera mise en relation avec l'évolution de la microstructure. En particulier, sur la base d'une étude bibliographique, le rôle majeur de la précipitation de la phase  $\gamma'$  est analysé.

Puis, une quatrième partie abordera la modélisation du comportement mécanique en cours de trempe. Le comportement de l'alliage soumis à une sollicitation en traction est fortement influencé par la température d'essai. Il est également sensible à la vitesse de refroidissement, et donc à la précipitation. Dans une optique de modélisation non seulement phénoménologique mais aussi physique, le rôle de la microstructure est pris en compte dans la formulation d'un modèle de comportement adapté. La robustesse de cette modélisation est ensuite testée par la simulation d'une trempe d'un galet industriel, et comparée aux résultats expérimentaux issus d'une analyse d'un galet en diffraction de neutrons.

Enfin nous concluons en résumant les principaux résultats obtenus et en proposant de nombreuses perspectives liées à la problématique du projet COMMETAD 720.

# Chapitre I : Matériau et méthodes de caractérisation

## 1 Matériau étudié : le PER72<sup>®</sup>

### 1.1 Structure

Le PER72<sup>®</sup> (ou NiCr18Co15TiMoAl dans la désignation normalisée européenne) [1] est un superalliage à base de nickel à durcissement structural par précipitation élaboré par la société Aubert & Duval. De part ses bonnes propriétés mécaniques à haute température et sa résistance à la corrosion, il est utilisé dans la confection de disques de turbines d'hélicoptères, pièces soumises à de fortes sollicitations mécaniques et thermiques.

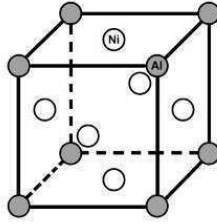
Cet alliage est équivalent à l'Udimet<sup>®</sup>720Li (ou U720Li), cette dénomination étant plus usuelle. Sa composition chimique est décrite dans le tableau I-1.

Tableau I- 1 : Compositions (%wt) du PER72<sup>®</sup> [1]

	Ni	Cr	Co	Ti	Mo	Al	W	C	B	Zr
PER72 <sup>®</sup>	Base	18	15	5	3,0	2,5	1,2	0,04	0,02	0,03

Cet alliage est constitué d'une matrice austénitique  $\gamma$  de nickel, de structure CFC. Les divers éléments d'alliages sont d'une part répartis en solution solide dans la matrice  $\gamma$ , et d'autre part précipitent (Ti et Al principalement) sous la forme de particules de  $Ni_3(Ti, Al)$ . Cette phase est appelée phase  $\gamma'$  et possède une structure cristallographique ordonnée de type  $L1_2$ . Elle peut atteindre 45% de la fraction molaire de l'alliage [2].



Figure I - 1 : Structure ordonnée de la phase  $\gamma'$  [3]

Cette précipitation se répartit dans l'alliage sous la forme de différentes populations, classées suivant leur taille et séquence de formation au cours du traitement thermomécanique :

- **les  $\gamma'$  primaires ( $\gamma'_p$ )** : ils sont formés lors de la solidification du lopin et sont localisés principalement aux joints de grains. La taille moyenne de ces précipités peut atteindre 1 à 10 microns. Ces précipités sont incohérents avec la matrice.
- **les  $\gamma'$  secondaires ( $\gamma'_s$ )** : ces précipités intragranulaires sont formés pendant la trempe et les revenus. Leur taille moyenne est de l'ordre de la centaine de nanomètres, avec une morphologie qui peut varier selon les conditions de traitement thermique (globulaires, cubique, ...). Contrairement aux précipités  $\gamma'$  primaires, les  $\gamma'$  secondaires présentent une relation d'orientation cristallographique avec la matrice.
- **les  $\gamma'$  tertiaires ( $\gamma'_t$ )** : tout comme les secondaires, les précipités tertiaires sont intragranulaires, formés pendant la trempe et les revenus, et ils sont cohérents avec la matrice. Leur taille moyenne est cependant bien plus petite, de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres. Leur morphologie est globulaire.

## 1.2 Éléments d'alliage

Les différents éléments d'addition ont un rôle spécifique qui permet d'améliorer les propriétés de l'alliage. Le tableau I-2 présente de façon succincte les principaux effets des éléments d'addition. Dans ce tableau, les carbures sont recensés à la fois dans les effets positifs et négatifs. En effet, différents travaux [8–10] permettent de montrer que la formation des carbures permet de contribuer au durcissement du PER72<sup>®</sup>, mais peut également occasionner une fragilisation locale ou encore rendre l'alliage sensible à l'oxydation.

Tableau I - 2 : Résumé des effets des éléments d'addition dans les alliages base nickel [5-6]

Élément	Effets positifs	Effets négatifs
Cr	Renforcement de la phase $\gamma$ , améliore la résistance à la corrosion à chaud et à l'oxydation, formation de carbures $M_{23}C_6$	Formation de carbures $M_{23}C_6$ , favorise la formation de TCP*
Mo	Renforcement de la phase $\gamma$ , formation de carbures $M_6C$ et MC	Formation de carbures $M_6C$ et MC, augmente la densité
W	Renforcement de la phase $\gamma$	Favorise la formation de TCP*, augmente la densité
Ti	Formation de la phase $\gamma'$ , formation de carbures MC	Formation de carbures MC
Al	Formation de la phase $\gamma'$ , améliore la résistance à l'oxydation	/
Co	Renforcement de la phase $\gamma$ , augmente le solidus	/
C	Formation de carbures qui contribuent peu ou sensiblement au durcissement suivant la teneur initiale	Formation de carbures qui fragilisent l'alliage
B, Zr	Améliore la résistance des joints de grains, inhibe la croissance des carbures	/

\* Phase TCP : « topologically close-packed phase », phase topologiquement compacte. Ces phases, de cristallographie différente des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ , fragilisent l'alliage [8].

### 1.3 Procédés d'élaboration

Le développement des superalliages a été rendu possible par le développement de procédés d'élaborations sous vide et de refusion, limitant ainsi les inclusions d'oxyde ainsi que les ségrégations chimiques. Les superalliages polycristallins sont élaborés suivant deux principales méthodes : la voie « lingot coulé – forgeage » et l'élaboration par « métallurgie des poudres ».

#### 1.3.1 Élaboration par voie « lingot coulé – forgeage »

La gamme de fabrication est constituée de plusieurs étapes (figure I-2) :

- Une première coulée est réalisée par fusion sous vide par induction (VIM : Vacuum Induction Melting). Lors de cette étape, les différents éléments d'alliage sont incorporés au nickel afin d'obtenir la composition chimique souhaitée, tout en limitant l'oxydation d'éléments tels que l'aluminium ou le titane.

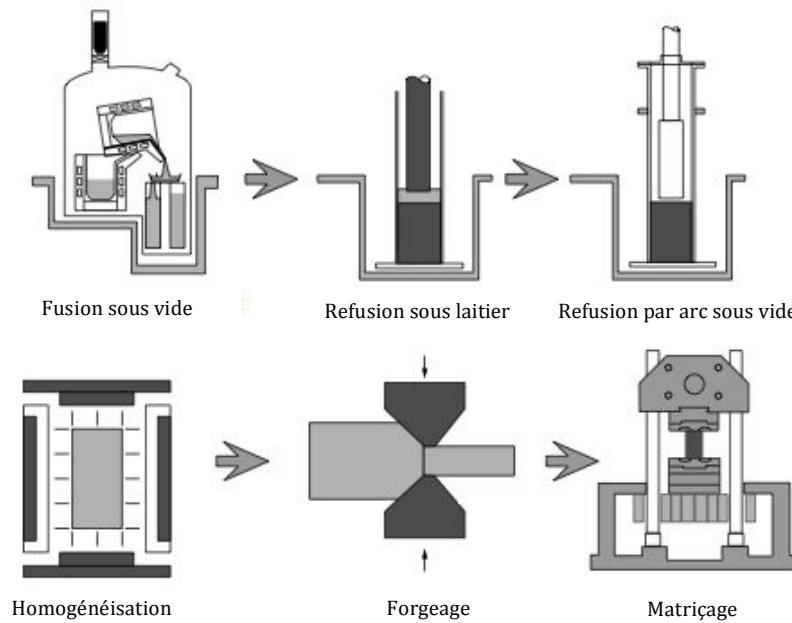


Figure I - 2 : Séquence d'élaboration par voie "lingot coulé - forgeage" [9]

- Afin de réduire les inclusions indésirables et de réduire le taux de soufre, l'alliage est refondu sous laitier (ESR : Electro Slag Remelting), puis par arc sous vide (VAR : Vacuum Arc Remelting).
- L'homogénéisation de la composition chimique est ensuite réalisée par un traitement thermique. Puis, différentes étapes de forgeage à chaud sous presse hydraulique permettent d'affiner la microstructure. Le demi-produit ainsi réalisé se présente sous la forme d'une billette.
- Le matriçage d'un tronçon de billette permet d'obtenir un disque forgé dont la géométrie est proche de ses cotes finales. Après usinage, la pièce est enfin contrôlée.

Cette voie « lingot coulé-forgeage » est encore la plus employée du fait de son plus faible coût que la métallurgie des poudres. Cependant elle présente les inconvénients de générer des ségrégations chimiques, des hétérogénéités microstructurales ou encore des phases fragilisantes. Afin de réduire ces risques, on peut être amené à considérer une taille limite pour les lingots, qui diminue avec la fraction d'éléments d'additions.

### 1.3.2 Élaboration par « métallurgie des poudres »

Le développement de nouveaux alliages toujours plus performants (en termes de durée de vie) se fait principalement par l'ajout toujours plus important d'éléments d'addition. Cependant, cette évolution des compositions chimiques entraîne d'une part une sensibilité aux ségrégations chimiques, et d'autre part une baisse de la ductilité, rendant l'alliage encore plus difficilement forgeable.

L'élaboration par métallurgie des poudres a donc été développée dans le but de répondre à ces problématiques. En effet, en élaborant un alliage à partir de fines particules calibrées, le forgeage de pièces de géométrie complexe devient possible. De plus, la composition initiale des particules étant homogène, les ségrégations chimiques et les écarts de propriétés mécaniques dans la pièce finale se trouvent limités. Les différentes étapes de ce procédé d'élaboration sont décrites ci-dessous (figure I-3) :

- De même que pour la voie « lingot coulé-forgeage », une première étape de fusion par induction sous vide permet la réalisation d'une coulée de composition donnée.
- Les poudres sont obtenues à partir de cette coulée par centrifugation ou par atomisation sous gaz inerte : le métal est dispersé en fines gouttelettes qui se solidifient rapidement au cours de leur vol dans la tour d'atomisation.
- Un tamisage permet ensuite de sélectionner la morphologie des particules.
- Les poudres sont ensuite « mises sous gaine » : elles sont introduites dans un conteneur en acier inoxydable scellé sous vide.
- Le conteneur est alors mis sous forte pression, à haute température afin de compacter et lier les particules. On parle de compaction isostatique à chaud (CIC, ou HIP). Une autre solution consiste en l'extrusion du conteneur, qui permet ensuite d'obtenir une microstructure homogène et un morcellement des inclusions non éliminées lors du tamisage.
- Selon les cas, la mise en forme de la pièce peut être réalisée par forgeage isotherme. Enfin, un usinage permet d'obtenir la géométrie finale de la pièce.

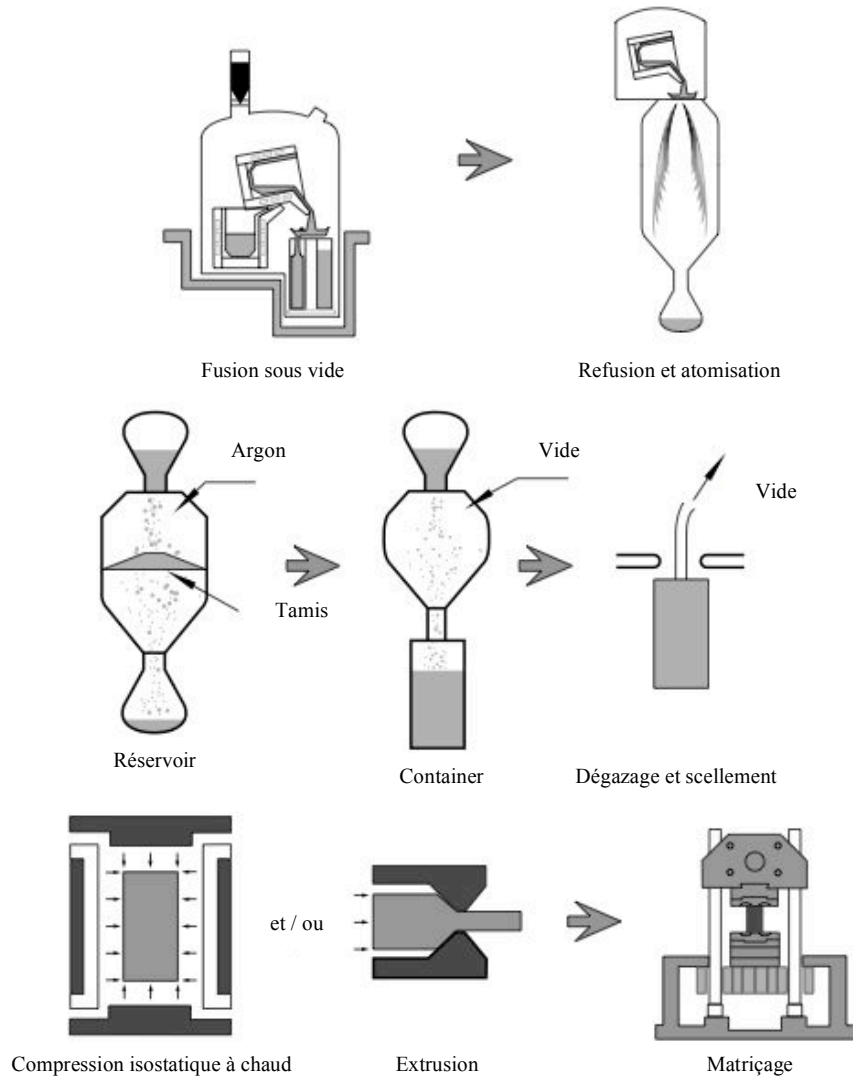


Figure I- 3 : Séquence d'élaboration par « métallurgie des poudres » [9]

Bien que cette méthode d'élaboration confère à l'alliage une très bonne homogénéité de composition chimique et de microstructure, la taille de grains est limitée à la taille des poudres d'origine. En effet, les particules originelles sont recouvertes d'un film d'oxyde formé lors de l'atomisation, film qui sera conservé lors des étapes suivantes de l'élaboration. On parle alors des joints de grains formés par ces films comme de PBP (Prime Boundaries Particles).

### 1.3.3 Elaboration de la nuance de l'étude

De part les spécificités mécaniques requises en fluage, les disques de turbine de cette étude nécessitent une quantité significative de gros grains. Ils sont donc élaborés par la voie « coulé-forgé ». Cependant, à l'issue de ce procédé, l'alliage possède des propriétés qui doivent encore être optimisées. Un traitement thermique complexe complète alors ce procédé afin d'obtenir les propriétés mécaniques finales. L'influence de ce traitement sur la microstructure et les propriétés mécaniques de l'alliage constitue le cœur de cette étude.

## 2 Influence du traitement thermique sur la microstructure de l'alliage

Pour la réalisation de disques de turbine, un lopin est tout d'abord forgé afin de former une ébauche aux dimensions proches de la géométrie du produit fini. L'alliage est alors constitué de grains fins (de taille comprise entre 5 et 20  $\mu\text{m}$ ) et la précipitation est principalement présente sous la forme de particules de  $\gamma'$  primaires (d'une taille d'environ 5 $\mu\text{m}$ ), situés aux joints de grains (figure I-4). Ce type de microstructure n'est pas optimal pour l'application « disques de turbines » : les grains sont fins et vont présenter une résistance insuffisante au fluage. D'autre part, la précipitation grossière de  $\gamma'$  ne permet pas de renforcer le matériau de façon efficace et homogène.

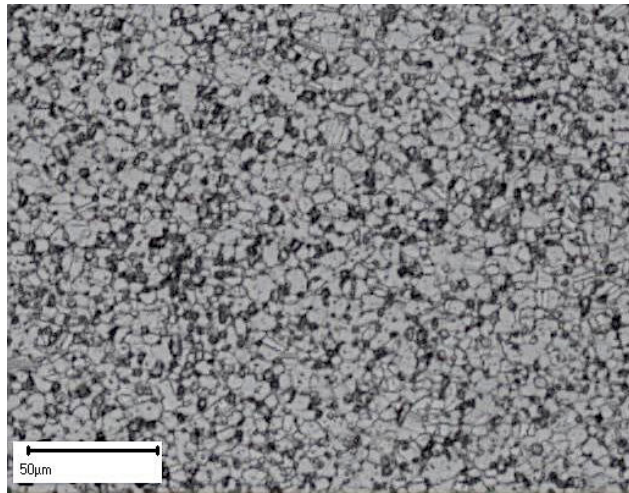


Figure I - 4 : Microstructure du PER72 avant traitement thermique observée au microscope optique, après attaque chimique à l'eau régale

Afin d'optimiser cette microstructure, le PER72® subit un traitement thermique qui consiste en une mise en solution supersolvus, une trempe et deux revenus (figure I-5). Chacune de ces étapes joue un rôle bien défini.

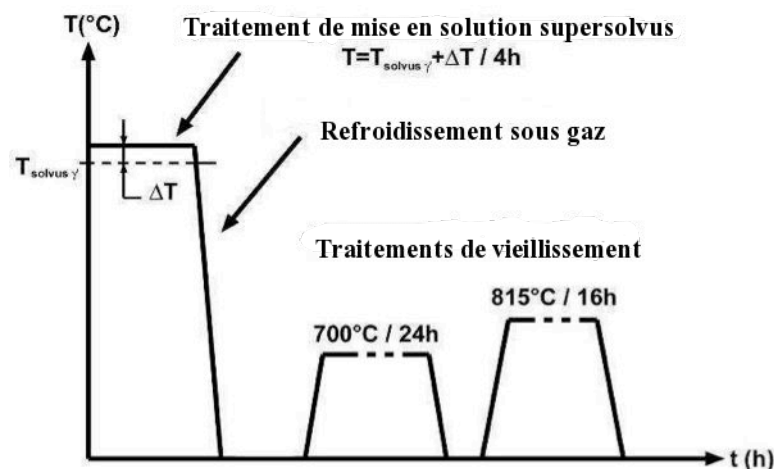


Figure I - 5 : Exemple de traitement thermique "supersolvus" du PER72®

## 2.1 Effet de la mise en solution

La mise en solution est la première étape du traitement thermique usuel des superalliages à base de nickel. Elle consiste à porter l'alliage à une température  $T$  pendant un temps donné  $t$ . Selon les valeurs de température et de temps de maintien, cette étape permet de dissoudre tout ou partie de la phase  $\gamma'$  dans la phase  $\gamma$ .

Pour une température proche de  $T_{\text{solvus}}$  (1156°C pour le PER72<sup>®</sup>), un temps de maintien suffisant permet de réarranger des atomes dont la mobilité est contrôlée par les phénomènes de diffusion. Plus ce temps sera important, plus la microstructure tendra vers un des états thermodynamiquement stables définis ci-après. A l'échelle de la précipitation, le temps d'établissement d'une microstructure stable peut être atteint en quelques heures, comme l'ont montré Monajati et al. [10].

Par conséquent, la température de dissolution de la phase  $\gamma'$ ,  $T_{\text{solvus}}$ , représente une température charnière dans l'effet de la mise en solution sur la microstructure de l'alliage. Selon la température de mise en solution par rapport à  $T_{\text{solvus}}$ , différentes microstructures thermodynamiquement stables peuvent être obtenues à l'équilibre.

A l'échelle des joints de grains, la mise en solution permet une mobilité de ces derniers par phénomène de diffusion et de capillarité. Plus le temps de mise en solution est important, plus les grains sont de taille importante. Cependant, selon la valeur de la température de mise en solution, la fraction de précipités non dissous peut être à l'origine de différentes tailles de grains. En effet, les précipités  $\gamma'$  primaires étant de grande taille, ils sont aussi les derniers à être dissous. Dans le cas d'une mise en solution sub-solvus, ces précipités seront donc encore en partie présents. Même présent en faible quantité, ils freinent alors la croissance des grains par ancrage des joints sur ces précipités. On parle alors « d'épinglage Zener ». Au contraire, une mise en solution supersolvus permettra de dissoudre la totalité des précipités. L'ancrage des joints par effet Zener est ainsi supprimé et la croissance des grains est dans ce cas uniquement contrôlée par la diffusion des atomes dans la matrice  $\gamma$  [11]. Jackson et Reed [12] présentent une analyse quantitative de l'influence de la température de mise en solution sur la taille de grains (figure I-6).

Dans le cas particulier d'une température  $T$  proche de  $T_{\text{solvus}}$ , une microstructure singulière peut être obtenue. En effet, du fait de ségrégations chimiques générées lors de la solidification, la température de solvus peut varier localement. La mise en solution à la température de traitement théorique peut donc s'avérer localement éloignée de la température de solvus réelle. Ce phénomène peut ainsi être à l'origine de zones dans lesquelles les précipités n'ont pas été totalement dissous. En conséquence, la taille de grains peut être relativement hétérogène. On parle alors de microstructure « duplex »

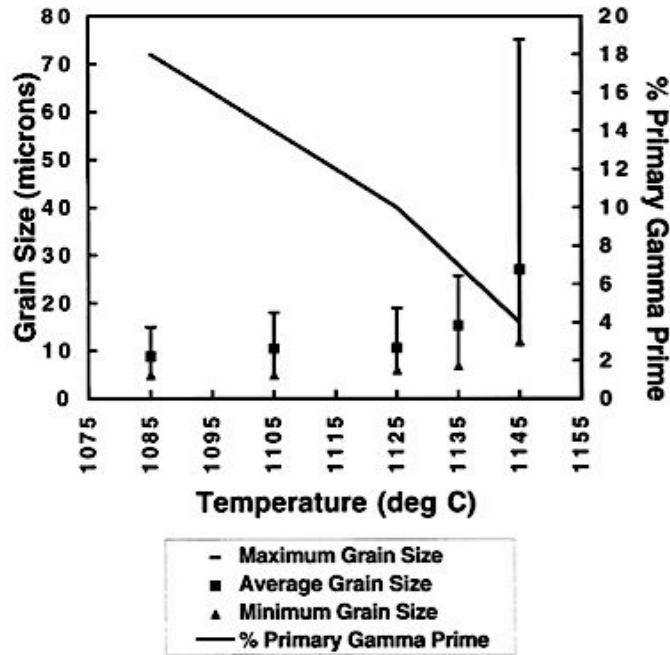


Figure I - 6 : Evolution de la taille de grains et de la fraction de phase  $\gamma'$  avec la température de mise en solution – Cas de l'Udimet® 720 pour des températures proches du solvus  $\gamma'$  ( $T_{\text{solvus}}=1156^{\circ}\text{C}$ ) [12]

## 2.2 Effet de la trempe

Au terme de la mise en solution, l'alliage est refroidi. L'équilibre thermodynamique est donc modifié et la formation des précipités  $\gamma'$  trouve son origine dans la sursaturation de la matrice. Cette précipitation est intragranulaire et répartie de manière relativement homogène dans les grains de l'alliage.

Selon la vitesse de refroidissement appliquée, plusieurs populations de précipités peuvent se former successivement, et la taille et la morphologie des précipités de chaque population peuvent être différentes.

### 2.2.1 Effet de la vitesse de refroidissement sur la taille des précipités

Furrer a montré que dans un alliage tel que l'U720Li (élaboré par métallurgie des poudres), la vitesse de refroidissement impactait directement la taille des précipités intragranulaires formés au cours de la trempe (figure I-7) [13]. En effet, pour des refroidissements rapides (de l'ordre de  $300^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ), les précipités formés sont de petite taille : 200nm. Au contraire, les refroidissements lents (de l'ordre de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ) permettent aux précipités de croître, et d'atteindre une taille de 800nm.



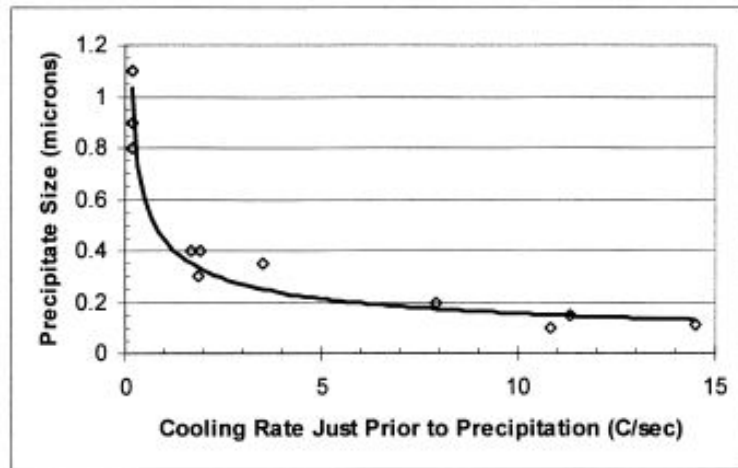


Figure I - 7 : Evolution de la taille de précipités secondaire avec la vitesse de refroidissement – U720Li élaboré par métallurgie des poudres [13]

Une étude complémentaire, réalisée par Mao, présente des résultats de tendance similaire [2]. La taille moyenne constatée est cependant légèrement inférieure, puisqu'il obtient respectivement des précipités d'une taille de 300nm et 150nm pour des refroidissements de 30°C/min et 200°C/min.

Par ailleurs, pour les faibles vitesses de trempe (refroidissement inférieur à 30°C/min), une taille moyenne de précipités inférieure à la tendance générale est constatée (figure I-8). L'observation des échantillons révèle la présence d'une population de précipités supplémentaire, dont la taille est bien inférieure à celle de la première. Ceci permet d'expliquer la baisse de la taille moyenne mesurée. Plusieurs études mettent ainsi en évidence la possibilité pour la phase  $\gamma'$  de présenter des vagues successives de germination, en particulier pour les faibles vitesses de trempe [2], [12], [14].

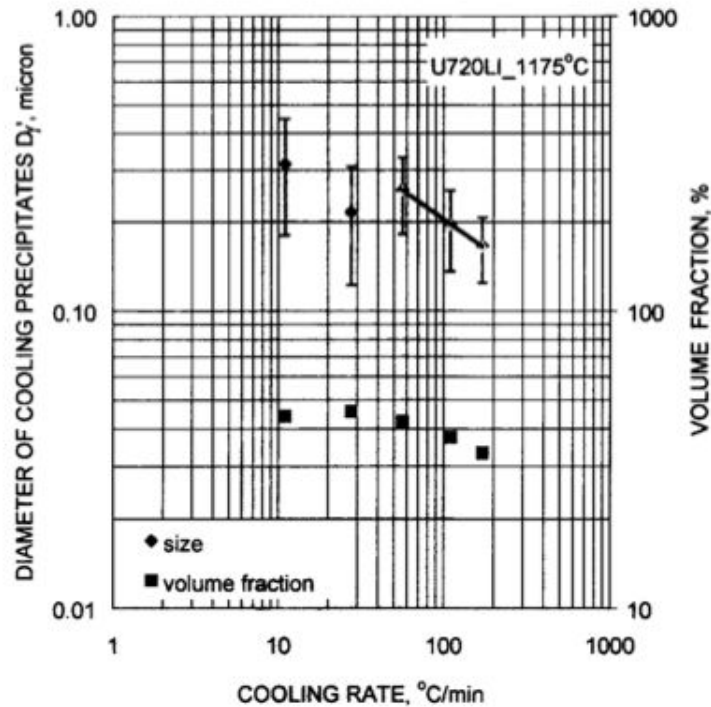


Figure I - 8 : Evolution de la fraction et la taille des précipités avec la vitesse de refroidissement [2]

Les effets de la vitesse de refroidissement sur les tailles de précipités peuvent en partie être expliqués par les aspects thermodynamiques de la précipitation. Au cours du refroidissement, la limite de solubilité en éléments d'alliage dans la matrice baisse. La sursaturation est alors définie comme l'écart entre la concentration réelle à un instant  $t$  donné, et la concentration de saturation dans les conditions de pression et température de l'instant  $t$ . L'écart de concentration par rapport à la concentration d'équilibre correspond un écart de niveau d'énergie libre [15], [16]. La sursaturation est ainsi assimilée à une force motrice de la précipitation. Au cours du refroidissement, la sursaturation a tendance à augmenter, mais elle dépend fortement de la vitesse de refroidissement.

Dans le cas de la précipitation au cours d'une trempe, la vitesse de refroidissement joue un rôle clé. Deux cas peuvent être discutés : une trempe rapide et une trempe lente.

- Pour un refroidissement rapide, la sursaturation en éléments d'alliage augmente rapidement. La formation brusque d'un grand nombre de petits précipités est alors constatée [17]. Le temps passé à haute température est court. Les mécanismes de diffusion qui permettent aux précipités de croître ont donc peu de temps pour opérer. Les précipités formés en fin de refroidissement sont donc de petite taille.

- En comparaison, pour un refroidissement lent, la sursaturation augmente plus lentement. Le temps passé à haute température est plus important. La diffusion permet aux précipités de réduire leur énergie d'interface et globalement de croître par dissolution des petits précipités au profit de la

croissance des plus gros, ou par déplacement de l'interface précipité/matrice. En fin de refroidissement, de plus gros précipités peuvent être observés. Néanmoins, leur nombre est inférieur à celui constaté pour une vitesse de trempe plus rapide car la densité de germes est moins élevée.

Par ailleurs, le processus de germination-croissance se faisant au cours du refroidissement, il est possible de rencontrer une situation particulière : la sursaturation augmente, contrôlée par le refroidissement continu, et la température devient trop faible pour que la diffusion permette d'homogénéiser la concentration en éléments d'alliage entre deux précipités, si bien que la longueur de diffusion reste bien inférieure à la distance moyenne entre deux précipités. Dans ce cas précis, une nouvelle germination peut avoir lieu, entre les précipités formés lors de la première vague de précipitation (figure I-9). Cette deuxième population est alors constituée de petits précipités. Cette théorie a été largement discutée par Mao, Furrer ou encore Radis [13], [14], [18]–[20].

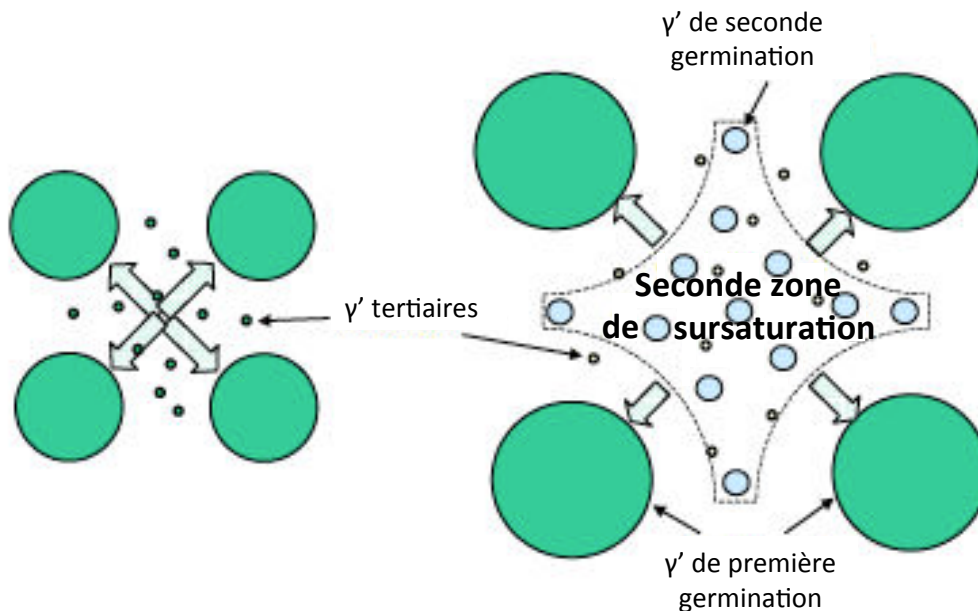


Figure I - 9 : Précipitations successives : seconde germination entre les premiers précipités formés - adapté de [18]

Compte tenu de la diversité de taille de précipités qui ont été rencontrées dans ces différentes études, il n'est pas pertinent de considérer simplement une taille moyenne de précipités pour une vitesse de refroidissement donnée. Il est nécessaire de considérer la distribution de tailles dans son ensemble.

## 2.2.2 Effet de la vitesse de refroidissement sur la morphologie des précipités

La cristallographie des phases joue également un rôle dans les mécanismes de précipitation. Le désaccord paramétrique  $\delta$  est défini comme l'écart de paramètre de maille normalisé par le paramètre moyen (équation E I-1).

$$\delta = \frac{2(a_{\gamma'} - a_{\gamma})}{(a_{\gamma'} + a_{\gamma})} \quad (\text{E I-1})$$

où  $a_{\gamma'}$  et  $a_{\gamma}$  sont respectivement les paramètres de maille des précipités  $\gamma'$  et de la matrice  $\gamma$ .

Au cours de la croissance des précipités, le système tend à minimiser son énergie libre. Or un désaccord paramétrique important tend à faire augmenter l'énergie d'interface entre le précipité et la matrice. Plusieurs études [21], [22] ont ainsi constaté une croissance selon les directions  $\langle 111 \rangle$  attribuée à une augmentation d'énergie libre moindre qu'en cas de croissance isotrope. Les précipités présents sous forme de sphères pour des tailles nanométriques peuvent alors prendre la forme de cubes, ou encore de choux-fleurs, au cours de la croissance.

Au delà d'une certaine taille de précipité, l'énergie de déformation élastique est telle qu'une perte de cohérence se produit. Dans ce cas extrême, la phase  $\gamma'$  peut adopter une morphologie dendritique [13], [22], [23] (figure I-10).

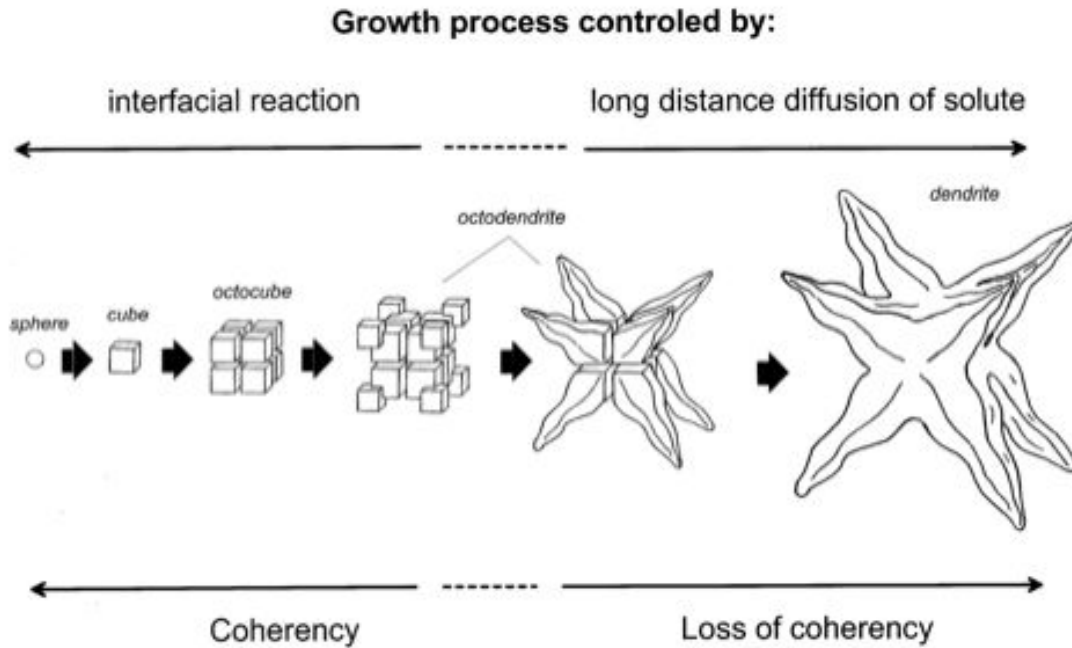


Figure I - 10 : Morphologie des précipités dans les superalliages à base de Nickel [22]

La vitesse de refroidissement influence également la morphologie des précipités, comme le montre Furrer dans son étude [13]. Il constate que dans le cas de refroidissements lents ( $1,3^{\circ}\text{C/s}$ ), les précipités formés au refroidissement ont une morphologie irrégulière voire cubique. Pour des vitesses de trempe particulièrement lentes ( $0,12^{\circ}\text{C/s}$ ) des précipités de géométrie dendritique ont été observés. La vitesse de trempe peut donc entraîner une anisotropie de la croissance des particules d'autant plus marquée que le refroidissement est lent. L'origine de cette dépendance peut se trouver dans les mécanismes de diffusion mis en jeu à haute température. Plus le refroidissement est lent, plus le

Le système est susceptible de se rapprocher d'un état thermodynamiquement stable, formant ainsi des précipités d'aspect dendritique.

Plusieurs études de l'état d'équilibre thermodynamique à haute température évoquent la possibilité de former des précipités  $\gamma'$  en « éventail » (figure I-11). La littérature internationale préfère le terme de «  $\gamma'$  Fan » en référence aux pales d'hélices et aubes de turbine.

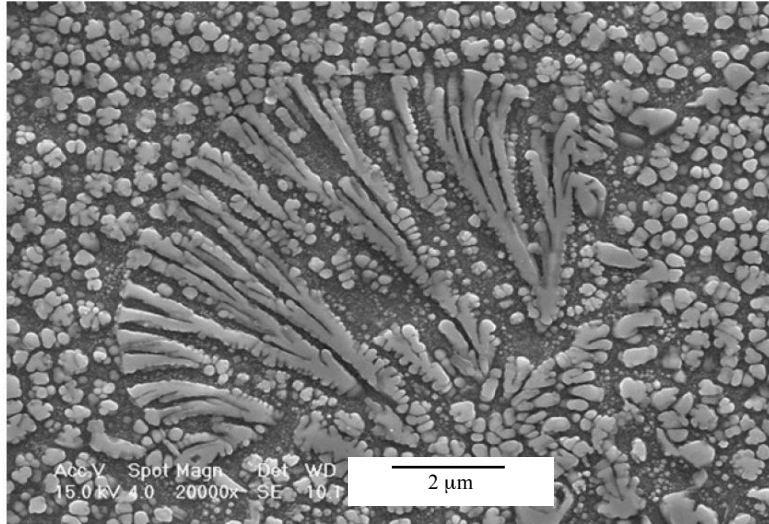


Figure I - 11 :  $\gamma'$ Fan observé dans un superalliage base Nickel – observation MEB après attaque électrochimique à l'acide oxalique [24]

En conclusion, suivant les vitesses de refroidissement au cours de la trempe, les mécanismes de diffusion peuvent entraîner :

- la formation de précipités de taille importante et de morphologie irrégulière qui peuvent s'avérer néfastes à la tenue mécanique (vitesses lentes)
- La précipitation de particules de petite taille (de quelques dizaines de nanomètres) et réparties de manière homogène dans la matrice avec dans ce cas un gain réel des caractéristiques mécaniques.

### 2.3 Effet des vieillissements

La dernière étape du traitement thermique consiste en un vieillissement, ou revenu. Elle permet d'une part de limiter les contraintes résiduelles de trempe sur des pièces de géométrie complexe, et d'autre part d'améliorer les caractéristiques mécaniques de l'alliage.

Suivant la température et la durée du ou des revenus, le traitement permet d'ajuster la taille des précipités afin d'obtenir les propriétés mécaniques souhaitées. La taille optimale dépend du type de sollicitation, de la température de service ou encore de la taille de grain. L'influence de la

microstructure sur les propriétés mécaniques sera plus particulièrement discutée dans le cadre du chapitre 3.

Plusieurs études se sont portées sur l'influence de la température et de la durée du vieillissement sur la précipitation [12], [25]. Les auteurs constatent que seuls les plus petits précipités, les  $\gamma'$  tertiaires, semblent affectés par cette étape du traitement thermique (figure I-12). Ces travaux ont montré que l'amélioration des propriétés mécaniques par le revenu était d'autant plus bénéfique que la trempe précédant ce traitement était rapide.

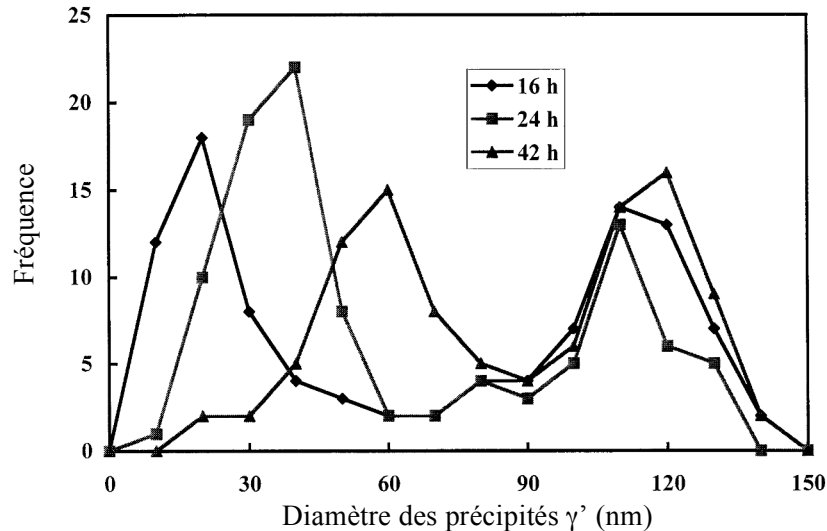


Figure I- 12 : Evolution de la distribution statistique de tailles de précipités en fonction de la durée du revenu – adapté de [12]

Enfin, Zhou constate également qu'après un long temps de vieillissement, les petits précipités coalescent puis tendent à se dissoudre au profit de la croissance de plus gros précipités [25].

En conclusion, les différentes étapes du traitement thermique semblent avoir un effet significatif sur la microstructure du PER72<sup>®</sup>. Cette dernière est potentiellement constituée d'une matrice CFC (phase  $\gamma$ ) et de plusieurs populations de précipités dont la taille et la morphologie sont susceptibles de différer selon les conditions de traitement thermique. Afin de caractériser au mieux la microstructure de l'alliage, différentes techniques expérimentales ont été mises en œuvre.

### 3 Techniques de caractérisation de la microstructure

Compte tenu de la diversité des tailles et de morphologie des précipités potentiellement présents dans le PER72<sup>®</sup>, la microstructure est caractérisée à différentes échelles. Les techniques de séparation, d'observation et de caractérisation de l'alliage utilisées dans cette étude sont présentées ci-après.

### 3.1 Extraction par dissolution

Afin de caractériser la précipitation dans les alliages métalliques à haute résistance, des méthodes d'extraction ont été développées et utilisées au sein du laboratoire lors d'études précédentes [12-13]. En particulier, une méthode adaptée aux superalliages à base de nickel a été développée [28]: l'extraction de la phase  $\gamma'$  par dissolution électrochimique de la matrice  $\gamma$ .

Le montage électrique utilisé dans cette étude est un montage classique à trois électrodes (figure I-13). Les principaux éléments le constituant sont décrits ci-dessous :

- une électrode de travail : il s'agit dans notre cas de l'échantillon de l'alliage à étudier, préalablement décapé afin d'éliminer une éventuelle couche d'oxydes en surface.
- une électrode de référence dont le potentiel est constant et connu. Celle-ci permet de contrôler le potentiel de l'électrode de travail. Pour notre étude, une électrode au calomel saturé a été utilisée ( $\text{Hg}, \text{Hg}_2\text{Cl}_2 / \text{Cl}$ )
- une électrode auxiliaire (ou contre-électrode) qui permet de mesurer le courant circulant dans la cellule électrochimique. Pour les extractions réalisées au laboratoire, une cage cylindrique de platine a été utilisée, permettant de placer l'échantillon au centre et ainsi de l'attaquer de façon homogène sur toute sa surface.

Ces trois électrodes sont plongées dans un électrolyte spécifique à la matrice et à la phase durcissante à extraire. Un potentiostat permet de réguler la tension entre l'échantillon et la contre électrode de platine. Le potentiel permettant une attaque sélective de la matrice a été déterminé dans le cadre d'une précédente étude [28]. Après 48 heures d'attaque, environ 5g de la matrice ont été dissous (pour un barreau de dimensions  $10 \times 10 \times 30 \text{mm}^3$ ). Les précipités restent en suspension dans la solution électrolytique.

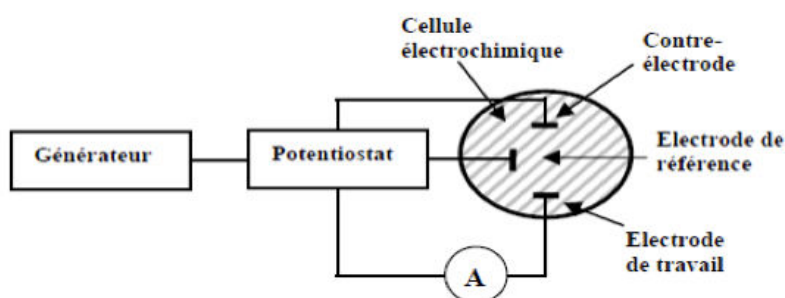


Figure I - 13 : Schéma d'une cellule d'électrolyse [28]

Les précipités sont séparés de la solution à l'aide d'une centrifugeuse Beckman Coulter Avanti J-30I équipée d'un rotor JA-30.50Ti qui peut contenir 8 tubes de 50 mL chacun. La centrifugation est réalisée à une vitesse de 30 000 tr/min, permettant d'atteindre une accélération radiale de  $10^6 \text{ m.s}^{-2}$ .



Après un cycle de 40 minutes, 3 parties peuvent être identifiées dans les tubes (figure I-14). La solution P1, dépourvue de précipités en suspension, est prélevée afin d'analyser sa composition chimique. Les éléments présents en solution solide dans la matrice sont dissous dans cette solution. Les parties P2 et P3 contiennent les précipités extraits. Elles sont donc laissées dans le tube le temps de centrifuger tout le volume de solution électrolytique. Une fois l'ensemble de la solution centrifugé, les parties P2 et P3 de chaque tube sont rassemblées dans un seul et même tube qui est complété avec de l'eau distillée. Après une nouvelle centrifugation du dernier tube, la solution P2 nouvellement formée et les précipités (P3) sont conservés dans le tube. Celui-ci est alors placé à l'étuve à 65°C pendant 12h afin d'évaporer l'eau et ne laisser que les précipités au fond du tube. La poudre de précipités est enfin récupérée dans un pilulier fermé hermétiquement.

Les précipités sont ainsi séparés de la matrice et peuvent être analysés indépendamment. On peut alors accéder à différentes caractéristiques des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ , telles que la composition chimique des phases par analyse ICP-OES (Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry) (après dissolution des précipités dans une solution aqueuse d'eau régale), ou l'analyse cristallographique des précipités par diffraction de rayons X. On peut également accéder à des informations quantitatives, comme la fraction massique de précipités extraits.

Cependant, il convient de signaler que le risque d'erreur lié à cette technique expérimentale est significatif. En effet, il est possible de « perdre » une partie des précipités lors des étapes de prélèvement de la solution P1 ou lors du rinçage. Par ailleurs, plus la fraction de précipités est faible, plus le risque d'erreur sur la fraction massique est important. Compte tenu du fait que ces risques sont également liés à l'opérateur, l'erreur est difficilement quantifiable. La valeur estimée par la pesée de la poudre sera donc une valeur par défaut.

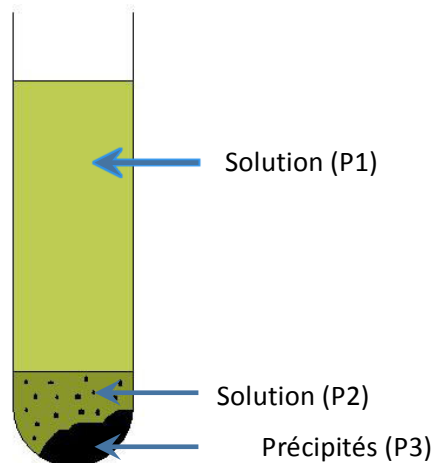


Figure I- 14 : Schéma d'un tube après centrifugation



### 3.2 Diffraction de rayons X

Cette technique permet d'analyser les phases présentes dans un échantillon cristallin. Un faisceau monochromatique de rayons X est dirigé sur l'échantillon. Les plans cristallins diffractent le faisceau si l'angle d'incidence entre ces plans et le faisceau satisfait à la condition de Bragg, qui établit une relation entre  $\lambda$  la longueur d'onde d'un faisceau de rayons X,  $d$  la distance interréticulaire associée à une famille de plans  $\{h, k, l\}$  et  $\theta$  l'angle d'incidence:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{h,k,l} \cdot \sin \theta \quad (\text{E I-1})$$

Dans cette étude, la méthode utilisée est celle de Debye-Scherrer. La longueur d'onde  $\lambda$  est fixée alors que l'on fait varier l'angle d'incidence  $\theta$ . Cette méthode a été appliquée aux échantillons massifs mais aussi aux précipités extraits par dissolution électrochimique de la matrice. Cependant, les poudres ne présentent pas d'orientation fixe. Cette analyse est donc basée sur l'hypothèse que parmi tous les précipités, il y en aura suffisamment de même orientation pour permettre une diffraction selon un angle donné. Afin d'augmenter l'intensité du faisceau diffracté, en plus d'un balayage suivant l'angle  $\theta$ , le porte échantillon tourne sur lui même.

Après analyse, on observe un spectre d'intensité fonction de l'angle  $2\theta$ , dont les raies correspondent aux différents plans cristallographiques. Les espèces présentes sont identifiées par comparaison avec les spectres théoriques rassemblés dans les fiches JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards).

L'appareil utilisé pour effectuer ces analyses est un diffractomètre Philips X'Pert Pro à porte-échantillon tournant. Il est équipé d'une anticathode en cuivre ( $\lambda=0,154\text{nm}$ ), d'un monochromateur pour s'affranchir de la fluorescence des éléments d'alliages et d'un détecteur XCellerator (figure I-15).

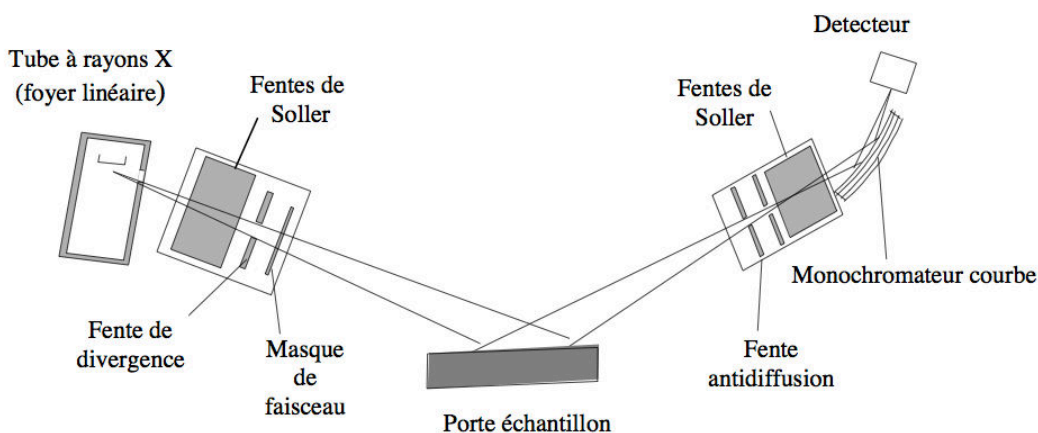


Figure I - 15 : Configuration expérimentale du diffractomètre utilisé [29]

### 3.3 Analyses chimiques par Spectrométrie d'émission optique (ICP-OES)

L'ICP-OES est une technique qui permet l'analyse chimique des solutions. L'appareil comprend différents éléments (figure I-16) :

- une source d'atomisation qui permet de disperser la solution à étudier en un nuage de fines gouttelettes. Ce nuage est produit sous gaz inerte. Pour cette étude, de l'argon a été utilisé.
- une torche à plasma couplée à un générateur à induction qui permet de ioniser la solution d'étude.
- un dispositif de spectrométrie équipé d'un polychromateur
- un ensemble électronique et informatique de traitement des données.

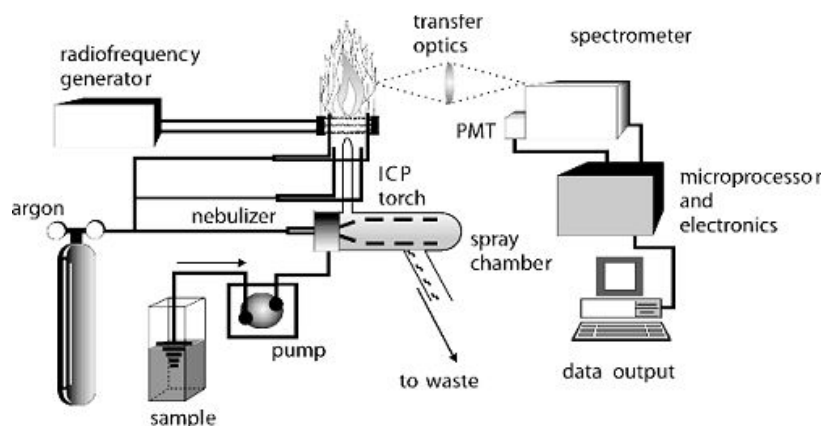


Figure I - 16 : Schéma d'un ICP-OES (Glasswarechemical.com)

Le générateur haute fréquence équipé d'une spire conductrice chauffe une pièce métallique par induction. Au contact de cette pièce, l'argon est ionisé. De part sa résistance au courant induit, le plasma ainsi formé s'échauffe par effet Joule, et est porté à très haute température (6000 à 10000K).

Une fois la torche amorcée, la solution d'étude peut être atomisée et injectée avec l'argon. Le plasma émet alors un rayonnement lumineux correspondant à la désexcitation des ions et atomes présents dans le plasma. Les niveaux d'énergie étant propres à chaque élément chimique, l'analyse de ce rayonnement lumineux permet de déterminer la composition chimique de la solution étudiée.

Le spectromètre utilisé est équipé d'un polychromateur. Ceci permet d'analyser toutes les raies lumineuses en même temps, et ainsi toutes les espèces chimiques.

Pour convertir l'intensité lumineuse mesurée en valeur de concentration, le signal mesuré est comparé à celui obtenu avec des solutions de références, de concentrations connues. L'intensité lumineuse d'une raie donnée étant proportionnelle à la concentration de l'élément chimique associé, il est possible d'étalonner le spectromètre à partir d'un nombre limité de solutions étalon. Afin d'éviter d'éventuels effets combinés de plusieurs éléments chimiques, les étalonnages associés à chaque espèce ont été dans un premier temps réalisés indépendamment les uns des autres. Dans un second temps, des combinaisons de plusieurs éléments ont été analysées afin de valider l'absence d'interférences. Les concentrations en espèces chimiques de ces solutions ont été choisies de manière à encadrer les concentrations rencontrées dans les échantillons à analyser.

Au terme de l'étalonnage, pour un élément chimique, et donc une raie lumineuse donnée, il est possible de relier l'intensité lumineuse à la concentration.

Les analyses effectuées dans cette étude ont été réalisées au laboratoire Rapsodee, de l'École de Mines d'Albi, au moyen d'un ICP-OES HORIBA Jobin Yvon Ultima 2.

### **3.4 Préparation métallographique**

Avant d'observer la microstructure du PER72<sup>®</sup> au microscope optique ou électronique, il est nécessaire de préparer les échantillons. Tout d'abord, un polissage au papier SiC est effectué (grade 180 jusqu'au grade 1200). Le polissage de finition est réalisé à l'aide de feutres sur lesquels est projetée une suspension diamantée jusqu'au grade 1 $\mu$ m. L'état de surface obtenu est de type « poli miroir ». La précipitation de la phase  $\gamma'$  est ensuite révélée par une attaque chimique à « l'eau régale » (30%HCl, 70%HNO<sub>3</sub>) diluée à l'eau distillée. Cette attaque chimique permet de dissoudre les précipités présents dans le plan de coupe, laissant apparaître leur empreinte à la surface de l'échantillon. Enfin, les échantillons sont rincés à l'éthanol dans un bain à ultrasons puis séchés à l'air chaud.

### 3.5 Microscopie optique et MEB

Après préparation, les échantillons peuvent être observés, selon le grandissement voulu, soit au microscope optique soit au microscope électronique à balayage (MEB). Le microscope optique utilisé est un microscope numérique Keyence, équipé d'une caméra et d'un objectif Z100 permettant un grandissement jusqu'à x1000.

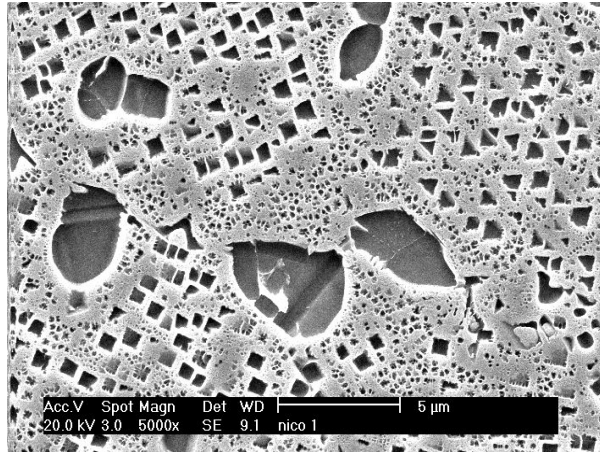


Figure I - 17 : Exemple d'observation du PER72<sup>®</sup> au MEB à faible grossissement – Traitement thermique subsolvus  
(précipitation  $\gamma'$  au sein de la matrice  $\gamma$ )

Au delà de ce grandissement, un MEB équipé d'un canon à émission de champ (MEB-FEG pour Field Emission Gun) a été utilisé. La réalisation d'images de bonne résolution à des grandissements importants, supérieurs à x100 000 est ainsi possible (cf figure I-17).

Le MEB-FEG utilisé au laboratoire est un microscope FEI Nova Nano 450, permettant une résolution d'environ 1nm dans des conditions optimales d'observation.

### 3.6 Analyse d'images

Au delà de l'observation des images obtenues via un MEB ou MEB-FEG, il convient d'analyser et de quantifier les paramètres liés à la précipitation observée. Par l'utilisation d'un logiciel d'analyse d'images, il est possible remonter à la fraction surfacique de précipités, la distribution de tailles ou encore la distance inter-précipités.

Le logiciel Aphelion<sup>™</sup> permet d'obtenir ces données, mais uniquement à partir d'images binarisées. Un traitement préalable des images MEB est donc nécessaire.

Tout d'abord, l'image est nettoyée : les niveaux de gris de l'image sont moyennés par groupe de 9 pixels (carré de 3x3 pixels), ce qui permet d'éliminer le « bruit de fond ».

Ensuite, les précipités sont identifiés sur l'image par seuillage : on définit à partir de quel niveau de gris on différencie la phase  $\gamma'$  de la matrice  $\gamma$ . Les précipités détectés sont ensuite classifiés par famille de taille, comme le montre la figure I-18. Pour chaque famille, une liste des caractéristiques géométriques est créée et analysée. Parmi ces caractéristiques, les aires de chaque précipité sont additionnées pour obtenir la surface cumulée de précipités sur l'image. Le rapport de cette somme par la quantité totale de pixels de l'image permet d'accéder à la fraction surfacique de précipités.

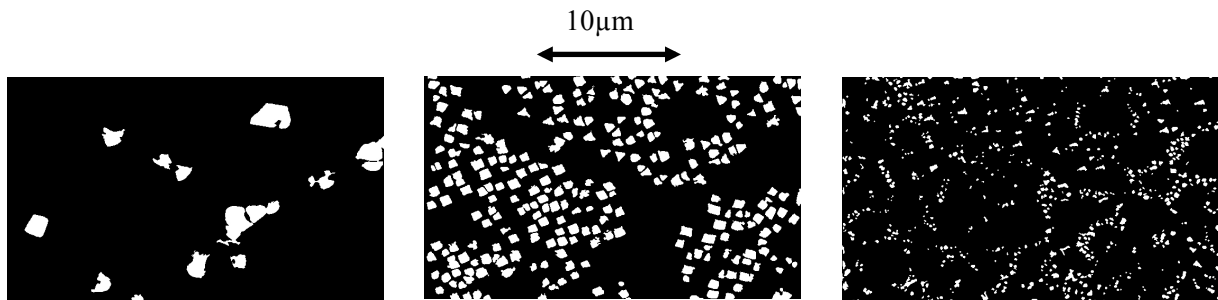


Figure I - 18 : Exemple de classification de précipités par famille de tailles

La mesure de la distance inter-précipités est quant à elle issue du comptage du nombre de pixels séparant des couples de particules adjacentes. Ce calcul est effectué pour chaque paire de précipités d'une même image. L'échelle de l'image permet alors de ramener le nombre moyen de pixels comptés à une distance en nanomètres.

Le détail des opérations de traitement des images permettant d'aboutir à ces paramètres est précisé dans l'annexe I-1 « Méthode d'analyse d'images ».

