



# Mécanismes de propagation de fissure dans un superalliage base nickel polycristallin en régime d'interaction fatigue-fluage-oxydation-vieillissement métallurgique

Nicolas Mrozowski

## ► To cite this version:

Nicolas Mrozowski. Mécanismes de propagation de fissure dans un superalliage base nickel polycristallin en régime d'interaction fatigue-fluage-oxydation-vieillissement métallurgique. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2020. Français. <NNT : 2020ESMA0010>. <tel-03092324>

**HAL Id: tel-03092324**

**<https://theses.hal.science/tel-03092324v1>**

Submitted on 2 Jan 2021

**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.



HAL Authorization

# THESE

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

Ecole Doctorale :  
Sciences et Ingénierie des Matériaux, Mécanique, Energétique

Secteur de Recherche :  
Mécanique des Solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces

Présentée par :  
**Nicolas MROZOWSKI**

\*\*\*\*\*

## **Mécanismes de propagation de fissure dans un superalliage base nickel polycristallin en régime d'interaction fatigue-fluage-oxydation- vieillissement métallurgique**

\*\*\*\*\*

Directeurs de thèse : Gilbert HENAFF – Patrick VILLECHAISE

\*\*\*\*\*

Soutenue le 02 Octobre 2020

\*\*\*\*\*

### **JURY**

<b>V. DOQUET</b>	Directrice de Recherche CNRS, Ecole Polytechnique, LMS, Paris	<b>Rapporteur</b>
<b>E. ANDRIEU</b>	Professeur, INP Toulouse-ENSIACET, CIRIMAT, Toulouse	<b>Rapporteur</b>
<b>A. HAZOTTE</b>	Professeur, Université de Lorraine, LEM3, Metz	<b>Examineur</b>
<b>D. LOCQ</b>	Ingénieur de Recherche, ONERA, Chatillon	<b>Examineur</b>
<b>A.-L. ROUFFIE</b>	Ingénieure R&T, Safran Tech, Châteaufort	<b>Examineur</b>
<b>G. HENAFF</b>	Professeur, ISAE-ENSMA, Institut P', Poitiers	<b>Examineur</b>
<b>P. VILLECHAISE</b>	Directeur de Recherche CNRS, ISAE-ENSMA, Institut P', Poitiers	<b>Examineur</b>
<b>J. CORMIER</b>	Maître de Conférence, ISAE-ENSMA, Institut P', Poitiers	<b>Examineur</b>



# Remerciements :

Petit avertissement : je ne peux pas faire synthétique. Les écrits sont éternels, et je tiens à ce que tous ces mots durent.

Ces travaux de thèse ont été réalisés dans le cadre d'une collaboration entre **Safran Tech** et le Département de Physique et de Mécanique des Matériaux de l'**Institut Pprime** (ISAE-ENSMA). Je remercie grandement Safran Tech d'avoir permis à cette thèse de se faire, que ce soit par son soutien financier ou son soutien technique et d'avoir fourni suffisamment de matière pour travailler plus que sereinement. Côté encadrement Safran Tech, je remercie **Jean-Michel Franchet** pour son regard d'expert avisé sur l'avancée de mes travaux ainsi que pour sa bienveillance. Un grand merci à **Anne-Laure Rouffié** qui m'aura suivi, soutenu, accompagné pendant ces 4 ans. Tes nombreux retours m'ont permis de mûrir à plus d'un titre et d'aiguiser de nombreux aspects qui me sont propres, tant professionnellement que personnellement. J'ai conscience que tout ceci t'a demandé du temps et de l'investissement, et je te remercie grandement pour cela. J'adresse un chaleureux merci à tous les autres collaborateurs Safran (Tech ou Aircraft Engines) avec qui, aux détours de conversations ou de réunions plus officielles, j'ai pu m'orienter toujours plus efficacement dans mes travaux. Je pense ainsi notamment à **Daniel Galy**, **Stéphane Gourdin**, **Léa Menut-Tournadre**, **Juliette Dumont**, **Clara Desgranges**, **Noémie Rakotomalala** et bien d'autres qui ont tous contribué à leur échelle à la réussite de cette thèse.

Cette thèse s'est aussi déroulée dans un cadre humain et technique privilégié : la **Chaire ANR Safran OPALE**. Une chaire qui voit collaborer Safran, Pprime et le Cemef de Nice. Même si certains taquinaient à raison les doctorants Opaliens sur leur appartenance à ce petit monde à part (*NDLR : prononcer « la Chaire Opale » avec un accent du Sud*), je mesure la chance que j'ai d'avoir pu profiter d'un tel environnement. Je pense notamment aux réunions biannuelles qui non seulement poussent à présenter un travail toujours plus mûr et réfléchi, mais qui sont surtout l'occasion d'échanger avec des personnes d'horizons, métiers et quotidiens différents. Merci **Nathalie** et merci **Marc** du CEMEF pour l'intérêt que vous portiez systématiquement à ce que je présentais, me permettant d'avoir un autre regard sur ce que je faisais, et toujours dans la positivité ! Et puis, la chaire Opale, c'est surtout un joli groupe de doctorants. J'adresse donc une pensée particulièrement affective à mes collègues de Nice : **Anthony**, **Suzanne**, **Malik** ; et mes collègues de promo : **Julien & Alexis** ! Que de bons moments, et que c'était agréable d'échanger tant techniquement que koh-lantament avec vous. Je retiens par-dessus tout une certaine soirée en Auvergne : succulente ! (clin d'œil à **Romane** et **Inès** que j'ai eu le plaisir de rencontrer à cette occasion !). Merci à vous tous.