### 3.7 Diffusion de Neutrons aux Petites Angles (DNPA)

Bien que très performant, le MEB utilisé dans cette étude ne permet pas d'accéder à une éventuelle précipitation de taille nanométrique. La technique de Diffusion de Neutrons aux Petits Angles (DNPA) a donc été utilisée afin de déterminer le rayon moyen et la fraction volumique des précipités de taille nanométrique présents dans l'alliage. Cette méthode présente l'avantage de travailler sur un volume d'échantillon significatif de quelques dizaines de millimètres cubes, ce qui permet de s'affranchir des hétérogénéités du matériau [15–17]. Les expérimentations ont été réalisées au Laboratoire Léon Brillouin du CEA de Saclay. La source de neutrons est fournie par le réacteur Orphée.

#### 3.7.1 Diffusion neutronique

La DNPA consiste à envoyer un faisceau monochromatique et collimaté de neutrons sur un échantillon et à mesurer la distribution du faisceau diffusé dans un domaine de petite ouverture (5 à 10°). La direction de diffusion est donnée par le vecteur de diffusion  $q$ , défini par l'équation E I-2 :

$$q = \frac{4\pi \cdot \sin \theta}{\lambda} \quad (\text{E I-2})$$

Avec  $\lambda$  la longueur d'onde et  $\theta$  l'angle de diffusion

La diffusion des neutrons par la matière résulte de deux interactions distinctes liées aux caractéristiques des neutrons :

- une interaction magnétique entre le moment magnétique de l'atome, qui dépend du spin des électrons des couches non totalement remplies, et celui du neutron. Du fait de sa nature électronique, cette interaction se traduit par un facteur de forme magnétique dépendant du vecteur de diffusion  $q$ .

- une interaction nucléaire entre le neutron et le noyau des atomes. Cette interaction nucléaire est caractérisée par la longueur de diffusion, paramètre qui varie d'un élément chimique à l'autre. Contrairement au facteur de forme magnétique, le caractère quasi ponctuel de cette interaction nucléaire rend la longueur de diffusion indépendante du vecteur de diffusion.

Dans notre cas, les phases constituant notre alliage sont toutes deux « non-magnétiques ». Seule l'interaction nucléaire est à considérer.

La section efficace de diffusion différentielle exprime la probabilité qu'un neutron incident soit diffusé dans un angle solide  $d\Omega$ . Dans un système cristallin composé de  $N$  atomes de longueur de diffusion  $b_i$  et de position  $r_i$  elle s'écrit [31]:

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega} = \left| \sum_N b_i e^{iqr_i} \right|^2 \quad (\text{E I-3})$$

Cette section efficace est la somme de deux contributions :

- une contribution incohérente liée à la présence d'isotopes et de spins non nuls.
- une contribution cohérente qui est seulement fonction de la longueur de diffusion moyenne de tous les isotopes et de tous les spins de l'espèce considérée.

Dans le cas de la diffusion aux petits angles, la section efficace de diffusion nucléaire des précipités s'écrit :

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega} \Big|_{\text{Nucl}} = \left| \int_V \Delta\rho_{\text{Nucl}} e^{iqr_i} dV \right|^2 \quad (\text{E I-4})$$

Avec  $\Delta\rho_{\text{Nucl}}$  le contraste nucléaire défini par :

$$\Delta\rho_{\text{Nucl}} = \frac{b_{\text{Nucl}}^{\gamma'}}{V_{\text{at}}^{\gamma'}} - \frac{b_{\text{Nucl}}^{\gamma}}{V_{\text{at}}^{\gamma}} \quad (\text{E I-5})$$

Où  $b_{\text{Nucl}}^{\gamma'}$  et  $b_{\text{Nucl}}^{\gamma}$  sont les longueurs de diffusion nucléaire du précipité  $\gamma'$  et de la matrice  $\gamma$ , et  $V_{\text{at}}^{\gamma'}$  et  $V_{\text{at}}^{\gamma}$  leurs volumes atomiques respectifs.

En considérant une solution diluée de sphères de rayon identique  $R_0$ , ce système peut être représenté par la diffusion d'une seule sphère de rayon  $R_0$  dans un volume  $V$  :

$$I = \frac{d\Sigma}{d\Omega} \Big|_{Nucl} = \Delta\rho_{Nucl}^2 \cdot V^2 \cdot F(q, r)^2 \quad (\text{E I-6})$$

Avec  $F(q, r)$  le facteur de forme pour une sphère :

$$F(q, r) = \left[ 3 \left( \frac{\sin qR_0 - qR_0 \cos qR_0}{(qR_0)^3} \right) \right]^2 \quad (\text{E I-7})$$

Ainsi, pour une distribution de particules sphériques de tailles différentes, l'intensité diffusée devient :

$$I = F_v \Delta\rho_{Nucl}^2 \frac{\int_0^\infty V^2 \cdot F(q, r)^2 h(r) dr}{\int_0^\infty V \cdot h(r) dr} \quad (\text{E I-8})$$

Où  $h(r)$  est la fonction de distribution des particules et  $F_v$  la fraction volumique de particules.

### 3.7.2 Dispositif expérimental

Les expériences effectuées au Laboratoire Léon Brillouin (LLB) ont été réalisées sur le spectromètre PACE dont le principe de fonctionnement est illustré par la figure I-19. L'échantillon est positionné dans l'axe  $k$  de la source neutronique. Par l'interaction du faisceau avec les différentes particules présentes dans l'échantillon, une partie des neutrons est déviée pour suivre une direction propre  $k'$ . Le détecteur, placé derrière l'échantillon, permet de compter le nombre de neutrons qui l'impactent, et de déterminer à quelle distance de l'axe les neutrons l'impactent. Ce détecteur est constitué de 30 compteurs annulaires concentriques remplis de  $\text{BF}_3$ , de 1cm de largeur, dont le rayon est compris entre 3cm et 32cm. Pour ces expériences, la longueur d'onde du faisceau de neutrons a été fixée à  $10\text{\AA}$ . La distance entre l'échantillon et le détecteur a été fixée à 1,5m puis 4,7m. Cette double configuration a permis de balayer une gamme relativement large de vecteurs de diffusion comprise entre  $0,04\text{nm}^{-1}$  et  $1,45\text{nm}^{-1}$ . Le temps d'exposition des échantillons pour l'acquisition des spectres a été fixé à 120 minutes par échantillon.

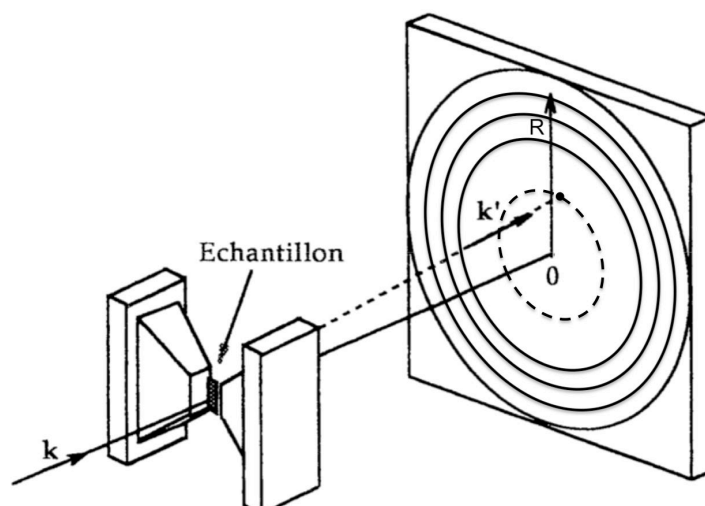


Figure I - 19 : Schéma de principe de la diffusion de neutrons

### 3.7.3 Traitement des données brutes

Les données brutes correspondent au nombre d'impulsions reçues par le détecteur rapporté au nombre de neutrons incidents. Du fait de l'unique contribution nucléaire à la diffusion, les spectres obtenus dans cette étude sont isotropes (figure I-20). Les compteurs sont repérés par leur rayon respectif auquel correspond un angle  $\theta$ , et donc un vecteur de diffusion  $q$  (d'après l'équation E I-2).

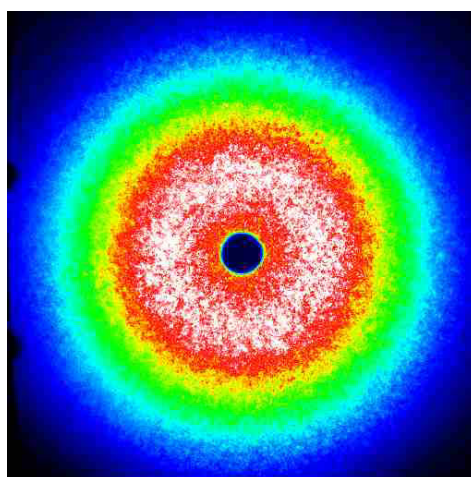


Figure I - 20 : Exemple de spectre isotrope obtenu par DNPA

[Imperial College of London, <http://www3.imperial.ac.uk/>]

Le signal mesuré comprend la contribution du porte échantillon, toutes les contributions cohérentes et incohérentes, affectées d'un coefficient  $c(\lambda)$  propre à l'appareillage et aux conditions expérimentales. L'intensité mesurée peut donc s'écrire :



$$I_{mes} = c(\lambda)eT_r \left[ \frac{1}{V_{ech}} \left( \frac{d\Sigma}{d\Omega} \right)_{coh} + \frac{1}{V_{ech}} \left( \frac{d\Sigma}{d\Omega} \right)_{incoh} \right] + I_{p.e} \quad (E I-9)$$

Avec  $c(\lambda) = \Phi(\lambda)AE(\lambda)\Delta\Omega$

Où  $\Phi(\lambda)$  est le flux de neutrons incidents,  $A$  la section irradiée,  $E(\lambda)$  l'efficacité des cellules,  $\Delta\Omega$  l'angle solide d'une cellule,  $T_r$  le facteur de transmission de l'échantillon d'épaisseur  $e$ ,  $V_{ech}$  le volume de l'échantillon analysé et  $I_{p.e}$  la contribution du porte échantillon.

Afin d'extraire la seule contribution des précipités, les corrections suivantes ont été apportées :

- la contribution du porte-échantillon a été supprimée en soustrayant l'intensité diffusée par le porte-échantillon à vide.

$$I_{ech}(q) = I_{mes} - I_{p.e} \quad (E I-10)$$

- Le facteur de transmission de l'échantillon est ensuite déterminé expérimentalement par une mesure du faisceau direct à  $\theta=0$  avec et sans échantillon. Le facteur de forme peut s'écrire sous la forme :

$$T_{rech}(0) = e^{-\mu_0 e} = \frac{I_{ech}(0)}{I_{vide}(0)} \quad (E I-11)$$

Où  $\mu_0$  est le coefficient d'atténuation linéaire. Ce dernier dépend des sections efficaces de diffusion et d'absorption de l'échantillon.

- le signal incohérent, ainsi que les contributions autres que celles dues à la précipitation de l'alliage sont éliminées en soustrayant l'intensité diffusée d'un échantillon de « référence ». La référence utilisée correspond le plus souvent à un état microstructural le plus proche de celui des échantillons de l'étude, vierge de toute précipitation nanométrique. Cet alliage n'ayant pas été observé à une échelle aussi fine auparavant, aucune référence sûre n'était connue. Un spectre de faisceau vide a donc été utilisé, permettant a minima d'éliminer une éventuelle contribution du faisceau direct due à une mauvaise collimation.

- enfin, une calibration permet de s'affranchir des caractéristiques de l'appareillage et de transposer en section efficace (barns) les intensités mesurées en nombre de coups. Cette étape est réalisée à partir d'un échantillon de plexiglas dont la section efficace est connue. Ce matériau présente l'avantage de produire un signal incohérent et donc plat en fonction de  $q$ .

$$I_{corr} = \frac{\frac{I_{ech}}{T_{rech}e_{ech}} - \frac{I_{vide}}{T_{rvide}e_{vide}}}{\frac{I_{plexi}}{T_{rplexi}e_{plexi}} - \frac{I_{vide}}{T_{rvide}e_{vide}}} \quad (E I-12)$$

Au terme des différentes corrections, la courbe  $I_{corr} = f(q)$  est obtenue pour chaque échantillon.

C'est cette courbe qui est modélisée par la suite pour accéder aux grandeurs pertinentes. L'ajustement

est réalisé par minimisation de type Levenberg-Marquardt. Un exemple d'ajustement sur les intensités corrigées est donné en figure I-21. Les paramètres ajustables de ce modèle sont :

- Le terme indépendant de la taille des particules noté  $C = F_v \cdot \Delta\rho_{Nuc}^2$
- Le rayon moyen de particules
- et  $\sigma$ , la demi-largeur à mi-hauteur de la distribution gaussienne de particules.

Il convient de remarquer qu'une population de particules dont le rayon moyen est supérieur à 10nm n'influence que très peu l'interpolation. Il ne sera pas possible par cette méthode d'identifier le rayon moyen d'une population de quelques dizaines de nanomètres. En effet, l'influence d'une telle population n'est visible que sur les 5 premiers points de la courbe ( $q < 0,1 \text{ nm}^{-1}$ ). Fixer de façon arbitraire ce rayon moyen dans les données initiales nécessaires au calcul de minimisation itératif n'aura donc pas d'influence significative sur l'analyse d'une autre population de rayon moyen de l'ordre du nanomètre.

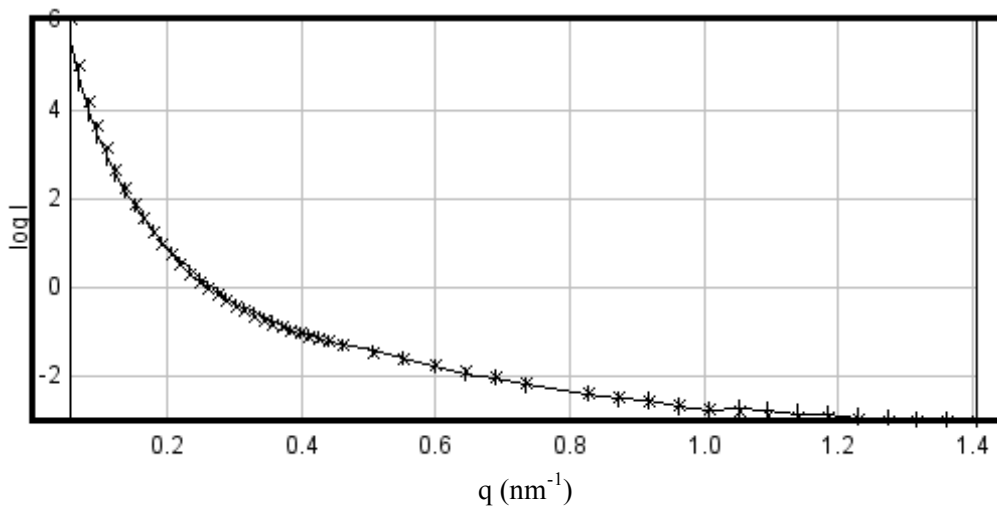


Figure I - 21 : Exemple de modélisation du spectre de diffusion – Le trait plein représente les données expérimentales et les marqueurs la courbe modélisée.

## 4 Caractérisation mécanique

### 4.1 Moyens d'essais

#### 4.1.1 Essais de dureté

Des essais de dureté Rockwell de type C ont été réalisés au moyen d'un macroduromètre. Pour chaque échantillon, 8 mesures sont réalisées, ceci permettant d'obtenir un écart type de l'ordre de quelques

pourcents. Conformément à la norme NF EN ISO 6508-1, la force initiale de pénétration a été fixée à 98,1N, et la force totale à 1,471kN.

#### 4.1.2 Essais de traction

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine de traction hydraulique MTS dont la force nominale est de 250kN. Les essais ont été réalisés en déformation imposée. Celle-ci est mesurée à l'aide d'un extensomètre longitudinal placé sur l'éprouvette et adapté à nos conditions d'essais : l'éprouvette étant portée à très hautes températures (supérieures à 1000°C), l'extensomètre est équipé de couteaux en alumine et le dispositif électronique est balayée par un jet d'air comprimé afin d'éviter toute surchauffe. La base de mesure est de 12mm. La machine d'essai est pilotée par un PC équipé d'une centrale d'acquisition MTS FlexTest et du logiciel MTS Multi Purpose Testware, permettant de traiter les données acquises en fin d'essai.

#### 4.1.3 Ligne d'amarrage pour les essais de traction « hautes températures »

L'outillage de traction-compression a été développé au cours de la première année de thèse. Les pièces de ce dispositif ont été usinées dans des blocs de superalliage à base de nickel traités thermiquement, autorisant ainsi les essais à hautes températures. Il a été conçu de telle manière que lors de l'échauffement de l'éprouvette, la montée en température de l'outil par conduction apporte un serrage supplémentaire. Ceci permet ainsi son utilisation à la fois pour des essais de traction, compression, ou encore de fatigue à haute température. L'annexe I-2 rassemble les plans des différents éléments de l'outillage ainsi que des éprouvettes.

Afin de limiter l'échauffement des pièces les plus proches de l'éprouvette, l'outillage est refroidi par eau. Par ailleurs, l'échauffement de l'outillage par le rayonnement direct de l'éprouvette pouvant conduire à un desserrage de l'éprouvette, des écrans en cuivre également refroidis ont été placés sur les écrous (figure I-22).

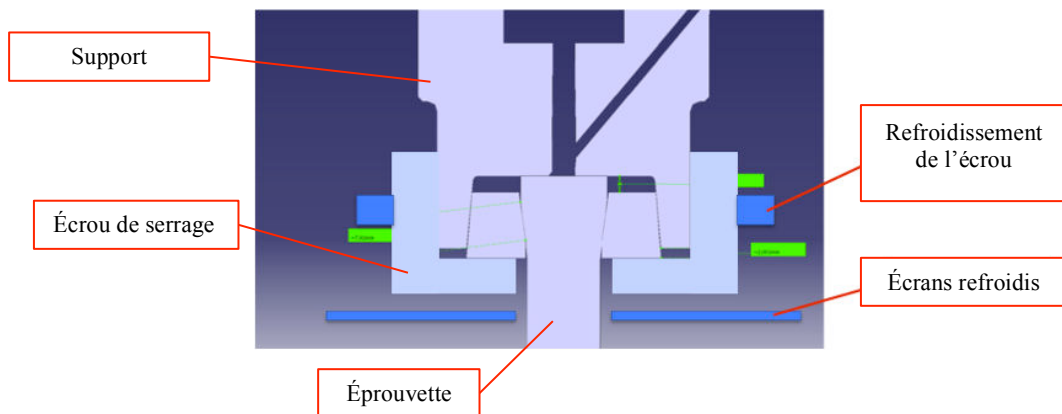


Figure I - 22 : Vue en coupe de l'arrimage d'une éprouvette

## 4.2 Contrôle de la température

Le chauffage des éprouvettes est assuré par un générateur hautes fréquences CELES d'une puissance de 6kW, équipé d'une spire d'induction. Ce dispositif est relié à un circuit de refroidissement dont le fluide (eau + additifs) est maintenu à une température de 20°C.

Une interface de pilotage de type Eurotherm 2404 ainsi qu'un thermocouple soudé à la surface de l'éprouvette, au centre de la partie utile, permettent de réguler le chauffage de l'éprouvette.

L'homogénéité thermique de l'éprouvette est garantie par la géométrie de la spire de chauffage. La mise au point et le contrôle des gradients thermiques ont été assurés au moyen d'une caméra thermique de type Agema® Thermovision® 400. Un suivi visuel du profil de température a été réalisé pendant les traitements thermiques sur la partie chauffée des éprouvettes. La figure I-23 représente l'allure du profil de température vu par la caméra : l'éprouvette chaude est partiellement masquée par la spire. Cette dernière étant refroidie, la température lue est de l'ordre de 20°C dans les zones masquées. L'homogénéité en température est visée pour la partie centrale de l'éprouvette, et en particulier la zone de la base de mesure de l'extensomètre sur laquelle est mesurée la déformation.

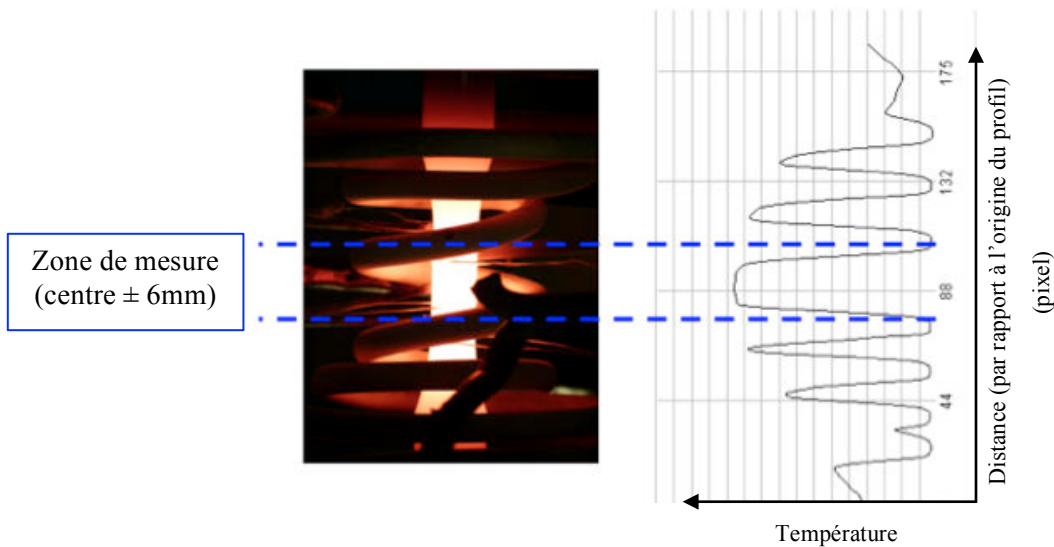


Figure I - 23 : Visualisation des gradients thermiques de l'éprouvette par thermographie IR

Cependant, du fait de l'évolution de l'état de surface de l'éprouvette pendant le chauffage (oxydation), la fiabilité des valeurs de température acquises par thermographie infra rouge devient plus aléatoire au cours du temps. L'homogénéité thermique de l'éprouvette a donc été vérifiée en utilisant la microstructure comme traceur. Une éprouvette a été portée à une température « supposée » supérieure de 5°C à la température du solvus. Au delà du solvus, la précipitation est remise en solution. Sachant que la phase précipitée représente le principal obstacle à la mobilité des joints de grains, la taille de grains va croître lors du maintien en température. La figure I-24 montre un exemple de microstructure obtenue sur une éprouvette post-mortem : la zone de mesure de la déformation est incluse dans la zone

de gros grains, dont la taille est homogène. Ceci signifie que les gradients thermiques dans cette zone sont inférieurs à 5°C.

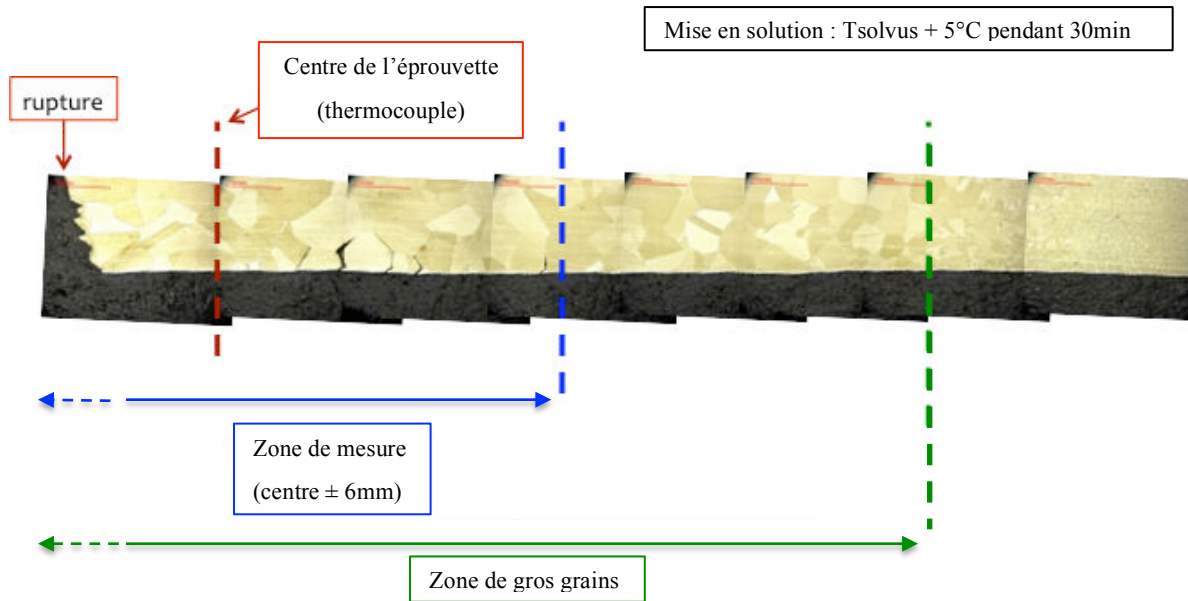


Figure I - 24 : Vue en coupe d'une demi-éprouvette après attaque chimique

Par ailleurs, la figure I-25 montre le relevé de température d'une éprouvette au cours d'un traitement thermique de l'étude. Aucune déviation ou écart par rapport à la consigne supérieur à 5°C n'a pu être constaté, même pour des vitesses de refroidissement rapides (300°C/min). Ce système de chauffage associé à la spire de géométrie optimisée permet donc de réaliser un chemin thermique expérimental très performant.

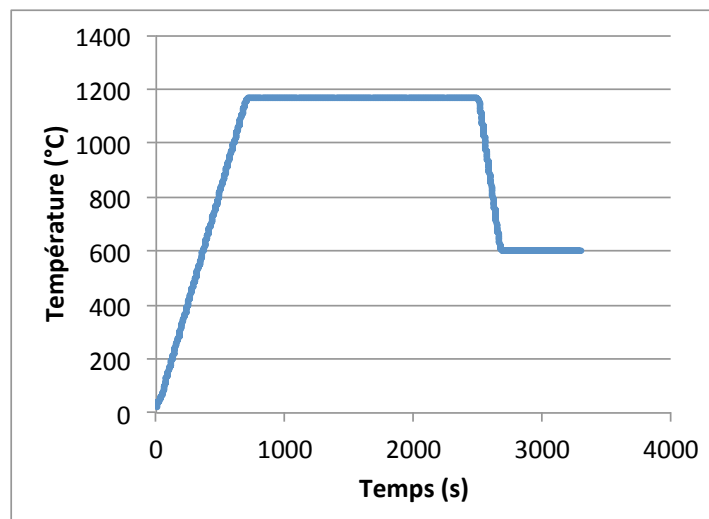


Figure I - 25 : Evolution de la température de l'éprouvette (mesure expérimentale par thermocouple au centre de l'éprouvette) au cours d'un traitement thermique

## 5 Conclusion

Ce premier chapitre a permis de décrire les éléments de microstructure présents dans les superalliages à base de nickel, et en particulier le PER72®. L'influence du traitement thermique sur ces différents éléments est complexe. En effet, différents paramètres peuvent être affectés simultanément :

- la chimie et la cristallographie de chacune des phases
- la taille de grains (10 – 100µm)
- la fraction de la phase  $\gamma'$
- la statistique de tailles des précipités  $\gamma'$  ( $10^{-9}$ m- $10^{-5}$ m)
- la répartition spatiale des précipités

Les échelles d'observation de ces paramètres sont parfois éloignées de plusieurs ordres de grandeurs. Selon l'élément de microstructure étudié et l'échelle d'observation souhaitée, différentes techniques de caractérisation sont préconisées. Par ailleurs, afin de pouvoir reproduire le traitement thermique, un outillage dédié aux hautes températures a été spécialement développé. Il permettra d'évaluer la sensibilité des propriétés mécaniques et microstructurales de l'alliage aux paramètres du traitement thermique.

Les nombreuses études réalisées par le passé permettent aujourd'hui de comprendre les mécanismes mis en jeu lors des étapes du traitement thermique. Ainsi, chacune de ces étapes joue un rôle précis sur un ou plusieurs de ces éléments de microstructure. Le chapitre 2 présente les traitements thermiques spécifiques qui ont été définis, ainsi que l'analyse des caractéristiques microstructurales de l'alliage qui en découle.



# Chapitre II : Caractérisation microstructurale à plusieurs échelles

Le chapitre II est consacré à l'étude des conditions de trempe puis de revenu en termes d'effet sur la microstructure. L'objectif est de définir la ou les variables de microstructure les plus pertinentes qui seront par la suite intégrées au modèle de comportement défini au chapitre IV.

Sachant que le PER72<sup>®</sup> est durci par la formation de précipités, il est pertinent, notamment d'après la littérature abondante, de focaliser l'étude sur les paramètres qui permettent de caractériser la précipitation précisément, avec une quantification précise de ces paramètres.

En conséquence, la statistique de taille des précipités, leur fraction volumique, ainsi que leur répartition spatiale dans la phase  $\gamma$  sont évalués suivant les conditions de trempe (vitesse de refroidissement et température à un instant  $t$  de la trempe).

## 1 Plan d'expérience

### 1.1 Présentation du lot de matière de l'étude

La matière réservée pour cette étude est la même que celle utilisée pour la réalisation de disques. Elle provient de lopins de PER72<sup>®</sup> de diamètre 80mm et de longueur 165mm. Ils ont été forgés à chaud, sur génératrice, en deux coups à 90°. Cinq barreaux de 20mm de côté par 160mm de longueur ont ensuite été prélevés par lopin, selon le schéma de la figure II-1. Des ébauches cylindriques de diamètre 18mm, capables des éprouvettes d'essais thermomécaniques, sont usinées à partir de ces barreaux.



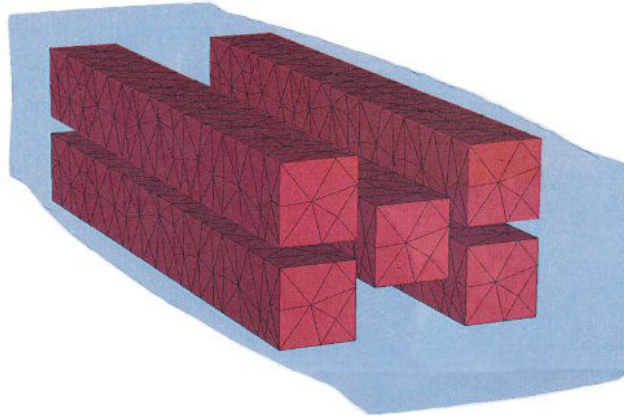


Figure II - 1 : Schéma de prélèvement des barreaux de matière utilisés pour cette étude

D'autres ébauches ont été utilisées pour réaliser des traitements thermiques sans sollicitation mécanique.

À partir de ces ébauches et éprouvettes, l'influence du traitement thermique, et en particulier de la trempe, sur les propriétés mécaniques et la microstructure de l'alliage est étudiée. Ainsi, différentes conditions de traitement ont été définies dans une matrice expérimentale.

## 1.2 Matrice expérimentale

Pour différentes conditions de traitement, plusieurs analyses sont effectuées : d'un côté, les propriétés mécaniques sont étudiées à l'aide d'essais de traction à haute température après interruption de la trempe. À l'issue de ces essais, la microstructure de l'éprouvette est figée par un refroidissement rapide à l'air soufflé (de l'ordre de 1500°C/min). Afin de décorréler les influences de la plasticité et de la thermique sur la microstructure, des échantillons subissent des traitements thermiques sans sollicitation mécanique. Ce chapitre traite plus particulièrement de l'étude de la microstructure de l'alliage. L'influence du traitement thermique sur les propriétés mécaniques sera discutée au chapitre III.

Après traitement thermique, la microstructure des échantillons et éprouvettes est caractérisée à différentes échelles : les grains (centaines de microns) et les précipités (quelques dizaines à quelques centaines de nanomètres) sont caractérisés à partir d'images obtenues par microscopie optique ou électronique à balayage. Les plus petits précipités de quelques nanomètres de diamètre sont quant à eux analysés par diffusion de neutrons aux petits angles (DNPA). Après extraction des précipités par attaque sélective, la chimie et la cristallographie des différentes phases sont analysées respectivement par spectrométrie optique de photons générés par un plasma à couplage inductif (ICP-OES) et diffraction de rayons X (DRX).

Afin de pouvoir formuler une loi de comportement mécanique prenant en compte l'état microstructural de l'alliage, il est nécessaire de quantifier ces états au cours du traitement thermique, ainsi que les propriétés mécaniques en traction qui y sont associées. Le plan d'expérience propose d'interrompre le traitement thermique en différents instants pour procéder aux analyses mécanique et microstructurale. Afin de comprendre l'effet du traitement thermique, ce schéma a été appliqué pour différentes conditions de traitement centrées sur le traitement thermique industriel.

Le traitement thermique industriel est constitué d'une mise en solution, une trempe, puis de deux revenus. La température de mise en solution appliquée lors du traitement thermique industriel est proche du solvus. Or, du fait de ségrégations chimiques, certains précipités primaires ne sont pas totalement dissous et bloquent la croissance des grains. Une microstructure « bimodale » ou « duplex » est alors obtenue, constituée de l'alternance de plages de grains fins et de gros grains (figure II-2). L'obtention de cette microstructure demande une maîtrise de la température au degré près. Ce traitement thermique, qui doit être réalisé de nombreuses fois au cours de l'étude, est difficilement reproductible en laboratoire (tout comme dans les fours industriels). Il présente par conséquent le risque d'obtenir des tailles de grains différentes d'un essai à l'autre. Identifier un modèle de comportement à partir d'une telle microstructure serait par conséquent particulièrement complexe. Afin de s'affranchir des effets de la taille de grains, il a été décidé de fixer la mise en solution à 1170°C, température supersolvus, pendant 30min, pour tout le cadre de l'étude. Dans le cadre du traitement « industriel », les pièces sont maintenues 4 heures en température. Compte tenu des dimensions de l'éprouvette, un temps de maintien de 30 minutes suffit à obtenir une microstructure homogène dans l'ensemble du volume utile. La microstructure ainsi obtenue est constituée de gros grains dont la taille est maîtrisée, et comparable à celle rencontrées dans les bandes de gros grains après un traitement thermique industriel (plusieurs centaines de microns).

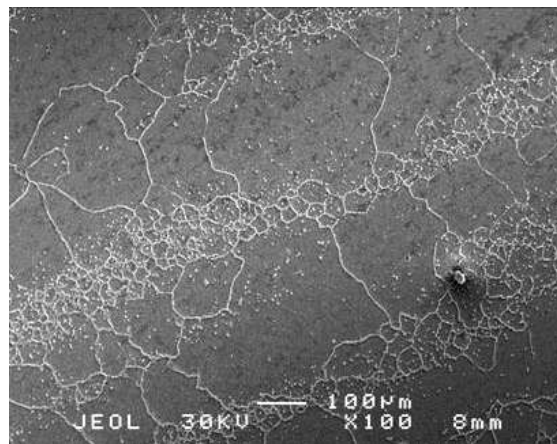


Figure II - 2 : Microstructure de type "bimodale" – alternances de bandes de gros grains et de grains fins - Udimet™720 [3]

Après la mise en solution, l'alliage est refroidi rapidement. On parle alors de « trempe ». Dans le cas du traitement industriel, le refroidissement est réalisé par balayage de gaz inerte (azote) sous pression. La vitesse de refroidissement mesurée est alors de l'ordre de  $120^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . C'est lors de cette étape que les contraintes résiduelles sont susceptibles d'apparaître.

Ensuite se succèdent deux revenus en température. Ces dernières étapes permettent d'une part la relaxation d'une partie des contraintes accumulées lors de la trempe, et d'autre part de générer une nouvelle précipitation et/ou de modifier la précipitation existante de façon à atteindre les caractéristiques mécaniques souhaitées.

L'étude de la trempe et des revenus constitue le cœur de ces travaux.

### **1.2.1 Etude de la trempe**

Cinq vitesses de refroidissement sont fixées entre  $30$  et  $300^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , encadrant les conditions extrêmes rencontrées dans le cadre du traitement « industriel ».

Pour chacune des vitesses de refroidissement, la trempe est interrompue à différentes températures, entre  $600^{\circ}\text{C}$  et  $1000^{\circ}\text{C}$ . L'éprouvette y est maintenue pour procéder aux essais de traction. S'ajoutent à ces conditions un essai à la température de solvus, avant la trempe, ainsi qu'un essai à température ambiante, la trempe n'étant pas interrompue. A l'issue de l'essai, l'éprouvette est refroidie brutalement dans le but de figer la microstructure qui est analysée par la suite.

L'évolution des diverses propriétés de l'alliage au cours de la trempe pourra ainsi être analysée en fonction de la vitesse de refroidissement et de la température.

Ainsi, 21 conditions d'étude ont été définies pour la trempe. Elles sont résumées dans la figure II-3.

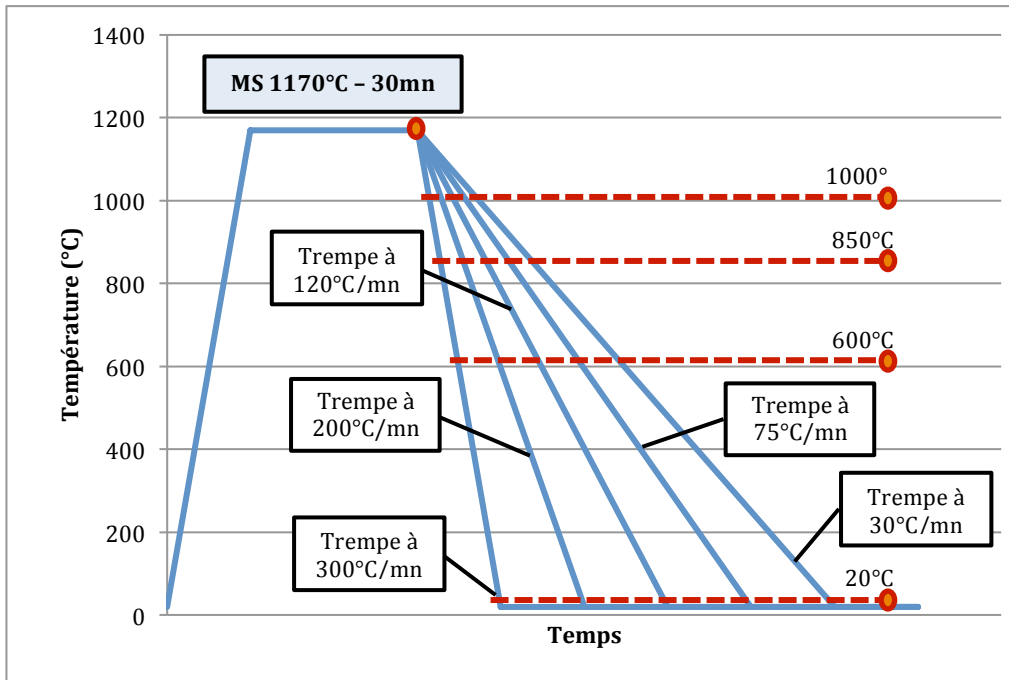


Figure II - 3 : Schéma des différentes conditions d'étude de la trempe

### 1.2.2 Étude des revenus

L'étude des revenus réalisée dans le cadre de ces travaux s'est restreinte à l'étude du temps de maintien. L'effet de la température de revenu sur les propriétés de l'alliage n'a pas été étudié. Les températures sont donc celle définies par le traitement thermique industriel : 700°C puis 815°C (figure II-4).

Après une mise en solution à 1170°C pendant 30 minutes, l'alliage est trempé jusqu'à température ambiante à une vitesse de refroidissement de 120°C/min (condition de type « industrielle »). Différents temps de maintien ont été définis pour chacun des revenus (tableau II-1) :

Tableau II - 1 : Températures et durées de revenu

Revenu préliminaire	/	700°C – 24h
T° de revenu étudiée	700°C	815°C
*l'échantillon est porté à la température du revenu étudié puis immédiatement sorti du four et refroidi à l'air calme	0min*	0min*
	5min	5min
	30min	30min
	1h	1h
	24h	16h

Après vieillissement, les échantillons sont refroidis brutalement (à l'air) afin de figer la microstructure. Les analyses sont ensuite réalisées à température ambiante. Les résultats obtenus sont comparés à une référence : l'état brut de trempe après un refroidissement de 120°C/min.

Les différents temps de maintien sont résumés dans la figure II-4.

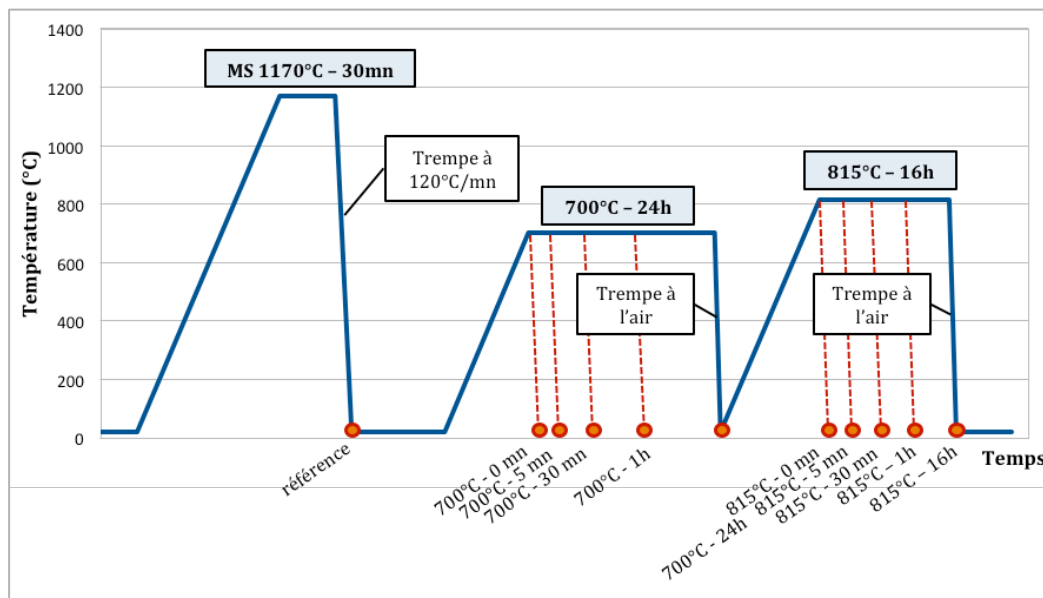


Figure II - 4 : Schéma descriptif des conditions d'étude des revenus

Pour chacune des conditions thermiques définies précédemment, des essais de dureté sont réalisés. La microstructure et la chimie des différentes phases de l'alliage sont ensuite analysées.

### 1.2.3 Etude des états proches de l'équilibre thermodynamique

Afin de pouvoir comparer les microstructures obtenues dans le cadre de la « trempe interrompue » à un ou plusieurs états de référence, une étude complémentaire a été réalisée. L'objectif de cette étude est de définir la fraction et la chimie des différentes phases de l'alliage proche de l'état d'équilibre, à différentes températures.

Les températures d'étude ont été définies entre 750°C et 1150°C. Cette gamme de température correspond au domaine pour lequel la précipitation se forme et évolue. Au dessus de 1150°C, la phase  $\gamma'$  est dissoute (solvus à 1156°C  $\pm$ 1°C). En dessous, la cinétique d'évolution de la précipitation est jugée suffisamment lente pour supposer que la fraction et la composition chimique des phases de l'alliage ne changent pas.

Le traitement thermique (figure II-5) consiste en un passage à 1165-1170°C pendant 12h permettant une mise en solution complète puis une diminution de la température jusqu'à la température étudiée. L'échantillon est maintenu à cette température afin de favoriser la croissance-mûrissement des

précipités et atteindre l'équilibre thermodynamique. L'échantillon est ensuite sorti du four et refroidi à l'air libre par convection naturelle.

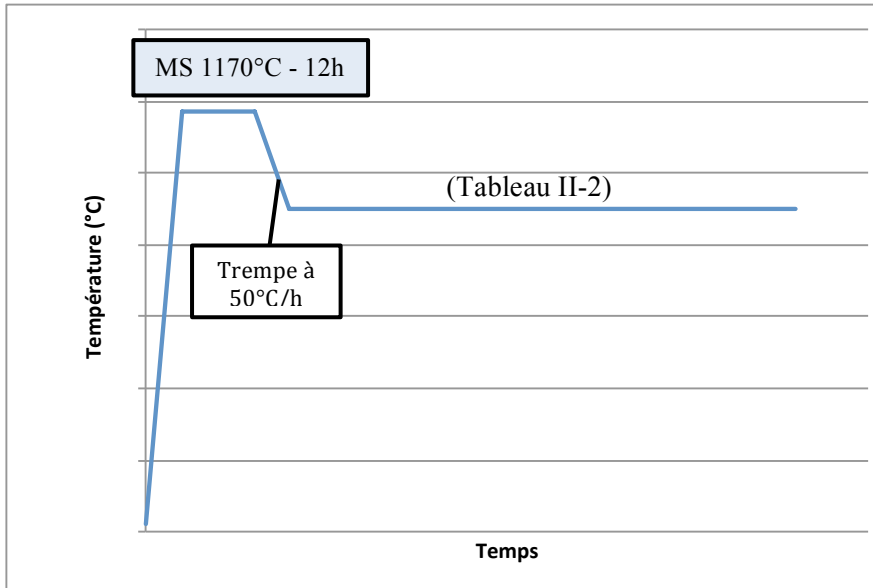


Figure II - 5 : Traitement thermique – Étude des vieillissements longs

Le tableau II-2 récapitule les températures étudiées et les temps de traitement correspondants.

Au terme de ces traitements, les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  sont étudiées séparément, après dissolution électrochimique de la matrice. La fraction massique, la cristallographie ou encore la composition chimique des précipités et de la matrice sont analysées.

Tableau II - 2 : Températures étudiées et temps de traitement

Température (°C)	Durée (jours)
1150	7
1100	7
1050	7
1000	7
950	7
900	30
850	30
750	30

## 2 Etude de la précipitation après essais mécaniques

Au terme d'une trempe et d'un essai mécanique, l'éprouvette est brutalement refroidie afin de figer sa microstructure. Cette dernière peut alors être analysée à différentes échelles.

### 2.1 A l'échelle du grain

Comme nous l'avons vu dans la partie précédente, l'étape de mise en solution est unique : chaque éprouvette est portée à 1170°C pendant 30min. Un tel traitement vise à remettre complètement en solution la phase  $\gamma'$ . La figure II-6 montre un exemple de microstructure observée dans la partie centrale de l'éprouvette, zone dont les propriétés sont analysées. Les grains y ont atteint une taille moyenne de plusieurs centaines de microns. À titre de comparaison, des grains d'une taille d'environ 20 $\mu\text{m}$  sont observés dans une zone éloignée de 20mm du centre de l'éprouvette (figure II-7). Cette différence de taille de grains s'explique par la température atteinte durant la mise en solution : loin du corps d'épreuve, l'éprouvette a été chauffée à une température inférieure à la température de solvus. La croissance des grains est alors limitée par les précipités intergranulaires - les  $\gamma'$  primaires.

Dans la partie centrale des éprouvettes, une taille moyenne de 700 $\mu\text{m}$  est constatée pour l'ensemble des éprouvettes, quelle que soit la vitesse de refroidissement. En effet, comparé à la durée de la mise en solution (30 minutes), le temps passé au dessus de la température de solvus au cours du refroidissement est négligeable (3 à 30 secondes suivant les vitesses de refroidissement). Une fois la température de solvus atteinte au refroidissement, le stade de germination des précipités débute de manière homogène dans les grains.

Ces résultats sont confirmés par les travaux de Sczerzenie [11]: les conditions de trempe n'ont pas d'influence significative sur la croissance des grains, leur taille est principalement impactée par la température et la durée de la mise en solution.



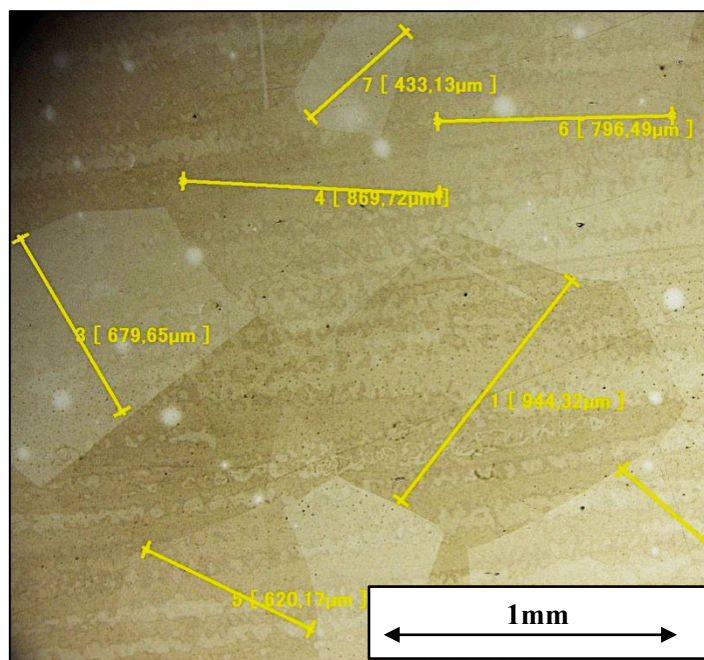


Figure II - 6 : Microstructure à gros grains - Au centre de l'éprouvette - Observation au microscope optique

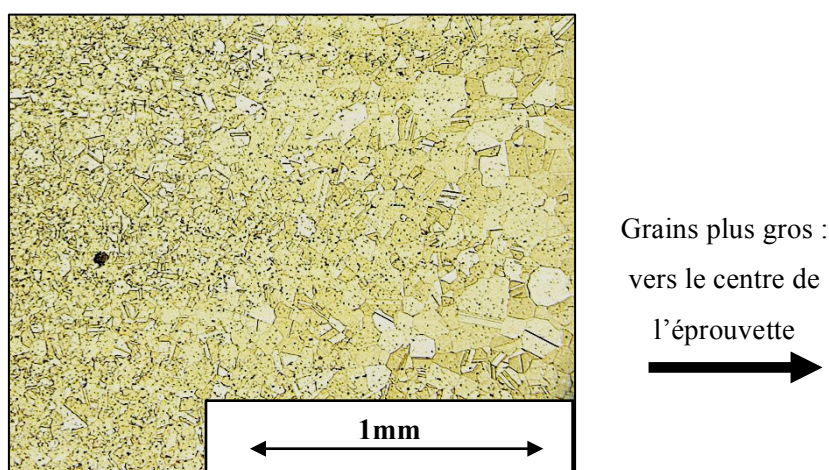


Figure II - 7 : Microstructure à grains fins - Dans les têtes d'éprouvettes - Observation au microscope optique

Les observations des grains ne montrent pas d'influence particulière de la trempe sur leur taille. Toutes les éprouvettes possèdent des grains d'une taille moyenne de  $700\mu\text{m}$ . Cependant, cette échelle d'observation, jusqu'à  $\times 1000$ , ne permet pas d'analyser la précipitation. Des observations à plus fort grossissement ont donc été réalisées.

## 2.2 A l'échelle des précipités $\gamma'$ secondaires (de l'ordre de la centaine de nanomètres)

Afin d'analyser l'influence des conditions de traitement thermique sur la précipitation, des observations à fort grossissement ont été réalisées. L'utilisation d'un microscope électronique a permis

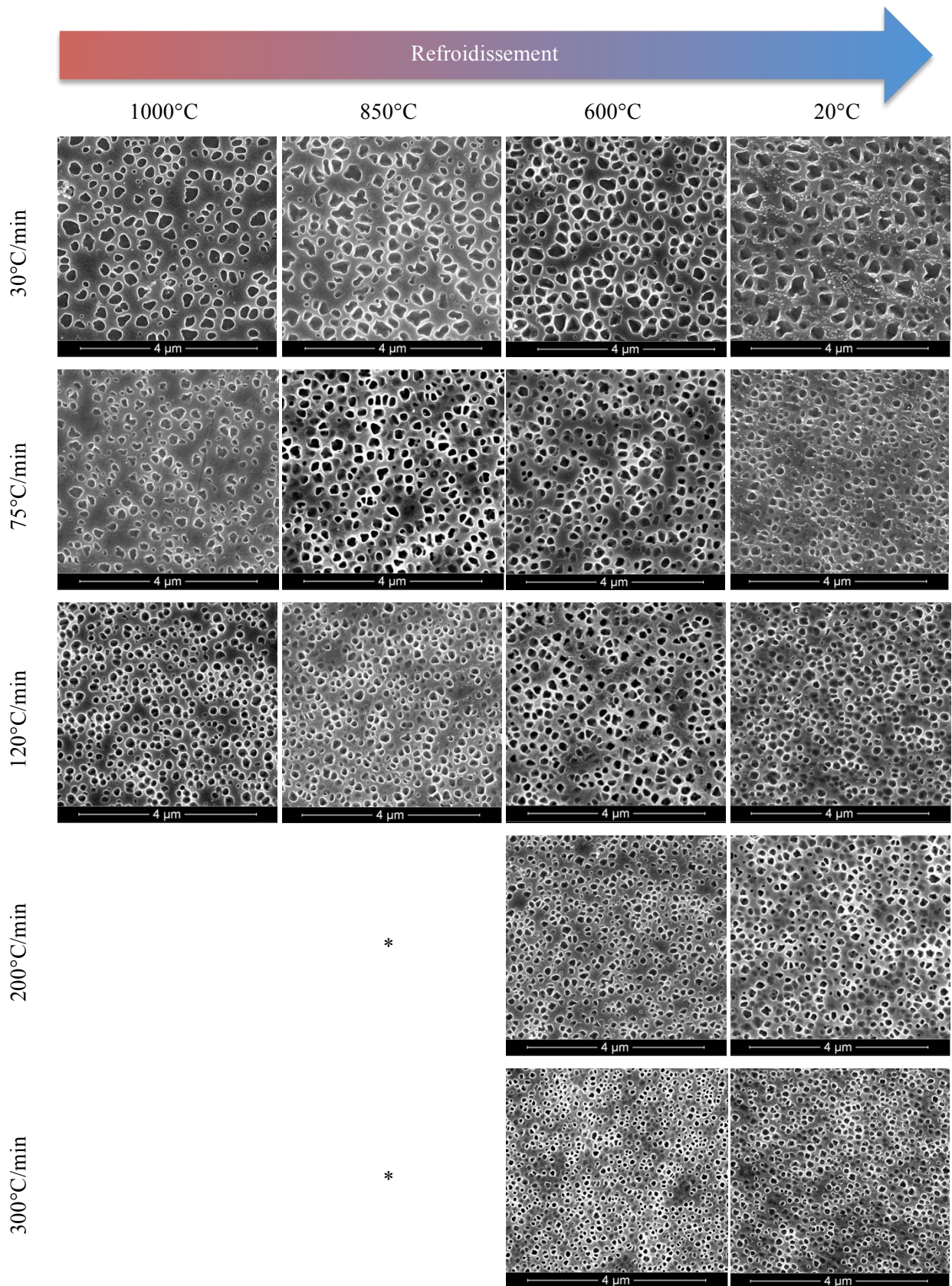


d'observer les échantillons prélevés sur les éprouvettes de traction (post mortem) à des grossissements compris entre 5000 et 100 000. Les observations ont été réalisées pour chaque condition de trempe testée. La figure II-8 présente les états microstructuraux obtenus en fonction des différentes conditions thermiques étudiées.

Quelle que soit la vitesse de refroidissement considérée, il semble que la précipitation ne soit pas influencée par la température de maintien avant l'essai de traction. En effet, la taille moyenne des  $\gamma'$  secondaires semble rester constante pour une même vitesse de refroidissement, pour une température donnée. L'analyse des images MEB selon le protocole expérimental défini au chapitre I permet de quantifier précisément les tailles de précipités. Compte tenu de la morphologie globalement convexe des précipités obtenue, la taille d'un précipité sera calculée comme le « diamètre équivalent » d'un cercle de même surface que le précipité observé. Le résultat de cette étude permet d'obtenir une distribution précise des tailles de précipités, et ainsi d'identifier potentiellement plusieurs populations. La figure II-9 présente la superposition des distributions statistiques de taille des  $\gamma'$  secondaires à 1000°C et à 600°C. La distribution observée à 1000°C montre deux populations pour la vitesse de 30°C/min. Le pic de population de quelques nanomètres est en réalité un artefact d'analyse d'images. En effet, la faible différence de contraste entre la matrice et les précipités sur certaines images a conduit à l'identification artificielle de petits objets. En conséquence, les histogrammes sont bien confondus pour chaque vitesse de refroidissement. Ceci indique que la précipitation semble établie dès 1000°C. Ce résultat est en accord avec la littérature qui indique que pour cet alliage, le domaine de précipitation de la phase  $\gamma'$  se situe au delà de 1080°C [33]. Par conséquent, la précipitation n'évoluerait donc pas de manière significative durant la trempe en dessous de 1000°C. Il reste à confirmer cette hypothèse avec l'analyse des fractions volumiques.

La figure II-10 donne les distributions statistiques de la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires obtenues par analyse d'images. La taille moyenne des précipités tend à diminuer avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement. De 220nm pour un refroidissement de 30°C/min, le diamètre moyen des précipités passe à 100nm pour un refroidissement de 200°C/min.

Cette tendance est en accord avec les résultats obtenus par Reed et Jackson [12], Monajati [10] ou Mao [2] : les distances de diffusion sont bien évidemment fortement dépendantes du temps passé aux températures élevées. Ainsi, pour une vitesse de refroidissement rapide, de l'ordre de 300°C/min, l'alliage reste peu de temps à haute température. La précipitation  $\gamma'$  secondaire est alors fine et de forme régulière. Au contraire, pour une trempe pilotée à 30°C/min, l'alliage reste porté à haute température plus longtemps, ce qui favorise la croissance et le mûrissement de la phase  $\gamma'$ . Les précipités  $\gamma'$  sont alors de plus grande taille après refroidissement (figure II-10a et 10b).



\* à 850°C, les vitesses de refroidissement les plus fortes n'ont pas pu être testées. Ce point est discuté au chapitre III.

Figure II - 8 : Récapitulatif des états de précipitation obtenus dans les différentes conditions expérimentales

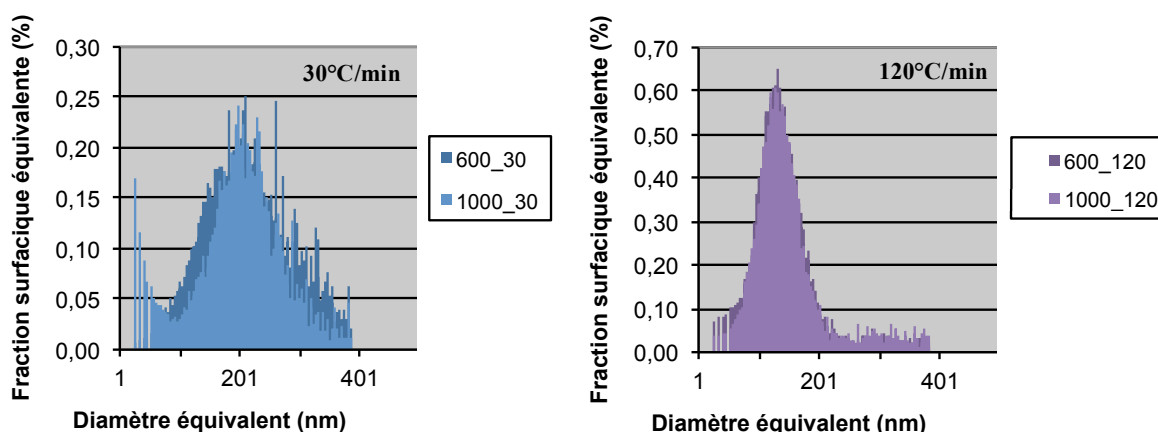


Figure II - 9 : Superposition des courbes à 600°C et 1000°C – Trempe à 30°C/min et 120°C/min – Statistiques représentatives établies sur plusieurs milliers de particules (entre 7000 et 12000) par échantillon

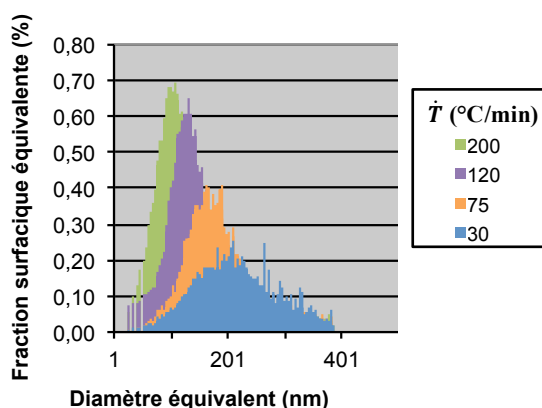


Figure II - 10a : Distribution statistique de tailles des précipités  $\gamma'$  secondaires - Effet de la vitesse de refroidissement

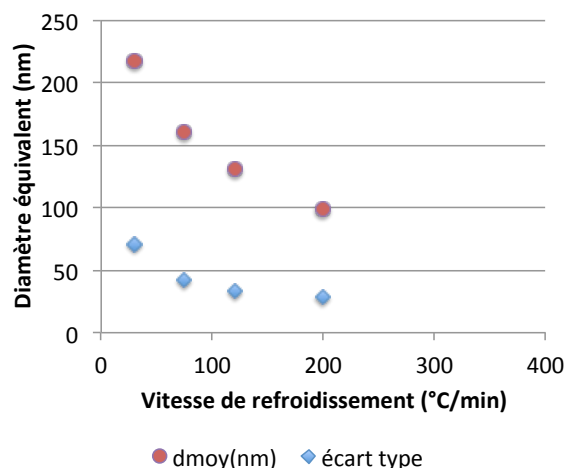


Figure II - 10b : Diamètre moyen des  $\gamma'$  secondaires et écart-type de la mesure – Effet de la vitesse de refroidissement

La figure II-10b montre également que la dispersion de la mesure est plus importante pour les faibles vitesses de refroidissement : 70nm pour une trempe à 30°C/min contre 30nm à 200°C/min. Cette dispersion plus marquée trouve partiellement son origine dans la morphologie irrégulière que peuvent prendre les précipités. En effet, dans le cas d'une trempe lente, les précipités tendent à orienter leur croissance selon des directions cristallographiques de moindre énergie. Ainsi, les précipités obtenus dans le cadre d'une forte vitesse de refroidissement sont de forme sphérique, conséquence d'une croissance isotrope, alors que pour un refroidissement lent, les précipités tendent à adopter une morphologie complexe, conséquence d'une croissance orientée.

Par ailleurs, les tailles de précipités évaluées dans cette étude sont comparables à celles qui avaient été mesurées sur un alliage de composition très proche, l'Udimet™ 720Li [2], [12]. Cet alliage, élaboré par métallurgie des poudres, comporte une taille de grains de l'ordre de 10 à 20 $\mu$ m, bien inférieure aux

700 $\mu\text{m}$  mesurés dans cette étude. Le diamètre équivalent des précipités après refroidissement semble donc peu dépendant de la taille de grains.

La formation des précipités de refroidissement se produirait donc principalement entre la température de mise en solution et 1000°C, et aucune évolution microstructurale (par exemple coalescence) ne se produirait en dessous de cette température.

L'analyse d'images réalisée pour les différentes conditions thermiques étudiées a également permis d'accéder à la distance inter-précipités DiP. Ce paramètre est calculé comme la moyenne de la distance entre la surface de deux plus proches précipités. Comme le montre la figure II-11, la distance inter-précipités décroît vers les fortes vitesses de refroidissement. Ceci traduit bien le phénomène de densification des obstacles au mouvement des dislocations. Ces aspects mécaniques seront discutés dans les chapitres suivants.

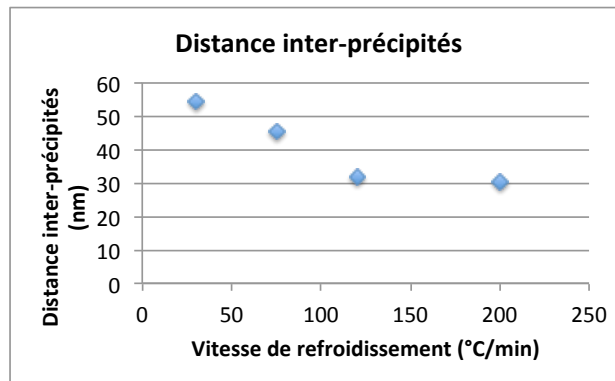


Figure II - 11 : Evolution de la distance inter-précipités DiP avec la vitesse de refroidissement

Les précipités qui ont été observés ont une taille de l'ordre de la centaine de nanomètres. L'utilisation d'un MEB est adaptée à l'observation de particules de cette taille. Cependant, celui-ci ne permet pas d'observer d'éventuels précipités de très petite taille – de la dizaine de nanomètres et en dessous. La caractérisation par DNPA, qui permet justement d'accéder à la taille et la densité des précipités nanométriques, complète parfaitement l'analyse.

### 2.3 A l'échelle des précipités gamma' tertiaires (quelques nm)

Des études ont montré que plusieurs populations de précipités étaient susceptibles de se former [2], [12], [14], et plus particulièrement, une précipitation de taille nanométrique située entre les précipités  $\gamma'$  secondaires. En considérant les conditions de traitement thermique de cette étude, une simulation réalisée à l'aide du logiciel Matcalc [8–10] préalablement à ce travail de thèse tend à confirmer la présence d'une telle population. Celle-ci prévoit une densité de précipités nanométriques de l'ordre de  $10^{25}\text{m}^{-3}$ . Une telle précipitation serait alors susceptible d'avoir une influence sensible sur les propriétés mécaniques [37], [38]. Or les observations des images MEB n'ont pas permis d'observer d'autres



précipités que les  $\gamma'$  secondaires formés au cours de la trempe. En effet, l'attaque chimique utilisée pour donner un contraste aux précipités  $\gamma'$  secondaires par rapport à la matrice ne permet pas de révéler correctement les plus petits précipités. De plus, la résolution du microscope électronique ne permet pas de quantifier précisément la taille et la fraction surfacique de ces précipités nanométriques. La densité de ces précipités ne peut alors pas être précisément évaluée. Une analyse par DNPA a donc été réalisée pour évaluer la présence d'une telle population et la quantifier le cas échéant.

La double configuration utilisée à Saclay (distance échantillon-détecteur et  $\lambda$ ) permet d'obtenir un large spectre de vecteurs de diffusion  $q$ . Cependant, les conditions expérimentales sont adaptées à la détection des précipités de rayons compris entre 1 et 8 nm uniquement. La figure II-12 présente les différentes parties de la courbe  $\log(I)=f(q)$  obtenue. Un ordre de grandeur des tailles de particules est également donné sur ce graphique. Dans notre étude, la gamme de tailles mesurées va bien au delà de la taille maximale détectable en DNPA. Probablement seule la queue de la gaussienne de distribution de tailles de cette population est « vue » par cette technique. L'influence des précipités de plusieurs dizaines de nanomètres sur la courbe ne se limite par conséquent qu'aux premiers points de la courbe (vecteurs de diffusion  $q$  inférieurs à  $0,1\text{nm}^{-1}$ ).

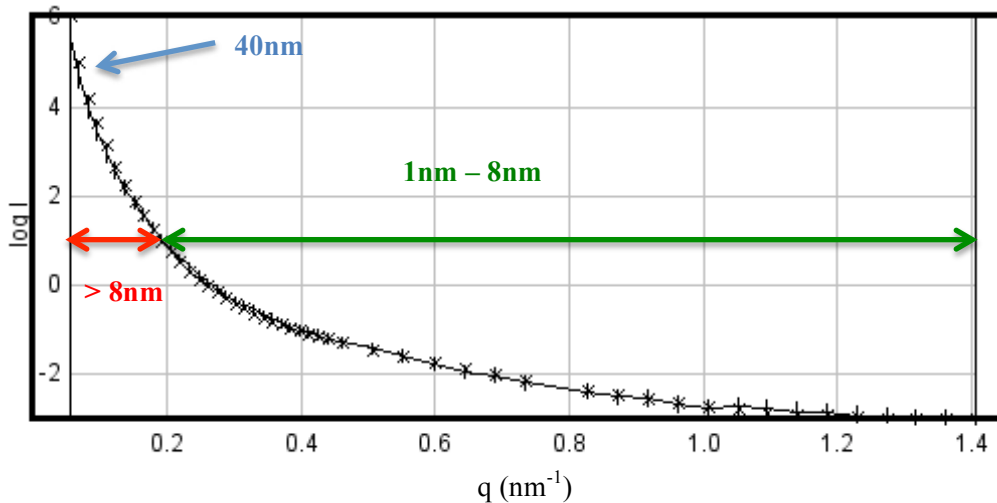


Figure II - 12 : Spectre de diffusion - Rayon de particules associés

Le dispositif expérimental du LLB nécessite des échantillons de section carrée de 11mm de côté, et de 1mm d'épaisseur environ. Les éprouvettes de traction ne permettent pas d'extraire de telles géométries. Les échantillons analysés par diffusion de neutrons ont donc été extraits de barreaux d'alliage ayant subi un traitement thermique spécifique.

Le système de régulation thermique du four de trempe utilisé ne permet pas de fixer très précisément la vitesse de refroidissement et donc les vitesses mesurées au cours de ces traitements sont sensiblement différentes de celles utilisées pour le traitement thermique des éprouvettes de traction.

Toutefois, les cinétiques de refroidissement ont été mesurées avec précision et avec l'objectif d'encadrer les conditions vues par les éprouvettes.

L'influence de la vitesse de refroidissement et des vieillissements sur ces petits précipités a ainsi été évaluée. Les différents traitements thermiques sont résumés dans le tableau II-3.

Tableau II - 3 : Traitements thermiques analysés par diffusion neutronique

Mise en solution	Vitesse de trempe	Revenu
1170°C - 30min	<b>23°C/min</b>	/
1170°C - 30min	<b>170°C/min</b>	/
1170°C - 30min	<b>280°C/min</b>	/
1170°C - 30min	<b>315°C/min</b>	/
1170°C - 30min	<b>525°C/min</b>	/
1170°C - 30min	<b>320°C/min</b>	<b>700°C – 24h + 815°C - 16h</b>
1170°C - 30min	<b>295°C/min</b>	<b>700°C - 24h</b>

### 2.3.1 Analyse des résultats de DNPA

Le traitement des données a été réalisé sur la base d'une répartition de la précipitation en deux populations de précipités de forme sphérique : une première, correspondant aux  $\gamma'$  secondaires déjà observés au MEB, et une seconde, correspondant aux  $\gamma'$  tertiaires de taille nanométrique.

Comme expliqué dans le premier chapitre, le traitement des données de DNPA est complété par une analyse chimique des précipités et de la matrice, et permet d'accéder à la fraction volumique et à la densité de chacune des deux populations détectées. Les résultats de l'analyse chimique sont développés dans la partie 3 de ce chapitre. Le tableau II-4 rassemble les différents résultats de l'analyse par DNPA pour chaque échantillon.

Tableau II - 4 : Résultats de l'analyse des précipités par diffusion neutronique aux petits angles

Vitesse de refroidissement (°C/min)	Population 1 (grands rayons)			Population 2 (petits rayons)		
	Rayon (nm)	Fraction volumique (%)	Densité de précipités (m <sup>-3</sup> )	Rayon (nm)	Fraction volumique (%)	Densité de précipités (m <sup>-3</sup> )
<b>23</b>	50	0,54	9,18.10 <sup>18</sup>	3,6	0,23	9,59.10 <sup>21</sup>
<b>170</b>	50	0,85	1,44.10 <sup>19</sup>	2,4	0,21	1,94.10 <sup>22</sup>
<b>280</b>	50	0,34	5,77.10 <sup>18</sup>	2	0,28	4,33.10 <sup>22</sup>
<b>315</b>	50	1,41	2,40.10 <sup>19</sup>	3,6	0,16	5,99.10 <sup>21</sup>
<b>525</b>	50	0,26	4,50.10 <sup>18</sup>	2,4	0,26	3,21.10 <sup>22</sup>

Un rayon moyen de particules de 50nm a été estimé pour la première population, valeur proche des rayons mesurés expérimentalement. Toutefois, les fractions calculées ne sont pas représentatives de la réalité microstructurale multi-échelles pour la population de plus grands rayons, car comme nous l'avons vu précédemment, la quasi-totalité de cette population présente une taille en dehors de la fenêtre de détection de cette technique.

En revanche, la DNPA est parfaitement adaptée à la détection de la deuxième population. En effet les rayons moyens identifiés sont de l'ordre de 2 à 4 nm.

La conclusion principale est la suivante : la précipitation nanométrique semble peu influencée par les conditions de trempe. En effet, ni la taille moyenne des particules, ni la fraction volumique de ces précipités ou encore leur densité ne semblent impactées par la vitesse de refroidissement. De plus, la fraction volumique de la précipitation nanométrique reste très faible (quelques dixièmes de pourcents).

Dans le cadre d'une étude réalisée par C. Bellot en interne chez Aubert & Duval [39], une simulation de la précipitation a été réalisée pour des vitesses de refroidissement comparables à celle mesurées expérimentalement. Cette simulation a été réalisée à l'aide du logiciel MatCalc, développé par le professeur E.Kozeschnik et son équipe [11-12]. La figure II-13 montre que les résultats expérimentaux sur la statistique de taille sont en accord avec les résultats de simulation. Cependant, les valeurs de densité sont inférieures à ce que le logiciel de calcul thermodynamique prévoit pour la population de petits précipités ( $10^{22}\text{m}^{-3}$  expérimentalement contre  $10^{25}\text{m}^{-3}$  pour la simulation thermodynamique). Pour la population de plus gros précipités, les densités estimées expérimentalement sont de l'ordre de  $10^{19}\text{m}^{-3}$ . Cette valeur correspond bien à ce qui est attendu par MatCalc pour un refroidissement de  $120^\circ\text{C}/\text{min}$  uniquement. Bien que le calcul issu du code MatCalc soit éloigné des résultats expérimentaux, un effet de la vitesse de refroidissement est bien constaté de manière qualitative. Nous n'avons pas été plus en profondeur dans la simulation car cela nécessiterait de revoir et de modifier les paramètres d'entrée du calcul. Cet aspect constitue clairement une perspective importante de ce travail.

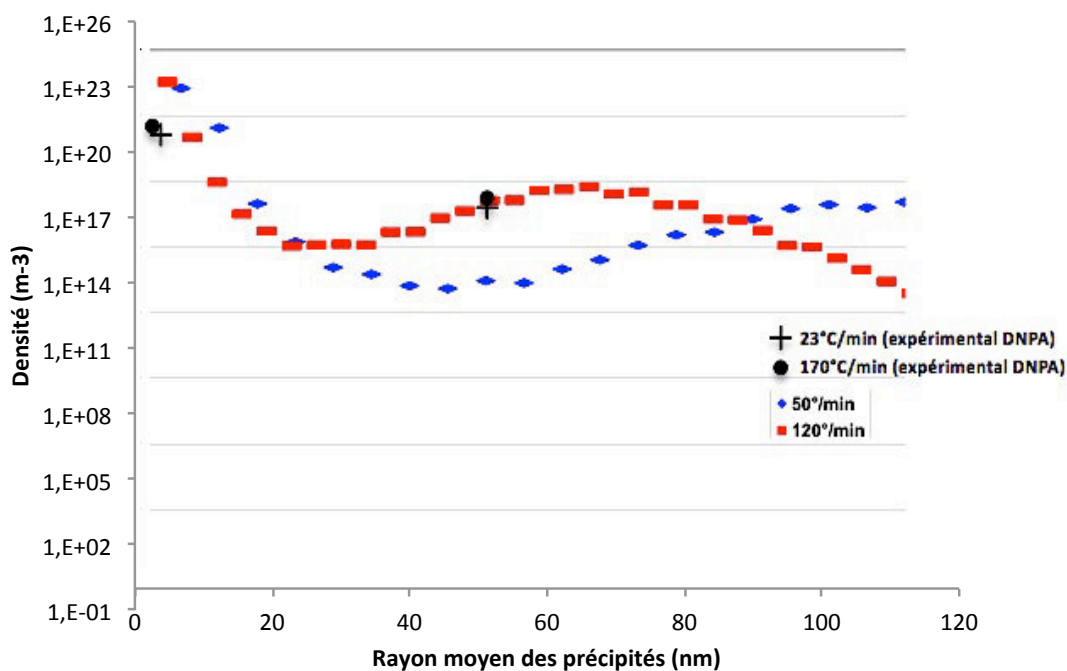


Figure II - 13 : Comparaison de la simulation de la précipitation issue du logiciel MatCalc avec l'analyse en DNPA [39]

Afin d'évaluer les tailles d'éventuels précipités formés au revenu, un échantillon vieilli 24h à 700°C a été analysé. Le traitement des données montre une population de précipités de 2,2nm de rayon dont la fraction volumique est de 1,85% (tableau II-5).

Après le deuxième vieillissement (815°C pendant 16h), la taille moyenne de cette population tend à croître. Cependant, sa fraction volumique chute à 0,15%. Bien que l'analyse de la population 1 soit faussée par la faible résolution du dispositif expérimental pour les particules de cette taille (50nm), la fraction volumique des plus gros précipités tend à augmenter au cours du second vieillissement. Les petits précipités semblent donc se re-dissoudre dans la matrice  $\gamma$  au profit des plus grands, bien en accord avec le mécanisme de mûrissement d'Ostwald qui est donc bien mis en évidence au second vieillissement.

Tableau II - 5 : Résultats d'analyse de la précipitation par DNPA - Effet des vieillissements

Vieillissement	Population 1			Population 2		
	Rayon (nm)	Fraction volumique (%)	Densité de précipités ( $m^{-3}$ )	Rayon (nm)	Fraction volumique (%)	Densité de précipités ( $m^{-3}$ )
700°C - 24h	50	2,26	$3,86.10^{19}$	2,2	1,85	$2,97.10^{23}$
700°C - 24h + 815°C - 16h	50	2,89	$4,94.10^{19}$	3,4	0,15	$8,46.10^{21}$



### 2.3.2 Synthèse

Une précipitation nanométrique est susceptible d'avoir une grande influence sur les mécanismes de durcissement de l'alliage. Or la quantification de cette précipitation n'est pas possible par observation au MEB. Une analyse par DNPA sur des échantillons bruts de trempe montre bien la population de précipités de quelques nanomètres de rayon, mais les densités et fractions volumiques restent particulièrement faibles. De plus, la vitesse de refroidissement ne semble pas avoir d'influence significative sur la taille ou la fraction volumique de ces précipités (les fractions restent faibles quelle que soit la vitesse de refroidissement). La précipitation tertiaire ne permet donc pas d'expliquer les variations de propriétés mécaniques. D'une manière plus générale, ce n'est pas la précipitation de taille de quelques nanomètres qui permet d'obtenir des résistances mécaniques de l'ordre de 1200MPa (à 20°C) à l'état trempé. Par ailleurs, la densité de particules mesurée reste bien inférieure à celle prévue par la simulation sous Matcalc.

D'autre part, une fraction significative de précipités nanométriques a pu être mesurée, cette fois-ci après un premier vieillissement à 700°C. Contrairement à ce qui pouvait être envisagée, les précipités  $\gamma'$  tertiaires ne sont donc pas dissous par ce traitement thermique de durée importante. Un second vieillissement, à plus haute température, tend d'une part à faire croître les plus petits précipités, et d'autre part à les re-dissoudre, probablement au profit de la population de  $\gamma'$  secondaires, de plus grand diamètre.

## 3 Chimie et fraction volumique de la précipitation $\gamma'$

### 3.1 Analyses chimiques et cristallographiques à l'équilibre

Pour compléter les analyses par DNPA, des mesures de la composition chimique des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  de différents échantillons ont été réalisées par ICP-OES. Les précipités  $\gamma'$  extraits par dissolution électrochimique de la matrice  $\gamma$  ont été dissous dans l'eau régale pour les besoins de l'analyse. La matrice  $\gamma$  est quant à elle analysée directement à partir de la solution électrolytique après extraction des précipités  $\gamma'$ .

Par ailleurs, afin d'estimer l'écart entre la fraction molaire prévue à l'équilibre par MatCalc et la fraction expérimentale après un temps de maintien important, des échantillons ont été vieillis entre 750°C et 1150°C, pendant 7 à 30 jours selon la température (mise en solution : 1150°C puis refroidissement à 50°C/h interrompu à la température de vieillissement) (cf tableau II-2). Au terme du vieillissement, les échantillons sont refroidis à l'air à la sortie du four. La composition chimique des phases présentes après ces vieillissements très longs est alors supposée très proche d'un état d'équilibre thermodynamique à ces températures. Le tableau II-6 présente les teneurs des principaux

éléments chimiques de la matrice  $\gamma$ , ainsi que la fraction massique de précipités  $\gamma'$  en fonction de la température de vieillissement.

Tableau II - 6 : Composition atomique de la matrice – Après un très long vieillissement (7 à 30 jours)

Composition atomique (%) - Matrice							
T° de vieillissement	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fraction massique de phase $\gamma'$ (%)
<b>1150-7j</b>	50,8%	23,1%	17,2%	2,2%	3,3%	3,4%	<b>26,6</b>
<b>1100-7j</b>	52,1%	22,6%	15,3%	2,1%	4,1%	3,9%	<b>25,4</b>
<b>1050-7j</b>	50,7%	23,7%	17,7%	2,4%	3,4%	2,0%	<b>28,0</b>
<b>1000-7j</b>	47,6%	26,9%	17,7%	2,5%	2,5%	2,7%	<b>32,5</b>
<b>950-7j</b>	47,4%	27,3%	19,6%	2,6%	1,2%	1,8%	<b>42,0</b>
<b>900-30j</b>	45,9%	28,4%	19,6%	2,7%	1,3%	1,9%	<b>43,6</b>
<b>850-30j</b>	44,8%	29,2%	20,5%	2,7%	1,1%	1,6%	<b>40,7</b>
<b>750-30j</b>	43,1%	30,5%	21,6%	2,9%	0,6%	1,1%	<b>48,4</b>

Pour la suite, nous faisons l'hypothèse que la composition chimique des précipités est stable au cours du temps. A partir de ces résultats expérimentaux, de la masse atomique  $M_i$  de chacun des éléments chimiques et de la composition massique initiale de l'alliage, il est possible d'estimer la fraction molaire que représente la phase  $\gamma'$  dans l'alliage. Ce calcul n'est pas direct, il s'effectue en deux temps. En premier lieu, il convient de calculer la quantité de matière  $n_i$  (mol) de chaque élément, pour une masse définie de l'alliage. Les calculs sont effectués pour une masse d'alliage de 100g. A partir de la teneur en un élément  $e_i$  issue de la composition de l'alliage, la quantité de matière correspondant peut être calculée :

$$n_i = \frac{e_i}{M_i} \cdot 100 \quad (\text{E II-1})$$

De la même manière, il est possible de calculer la quantité de matière du même élément chimique dans les précipités  $n_{i\gamma'}$ . Cette fois, la masse de référence considérée est celle des précipités :  $100 \times F_m$ , avec  $F_m$  la fraction massique de précipité. Par ailleurs, la teneur en un élément  $e_{i\gamma'}$  de la composition chimique des précipités est obtenue par différence entre la composition globale de l'alliage avec celle de la matrice (tableau II-8). On a alors l'équation suivante :

$$n_{i\gamma'} = \frac{e_{i\gamma'}}{M_i} \cdot 100 \cdot F_m \quad (\text{E II-2})$$

Pour l'alliage comme pour les précipités, la somme des termes pour les  $n$  éléments chimiques permet de calculer la quantité de matière totale. On obtient alors les quantités de matière totales de l'alliage  $n_{alliage}$  et des précipités qui le composent  $n_{\gamma'}$  pour 100g d'alliage, à partir des équations suivantes :

$$n_{alliage} = \sum_i n_i = \sum_i \frac{e_i}{M_i} \cdot 100 \quad (E II-3)$$

et

$$n_{\gamma'} = \sum_i n_{i\gamma'} = \sum_i \frac{e_{i\gamma'}}{M_i} \cdot 100 \cdot F_m \quad (E II-4)$$

Enfin, la fraction molaire de précipités est calculée par le rapport des quantités de matière des précipités et de l'alliage :

$$F_{mol} = \frac{n_{\gamma'}}{n_{alliage}} = \frac{\sum_i \frac{e_{i\gamma'}}{M_i} \cdot F_m}{\sum_i \frac{e_i}{M_i}} \quad (E II-5)$$

La figure II-14 permet de comparer les fractions molaires expérimentales calculées aux valeurs de fractions molaires prédites par le logiciel MatCalc à l'équilibre thermodynamique. Ce graphique permet donc de confirmer que l'état thermodynamique des échantillons après un vieillissement long est proche de l'équilibre.

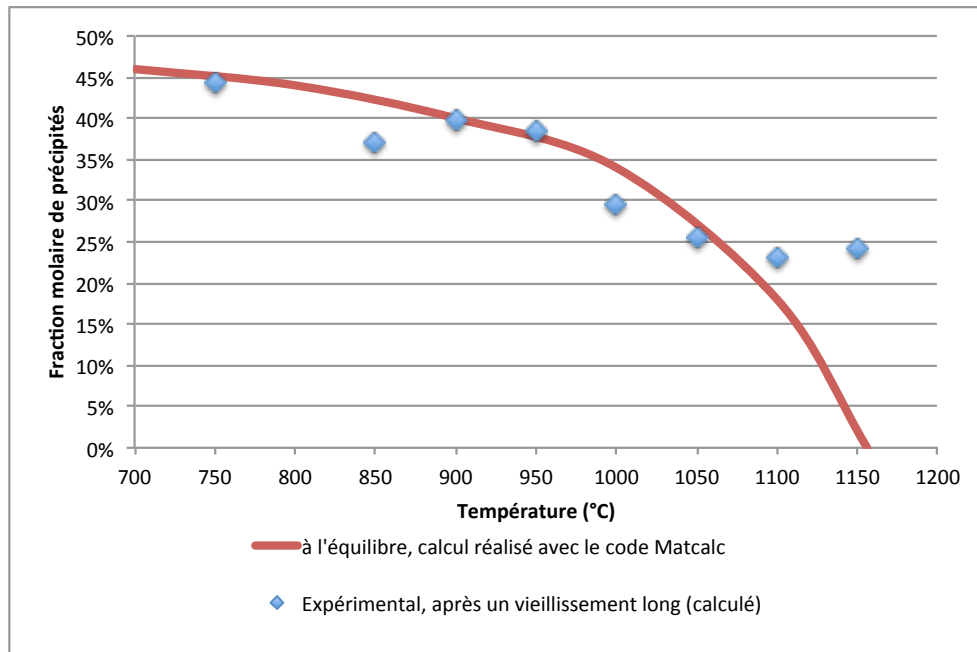


Figure II - 14 : Comparaison de la fraction molaire de phase  $\gamma'$  calculée à partir de données expérimentales avec le résultat de la simulation à l'équilibre thermodynamique sous MatCalc

Cependant et contrairement aux autres températures, l'échantillon vieilli à 1150°C présente un écart à la simulation important : 26,6% au lieu de 2 à 3%. Compte tenu de la proximité de cette température avec la température de solvus de l'alliage, cette valeur est très excessive et ne peut être expliquée par les erreurs de mesure. Elle peut cependant trouver son origine dans la présence d'une population de petits précipités sphériques dont la germination peut être attribuée à la trempe générée par la sortie du

four de vieillissement. Ce complément de précipitation a été observés au MEB, comme le montre la figure II-15.

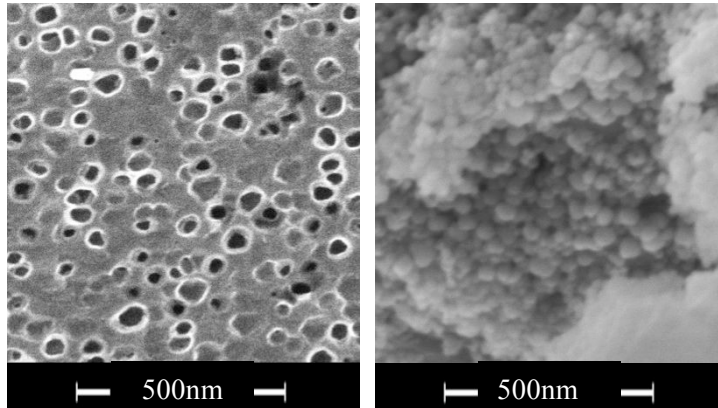


Figure II - 15 : Microstructure de l'échantillon vieilli à 1150°C - Après attaque chimique à l'eau régale (à gauche) - Poudre de précipités extraits (à droite)

Pour chacune des conditions de vieillissement, les analyses chimiques de la matrice dissoute en solution montrent un appauvrissement de la matrice en aluminium et titane vers les basses températures (figure II-16). Ceci illustre parfaitement la baisse de solubilité des éléments  $\gamma'$ -gènes au cours du refroidissement, et par conséquent la formation de précipités  $\gamma'$ .

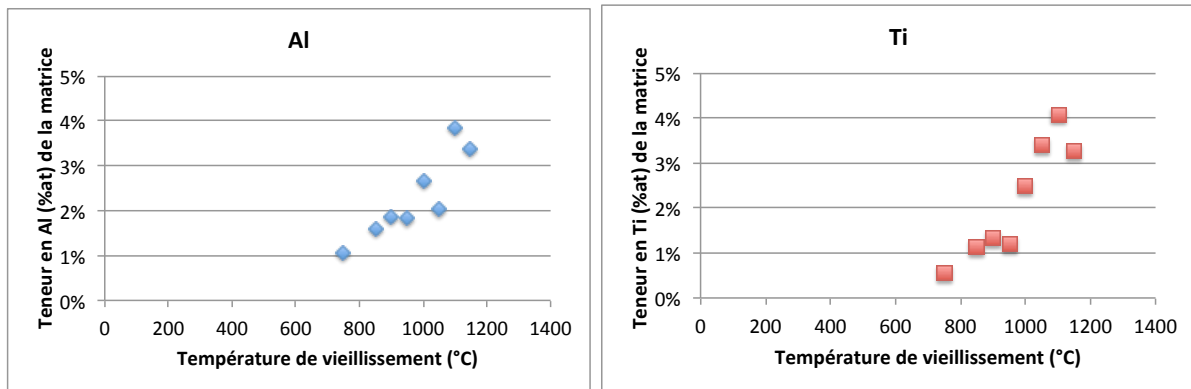


Figure II - 16 : Teneur en titane et aluminium de la matrice en fonction de la température – Proche de l'équilibre thermodynamique

Cette évolution de composition chimique peut également être tracée en fonction de la fraction massique de précipités extraits (figure II-17).

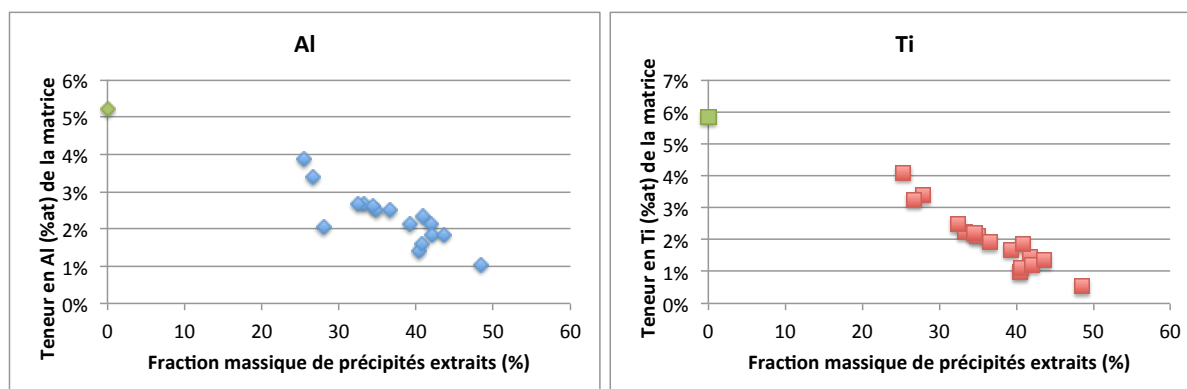


Figure II - 17 : Teneur en titane et aluminium de la matrice en fonction de la fraction massique de précipités extraits

Bien que les teneurs en titane et aluminium dans la matrice soient différentes d'une température à l'autre, la composition du précipité ne semble quant à elle pas affectée de manière significative par la quantité de précipités présente dans l'alliage. Comme le montre la figure II-18, la composition reste stable avec une teneur en aluminium de 9%at et de 13%at pour le titane. Ceci valide l'hypothèse de stabilité de la composition chimique de la phase  $\gamma'$  posée précédemment. Seule la fraction volumique/molaire varie d'une conditions de trempé à l'autre.

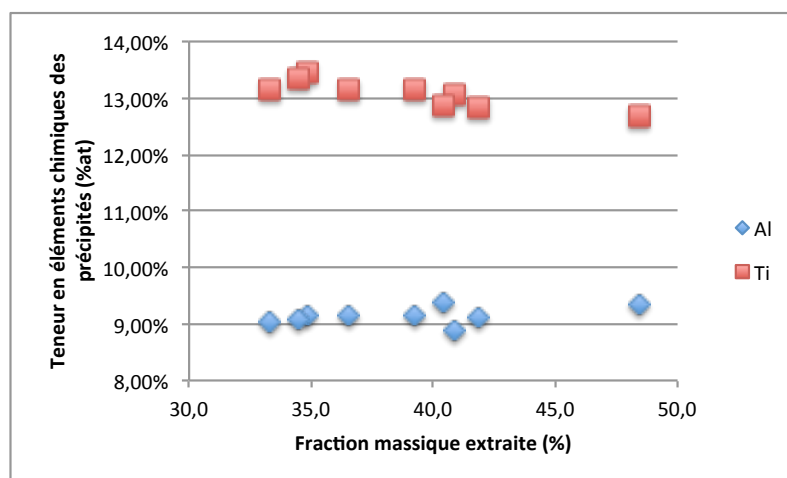


Figure II - 18 : Teneurs en titane et aluminium de la phase  $\gamma'$  (précipités) en fonction de la fraction massique de précipités extraits

Les analyses de ces échantillons vieillies à différentes températures avec des durées longues ont permis de montrer que l'état d'équilibre thermodynamique est atteint expérimentalement. La composition chimique de la matrice tend logiquement à s'appauvrir en titane et aluminium au fur et à mesure que les précipités sont formés. Ces derniers sont quant à eux de composition chimique constante.

### 3.2 Comparaison des états bruts de trempe et vieillis avec les états à l'équilibre

Au terme d'une trempe, l'alliage peut être considéré comme étant hors équilibre car la précipitation est incomplète (sursaturation de la matrice en titane et aluminium). L'objectif de cette partie est de comparer les états de précipitation des échantillons bruts de trempe, mais également après un vieillissement « industriel », avec les données à l'équilibre. Des états d'équilibre ont été définis précédemment, pour différentes températures. La fraction molaire ou encore les compositions chimiques des différentes phases sont donc connues pour ces états d'équilibre.

Des analyses chimiques ont été réalisées sur des échantillons dont le refroidissement a été piloté à différentes vitesses. L'écart à l'état d'équilibre thermodynamique peut ainsi être quantifié.

Les analyses chimiques des échantillons bruts de trempe sont résumées dans les tableaux II-7 (matrice  $\gamma$ ) et II-8 (précipités  $\gamma'$ ). Figurent également les fractions massiques de précipités extraits par dissolution.

Tableau II - 7 : Résultats de l'analyse chimique – Composition atomique de la matrice

Traitement thermique	Composition atomique (%) - Matrice					
	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al
<b>23°C/min<sup>(1)</sup></b>	46,6%	27,5%	19,4%	2,8%	1,5%	2,1%
<b>170°C/min<sup>(1)</sup></b>	48,0%	26,2%	18,7%	2,6%	1,9%	2,5%
<b>280°C/min<sup>(1)</sup></b>	48,0%	26,0%	18,4%	2,7%	2,2%	2,7%
<b>315°C/min<sup>(1)</sup></b>	47,3%	27,2%	18,3%	2,6%	2,1%	2,5%
<b>525°C/min<sup>(1)</sup></b>	47,6%	27,1%	18,0%	2,5%	2,2%	2,6%
<b>700°C (0min)<sup>(2)</sup></b>	47,9%	26,2%	18,9%	2,7%	1,9%	2,3%
<b>700°C – 24h<sup>(2)</sup></b>	47,4%	26,7%	19,2%	2,8%	1,7%	2,1%
<b>700°C - 24h + 815°C-16h<sup>(2)</sup></b>	44,8%	28,9%	20,9%	2,9%	1,0%	1,4%
<b>750°C - 30j<sup>(3)</sup></b>	43,1%	30,5%	21,6%	2,9%	0,6%	1,1%

Tableau II - 8 : Résultats de l'analyse chimique - Composition atomique de la phase  $\gamma'$  (précipités)

Traitement thermique	Composition atomique (%) - Précipités						Fraction massique de phase $\gamma'$ (%)
	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	
<b>23°C/min<sup>(1)</sup></b>	69,8%	2,7%	4,2%	1,3%	12,9%	9,1%	<b>41,8</b>
<b>170°C/min<sup>(1)</sup></b>	69,2%	2,9%	4,3%	1,3%	13,2%	9,1%	<b>36,5</b>
<b>280°C/min<sup>(1)</sup></b>	69,4%	2,8%	4,4%	1,2%	13,1%	9,0%	<b>33,3</b>
<b>315°C/min<sup>(1)</sup></b>	69,0%	3,0%	4,2%	1,2%	13,5%	9,2%	<b>34,9</b>
<b>525°C/min<sup>(1)</sup></b>	69,3%	2,8%	4,3%	1,2%	13,3%	9,1%	<b>34,5</b>
<b>700°C (0min)<sup>(2)</sup></b>	69,3%	3,0%	4,4%	1,3%	13,1%	8,9%	<b>40,9</b>
<b>700°C - 24h<sup>(2)</sup></b>	69,6%	2,8%	4,0%	1,3%	13,2%	9,1%	<b>39,2</b>
<b>700°C - 24h + 815°C-16h<sup>(2)</sup></b>	71,4%	2,0%	3,1%	1,4%	12,9%	9,4%	<b>40,4</b>
<b>750°C - 30j<sup>(3)</sup></b>	70,4%	2,5%	3,6%	1,5%	12,7%	9,3%	<b>48,4</b>

<sup>(1)</sup> Mise en solution à 1170°C pendant 30 minutes, puis trempe jusqu'à température ambiante

<sup>(2)</sup> Mise en solution à 1170°C pendant 30 minutes, trempe à 120°C/min jusqu'à température ambiante, puis revenu

<sup>(3)</sup> Mise en solution à 1170°C pendant 12 heures, puis refroidissement 50°C/h jusqu'à la température de revenu

A partir des équations E II-1 à 5, de l'analyse chimique des précipités ainsi que leur fraction massique, la fraction molaire de la phase  $\gamma'$  dans l'alliage peut être calculée. Le tableau II-9 rassemble les fractions molaires calculées pour chaque vitesse de refroidissement testée.

Tableau II - 9 : Fraction molaire calculée de phase  $\gamma'$  (précipités) en fonction du traitement thermique

Traitement thermique	Fraction molaire calculée
23°C/min	38,2%
170°C/min	33,3%
280°C/min	30,4%
315°C/min	31,8%
525°C/min	31,5%
700°C (0min)	37,3%
700°C 24h	35,8%
700°C 24h + 815°C 16h	36,8%
750°C 30j	44,2%

La fraction molaire maximale théorique calculée est de 45,5% à 20°C. Ce calcul suppose que tout l'aluminium et le titane ont précipité. Les calculs montrent qu'avec 44,2%, l'échantillon vieilli à 750°C pendant 30 jours est très proche de cet état. En revanche, ceci confirme que le potentiel de précipitation est encore important sur les échantillons brut de trempe. De façon moins attendue, la fraction molaire de précipité ne semble pas évoluer après deux vieillissements pour le traitement industriel. Ceci indique que la cinétique de précipitation est relativement lente à ces niveaux de températures, car même après 40h de traitement, la fraction molaire de précipités mesurée reste significativement éloignée de celle obtenue après 30 jours à 750°C.

Ainsi, la vitesse de refroidissement semble influencer la fraction molaire calculée : plus le refroidissement est lent, plus la fraction molaire de précipités est importante (figure II-19).

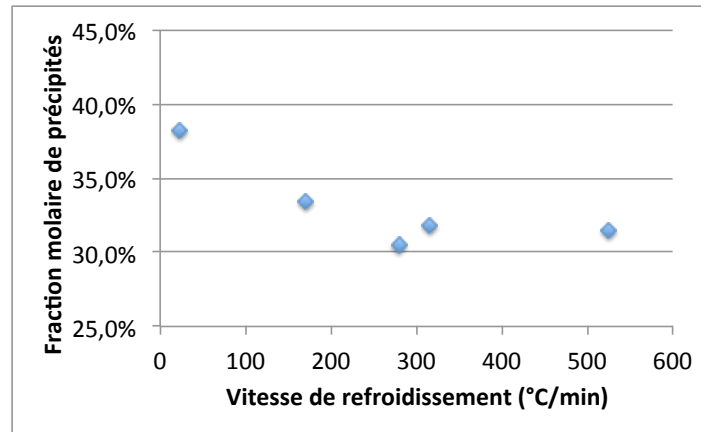


Figure II - 19 : Evolution de la fraction molaire de phase  $\gamma'$  en fonction de la vitesse de refroidissement

Par ailleurs, bien que les résultats du calcul thermodynamique issu du code MatCalc ne soit pas en accord avec les observations expérimentales des précipités  $\gamma'$  tertiaires, ils semblent bien plus réalistes pour ce qui concerne la précipitation secondaire.

A partir de la densité de précipités  $DdP$  donnée par MatCalc, il est possible d'obtenir la fraction volumique de précipités  $F_v$ , calculée avec l'équation suivante :

$$F_v = \sum_0^{R_{max}} \frac{4}{3} \pi r^3 \cdot DdP(r) \quad (E II-6)$$

Où  $R_{max}$  est le rayon maximal des précipités observés expérimentalement.

Pour les différents traitements thermiques étudiés, on obtient alors les valeurs de fraction volumiques (calculées) suivantes :



Tableau II - 10 : Fraction volumique calculée de phase  $\gamma'$  (précipités) en fonction du traitement thermique

Traitement thermique	Fraction volumique calculée
23°C/min	32,3%
170°C/min	28,7%
280°C/min	26,0%
315°C/min	27,8%
525°C/min	27,2%
700°C (0min)	31,6%
700°C 24h	30,8%
700°C 24h + 815°C 16h	31,6%
750°C 30j	37,5%

### 3.3 Synthèse partielle

Les résultats des analyses chimiques montrent que la composition des précipités ne varie pas de manière significative avec les divers traitements thermiques. En revanche, la composition chimique de la matrice dépend des conditions de trempe et de vieillissement. Ceci s'explique par la formation des précipités qui appauvrissent la phase  $\gamma$  en titane et aluminium, la quantité de précipités formée dépendant du traitement thermique.

Les longs temps de vieillissement appliqués permettent de déterminer la composition chimique de la matrice proche de l'équilibre thermodynamique pour différentes températures. Par ailleurs, un vieillissement à 750°C pendant 30 jours permet d'atteindre une fraction molaire calculée de 44,2%, valeur très proche de la fraction molaire maximale théorique de 45,5% à cette température.

Au contraire, les échantillons bruts de trempe et après traitement thermique industriel sont plus éloignés de cet état d'équilibre, avec des fractions calculées entre 30 et 38,5%. Le potentiel de précipitation reste donc important, même après un traitement thermique complet.

## 4 Conclusions et synthèse

La microstructure de l'alliage a été étudiée via différentes techniques d'analyse adaptées aux différentes échelles d'investigation. Ceci a permis de caractériser précisément les précipités formés aux différentes étapes du traitement thermique, ce qui permettra de discuter et de proposer une

argumentation liée aux variations de propriétés mécaniques présentées dans le chapitre III. D'une part, les caractérisations liées au grain  $\gamma$  et à la précipitation  $\gamma'$  ont été réalisées, et d'autre part, la chimie des différentes phases a été déterminée. L'évolution de plusieurs paramètres de microstructure tels que la taille des précipités ou la fraction de phase  $\gamma'$  a ainsi pu être évaluée au cours du refroidissement, pour différentes vitesses de trempe.

De nombreuses études ont montré que la taille de grain est contrôlée par la température et la durée de mise en solution. Ce couple de paramètres étant fixé dans notre étude, aucune variation de taille de grains avec les conditions de trempe n'a été observée.

La formation des précipités  $\gamma'$  secondaires est significativement influencée par la vitesse de trempe. La température semble quant à elle n'avoir qu'un faible impact sur la phase  $\gamma'$  en dessous de 1000°C. La formation des précipités semble donc terminée en dessous de cette température au cours de la trempe.

Enfin, les précipités de taille nanométrique détectés mais en très faible quantité, ne sont pas reliés aux conditions de trempe, tant en termes de diamètre moyen que de fraction volumique.

D'une manière générale, dans les conditions de l'étude, seule la vitesse de refroidissement influence de manière sensible la formation des précipités  $\gamma'$ . De plus, il semble que seuls les précipités secondaires d'une taille de la centaine de nanomètres de diamètre, soient réellement impactés.

Les résultats des analyses chimiques ont permis d'accéder à l'évolution de la fraction molaire de phase  $\gamma'$  en fonction de la vitesse de refroidissement. Plus particulièrement, les échantillons bruts de trempe et après traitement thermique industriel présentent des fractions molaires calculées comprises entre 30 et 38,5%. Ces valeurs sont bien loin du maximum théorique de 45,5% à 700°C, maximum qui a par ailleurs pu être approché expérimentalement. Le potentiel de précipitation reste donc important, même après un traitement thermique complet. Ce résultat pose l'hypothèse d'une possible optimisation du traitement thermique de l'alliage afin de faire précipiter une plus grande quantité de phase  $\gamma'$ , et ainsi améliorer les propriétés mécaniques de l'alliage.

Il est possible de replacer cette amplitude de fraction molaire sur le diagramme présentant la fraction molaire de phase  $\gamma'$  à l'équilibre thermodynamique en fonction de la température (figure II-20). Les températures d'équilibre correspondantes sont comprises entre 945°C et 1030°C (flèches noires).

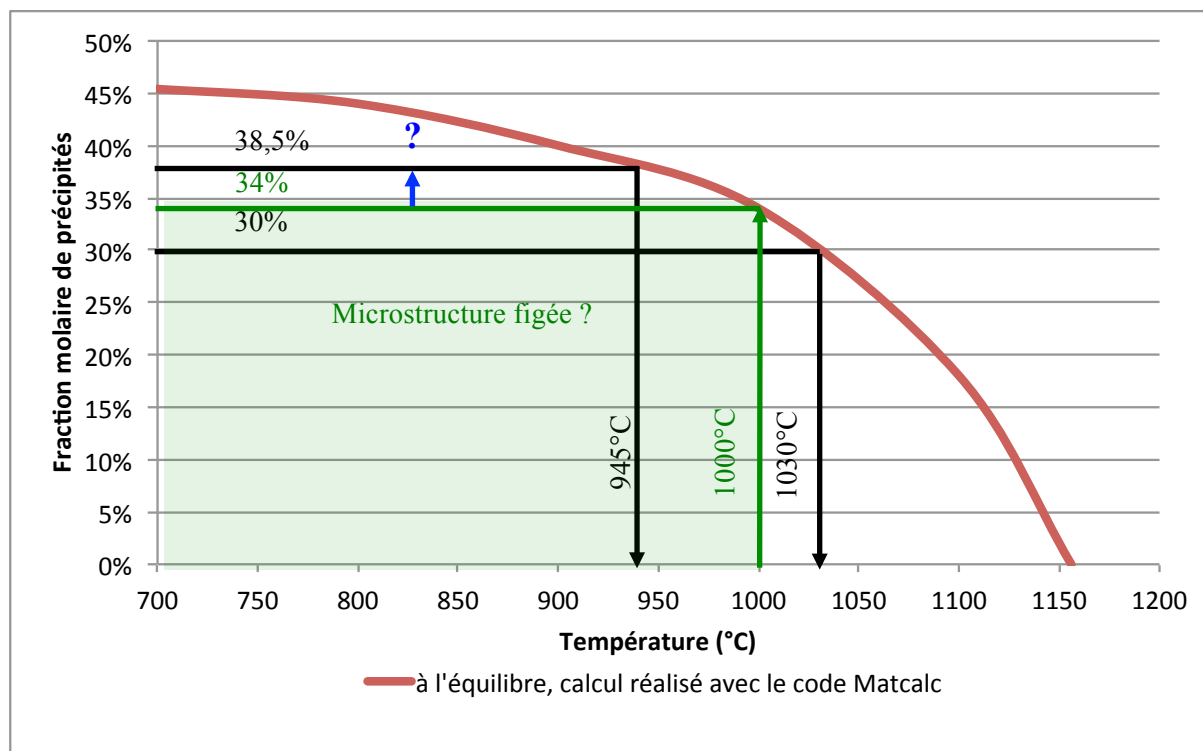


Figure II - 20 : Evolution de la fraction volumique de phase  $\gamma'$  à l'équilibre thermodynamique (calculée)

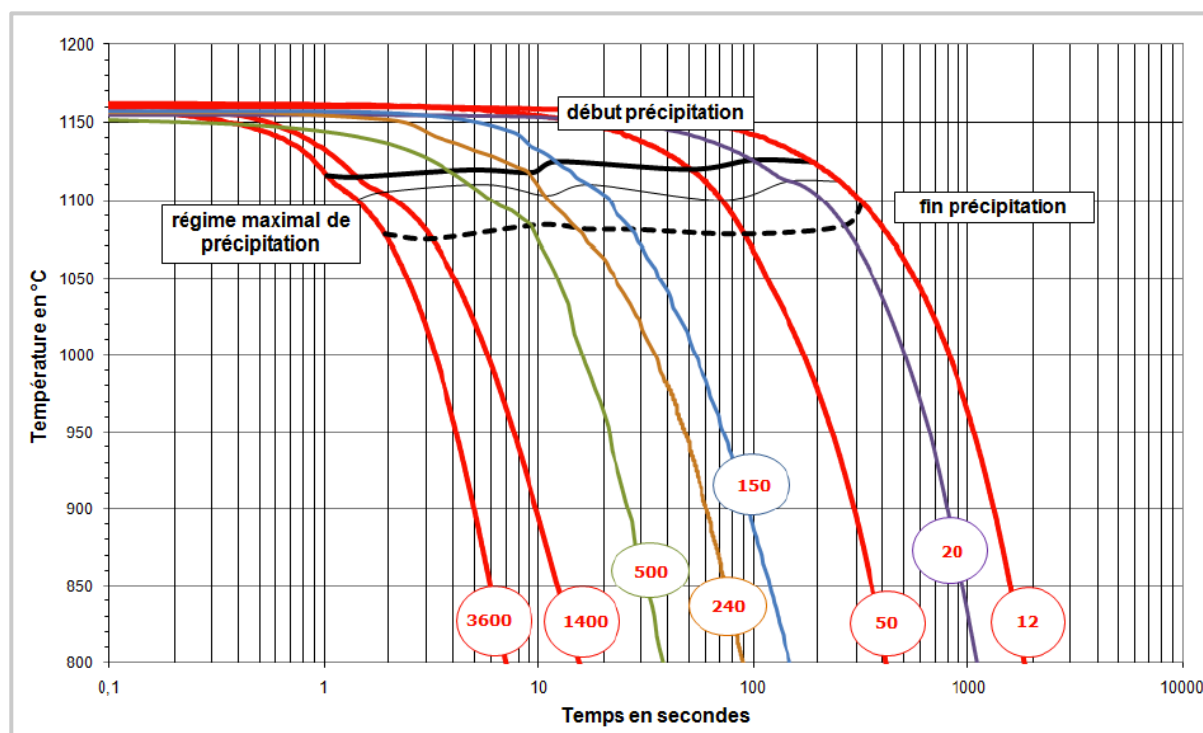


Figure II - 21 : Digramme TRC du PER72 après mise en solution supersolvus [33]

De plus, les observations MEB de la précipitation secondaire semblent montrer que la microstructure est figée en dessous de 1000°C. Les résultats issus des travaux de Ther semblent bien confirmer ce résultat [33]. En effet, comme le montre la figure II-21, le domaine principal de précipitation de la

phase  $\gamma'$  semble compris entre 1130°C et 1080°C, et ce pour des vitesses de refroidissement comprises entre 12 et 3600°C/min.

Si c'était effectivement le cas, les fractions molaires maximales de précipités mesurées seraient de l'ordre de 34%. Ceci indique que même si la microstructure ne semble pas évoluer au travers des mesures réalisées par analyse d'images, la formation des précipités continue en dessous de 1000°C, pouvant aller jusqu'à une fraction molaire de 38%. Nous avons donc bien mis en évidence un complément de précipitation limité, mais bien mesurable de quelques pourcents en fraction molaire en dessous de 1000°C.

D'une manière générale, nous avons vu que la vitesse de refroidissement jouait un rôle prépondérant tant sur la taille des précipités secondaires que sur leur fraction molaire. Aussi, de telles variations sont susceptibles d'être à l'origine de différences de propriétés à l'usage. Une caractérisation mécanique a alors été réalisée suivant le même plan expérimental. L'objectif est ainsi de pouvoir relier directement les variations de propriétés mécaniques aux évolutions de microstructure.



# Chapitre III : Relations entre propriétés mécaniques et microstructure

Lors d'une trempe, la structure subit des cycles thermiques et mécaniques dans un régime transitoire. L'objectif de cette étude consiste à établir un lien entre les évolutions de microstructure et les variations de propriétés mécaniques au cours du traitement thermique, et plus particulièrement lors de la trempe.

Ce chapitre est dédié aux investigations sur le comportement et les propriétés mécaniques du PER72® à différentes températures, en particulier au cours de la trempe après mise en solution à 1170°C. Pour rappel, cette température de mise en solution est a été fixée au dessus de la température de solvus  $\gamma'$  afin de garantir une maîtrise de la taille de grain d'une éprouvette à l'autre. Afin de mesurer le module d'Young, la limite d'élasticité ou encore la sensibilité de l'alliage à la vitesse de déformation, des essais de traction et de relaxation ont été réalisés. Les évolutions des caractéristiques mécaniques ont été quantifiées et reliées aux conditions de trempe et de revenu.

En lien avec les résultats présentés au chapitre précédent, la microstructure est particulièrement sensible aux conditions de trempe. La taille moyenne des précipités, la distance moyenne entre particules, et leur fraction volumique peuvent être directement reliés à la vitesse de refroidissement. Etablir un lien entre les évolutions de ces variables de microstructure et le comportement mécanique en traction au cours du traitement thermique est l'objectif de ce chapitre.

Dans une première partie, les différentes contributions et mécanismes participant au durcissement des alliages du type du PER72® seront rappelées. Par la suite, les résultats de la caractérisation mécanique de notre alliage seront présentés. Enfin, les relations les plus pertinentes entre les grandeurs mécaniques issues des essais de traction/relaxation et la microstructure seront sélectionnées, en vue d'identifier les variables de microstructure à intégrer au modèle de comportement mécanique.

## 1 Aspects bibliographiques focalisés sur les superalliages

Le durcissement d'un alliage trouve son origine dans la présence d'obstacles au mouvement des dislocations. Suivant le type d'obstacles et leur interaction avec les dislocations, différents mécanismes de durcissement sont activés. Ces obstacles peuvent être les précipités, les joints de grains, les atomes en solution solide, les forces de frictions du réseau ou bien les dislocations elles-mêmes. Lorsque la contrainte est suffisante pour franchir ces obstacles, l'alliage peut se déformer plastiquement. Ce seuil de contrainte correspond à la limite d'élasticité « physique » du matériau.

Les contributions simultanées au durcissement ont conduit certains auteurs à décrire l'influence de la microstructure sur la limite d'élasticité  $\sigma_0$  sous la forme d'une expression additive (équation III-1), souvent discutée, en particulier pour les aciers à haute résistance [1–3].

$$\sigma_0 = \sigma_g + \sigma_{ss} + \sigma_{fr} + \sigma_d + \sigma_p \quad (\text{E III-1})$$

avec :

$\sigma_g$  : Contribution des joints de grains

$\sigma_{ss}$  : Durcissement par solution solide

$\sigma_{fr}$  : Contribution des forces de friction du réseau

$\sigma_d$  : Durcissement dû aux dislocations

$\sigma_p$  : Mécanisme de durcissement par précipitation

Parmi ces différentes contributions possibles, deux d'entre elles sont particulièrement importantes dans les superalliages : le durcissement par précipitation et le durcissement par solution solide. Ces deux contributions sont toutefois très liées notamment lors de la croissance des particules qui s'accompagne d'un appauvrissement de la matrice en éléments d'alliage (cf figure II-18 du chapitre II). Au cours de la précipitation, la contribution des particules formées augmente au détriment de celle de la solution solide.

Le durcissement par solution solide a fait l'objet de nombreuses recherches pour différents alliages métalliques [4–13]. En effet, certains auteurs ont utilisé la formule de Gypen et Deruyttere [4, 5], exprimant cette contribution en fonction de la composition de leur alliage [7, 8, 12, 13]. Pour les superalliages base nickel, l'influence de la teneur en quelques éléments d'alliage a été plus particulièrement étudiée [9–11] : le rhénium, le niobium, le tungstène ou encore le molybdène.

Cependant, pour les alliages de la famille du PER72<sup>®</sup>, il semble que les différences de limite d'élasticité constatées suivant les conditions de trempe et de revenu soient principalement dues aux variations de taille et fraction de précipités [9]. Par conséquent, l'étude de la microstructure s'est limitée à l'analyse fine des précipités de phase  $\gamma'$ . La contribution de la précipitation au durcissement

---

de l'alliage  $\sigma_p$  sera plus particulièrement étudiée dans les parties suivantes. Si certaines des autres contributions de la microstructure à la limite d'élasticité restent importantes, l'hypothèse majeure est que les amplitudes de variation de ces contributions sont moindres. Ces autres contributions ne seront pas détaillées dans cette étude et seront rassemblées sous l'appellation  $\sigma_+$ .

## 1.1 Mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations

Une courte description des mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations est proposée dans cette première partie.

### 1.1.1 Introduction

Les deux phases qui constituent le PER72® ont des comportements mécaniques propres. En particulier, il a été montré que la phase  $\gamma'$  pure présentait une anomalie de limite d'élasticité [54]. En effet, cette limite tend à augmenter avec les hautes températures, passant par un maximum vers 900°C pour redescendre par la suite. Comme le montre la figure III-1, la phase  $\gamma'$  présente une limite d'élasticité supérieure à la matrice  $\gamma$  dès 100°C. Ainsi, selon la fraction volumique de phase  $\gamma'$ , les propriétés mécaniques de l'alliage peuvent être optimisées pour les basses ou hautes températures.

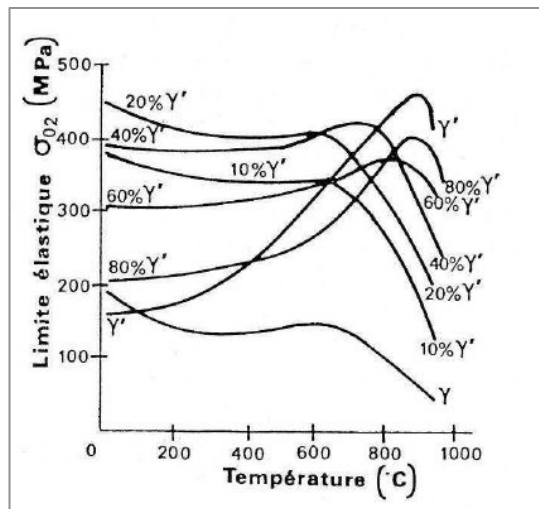


Figure III - 1 : Evolution de la limite d'élasticité conventionnelle ( $R_{p0,2}$ ) avec la température – Effet de la fraction volumique de phase  $\gamma'$  [adapté de Beardmore et al. 1969 par T.Billot 2010] [3], [54]

Dans le cadre d'une utilisation normale, les disques de turbine HP sont sollicités dans une gamme de températures comprises entre 400°C et 600°C, et jusqu'à 800°C en situation d'urgence. D'après la figure III-1, les proportions de phase optimales vis à vis de la limite d'élasticité pour ce domaine de température sont de l'ordre de 40 à 50% de phase  $\gamma'$ . Pour cette gamme de température, on retrouve



logiquement des alliages tels que le PER72® ou l'Udimet®720, dont la fraction volumique de phase  $\gamma'$  peut s'élever jusqu'à 40-45% à l'équilibre thermodynamique.

L'évolution de la limite d'élasticité avec la température a été décrite dans plusieurs travaux, sur les superalliages monocristallins comme polycristallins (figure III-2) [3-4]. Plus particulièrement, Sczerzenie différencie trois domaines de températures [55] :

- Aux basses températures ( $20^{\circ}\text{C} < T < 600^{\circ}\text{C}$ , températures usuelles), la limite d'élasticité est élevée, et décroît lentement avec l'augmentation de la température.
- Aux températures intermédiaires ( $600^{\circ}\text{C} < T < 900^{\circ}\text{C}$ ), cette limite passe par un maximum (pic), communément appelé « anomalie de limite d'élasticité ».
- Aux hautes températures ( $T > 900^{\circ}\text{C}$ ) la limite d'élasticité décroît fortement.

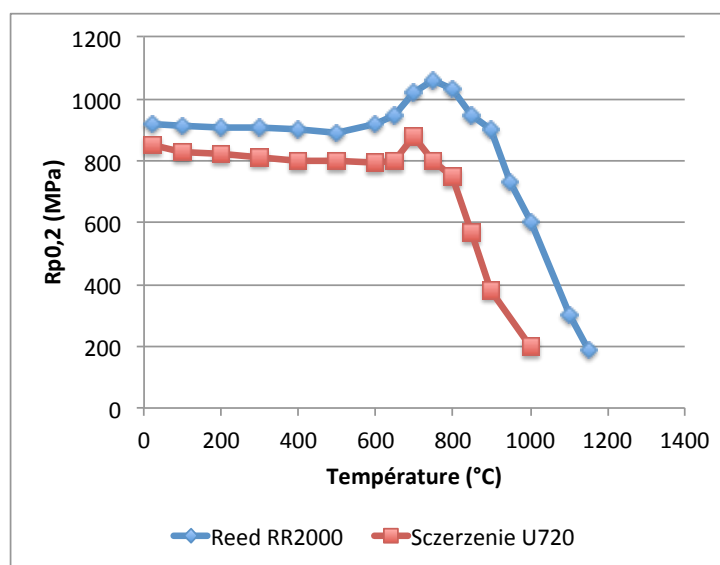


Figure III - 2 : Evolution du  $R_{p0,2}$  avec la température – RR2000 monocristallin et Udimet®720 polycristallin [9], [55]

Ces variations de la limite d'élasticité peuvent trouver une explication dans les différents mécanismes de déformations mis en jeu, en particulier à l'échelle des dislocations. Diologent a décrit la transition d'un mécanisme à l'autre en fonction de la température pour plusieurs superalliages monocristallins (figure III-3) [56]. Des études menées par Bettge [57] ont permis de montrer que l'évolution de ces mécanismes de déformation avec la température, et son impact sur les propriétés en traction, sont similaires sur les superalliages polycristallins.