Je remercie ensuite très vivement les membres du jury qui ont accepté d'évaluer mon travail. Merci à **M. Alain Hazotte** pour votre présidence, et surtout, pour vos remarques utiles & bienveillantes pendant et après la soutenance. Vous avez su créer débats, doutes et remises en question dans certains esprits, et c'est là toute la richesse de l'échange scientifique. Merci **M. Didier Locq**, second examinateur, pour les échanges vifs et intéressants ainsi que pour votre regard précis sur mon travail écrit. Merci à **Mme Véronique Doquet** d'avoir accepté le rôle de rapporteur et d'avoir validé l'ensemble de mes travaux, tant sur les thématiques « métallurgie » que « mécanique ». Enfin, merci à **M. Eric Andrieu** d'avoir lui aussi accepté d'être rapporteur de mon manuscrit. J'en ai été très honoré, d'autant plus qu'il y a cette symbolique : vous êtes celui qui m'a non seulement enseigné la métallurgie il y a de ça déjà 7 ans à l'Ensiacet, mais aussi et surtout, celui qui m'a fait goûter au fun de la métallurgie ! Je n'insisterai jamais assez sur combien il est marquant et riche de croiser la route de professeurs tels que vous, ceux qui ont non seulement la passion de leur expertise, mais aussi le don d'éclabousser de jeunes esprits de cette passion. C'est par vous que la curiosité et le goût de la découverte ne meurent jamais, et c'est par



des professeurs comme vous qu'il est toujours brûlant en moi. Ces mots à l'égard du métier et du rôle de professeur sont d'autant plus sincères que je me serais parfaitement accompli en tant que professeur de physique-chimie, - partie remise, j'en suis convaincu -, et plus encore, que je rédige ces remerciements dans une période particulière. Le corps enseignant est en deuil, en plus de souffrir à tort d'un défaut d'image depuis de nombreuses années. Pour cette raison, je tiens à adresser mes plus grands remerciements et mes plus chaleureuses pensées à tous ces enseignants, tant de matières scientifiques que littéraires ou transversales, pour m'avoir guidé pendant tout mon cursus, et je les remercie de m'avoir donné le goût d'apprendre, le goût de la liberté de penser, de réfléchir, de s'exprimer. Vous permettez aux jeunes de tout âge de grandir, vous le faites avec abnégation souvent, et je pense que vous méritez que ces mots soient dits et répétés. Sans vous tous, je ne serais pas qui je suis, et je n'aurais pas accompli le travail présenté dans cette thèse. Une pensée plus particulière à **Mme Ponnou, Mme Sanchez, M. Pelette, Mme Dau, Mme Carrière, M. Jamin** et tant d'autres.

Je dois maintenant consacrer quelques lignes à mes encadrants académiques, tant officiels qu'officiels. Ils m'ont accordé une belle confiance pendant ces dernières années et m'ont immédiatement laissé l'autonomie et la liberté de me confronter au quotidien de la recherche. Ainsi, merci à toi **Patrick**, pour tes « vas-y j'ai 5 minutes, raconte-moi tout » qui se transforment en 57 minutes d'échanges, tes idées qui partent dans tous les sens et qui permettent d'ouvrir de nouvelles portes, et pour m'avoir galvanisé souvent s'en t'en rendre compte qu'en j'en avais besoin. Merci pour cet encadrement. Merci à toi **Gilbert**, tu m'as embarqué dans le *fabuleux* monde de la fissuration, avec tous ses mystères, ses exigences et ses frustrations. J'ai appris énormément sur le plan technique, mais aussi sur comment aborder un tel projet scientifique. Ta force tranquille m'a permis souvent de me replacer dans une dynamique plus sereine, et je te remercie par-dessus tout de ne jamais m'avoir fait sentir que j'étais illégitime et de peu à peu avoir donné toujours plus de crédit à ce que je proposais. Ça participe énormément à la confiance que j'ai vu grandir en moi pendant cette thèse, et ça me servira pour la suite. Merci encore. Enfin, merci à toi **Jonathan**. Je parlais plus haut de passion qui parfois éclabousse autour de soi, je vais filer la métaphore et dire que de mon point de vue, c'est parfois un tsunami de passion pour ton métier qui s'abat sur ceux qui t'entourent. Je te remercie pour ça, car ça m'a permis de pouvoir profiter de ton expertise folle dans les superalliages, de profiter aussi du temps que tu me consacrais pour me rediriger scientifiquement quand je perdais le bon cap, pour m'aider à rédiger mon premier article ou dépouiller des résultats. Ce fut un réel plaisir d'être au contact d'un homme passionné et passionnant comme toi. Au-delà de l'homme scientifique, tu as su me donner de nombreux retours qui, quoique parfois difficiles à recevoir, ont toujours été sources d'améliorations et d'enrichissements pour moi. Enfin, tu l'as remarqué, j'ai un détecteur de second degré en panne depuis la naissance, et j'apprécie particulièrement que tu aies adapté ton humour amical pour trouver un terrain où j'étais plus réceptif. Ça révèle beaucoup de l'encadrant très humain que tu as été pour moi. Merci à vous trois.

Cette thèse s'est déroulée dans l'équipe **ENDO** du D1 de l'institut Pprime. Et quelle équipe. Merci au secrétariat de cette équipe. **Karine, Brigitte** et plus récemment **Valérie** qui m'aura d'abord découvert sous mon état d'équilibre instable « angoissé sous pression » avant de voir que je peux être plus chill et détente en réalité. Merci à toutes pour le soutien sans faille, les sourires et la bonne humeur jamais absente. Vous êtes des repères essentiels pour les doctorants et je suis heureux d'avoir pu vous compter parmi mes collègues ces dernières années. Merci un peu plus appuyé à toi Karine, tu as dans ta poche un stock infini de coups de pouces à donner ! Tu es une secrétaire en or massif !! Merci **Francine**, gestionnaire de la compta de l'équipe, pour ton aide et ta patience à me réexpliquer une soixantaine de fois quand et comment remplir un ordre de mission, je ne percute pas tout vite parfois. Merci aussi pour tes visites si régulières au B001 qui rappellent combien les échanges entre collègues sont agréables quand ils sont libres et chaleureux. J'adresse aussi un chaleureux merci à **Audrey Veyron** de l'ENSMA avec qui ça a toujours été un plaisir d'échanger, et qui aura permis systématiquement que tout se passe bien administrativement pour moi.