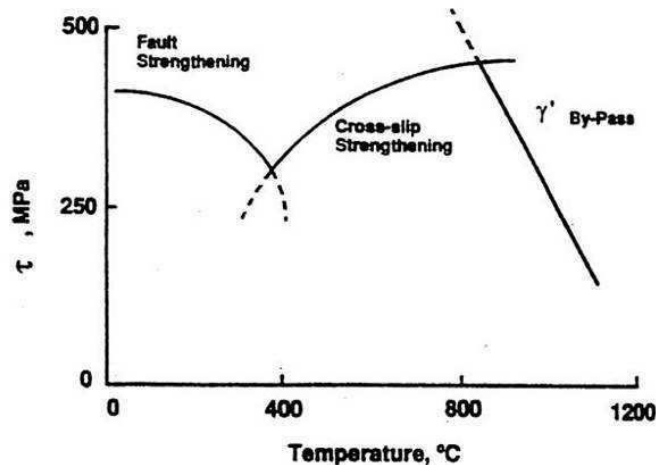


Figure III - 3 : Mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations, en fonction de la température [adapté de Diologent, 2002 par T.Billot 2010] [3], [56]

- Pour les basses températures, le cisaillement des précipités est le principal mécanisme qui contrôle le comportement en traction. Billot a particulièrement décrit ce mécanisme de franchissement qui est actif aux basses températures et qui contribue fortement au durcissement du matériau [3].

- Pour les températures intermédiaires, au niveau du « pic » (cf. figure III-2), l'augmentation de la limite d'élasticité peut être expliquée par un autre mécanisme de franchissement de la phase  $\gamma'$  : le glissement dévié. Les dislocations vis dissociées, glissiles dans une famille de plans  $\{111\}$ , adoptent une configuration dite de « Kear – Wilsdorf » (ou verrous de Kear – Wilsdorf) par glissement dévié dans un plan cristallographique de la famille  $\{001\}$  [58]. Veysseyre et Terzi montrent que ce mécanisme favorise le durcissement (et probablement une certaine fragilité due à l'augmentation de la densité de dislocations sessiles) [21, 22].

- Aux températures élevées, les mécanismes de contournement sont favorisés. Avec l'augmentation de la température, les plus petits précipités  $\gamma'$  sont remis en solution au profit des plus gros. Ce mécanisme de murissement d'Ostwald induit une décroissance de la contrainte d'Orowan qui devient nulle pour la température de mise en solution de la phase  $\gamma'$ .

Les essais de cette étude sont réalisés dans ces trois domaines de température. Les mécanismes de franchissement des précipités qui y sont associés ont été abondamment discutés dans la littérature [16], [22–28]. Ils sont résumés dans les parties suivantes.

### 1.1.2 Le contournement d'Orowan

Lorsqu'une dislocation parfaite se courbe à l'approche d'un précipité, celle-ci peut le franchir sans toucher à son intégrité (figure III-4). Elle laisse alors une boucle autour de ce précipité, dite « boucle d'Orowan ».

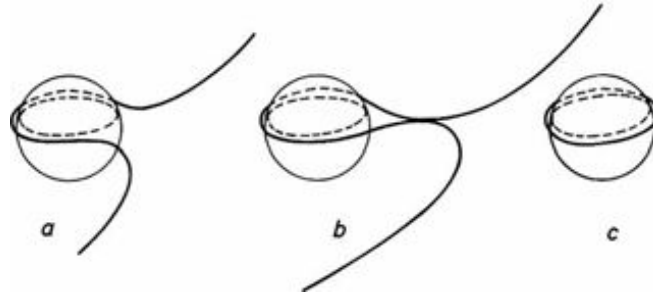


Figure III - 4 : Contournement d'Orowan [3]

Ce contournement ne peut se produire que si la contrainte de franchissement exercée est supérieure à la contrainte d'Orowan définie par l'équation E III-2 :

$$\sigma_{Orowan} = \frac{2T}{b \cdot D_{ip}} \quad (E \text{ III-2})$$

où T est la tension de ligne

b la norme du vecteur de Burgers

et  $D_{ip}$  la distance inter-précipités dans le plan de glissement de la dislocation (les plans  $\{111\}$  pour les structures CFC)

Billot présente une autre formulation, équivalente, qui fait intervenir les variables de microstructure (EIII-3) [3]. La contrainte s'exprime ainsi en fonction du module de cisaillement G, de la norme du vecteur de Burgers b, du diamètre D des précipités supposés sphériques et de leur fraction volumique  $F_v$ .

$$\sigma_{Orowan} = \frac{Gb}{D} \sqrt{F_v} \quad (E \text{ III-3})$$

Compte tenu des observations et analyses de la microstructure réalisées, cette dernière formulation sera retenue. En effet, le diamètre des précipités et leur fraction volumiques sont des variables de microstructure qui ont été quantifiées dans le chapitre II.

### 1.1.3 Le cisaillement par paires de dislocations avec création de parois d'antiphase

Pour ce type de franchissement, l'interaction dislocation / précipité  $\gamma'$  ordonné est considérée. Le passage de la dislocation entraîne une modification de l'ordre cristallin du précipité, créant ainsi une paroi d'anti-phase (ou APB pour Anti-Phase Boundary). Celle-ci se caractérise par une symétrie

d'empilement des plans cristallographiques de part et d'autre de cette paroi. Au passage d'une seconde dislocation de même vecteur de Burgers, l'ordre du précipité est rétabli (figure III-5). La paire de dislocations forme alors une « superdislocation » [63].

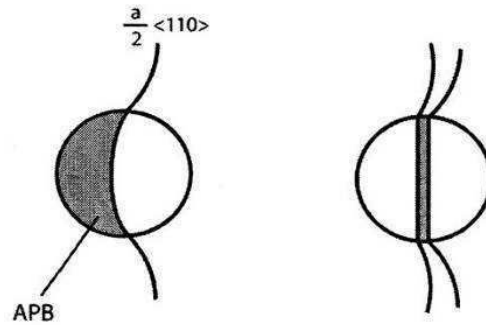


Figure III - 5 : Schéma illustrant le cisaillement par une dislocation entraînant une paroi d'antiphase (à gauche), puis par une superdislocation (à droite) [63]

Selon la taille et la distance séparant les précipités, la contrainte critique résolue peut être évaluée suivant deux modèles.

### 1.1.3.1 Paires de dislocations faiblement couplées

Comme le montre la figure III-6 extraite de la référence [3], lorsque les précipités sont de petite taille, ces derniers sont totalement cisailés avant que le passage de la deuxième dislocation ne rétablisse leur ordre. On parle alors de paire de dislocations « faiblement couplées ».

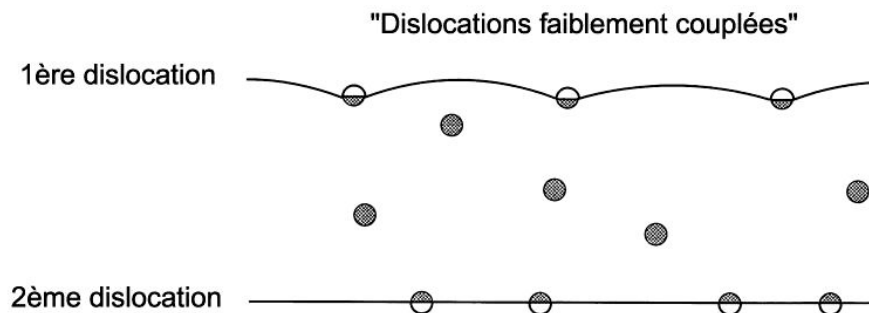


Figure III - 6 : Cisaillement de précipités par une paire de dislocations faiblement couplée [3]

La contrainte critique résolue peut s'exprimer alors de la façon suivante [61] :

$$\tau_{cis} = \frac{1}{2} \left( \frac{\gamma_{APB}}{b} \right)^{3/2} \sqrt{\frac{bDF_v}{T}} \cdot A - \frac{1}{2} \left( \frac{\gamma_{APB}}{b} \right) F_v \quad (\text{E III-4})$$

où  $\gamma_{APB}$  est l'énergie de paroi d'antiphase des précipités dans les plans  $\{111\}$  et A un facteur dépendant de la morphologie des précipités. Cette fonction est croissante avec le diamètre D des précipités.

### 1.1.3.2 Paires de dislocations fortement couplées

Lorsque les précipités dépassent un diamètre seuil, une seconde dislocation peut aborder le précipité avant que la première ne l'ait complètement cisailé. Les deux dislocations traversent alors ensemble les précipités (figure III-7). Les dislocations sont dites « fortement couplées ». La contrainte critique résolue s'exprime dans ce cas avec l'équation E III-5 [61] :

$$\tau_{cis} = \alpha \frac{1}{2} \left( \frac{Gb}{D + D_{ip}} \right) \frac{2w}{\pi} \sqrt{\frac{\pi D \gamma_{APB}}{wGb^2} - 1} \quad (\text{E III-5})$$

où  $w$  un paramètre prenant en compte l'énergie élastique de répulsion entre les dislocations fortement couplées ( $w \approx 1$  dans le cas de dislocations parfaites), et  $\alpha$  un coefficient correctif permettant de prendre en compte la dispersion de taille des précipités par rapport à la valeur moyenne  $D$ . Contrairement au modèle proposé pour les paires de dislocations faiblement couplées, la contrainte critique résolue associée aux dislocations fortement couplées décroît lorsque le diamètre  $D$  des précipités augmente.

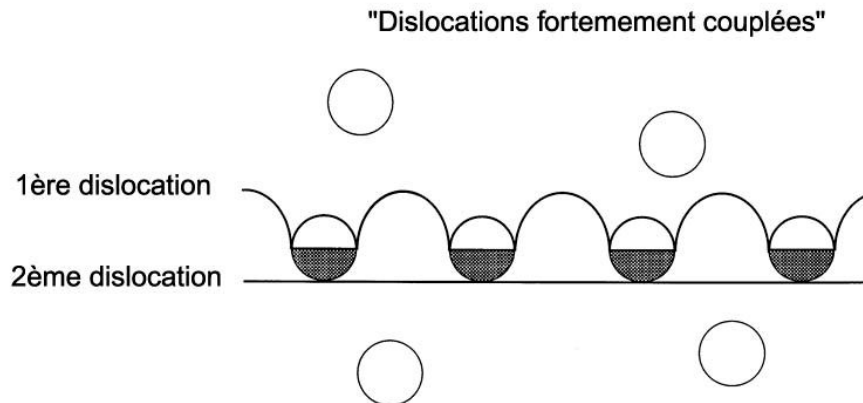


Figure III - 7 : Cisaillement de précipités par une paire de dislocations fortement couplées [3]

### 1.1.4 Influence de la taille des précipités sur le mécanisme de franchissement adopté

Indépendamment de la température, la taille des précipités peut avoir une influence sur le mécanisme de franchissement adopté par les dislocations. En effet, les travaux de Reppich [66] montrent que les mécanismes d'interaction évoluent du cisaillement vers le contournement suivant la taille des particules. La figure III-8 présente l'évolution de la contrainte de cisaillement résolue associée à chaque mécanisme en fonction du diamètre des précipités.

Plusieurs travaux ont montré que la transition entre le cisaillement faiblement et fortement couplé dépendait également de la fraction volumique de précipités [12], [64], la taille de particule correspondant à cette transition restant comprise entre 30 et 40nm de diamètre.

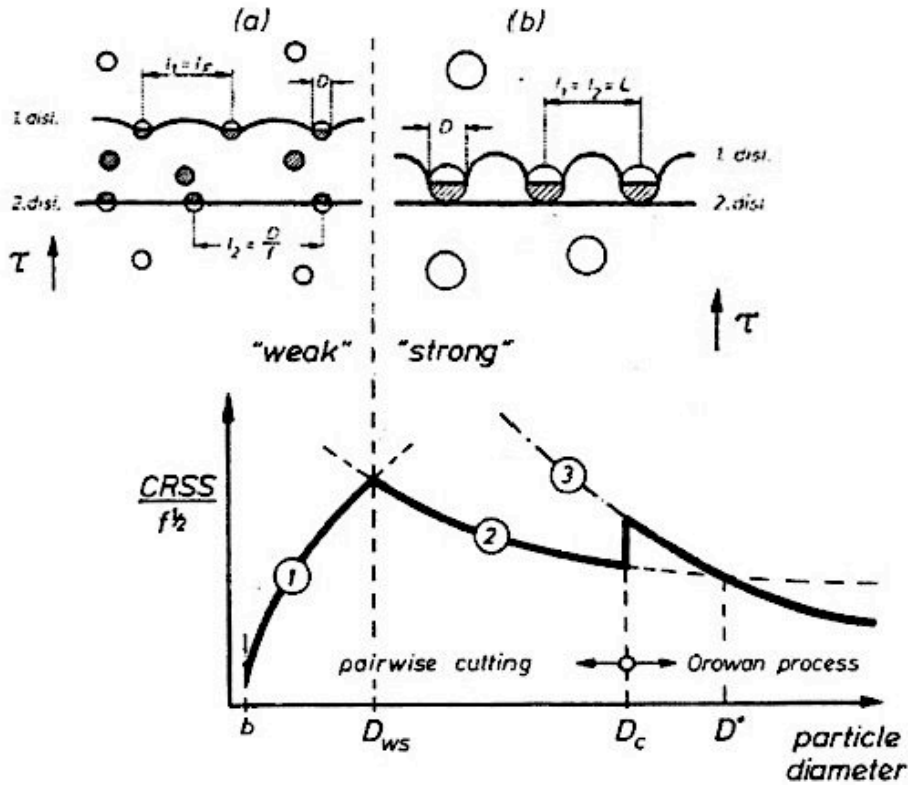


Figure III - 8 : Représentation de la contrainte de cisaillement résolue en fonction de la taille des particules [61]

– 1) Cisaillement faiblement couplé – 2) Cisaillement fortement couplé – 3) Contournement

## 1.2 Influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques en traction

Parmi les différentes propriétés mécaniques, la limite d'élasticité est d'une grande importance dans la prédiction des contraintes résiduelles. En effet, au delà de ce seuil de contrainte, une déformation plastique sera constatée. Or cette déformation irréversible est à l'origine des contraintes résiduelles en fin de traitement thermique. L'estimation de l'évolution de la limite d'élasticité au cours de ce traitement est donc primordiale dans le développement d'une modélisation du comportement mécanique.

De nombreuses études ont permis de relier des éléments de la microstructure à la limite d'élasticité conventionnelle. Parmi ceux-ci, les paramètres liés à la précipitation tels que la taille des précipités, leur espacement ou encore la fraction de phase  $\gamma'$  ont été particulièrement étudiés.

### 1.2.1 Effet des précipités $\gamma'$ secondaires

La précipitation intragranulaire joue un rôle prépondérant dans le durcissement des superalliages du type du PER72<sup>®</sup> [38]. Plusieurs études sur des alliages proches ont montré qu'une quantité importante de précipités fins a pour effet d'augmenter la limite d'élasticité. Notamment, les recherches de Mao sur l'influence du traitement thermique sur les propriétés de l'Udimet<sup>®</sup>720Li et du René 88DT [18] montrent que la taille des  $\gamma'$  secondaires est un paramètre significatif. Par ailleurs Mao relie la limite d'élasticité à la taille des précipités par une loi empirique [2] (figure III-9). Mitchell a montré des résultats similaires sur un autre alliage base nickel, le RR1000 [67]. Avec une description de l'évolution de la dureté du matériau pour différentes tailles de particules et pour différentes conditions de trempe (figure III-10).

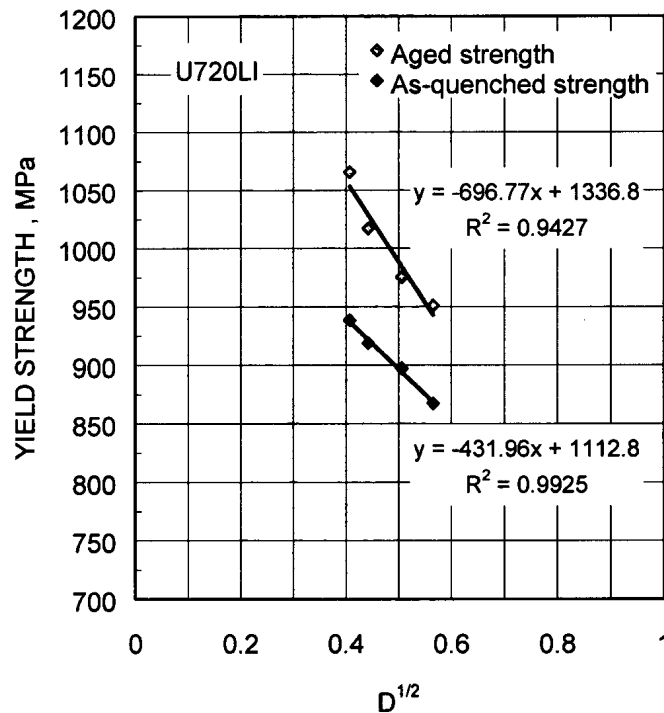


Figure III - 9 : Influence de la taille des précipités secondaires sur la limite d'élasticité conventionnelle de l'U720Li, traitement thermique sub-solvus [2]

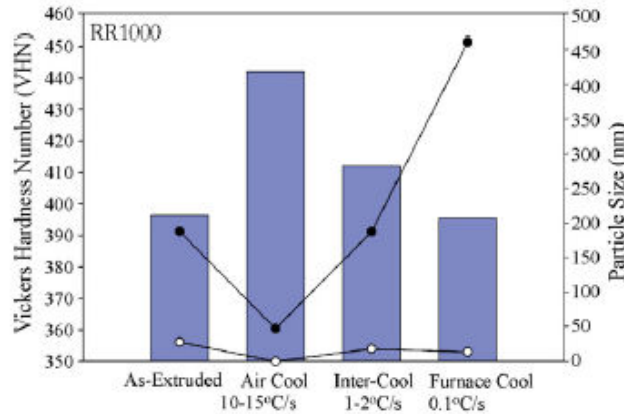


Figure III - 10 : Évolution de la taille des précipités (points noirs : secondaires – points blancs : tertiaires) et de la dureté de l'alliage RR1000 (histogramme) en fonction du refroidissement appliqué [67]

### 1.2.2 Effet des précipités $\gamma'$ tertiaires

Pour les traitements thermiques dont la trempe est relativement lente (de l'ordre de quelques degrés par minute), la précipitation intragranulaire peut être constituée d'une ou plusieurs populations de précipités supplémentaires : les  $\gamma'$  tertiaires, de taille plus petite que les  $\gamma'$  secondaires.

Jackson a repris les travaux de Reppich [62] et montre que cette population additionnelle est susceptible d'augmenter la limite d'élasticité de l'alliage [12]. En particulier, il met en évidence que la population de  $\gamma'$  tertiaires présente une taille optimale. Cette taille correspondrait au diamètre seuil pour lequel la transition entre le cisaillement faiblement couplé et le cisaillement fortement couplé est constatée (figure III-11). Il a ainsi pu déterminer une taille optimale de l'ordre de 40nm pour l'Udimet<sup>®</sup>720 à 700°C. Vaunois obtient des résultats du même ordre de grandeur sur l'Udimet<sup>®</sup>720Li [68]. Comme le montre la figure III-11, issue des travaux de Jackson [12], ce diamètre critique dépend de la température et de la fraction volumique de précipités.



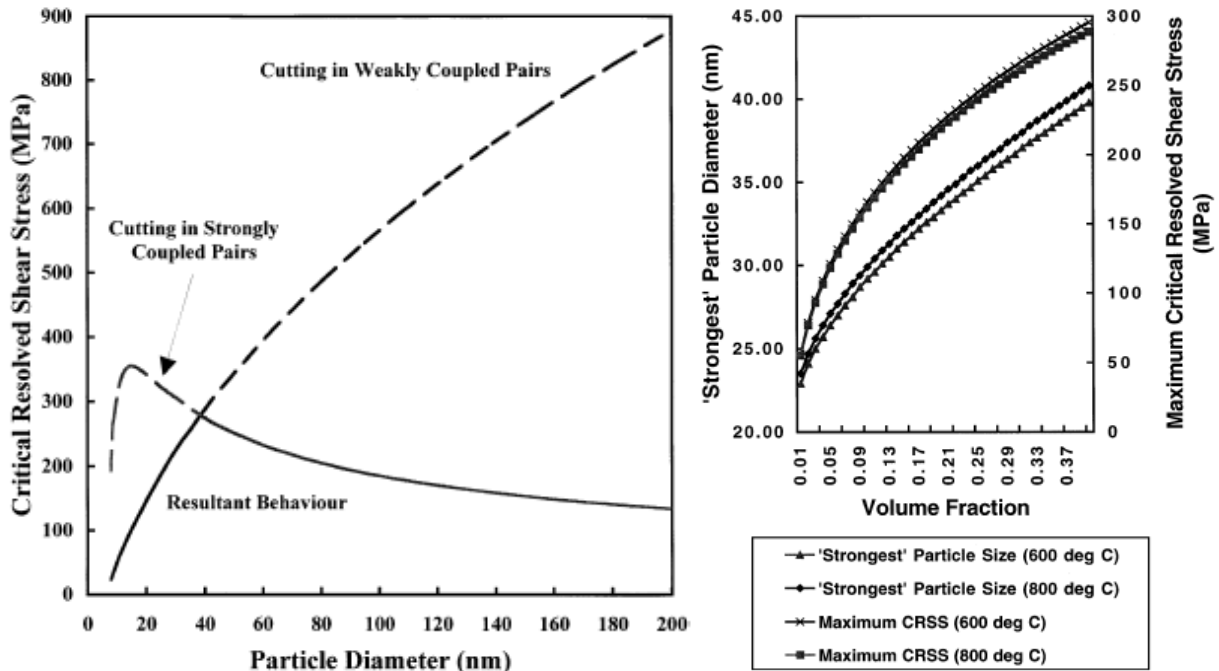


Figure III - 11 : Influence de la taille des précipités sur la contrainte de cisson résolue (à gauche) - Évolution de la taille critique de précipités en fonction de la fraction volumique à 600°C et 800°C (à droite) [12]

Bien que la contribution de cette précipitation ne soit pas considérée comme la plus importante dans le durcissement de l'alliage, sa présence peut se révéler très bénéfique [16], [21]. Ces particules précipitent dans les couloirs libres au sein de la matrice  $\gamma$  (entre les  $\gamma'$  déjà précipités), et viennent ainsi constituer un nouveau réseau d'obstacles au mouvement des dislocations lors d'une sollicitation.

### 1.2.3 Effet de la distance inter-précipités

Parmi les variables de microstructure, la distance inter-précipités semble également avoir un rôle majeur. En effet, l'augmentation du libre parcours moyen des dislocations avant ancrage sur un obstacle se traduit par une baisse de la limite d'élasticité. Au contraire, des précipités proches auront tendance à limiter la mobilité des dislocations, participant ainsi au durcissement de l'alliage. Ce paramètre est toutefois directement lié à la fraction volumique des particules pour une taille de particules constante. Toutefois, l'utilisation dans les modèles d'une telle grandeur suppose une distribution homogène de la phase  $\gamma'$  dans la matrice, ce qui est rarement discuté ou vérifié dans la littérature. Autrement dit, les estimations d'une taille moyenne de particules et de la fraction volumique ne sont pas suffisantes. Il est nécessaire de s'assurer de la répartition homogène des précipités dans la matrice.

La distance inter-précipités est directement intégré dans l'expression de la contrainte nécessaire au cisaillement des précipités par des dislocations fortement couplées (équation E III-5) [61].

Vaunois [68] a pu vérifier la répartition homogène de la précipitation après quantification de la distance inter-précipités sur l'Udimet<sup>®</sup>720 pour une large gamme de taille de grains (4.8 $\mu$ m à 456 $\mu$ m).

En revanche, un effet plus local autour du joint de grains a été constaté par Maldonado [70]. En effet, si la précipitation au centre des grains est relativement homogène, une zone sans précipitation peut se former le long des joints de grains. Maldonado émet l'hypothèse que ce phénomène trouve son origine au cours de la trempe, dans la diffusion du titane vers les joints pour former des carbures [70]. Il en résulte une zone de déplétion en périphérie des joints de grains. La distance entre les précipités est donc localement plus importante qu'au cœur du grain. Abe [71] ou encore Krol [72] montrent que l'augmentation de l'épaisseur de la couche de déplétion conduit à une forte baisse de la limite d'élasticité.

### 1.3 Synthèse

Parmi les variables de microstructure, la taille de grains joue un rôle majeur dans la recherche d'une limite d'élasticité élevée de l'alliage. Une microstructure à grains fins sera généralement recherchée. Toutefois, nous rappelons que dans cette étude, le traitement thermique a été choisi de telle manière que la taille de grains soit identique quel que soit l'échantillon analysé : seul le traitement supersolvus a pour effet de garantir une taille de grains importante (700 $\mu$ m), homogène et identique. Les effets de la taille de grains sur le durcissement de l'alliage ne seront donc pas discutés.

Les caractéristiques de la précipitation intra-granulaire sont également à prendre en compte. La taille des précipités secondaires influence particulièrement le durcissement de l'alliage. D'une manière générale, des précipités fins entraînent une augmentation de la limite d'élasticité par rapport à un alliage de même composition de solution solide sans précipités. Le maximum est atteint pour un diamètre de l'ordre de 40nm. Bien que l'influence des  $\gamma'$  tertiaires soit plus nuancée, cette population tend à diminuer la distance inter-précipités, limitant ainsi la mobilité des dislocations. Ce phénomène se traduit par un durcissement complémentaire de l'alliage. La taille et la distribution des précipités étant principalement liées à la vitesse de refroidissement, l'influence de ce paramètre du traitement thermique sur les propriétés mécaniques sera particulièrement étudiée.

Différents mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations ont été identifiés dans la littérature selon la température et la distribution de taille de particules. À haute température à taille de particules équivalente, le mécanisme de contournement est favorisé. En revanche, à basse température, le cisaillement sera privilégié. Pour des températures intermédiaires, les deux mécanismes sont probablement en compétition.

La taille de précipités est également un paramètre à considérer. En effet, l'augmentation de la taille des précipités conduira à une transition d'un mécanisme de cisaillement faiblement couplé, au fortement couplé, et enfin à un mécanisme de contournement des obstacles.

La température et la vitesse de refroidissement jouent donc un rôle majeur dans le contrôle des propriétés mécaniques. Bien que la température n'influence pas ou peu la microstructure de l'alliage observée en dessous de 1000°C, elle intervient dans la nature des mécanismes de durcissement mis en jeu. De son côté, la vitesse de refroidissement contrôle la précipitation, paramètre clé du durcissement de l'alliage. Ces deux variables du traitement thermique seront donc particulièrement étudiées par la suite. Ainsi, pour différentes conditions de trempe, la microstructure de l'alliage sera mise en relation avec les propriétés mécaniques (traction et relaxation).

## **2 Caractérisation mécanique de l'alliage : Résultats et interprétations**

Afin de prédire le niveau de contraintes résiduelles dans la nuance PER72<sup>®</sup> après traitement thermique, les différentes étapes d'un traitement thermique usuel ont été étudiées. Tout d'abord, cette étude se focalise sur la trempe de l'alliage, étape critique dans la genèse d'une microstructure optimale. Dans un second temps, l'influence des vieillissements sur les propriétés mécaniques de l'alliage est évaluée de manière plus succincte.

Enfin, nous identifierons les principales variables de microstructure susceptibles d'avoir un rôle significatif dans le comportement mécanique de l'alliage. Cette étape permettra de prendre en compte, au final, la microstructure de l'alliage dans le modèle de comportement mécanique. Ce dernier point fera l'objet du Chapitre IV.

### **2.1 Etude de la trempe**

Les résultats présentés au chapitre II ont montré qu'au cours de la trempe, les modifications de l'équilibre thermodynamique avec la température, et donc de la sursaturation en éléments d'alliage au sein de la matrice riche en nickel, permettent à la phase  $\gamma'$  de précipiter. Afin d'estimer l'influence de la précipitation sur les propriétés mécaniques, des essais de traction et de relaxation sont réalisés pour différentes conditions de trempe, au cours du refroidissement, après une mise en solution à 1170°C. Ainsi les influences de la vitesse de refroidissement et de la température (palier de trempe) sur les propriétés mécaniques ont pu être étudiées indépendamment. Les conditions thermiques étudiées sont identiques à celles du chapitre II, partie 1.2.1.

Pour chacune de ces conditions, des essais de traction sont réalisés. Les grandeurs caractéristiques relevées sont la limite d'élasticité conventionnelle ( $R_{p0,2}$ ) et le module d'élasticité (E). La déformation totale maximale est fixée à 1%. Ceci permet de limiter l'endommagement de l'éprouvette dont la microstructure doit être observée après essai. Cette configuration ne permet donc pas de mesurer la contrainte ultime. La déformation est suivie par un extensomètre haute température centré sur la partie utile de l'éprouvette.

La vitesse de déformation des essais de traction a été fixée à  $10^{-3} \text{s}^{-1}$  pour l'ensemble des conditions expérimentales, à l'exception des essais réalisés à  $850^\circ\text{C}$  et  $1170^\circ\text{C}$ , pour lesquels cette sollicitation n'a pas toujours permis d'obtenir des résultats exploitables. Afin d'évaluer la sensibilité de l'alliage à la vitesse de déformation à haute température, d'une part d'autres vitesses de déformation ont été appliquées ( $10^{-2} \text{s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{s}^{-1}$ ) pour quelques conditions d'essais, et d'autre part, des essais de relaxation à 1% de déformation totale ont été réalisés pendant 10 minutes afin de balayer une plus grande gamme de vitesses de déformation ( $10^{-2}$  à  $10^{-7} \text{s}^{-1}$ ).

Le tableau III-1 rassemble l'ensemble des conditions d'essais réalisés dans le cadre de l'étude de la trempe.

Tableau III - 1 : Conditions d'essais mécaniques de l'étude de la trempe – Vitesse de déformation appliquée

	Température ( $^\circ\text{C}$ )					$\dot{T}$ ( $^\circ\text{C}/\text{min}$ )
	1170	1000	850	600	20	
$5,6 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$ $3,4 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$		$*10^{-3} \text{s}^{-1}$		$10^{-3} \text{s}^{-1}$	$10^{-3} \text{s}^{-1}$	<b>300</b>
		$*10^{-4}$ $*10^{-3} \text{s}^{-1}$		$10^{-3} \text{s}^{-1}$	$10^{-3} \text{s}^{-1}$	<b>200</b>
		$*10^{-3} \text{s}^{-1}$	$10^{-4} \text{s}^{-1}$	$10^{-3} \text{s}^{-1}$	$10^{-3} \text{s}^{-1}$	<b>120</b>
		$*10^{-3} \text{s}^{-1}$	$10^{-4} \text{s}^{-1}$	$10^{-3} \text{s}^{-1}$	$10^{-3} \text{s}^{-1}$	<b>75</b>
		$*10^{-4}$ $*10^{-3} \text{s}^{-1}$ $*10^{-2}$	$*10^{-3} \text{s}^{-1}$	$10^{-3} \text{s}^{-1}$	$10^{-3} \text{s}^{-1}$	<b>30</b>

\* Conditions d'essais de traction ayant fait l'objet d'essais de relaxation exploitables

Par ailleurs, parmi ces conditions, quelques essais ont été réalisés jusqu'à rupture. Le faciès de rupture est ensuite observé.

Compte tenu de la faible déformation appliquée, les courbes figurant dans les parties suivantes sont représentées en contrainte et déformation conventionnelles.

## 2.1.1 Résultats des essais mécaniques

### 2.1.1.1 À basse température (20°C et 600°C)

Les essais de traction réalisés à « basse température » ont été effectués après interruption du refroidissement à 600°C, et en fin de trempé à 20°C. Les courbes de traction extraites de ces essais sont données en figures III-12 et III-13.

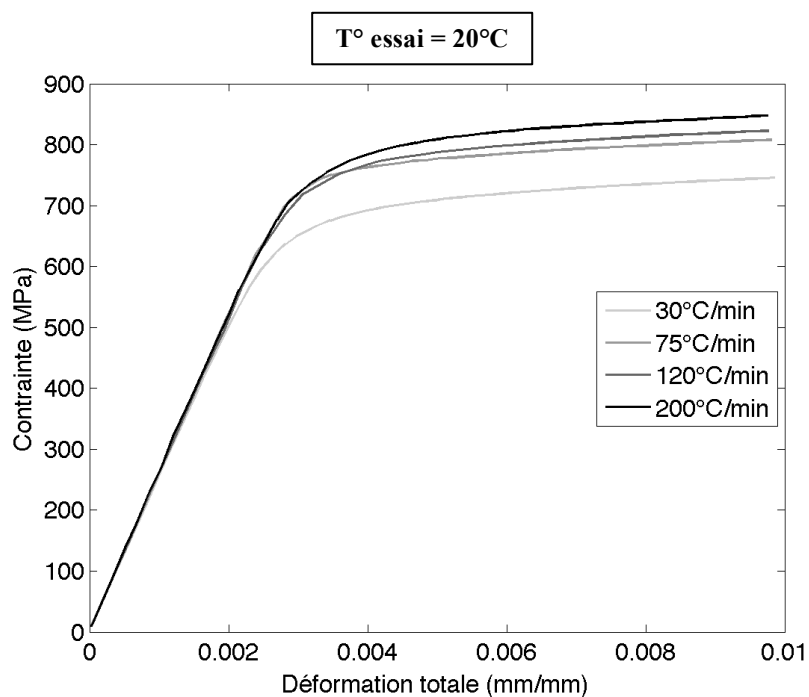


Figure III - 12 : Courbes de traction – Essais réalisés à 20°C - Vitesse de déformation :  $10^{-3}s^{-1}$

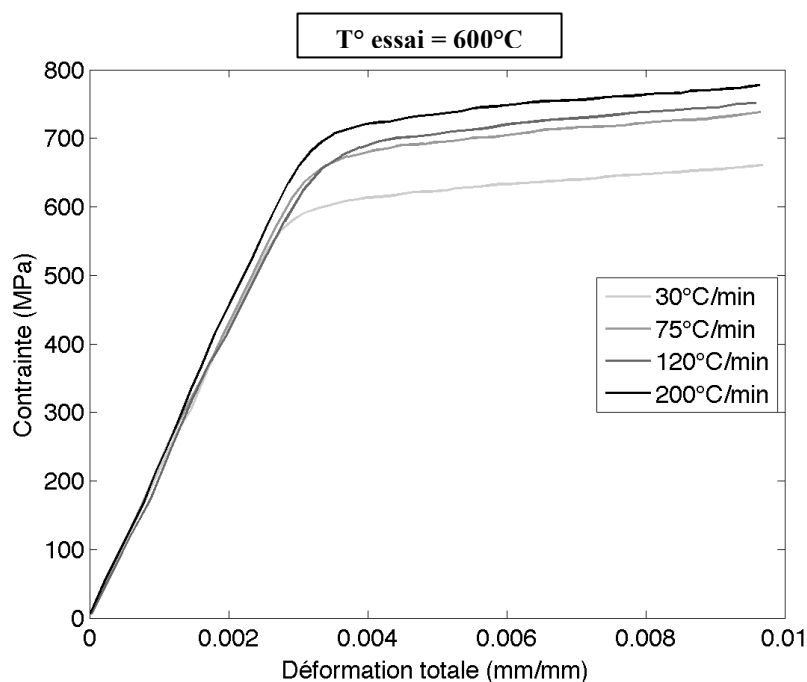


Figure III - 13 : Courbes de traction - Essais réalisés à 600°C - Vitesse de déformation :  $10^{-3}s^{-1}$

Les différentes données extraites de l'analyse des courbes de traction sont reportées dans le tableau ci-après :

Tableau III - 2 : Caractéristiques en traction de l'alliage aux "basses températures" – Vitesse de déformation :  $10^{-3}s^{-1}$

T (°C)	dT/dt (°C/min)	Rp <sub>0,2</sub> (MPa)	E (GPa)
20	30	707	240
20	75	778	
20	120	790	
20	200	813	
600	30	624	208
600	75	697	
600	120	710	
600	200	744	

Pour chaque température, la partie élastique des courbes est superposée en début d'essai. Le module d'élasticité, identifié sur cette partie de la courbe, est par conséquent comparable d'un essai à l'autre.

Le matériau se caractérise aux « basses températures » par un fort module d'Young – supérieur à 200GPa - et une limite d'élasticité élevée – de l'ordre de 600 à 800 MPa. De plus, la sensibilité de l'alliage à la vitesse de déformation est négligeable devant les contraintes mesurées. En effet, aucune relaxation de contrainte n'a pu être mesurée pendant un maintien de 10 minutes en température.

### 2.1.1.2 À haute température (1000°C et 1170°C)

Les essais effectués à « haute température » ont été réalisés à la température de mise en solution, 1170°C, puis après interruption du refroidissement à 1000°C. Les figures III-14 et III-15 présentent les courbes des essais de traction réalisés à ces températures.

Les caractéristiques mécaniques issues de l'analyse des courbes de traction sont rassemblées dans le tableau III-3.

Aux hautes températures, l'alliage se caractérise par un comportement atypique : comme le montrent les figures III-14 et III-15, la courbe de traction présente un pic de contrainte au début du domaine plastique, avant stabilisation à une valeur plus faible. La limite d'élasticité est bien plus faible qu'aux basses températures. Elle est en effet comprise entre quelques dizaines de mégapascals à 1170°C et un peu plus de 350MPa à 1000°C. Le module d'élasticité est également plus faible, compris entre 100 et 165GPa.

Contrairement aux basses températures, l'alliage se montre sensible à la vitesse de déformation à haute température. Une relaxation de contrainte a été mesurée durant le maintien en température (figure III-16).

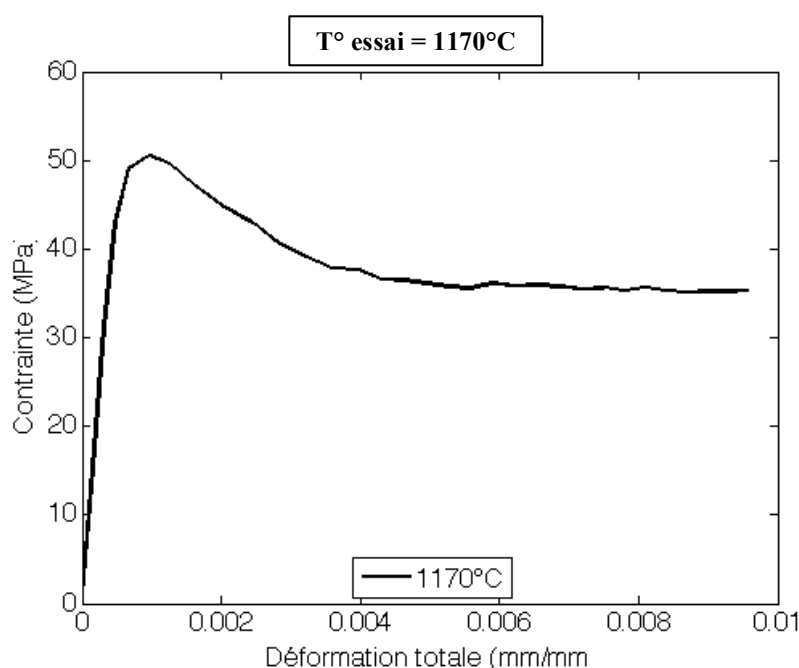


Figure III - 14 : Courbe de traction - Essai réalisé à 1170°C - Vitesse de déformation :  $3,4 \cdot 10^{-3} s^{-1}$

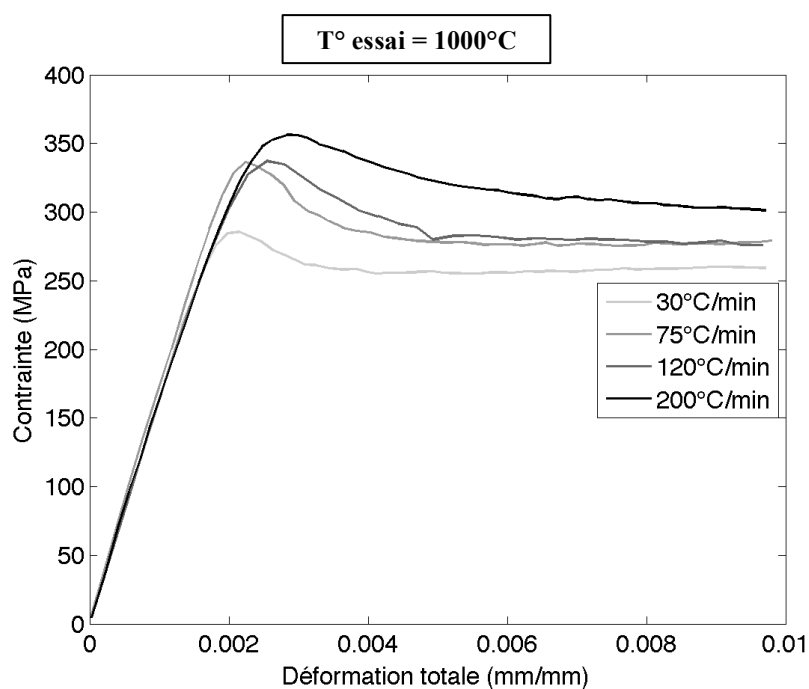


Figure III - 15 : Courbes de traction - Essais réalisés à 1000°C – Vitesse de déformation :  $10^{-3}s^{-1}$

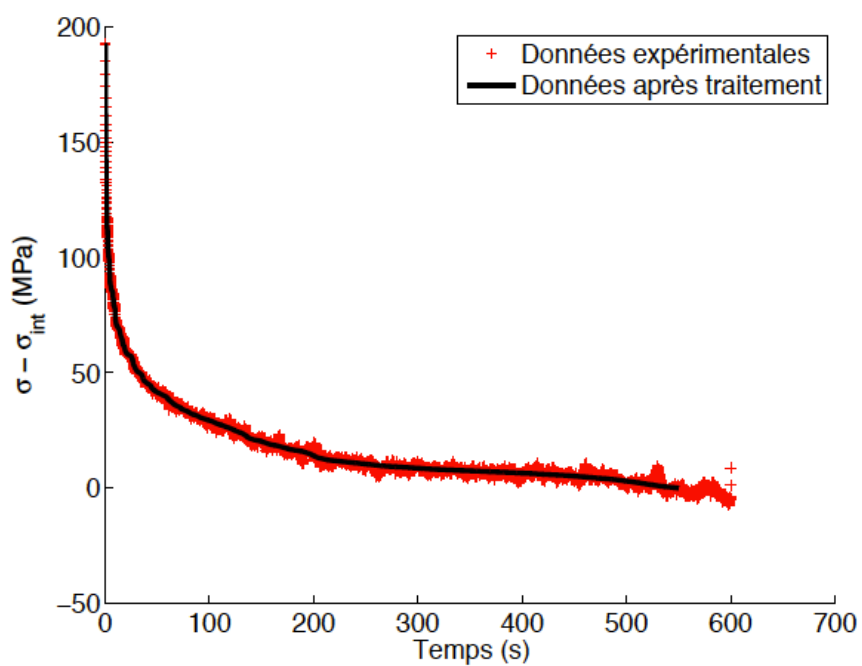


Figure III - 16 : Evolution de la contrainte visqueuse au cours de la relaxation (1000°C-120°C/min)



Tableau III - 3 : Caractéristiques en traction de l'alliage aux "hautes températures" – Vitesse de déformation :  $10^{-3} s^{-1}$

T (°C)	dT/dt (°C/min)	Rp <sub>0,2</sub> (MPa)	E (GPa)
1170	/	41	105
1000	30	251	165
1000	75	288	
1000	120	303	
1000	200	340	

### 2.1.1.3 À une température du domaine intermédiaire (850°C)

Seule une température a été étudiée dans le domaine « intermédiaire » : 850°C. Les courbes issues des essais de traction réalisés à cette température sont présentées dans la figure III-17.

L'analyse des courbes de traction a permis d'extraire les valeurs de limite d'élasticité conventionnelle et de module d'Young pour chaque essai. Ces résultats sont rassemblés dans le tableau III-4.

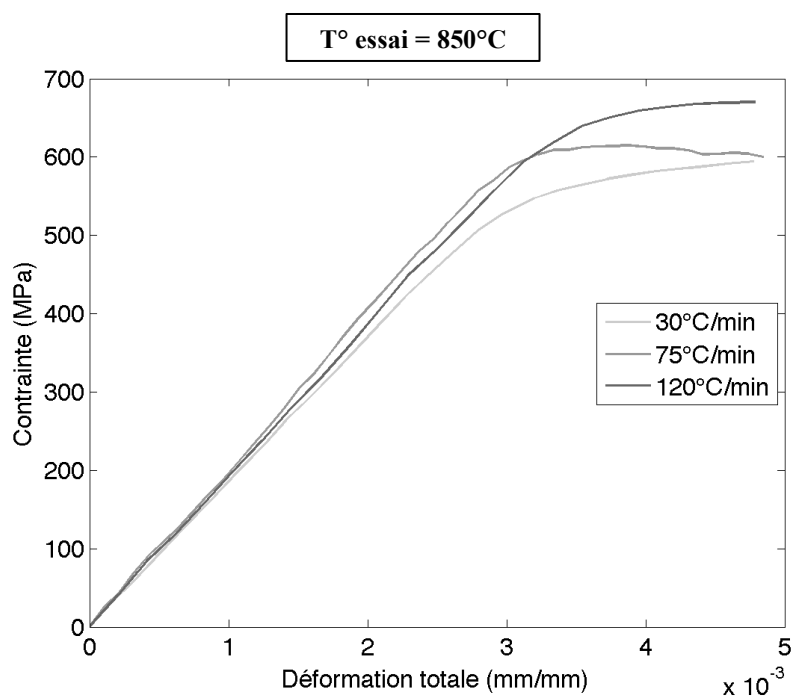


Figure III - 17 : Courbes de traction - Essais réalisés à 850°C  
Vitesse de déformation :  $10^{-3} s^{-1}$  (30°C/min) et  $10^{-4} s^{-1}$

Aux températures « intermédiaires », l'alliage se caractérise par un comportement particulièrement fragile. En effet, plusieurs éprouvettes ont rompu rapidement, après être passées par un maximum de contrainte.

La limite d'élasticité conventionnelle et le module d'élasticité restent cependant très proches des valeurs mesurées à 600°C.

Malgré la grande fragilité de l'alliage, des essais de relaxation ont été réalisés. Seule la vitesse de refroidissement la plus faible – 30°C/min – a permis d'obtenir des résultats exploitables (figure III-18). En effet, pour les trempes plus rapides, l'éprouvette s'est fissurée rapidement jusqu'à rupture durant le maintien en température.

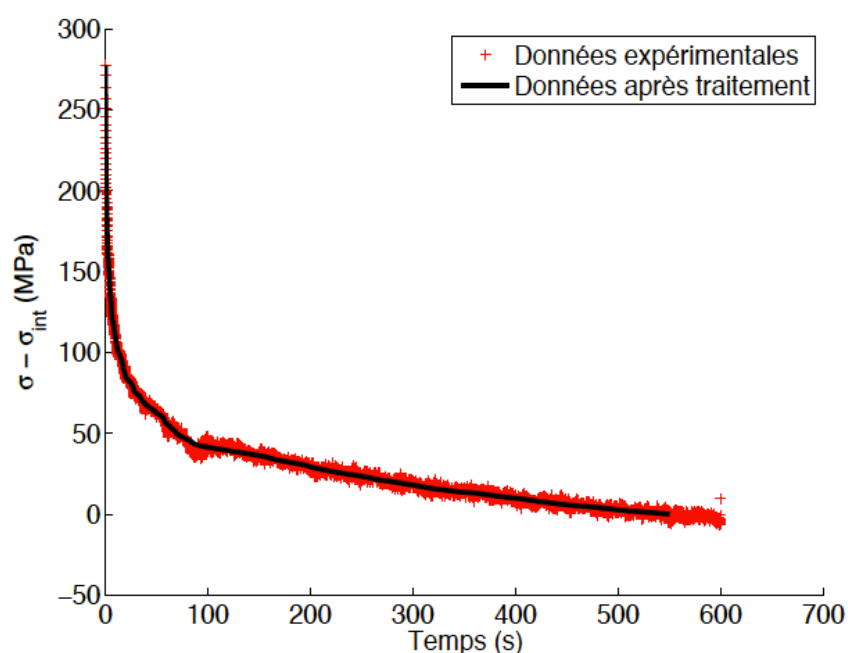


Figure III - 18 : Evolution de la contrainte visqueuse en cours de relaxation (850°C-30°C/min)

Tableau III - 4 : Caractéristiques en traction de l'alliage aux "températures intermédiaires"

Vitesse de déformation :  $10^{-3}s^{-1}$  (30°C/min) et  $10^{-4}s^{-1}$

T (°C)	dT/dt (°C/min)	Rp <sub>0,2</sub> (MPa)	E (GPa)
850	30	600	190
850	75	597	
850	120	671	

## 2.1.2 Impact de la température sur les propriétés mécaniques

### 2.1.2.1 Pic de contrainte aux hautes températures

L'allure des courbes de traction diffère d'un domaine de température à l'autre. En particulier, à haute température, les courbes de traction présentent un pic de contrainte en début de plasticité. La contrainte baisse ensuite et se stabilise.

Ce pic a été peu relevé dans la littérature sur ce type d'alliages, les bases de données à des températures si élevées étant relativement rares. Parmi les quelques auteurs ayant publié sur ce phénomène, Saunders explique cette chute de contrainte par un changement de mécanisme de déformation [73]. En début de traction, pour les déformations plastiques faibles, la forte augmentation de contrainte est attribuée à la forte augmentation de la densité de dislocations, synonyme d'écrouissage. Très rapidement, pour un faible niveau de déformation plastique, l'écrouissage est accompagné d'un mécanisme de montée de dislocations donnant un degré de liberté supplémentaire au mouvement des dislocations (figure III-19). Il montre par ailleurs que l'intensité de ce pic est d'autant plus importante que la vitesse de déformation est élevée.

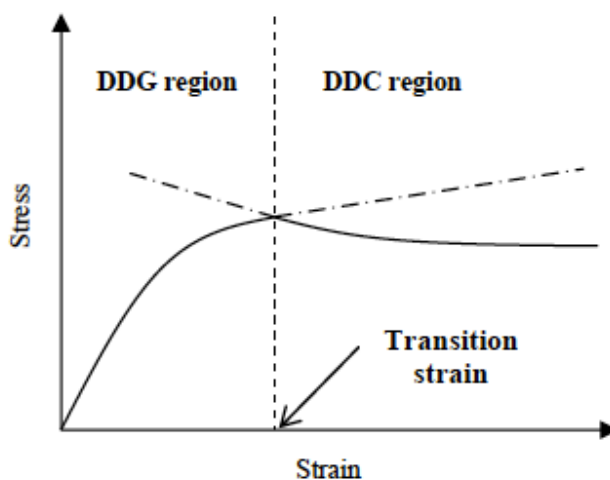


Figure III - 19 : Évolution de la contrainte au cours d'un essai de traction à haute température – Glissement dévié des dislocations (DDG : dominated by dislocation glide), puis montée (DDC : dominated by dislocation climb) au delà d'un certain seuil de déformation [73]

Pour Guimares ou Monajati, qui ont travaillé respectivement sur les propriétés mécaniques de l'Inconel<sup>®</sup>718 et de l'Udimet<sup>®</sup>720, l'ancrage des dislocations sur les éléments d'alliages en solution reste l'hypothèse la plus probable [74], [75]. En effet, à haute température, une partie des éléments d'alliage se retrouve en solution dans la matrice  $\gamma$ . Cela favorise l'ancrage des dislocations. L'atteinte d'un seuil de contrainte appelé limite d'élasticité supérieure provoque le désancrage des dislocations.

La reprise de la mobilité des dislocations entraîne une brusque chute de contrainte jusqu'à un seuil appelé limite d'élasticité inférieure.

### 2.1.2.2 Module d'élasticité

Le module d'élasticité présente une variation importante avec la température. En effet, celui-ci augmente significativement au cours du refroidissement. Cette tendance est en accord avec les données publiées dans la littérature [1], [3], [76].

La figure III-20 montre cependant que les valeurs mesurées dans cette étude sont particulièrement élevées par rapport aux valeurs données dans les références [1], [3], [76]. Des mesures complémentaires réalisées sur différentes machines de traction et avec différents extensomètres concluent à des résultats similaires. Différentes études établissent une corrélation entre la taille de grains et les valeurs de module d'élasticité mesuré. En effet, à l'image des travaux de Dubié [76], plusieurs études ont montré que la formation de gros grains pouvaient conduire à des mesures de module supérieures [77] ou plus dispersées [78]. De plus, les données issues de la référence [1] correspondent à une structure à grains fins (figure III-20). Billot a quant à lui travaillé sur l'Udimet<sup>®</sup>720Li à microstructure « bimodale » (structure à gros grains avec des bandes de grains fins). Les valeurs de module mesurées sont alors sensiblement inférieures [3].

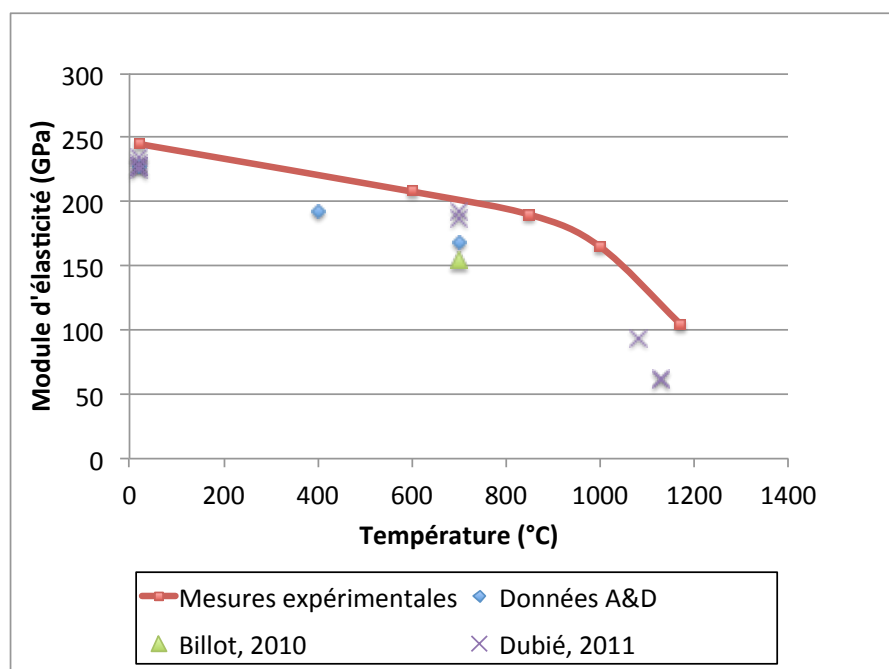


Figure III - 20 : Evolution du module d'élasticité avec la température - Comparaison des mesures expérimentales avec des données issues de la littérature sur l'Udimet<sup>®</sup>720Li [3] et le PER72W<sup>®</sup> [1], [76]

### 2.1.2.3 Limite d'élasticité

Comme le montre la figure III-21, la température influence significativement la limite d'élasticité. Conformément à la littérature [3][4], jusqu'aux températures intermédiaires, le seuil de plasticité décroît faiblement avec la température. Au delà de 900°C, cette propriété chute drastiquement pour atteindre quelques mégapascals. Ces résultats sont cohérents avec les hypothèses formulées par Diologent [56] à propos des mécanismes de durcissement activés par domaine de température : à basse température, les précipités sont cisailés et la dépendance en température est faible. Aux températures intermédiaires, l'augmentation de la mobilité des dislocations tend à activer le contournement des précipités. Ce contournement est d'autant plus facile que la température est élevée, ce qui tend faire décroître la limite d'élasticité de l'alliage.

Par ailleurs, le choix des températures d'essais ne nous permet pas d'observer l'« anomalie de limite d'élasticité » constatée habituellement sur les superalliages aux températures intermédiaires (figure III-2).

Contrairement aux résultats obtenus sur des nuances à base de nickel présentés par Reed et Sczerzenie, notre alliage n'a pas été vieilli. Or, comme nous le verrons dans la partie 2.2, cette dernière étape du traitement thermique a pour effet d'augmenter la limite d'élasticité. Par ailleurs, les résultats références [9][55] ont été obtenus sur des nuances à grains fins. Les valeurs de limite d'élasticité mesurées dans cette étude sont donc plus faibles en comparaison de celles issues de la littérature.

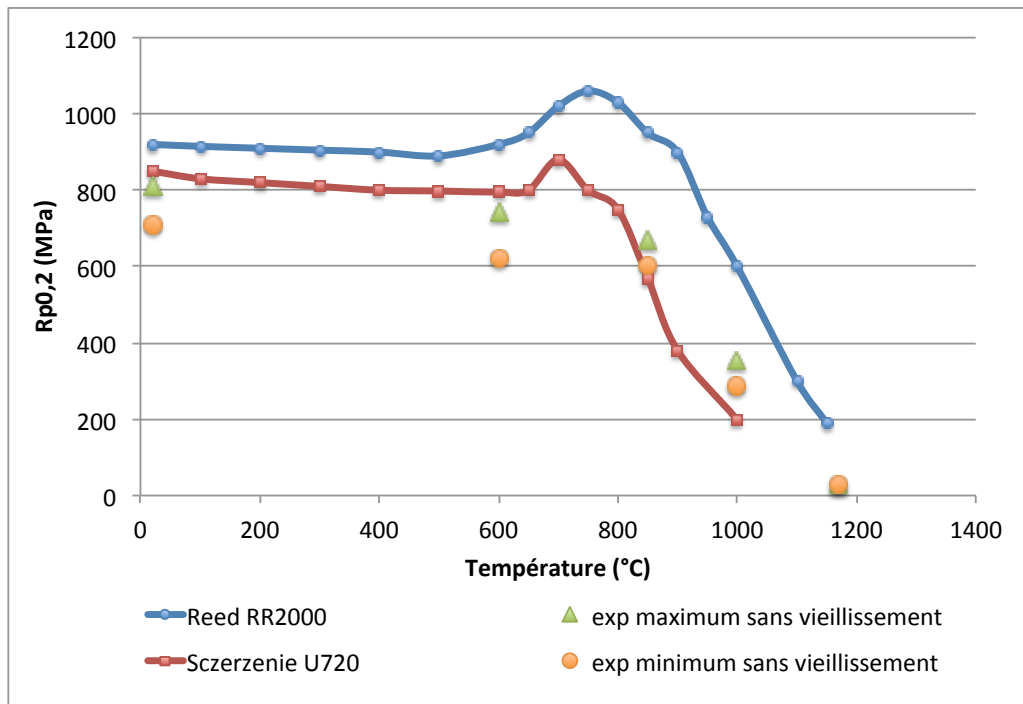


Figure III - 21 : Evolution  $R_{p0,2}$  avec la température – Comparaison des valeurs expérimentales minimales (30°C/min) et maximales (plus forte vitesse de refroidissement) avec l'U720 polycristallin [55] et le RR2000 monocristallin [9]

### 2.1.3 Effet de la vitesse de refroidissement sur la limite d'élasticité

Sur la figure III-21, les valeurs minimales et maximales de la limite d'élasticité conventionnelle sont tracées pour chacune des températures d'essai. Or, ces minima et maxima de seuil de plasticité correspondent respectivement aux vitesses de refroidissement minimales et maximales étudiées. La vitesse de refroidissement joue donc également un rôle significatif dans le comportement de l'alliage. La figure III-22 montre que la limite d'élasticité conventionnelle augmente avec les fortes vitesses de refroidissement. Cet effet peut être observé pour toutes les températures testées.

Selon la littérature abondante sur le sujet, les mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations diffèrent entre les basses et les hautes températures. Pour chacun de ces mécanismes, la vitesse de refroidissement semble un paramètre pertinent à introduire dans une modélisation mécanique, au travers de variables de microstructure.