Je n'aurais rien (genre littéralement R) pu faire sans les compétences de la petite équipe usinage du labo. **Laurent, Nicolas, Lucas**, vous m'avez confectionné des éprouvettes aux petits oignons et aucun résultat ne serait ce qu'il est sans votre travail en amont. Merci pour ça, et plus encore, pour votre adaptabilité au moindre petit caprice de dimensions que je pouvais avoir. Merci à toi **Jacques**, bureau d'étude, pour le temps que tu as consacré à m'épauler expérimentalement ; je pense spécialement à cette folle aventure avec les goupilles maudites et autres machines hydrauliques de l'enfer.

Etre dans une si grande équipe de recherche, c'est aussi côtoyer un bien joli nombre d'autres collaborateurs. Merci à tous ceux avec qui je n'ai pas eu l'occasion de travailler, mais avec qui j'ai eu l'occasion d'échanger quelques mots, quelques vanes ou *a minima* des sourires au détour de couloirs. Ça semble futile, mais ça change une atmosphère de travail, et c'est en partie ce qui donne envie de venir travailler ou non. Ainsi merci notamment à **Amélie** (ou Mélanie, je ne sais plus ;)), **Florent, Mikaël, Sylvie, Damien H., Denis, Séraphin, Loïc, Pascal, Véronique, Catherine, Laurence, Fabienne, Diwouel, Mame**.

Je profite de pouvoir coucher sur papier ces remerciements pour m'adresser aussi à **Delphine**, agent d'entretien dans nos locaux. Merci pour ce que tu fais, tu nous permets de travailler dans un lieu agréable et c'est tellement important. Si j'utilise quelques lignes pour toi, c'est que tu as été une source intarissable de sourires et de joie quand on se croisait, et que tu fais partie de ces gens que certains considèrent parfois comme étant « de l'ombre » et que certains ne veulent pas remarquer. Je ne peux m'empêcher de penser à ce jour où tu m'as raconté que des étudiants t'avaient répondu, après avoir sali un lieu, que « c'était à toi de nettoyer, c'est ton boulot après tout ». Je pèse maintenant mes mots... Non. La seule réponse à ceci est : Non. En plus d'être cruel et irrespectueux (et par la même occasion de faire bouillir mon sang), c'est faux. Notre premier job à tous, c'est de veiller les uns sur les autres, de veiller à ce que chacun vive et travaille dans les meilleures conditions possibles. Et ce travail, Delphine, tu le réalises à la perfection. Malgré tout ce qui peut nous différencier, tu m'as encouragé et suivi dans mes péripéties de dernière année et tu as été une véritable soupape de décompression avec qui il était bon de passer du temps. Merci de me rappeler que nous sommes tous dans le même bateau, et que partager de la bonne humeur, ça ne coûte jamais rien.

Je reviens sur l'équipe Endo doucement. Eux, ils ne m'ont pas plus aidé que ça techniquement dans les faits, mais qu'est-ce qu'ils m'ont aidé à garder entrain et sens de la répartition : le binôme de légendes **Azdine et Samuel**. Merci à vous deux, pour les échanges en tout genre, pour le bitchage, pour les débats, pour les pauses, pour vos blagues, et par-dessus tout votre accessibilité et votre aisance à vous mélanger avec les jeunes :P. Vous êtes deux cracks des sciences, mais vous êtes aussi deux collègues extraordinaires avec qui on est toujours content de passer quelques minutes. Le Texas aurait été bien terne sans vous (un petit golf ?) ! Merci aussi à tous les faux plans d'Azdine, ils se comptent en milliers et ont appris à mon cœur à s'endurcir. Puis il y a tous ceux qui m'ont aidé à me former ou à résoudre mes petites galères du quotidien : **David** sur l'EDS et l'ATG, **Médé** pour les fours et la découpe, **Damien** pour mes questions électriques, **Gérald et Cédric** pour l'accompagnement informatique et votre support de qualité. Merci à vous !! :)

Enfin, il y a **Florence et Guillaume**. Vous avez un point commun, avoir subi ce que c'est que de former un Nicolas parfois un peu maladroit, gaffeur, et à qui il faut répéter 3, 4 voire 27 fois les choses pour que ça rentre. Quelle prouesse ! Mais surtout quelle patience !! Je n'aurais pas pu rêver mieux pour binôme de formation. Merci Guillaume pour ta transmission de savoirs et de compétences sur la fissuration. C'est la racine de la réussite de cette thèse. Ça n'a pas été immédiat, mais je suis finalement devenu autonome, et c'est parce que tu as été un formidable prof. Merci pour ton temps, ta bienveillance et ta bonne humeur ! Puis Florence... Ahhh que ces lignes sont compliquées à écrire. Au-delà de ce support technique et de ton indéniable qualité de formatrice qui ont été si essentiels à mon travail, au-delà du soutien émotionnel que tu savais m'offrir quelle que soit la source de ce qui m'a fait flancher, je suis persuadé que nous aurions été meilleurs amis dans d'autres circonstances (avec quelques années d'écart en moins par exemple hehehe ?). Merci pour tout ce que tu m'as apporté Flo, pour tous ces

moments de rire (de fous rires !) et de blablatage, merci d'être venue te déhancher le soir du 2 Octobre (tellement heureux de t'avoir en image dans mes souvenirs de ce moment-là) ! Tu sais, pour résumer ce que tu représentais pour moi pendant cette thèse, je t'invite à imaginer un interrupteur. Un interrupteur qui serait dans mon crâne un peu creux, et qui passe systématiquement sur la position ON quand je te croise, me faisant switcher irrémédiablement sur joie et soleil et lumière, me sortant de mes états bougons, démotivés et un peu ternes. Je ne pense pas que tu aies de difficultés à t'imaginer cet interrupteur, mon visage et ma tonalité de voix exprimaient bien en live qu'il changeait de position ! Merci pour tout Flo. Je le répète, je me souhaite de croiser la route d'autres collègues et camarades faits du même bois que toi.

*C'est bon, j'ai parlé de tous « les adultes » qui ont contribué à ma réussite dans ce travail de thèse. Maintenant, il faut que je passe à un morceau tout aussi conséquent : les enfants. Ceux qui pensent encore, après tout ce que je viens d'écrire, que la thèse n'est pas un travail d'équipe, attendez donc de lire la suite.*

Entre les enfants et les adultes, il y a une espèce un peu particulière : les post-doctorants. Ils sont au nombre de 3 à m'avoir marqué pendant ces 4 années. **Arantxa**, collègue opalienne si riche de savoirs et d'humanité. Merci d'être la personne si joviale, si pugnace, si enthousiaste que tu es. Fue un verdadero placer conocerte ! Il y a **Maxime**, le bavard. Merci Max pour ta présence, ta joie, tes vanes de geek, tes innombrables anecdotes et surtout, ta motivation jamais en berne à aller s'abreuver au houblon ! Et enfin, **Blanche**. Blanchette pour les pas si intimes :P. Team yeux gris à vie meuf, merci pour ton soutien et tes mots quand ça n'allait pas, pour tes conseils, pour ton coaching, mais surtout pour ta présence et ton humour. Je réussirai à te faire découvrir Sommières, j'en suis persuadé ;). Maintenant, au tour des doctorants eux-mêmes (*i.e.* les fameux enfants) ... Des doctorants, il y en a eu toute une tripotée que j'ai eu l'occasion de rencontrer.

Un gros merci tout d'abord à ceux qui sont déjà de grands docteurs accomplis, **Vincent, Aurélien, Amélie P., Fede, Antonio, Julien, Nathan, Gaëlle, Alice, Layla**, je ne retiens que des moments de fun autour d'une bière ou d'un match de volley avec vous et ce fut un plaisir de passer une, deux voire trois années de thèse à vos côtés ☺. Un autre gros merci ensuite à **Emeline**, femme engagée, femme parfois enragée ahah, mais femme marrante et qui pousse à re-réfléchir nos idées que l'on pense acquises. Trois big up à toi, N°1 : merci pour l'ATG !, N°2 : Recettes Pompettes avec Lulu et Loudie <3, N°3 : Bush/McDo aussi avec Lulu ahaha.

Ensuite, il y a ceux qui se sont lancés dans l'aventure PhD après moi, et qui m'ont vu rouler ma bosse cette dernière année : **Happy, Quentin** (*heureusement qu'on coinchera pas plus, je suis déjà traumatisé, vieux bobo*), **Romain Bordas, Wessem** (*echkourouk !*), **Anas** (*merci pour ce fabuleux totem miniature, quel talent !*), **Allah** (*le soleil du labo*), **Anil, Prasad** ! Merci à tous de contribuer à un environnement de travail serein et agréable ☺. Merci à **Romain Barbière** de ne pas m'avoir fait tomber de la barque, j'ose espérer que de ton côté, tu me remercieras le jour venu pour tes côtes cassées en Janvier 2019 ;) ! Merci à mon collègue opalien **Marco**. Bientôt libéré mon gars ! C'était un plaisir de t'avoir comme coéquipier superalliage et de te voir devenir fou pour des patates françaises. Merci pour ton flegme inimitable sur les terrains de volley, un pur délice ahahah ! Puis merci à ceux qui sont encore des nouveau-nés pour moi : **Julie** (*on va enfin te laisser vivre d'amour et d'eau fraîche tranquille, on s'en va avec Lu :P*), **Florent** (*futur grand de l'ASMR eheh*) et **Maxime** (*ravi de t'avoir initié aux joies de l'Eurovision et d'avoir pris des dérouillées phénoménales à la coinche ensemble ahah, merci pour ta chillness, ton goût pour les moments de groupe et ton hospitalité folle !*). Un merci spécial au nouveau-né topazien, le casse-cou à l'humour si légèrement taquin, expert en « comment contrecarrer une déplétion alcoolémique à base d'embuscades ? », j'ai nommé **Guigui**. Ça, c'est pour toi mon ptit :

*Sosie de feu Louis, dont j'ai pris la relève,  
Tu es finalement mon premier héritier.  
Adeptes de la vanne dès que le jour se lève,  
Adeptes de la bière dès le soleil couché.*

*Un beau matin d'été, du haut de ton mètre vingt,  
Tu m'as soudain lancé avec grande défiance  
Que je devrais caler quelques alexandrins  
Pour finir avec brio une certaine soutenance.*

*Et puisqu'à ce challenge j'ai brutalement failli  
Alors je me rattrape afin de rester digne.  
Je prends ainsi le temps, vois-tu petit Guigui,  
Pour ces remerciements à jamais dans ces lignes.*

Merci pour ces moments, camarade de superalliages, j'espère qu'il y en aura masse d'autres. Et merci à toi et Max pour ce totem d'immunité juste par-fait <3.

J'en ai déjà parlé plus haut, il y a un espace de travail en particulier qui a fait ma thèse : le bureau du B001. Open space de 9 personnes, on sent là, déjà, que ça ne peut pas être tranquille. Il me faut donc faire une grosse dédicace à tous ceux qui auront su (ou pas) supporté mes nooombreuses plaintes, mes raleries, mes chantonades et mes décors de Noël envahissantes.