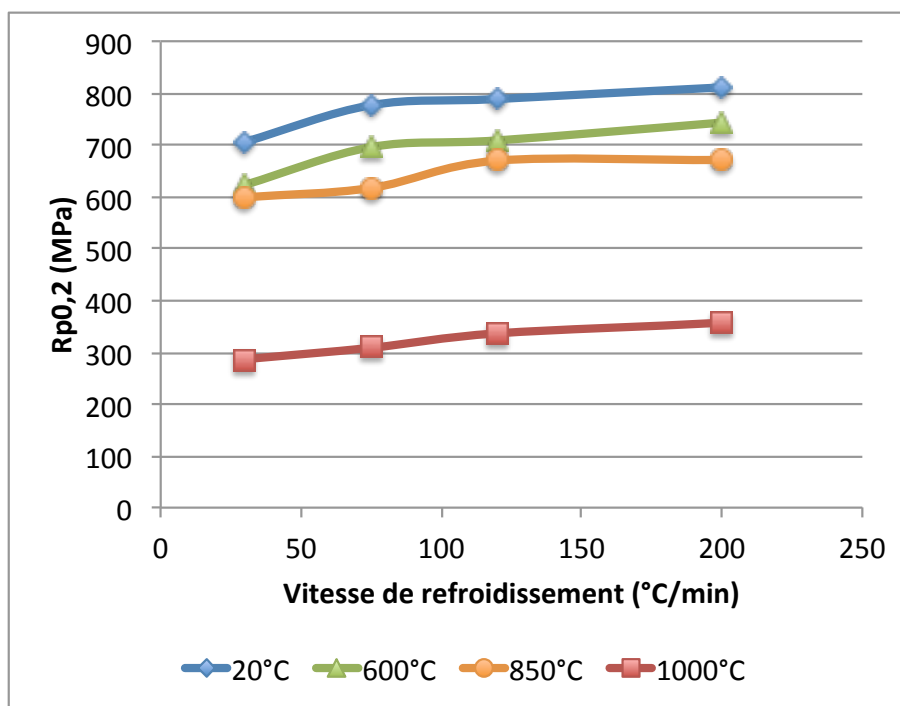


Figure III - 22 : Evolution du  $R_{p0,2}$  avec la vitesse de refroidissement pour chaque température d'essai

### 2.1.4 Impact des conditions de trempe sur les mécanismes activés

#### 2.1.4.1 Aux basses températures

Aux basses températures, le mécanisme de cisaillement est privilégié. Selon la taille des précipités, deux types de cisaillement peuvent être envisagés : le cisaillement faiblement couplé, pour de petits précipités, ou le cisaillement fortement couplé pour des précipités de taille plus importante. Dans cette étude, seul le cisaillement fortement couplé sera considéré. En effet, d'après les résultats des

statistiques de tailles présentés au chapitre II, le diamètre des précipités observés dans cette étude est supérieur à 90nm, diamètre bien supérieur à la taille critique de transition estimée à 40nm dans la littérature [12].

L'équation III-5, rappelée ci-dessous, définit la contrainte de cisson résolue critique (contrainte minimale nécessaire au franchissement des précipités par les dislocations) suivant un mécanisme de cisaillement fortement couplé.

$$\tau_{cis} = \alpha \frac{1}{2} \left( \frac{Gb}{D + DiP} \right) \frac{2W}{\pi} \sqrt{\frac{\pi D \gamma_{APB}}{W G b^2} - 1} \quad (\text{E III-5})$$

Cette contrainte dépend directement du diamètre D des précipités ainsi que de la distance inter-précipités DiP. La figure III-23 montre l'évolution du diamètre moyen des précipités. La figure III-24 montre quant à elle l'évolution de la distance inter-précipités moyenne (figures déjà présentées au chapitre II). Ce paramètre est calculé par le logiciel d'analyse d'images comme la moyenne de la distance entre premiers voisins.

D'une manière générale, plus la vitesse de refroidissement est élevée, plus les précipités sont de petite taille et rapprochés.

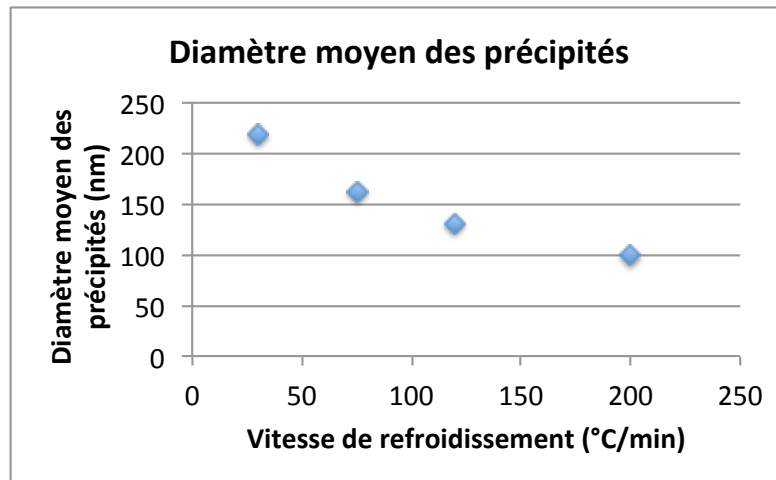


Figure III - 23 : Evolution du diamètre moyen des précipités secondaires avec la vitesse de refroidissement - Statistiques établies sur plusieurs milliers de particules (entre 7000 et 12000) par échantillon

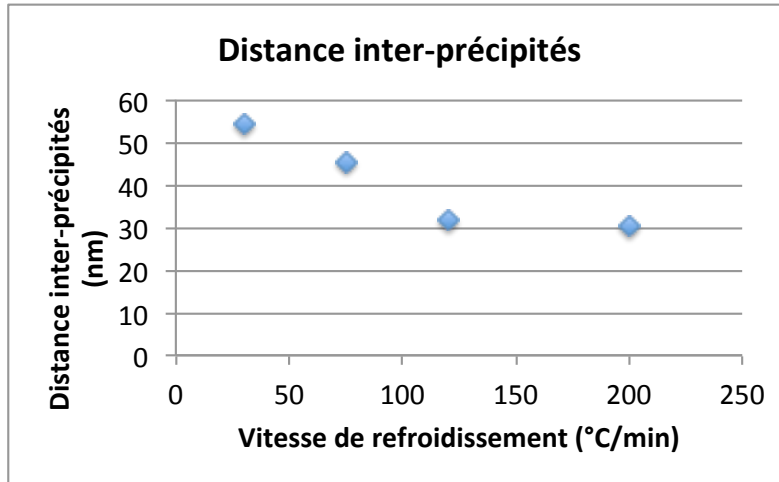


Figure III - 24 : Evolution de la distance inter-précipités avec la vitesse de refroidissement - Statistiques établies sur plusieurs milliers de particules (entre 7000 et 12000) par échantillon

Parmi les autres paramètres de l'équation III-5, certains sont thermo-dépendants tels que le module de cisaillement, ou encore l'énergie de paroi d'antiphase [12]. D'autres sont quasi constants pour le domaine de température concerné :  $\alpha$  qui dépend de la distribution de la précipitation déjà établie, et le vecteur de Burgers  $b$  qui dépend du paramètre de maille de l'alliage, lui même quasi-constant.

Ainsi, prenant en compte les variations de la taille des précipités et leur espacement avec la vitesse de refroidissement, l'équation III-5 prédit une augmentation de la limite d'élasticité avec les refroidissements rapides pour une même température d'essai. Ce résultat est parfaitement cohérent avec les mesures expérimentales réalisées à basse température (figure III-22).

#### 2.1.4.2 Aux hautes températures

Aux plus hautes températures, le mécanisme de contournement est privilégié. L'équation III-3, rappelée ci-dessous exprime la contrainte d'Orowan. Elle définit le seuil de plasticité associé à ce mécanisme.

$$\sigma_{Orowan} = \frac{Gb}{D} \sqrt{F_v} \quad (\text{E III-3})$$

Comme pour l'équation relative au mécanisme de cisaillement, le module de cisaillement ainsi que le vecteur de Burgers sont indépendants de la vitesse de refroidissement alors que le diamètre des précipités est fortement impacté. L'évaluation de la contrainte d'Orowan nécessite également une estimation de la fraction volumique. Après analyses d'échantillons trempés jusqu'à température ambiante, nous avons établi dans le chapitre II que ce paramètre dépendait de la vitesse de refroidissement. La figure III-25 montre que plus la vitesse de refroidissement est rapide, plus la fraction de phase  $\gamma'$  est faible.



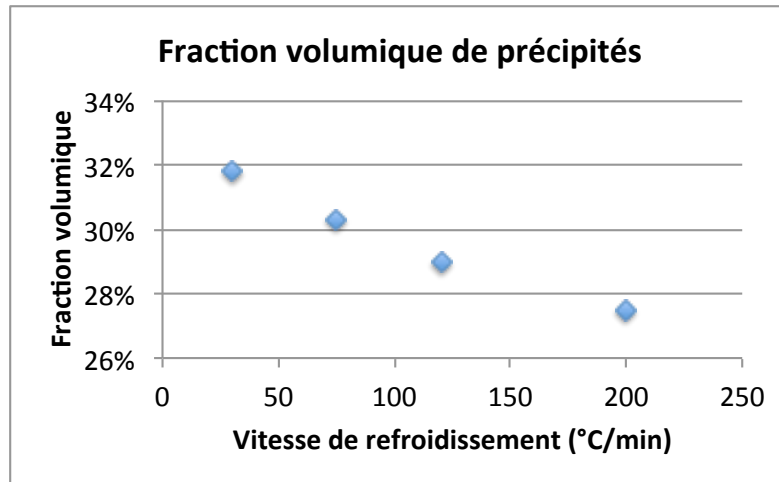


Figure III - 25 : Evolution de la fraction volumique de précipités avec la vitesse de refroidissement, à température ambiante

Par ailleurs, nous avons établi que la microstructure est quasiment figée dès 1000°C. Nous pouvons donc supposer qu'en dessous de cette température, la vitesse de refroidissement a un faible impact, car même si la fraction volumique augmente encore faiblement (la sursaturation en éléments d'alliages est plus faible), les cinétiques de diffusion sont trop faibles à ces températures pour conduire à un complément de précipitation susceptible de rapprocher le système de l'équilibre thermodynamique. Au contraire, pour des températures comprises entre 1170°C et 1000°C, l'impact de la vitesse de refroidissement est important, contrôlé par la forte variation de fraction volumique à l'équilibre.

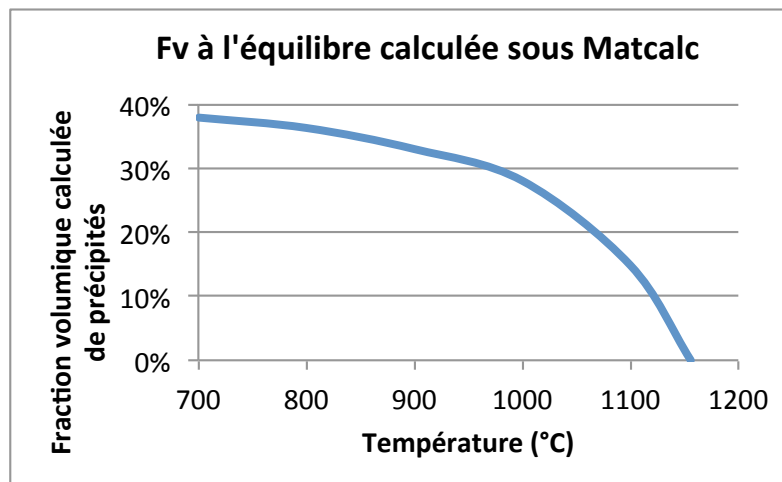


Figure III - 26 : Evolution de la fraction volumique de phase  $\gamma'$  à l'équilibre thermodynamique avec la température.

Simulation issue du logiciel MatCalc

Dans l'équation III-3, seuls la fraction volumique et le diamètre moyen des précipités dépendent de la vitesse de refroidissement. La figure III-27 trace l'évolution de la racine de la fraction volumique divisée par le diamètre moyen de précipités. Par conséquent, l'équation III-3 prédit bien une baisse de la contrainte d'Orowan vers les faibles vitesses de refroidissement.

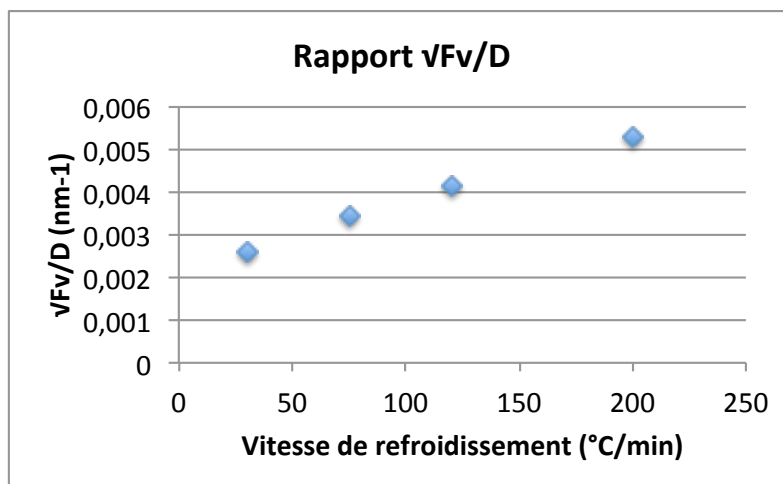


Figure III - 27 : Evolution de la racine de la fraction volumique divisée par le diamètre moyen de précipités – Proportionnel à la contrainte d'Orowan pour une température donnée

Ces résultats sont en accord avec ce qui a été mesuré expérimentalement dans cette étude. En effet, comme le montre la figure III-22, à 1000°C, la limite d'élasticité augmente de 60MPa avec une vitesse de refroidissement passant de 30°C/min à 120°C/min. En comparaison, les variations de microstructure correspondant à ces conditions entraînent une augmentation de la contrainte d'Orowan d'une quarantaine de mégapascals.

De même, à 1170°C, la limite d'élasticité expérimentale mesurée après relaxation n'est que de 13MPa, résultat très proche du calcul de la contrainte d'Orowan. À cette température le calcul prédit bien évidemment une contrainte nulle, puisque la température de 1170°C est au-dessus du solvus  $\gamma'$  (et donc  $F_v = 0$ ). Les quelques mégapascals résiduels peuvent être attribués aux autres contributions du durcissement,  $\sigma_+$ .

#### 2.1.4.3 Aux températures intermédiaires

Aux températures intermédiaires, les mécanismes de contournement et de cisaillement sont potentiellement tous les deux activés.

D'après les équations III-3 et -5, pour chacun de ces mécanismes, l'évolution du diamètre des précipités, de leur espacement et de leur fraction volumique avec la vitesse de refroidissement entraîne une augmentation du seuil de plasticité. Comme le montre la figure III-22, ce résultat est cohérent avec les mesures expérimentales à 850°C.

Par ailleurs, comme nous l'avons vu au début de ce chapitre, l'activation des mécanismes peut être à la fois reliée à la température comme à la taille des particules : de gros précipités favorisent le contournement alors que les précipités fins sont plutôt franchis par cisaillement. A notre connaissance, aucune observation n'a été réalisée et ne vient donc appuyer cette hypothèse qui sera abordée dans le cadre du chapitre IV.

Ces résultats montrent que les conditions de trempe influencent significativement le comportement mécanique du PER72<sup>®</sup>. Au terme du refroidissement, les caractéristiques mécaniques peuvent ne pas correspondre aux requis de l'application de la pièce. Des étapes de vieillissement viennent alors affiner les propriétés mécaniques de l'alliage.

## 2.2 Etude des revenus

Les effets du revenu sur la microstructure et les propriétés mécaniques sont étudiés uniquement sur des échantillons trempés à une vitesse de 120°C/min. Ce refroidissement correspond à la vitesse mesurée dans le cadre du traitement industriel. Les échantillons sont ensuite revenus suivant les conditions précisées dans le tableau III-5.

Tableau III - 5 : Conditions de revenu étudiées

Revenu préliminaire	/	700°C – 24h
T° de revenu étudiée	700°C	815°C
	0min*	0min*
	5min	5min
	30min	30min
	1h	1h
	24h	16h

*\*l'échantillon est porté à la température du revenu étudié puis immédiatement sorti du four*

Afin de mesurer l'évolution de la dureté en fonction des conditions de revenu, des essais de type Rockwell C sont réalisés à température ambiante pour chacune des conditions de revenu. La précharge est de 10kgf et la charge de travail de 150kgf (1kgf=9,81N). Cinq mesures ont été réalisées par échantillons

### 2.2.1 Résultats de la caractérisation mécanique

La figure III-28 montre que la dureté augmente au cours des deux vieillissements. Cette augmentation ne semble pas significative pour le premier revenu. En effet, au regard de la dispersion des mesures,

seul le second revenu semble avoir une influence qui reste cependant limitée : un gain de l'ordre de 3HRC est mesuré (contre environ 1,5HRC par rapport au brut de trempe pour un revenu à 700°C pendant 24h)

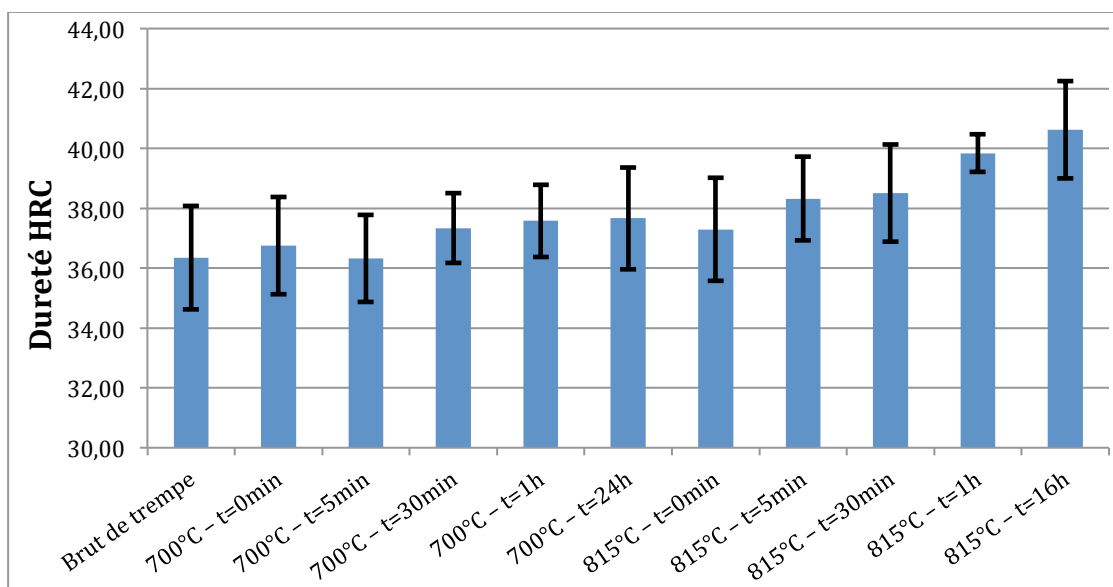


Figure III - 28 : Évolution de la dureté du PER72W<sup>®</sup> au cours des revenus à 700°C puis 815°C

Afin de compléter ces résultats, deux essais de traction ont été réalisés à température ambiante : le premier sur une éprouvette brute de trempe et le second après un traitement thermique complet (double revenu).

La figure III-29 montre que les revenus permettent d'augmenter la limite d'élasticité. Comme le montre les résultats du tableau III-6, la limite d'élasticité conventionnelle augmente de 86 MPa avec le double revenu. Cette augmentation est bien cohérente avec le gain de dureté de 3HRC.

Les revenus semblent également avoir une influence sur le taux d'écrouissage de l'alliage : après un traitement complet, la contrainte maximale admissible est plus importante que pour l'alliage brut de trempe. Cependant, mis en regard de l'augmentation de limite d'élasticité, le gain en contrainte maximale n'est que de 58MPa (tableau III-6).

Le gain en limite d'élasticité et en contrainte maximale admissible s'accompagne d'une baisse de la ductilité. L'allongement à rupture passe de 20,5% pour l'alliage brut de trempe, à 11,5% après traitement complet (tableau III-6).

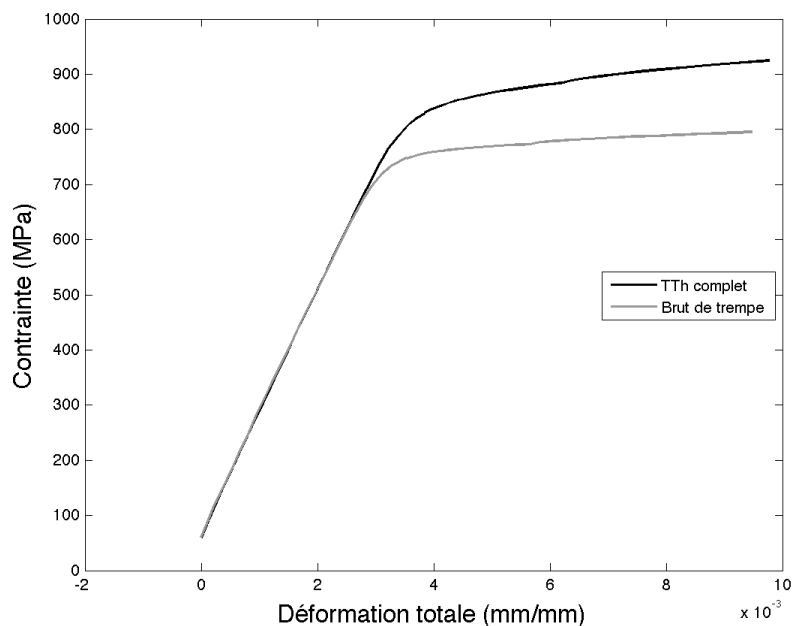


Figure III - 29 : Comparaison des propriétés de l'alliage brut de trempe et après traitement thermique complet - Refroidissement de 120°C/min

Tableau III - 6 : Limite d'élasticité conventionnelle - Brut de trempe et après traitement complet

Traitement thermique	Rp <sub>0,2</sub> (MPa)	Rm (MPa)	A (%)
<b>Brut de trempe</b>	790	1251	20,5
<b>Traitement complet</b>	876	1309	11,5

### 2.2.2 Effet de la température de revenu et du temps de maintien

Les propriétés mécaniques de l'alliage semblent donc influencées par les revenus. En particulier, un gain d'une centaine de mégapascals a été mesuré entre le traitement brut de trempe et un traitement thermique complet. Cette amélioration des propriétés mécaniques ne peut s'expliquer que par une évolution de la précipitation de la phase  $\gamma'$ .

Comme nous l'avons vu dans le chapitre II, la fraction volumique de phase  $\gamma'$  tend à augmenter sensiblement au cours des revenus. Par un mécanisme thermiquement activé, l'alliage se rapproche de l'état d'équilibre thermodynamique : la diffusion des atomes de soluté permet un complément de précipitation de la phase  $\gamma'$ . Les deux principales évolutions possibles sont soit un mécanisme de murissement d'Ostwald des précipités déjà existant, soit une nouvelle vague de précipitation. Or, les analyses d'images ont montré que la taille des précipités secondaires restait constante au cours des vieillissements. L'hypothèse d'une nouvelle vague de précipitation semble donc la plus probable.

Cette hypothèse est confirmée par les analyses par DNPA qui ont montré qu'une faible fraction volumique de précipités tertiaires (précipités nanométriques) se forme au cours du premier revenu, et que ces précipités présentent une croissance avec le second revenu. Ces précipités se forment dans les espaces matriciels, entre les précipités secondaires, ils diminuent la distance inter-précipités vue par les dislocations. Ils contribuent ainsi au durcissement de l'alliage. Toutefois, la fraction volumique de cette précipitation reste modeste par rapport à la précipitation existante après trempe. Il en résulte que le gain de limite d'élasticité quoique bien réel et significatif reste modéré.

### **3 Conclusion et Synthèse : identification des paramètres de microstructure**

L'ensemble des résultats obtenus montre que les conditions de traitement thermique influencent significativement les propriétés du PER72<sup>®</sup>. En particulier, la trempe est l'étape clé, qui conduit à une forte évolution de comportement mécanique de l'alliage en un temps qui peut-être très court. Les revenus viennent quant à eux compléter le durcissement et « régler » les propriétés de l'alliage sur celles requises pour son application aéronautique. Ils permettent également de relaxer une partie des contraintes résiduelles générées au cours de la trempe.

La baisse de température entraîne un changement très sensible de comportement mécanique. Au refroidissement depuis 1170°C, si l'alliage reste à haute température, la courbe de traction présente un pic de contrainte en début de plasticité. L'origine de ce pic pourrait être associée à l'interaction dislocations/éléments de soluté [74]. La sensibilité à la vitesse de déformation est également très importante aux températures élevées du plan d'expérience. En effet, l'amplitude de contrainte relaxée après 10 minutes est de l'ordre de la centaine de mégapascals. Avec la baisse de température, les effets visqueux passent par un maximum aux températures intermédiaires, avec une relaxation de plus de 300MPa en 10 minutes à 850°C. A plus basse température, la sensibilité à la vitesse de déformation chute et devient quasiment inexistante aux basses températures.

Par ailleurs, et quelle que soit la température considérée (inférieure à  $T_{\text{solvus}}$ ), la vitesse de refroidissement influence également la limite d'élasticité. En effet, plus la trempe est rapide, plus le durcissement de l'alliage est important. Ces conditions de trempe modifient la précipitation et un lien logique est établi entre les écarts de limite d'élasticité et les éléments quantitatifs liés à la précipitation.

En effet, le durcissement par précipitation est la principale contribution au durcissement des alliages du type du PER72<sup>®</sup> [9]. Les mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations sont associés à ce type de durcissement, et sont activés sur un domaine de température qui leur est propre. Ainsi, à hautes températures, le contournement des précipités sera privilégié, alors que pour les basses

---

températures, seul le cisaillement des particules est activé. Le domaine des températures intermédiaires permet probablement aux deux mécanismes d'être activés suivant la taille, la morphologie et la cohérence cristalline avec la nature des précipités.

Pour chacun de ces mécanismes, la littérature est relativement abondante quant au développement de modèles permettant d'estimer la contrainte minimale, nécessaire au franchissement des précipités par les dislocations. Elle est exprimée à partir de valeurs de variables de microstructure telles que le diamètre des précipités, leur fraction ou encore leur espacement moyen. Or, nous avons montré dans le chapitre II que ces mêmes variables étaient directement impactées par la vitesse de refroidissement ou la température. Leurs évolutions en fonction de ces paramètres ont alors été établies.

L'influence des revenus sur les variables de microstructure reste cohérente avec l'hypothèse du durcissement par précipitation. En effet, le temps d'exposition en température peut favoriser une précipitation tertiaire dans les couloirs matriciels, diminuant ainsi la distance inter-précipités vue par les dislocations. Ce mécanisme provoque un complément de durcissement.

Le tableau III-7 synthétise les différentes équations et différentes variables de microstructure influençant le comportement mécanique de l'alliage pour chaque domaine de température.

A partir de ces équations, des conditions de traitement thermique et des variables de microstructure identifiées, le gain de limite d'élasticité attribué à la précipitation peut être estimé. La microstructure peut ainsi s'intégrer à la modélisation du comportement mécanique. Cependant, le modèle de comportement retenu doit également tenir compte de paramètres essentiels qui permettent de décrire la sensibilité à la vitesse de déformation ou l'écrouissage (rhéologie de l'alliage limitée à quelques pourcents de déformation plastique). La mise en œuvre du modèle de comportement ainsi que l'analyse des écarts entre les résultats issus de l'expérience et de la simulation font l'objet du chapitre suivant.

Tableau III - 7 : Mécanismes activés et variables de microstructure influençant le comportement mécanique pour chaque domaine de température

	Domaine de température	Hautes températures ( 900°C -> 1170°C)	Températures intermédiaires (700°C -> 900°C)	Basses températures (-> 700°C)
<b>Résultats expérimentaux</b>	effet de T sur propriétés mécaniques	viscosité importante	viscosité importante	viscosité négligeable
	Allure de courbe	Comportement ductile Pic de contrainte	Comportement fragile	Comportement ductile
	Type de faciès de rupture	intergranulaire	mixte	transgranulaire
	Dépendance de la limite d'élasticité	Limite d'élasticité croissante avec la vitesse de refroidissement	Limite d'élasticité croissante avec la vitesse de refroidissement	Limite d'élasticité croissante avec la vitesse de refroidissement
<b>Justifications des propriétés mécaniques</b>	Mécanismes de déformation	Contournement + ancrage (pic)	Contournement et/ou cisaillement	Cisaillement
	Expression simplifiée de la contrainte de franchissement	$\sigma = \frac{\mu b}{D} \sqrt{f_v}$ [3]	$\sigma = \frac{\mu b}{D} \sqrt{f_v}$ [3] ou $\tau = \frac{A}{(D + DiP)} \sqrt{\frac{D}{B} - 1}$ [61]	$\tau = \frac{A}{(D + DiP)} \sqrt{\frac{D}{B} - 1}$ [61]
	Variables de microstructures significatives	$f_v$ fraction volumique $\gamma'$ D diamètre des précipités	$f_v$ fraction volumique $\gamma'$ D diamètre des précipités DiP distance inter précipités	D diamètre des précipités DiP distance inter précipités





# Chapitre IV : Modélisation du comportement mécanique

Les chapitres précédents ont permis d'évaluer l'influence des conditions de traitement thermique tant sur les propriétés mécaniques que sur la microstructure de l'alliage. Ainsi, les variables de microstructure pertinentes ont été identifiées. Cette partie est consacrée à la formulation d'un modèle de comportement mécanique du PER72<sup>®</sup>. Ce modèle doit permettre la prise en compte des évolutions de la microstructure dans la prévision des caractéristiques mécaniques usuelles de l'alliage au cours du traitement thermique.

Dans un premier temps, un modèle de comportement mécanique simple issu de la littérature est formulé et ses paramètres identifiés. Les dépendances des paramètres du modèle avec les conditions de traitement thermique sont alors évaluées.

Ensuite, l'influence de la microstructure est intégrée au modèle de comportement mécanique au travers de lois d'évolution des paramètres de microstructure identifiés au chapitre 2.

Enfin, une validation du modèle ainsi formulé est réalisée par la simulation de la trempe d'un galet de PER72<sup>®</sup>. Ces résultats sont comparés à des mesures de contraintes résiduelles obtenues par l'analyse des résultats de diffraction de neutrons, réalisées en marge de ce projet à l'Institut Laue-Langevin (ILL).

## 1 Contexte industriel

Afin de prédire les propriétés mécaniques du PER72<sup>®</sup> après traitement thermique, Aubert & Duval a développé une loi phénoménologique permettant de prédire la contrainte à rupture de l'alliage et son module d'élasticité à une température donnée. Cette valeur est calculée à partir de la vitesse de déformation totale  $\dot{\epsilon}_{tot}$ , et de deux paramètres matériau K et m dépendants de la température. Ces paramètres et le module d'élasticité E ont été déterminés à partir d'essais de torsion, réalisés au sein de

la société Aubert & Duval. Leurs valeurs sont introduites « point par point » pour plusieurs niveaux de température. La loi dite « loi A&D » est donnée par la formule suivante :

$$\sigma = K(T)\dot{\epsilon}_{tot}^{m(T)} \quad (\text{E IV-1})$$

Malgré sa simplicité, cette loi phénoménologique décrit de façon correcte les contraintes maximales en traction de l'alliage obtenues dans le cas du traitement thermique industriel complet (mise en solution – trempe – double vieillissement). La figure IV-1 présente la confrontation des résultats expérimentaux présentés au chapitre 3 avec les valeurs prédites par la « loi A&D ». La loi A&D a été déterminée pour du PER72 grains fins, alors que la présente étude s'est portée sur une microstructure à gros grains. Néanmoins, les valeurs de contrainte maximale en traction prédites par le calcul sont conformes à ce qui peut être mesuré dans notre étude pour un traitement thermique « industriel ».

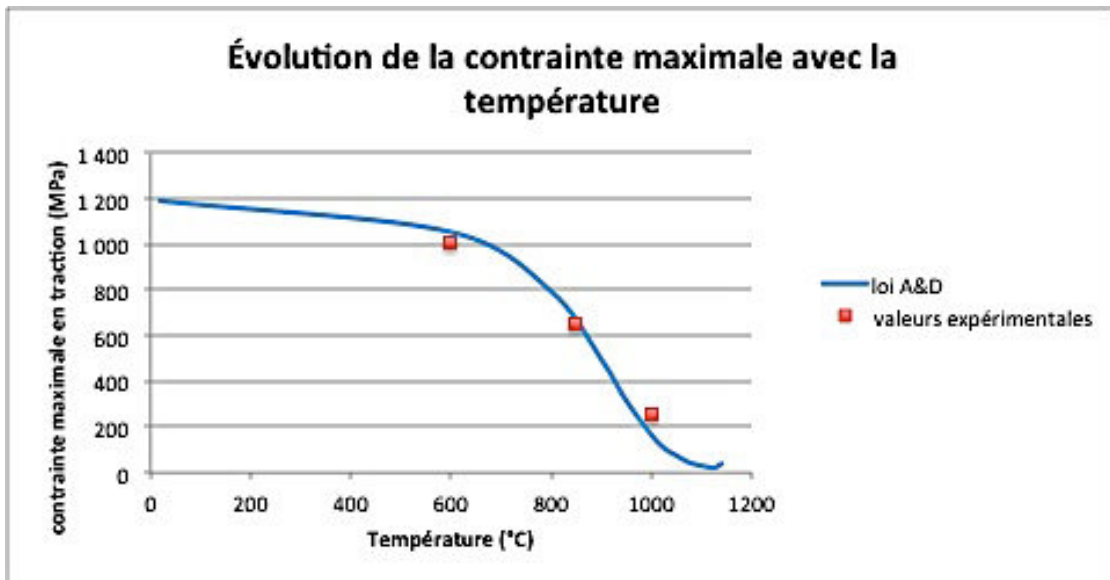


Figure IV - 1 : Comparaison des résultats expérimentaux et des valeurs prédites par la "loi A&D" - Contrainte ultime en fonction de la température pour une vitesse de déformation de  $10^3 s^{-1}$

Cependant, cette loi ne peut prendre en compte l'évolution des propriétés mécaniques au cours du traitement thermique. D'après les examens des évolutions de la microstructure, la trempe semble être l'étape la plus critique. Cette étude propose par conséquent d'améliorer cette approche avec un modèle considérant les évolutions du comportement mécaniques du PER72® au cours de la trempe.

Par ailleurs, cette étude ne tient pas compte de la rupture prématurée du matériau à 850°C ou du pic de contrainte observé aux températures d'essais supérieures à 1000°C. En effet, une expertise microstructurale complémentaire doit-être réalisée pour arriver à une compréhension totale et maîtrisée des phénomènes physiques qui régissent ces singularités. Il s'est avéré prématuré de les considérer au sein de la modélisation du comportement mécanique du matériau et dans une première

approche, il a été décidé de simplifier l'analyse et de laisser ces deux aspects en perspectives de ces travaux.

## 2 Lois constitutives du modèle de comportement

En 1929, les travaux de Norton marquent le début de la modélisation du comportement viscoplastique des matériaux [79]. Celui-ci a pour la première fois formulé une loi exprimant la vitesse de déformation en fluage en fonction de la contrainte imposée, et de deux paramètres K et n dépendant du matériau et de la température.

$$\dot{\epsilon}_p = \left(\frac{\sigma_v}{K}\right)^n \quad (\text{E IV-2})$$

A partir de ces travaux, plusieurs lois ont été proposées afin de décrire les effets de l'écrouissage, de relaxation ou encore de fluage. Cependant, ces modèles ne tiennent pas compte des évolutions microstructurales liées aux conditions de l'essai [4-6].

Dans cette étude, une approche phénoménologique est privilégiée afin de décrire le comportement mécanique en traction à différentes températures. Un modèle de comportement unifié est identifié. Il considère l'hypothèse de petites perturbations avec une partition de la déformation en une partie élastique et inélastique, la transition étant contrôlée par le critère de plasticité de von Mises. Le modèle comprend une loi d'écoulement viscoplastique, qui permet de prendre en compte la sensibilité du matériau à la vitesse de déformation, ce qui est primordial à haute température. Une variable d'écrouissage isotrope est également introduite dans la formulation. Une procédure d'identification des paramètres du modèle est présentée pour une vitesse de refroidissement donnée et pour différents niveaux de températures. L'influence de la vitesse de refroidissement sur le comportement mécanique est prise en compte dans la formulation du modèle au travers de l'expression de la limite d'élasticité. Cette phase fait appel à des considérations microstructurales présentées et discutées dans le chapitre 2 et qui seront rappelées dans cette section. Les équations constitutives sont présentées dans la suite, elles offrent l'avantage d'être en accord avec la thermodynamique des processus irréversibles [83], [84]. L'implantation du modèle permet ainsi la simulation de contraintes thermomécaniques générées au cours de la trempe, sur une pièce en PER72<sup>®</sup>. Pour la suite de l'étude, une géométrie simple a été choisie : un galet. Des mesures de contraintes résiduelles réalisées à l'Institut Laue-Langevin (ILL) et obtenues par analyse des résultats de diffraction des neutrons permettent de valider les résultats de la simulation.

## 2.1 Présentation du modèle

Le modèle de comportement mécanique identifié est un modèle élasto-viscoplastique sous forme additive.

En faisant l'hypothèse des petites déformations, il est possible de décomposer la déformation sous la forme d'une somme d'une partie réversible, la déformation élastique, et une partie irréversible, la déformation inélastique (ou plastique).

$$\underline{\varepsilon}_{méca} = \underline{\varepsilon}_{él} + \underline{\varepsilon}_p \quad (\text{E IV-3})$$

Les propriétés du matériau sont considérées comme isotropes. La mise en solution supersolvus conforte cette hypothèse par une relaxation totale des éventuelles contraintes résiduelles générées à la mise en forme du galet. Un critère de plasticité de von Mises est donc utilisé pour définir la fonction de charge  $f$  (équation E IV-4). Un seuil de plasticité (ou limite d'élasticité « vraie »)  $\sigma_0$  permet la transition entre un comportement élastique et élasto-viscoplastique. Une variable d'écrouissage isotrope  $R$  est introduite afin de définir l'évolution de cette surface de charge.

$$f = \sigma_{eq} - R - \sigma_0 \quad (\text{E IV-4})$$

où  $\sigma_{eq}$  est la contrainte équivalente au sens de von Mises, soit  $\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\sigma}' : \underline{\sigma}'}$  avec  $\underline{\sigma}'$  le tenseur déviateur des contraintes.

La vitesse de déformation plastique cumulée  $\dot{p}$  s'écrit alors sous la forme suivante :

$$\dot{p} = \left\langle \frac{\sigma_{eq} - R - \sigma_0}{K} \right\rangle^n \quad (\text{E IV-5})$$

Elle peut alors être reliée à la vitesse de déformation plastique par l'équation E IV-6 :

$$\underline{\dot{\varepsilon}}_p = \frac{3}{2} \dot{p} \frac{\underline{\sigma}'}{\sigma_{eq}} \quad (\text{E IV-6})$$

Cette équation permet de tenir compte de la sensibilité du matériau à la vitesse de déformation au travers des paramètres  $K$  et  $n$  dépendant de la température.

La variable isotrope  $R$  s'écrit quant à elle le plus souvent sous sa forme intégrée :

$$R = Q(1 - e^{-bp}) \quad (\text{E IV-7})$$

où  $Q$  et  $b$  sont des paramètres du modèle.

La caractérisation mécanique de l'alliage a donc été réalisée au travers d'essais de traction et de relaxation uni-axiaux. On choisit donc d'écrire le modèle sous sa forme uni-axiale afin d'identifier les différents paramètres. L'équation EIV-6 se réduit alors à l'expression suivante :

$$|\dot{\epsilon}_p| = \dot{p} \quad \text{ou} \quad \dot{\epsilon}_p = \dot{p} \cdot \text{sign}(\sigma) \quad (\text{E IV-8})$$

où la fonction  $\text{sign}(x)$  prend la valeur +1 ou -1 selon que le signe de la variable  $x$  soit positif ou négatif.

Dans ce cadre, à partir de la décomposition sous forme additive de la contrainte équivalente de von Mises, la sensibilité du matériau à la vitesse de déformation peut être prise en compte sous la forme d'une contrainte visqueuse  $\sigma_v$ .

$$\sigma_{eq} = \sigma_0 + R + \sigma_v \quad (\text{E IV-9})$$

Les équations E IV-5, -8 et -9 permettent d'explicitier la formulation de la contrainte visqueuse  $\sigma_v$  :

$$\sigma_v = K |\dot{\epsilon}_p|^{1/n} \quad (\text{E IV-10})$$

Le modèle ainsi formulé ne permet pas de prendre en compte le pic de contrainte constaté sur les essais à 1170°C et 1000°C. Il convient cependant pour approximer le niveau de contrainte stabilisé pour des déformations supérieures (après ce pic). Le modèle sous cette forme contient 6 paramètres à identifier : le module d'élasticité  $E$ , la limite d'élasticité  $\sigma_0$ , les paramètres de viscosité  $K$  et  $n$ , les paramètres d'écrouissage  $Q$  et  $b$ .

### 3 Méthodologie d'identification des paramètres

L'identification des coefficients du modèle est réalisée en deux étapes. La première consiste en une identification des paramètres de viscosité pour chacune des conditions d'essais définies par les variables suivantes : la température d'essai  $T$ , la vitesse de refroidissement  $\dot{T}$ , et la vitesse de déformation totale  $\dot{\epsilon}_{tot}$ . La seconde étape consiste à identifier les autres paramètres du modèle afin de transcrire au mieux le comportement mécanique du matériau, par minimisation de l'écart expérience-modèle.

#### 3.1 Première étape : identification de la contrainte visqueuse

Dans un premier temps, les paramètres liés à la viscosité ( $K$  et  $n$ ) sont identifiés à partir d'essais de « relaxation » effectués à 850°C et 1000°C, ainsi que sur les deux essais réalisés à 1170°C (les essais à plus basse température ont montré que le matériau n'était pas sensible à la vitesse de déformation). Afin de faciliter et de fiabiliser l'identification des paramètres, les données expérimentales sont traitées à l'aide d'une routine Matlab<sup>®</sup>.

La part de contrainte visqueuse est isolée par soustraction de la contrainte interne  $\sigma_i$  à la contrainte totale (équation E IV-11). Cette contrainte  $\sigma_i$  correspond à la contrainte non visqueuse. Sa valeur peut être approchée par la valeur asymptotique de la contrainte totale en fin de relaxation.

$$\sigma_v = \sigma_{eq} - \sigma_i \quad (\text{E IV-11})$$

avec  $\sigma_i = \sigma_0 + R$

En exprimant l'équation E IV-10 sous forme logarithmique, il est possible d'exprimer l'évolution de la contrainte visqueuse en fonction de la vitesse de déformation plastique sous la forme d'une fonction linéaire:

$$\ln(\sigma_v) = \frac{1}{n} \times \ln(|\dot{\epsilon}_p|) + \ln(K) \quad (\text{E IV-12})$$

Les paramètres  $K$  et  $n$  peuvent donc être directement déduits des coefficients de la droite ainsi tracée en échelle logarithmique.

Le tableau IV-1 rassemble les résultats de l'identification des paramètres de viscosité pour chacun des essais de traction réalisés.

Tableau IV - 1 : Paramètres de viscosité  $K$  et  $n$  déterminés lors de la première itération

T (°C)	$\dot{T}$ (°C/min)	$\dot{\epsilon}_{tot}$ (s <sup>-1</sup> )	K (MPa.s <sup>1/n</sup> )	n
* 1170	/		650	1,7
1000	200	10 <sup>-3</sup>	1000	4,4
1000	200	10 <sup>-4</sup>	1000	4,4
1000	120	10 <sup>-3</sup>	898	4,4
1000	75	10 <sup>-3</sup>	933	4,4
1000	30	10 <sup>-2</sup>	777,5	4,9
1000	30	10 <sup>-3</sup>	1056	4,1
1000	30	10 <sup>-4</sup>	1042	4,4
** 850	30	10 <sup>-3</sup>	1600	4,0

\* Les valeurs des paramètres  $K$  et  $n$  à 1170°C ont été déterminées à partir de 2 courbes d'essais à vitesses de déformation différentes (3,4.10<sup>-3</sup>s<sup>-1</sup> et 5,6.10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup>). Aucun essai de relaxation n'a été réalisé à cette température.

\*\* Seuls les essais réalisés après une vitesse de refroidissement de 30°C/min ont permis d'obtenir une relaxation sans endommagement du matériau à 850°C. Seules ces données ont donc été utilisées pour cette température.

Le tableau IV-1 montre que parmi les variables testées, la température semble avoir une influence particulièrement significative sur les paramètres  $K$  et  $n$ . Une nouvelle identification a alors été réalisée

en compilant les données expérimentales de tous les essais par température. Ainsi, un unique couple de paramètres de viscosité a été défini pour chacune des températures d'essais.

Pour les essais réalisés à 20°C et 600°C,  $K$  et  $n$  ont été fixés arbitrairement selon deux critères :

- la contrainte visqueuse doit rester négligeable devant les autres composantes du modèle (faible sensibilité du matériau à la vitesse de déformation). En effet, à ces températures, aucune relaxation du matériau n'a pu être observée. Ceci implique que dans cette gamme de température, la valeur de  $K$  soit faible et celle de  $n$  élevée.

- L'expression anisotherme du modèle de comportement nécessite de formuler une loi d'évolution de ces paramètres en fonction de la température. S'il est trop ambitieux de proposer des lois basées sur la physique des matériaux, les lois les plus simples seront à privilégier.

Le paramètre  $n$  présente une variation monotone, décroissante avec la température. En revanche, le paramètre  $K$  ne varie pas de manière monotone. En effet, ce paramètre présente des valeurs très faibles à basse température : il croît de 20 à 100 MPa.s<sup>1/n</sup> entre 20°C et 600°C. Il passe ensuite par un maximum de 1350 MPa.s<sup>1/n</sup> à 850°C, avant de décroître à 650 – 750 MPa.s<sup>1/n</sup> au-dessus de 1000°C. Une telle allure singulière du paramètre  $K$  se retrouve dans la littérature. En effet, cette tendance se retrouve pour des phases intermétalliques [85]. Plus particulièrement, la figure IV-2 montre que la sensibilité à la vitesse de déformation du Ni<sub>3</sub>Al (constituant de la phase  $\gamma'$ ) passe par un maximum aux alentours de 700°C.

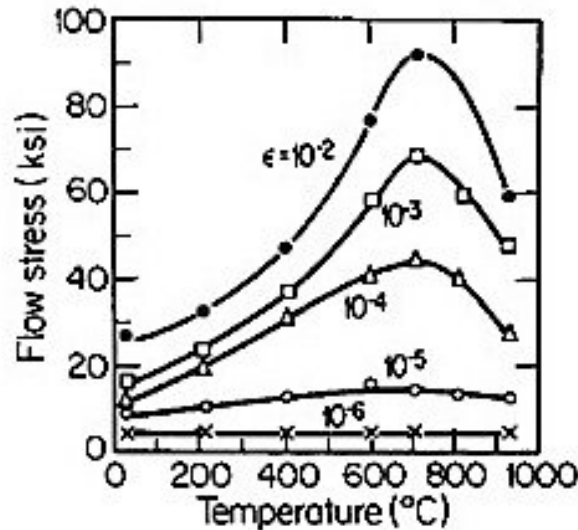


Figure IV - 2 : Évolution de la contrainte visqueuse du composé Ni<sub>3</sub>Al en fonction de la température. [85]

La méthode d'identification appliquée pour les essais réalisés à 1170°C est identique à celle utilisée à 850°C et 1000°C. Cependant, pour cette température, aucun essai de relaxation n'a pu être réalisé.



Seules les vitesses de déformations de  $3,4 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$  et  $5,6 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$  ont été utilisées. L'interpolation sur ces 2 points permet d'obtenir une valeur de  $K$  et  $n$ , dont la robustesse nécessiterait d'être vérifiée par des essais sollicitant le matériau à d'autres vitesses.

Après unification de la formulation de ces paramètres, l'erreur sur l'estimation de la contrainte visqueuse générée par ces modifications reste négligeable devant le niveau de contrainte constaté expérimentalement (10 à 20 MPa pour une vitesse de déformation de l'ordre de  $10^{-7} \text{s}^{-1}$  contre 300 à 600MPa mesurés expérimentalement).

Les figures IV-3 et IV-4 présentent les courbes utilisées pour identifier les paramètres  $K$  et  $n$  à  $1000^\circ\text{C}$  et  $850^\circ\text{C}$ .

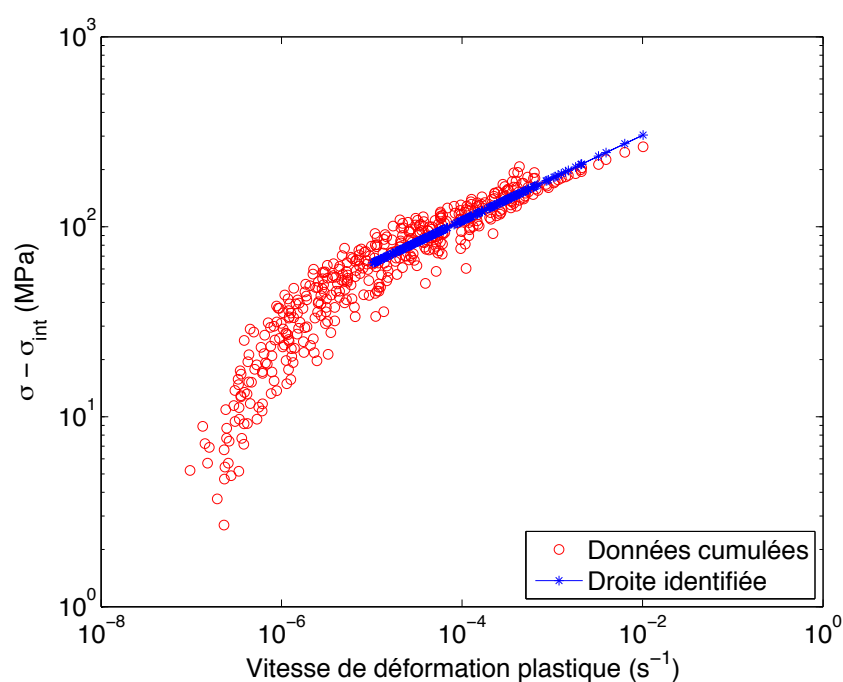


Figure IV - 3 : Identification des paramètres  $K$  et  $n$  pour les essais de relaxation à  $1000^\circ\text{C}$   
(données cumulées des tous les essais réalisés à  $1000^\circ\text{C}$ )

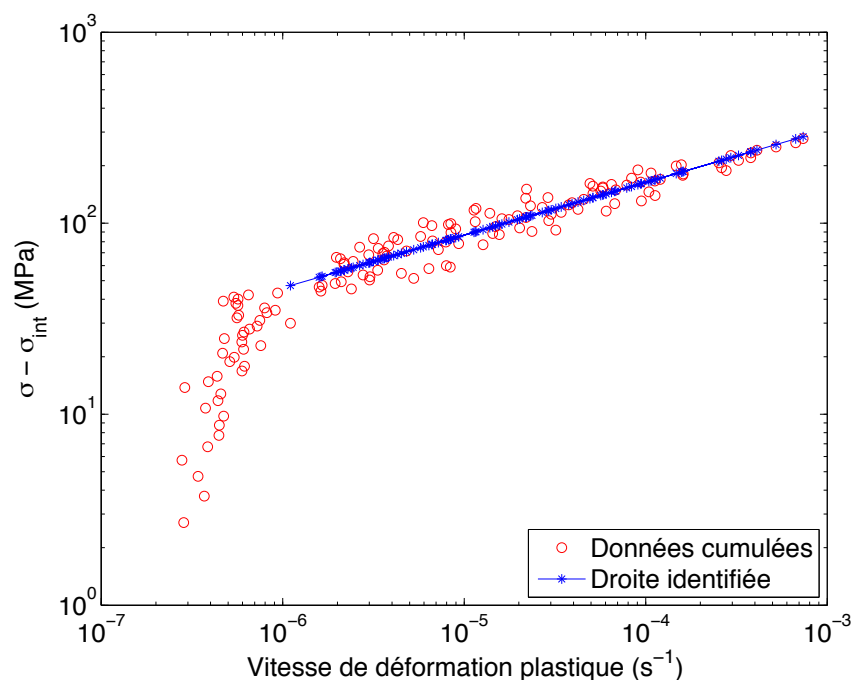


Figure IV - 4 : Identification des paramètres  $K$  et  $n$  pour les essais de relaxation à 850°C  
(données cumulées de tous les essais réalisés à 850°C)

Les valeurs des paramètres présentent une grande variation entre les basses températures et les températures intermédiaires. Afin de limiter le risque d'une mauvaise estimation de la contrainte visqueuse dans la gamme de température 600-815°C, des valeurs de  $K$  et  $n$  issues de bases de données Aubert & Duval ont été rajoutées à 750°C et 810°C. Ces valeurs ont été obtenues par simple lissage afin d'obtenir une interpolation correcte. Le tableau IV-2 rassemble les valeurs des paramètres de viscosité identifiés pour chacune des températures d'essais.

Tableau IV - 2 : Valeurs des paramètres de viscosité identifiés par température (Base de données Aubert & Duval)

T (°C)	$K$ (MPa.s <sup>1/n</sup> )	$n$
1170	650	1,7
1000	755	4,5
850	1350	5,0
810	800	7
750	400	13
600	100	35
20	20	50

Avant de pouvoir déterminer la contrainte équivalente au sens de von Mises, Les autres paramètres de la loi doivent être identifiés. Ceux-ci permettent de quantifier la limite d'élasticité et la variable d'écrouissage pour chaque condition d'essai.

### 3.2 Seconde Etape : identification des paramètres $Q$ , $b$ et $\sigma_0$

Une fois les paramètres  $K$  et  $n$  déterminés, l'identification des autres paramètres a été réalisée par minimalisation de la différence entre les courbes expérimentales et la contrainte calculée par le modèle, à l'aide du logiciel ZSet<sup>®</sup>. Lors de cette étape, les coefficients  $K$  et  $n$  sont fixés à la valeur trouvée précédemment pour chaque niveau de température. Les autres paramètres  $Q, b, \sigma_0$  liés à la variable d'écrouissage sont identifiés à l'aide d'une procédure d'optimisation paramétrique utilisant les données des essais de traction. Cette procédure est répétée pour chaque niveau de température et de vitesse de refroidissement.

Les résultats de cette étape sont présentés dans les tableaux IV-3 à IV-7. Les courbes permettant de comparer le modèle identifié dans cette seconde étape avec les résultats expérimentaux, figurent quant à elles en annexe IV-1.

Les valeurs de limite d'élasticité à 1000°C présentent une singularité : la limite d'élasticité après un refroidissement de 200°C/min est inférieure à celle identifiée pour un refroidissement de 120°C/min. La précipitation étant déjà établie à cette température, une valeur supérieure à 180MPa était attendue. Cette particularité pourrait s'expliquer par un potentiel endommagement prématuré du matériau pour cet état thermique. L'expertise de l'éprouvette n'a pas permis de mettre en évidence la cause de ce phénomène.

Tableau IV - 3 : Paramètres identifiés – Essais à 1170°C

T (°C)	E (GPa)	K (MPa.s <sup>1/n</sup> )	n	$\sigma_0$ (MPa)	Q (MPa)	b
1170	105	650	1,7	11	2	1000

Tableau IV - 4 : Paramètres identifiés – Essais à 1000°C

T (°C)	$\dot{T}$ (°C/min)	E (GPa)	K (MPa.s <sup>1/n</sup> )	n	$\sigma_0$ (MPa)	Q (MPa)	b
1000	200	165	755	4,5	125	10	600
1000	120	165	755	4,5	180	10	600
1000	75	165	755	4,5	130	10	600
1000	30	165	755	4,5	120	10	600

Tableau IV - 5 : Paramètres identifiés – Essais à 850°C

T (°C)	$\dot{T}$ (°C/min)	E (GPa)	K (MPa.s <sup>1/n</sup> )	n	$\sigma_0$ (MPa)	Q (MPa)	b
850	120	190	1350	5	440	50	500
850	75	190	1350	5	400	50	500
850	30	190	1350	5	235	50	500

Tableau IV - 6 : Paramètres identifiés – Essais à 600°C

T (°C)	$\dot{T}$ (°C/min)	E (GPa)	K (MPa.s <sup>1/n</sup> )	n	$\sigma_0$ (MPa)	Q (MPa)	b
600	200	208	100	35	620	86	300
600	120	208	100	35	595	86	300
600	75	208	100	35	580	86	300
600	30	208	100	35	505	86	300

Tableau IV - 7 : Paramètres identifiés – Essais à 20°C

T (°C)	$\dot{T}$ (°C/min)	E (GPa)	K (MPa.s <sup>1/n</sup> )	n	$\sigma_0$ (MPa)	Q (MPa)	b
20	200	240	20	50	760	100	220
20	120	240	20	50	730	100	220
20	75	240	20	50	720	100	220
20	30	240	20	50	650	100	220

Au final, six paramètres dépendants de la température sont identifiés à ce stade, le module d'élasticité E, la limite d'élasticité  $\sigma_0$ , les coefficients liés à la variable d'écrouissage (Q, b) et ceux liés à la loi d'écoulement (K et n). Parmi ces coefficients, seule la limite d'élasticité est supposée dépendante de la vitesse de refroidissement (figure IV-5 et IV-6). L'évolution de chaque coefficient est donnée en annexe IV-2. A l'exception du paramètre K, tous les paramètres présentent une variation monotone au cours du refroidissement.

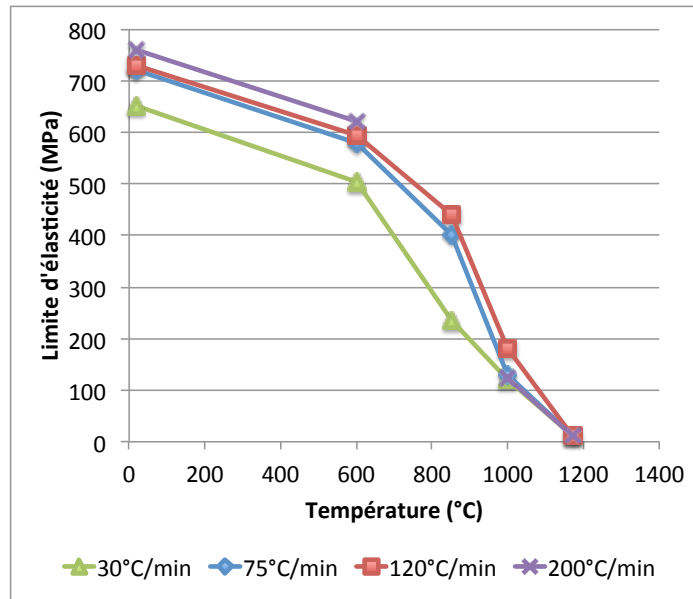


Figure IV - 5 : Evolution du seuil de plasticité identifié en fonction de la température pour les différentes vitesses de refroidissement du plan d'expérience.

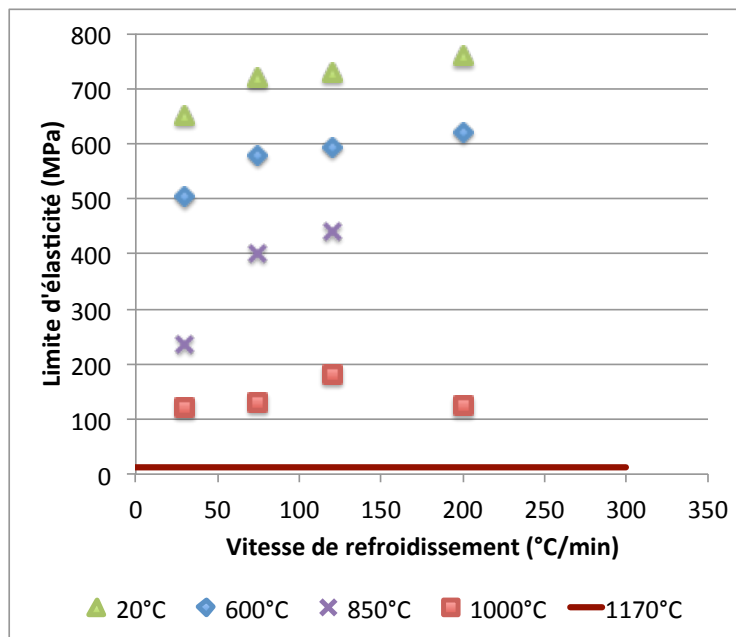


Figure IV - 6 : Evolution du seuil de plasticité identifié en fonction de la vitesse de refroidissement pour les différentes températures du plan d'expérience

A 1170°C, le refroidissement n'a pas commencé. Une limite d'élasticité unique a donc été identifiée. En effet, à cette température, l'alliage est monophasé avec tous les éléments d'alliage en solution solide. Au contraire, à 1000°C, les observations de la microstructure présentées dans le chapitre 2 ont montré que la précipitation était déjà présente dans sa forme quasi définitive. Pour les températures

inférieures, la limite d'élasticité augmente sensiblement avec les fortes vitesses de refroidissement. La taille et la fraction de précipités semblent être à l'origine de ces variations.

L'état de la microstructure est particulièrement influencé par la vitesse de refroidissement. Or seul le seuil de plasticité semble sensible à cette variable du traitement thermique. L'influence de la microstructure sur le comportement mécanique semble donc, en première approximation, se limiter à un effet sur la limite d'élasticité.

## 4 Introduction des variables de microstructure dans l'expression de la limite d'élasticité

La précipitation semble être le paramètre le plus significatif dans les variations du comportement en traction des superalliages du type du PER72<sup>®</sup> au cours des deux dernières étapes du traitement thermique. Ces observations nous permettent de considérer la formulation donnée par l'équation EIV-13 pour l'expression de la limite d'élasticité  $\sigma_0$ . Celle-ci dissocie la contribution de la précipitation  $\sigma_p$ , qui peut être explicitée au travers d'équations spécifiques, des autres contributions rassemblées sous un unique terme  $\sigma_+$ .

$$\sigma_0 = \sigma_p + \sigma_+ \quad (\text{E IV-13})$$

Les évolutions de microstructure sont donc introduites via la contribution de la précipitation  $\sigma_p$ .

### 4.1 Evolutions des paramètres microstructuraux avec les conditions de trempe

Les équations suivantes ont été présentées dans le chapitre 3. Elles permettent de calculer la contrainte nécessaire au franchissement d'un obstacle par une dislocation en tenant compte des mécanismes mis en jeu (contournement (E IV-14) ou cisaillement (E IV-15)). La contrainte ainsi calculée représente un minimum de contrainte à fournir pour que l'alliage puisse se déformer. Il s'agit de la limite d'élasticité « physique ». Dans le PER72<sup>®</sup>, ces obstacles sont les précipités  $\gamma'$ .

$$\sigma_{Orowan} = \frac{Gb}{D} \sqrt{F_v} \quad (\text{E IV-14})$$

$$\tau_{cis} = \alpha \frac{1}{2} \left( \frac{Gb}{D + DiP} \right) \frac{2w}{\pi} \sqrt{\frac{\pi D \gamma_{APB}}{w G b_c^2} - 1} \quad (\text{E IV-15})$$

Ces équations font appel à différents paramètres liés à la géométrie et la répartition des obstacles (D,

DiP,  $F_v$ ) ou à l'interface précipités/matrice ( $w$ ,  $\gamma_{APB}$ ), ou encore à la structure cristallographique ( $b_c$ ). En revanche, ces équations ne prennent pas en compte le désaccord paramétrique largement décrit dans la littérature.

Les observations de la microstructure présentées dans le chapitre 2 ont permis d'accéder à l'évolution des paramètres liés aux précipités en fonction de la vitesse de refroidissement. En effet, les analyses d'images ont permis de déterminer les tailles moyennes de précipités (figure IV-7), ainsi que les distances moyennes inter-précipités (figure IV-8) en fonction de la vitesse de refroidissement.

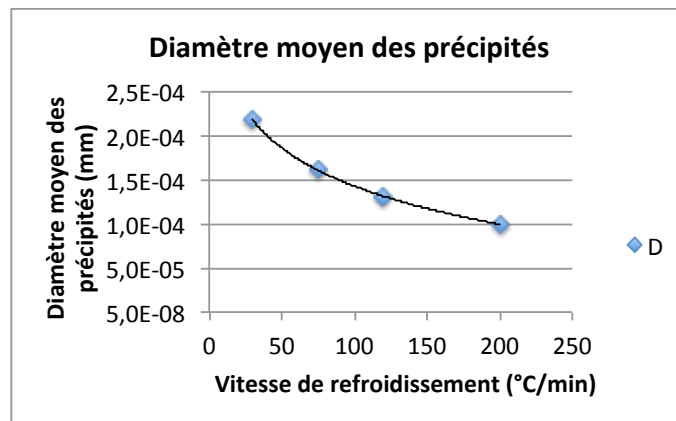


Figure IV - 7 : Evolution du diamètre moyen des précipités avec la vitesse de refroidissement

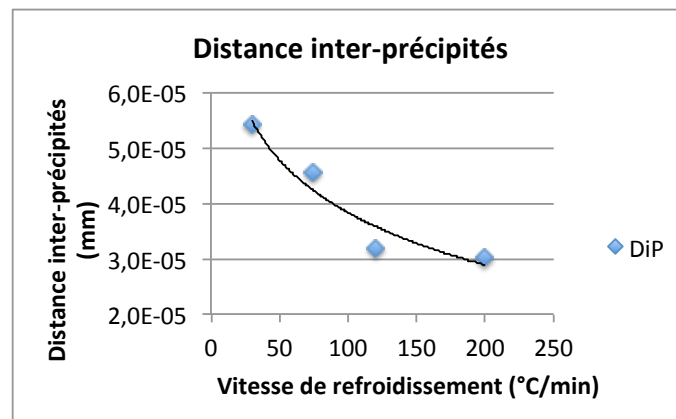


Figure IV - 8 : Evolution de la distance inter-précipités avec la vitesse de refroidissement

De même, la fraction volumique de précipités à température ambiante a été calculée à partir de l'analyse chimique et cristallographique de la phase  $\gamma'$ . La figure IV-9 donne son évolution avec la vitesse de refroidissement.

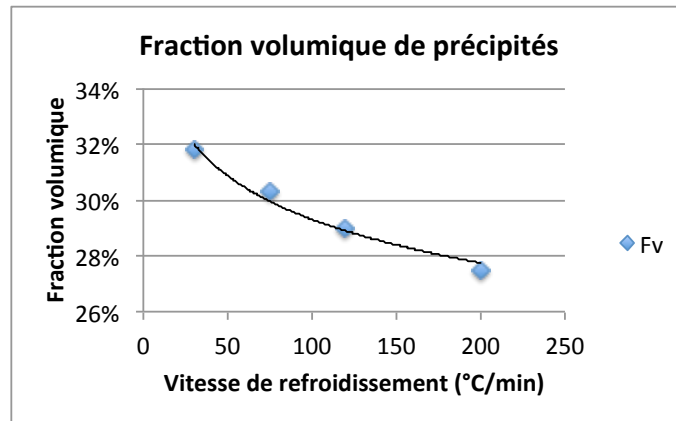


Figure IV - 9 : Evolution de la fraction volumique (calculée) de phase  $\gamma'$  avec la vitesse de refroidissement

L'évolution de ces paramètres en fonction de la vitesse de refroidissement peut s'exprimer à partir de lois empiriques simples. Nous proposons alors les équations suivantes à l'image de celles présentées dans les références [12] [13]:

- Le diamètre moyen des précipités D :

$$D(\text{mm}) = D1 \cdot \ln(\dot{T}) + D2 \quad (\text{E IV-14})$$

- La distance inter-précipités DiP :

$$\text{DiP}(\text{mm}) = \text{DiP}1 \cdot \ln(\dot{T}) + \text{DiP}2 \quad (\text{E IV-15})$$

- La fraction volumique de phase  $\gamma'$   $F_v$  à température ambiante:

$$F_v = F_{v1} \cdot \ln(\dot{T}) + F_{v2} \quad (\text{E IV-16})$$

Dans ces expressions, les paramètres  $D_1$ ,  $D_2$ ,  $\text{DiP}_1$ ,  $\text{DiP}_2$ ,  $F_{v1}$  et  $F_{v2}$  sont des constantes à déterminer.

Ces trois variables de microstructure sont également dépendantes de la température. En effet, la fraction de phase  $\gamma'$  à l'équilibre thermodynamique tend à baisser, jusqu'à devenir nulle à la température de solvus. Le diamètre des précipités ainsi que la distance les séparant s'en trouvent directement impactés. La fraction volumique de phase  $\gamma'$  a été exprimée en fonction de la température. En effet, la fraction volumique expérimentale à température ambiante ainsi que celles calculées à l'équilibre ont été déterminées avec précision (entre 750°C et 1150°C pour la fraction à l'équilibre).

Une nouvelle formulation de la fraction volumique tenant compte à la fois de la température et de la vitesse de refroidissement peut alors être proposée. Un terme multiplicatif (dépendant de la



température) est ajouté à l'expression de la fraction volumique à température ambiante (dépendant de la vitesse de refroidissement) (équation IV-17). Ce terme est formulé comme le rapport entre la fraction volumique de phase  $\gamma'$  à l'équilibre thermodynamique à la température considérée  $F_{v_{eq}}$  et la valeur de cette même fraction à température ambiante  $F_{v_{max}}$  (fraction maximale théorique). On obtient alors l'expression suivante :

$$F_v(T) = \frac{F_{v_{eq}}(T)}{F_{v_{max}}} \cdot (F_{v1} \cdot \ln(\dot{T}) + F_{v2}) \quad (\text{E IV-17})$$

Les fractions volumiques à l'équilibre ont été calculées à l'aide du logiciel MatCalc entre 700°C et 1170°C. Les valeurs des fractions volumiques calculées sont reportées dans le tableau IV-8. La fraction volumique théorique à l'équilibre est fixée à son maximum : 37,9%.

Tableau IV - 8 : Valeur de fraction volumique calculée à l'équilibre thermodynamique en fonction de la température

T (°C)	$F_{v_{eq}}$ (%)
1170	0
1156	0
1100	14,8
1000	28,0
900	33,0
800	36,3
700	37,6
20	37,9

Contrairement à la fraction volumique ou aux caractéristiques de taille et espacement des précipités, aucune évolution significative de la cristallographie de l'alliage n'a pu être constatée d'un traitement thermique à l'autre (pour toutes les conditions de trempe et revenu étudiées). La norme du vecteur de Burgers  $b_c$  reste donc fixée à une valeur de  $2,55 \cdot 10^{-7}$  mm.

De même, l'énergie de paroi d'antiphase (APB) évolue peu avec les conditions de trempe et la température [12]. Elle sera fixée à  $280 \cdot 10^{-6}$  mJ/mm<sup>2</sup>.

Ces paramètres permettent désormais de calculer la contrainte relative à chacun des mécanismes définis précédemment pour toute condition de trempe. La partie suivante est consacrée aux critères adaptés quant à leurs conditions d'activation.

## 4.2 Conditions d'activation des différents mécanismes de franchissement

### 4.2.1 Dépendance en température

La littérature a montré (cf chapitre 3) que selon le domaine de température, différents mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations étaient activés. Du point de vue de la modélisation, il est possible de résumer l'activation des différents mécanismes avec la température de la manière suivante :

- à basse température ( $T < 600^\circ\text{C}$ ), le cisaillement des précipités est le mécanisme prédominant.
- au contraire, à haute température ( $T > 900^\circ\text{C}$ ), le contournement est favorisé.
- aux températures intermédiaires ( $600^\circ\text{C} < T < 900^\circ\text{C}$ ), nous supposons que les mécanismes de contournement et de cisaillement peuvent être présents.

Nous proposons que l'activation des mécanismes soit réalisée au travers d'une loi de mélange dont le paramètre  $X$  dépend de la température. L'expression de la limite d'élasticité proposée est donnée par l'équation EIV-18 :

$$\sigma_0 = X \cdot \sigma_{Orowan} + (1 - X) \cdot \tau_{cis} + \sigma_+ \quad (\text{E IV-18})$$

où  $X$  varie entre 0 et 1 avec la température, et s'exprime comme suit :

$$X = \frac{\left(\frac{T}{T_c}\right)^m}{1 + \left(\frac{T}{T_c}\right)^m} \quad (\text{E IV-19})$$

avec  $T$  la température (en Kelvin),  $T_c$  la température critique de changement de mécanisme (en Kelvin), et  $m$  un paramètre traduisant la cinétique de transition d'un mécanisme à l'autre.

### 4.2.2 Dépendance en taille de précipités

Aux températures intermédiaires, il est difficile, d'après nos connaissances issues de la littérature, de privilégier un mécanisme de franchissement par rapport à un autre. Dans ce cas, la taille des particules a une forte influence sur le mécanisme adopté.

La prise en compte de ce phénomène dans le modèle de comportement mécanique se fait au travers d'une dépendance de la température critique de changement de mécanisme  $T_c$  avec la vitesse de refroidissement. De manière analogue aux variables de microstructure, nous proposons également une loi logarithmique phénoménologique dont les coefficients  $T_{c1}$  et  $T_{c2}$  ont été identifiés :

$$T_c(K) = T_{c1} \cdot \ln(\dot{T}) + T_{c2} \quad (\text{E IV-20})$$

### 4.3 Résumé des équations du modèle de comportement

Les équations précédentes et les coefficients qui y sont associés permettent de calculer la contrainte dans l'alliage au cours d'essais de traction à différentes vitesses et différentes températures après mise en solution supersolvus. Elles constituent ainsi le modèle de comportement mécanique de l'alliage. Parmi ces équations, la première (EIV-4) explicite la contrainte équivalente au sens de von Mises. Les différentes contributions à cette contrainte sont précisées au travers des équations constitutives suivantes, régissant le comportement mécanique.

Critère de plasticité :

$$f = \sigma_{eq} - R - \sigma_0 \quad (\text{E IV-4})$$

Loi d'écoulement viscoplastique :

$$|\dot{\varepsilon}_p| = \dot{p} \quad \text{ou} \quad \dot{\varepsilon}_p = \dot{p} \cdot \text{sign}(\sigma) \quad (\text{E IV-8})$$

$$\dot{p} = \left( \frac{f}{K} \right)^n \quad (\text{E IV-5})$$

Écrouissage isotrope :

$$R = Q(1 - e^{-bp}) \quad (\text{E IV-7})$$

Par ailleurs la limite d'élasticité peut s'exprimer en fonction de mécanismes microstructuraux en lien avec les mécanismes de franchissement des précipités.

$$\sigma_0 = X \cdot \sigma_{Orowan} + (1 - X) \cdot \tau_{cis} + \sigma_+ \quad (\text{E IV-18})$$

Dans cette dernière équation, on retrouve :

$$X = \frac{\left( \frac{T}{T_c} \right)^m}{1 + \left( \frac{T}{T_c} \right)^m} \quad (\text{E IV-19})$$

avec

$$T_c(K) = T_{c1} \cdot \ln(\dot{T}) + T_{c2} \quad (\text{E IV-20})$$

Deux types de mécanismes de franchissement des précipités ont été identifiés :

- Mécanisme de contournement :

$$\sigma_{Orowan} = \frac{Gb}{D} \sqrt{F_v} \quad (\text{E IV-12})$$

où

$$F_v = \frac{F_{v_{eq}}(T)}{F_{v_{max}}} \cdot (F_{v1} \cdot \ln(\dot{T}) + F_{v2}) \quad (\text{E IV-17})$$

et

$$D = D1 \cdot \ln(\dot{T}) + D2 \quad (\text{E IV-14})$$

- Mécanisme de cisaillement :

$$\tau_{cis} = \alpha \frac{1}{2} \left( \frac{Gb}{D + DiP} \right) \frac{2W}{\pi} \sqrt{\frac{\pi D \gamma_{APB}}{w G b_c^2} - 1} \quad (\text{E IV-13})$$

où

$$DiP = DiP1 \cdot \ln(\dot{T}) + DiP2 \quad (\text{E IV-15})$$

Les valeurs prises par les paramètres du modèle pour chaque température d'essai sont rassemblées dans les tableaux IV-9 à IV-12. Le tableau IV-9 indique la valeur des paramètres liés à l'écroutissage isotrope et à la loi d'écoulement. Après unification du modèle, ces paramètres ne varient qu'avec la température d'essai.

Tableau IV - 9 : Paramètres du modèle ne dépendant que de la température

T (°C)	K (MPa.s) <sup>1/n</sup>	n	Q (MPa)	b	E (GPa)
1170	650	1,7	2	1000	105
1000	755	4,5	10	600	165
850	1350	5,0	50	500	190
810	800	7	56*	468*	193*
750	400	13	64*	420*	197*
600	100	35	86	300	208
20	20	50	100	220	240

\* valeurs obtenues par interpolation linéaire entre 600°C et 850°C

Les valeurs de fraction volumique de précipités à l'équilibre utilisées dans l'équation IV-17 sont indiquées dans le tableau IV-8.

L'ensemble des coefficients en lien avec les observations microstructurales sont rassemblés dans le tableau IV-10. Parmi ces coefficients,  $\alpha$  permet de prendre en compte la dispersion de taille de

précipités dans le calcul de la contrainte de cisaillement (EIV-13). Afin de bien traduire l'effet de la vitesse de refroidissement sur le durcissement de l'alliage à basse température,  $\alpha$  a été pris égal à 1,54 après optimisation. Cette optimisation a été réalisée en minimisant l'écart entre la contrainte simulée et la contrainte mesurée expérimentalement sur l'ensemble des essais aux basses températures (20°C et 600°C). Dans le cadre de cette optimisation, les autres paramètres du modèle ont été fixés aux valeurs indiquées dans le tableau IV-10.

Tableau IV - 10 : Valeurs des paramètres fixes du modèle

Paramètre	Valeur
$\gamma_{APB}$	$280.10^{-6} \text{mJ/mm}^2$
$b_c$	$2,55.10^{-7} \text{mm}$
$m$	30
$\alpha$	1,54
$D_1$	$-0,622.10^{-4}$
$D_2$	$4,29.10^{-4}$
$DiP_1$	$-1,363.10^{-5}$
$DiP_2$	$1,01.10^{-4}$
$F_{v1}$	$-2,2.10^{-2}$
$F_{v2}$	$3,965.10^{-1}$
$T_{c1}$	114
$T_{c2}$	632

Enfin, la contribution des autres mécanismes de durcissement  $\sigma_+$  a été identifiée par différence avec la contrainte expérimentale, pour chaque température d'essai. Ces valeurs sont rassemblées dans le tableau IV-11 :

Tableau IV - 11 : Contributions des autres mécanismes de durcissement en fonction de la température

T (°C)	$\sigma_+$ (MPa)
1170	11
1000	75
850	200
600	310
20	430

Le modèle ainsi formulé permet de simuler l'évolution de la contrainte dans une éprouvette au cours d'un essai de traction. L'influence de la trempe est également prise en compte au travers des variables

de microstructure qui agissent sur l'évolution de la limite d'élasticité suivant l'activation des mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations.

#### 4.4 Simulation des essais de traction avec le modèle unifié : vérification de la qualité de l'identification

Le modèle de comportement anisotherme défini dans la partie précédente a été formulé à partir d'essais de traction. Les conditions expérimentales ont été reproduites afin de tester le modèle. Cette partie permet de contrôler la qualité de l'identification réalisée par une comparaison entre les courbes expérimentales et les simulations fournies par le modèle.

En particulier, les équations EIV-12 à 20 permettent de calculer la limite d'élasticité « vraie » pour chaque condition d'essai, en intégrant les paramètres de microstructure identifiés expérimentalement.

Les valeurs de limite d'élasticité calculées sont comparées aux valeurs identifiées précédemment (cf. partie 3.2) dans le tableau IV-12, pour des vitesses de déformation totale de  $10^{-3}s^{-1}$ . L'écart maximum constaté entre les limites d'élasticité calculées et expérimentales est de 90MPa. Cet écart important n'est constaté qu'à 1000°C pour un refroidissement de 200°C/min, et constitue une erreur de près de 70% par rapport à la valeur expérimentale. Cet écart est la conséquence directe de la faible valeur d'élasticité mesurée dans ces conditions expérimentales (cf. partie 3.2).

La figure IV-10 montre que cette formulation permet de reproduire convenablement les essais de traction réalisés dans cette étude. L'ensemble des courbes simulées avec ce modèle anisotherme est comparé aux courbes expérimentales, les résultats sont donnés en annexe IV-3.

Tableau IV - 12 : Comparaison des valeurs de limite d'élasticité « vraie » identifiées (fond rouge) et calculées (fond blanc) pour des vitesses de déformation totale de  $10^{-3}s^{-1}$

T°C		20°C	600°C	850°C	1000°C	1170°C	
dT/dt	30°C/min	650	505	235	120	11	
		676	536	258	113	11	
	75°C/min	720	580	400	130	11	
		707	566	358	128	11	
	120°C/min	730	595	440	180	11	
		744	601	441	153	12	
	200°C/min	760	620	/	125	11	
		772	627	493	215	13	
	Ecart Max (MPa)		26	31	42	90	2

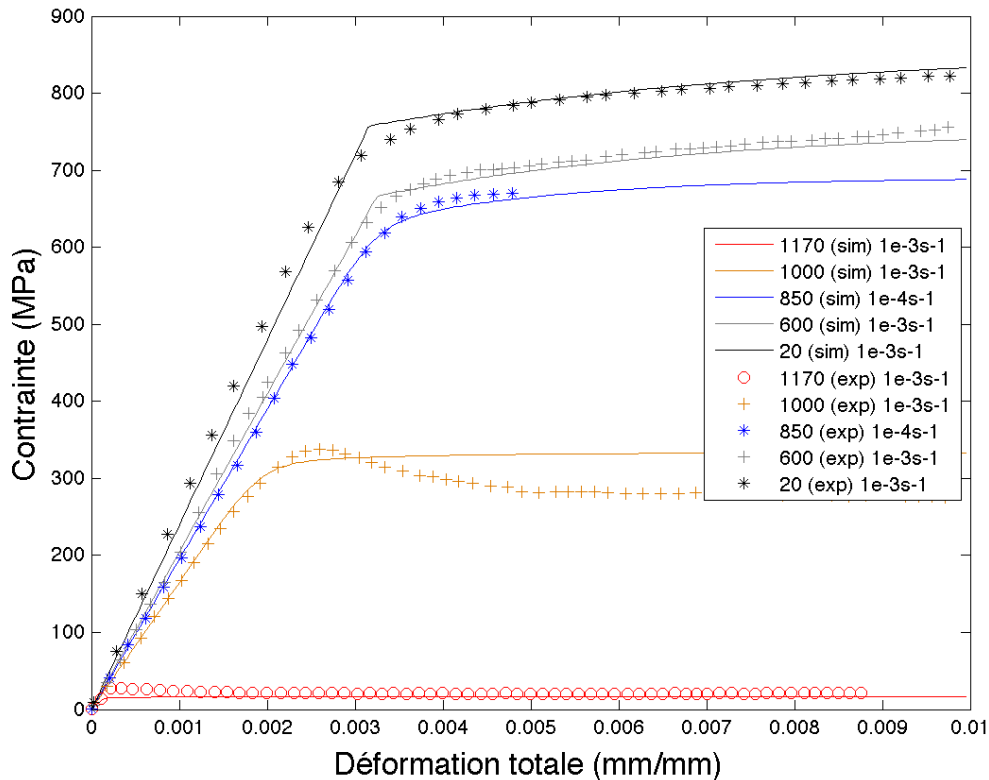


Figure IV - 10 : Comparaison des courbes simulées et des courbes expérimentales – Refroidissement fixé à  $120^\circ\text{C}/\text{min}$  – Essais de tractions réalisés avec une vitesse de déformation totale de  $10^3 \text{ s}^{-1}$

L'alliage présente une singularité de comportement dans le domaine des températures intermédiaires (cf. partie 3.1). En effet, il comporte une forte sensibilité à la vitesse de déformation et de plus, la vitesse de refroidissement a une forte influence sur l'activation des mécanismes de durcissement. Par conséquent, plusieurs simulations de traction à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  ont été réalisées, pour un domaine de température compris entre 700 et 850°C, afin de s'assurer de la continuité des résultats issus du modèle de comportement. La figure IV-11 donne l'évolution avec la température de la limite d'élasticité conventionnelle simulée avec le modèle de comportement, pour toutes les vitesses de refroidissement du plan expérimental. Il apparaît que la contrainte passe par un maximum local pour des températures de l'ordre de 800°C. En particulier, pour les fortes vitesses de refroidissement et fortes vitesses de déformation, ce maximum de contrainte peut être global. Cette « anomalie de limite d'élasticité », a déjà été observé dans la littérature [9], [11] et dans les superalliages de composition chimique proche de celle du PER72<sup>®</sup>.

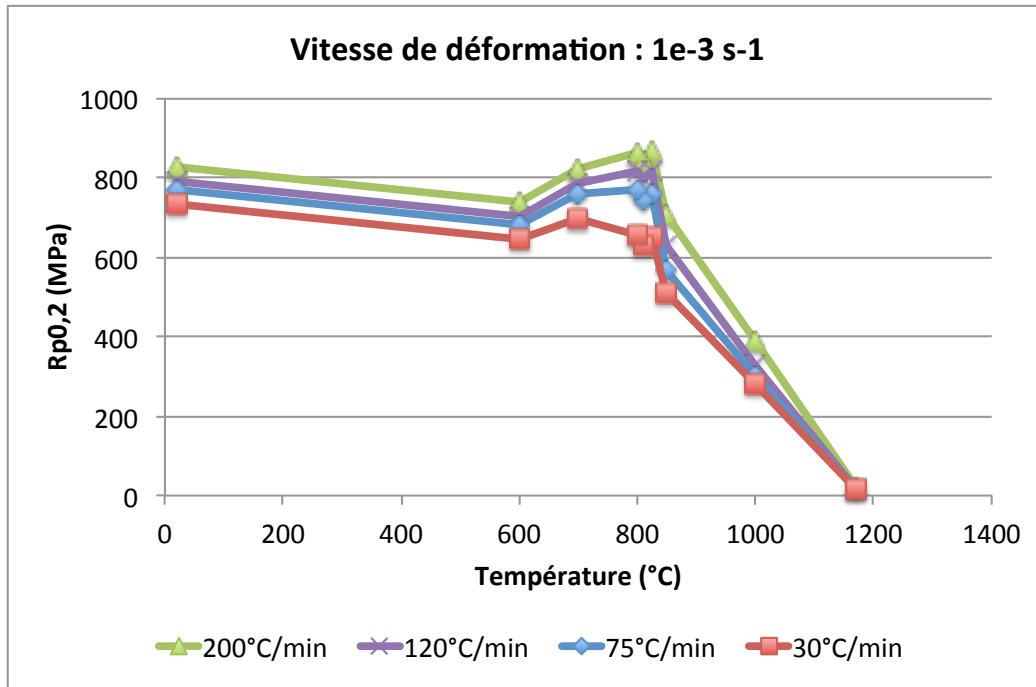


Figure IV - 11 : Évolution du  $R_{p0,2}$  (simulé) avec la température, pour plusieurs vitesse de refroidissement  
Vitesse de déformation :  $10^{-3} s^{-1}$

La figure IV-12 montre que ces résultats sont en accord avec les travaux de Sczerzenie [11] réalisés sur l'évolution du  $R_{p0,2}$  de l'Udimet®720 (grains fins) en fonction de la température.

La contrainte calculée dans cette étude est cependant inférieure à ce qui a été mesuré expérimentalement par Sczerzenie. Cette différence s'explique par le traitement thermique de notre alliage qui est d'une part incomplet (pas de vieillissement), alors que l'alliage utilisé par cet auteur a subi un double vieillissement. D'autre part, nos essais sont réalisés après avoir interrompu la trempe de l'alliage à la température d'essai, alors que Sczerzenie passe systématiquement par la température ambiante avant de revenir à la température de l'essai.

La figure IV-12 permet également de comparer nos résultats à ceux obtenus par Reed dans une étude sur le RR2000 un alliage monocristallin [9]. Les résultats issus de ces travaux obtenus pour un matériau et des conditions d'essais proches de notre étude confortent nos analyses.



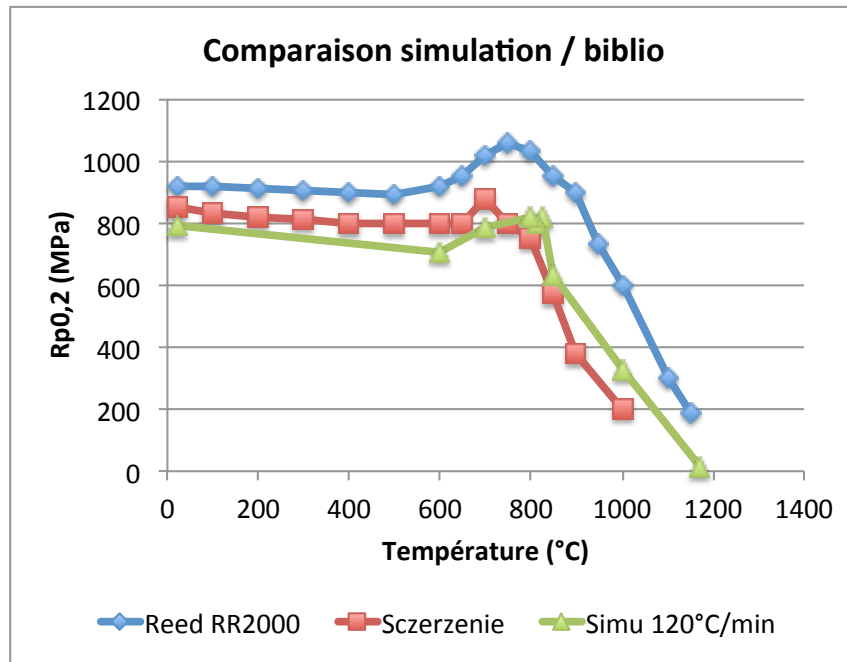


Figure IV - 12 : Évolution du  $R_{p0,2}$  avec la température

L'annexe IV-4 rassemble les courbes de traction simulées à une vitesse de déformation de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  pour des températures comprises entre  $20^\circ\text{C}$  et  $850^\circ\text{C}$ .

## 5 Validation du modèle : Intégration sous Forge<sup>®</sup>

Dans le cadre du projet COMMETAD 720, projet collaboratif entre Turboméca, l'institut P<sup>2</sup>, Aubert & Duval et l'Institut Clément Ader, Aubert & Duval a réalisé un traitement thermique spécifique sur un galet de PER72<sup>®</sup> (diamètre 80mm par 40mm de hauteur) : une trempe huile depuis une température de  $1154^\circ\text{C}$ . Des mesures de contraintes résiduelles ont ensuite été réalisées par l'analyse des résultats de diffraction neutronique à l'Institut Laue-Langevin (ILL).

Afin de valider le modèle de comportement mécanique, une simulation du même traitement thermique a été réalisée. Les déformations et contraintes résiduelles simulées sont ensuite comparées aux mesures expérimentales effectuées à l'ILL.

### 5.1 Mise en donnée.

Pour cette étude, la géométrie de la pièce a été simplifiée pour les besoins de la simulation. Le galet étant axisymétrique, seul un plan radial a été considéré. Le problème en 3D devient 2D axisymétrique. Les bords extérieurs sont donc libres. Le bord défini par l'axe de symétrie est quant à lui verrouillé selon l'axe radial, et libre selon l'axe vertical.

La température du galet constitue une donnée d'entrée de cette simulation. En effet, une trempe d'un galet instrumenté en peau et à cœur a été réalisée par Aubert & Duval, et a permis de déterminer les coefficients d'échange thermique de l'alliage sur chaque face du galet. Le chemin thermique imposé est le suivant : mise en solution à 1154°C pendant 2h, puis un refroidissement équivalent à une trempe industrielle - 2min de temps de transfert à l'air calme puis trempe à l'huile. Le refroidissement est alors simulé par l'application d'un échange thermique par convection avec l'air puis l'huile, appliqué sur les surfaces supérieure, inférieure et circonférentielles. Les coefficients de convection thermique utilisés pour l'huile sont précisés dans le tableau IV-13. Le coefficient de convection thermique sous air est considéré comme constant et égal à  $20\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ . La température de l'huile est également supposée constante, égale à 50°C. Les températures aux autres points de la pièce sont déduites à tout instant et en tout point par un calcul de diffusion thermique. Le coefficient de conductivité thermique utilisé est précisé en fonction de la température dans le tableau IV-14 [1].

Tableau IV - 13 : Coefficient de convection thermique dans l'huile

Température de surface (°C)	Circonférence	Face supérieure	Face inférieure
	Echange thermique (W/m <sup>2</sup> .K)	Echange thermique (W/m <sup>2</sup> .K)	Echange thermique (W/m <sup>2</sup> .K)
20	10	10	10
100	80	80	80
200	200	200	200
300	350	350	350
350	400	400	400
380	800	800	800
400	1500	1500	/
420	2000	2000	/
600	2600	2600	/
700	1800	1800	/
800	1000	1300	700
900	600	1000	/
1000	/	/	350
1100	80	400	200

Tableau IV - 14 : Conductivité thermique du PER72® [1]

Température de surface (°C)	Conductivité thermique (W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )
20	11,0
200	13,5
400	16,2
600	19,0
800	21,5
1000	24,5

A partir du calcul thermique, les propriétés microstructurales de l'alliage peuvent être déduites. En particulier, le chapitre 2 a montré que la précipitation évoluait peu en dessous de 1000°C. La vitesse de refroidissement simulée n'a donc pas d'influence sur la précipitation en dessous de cette température. Ainsi, entre la température de mise en solution et 1000°C, la vitesse de refroidissement est calculée comme la vitesse moyenne entre le début du refroidissement et l'instant considéré. En dessous de 1000°C, la microstructure simulée doit être figée. La vitesse de refroidissement, même si elle évolue, sera donc considérée comme constante pour la simulation du comportement mécanique.

La modélisation prend ainsi en compte deux hypothèses fortes : d'une part, on considère que la loi formulée dans ces travaux, loi établie à partir d'un matériau à gros grains (mise en solution supersolvus), est valide pour le galet qui comporte une microstructure duplex (mise en solution à 1154°C). D'autre part, on considère une vitesse de refroidissement moyenne glissante au cours du temps jusqu'à 1000°C, puis constante en dessous de 1000°C (la microstructure est supposée figée en dessous de cette température).

En faisant appel aux données liées à la précipitation, la connaissance de la température en tout point et à chaque instant permet également de calculer les propriétés mécaniques locales de l'alliage. Un calcul inverse de la loi de Hooke permet d'en déduire la déformation élastique. En parallèle, le calcul thermique et le coefficient de dilatation de l'alliage permettent de déterminer la déformation totale dans la pièce (E IV-23 et IV-24).

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_{méca} + \varepsilon_{th} \quad (\text{E IV-23})$$

où

$$\varepsilon_{th} = \alpha(T) \cdot (T - T_0) \quad (\text{E IV-24})$$

avec  $\alpha(T)$  le coefficient de dilatation thermique de l'alliage en fonction de la température, et  $T_0$  la température initiale. Dans cette simulation,  $T_0$  correspond à la température de la pièce avant le refroidissement (1154°C).

La différence de la déformation totale et de la déformation élastique permet d'obtenir la déformation plastique (E IV-3). Cette donnée est enfin utilisée par le modèle de comportement mécanique pour calculer le niveau de contrainte locale.

## 5.2 Résultats du calcul et comparaison avec l'expérience

La technique de diffraction des neutrons permet d'accéder au paramètre de maille de l'alliage jusqu'à une profondeur de 20mm, là où la diffraction de rayons X s'arrête à quelques microns. Par comparaison des mesures effectuées sur le galet et celles sur un échantillon de référence « totalement relaxé », cette technique permet d'accéder à la déformation du matériau. La loi de Hooke permet de calculer les contraintes à l'origine de la déformation, les contraintes résiduelles.

Les mesures de déformation ont été effectuées selon deux génératrices, comme illustré sur la figure IV-13 : la première « LA », sur l'axe de symétrie de la pièce, où au moins trois mesures ont été effectuées entre la peau et le cœur ; la seconde « LC », suivant un rayon du galet à mi-épaisseur, où quatre mesures ont été effectuées. Au total, un minimum de sept points de mesures a été déterminé.

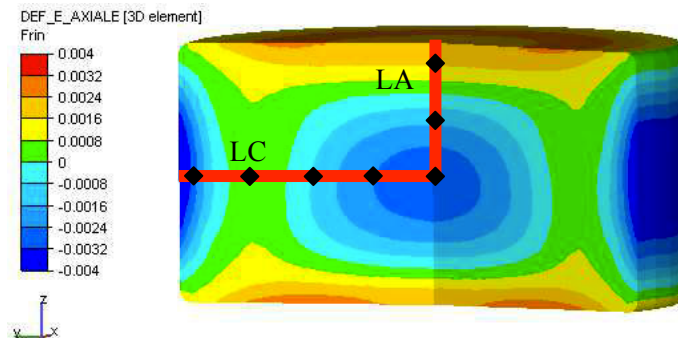


Figure IV - 13 : Position des points de mesures par diffraction neutronique sur le galet

Pour chaque point, la déformation a été mesurée suivant les trois directions : axiale, radiale et tangentielle. La comparaison de la déformation simulée aux mesures effectuées à l'ILL (annexe IV-5) montre que les valeurs de coefficient de dilatation utilisées dans le modèle sont relativement fiables.

À partir de ces déformations, les contraintes résiduelles sont calculées (loi de Hooke). Ainsi, les contraintes résiduelles obtenues à partir des mesures expérimentales de l'ILL peuvent être comparées à celles calculées avec le modèle de comportement. Les résultats en termes de contraintes radiales, tangentielles et axiales selon les deux génératrices LA et LC sont présentés sur les figures IV-14 à 18.

Les barres d'erreur indiquent l'incertitude de mesure calculée par l'ILL pour le dispositif expérimental concerné.

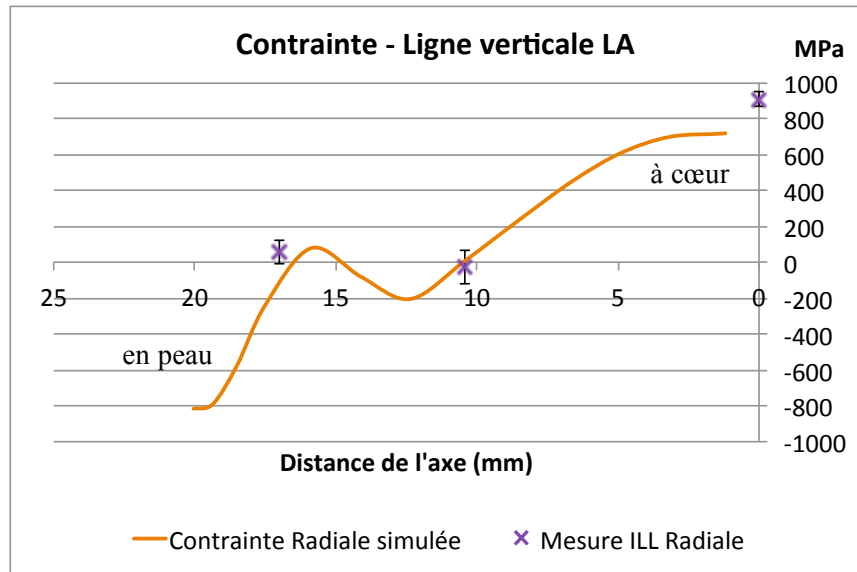


Figure IV - 14 : Comparaison de la contrainte radiale issue du modèle et celle obtenue expérimentalement (ILL) - LA

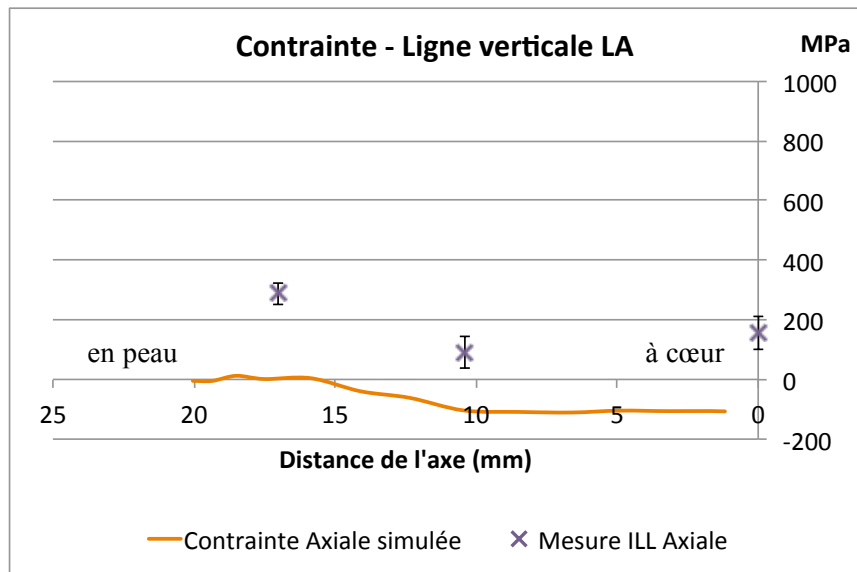


Figure IV - 15 : Comparaison de la contrainte axiale issue du modèle et celle obtenue expérimentalement (ILL) - LA

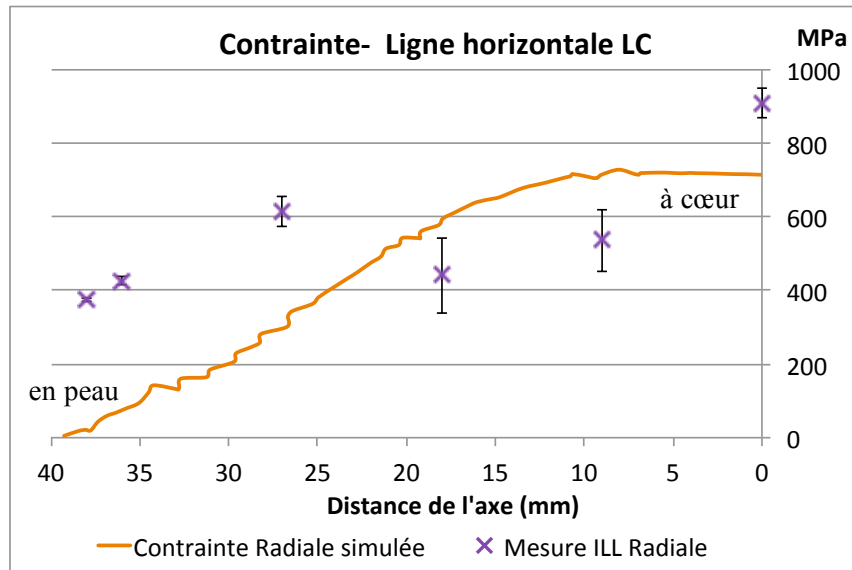


Figure IV - 16 : Comparaison de la contrainte radiale issue du modèle et celle obtenue expérimentalement (ILL) - LC

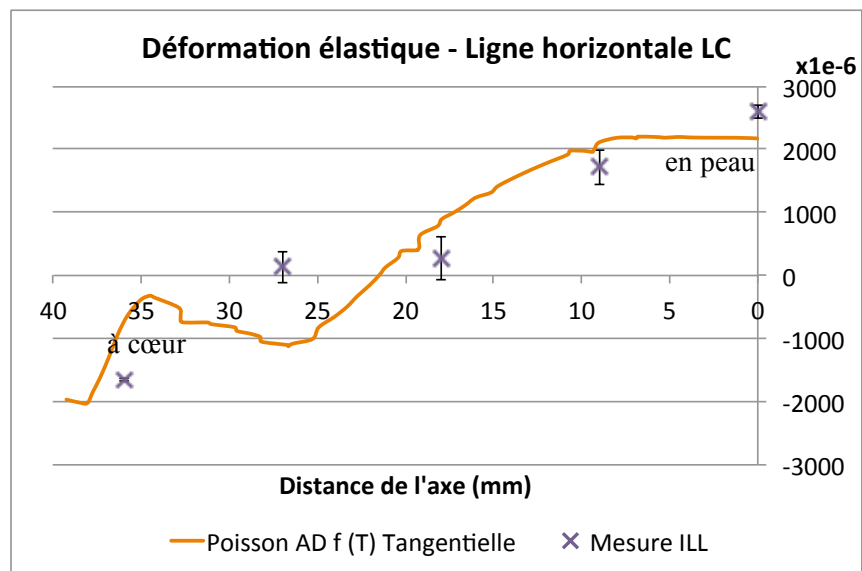


Figure IV - 17 : Comparaison de la contrainte tangentielle issue du modèle et celle obtenue expérimentalement (ILL) - LC

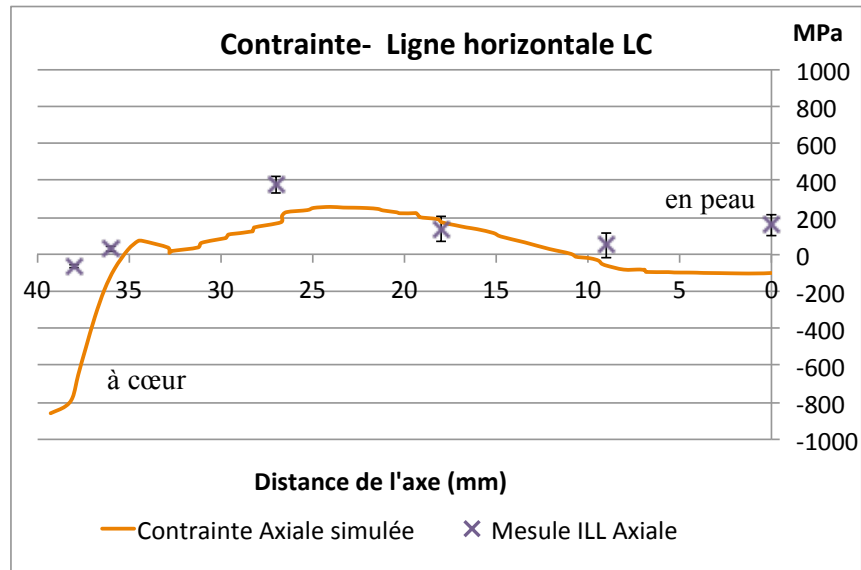


Figure IV - 18 : Comparaison de la contrainte axiale issue du modèle et celle obtenue expérimentalement (ILL) - LC

Cette comparaison montre que quelques écarts peuvent être constatés. En particulier, la contrainte de compression issue du résultat de la simulation (axiale selon l'axe LA et radiale selon l'axe LC) est sous-estimée en peau (de l'ordre de 300 à 400MPa). Par ailleurs, la contrainte de traction radiale à cœur est inférieure de 200MPa à ce qui était attendu. Le modèle de comportement mécanique donne des tendances en accord avec les résultats expérimentaux. Globalement, l'ordre de grandeur des contraintes estimées à partir des mesures expérimentales est retrouvé par la simulation.

Différents éléments peuvent expliquer l'origine de ces écarts, et particulièrement les éléments propres à l'établissement du modèle de comportement :

- Un premier point est la discrétisation des données aux températures intermédiaires. En effet, de part les changements de mécanismes de déformation au-dessus de 600°C, des essais complémentaires entre 700°C et 850°C aurait permis une meilleure prise en compte du comportement mécanique de l'alliage au cours du refroidissement. Des essais supplémentaires dans cette zone « critique » en température seraient donc nécessaires.
- Par ailleurs, la loi utilisée dans cette modélisation a été établie pour un matériau à gros grains, alors que le galet comporte une microstructure duplex. Cette différence de taille de grains, connue depuis l'origine de l'étude peut expliquer des écarts de contrainte en traction. En effet, à température ambiante, la structure à grains fins possède une limite d'élasticité plus élevée que la structure à gros grains.

- Une autre piste concerne la discrétisation des données aux hautes températures. La précipitation ayant lieu principalement entre 1156°C ( $T_{\text{solvus}}$ ) et 1000°C, des données complémentaires dans cette plage de température auraient permis une meilleure prise en compte de la cinétique de précipitation, et par conséquent, de l'évolution des propriétés mécaniques en début de trempe.
- Toujours dans cette gamme de température, le calcul de la vitesse de refroidissement est calculé comme une moyenne glissante au cours du temps, indifféremment du chemin thermique suivi. Il serait pertinent de valider l'équivalence des microstructures et propriétés mécaniques obtenues pour des éprouvettes ayant subi des refroidissements différents, et dont la vitesse de refroidissement moyenne entre la température de mise en solution et 1000°C est identique.
- De plus, les courbes de traction à 1000°C montrent un pic de contrainte en début de plasticité qui n'est pas pris en compte dans cette formulation du modèle. La considération de ce phénomène permettrait d'éviter une potentielle erreur d'estimation des contraintes résiduelles autour de 1000°C.
- Une autre explication des écarts trouve son origine dans la notion d'ordre des contraintes. En effet, la diffraction de neutron est une méthode précise permettant de donner accès aux contraintes résiduelles d'ordre 3, en majorité associées aux déformations à proximité des défauts cristallins (contraintes résiduelles microscopiques hétérogènes). En opposition, le modèle de comportement mécanique a été développé à partir d'essais de traction et permet de déterminer des contraintes dans un élément de volume représentatif qui contient plusieurs centaines de grains. Il s'agit dans ce cas de contraintes de premier ordre.
- Enfin, s'il est relativement aisé de tester la répétabilité de la mesure expérimentale par diffraction de neutrons, il est plus difficile d'estimer la justesse de cette mesure. Une estimation des contraintes par une autre technique serait également à envisager.



## 6 Conclusions

Un modèle de comportement mécanique anisotherme a été identifié. Il permet de tenir compte du comportement élasto-viscoplastique en traction pour des vitesses de déformations comprises entre  $10^{-5}\text{s}^{-1}$  et  $10^{-2}\text{s}^{-1}$ , des températures comprises entre  $20^{\circ}\text{C}$  et  $1170^{\circ}\text{C}$  et des vitesses de trempe allant de  $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$  à  $200^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . L'identification des paramètres du modèle a été réalisée en plusieurs étapes successives, et a permis d'obtenir des jeux de paramètres par température et vitesse de refroidissement appliqués.

L'influence de la vitesse de refroidissement a été prise en compte au travers de la limite d'élasticité, qui dépend ainsi à la fois de la vitesse de refroidissement et de la température. L'évolution de la limite d'élasticité en fonction des conditions d'essais peut être approchée par un modèle qui prend en compte l'activation successive des mécanismes de cisaillement et de contournement. Le rôle de la microstructure a ainsi pu être introduit dans la formulation du modèle de comportement. En particulier, la taille des précipités, leur fraction volumique et leur espacement moyen dépendent de la vitesse de refroidissement et influencent significativement le comportement mécanique.

Les simulations obtenues avec le modèle ainsi formulé donnent des résultats en relativement bon accord avec les résultats expérimentaux. Bien que des singularités de comportement aient été identifiées dans le domaine des températures intermédiaires, les calculs de limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique donnent des résultats cohérents avec la littérature.

Enfin, le modèle de comportement a été implémenté dans le logiciel Forge<sup>®</sup>, logiciel utilisé par Aubert & Duval. Une simulation de trempe d'un galet (diamètre 80mm, hauteur 40mm) a été réalisée. Les contraintes résiduelles calculées avec ce modèle ont été comparées à celles mesurées à l'ILL par diffraction de neutrons. Cette loi conduit à des variations de contraintes en bon accord avec les mesures. Cependant, des écarts sont constatés en peau (contraintes de compression élevées alors qu'aucune contrainte de compression n'a été mesurée) et à cœur (valeurs de traction radiale plus faibles). Ces différences peuvent s'expliquer par diverses raisons : la discrétisation des données à haute température (en particulier entre  $1156^{\circ}\text{C}$  et  $1000^{\circ}\text{C}$ ), la formulation du modèle qui ne prend en compte le pic de contrainte observé à  $1000^{\circ}\text{C}$ , le calcul de la vitesse de refroidissement moyenne à haute température, la différence de taille de grains entre le galet et les éprouvettes ayant servi à l'identification du modèle, ou encore la justesse même de la mesure de contraintes résiduelles.

# Conclusions et perspectives

Le traitement thermique, et en particulier la trempe après mise en solution, est l'étape critique du traitement thermique en raison de la formation de contraintes résiduelles. Afin d'optimiser l'usinage et le dimensionnement des disques de turbines, ces contraintes résiduelles doivent être estimées, par calcul. Cette étude s'est consacrée d'une part à la conception et la mise en place d'un outillage d'essais mécaniques qui permet de réaliser le traitement thermique de l'alliage in situ, sur la machine d'essai électro-hydraulique. D'autre part, un modèle de comportement mécanique du PER72<sup>®</sup> a été identifié, étape clé de la prédiction des contraintes résiduelles. Ce modèle intègre des considérations microstructurales. Il a été établi au travers de 3 axes de recherche :

- L'analyse de la précipitation au cours du traitement thermique en relation avec la température et la vitesse de refroidissement.
- L'analyse des propriétés mécaniques au cours du traitement thermique, en relation avec les variables de microstructure.
- La formulation d'un modèle de comportement mécanique adapté à la trempe, avec une prise en compte de la microstructure.

Afin de se rapprocher au mieux des conditions de traitement industriel, la gamme de vitesses de refroidissement étudiée varie de 30°C/min à 200°C/min, pour des températures allant de 1170°C à 20°C.

Dans un premier temps, la microstructure de l'alliage a été analysée par différentes techniques expérimentales. Ainsi, des observations de la précipitation ont été réalisées sur une large gamme d'échelles de grandeur, et la chimie des différentes phases a été déterminée après extraction des précipités de la matrice. L'évolution de plusieurs paramètres de microstructure tels que la taille des précipités ou la fraction de phase  $\gamma'$  a ainsi pu être évaluée au cours du refroidissement, pour différentes vitesses de trempe et différentes températures.

La formation des précipités  $\gamma'$  secondaires est significativement influencée par la vitesse de trempe. En revanche, la température semble quant à elle n'avoir qu'un faible impact sur la phase  $\gamma'$  en dessous de

1000°C. La formation des précipités semble donc terminée en dessous de cette température au cours de la trempe.

Par conséquent, il semble que la vitesse de refroidissement soit la variable prépondérante de la formation des précipités. De plus, seuls les précipités  $\gamma'$  secondaires, de l'ordre de la centaine de nanomètres de diamètre, sont réellement impactés. Ainsi, plus la vitesse de refroidissement est importante, plus les précipités sont fins et de morphologie régulière.

D'autre part, les résultats des analyses chimiques ont permis d'accéder à l'évolution de la fraction volumique de la phase  $\gamma'$  en fonction de la vitesse de refroidissement. Plus particulièrement, les échantillons bruts de trempe et après traitement thermique industriel présentent des fractions volumiques calculées comprises entre 25 et 32%. Ces valeurs sont bien loin du maximum théorique de 37,9% à 20°C, maximum qui a par ailleurs pu être approché expérimentalement pour des temps très longs de vieillissement. Ce résultat, établi à partir de données expérimentales, montre que le potentiel de précipitation reste donc important, même après un traitement thermique complet.

L'élément majeur issu de l'étude microstructurale est le suivant : la vitesse de refroidissement joue un rôle prépondérant tant sur la taille des précipités secondaires que sur leur fraction volumique. De telles variations sont susceptibles d'être à l'origine de différences de propriétés à l'usage.

Dans un second temps, la caractérisation mécanique de l'alliage a été réalisée. L'objectif est ainsi de pouvoir relier directement les variations de propriétés mécaniques aux évolutions de microstructure. L'ensemble des résultats obtenus montre que les conditions de traitement thermique influencent significativement les propriétés du PER72<sup>®</sup>, en particulier la trempe, qui conduit à une forte évolution du comportement mécanique de l'alliage. Cette étape du traitement est à l'origine de l'établissement des propriétés de l'alliage. Les revenus viennent quant à eux compléter le durcissement et « ajuster » les propriétés de l'alliage sur celles requises pour son application aéronautique.

La baisse de température entraîne un changement radical de comportement mécanique. A haute température, la viscosité est très importante. Avec la baisse de température, celle-ci passe par un maximum pour une température proche de 850°C. A plus basse température, la viscosité chute et devient quasiment inexistante.

Par ailleurs, la température influence également la limite d'élasticité, qui augmente au fur et à mesure que la température baisse. Quelle que soit la température considérée (inférieure à  $T_{\text{solvus}}$ ), la vitesse de refroidissement modifie également la valeur de la limite d'élasticité. En effet, plus la trempe est rapide, plus le durcissement de l'alliage est important. Ces conditions de trempe influencent également la précipitation et un lien logique est établi entre les écarts de limite d'élasticité et les éléments quantitatifs liés à la précipitation.

En effet, les mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations sont associés au durcissement par précipitation, et sont activés sur un domaine de température qui leur est propre. Ainsi, à hautes températures, le contournement des précipités sera privilégié, alors que pour les basses températures, seul le cisaillement des particules est activé. Pour le domaine des températures intermédiaires, nous avons émis l'hypothèse que les deux mécanismes sont activés en parallèle.

Les équations fournies par la littérature permettent d'estimer la contrainte minimale, nécessaire au franchissement des précipités par une dislocation. Elle est exprimée à partir de valeurs de variables de microstructure telles que le diamètre des précipités, leur fraction ou encore leur espacement moyen. Or, ces mêmes variables sont directement impactées par la vitesse de refroidissement ou la température. La microstructure peut ainsi s'intégrer à la modélisation du comportement mécanique. Par ailleurs, le modèle fait intervenir des équations complémentaires, relatives à la sensibilité à la vitesse de déformation de l'alliage ou encore son écrouissage.

Dans un troisième temps, un modèle de comportement mécanique anisotherme est identifié. Il permet de tenir compte du comportement élasto-viscoplastique en traction pour des vitesses de déformations comprises entre  $10^{-5}\text{s}^{-1}$  et  $10^{-2}\text{s}^{-1}$  et les conditions de traitement thermique définies dans cette étude. L'identification des paramètres du modèle a été réalisée en plusieurs étapes successives, et a permis d'obtenir des jeux de paramètres par température et vitesse de refroidissement appliquée.

L'influence de la vitesse de refroidissement a été prise en compte au travers de la limite d'élasticité. Ainsi, elle dépend à la fois de la vitesse de refroidissement et de la température. L'activation successive des mécanismes de cisaillement et de contournement des précipités par les dislocations permet d'expliquer son évolution en fonction des conditions d'essais. Le rôle de la microstructure a ainsi pu être introduit dans la formulation du modèle de comportement, ce qui constitue un élément majeur de ce travail.

Les simulations obtenues avec le modèle ainsi formulé donnent des résultats en bon accord avec les résultats expérimentaux. Bien que des singularités de comportement aient été identifiées dans le domaine des températures intermédiaires, les mesures de limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique donnent des résultats cohérents avec la littérature.

Enfin, le modèle de comportement a été implanté sous le logiciel Forge<sup>®</sup>, logiciel utilisé par Aubert & Duval. Une simulation de trempe d'un galet (diamètre 80mm, hauteur 40mm) a été réalisée. Les contraintes résiduelles calculées avec ce modèle ont été comparées à celles mesurées à l'ILL par diffraction de neutrons. Cette loi conduit à des résultats cohérents et assez représentatifs des mesures. Cependant, des écarts sont constatés en peau (contraintes de compression plus élevées) et à cœur (valeurs de traction radiale plus faibles). Ces différences peuvent s'expliquer par la discrétisation des données à haute température (en particulier entre 1150°C et 1000°C), ou encore par le fait que le

modèle ait été établi à partir d'une microstructure à gros grains alors que le galet comporte une microstructure « duplex ». La justesse de la méthode de mesure en elle même peut également être discutée. En effet, l'accès aux contraintes résiduelles par diffraction de neutrons permet généralement de quantifier des contraintes résiduelles d'ordre 3, alors que le modèle a été formulé pour déterminer une contrainte d'ordre 1. Des écart pourraient donc simplement être expliqués par des différences de contraintes locales.

Les bases de données doivent être complétées. Le modèle de comportement pourrait ainsi être affiné suivant les propositions suivantes :

La première consisterait à explorer plus finement le domaine des températures intermédiaire et des hautes températures. En effet, seules les températures de 850°C, 1000°C et 1170°C ont pu être investiguées. Or, ces domaines de température représentent une charnière dans le comportement mécanique de l'alliage, et en particulier dans l'activation des différents mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations.

Le modèle a été développé pour une structure à gros grains alors que le galet testé comporte une microstructure industrielle bimodale. Une seconde perspective consisterait donc à valider le modèle avec une mesure de contraintes résiduelles sur une pièce à gros grains.

Le modèle mériterait également d'être testé sur d'autres pièces. En premier lieu, sur une éprouvette de laboratoire. Cette étape intermédiaire de la modélisation du comportement mécanique n'a pas été réalisée dans notre étude, et il serait pertinent de valider que la simulation permet d'obtenir des résultats comparables à ceux obtenus expérimentalement. Ensuite, ce type d'étude pourrait également permettre d'étendre la validité du modèle de comportement à d'autres pièces de géométrie plus complexe.

Enfin, une perspective importante serait d'éprouver la validité du modèle par comparaison avec une autre méthode expérimentale de détermination de contraintes résiduelles, telle que la méthode du perçage incrémental ou la mesure des « contours ».

# Bibliographie

- [1] Auert & Duval, “PER72 Nickel-base superalloy.”, brochure commerciale.
- [2] J. Mao, K. Chang, W. Yang, K. Ray, S. P. Vaze, and D. U. Furrer, “Cooling Precipitation and Strengthening Study in Powder Metallurgy Superalloy U720LI,” *Metallurgical Transaction A*, vol. 32, pp 2441-2452, 2001.
- [3] T. Billot, “Comportement et endommagement en fatigue et fatigue-fluage à haute température de différents états microstructuraux du superalliage base-nickel Udimet 720”, Thèse de doctorat, ENSMA, 2010.
- [4] L. Z. He, “Effect of carbides on the creep properties of a Ni-base superalloy M963,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 397, issue 1-2, p397, 2005.
- [5] C. Tianyi, “Carbides in rapidly solidified IN-100 type superalloy,” *Journal Materials Science Letters*, vol. 17, issue 7, p9, 1990.
- [6] C. C. Law, “Creep-rupture in powder metallurgical nickel-base superalloys at intermediate temperatures,” *Metallurgical Transactions A*, vol. 11, issue 3, p11, 1980.
- [7] M. Durand-Charre, *The Microstructure of Superalloys*. Gordon and Breach Science Publishers, pp1-124, 1997.
- [8] A. K. Sinha, “Topologically close-packed structures of transition metal alloys,” *Progress in Materials Science*, vol. 15, pp. 79–185, Jan. 1972.
- [9] R. C. Reed, *The Superalloys Fundamentals*. Cambridge University Press, 2006.
- [10] H. Monajati, M. Jahazi, R. Bahrami, and S. Yue, “The influence of heat treatment conditions on  $\gamma'$  characteristics in Udimet® 720,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 373, issue 1–2, pp. 286–293, 2004.
- [11] F. E. Sczerzenie, “Development of Udimet 720 for high strength disk applications,” in *Superalloys 1984*, pp. 573–580, 1984.
- [12] M. P. Jackson and R. C. Reed, “Heat treatment of UDIMET 720Li: the effect of microstructure on properties,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 259, issue 1, pp. 85–97, 1999.
- [13] D. U. Furrer, “Gamma prime formation in superalloy U720Li”, *Scripta. Materialia*, vol. 40, issue 11, pp. 1215–1220, 1999.
- [14] R. Radis, M. Schaffer, M. Albu, G. Kothleitner, P. Pölt, and E. Kozeschnik, “Multimodal size distributions of  $\gamma'$  precipitates during continuous cooling of UDIMET 720 Li,” *Acta Materialia*, vol. 57, issue 19, pp. 5739–5747, 2009.
- [15] I. M. Lifshitz and V. V. Slyozov, “The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions,” *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 19, issue 1-2, p. 35-50, 1961.
- [16] C. Wagner, “Theorie der Alterung von Niederschlägen durch Umlösen (Ostwald-Reifungs),” *Zeitschrift für Electrochemie*, vol. 65, p. 581-591, 1961.
- [17] N. Milhet Gayraud, “Etude expérimentale et modélisation de la précipitation gamma prime dans le superalliage N18”, Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1994.