Je suis arrivé dans une petite famille sans qui je n'aurais pas pu prendre si vite mes marques et si vite me sentir à ma place. Ainsi merci aux plus vieux de tous, **Bibé, Louis, Amélie et Elodie**. Entraide, débats (quelle présidentielle enflammée !), topito du jour, FunFact Eurovision, batailles de nerfs. J'ai peut-être essuyé vos vanes pourries pendant quelques mois (triste vie), mais j'ai été heureux d'atterrir parmi vous et de voir que jusqu'à la soutenance, en visio, vous étiez avec moi <3. Merci Amélie pour ton bureau, à Louis pour ton travail en amont qui m'aura biiiii aidé, et à Loudie pour l'ATG, la rigolade, les débriefs TVesques et ton soutien sans faille (et courage pour ton nouveau boulot de Maman :D). J'ai passé ensuite encore plus de temps avec d'autres membres du B001. Merci à **Sélim**, à **Ravi** pour votre paisibilité, vous êtes deux formidables gars et sans vous la guerre aurait éclaté dans ce bureau ahah. Merci **Marina**, on en a bavé ensemble, mais je retiens surtout nos petites taquineries et les brefs cours d'italien (*STOmaco !!*). Ne t'arrête jamais de t'émerveiller sur les bébés cochons ahah ! Tu as souvent été la personne qui me calmait quand j'étais affolé, merci Mama Marina ! Thank you **Mahak**, for being such an inspirative woman, creative, deep, caring, yet sometimes a bit stubborn and angry ahaha. But hey, one day of shopaholism and you're back on the track of joy ;). I absolutely cherish the discussions and debates we had (and the ones I saw between you and Calvo from an audience point of view mouhaha). Thank you my Cashmeery Volleyball Painter Queen ! Je ne peux pas remercier Mahak sans automatiquement penser à mon compagnon de thèse : **Giuseppe alias Giugiu** <3 (je sais que tu adores cette transition). Depuis ton arrivée jusqu'à ton départ, j'aurais été dans tes environs pour ton plus grand bonheur. Tu es le Yin à mon Yang et c'était écrit qu'on devait être dans le même bureau pour éviter une fin du monde trop précoce. Merci pour ton soutien, pour ton esprit vif, pour ton français suffisamment élaboré pour que tu puisses m'envoyer des tacles glissés, merci de nous avoir gardé en forme avec le volley, merci d'avoir été patient à Noël quand je décorais meubles/fenêtres/sapin, merci d'être mon ami. Je n'aurais pas rêvé mieux que de soutenir en sandwich entre toi et... **Françouuuuz**. Ahhh François, mon voisin de bureau du 1<sup>er</sup> jour. On en a vu passé aussi ! Mais toujours dans la sérénité et l'entraide. Fier de ce que tu as fait et fier d'avoir pu te côtoyer tant de temps. Tu as été un repère de fiabilité et de remontage de moral, toujours prêt à parler, rire et me faire rire, boire un coup ou jouer. Un vrai Sam de la thèse ahah. Merci Françouz. Il y en a deux autres qui m'ont supporté longtemps aussi : **Satoshi et Adèle**. Bientôt la fin pour vous, vous avez assuré :D. Merci Satoshi d'être si patient, si humble et d'avoir supporté sans jamais broncher mes plaintes quotidiennes. You're one of a kind of a

guy and I am pleased to have been one of your co-office colleagues! Adèle, toi aussi tu as su rester solide face à mes humeurs et mon humour parfois piquant. Ma voisine depuis *ton* premier jour. Partenaire de la team Blonde, du Sud comme du Nord, et surtout, ma compatriote opalienne superalliages. Merci pour ta patience à toi aussi, et pour m'avoir écouté si souvent sur des sujets où tu étais l'une des seules à pouvoir m'épauler. Tu ne le sais pas, mais tu as sauvé ma thèse un jour de Juin 2019 ;) . Bon, un seul regret à ses 3 ans : ne pas t'avoir converti à mes goûts musicaux hahaha. Merci pour ces années Adèle ! Pour terminer avec le B001, merci aux tout nouveaux arrivés **Mélanie, Tiphaine, Natan** pour cette année un peu tronquée passée ensemble. J'espère ne pas vous avoir fait trop peur ahah ! Je vois que la relève est assurée aussi avec **Salva et Julien** ! Un conseil, entraidez-vous, veillez les uns sur les autres, échangez, c'est une force et une chance que d'être entouré d'un tas d'autres camarades aux compétences et personnalités différentes et je vous souhaite de terminer avec la même saveur du B001 que celle qui me reste en bouche après 4 ans.

Petit intermède pour remercier tous les doctorants qui ont fait partie d'une **ATEM** (association des thésards). C'était l'occasion de se réunir autour de tant d'activités, repas et moments de folie !! Merci en particulier à mes collègues de la Team ATEM 2017, best année de thèse grâce à vous. Paëlla, ménage, chants et danses, superhéros fictifs, TEASER ahahah, bref... gros paquet de souvenirs ! J'en profite immédiatement pour remercier 3 membres de cette team qui ont été de fabuleux camarades de promo : **Sami** l'Anaconda, **Paul** l'InstronMan à qui j'ai failli faire péter quelques plombs, force tranquille qu'il est, et **Caroline** SuperBiblio. Réel plaisir que d'avoir passé 3 ans à vos côtés :).

Pour terminer sur mes rencontres Poitevines, il y a un petit groupes d'autres doctorants avec qui j'ai eu l'occasion de passer du temps à nouer des liens, et ce jusqu'en dehors du labo. Mieux encore, ils ont été mes bouffées d'oxygène quotidiennes pendant ces confinements de 2020, et pour ça merci.

Alors, ils sont nombreux les camarades superalliages, mais ils sont beaucoup beaucoup moins nombreux les camarades « propagation de fissure »... Ma douce **Sarah**, te voilà donc seule représentante de ce statut maintenant !! Je compatiss tellement meuf, sache-le. Je ne compatiss pas autant que toi quand tu me vois prendre du poids après un double séjour aux States, mais je compatiss ahaha. Merci pour tes petites blagues, ta présidence folle à l'ATEM à tiques, ton sourire quand on se reconnaît dans notre évolution au contact de Gilbert, ton pull rideau, ton amour pour la bouffe <3 et plus spécifiquement, pour tes valeurs. Courage pour la fin ! T'es une femme solide et j'ai pleinement confiance en toi !! **Samuel**, jumeau défenseur des outsiders et des causes perdues, merci pour tous ces moments de rires, de coinche, d'anecdotes, de boissons. Je me reconnais souvent en toi, plus spécialement dans tes instants d'empathie exacerbée, et j'espère que tu ne changeras pas un brin à ce niveau ! C'est à mon sens absolument précieux. Merci de m'avoir tracté pour le MudDay 2019 et heureux d'avoir découvert tes talents d'ASMRtiste guttural hors pair ahaha ! Ensuite, il y a le rayon de soleil de mes journées embrumées : **Luciana**. Si j'avais un jour à avoir des acouphènes chroniques et qu'on me laisse choisir le son qu'on entend, je choiserais sans hésiter ton rire ! Celui que tu as quand tu ris à mes blagues nulles, quand on se plaint de la thèse, quand tu me vois me chamailler avec Azdine ou quand je te sors hors contexte « cracuda » ahaha. Merci d'avoir mis de la chaleur dans le quotidien d'un sudiste exilé, tu es une boule de bonne énergie fantastique. Obrigada, sol ardente Luciana ! Y en a un d'ailleurs qui a pris un vilain coup de soleil, et c'est pas étonnant, il a la même peau que moi : **Cyril, alias Président, CleanMaster ou... Nico** ahahah. Outre la ressemblance physique qui en a fait vaciller plus d'un (Coucou Patrick !), on a aussi en commun ce goût bien prononcé de la compé', même si on l'incarne différemment :P. Redoutable à la coinche, encore plus redoutable au badminton (j'ai un % de victoire d'environ 15,3% pour dire ahah), redoutable d'efficacité dans la gestion de ces troupes Team ATEM, j'ai finalement eu ma victoire quand je t'ai vu accroché à ma passion eurovisionesque ! Bon en vrai, le mieux de tout ça c'est de se prendre une dérouillé en binôme sur Fortnite ;) ! Merci pour tous ces moments Cyrilou. Tu es un modèle d'abnégation sur tant domaines mais ça ne t'empêche pas d'être un ami avec qui on crée des souvenirs (le pain-vin-fromage du scandale au labo, aïe ahah). Puis il y a **Clément**,