- 
- [18] J. Mao, "Gamma Prime Precipitation Modeling and Strength Responses in Powder Metallurgy Superalloys", PhD thesis, West Virginia University, 2002.
- [19] P. M. Sarosi, B. Wang, J. P. Simmons, Y. Wang, and M. J. Mills, "Formation of multimodal size distributions of  $\gamma'$  in a nickel-base superalloy during interrupted continuous cooling," *Scripta Materialia*, vol. 57, issue 8, pp. 767–770, 2007.
- [20] A. R. P. Singh, S. Nag, S. Chattopadhyay, Y. Ren, J. Tiley, G. B. Viswanathan, H. L. Fraser, and R. Banerjee, "Mechanisms related to different generations of  $\gamma'$  precipitation during continuous cooling of a nickel base superalloy," *Acta Materialia*, vol. 61, issue 1, pp. 280–293, 2013.
- [21] R. A. Ricks, A. J. Porter, and R. C. Eob, "The growth of  $\gamma'$  precipitates in nickel-base superalloys," *Acta Metallurgica*, vol. 31, pp. 43–53, 1983.
- [22] T. Grosdidier, a Hazotte, and a Simon, "Precipitation and dissolution processes in  $\gamma/\gamma'$  single crystal nickel-based superalloys," *Material Science and Engineering: A*, vol. 256, issue 1–2, pp. 183–196, 1998.
- [23] C. L. Qiu and P. Andrews, "On the formation of irregular-shaped gamma prime and serrated grain boundaries in a nickel-based superalloy during continuous cooling," *Materials Characterization*, vol. 76, pp. 28–34, 2013.
- [24] R. J. Mitchell, H. Y. Li, and Z. W. Huang, "On the formation of serrated grain boundaries and fan type structures in an advanced polycrystalline nickel-base superalloy," *Journal of Materials Processing and Technology*, vol. 209, pp. 1011–1017, 2009.
- [25] L. Zhou, V. Lupinc, and J. Guo, "Evolution of Microstructure and mechanical property during long-term aging in Udimet 720Li," *Journal of Materials Science and Technology*, vol. 17. pp. 633–637, 2001.
- [26] E. Cabrol, C. Bellot, P. Lamesle, D. Delagnes, and E. Povoden-Karadeniz, "Experimental investigation and thermodynamic modeling of molybdenum and vanadium-containing carbide hardened iron-based alloys," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 556, pp. 203–209, 2013.
- [27] C. Bellot and P. Lamesle, "Quantitative measurement of gamma prime precipitates in two industrial nickel-based superalloys using extraction and high resolution SEM imaging," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 570, pp. 100–103, Sep. 2013.
- [28] C. Carniel, "Etudes des phases intermétalliques dans les superalliages base nikel", Rpport de stage, Institut Clément Ader-Albi, 2011.
- [29] C. Bellot, "Compréhension et modélisation de la précipitation dans les aciers martensitiques à très hautes résistances mécaniques", Thèse de doctorat, Unversité Paul Sabatier, Toulouse, 2012.
- [30] M. H. Mathon, "Etude de la précipitation et des mécanismes microscopiques de durcissement sous irradiation dans des alliages ferritiques dilués", Thèse de doctorat, Paris XI - Orsay, 1995.
- [31] F. Perrard, "Caractérisation et modélisation de la précipitation du carbure de niobium et du cuivre dans les aciers bas carbone", thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2004.
- [32] J. L. Martin and A. Georges, "Caractrisation expérimentale des matériaux II : Analyse par rayons X, électrons et neutrons", *Traité des Matérieux*, vol. 3, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 1998.
- [33] O. Ther, "Etude de la Trempe du superalliage Udimet 720 ®", Rapport de stage, Institut Clément Ader-Albi, 2009.
- [34] E. Kozeschnik and B. Buchmayr, "MatCalc-a simulation tool for multicomponent thermodynamics, diffusion and phase transformation kinetics," *Mathematical modelling of weld phenomena 5*, vol. 5, p. 349, London Institut of Materials, 2001.
- [35] E. Kozeschnik, J. Svoboda, and F. D. Fischer, "Modified evolution equations for the
-



- precipitation kinetics of complex phases in multi-component systems,” *CALPHAD*, vol. 28, pp. 379–382, 2005.
- [36] E. Kozeschnik, “Modelling of kinetics in multi-component multi-phase systems with spherical precipitates: II: Numerical solution and application,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 385, issue 1–2, pp. 157–165, 2004.
- [37] J. Graverend, J. Cormier, M. Jouiad, F. Gallerneau, P. Paulmier, and F. Hamon, “Effect of fine gamma prime precipitation on non-isothermal creep and creep-fatigue behaviour of nickel base superalloy MC2,” *Material Science and Engineering: A*, vol. 527, issue 20, pp. 5295–5302, 2010.
- [38] D. Locq, M. Marty, and P. Caron, “Optimisation of the mechanical Properties of a New PM Superalloy for Disk Applications,” *Superalloys 2000*, pp. 395–403, 2000.
- [39] C. Bellot, “Note interne”, Aubert & Duval, 2011.
- [40] E. Kozeschnik, “Modelling of kinetics in multi-component multi-phase systems with spherical precipitates: I: Theory,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 385, issue 1–2, pp. 166–174, 2004.
- [41] N. Mebarki, “Relation microstructure - propriétés mécaniques d’aciers martensitiques revenus destinés aux outillages de mise en forme d’alliages légers”, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2003.
- [42] S. Maropoulos, J. D. H. Paul, and N. Ridley, “Microstructure-property relationships in tempered low alloy Cr-Mo-3,5Ni-V steel,” *Materials Science and Technology*, vol. 9, issue 11, pp. 1014–1020, 1993.
- [43] L. A. Norström, “The relation between microstructure and yield strength in tempered low-carbon lath martensite with 5% nickel,” *Metal Science*, pp. 429–436, 1976.
- [44] L. A. Hyphen and A. Deruyttere, “Multi-component solid solution hardening - Part 1 Proposed model,” *Journal of Material Science*, vol. 12, issue 5, pp. 1028–1033, 1977.
- [45] L. A. Hyphen and A. Deruyttere, “Multi-component solid solution hardening - Part 2 Agreement with experimental results,” *Journal of Material Science*, vol. 12, issue 5, pp. 1034–1038, 1977.
- [46] L. Gao, R. S. Chen, and E. H. Han, “Effects of rare-earth elements Gd and Y on the solid solution strengthening of Mg alloys,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 481, issue 1–2, pp. 379–384, 2009.
- [47] D. L. Williamson, W. Li, R. Wei, and P. J. Wilbur, “Solid solution strengthening of stainless steel surface layers by rapid, high-dose, elevated temperature nitrogen ion implantation,” *Materials Letters*, vol. 9, issue 9, pp. 302–308, 1990.
- [48] J. C. Cao, Q. Y. Liu, Q. L. Yong, and X. J. Sun, “Effect of Niobium on Isothermal Transformation of Austenite to Ferrite in HSLA Low-Carbon Steel,” *Journal of Iron Steel Research International*, vol. 14, issue 3, pp. 52–56, 2007.
- [49] T. M. Pollock and A. S. Argon, “Creep resistance of CMSX-3 nickel base superalloy single crystals,” *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 40, issue 1, pp. 1–30, 1992.
- [50] B. Y. Mishima, S. Ochiai, N. Hamao, and M. Yodogawa, “Solid solution hardening of Nickel - Role of transition metal and B-subgroup solutes,” *Transactions of the Japan Institute of Metals*, vol. 27, issue 9, pp. 656–664, 1986.
- [51] E. Fleischmann, M. K. Miller, E. Affeldt, and U. Glatzel, “Quantitative experimental determination of the solid solution hardening potential of rhenium, tungsten and molybdenum in single-crystal nickel-based superalloys,” *Acta Materialia*, vol. 87, pp. 350–356, 2015.
- [52] D. Quesnel, A. Sato, and M. Meshii, “Solution softening and hardening in the Iron-Carbon system,” *Materials Science and Engineering*, vol. 18, issue 2, pp. 199–208, 1975.
- [53] K. Maruyama, “Strengthening Mechanisms of Creep Resistant Tempered Martensitic Steel,”



- 
- ISIJ International*, vol. 41, issue 6, pp. 641–653, 2008.
- [54] P. Beardmore, “On the temperature dependance of the flow stress of nickel-base alloys,” *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 245, pp 1537-1545, 1969.
- [55] F. E. Sczerzenie, S. O. Mancuso, P. W. Keefe, G. E. Maurer, and W. Boesch, “Udimet alloy 720”, Special Metals Corporation, 1988.
- [56] F. Diologent, “Comportement en fluage et en traction de superalliages monocristallins à base de nickel”, Thèse de doctorat, Université Paris Sud, France, 2002.
- [57] D. Bettge, “Temperature dependence of yield strength and elongation of the Ni-base superalloy IN738LC and the corresponding microstructural evaluation,” *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 85, pp190-197, 1995.
- [58] H. Kear, B., Wilsdorf, “Dislocation configuration in plastically deformed polycrystalline Cu3Au alloys,” *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 224, 1962.
- [59] G. Veyssièrè, P., Saada, “Microscopy and plasticity of L12 gamma’ phase,” *Dislocation in solids*, vol. 10, pp. 253–441, 1996.
- [60] S. Terzi, “Comportement à haute température du superalliage Udimet 720 élaboré par Métallurgie des Poudres et optimisé pour la tenue en fluage”, Thèse de doctorat, Institut National polytechnique de Toulouse, 2006.
- [61] W. Hüther and B. Reppich, “Interaction of dislocations with coherent, stress-free, ordered particules,” *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 69, pp. 628–634, 1978.
- [62] B. Reppich, P. Schepp, and G. Wehner, “Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in  $\gamma'$  precipitating nickel-base alloys—II. Experiments,” *Acta Metallurgia*, vol. 30, issue 1, pp. 95–104, 1982.
- [63] S. Raujol, “Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d’un superalliage pour disques de turbine”, Thèse de doctorat, INSA Toulouse, 2004.
- [64] D. M. Collins and H. J. Stone, “A modelling approach to yield strength optimisation in a nickel-base superalloy,” *International Journal of Plasticity*, vol. 54, pp. 96–112, 2013.
- [65] B. Reppich, P. Schepp, and G. Wehner, “Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in  $\gamma'$  precipitating nickel-base alloys— II. Experimental methods,” *Acta Metallurgia*, vol. 30, 1982.
- [66] B. Reppich and P. Schepp, “Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in  $\gamma'$  precipitating nickel-base alloys—I.Theoretical Concept”, *Acta Metallurgia*, vol. 30, 1982.
- [67] R. J. Mitchell, M. Preuss, S. Tin, and M. C. Hardy, “The influence of cooling rate from temperatures above the gamma prime solvus on morphology, mismatch and hardness in advanced polycrystalline nickel-base superalloys,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 473, issue 1–2, pp. 158–165, 2008.
- [68] J.-R. Vaunois, J. Cormier, P. Villechaise, a. Devaux, and B. Flageolet, “Influence of both  $\gamma'$  distribution and grain size on the tensile properties of UDIMET 720Li at room temperature .,” *Superalloy 718 and Derivative*, pp. 199–213, 2010.
- [69] B. Larrouy, “Mécanismes de déformation et d’amorçage de fissures dans l’alliage Udimet<sup>TM</sup>720Li en relation avec les paramètres microstructuraux”, Thèse de doctorat, ENSMA Poitiers, 2014.
- [70] R. Maldonado and E. Nembach, “The formation of precipitate free zones and the growth of grain boundary carbides in the nickel-base superalloy NIMONIC PE16,” *Acta Materialia*, vol. 45, issue 1, pp. 213–224, 1997.
- [71] M. Abe, K. Asano, and a. Fujiwara, “Influence of the precipitate-free zone width on the tensile properties of an Al-6 Wt pct Zn-1.2 Wt pct Mg alloy,” *Metallurgical Transactions*, vol. 4, issue 6, pp. 1499–1505, 1973.
-

- 
- [72] T. Krol, D. Baither, and E. Nembach, "The formation of precipitate free zones along grain boundaries in a superalloy and the ensuing effects on its plastic deformation," *Acta Materialia*, vol. 52, issue 7, pp. 2095–2108, 2004.
- [73] N. Saunders, Z. Guo, a P. Miodownik, S. T. Centre, T. Surrey, M. Properties, H. Temperature, and F. Stress, "Modelling High Temperature Mechanical Properties and Microstructure Evolution in Ni-Based Superalloys," in *Superalloys*, 2008.
- [74] A. A. Guimaraes and J. J. Jonas, "Recrystallization and Aging Effects Associated with the High Temperature Deformation of Waspaloy and Inconel 718," *Metallurgical Transactions A*, vol. 12, pp. 1655–1666, 1981.
- [75] H. Monajati, a. K. Taheri, M. Jahazi, and S. Yue, "Deformation characteristics of isothermally forged UDIMET 720 nickel-base superalloy," *Metallurgical and Materilas Transaction A*, vol. 36, issue 4, pp. 895–905, 2005.
- [76] N. Dubié, "Etude du traitement thermique du PER72", Rapport de stage, Institut Clément Ader-Albi, 2011.
- [77] R. Mücke and P. Worat, "A Cyclic Life Prediction Approach for Directionally Solidified Nickel Superalloys," *Journal of Engineering of Gas Turbines and Power*, vol. 132, issue 5, p. 52401, 2010.
- [78] U. Bayerlein and H. G. Sockel, "Determination of single crystal elastic constants from DS- and DR-Ni-based superalloys by a new regression method between 20°C and 1200°C," in *Superalloys*, pp. 695–704, 1992.
- [79] F. H. Norton, "Creep of steel at high temperatures," *M.G.H.B. Comp.*, 1929.
- [80] N. J. Hoff, *Les fondements de la mécanique du fluage dans un corps métallique*, Institut Poincaré, Paris, 1964.
- [81] J. E. Dorn, "Mechanical behaviour of Materials at elevated temperature," *M.G.H.B. Comp.*, 1963.
- [82] J. Lemaitre, "Sur la détermination des lois de comportement des matériaux élastoviscoplastiques", Thèse de doctorat, Faculté d'Orsay, 1970.
- [83] Lemaitre and J.-L. Chaboche, *Mécanique des matériaux solides*, DUNOD, 1996.
- [84] A. Ambroziak, P. Klosowski, "The elasto-viscoplastic Chaboche model", *Task Q*, vol. 10, pp. 49–61, 2007.
- [85] A. Peters, Psaras, and H. Dale Langford, *Advancing Materials Research*, National Academy Press, 1987.



# **Annexes**

## **Annexe I.1 : Protocole d'analyse d'images**



## Protocole d'Analyse d'Image

Projet COMMETAD 720

Avril 2013

Baptiste LARROUY - Paul LE BAILLIF



## 1 Préparation des échantillons

Ci-dessous, la chronologie des étapes nécessaires à la préparation d'un échantillon pour son observation au MEB.

- *polissage mécanique (papier SiC puis solution diamantée) jusqu'au 1µm.*
- *polissage électrolytique (si nécessaire, ex :EBSD) : supprime la couche d 'écrouissage induite par le polissage mécanique*  
*Electrolyte : Struers A3 I + II (méthanol, 2-butoxyethanol, acide perchlorique)*

- *Attaque chimique négative*  
*Solution d'attaque : « eau régale » (30%vol HNO<sub>3</sub>, 70%vol HCl)*

*Paramètres influant sur le temps d'attaque :*

*Température de la solution*

*Concentration de la solution*

*Mode d'attaque (immersion, dépôt d'une goutte, vapeurs, ... )*

*Etat de la matière (état de précipitation, historique thermo-mécanique, ...)*

- *Rinçage eau +15 min en bain d'acétone sous ultrason*
- *Rinçage éthanol*

## 2 Analyse d'images

### 2.1 Observation(s) préalable(s)

*Les précipités de grande taille ( $\phi_{\text{eq}} > 700\text{nm}$ ) correspondant aux  $\gamma'$  primaires, leur présence est conditionnée par le traitement thermique (mise en solution) préalablement effectué sur l'échantillon observé. Trois cas peuvent se présenter pour les quantifier :*

*Cas 1 : mise en solution supersolvus (gros grains homogènes)*

*Ce type de traitement thermique vise la dissolution totale de cette classe de précipités. Par conséquent, les précipités restants étant très peu nombreux et partiellement dissouts, leur caractérisation stéréologique ne présente pas d'intérêt particulier.*

Cas 2 : mise en solution subsolvus (grains fins homogènes)

Par opposition au cas précédent, cette microstructure comporte de nombreux  $\gamma'$  primaires dont la caractérisation s'avère intéressante dans le cadre d'une analyse de la précipitation.

Cas 3 : mise en solution au solvus (microstructure « duplex »)

Ce cas particulier de traitement thermique permet d'obtenir une microstructure hétérogène en taille de grains : on retrouve une alternance de bandes de grains fins et de gros grains. Ce type de microstructure bimodale peut nécessiter une analyse indépendante de chacun des deux états granulaires.

Un retour d'expérience de différentes analyses métallographiques permet de relier le grossissement de l'image à traiter à la taille (diamètre équivalent  $\phi$ ) des précipités à caractériser.

Les plus gros précipités peuvent se répartir de manière hétérogène au sein du grain. Il peut par conséquent être nécessaire de les caractériser suivant deux échelles : une première (G1) permettant de traiter un maximum de particules afin d'obtenir une fraction surfacique représentative de l'échantillon et une seconde (G2) permettant d'analyser plus finement la taille et la morphologie des précipités.

Le tableau ci-dessous en fait le résumé.

Taille (nm)	$\phi \geq 700$	$700 \geq \phi > 400$	$400 \geq \phi > 100$	$100 \geq \phi > 50$	$50 \geq \phi$
G1	x 2 000	x 10 000			
G2	x 5 000	x 25 000	x 25 000	x 50 000	$G \geq x 100 000$

Pour des raisons de représentativité statistique, il est conseillé de traiter 10 images par grossissement.

## 2.2 Macro(s)

Cette partie est une description générale des étapes à appliquer lors de l'analyse d'image. Le nom des fonctions associées pourra varier d'un logiciel à l'autre.

### 2.2.1 Analyse de la précipitation

L'analyse de la précipitation se fait à partir d'une observation micrographique. (P1)

Segmentation de l'image : cette étape permet d'isoler les précipités du reste de l'image par contraste. (P2)

On obtient ainsi une image binaire brute (P3) comportant les précipités totalement ou partiellement détectés, mais aussi des petits objets indésirables dus au bruit de l'image d'origine.

Une étape d'érosion-reconstruction permet de préciser le contour des précipités (cas de faible contraste entre le précipité et la matrice), et de supprimer le bruit de l'image binaire. (P4)

Une étape de remplissage permet de combler l'espace non détecté au sein d'un précipité déjà isolé.

L'image binaire ainsi obtenue est prête à être traitée dans le cas d'une analyse de la fraction surfacique. On parle d'image binaire reconstituée. (P5)

À partir de cette image, il est possible d'extraire la fraction surfacique de précipités. Pour ce faire, il suffit de ramener le nombre de pixels des précipités (pixels bleus sur l'image P5) au nombre total de pixels de l'image.

Afin d'obtenir une répartition de la taille de précipités, il est nécessaire de ne s'intéresser qu'aux précipités intégralement présents sur l'image binaire. La suppression des précipités coupés par le bord de l'image se fait lors d'une étape supplémentaire (souvent appelée « border kill »). (P6)

Après une identification des différents précipités, le logiciel d'analyse d'image permet d'extraire un tableau résumant leurs caractéristiques (taille, aire, périmètre, diamètre équivalent, ...). (P7)

Il est désormais possible de ne travailler que sur une partie des précipités analysés par l'application de filtres sur leurs caractéristiques géométriques. Exemple : on peut se limiter à l'étude des précipités dont la taille est supérieure à une valeur donnée. (P8)



### 2.2.2 Etude des distances inter-particules

L'objectif de cette étape est de quantifier la largeur de l'espace entre les précipités. Cette mesure se fait en deux temps :

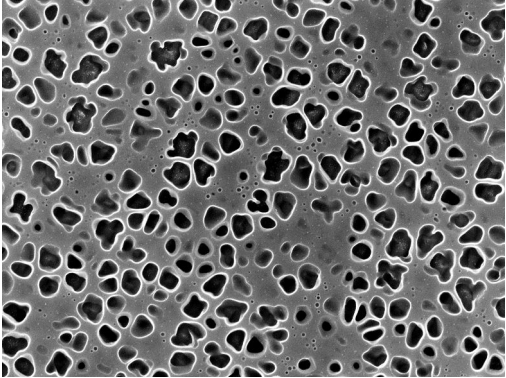
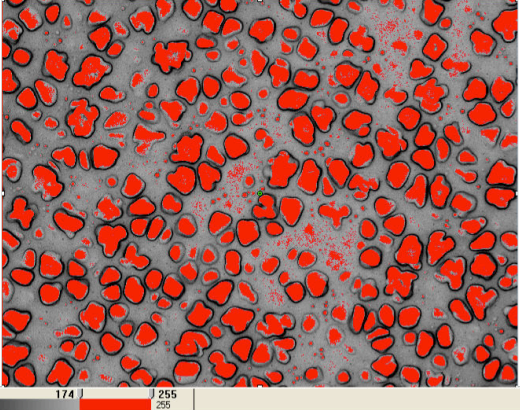
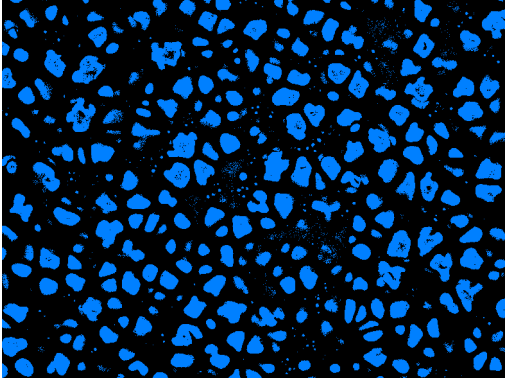
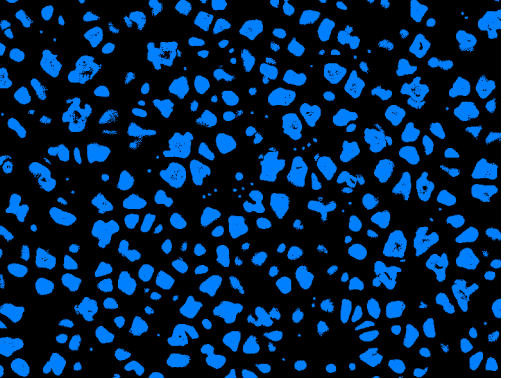
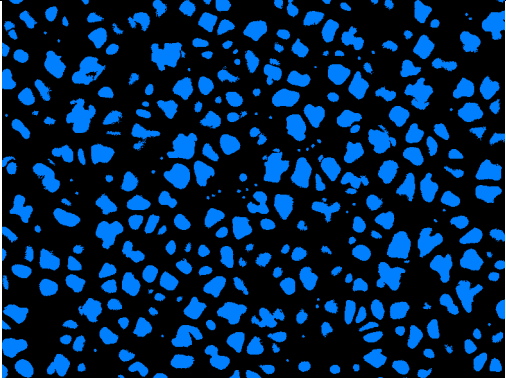
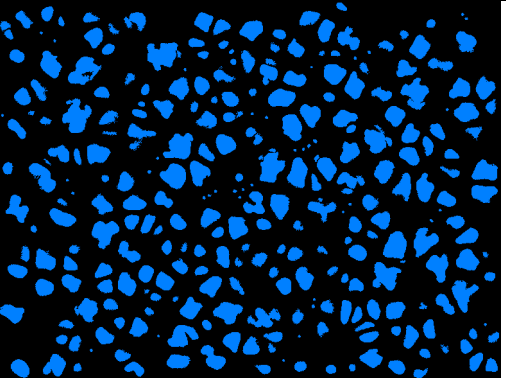
#### Premiers point : réaliser la « carte des distances »

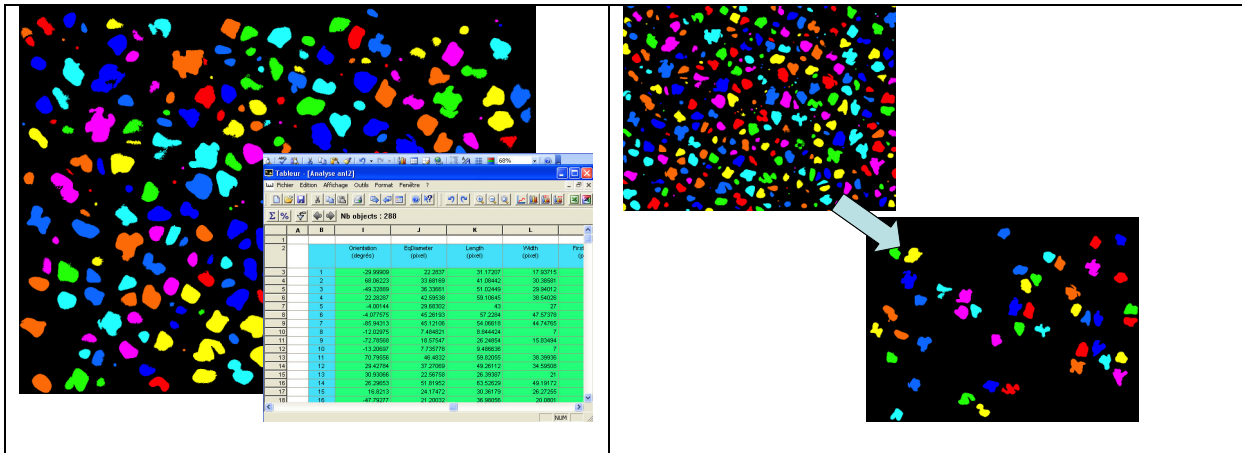
Cette carte représente les courbes iso-distance entre particules. (P9)

À partir de cette carte, il est possible de tracer les courbes d'équidistance entre particules. On obtient alors le squelette de la matrice. (en bleu sur P10)

#### Second point : déterminer la distance entre deux particules

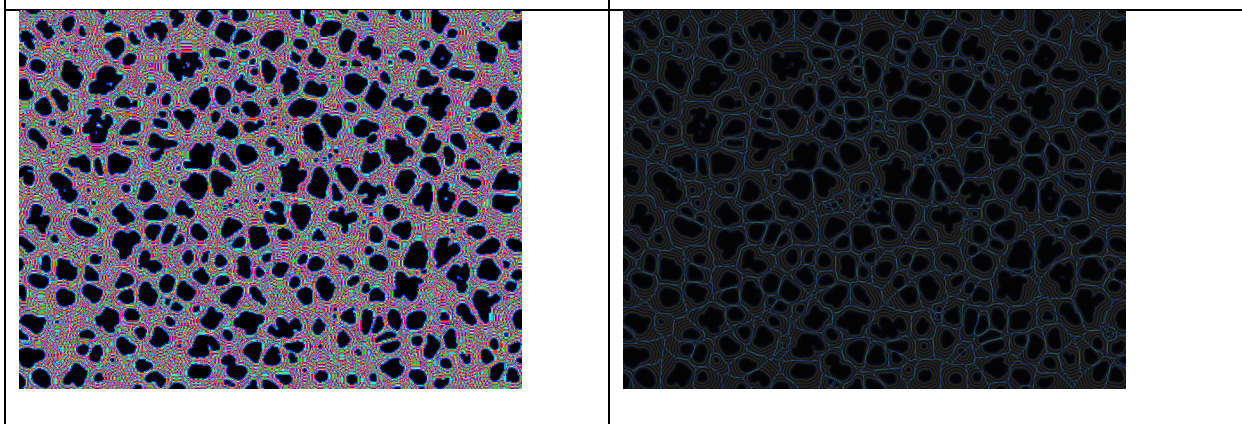
À chaque point du squelette est associé la distance entre les deux plus proches particules. Il existe donc pour ces particules un minimum local de distance situé sur le squelette. Il suffit alors de déterminer l'ensemble de ces minima locaux pour obtenir une mesure de chacune des distances inter-particules de l'image. (P11)

	
P1 : Micrographie originale de l'échantillon traité	P2 : Segmentation
	
P3 : Image binaire brute	P4 : Image érodée et reconstruite
	
P5 : Image binaire reconstituée	P6 : Image binaire après "border kill"



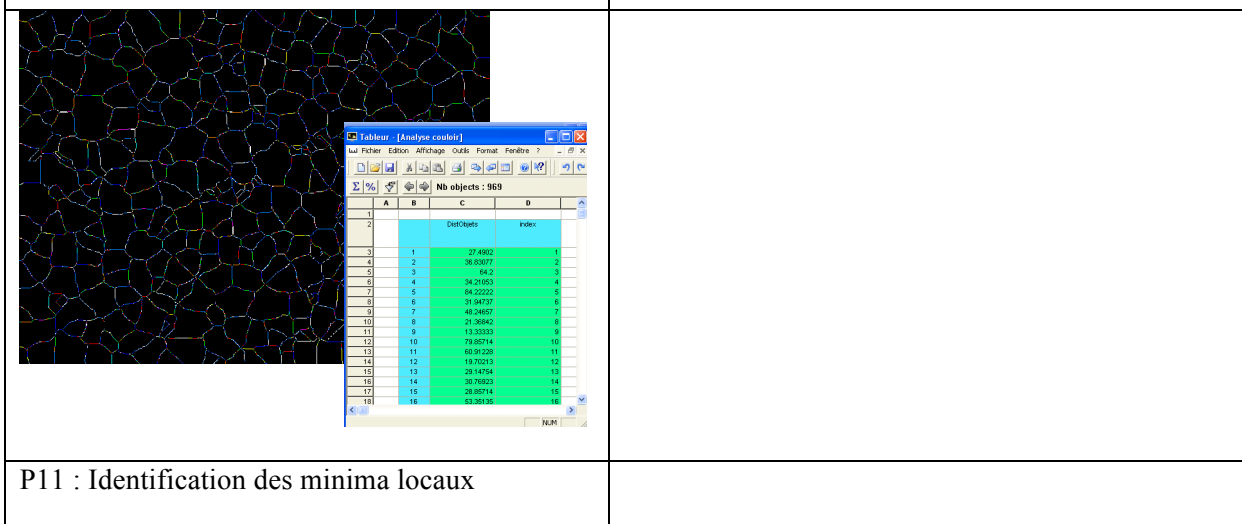
P7 : Identification des précipités

P8 : Filtre de taille de précipités



P9 : Cartes des iso-distances

P10 : Squelette de la matrice



P11 : Identification des minima locaux

### 3 Confrontation Visilog® /Aphelion™

Dans le cadre de cette étude, un même échantillon a été analysé avec deux logiciels différents : Visilog® et Aphelion™.

L'échantillon utilisé a subi le traitement thermique suivant : 1156°C – 2h puis refroidissement à 50°C/min. La mise en solution étant faite à la température de solvus, il en découle une dissolution partielle des  $\gamma'$  primaires répartis de manière hétérogène dans le volume de l'échantillon.

Classes de précipités	C1	C2	C3	Total
Tailles (Visilog®)	2000	535	154	
Tailles (Aphelion™)	1400*	602	250**	
Fs (Visilog®)	7,6%	15,7%	9,7%	33%
Fs (Aphelion™)	4,6%	13,1%	10,0%	30%***

Tableau 1: Comparaison des résultats Visilog®/Aphelion™

\*Compte tenu du faible nombre de  $\gamma'$  primaires et de leur hétérogénéité en taille (car plus ou moins dissouts), il n'est pas surprenant d'obtenir des résultats d'analyse sensiblement différents

\*\*Lors de l'analyse par le logiciel Aphelion™, une quatrième classe de précipités a été détectée (FS = 5%). Au contraire, l'analyse Visilog® a intégré ces petits précipités à la classe 3. Il en découle une différence de taille moyenne de précipités.

\*\*\*Le résultat de la fraction volumique totale mesurée sous Aphelion™ prend en compte la quatrième classe de précipités non analysés.

### 4 Bilan et limites

Le présent protocole a pour objectif de fixer une méthodologie pour la préparation métallographique des échantillons et l'analyse stéréologique qui en découle. On vise ainsi à améliorer la reproductibilité et la représentativité de ce type d'analyse, tout en conservant une flexibilité sur le plan des outils disponibles.

A partir de la macro décrite précédemment, il est possible d'obtenir des résultats comparables avec deux logiciels d'analyse d'images différents.

En revanche, un certain nombre de paramètres ont été identifiés comme pouvant influencer les résultats de l'analyse.

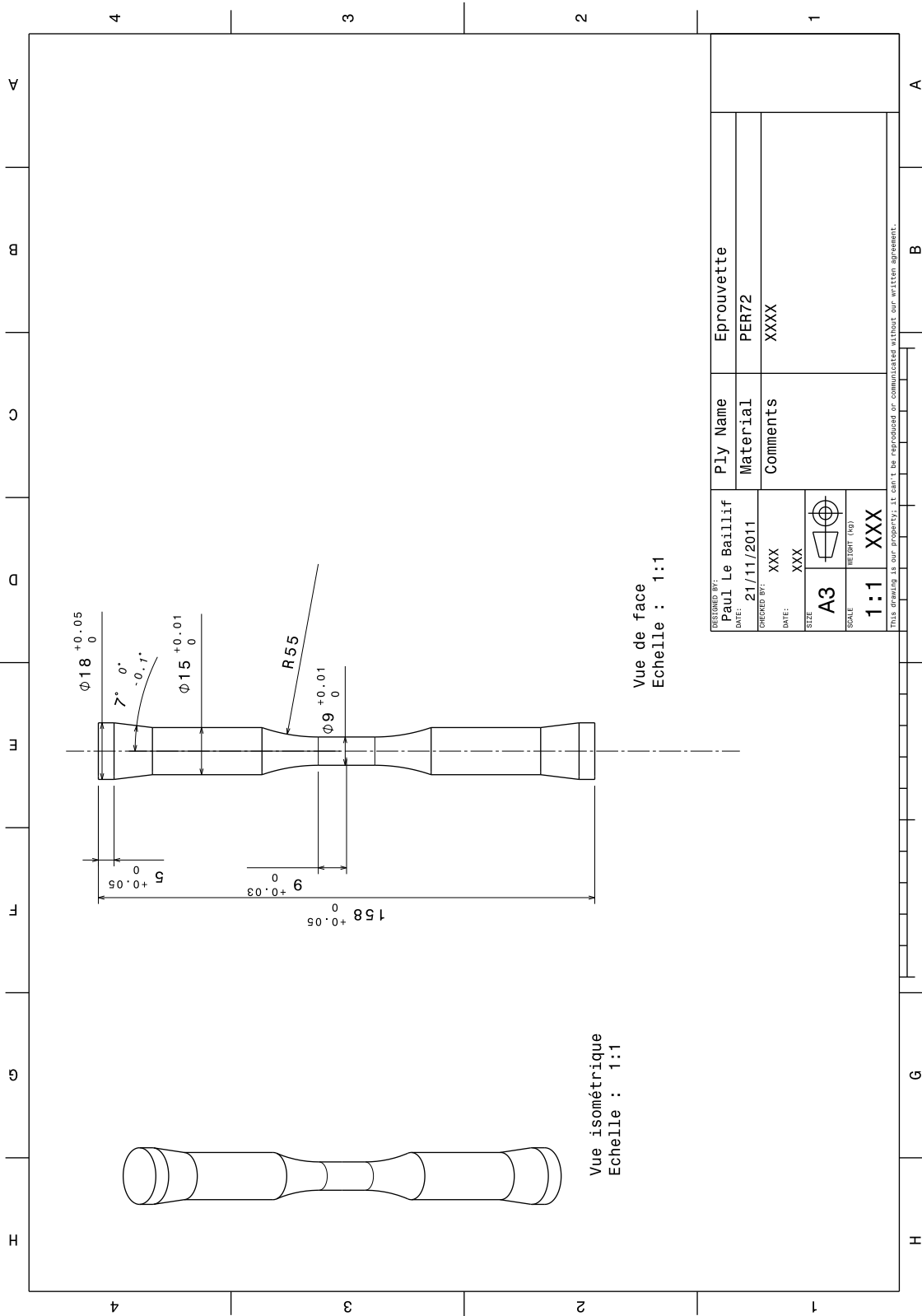
Dans le cadre du groupe de travail COMMETAD 720, les protocoles d'attaque chimique diffèrent d'un laboratoire à l'autre. En voici un résumé :

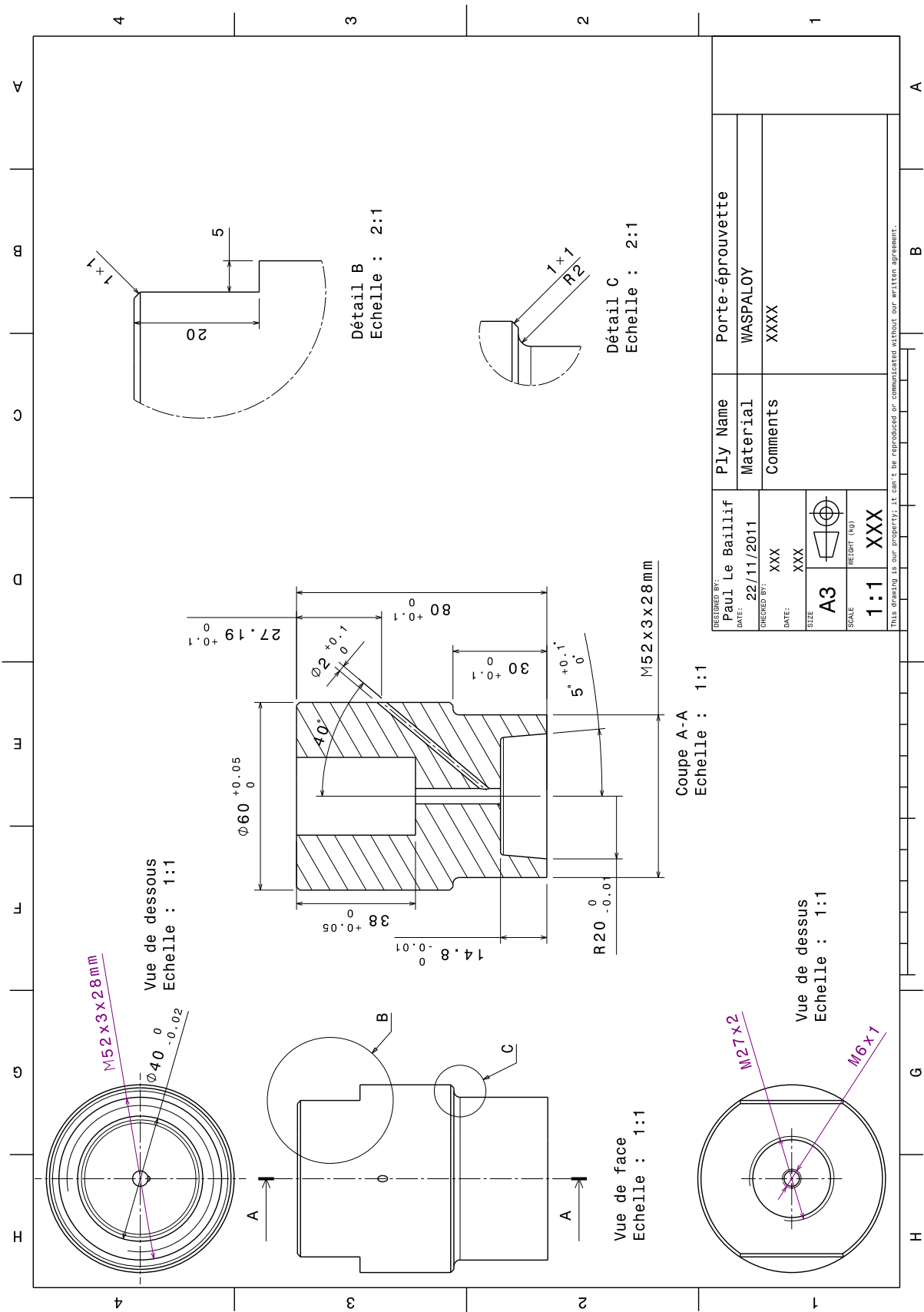
	Institut P'	ICA
Méthode d'attaque	Immersion - vapeur – dépôt de goutte	immersion
Température de la solution	3-5°C	Ambiante
Logiciel d'analyse	Visilog®	Aphelion™

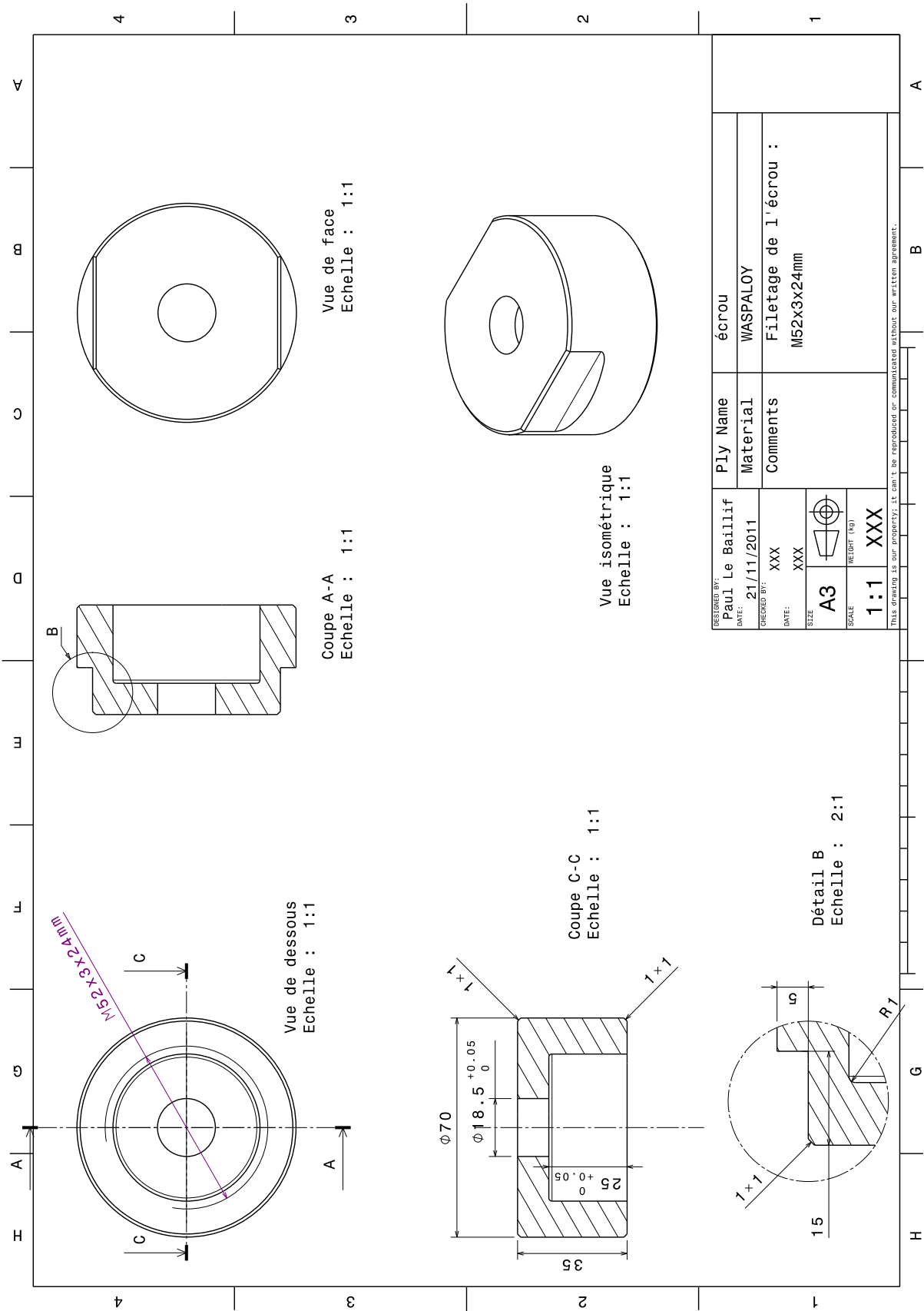
Tableau 2 : Singularités expérimentales des laboratoires

Il pourrait être envisagé d'uniformiser les paramètres de préparation divergents.

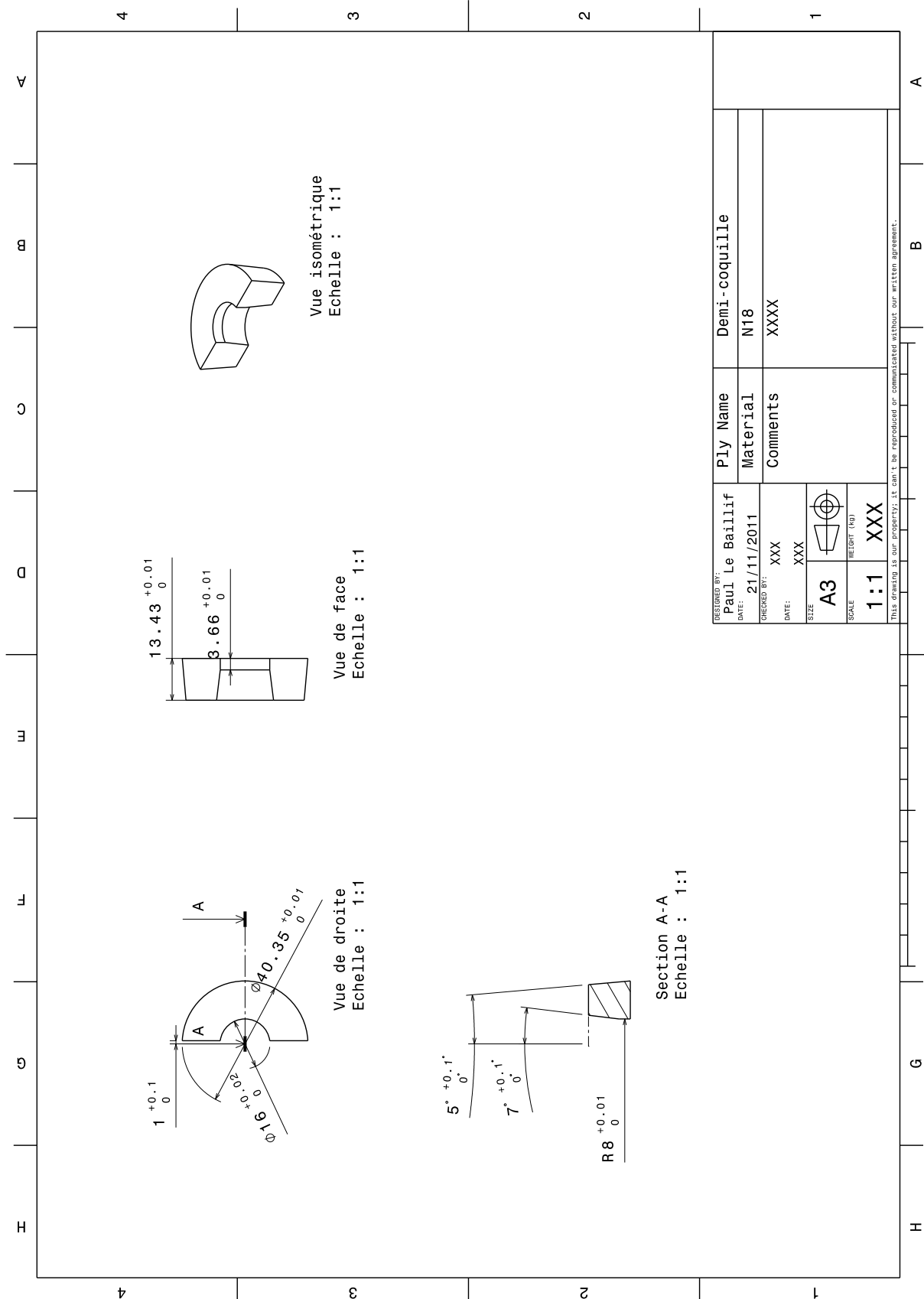
Annexe I-2 : Plans des éléments constituant l'outillage de traction-compression









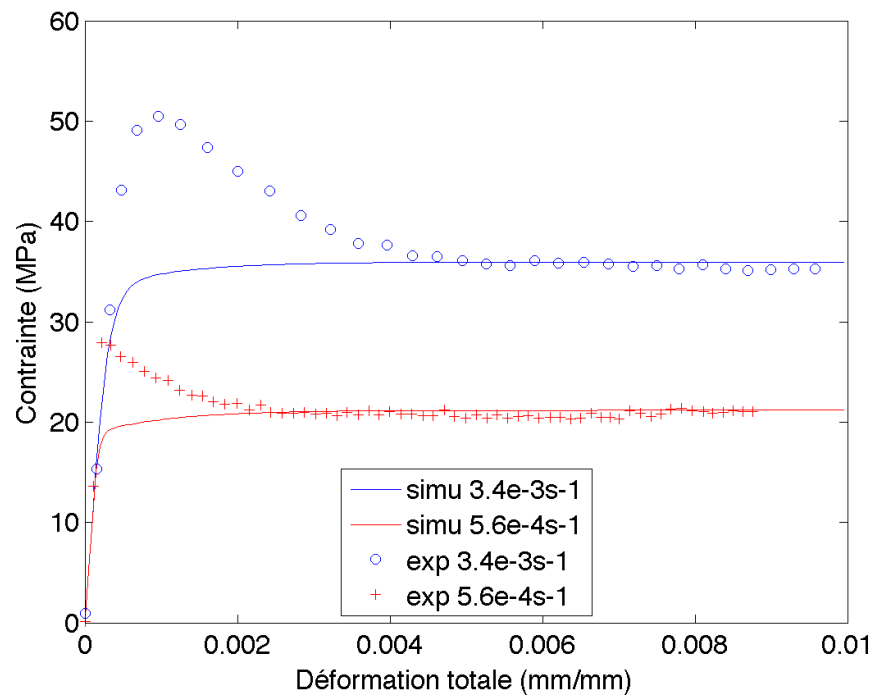


DESIGNED BY: <b>Paul Le Bailif</b>	Ply Name <b>Demi-coquille</b>
DATE: <b>21/11/2011</b>	Material <b>N18</b>
CHECKED BY: <b>XXX</b>	Comments <b>XXXX</b>
DATE: <b>XXX</b>	
SIZE <b>A3</b>	
SCALE <b>1:1</b>	WEIGHT (kg) <b>XXX</b>

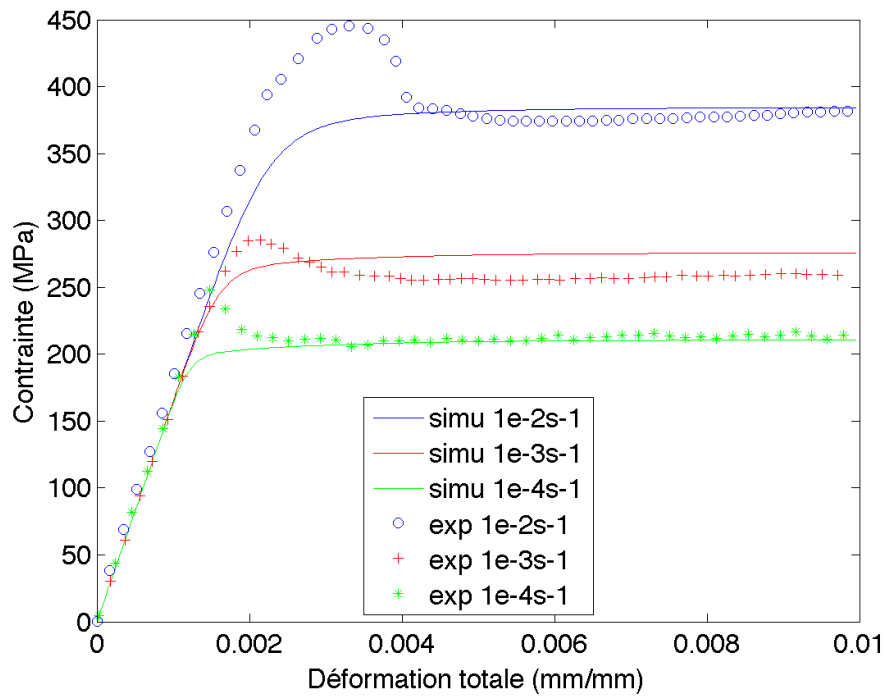
This drawing is our property. It can't be reproduced or communicated without our written agreement.