le Clems, collègue lui aussi éperdu par la fissuration, camarade de montée de Grand'Rue. Si Giugu est mon Yin, tu es sans nul doute mon antéchrist du labo ahaha ! Merci de montrer qu'on peut tisser des liens mêmes avec ceux qui sont si différents de nous-même (et je ne parle pas que de la pilosité crano-faciale). Merci pour tes carry à la play, pour tes astuces infinies sur tout et n'importe quoi, pour avoir tant de fois repousser tes heures de coucher pour passer un peu plus de temps avec nous, avec moi. Tu es l'incarnation de la générosité désintéressée, l'ami « couteau-suisse » qu'on aimerait tous emporter avec nous, partout. Tu me fais baliser à chaque fois que tu ne veux pas compter les points à n'importe quel fkin game, mais tu auras été l'inventeur du jeu des chansons et pour ce concept, je te pardonne tout. Même d'être un Violet sans âme ni émotion ahaha. Merci Clemsouille. (Oh ! et big up à Océcé, heureux de l'avoir eu en soutien physique le jour J !!). Jamais deux sans trois blonds, je passe donc à ma petite **Coline..** Rapprochés par la passion du hand et notre binôme siamois à la coïncidence, j'ai appris à découvrir autant une monstresse de témérité et de labeur qu'une véritable amie en toi, et ce même si j'aime te taquiner quand je vois que tu es trop fatiguée et que je devrais me taire ahah. Merci d'être une partenaire de parlotte et de brief en tout genre hors pair, ça m'a fait un bien fou ces deux dernières années de savoir que si j'avais besoin d'une oreille pour m'écouter, je pouvais toujours venir te chercher (box de gauche à droite ahah). Tu fais partie de ces rares personnes qui n'oublient jamais de demander des news, qui s'enquêtent immédiatement de savoir comment ça va ou comment telle ou telle réunion s'est passée. Tu ne t'en rends peut-être pas compte, mais ça a énormément joué sur mon bien-être :). Merci ma Colcol. Merci d'être mon amie, pour longtemps j'espère.

En parlant de personne qui se fiche complètement de ce que je faisais au quotidien, je termine ce pan de remerciements « doctorants » par une personne bien... spéciale à mon cœur (je sais que tu n'aimes pas cette entrée en matière mais c'est moi qui décide ahaha). Vous savez, la langue française est riche. Riche de vocabulaire, de figures de style. Mais parfois, il y a des lacunes. Ainsi, pour parler de cette personne et de l'état dans lequel elle me met, je ne peux le faire qu'en définissant un nouveau mot : *amireux*. Cet état intermédiaire entre amitié et amour, l'amir donc, où il y a plus que de l'amitié, mais un chouilla moins que de l'amour. Un amour amical en somme. Merci ainsi à **Lucille** de m'avoir fait découvrir ce qu'est l'amir. Au début tu étais l'Annexe la plus importante de mon début de thèse, puis tu as terminé en mon socle sans qui je n'aurais peut-être pas été au bout de l'aventure. Merci pour tout Lulu. Merci d'être si mauvaise joueuse mais d'aimer être tous ensemble pour jouer, merci d'être si libérée, merci de m'avoir rejoint chaque année dans la folle épopée de l'Eurovision (et tu sais combien ça me touche), merci pour ces fous rires qu'on ne peut plus compter. A toi, Dj Polichieuse, partenaire de badminton, merci pour les soirées qui finissent parfois mal (tapis guigui, alakazam, Gala 2017 et tellement d'autres) et toutes celles qui finissent bien. Merci pour le soutien de tous les instants qui a parfois été ma seule bouée qui me maintenait à flot (même quand il s'agissait de remarquer que mes images sont mal contrastées le jour de mon impression ahah). Merci d'être cette femme qui, sous une carapace de rires et de jemenfoutisme, est une femme chaton sensible qui sait se poser des questions et s'ouvrir à l'inconnu. Tu es ma plus belle rencontre de cette thèse et je me félicite d'avoir choisi ce chemin juste pour le fait de t'y avoir croisée et d'avoir continué sur le même sentier que toi. On a souvent songé à faire la thèse à deux et à tous les plans B d'après thèse qu'on pourrait faire capoter, mais la vérité est là, on a bien fait cette thèse à deux Lucille. Tu as été ma famille pendant 4 ans. Merci ma Lulu.