### Annexe IV-1 : Deuxième étape : identification des autres paramètres du modèle - Comparaison courbes expérimentales / modèle

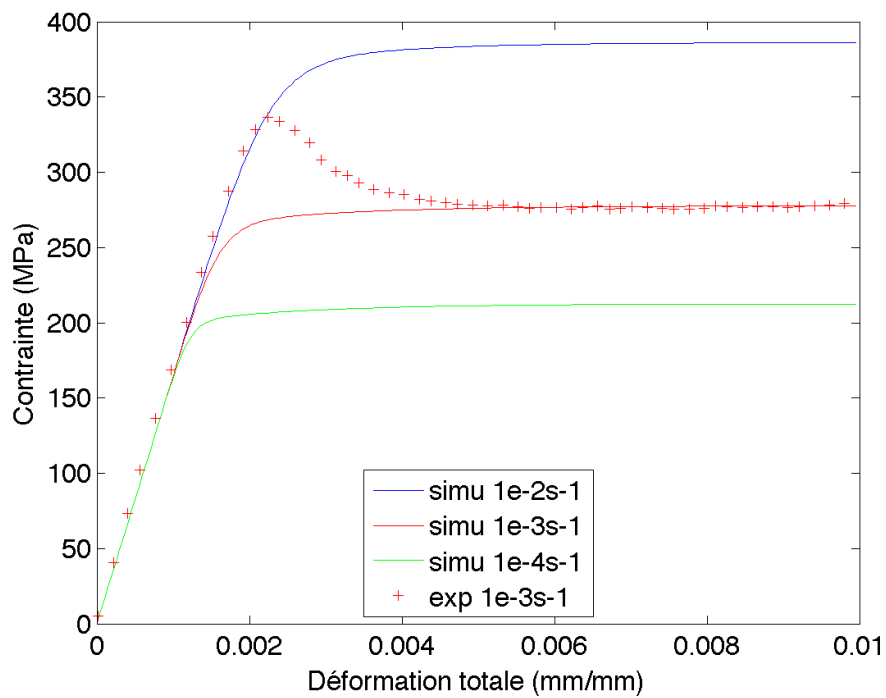
Tractions réalisées à 1170°C,  $\dot{\epsilon}$  fixé à  $3,4 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$  et  $5,6 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$



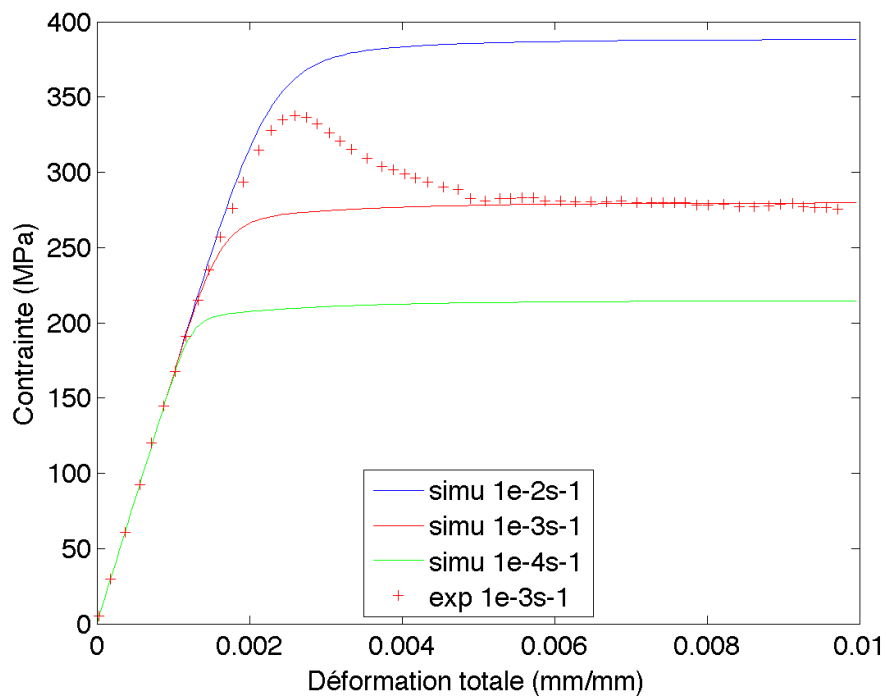
Tractions réalisées à 1000°C après une trempe à 30°C/min,  $\dot{\epsilon}$  fixé à  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  et  $10^{-4}$ s $^{-1}$



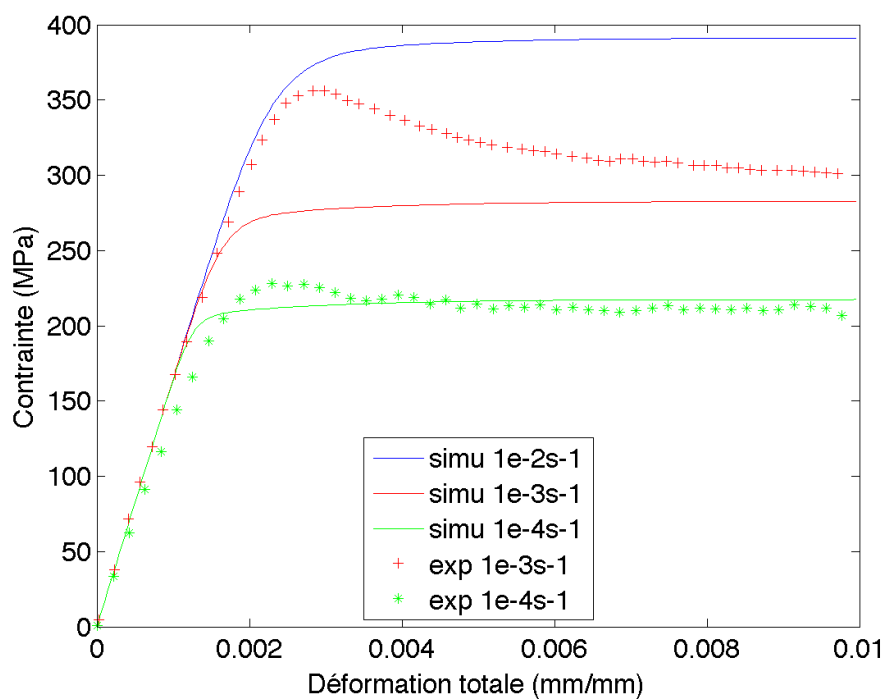
Tractions réalisées à 1000°C après une trempe à 75°C/min,  $\dot{\epsilon}$  fixé à  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  et  $10^{-4}$ s $^{-1}$



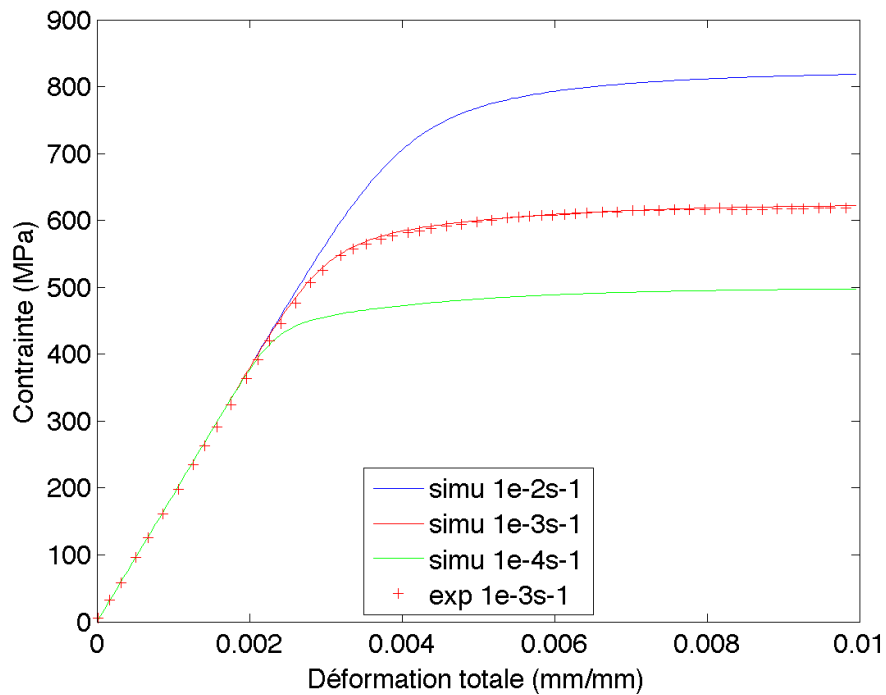
Tractions réalisées à 1000°C après une trempe à 120°C/min,  $\dot{\epsilon}$  fixé à  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  et  $10^{-4}$ s $^{-1}$



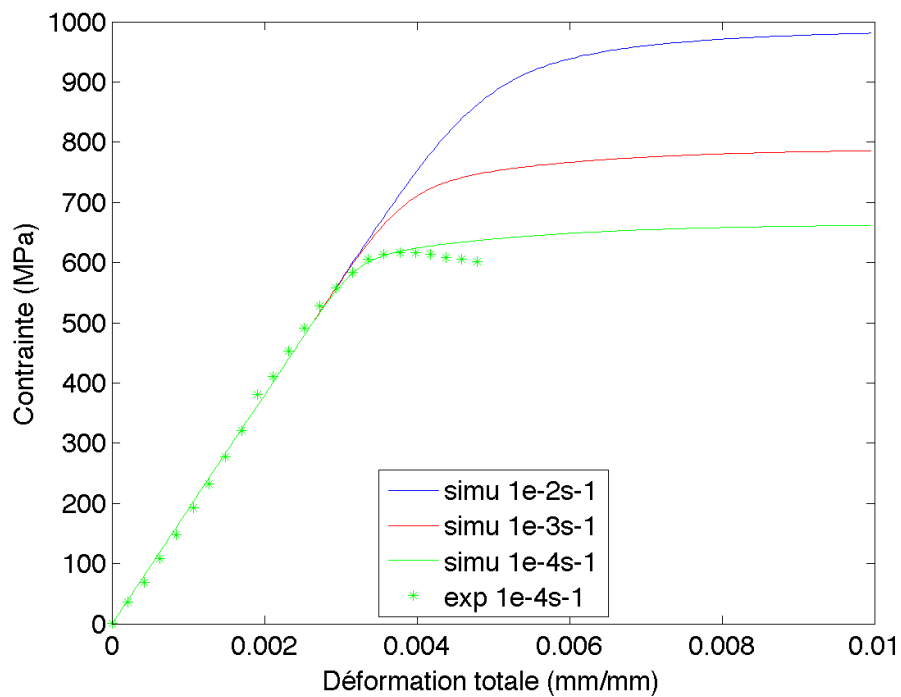
Tractions réalisées à 1000°C après une trempe à 200°C/min,  $\dot{\epsilon}$  fixé à  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  et  $10^{-4}$ s $^{-1}$



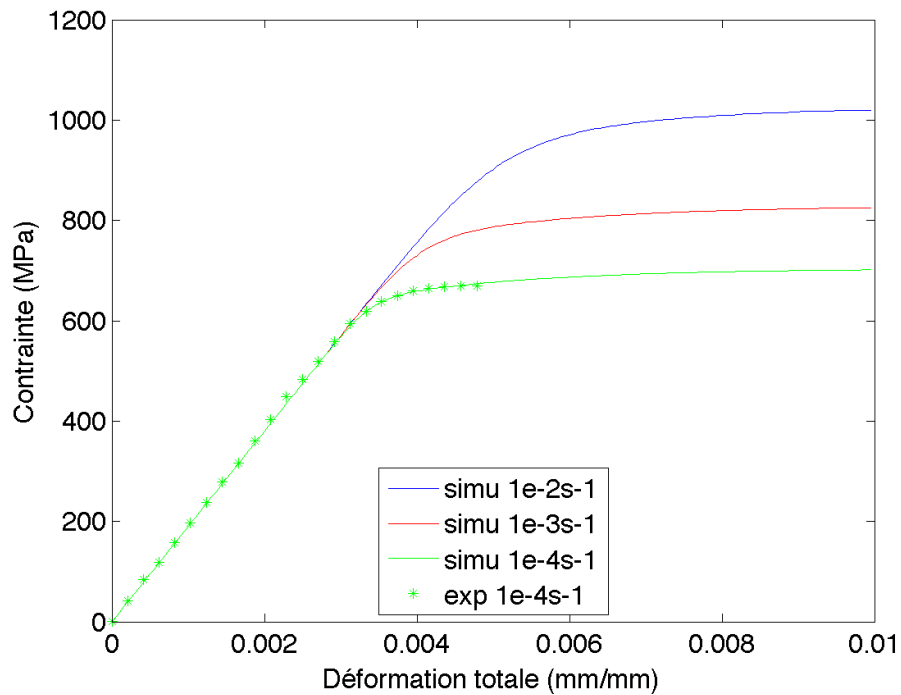
Tractions réalisées à 850°C après une trempe à 30°C/min,  $\dot{\epsilon}$  fixé à  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  et  $10^{-4}$ s $^{-1}$



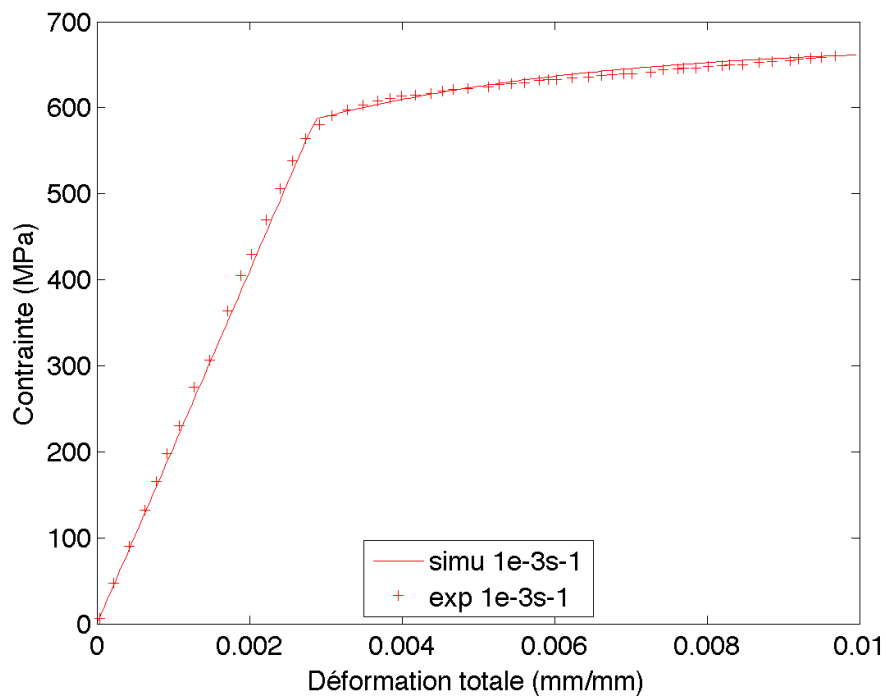
Tractions réalisées à 850°C après une trempe à 75°C/min,  $\dot{\epsilon}$  fixé à  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  et  $10^{-4}$ s $^{-1}$



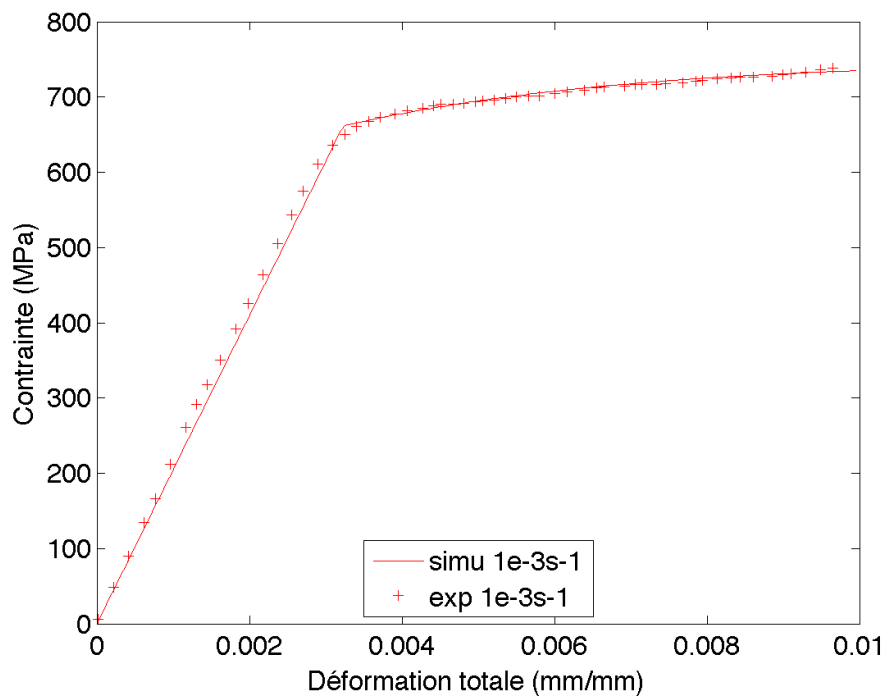
Tractions réalisées à 850°C après une trempe à 120°C/min,  $\dot{\epsilon}$  fixé à  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  et  $10^{-4}$ s $^{-1}$



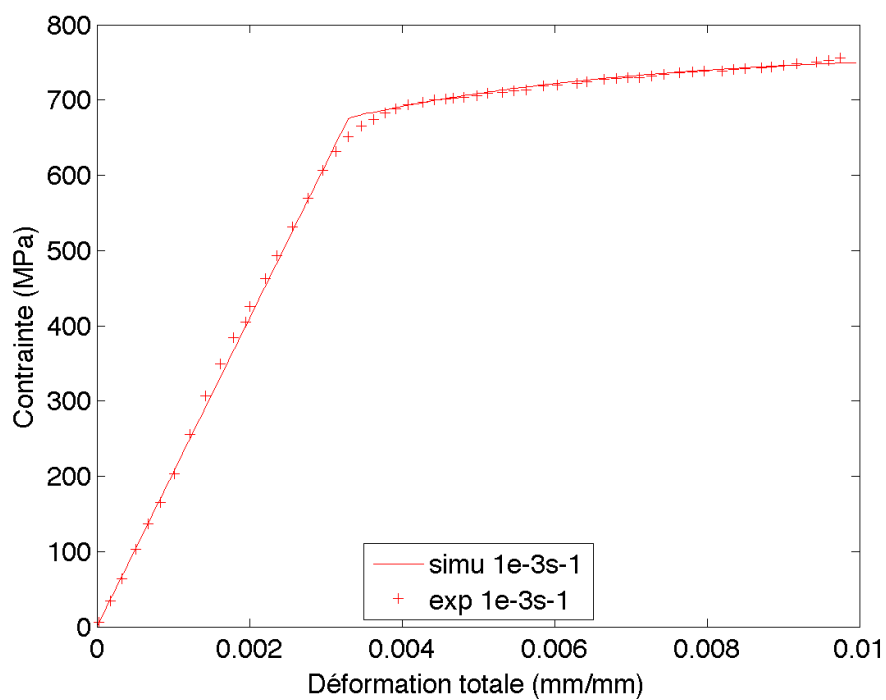
Tractions réalisées à 600°C après une trempe à 30°C/min,  $\dot{\epsilon}$  fixé à  $10^{-3}$ s $^{-1}$



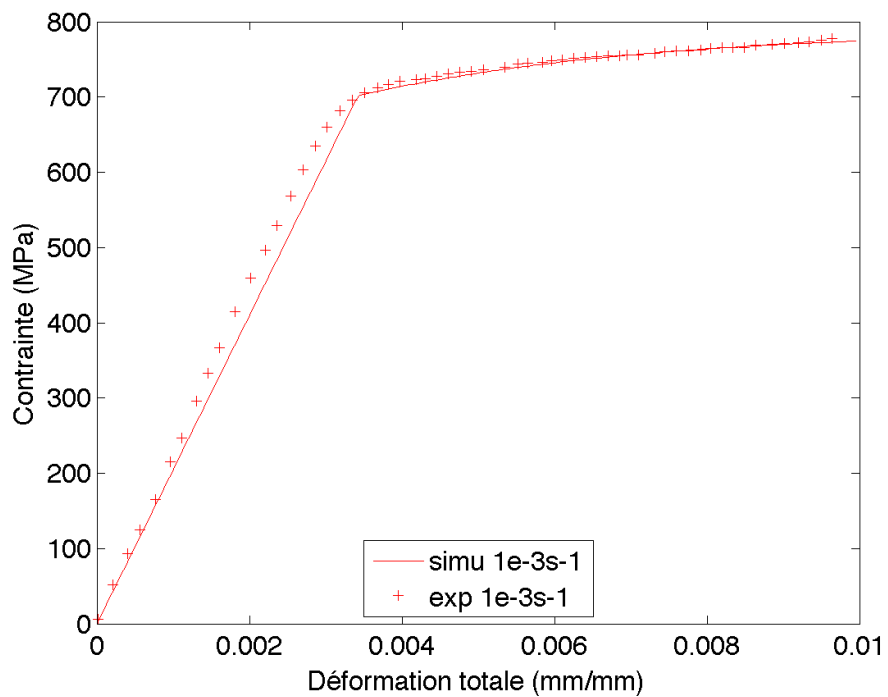
Tractions réalisées à 600°C après une trempe à 75°C/min,  $\dot{\epsilon}$  fixé à  $10^{-3}\text{s}^{-1}$



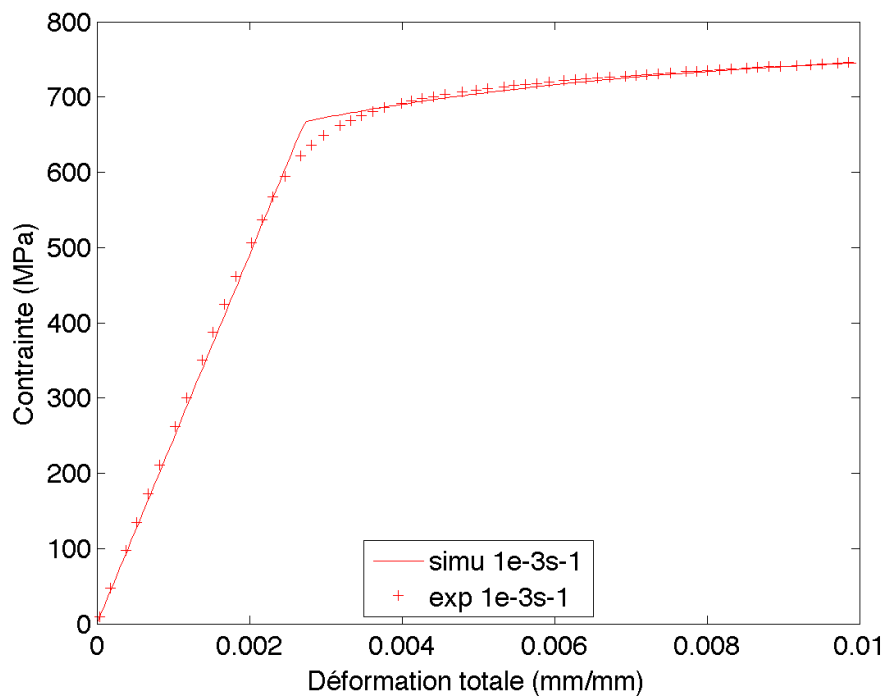
Tractions réalisées à 600°C après une trempe à 120°C/min,  $\dot{\epsilon}$  fixé à  $10^{-3}\text{s}^{-1}$



Tractions réalisées à 600°C après une trempe à 200°C/min,  $\dot{\epsilon}$  fixé à  $10^{-3}\text{s}^{-1}$

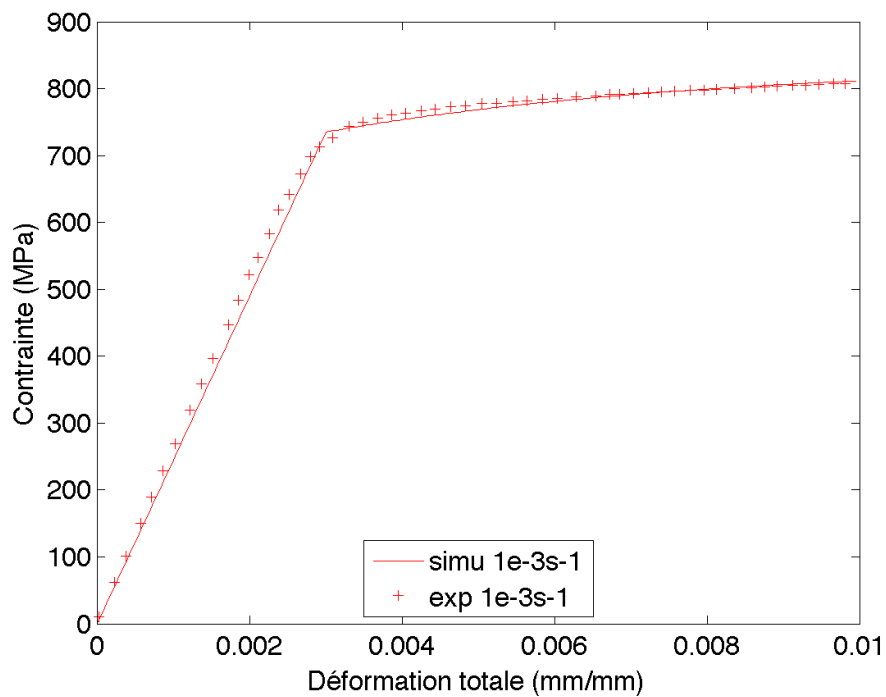


Tractions réalisées à 20°C après une trempe à 30°C/min,  $\dot{\epsilon}$  fixé à  $10^{-3}\text{s}^{-1}$

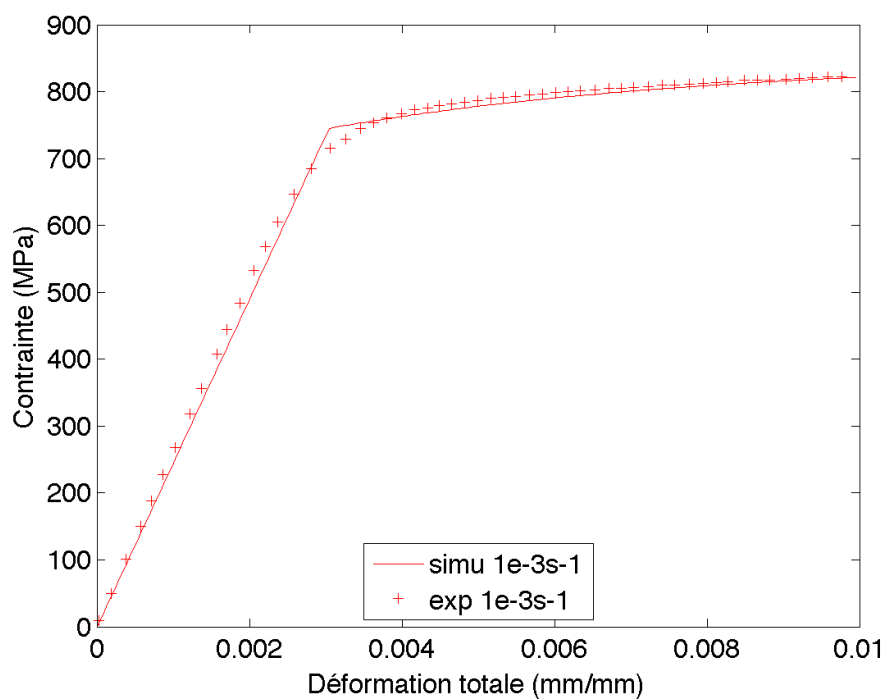




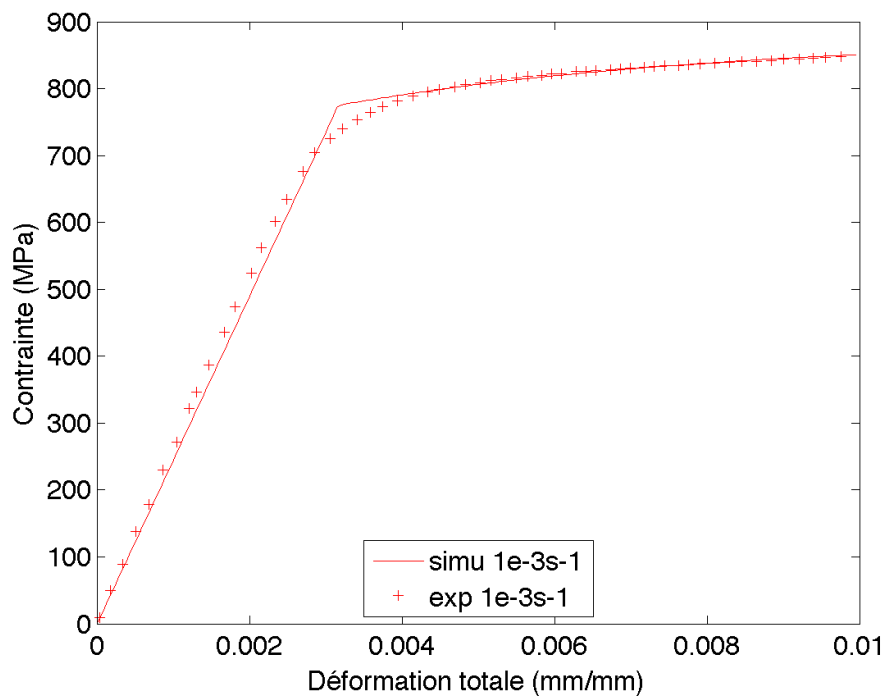
Tractions réalisées à 20°C après une trempe à 75°C/min,  $\dot{\epsilon}$  fixé à  $10^{-3}\text{s}^{-1}$

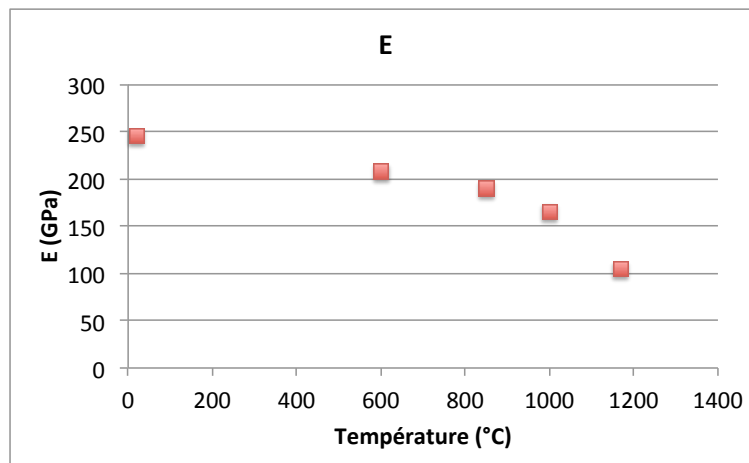
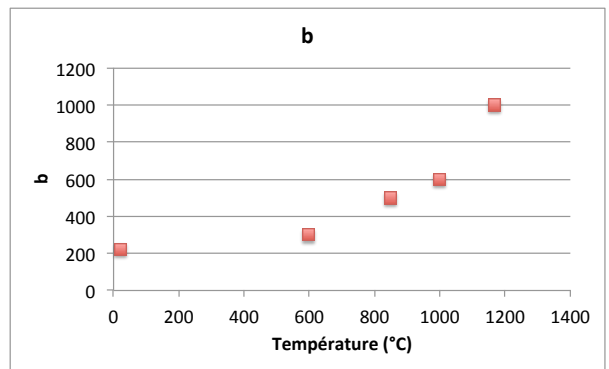
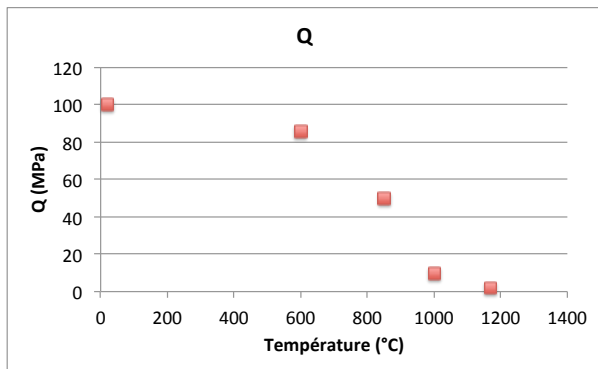
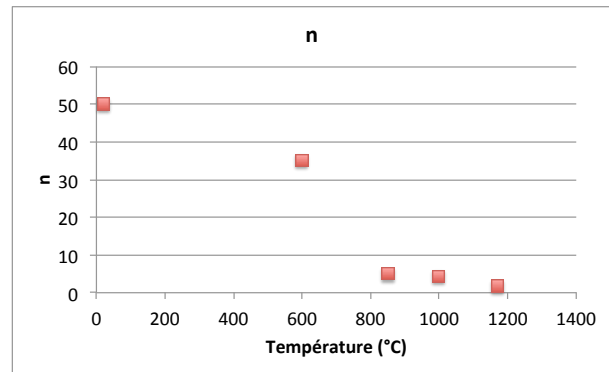
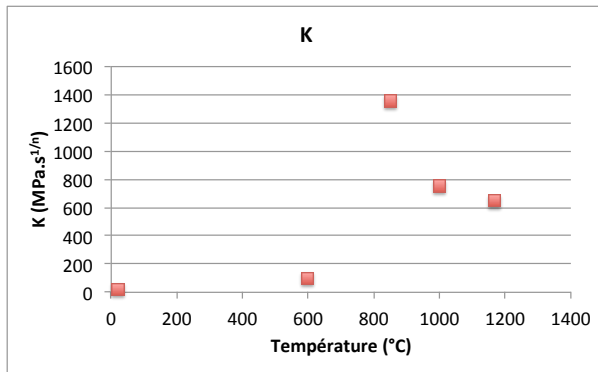


Tractions réalisées à 20°C après une trempe à 120°C/min,  $\dot{\epsilon}$  fixé à  $10^{-3}\text{s}^{-1}$



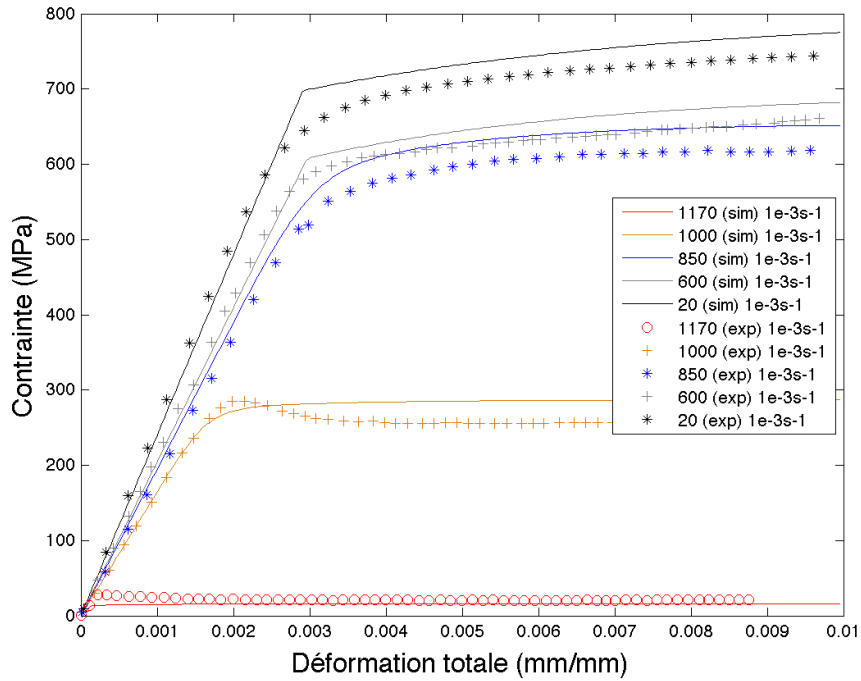
Tractions réalisées à 20°C après une trempe à 200°C/min,  $\dot{\epsilon}$  fixé à  $10^{-3}\text{s}^{-1}$



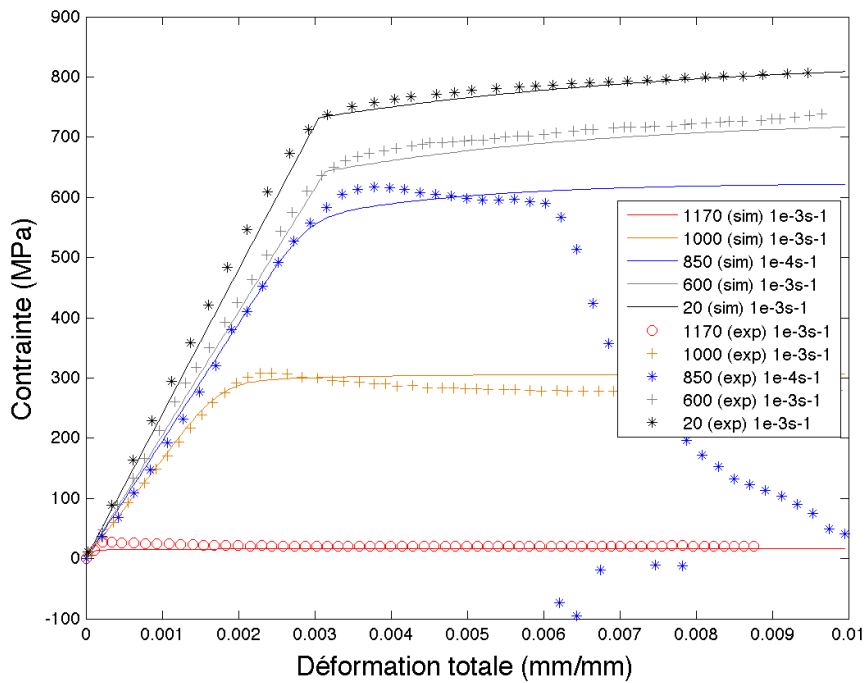
**Annexe IV-2 : Evolution des paramètres thermo-dépendants avec la température**

## Annexe IV-3 : Comparaisons courbes expérimentales / modèle anisotherme

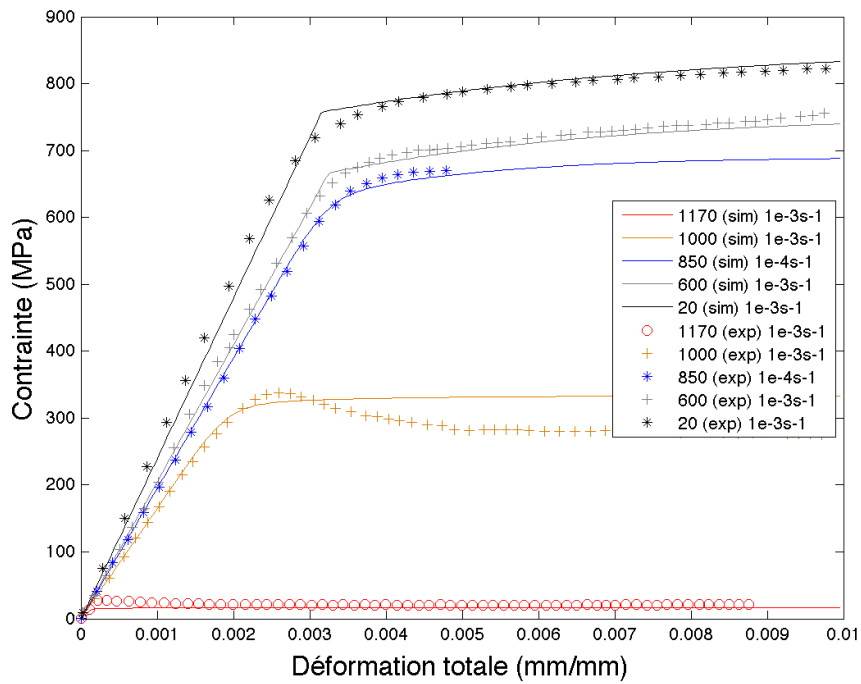
30°C/min



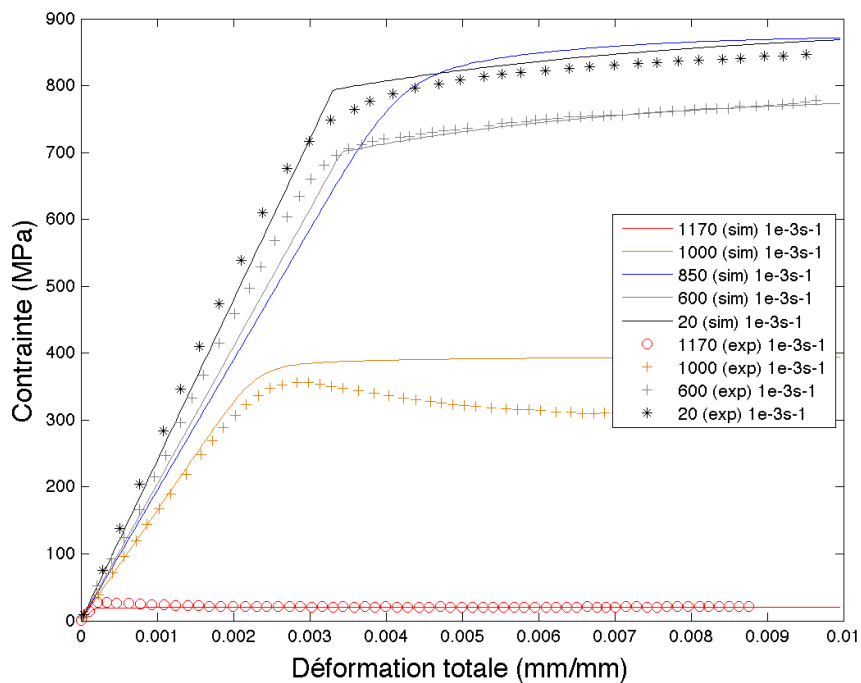
75°C/min



120°C/min

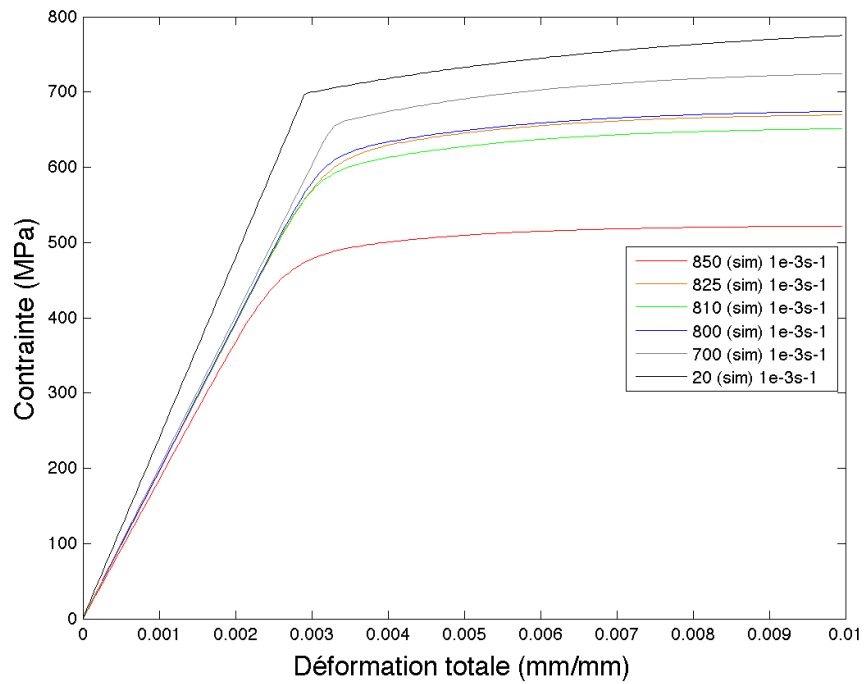
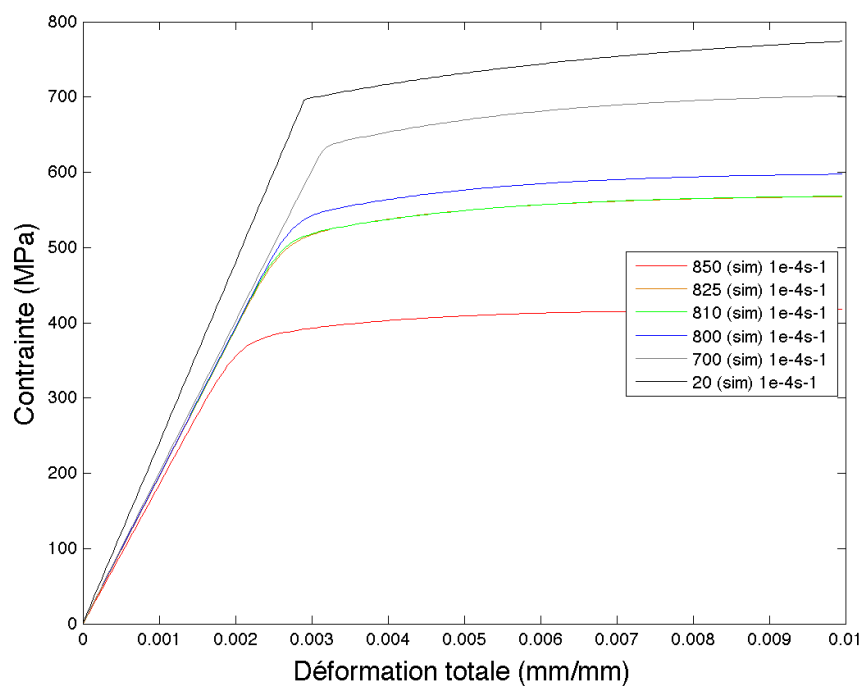


200°C/min

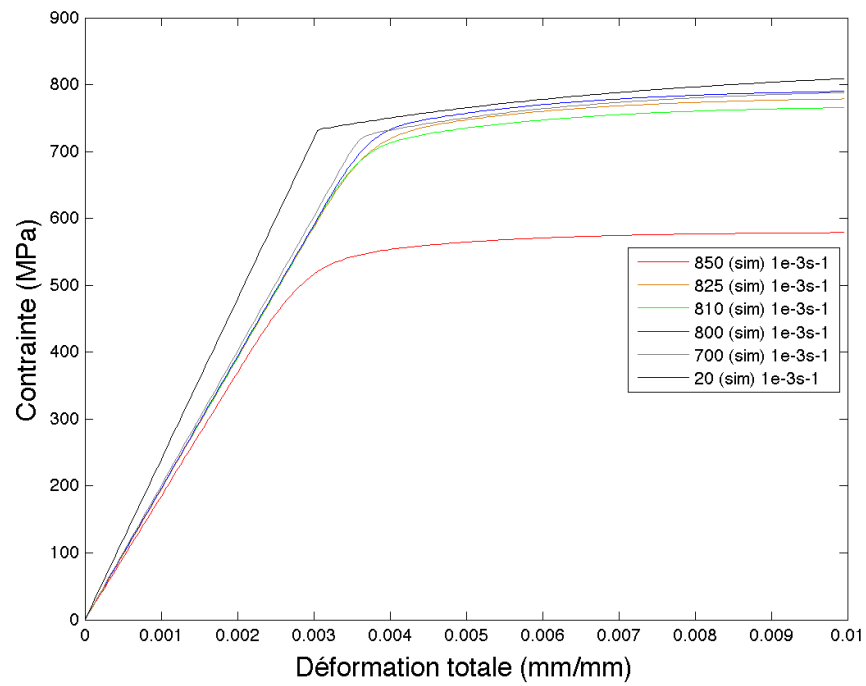
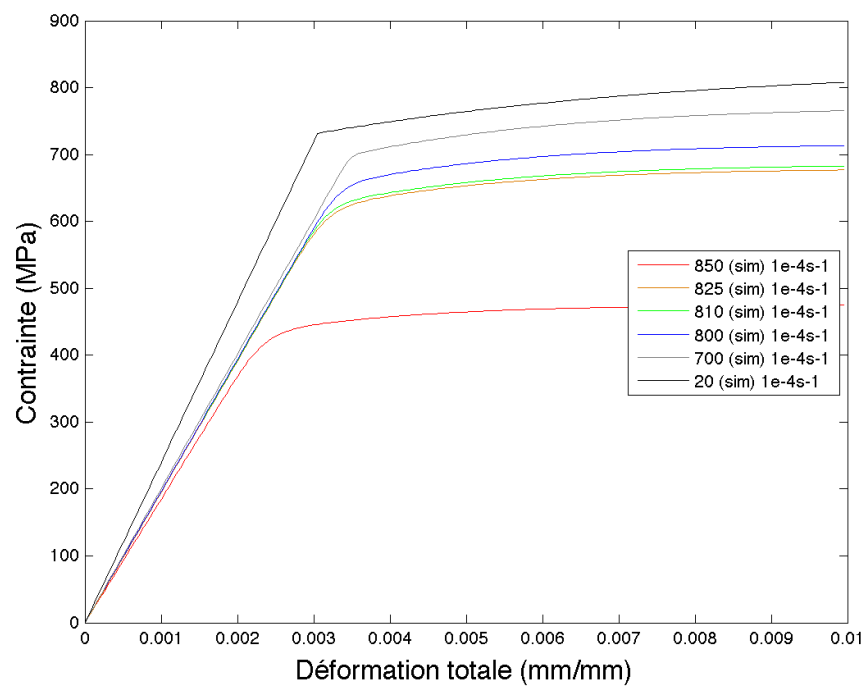


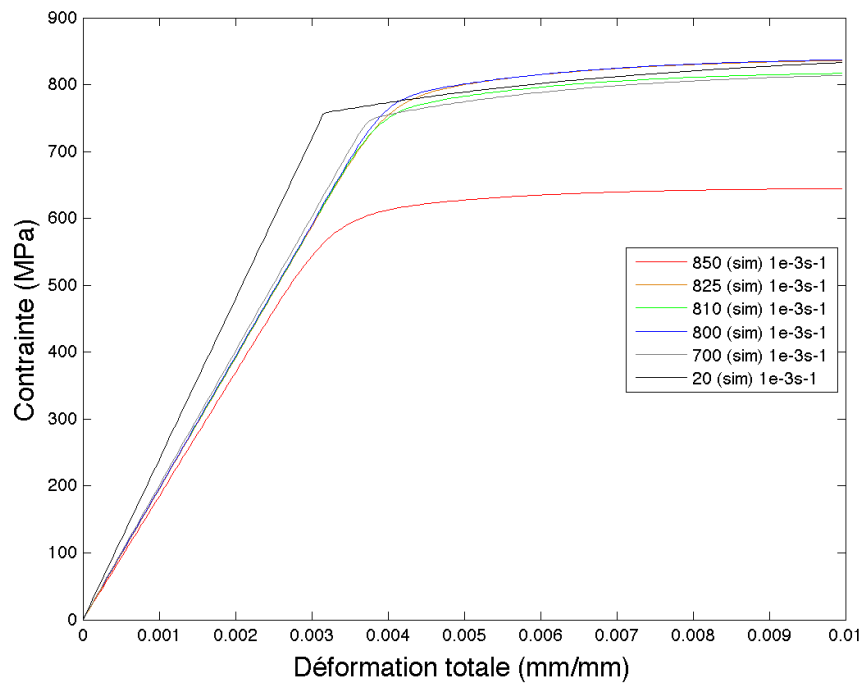
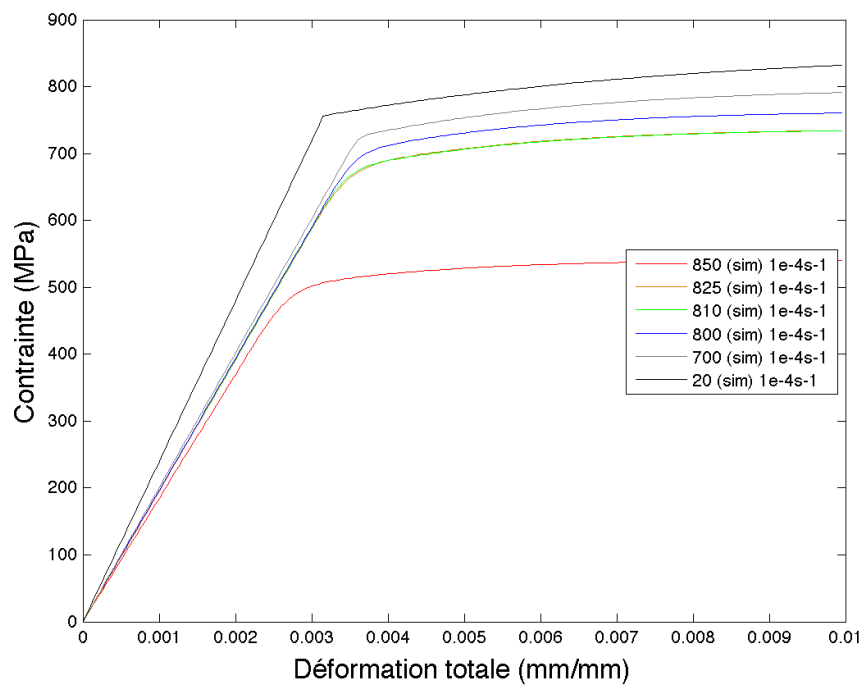
## Annexe IV-3 : Sensibilité à la vitesse de déformation entre 20°C et 850°C

30°C/min

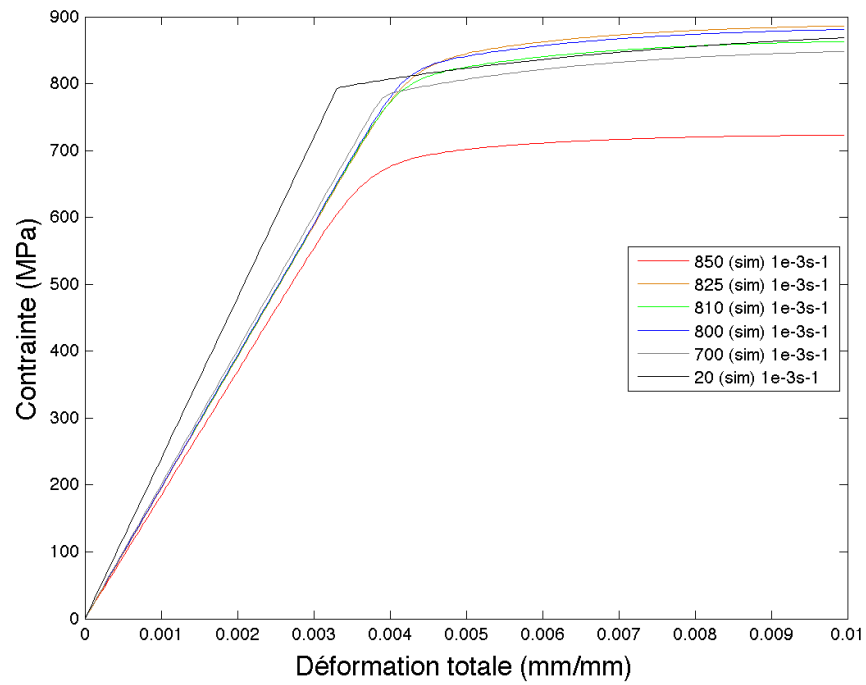
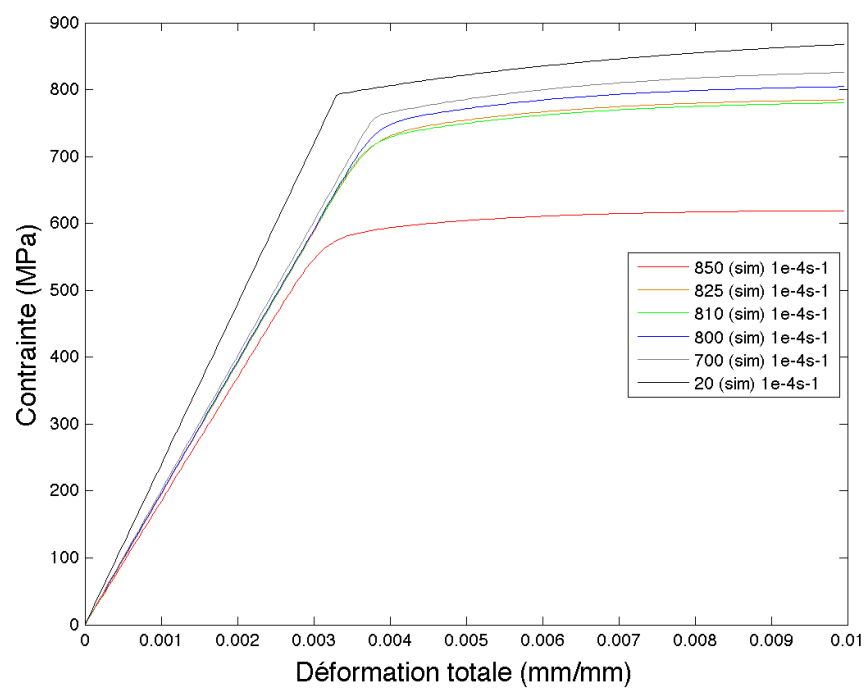
 $10^{-3}\text{s}^{-1}$  $10^{-4}\text{s}^{-1}$ 

---

**75°C/min** $10^{-3}\text{s}^{-1}$  $10^{-4}\text{s}^{-1}$ 

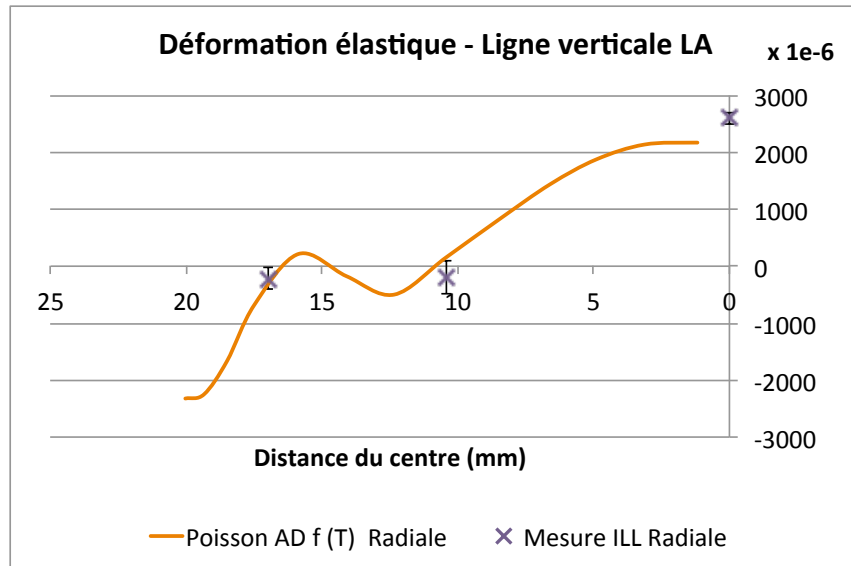
**120°C/min** $10^{-3}\text{s}^{-1}$  $10^{-4}\text{s}^{-1}$ 



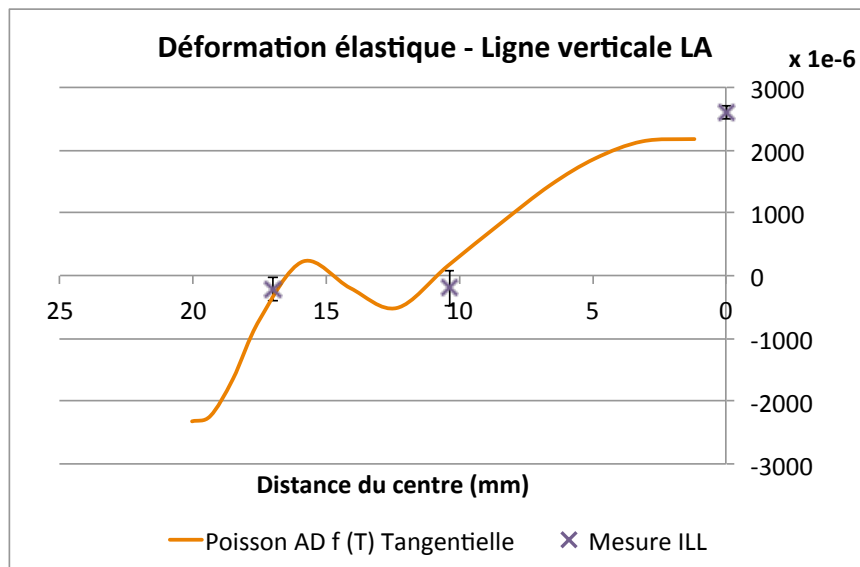
**200°C/min** $10^{-3} \text{s}^{-1}$  $10^{-4} \text{s}^{-1}$ 

### Annexe IV-4 : comparaison de la déformation simulée et des mesures expérimentales réalisées à l'ILL

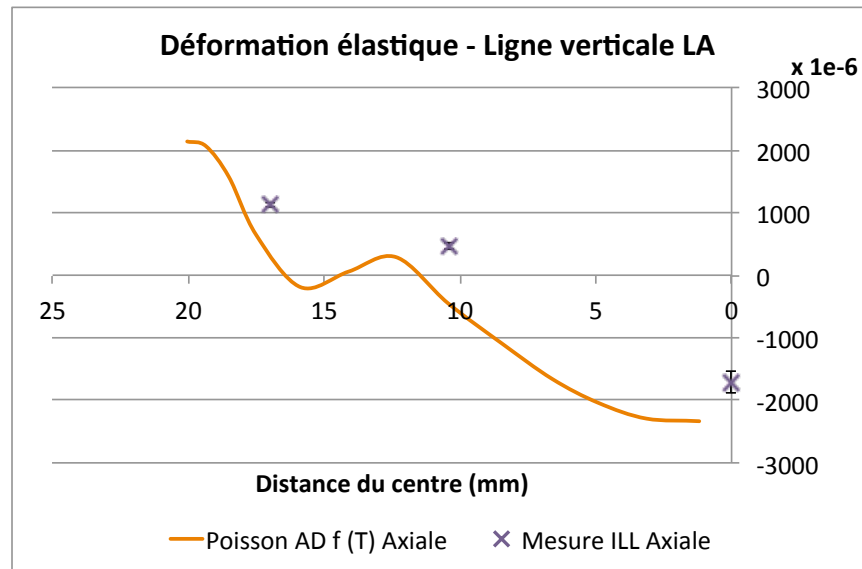
Déformation radiale - ligne LA



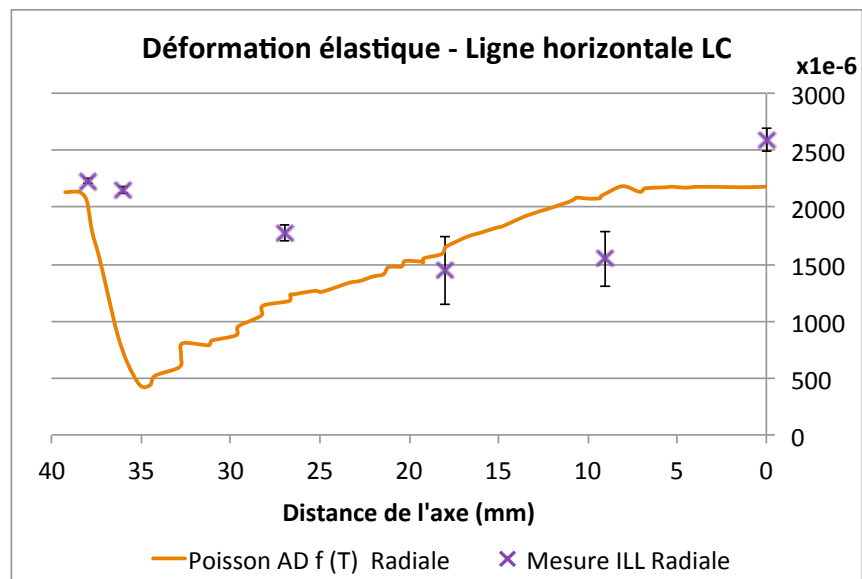
Déformation tangentielle - ligne LA



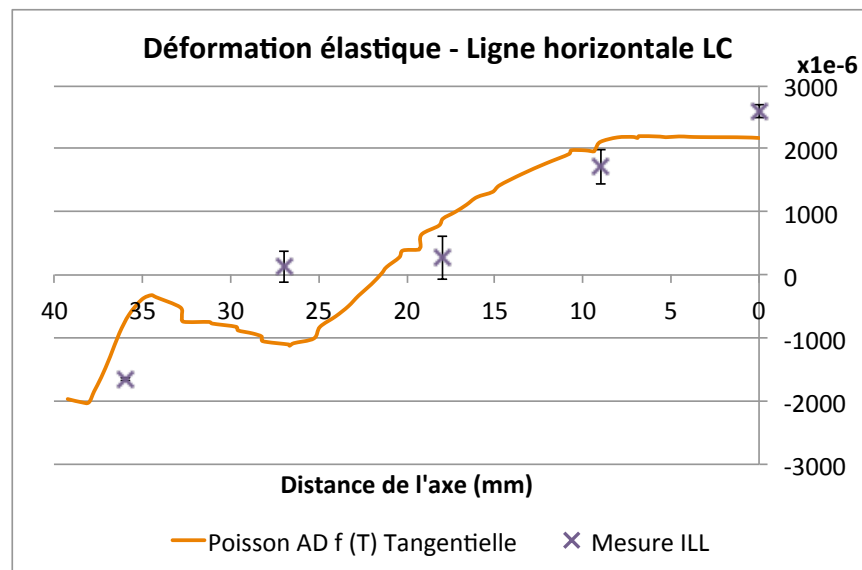
## Déformation axiale - ligne LA



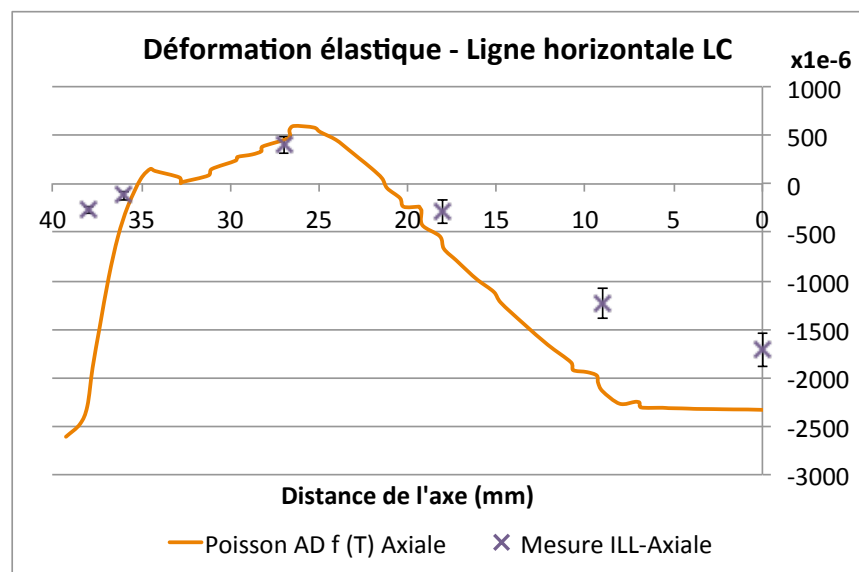
## Déformation radiale - ligne LC



## Déformation tangentielle - ligne LC



## Déformation axiale - ligne LC





## Prise en compte des évolutions de la précipitation gamma prime dans la modélisation du comportement mécanique en traction du PER72® au cours du traitement thermique : application à la prévision des contraintes résiduelles après trempe

Le PER72® est un superalliage à base de nickel élaboré par Aubert & Duval, utilisé pour la fabrication de disques de turbines de moteurs d'hélicoptères. Dans le cadre de son élaboration, l'alliage subit un traitement thermique qui lui confère ses bonnes propriétés mécaniques, mais qui peut aussi être à l'origine de contraintes résiduelles pouvant fragiliser la pièce. L'objectif de ce travail de thèse consiste à étudier le traitement thermique de ce superalliage et proposer des lois de comportement mécaniques afin d'estimer les contraintes résiduelles créées lors de l'élaboration des disques.

Les conditions de traitement thermique sont étudiées. D'une part, l'effet de la vitesse de refroidissement sur les propriétés de l'alliage est investiguée. D'autre part, pour chaque vitesse de refroidissement, la trempe est interrompue à différentes températures pour procéder à des essais mécaniques de traction à chaud. Pour ce faire, un outillage permettant de réaliser le traitement thermique des éprouvettes directement sur la machine d'essai a été spécialement développé. De plus, pour chaque condition d'essai, une caractérisation de la microstructure des éprouvettes post-mortem est réalisée. En particulier, la taille et la fraction volumique des précipités de phase gamma' sont étudiés.

L'objectif premier est de comprendre l'influence des conditions de traitement thermique sur les propriétés mécaniques et la microstructure de l'alliage. Dans un second temps, un lien entre la microstructure et les propriétés mécaniques est discuté. Enfin, un modèle de comportement thermomécanique adapté à la trempe est formulé. Dans sa formulation, ce modèle prend en compte les paramètres microstructuraux identifiés.

Mots clés : Superalliage - PER72 – Microstructure – Traitement thermique – Comportement mécanique

### Consideration of the evolutions of gamma prime precipitation in the modelling of the tensile mechanical behavior of the PER72® during the heat treatment : application in the forecast of the residual stresses after quenching

PER72® is a nickel-base superalloys developed by Aubert&Duval. This alloy is used in helicopter engine turbine disk manufacturing. During the elaboration, a heat treatment provides the alloy his good mechanical properties, but it can also be at the origin of residual stresses that can affect the disk capabilities. The objective of this work is to study the heat treatment and formulate mechanical behaviour law in order to estimate residual stress generated during the process.

The heat treatment conditions are studied. On one hand, the effect of cooling rate on mechanical properties is investigated. On the other hand, for each studied cooling rate, the quench is interrupted at a testing temperature to carry out a tensile test. A special testing device has been developed in order to carry out the heat treatment of alloy specimens directly on the testing machine. Moreover, for each testing condition, the microstructure is characterized. In particular, precipitate size and volume fraction have been measured.

The first objective is to understand the influence of quenching conditions on mechanical properties and microstructure. A link between the microstructure and the mechanical properties is then discussed. Finally, a thermo-mechanical behaviour law is formulated. This model takes the identified microstructural parameters into account.

Keywords : Superalloy – PER72 – Microstructure – Heat treatment – Mechanical behavior