*Oh, et je n'peux finir sans te dédier aussi*

*Quelques vers à écrire, tu es bien trop jalouse.*

*S'il te plaît mon amir, écoute bien ce qui suit,*

*Pour le meilleur, le pire, permet donc que j't'épouse.*

Je pense que ça se comprend aisément, je garde une place chaude dans mon cœur à l'amitié. Mes amis, ils sont ma deuxième famille, celle qui est éparpillée un peu partout et qui me permet de suspendre le temps l'espace d'une soirée, d'un week-end. Ainsi, je tiens maintenant à remercier mes amis hors

Pprime en commençant par celles que j'ai rencontrées à l'A7 et qui font toujours partie de ma vie, même à distance. Merci à mes copines doctorantes qui ont toutes brillamment réussi et avec qui j'espère un jour trinquer à je ne sais quoi tant qu'on est ensemble : **Sarah, Laurane** (*quel kiff et quel régal de t'avoir eu au Texas ahaha !*), **Manon, Isabelle**, et ma belle et unique lèch'unVierge **Pauline**. Merci aussi à mes petites toulousaines non doctorantes **Laure et Paula** (*vite que je puisse lire ton livre et enfiler un costume 3 pièces fait main <3*).

Puis il y a deux groupes d'amis qui font que je suis un homme chanceux qui a 3 familles au total... Un groupe du Nord, un groupe du Sud...

D'abord, un immense merci à ce petit groupe de l'A7 duquel je suis resté particulièrement proche : mes nordistes adorés **Léna, Julia, Léanna, et mes frères que je n'ai jamais eu Fx et Mathieu**. Être avec vous, c'était mettre entre parenthèse le boulot et stopper littéralement tous les rouages du cerveau ahah. Et ça m'a fait un bien fou, que ce soit pour mes virées sur Lille à danser sur du Latino jusqu'à pas d'heure, les escapades en Dordogne ou sur l'île de Ré, les jours de l'an enflammés. Merci d'être mes amis et n'arrêtez jamais de me prendre pour un débile ahahaa, ça me va bien ;). Oh et mon Mathieu, un jour on le fera ce koh-lanta, un jour !!

Elles aussi elles sont non-doctorantes et elles ont certainement eu parfois du mal à comprendre dans quoi je m'étais embarqué. Pourtant je leur dois énormément. Bien plus qu'elles ne l'imaginent. Bientôt 10 ans qu'on se connaît et qu'on se parle presque tous les jours avec **ma ptite Mifa du Sud, Dede, Fox, Ricky, Mau et Manoun <3** -, tu m'étonnes que dès que j'étais d'erns je courrais vers elles pour m'évader et m'apaiser ! J'attendais mes retours au bercail à chaque fois avec une impatience folle parce que je savais que j'allais vous retrouver et qu'on allait se taper des barres de rires monumentales et se pisser en deux ! Je vous aime fort et merci à vous d'avoir été là sans jamais flancher. Startrek ma mif !

Rentrer dans le sud, c'était aussi retrouver ma famille biologique.

A ma sœur que j'aime fort malgré les petites batailles entre nous qui font toutes les relations frère-sœur. Merci d'avoir été attentive à ce que je faisais, merci d'être un ciment pour la famille, un genre de corde sous tension qui est plus solide que toi-même tu ne le penses. Tu es une adulte robuste Lulu, et je suis heureux d'avoir pu compter sur toi ces dernières années. A mon papa que j'aime fort malgré son léger scepticisme sur quelques petites choses ici et là ahah. Merci de me soutenir dans n'importe quel choix de vie que je fais, tant personnel que professionnel. Merci d'être un solide roc sur lequel je peux m'appuyer et d'être ce filet de sécurité toujours bien placé au cas où je chute. Je suis un boulanger en matériau, l'héritage est bien assuré ;). A ma maman que j'aime fort bien qu'elle n'ait eu de cesse de vouloir me faire sortir à distance tous les jours de confinement et de croire que je pouvais être viré parce que j'avais raté un essai ahaha. Mais je le comprends, c'est ton rôle de mère de t'inquiéter et de vouloir me préserver. Et tu l'as fait à la perfection. Je ne me suis jamais senti seul, malgré tes propres difficultés, tu étais avec moi chaque jour de thèse et je te remercie d'être là, avec moi et pour moi. Merci à ma famille.

Une grosse pensée à ma tata et à ma voisine Michelle (*toujours présentes pour s'enquérir de ce que je fais et si je vais bien !*), à mes cousins Fanny et Romain avec qui j'espère un jour pouvoir enfin trinquer ahah !!

Enfin, merci à toi qui te reconnaîtra. Tu ne connaissais rien à mon monde et tu as malgré tout écouté, soutenu, quels que soient mes états, quelles que soient les difficultés que je rencontrais. Sans toi, cette thèse serait bien bieeeen différente et sache qu'il y a de toi dans ce manuscrit, beaucoup de toi. Sashay away très fort **Bilette**, merci pour tout ce que tu m'as donné sans jamais exiger que je te rende. A mon tour de te soutenir dans cette aventure dans laquelle tu viens de t'embarquer et dans laquelle je te vois déjà mûrir à une vitesse folle.

(et merci à ta maman pour tous ces moments de convivialité et de m'avoir permis de manger si souvent autre chose qu'un sandwich les lundis matins ahah, tout ceci a rendu mon quotidien plus agréable !)

Je termine avec un merci à mon petit chat **Martin** que j'ai adopté après 1 an de thèse, tes ronrons réconfortants étaient le meilleur moteur pour rédiger eheh.

*J'aurais pu écrire un roman sur tous ces gens mais je me suis freiné,  
et que ça fait du bien de ne pas être dans la synthèse de ses émotions 😊*

A Mme Dau, ma professeure de philosophie de terminale qui,  
alors que je lui demandais de ne pas trop attendre de moi car ses attentes m'angoissaient,  
me répondit d'une lettre qu'elle terminait ainsi :

*Ce qui est fortifiant dans la vie, ce ne sont pas les attentes des autres, une fois qu'on est rassuré qu'ils en ont à notre égard,  
mais c'est d'exiger de soi-même d'être au plus près de ce qu'on croit valable.  
Repartez de vous et ne vous quittez pas,  
faites vous la surprise de ne pas être où l'on vous attend, toujours un peu en avance,  
ni prévisible ni introuvable.*





# ***TABLE DES MATIERES***

*Au fond, on ne sait que lorsqu'on sait peu ; avec le savoir croît le doute.*  
Johann Wolfgang von Goethe

<b>Table des Matières du Manuscrit.....</b>	<b>i</b>
<b>Table des Acronymes.....</b>	<b>vi</b>
<b><u>Introduction générale.....</u></b>	<b>1</b>
<b><u>Chapitre I : Etude Bibliographique.....</u></b>	<b>9</b>
<b>I.A. Les superalliages <math>\gamma/\gamma'</math> base nickel : Généralités et évolutions microstructurales à hautes températures.....</b>	<b>13</b>
I.A.1. Les superalliages $\gamma/\gamma'$ base nickel et leur microstructure.....	13
I.A.2. Le vieillissement de la précipitation $\gamma'$ à haute température.....	21
I.A.3. Oxydation des superalliages base nickel à haute température.....	37
<b>I.B. Propagation de fissure à haute température dans les superalliages base nickel.....</b>	<b>44</b>
I.B.1. Outils d'analyse de la propagation de fissure.....	44
I.B.2. Propagation de fissures longues à haute température dans les superalliages base nickel.....	58
I.B.3. Travaux de Loyer-D. <i>et al.</i> et C. Carbou : Ralentissement de la propagation de fissure à niveaux de $\Delta K$ croissants.....	67
<b>Bilan du Chapitre I.....</b>	<b>71</b>
<b><u>Chapitre II : Matériaux et Méthodes Expérimentales.....</u></b>	<b>73</b>
<b>II.A. Techniques de caractérisation.....</b>	<b>77</b>
II.A.1. Préparation des échantillons.....	77
II.A.2. Techniques de microscopie.....	80
II.A.3. Analyse d'images.....	82
II.A.4. Analyse Thermo-Gravimétrique (ATG).....	84
<b>II.B. Moyens d'essais mécaniques.....</b>	<b>85</b>
II.B.1. Essais de traction et de relaxation.....	85
II.B.2. Essais de fatigue.....	86
II.B.3. Essais de fissuration.....	87
<b>II.C. Le matériau d'étude superalliage base nickel AD730™ : microstructures de référence (t=0h).....</b>	<b>90</b>
II.C.1. Microstructures Gros Grains.....	90
II.C.2. Microstructures Gros Grains.....	90
II.C.3. Microstructures Grains Fins.....	100
<b>Bilan du Chapitre II.....</b>	<b>103</b>

<b>Chapitre III : Propagation de fissures à 750°C.....</b>	<b>105</b>
<b>III.A. Stratégie expérimentale et représentation graphique.....</b>	<b>109</b>
III.A.1. Matrice d'essais principale et préfissuration.....	109
III.A.2. Représentation graphique des vitesses de propagation sur un graphe $da/dN$ vs $\Delta K$ .....	114
<b>III.B. Propagation de fissure dans l'AD730™ « gros grains » G.....</b>	<b>116</b>
III.B.1. Calibration du polynôme de suivi de DDP.....	116
III.B.2. Résultats issus de la matrice d'essais principale.....	117
III.B.3. Résultats des essais complémentaires de compréhension.....	127
<b>III.C. Propagation de fissure dans l'AD730™ « grains fins ».....</b>	<b>134</b>
III.C.1. Conditions d'essais et préfissuration.....	134
III.C.2. Essais « 10-0-10 ».....	135
III.C.3. Essais « 10-300-10 / $\Delta K_i = 22 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ».....	137
III.C.4. Essais « 10-300-10 / $\Delta K_i = 14 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ».....	137
<b>III.D. Distinction entre propagation « cyclique » et « par fluage ».....</b>	<b>139</b>
<b>Bilan du Chapitre III.....</b>	<b>142</b>

<b>Chapitre IV : Vieillissement des précipités <math>\gamma'</math> de l'AD730™ à 750°C.....</b>	<b>143</b>
<b>IV.A. Vieillissement statique de la précipitation <math>\gamma'</math> fine.....</b>	<b>148</b>
IV.A.1. Mise en évidence du vieillissement $\gamma'$ par imagerie FEG et distributions en taille de particules.....	148
IV.A.2. Grandeurs caractéristiques des populations de précipités $\gamma'$ et lois cinétiques empiriques.....	154
IV.A.3. Comparaison entre zones intra- et inter- granulaires.....	160
IV.A.4. Schémas et tableau récapitulatifs.....	163
<b>IV.B. Vieillissement des précipités <math>\gamma'</math> en fatigue à 750°C.....</b>	<b>164</b>
IV.B.1. Démarche expérimentale et matrice d'essais.....	164
IV.B.2. Identification de lois cinétiques empiriques pour la condition « $R_e = -1$ / 10-0-10 / $\epsilon_{\text{max}} = 0.2\%$ ».....	166
IV.B.3. Identification des paramètres mécaniques contrôlant le vieillissement en conditions de fatigue à 750°C.....	170
<b>Bilan du Chapitre IV.....</b>	<b>178</b>

<b><u>Chapitre V : Rôles des interactions fatigue-fluage-oxydation-vieillessement sur le comportement en propagation de fissure.....</u></b>	<b>179</b>
<b>V.A. Comportement de la microstructure « gros grains » G lors d’une exposition statique à 750°C.....</b>	<b>184</b>
V.A.1. Vieillessement statique à 750°C de la microstructure $\gamma'$ type « gros grains » G.....	184
V.A.2. Oxydation statique à 750°C de la microstructure type « gros grains » G.....	191
<b>V.B. Mécanismes physico-chimiques responsables d’une propagation de fissure type « Domaine I ».....</b>	<b>199</b>
V.B.1. Conditions d’essais conduisant à un Domaine I.....	199
V.B.2. Contributions des mécanismes de fluage, oxydation et vieillessement microstructural.....	202
V.B.3. Effets d’écrantage en relation avec la structure granulaire.....	225
<b>V.C. Transition Domaines I/II et analyse du Domaine II.....</b>	<b>230</b>
V.C.1. Paramètres d’essais gouvernant la valeur du $\Delta K$ de transition.....	230
V.C.2. Propagation de fissure dans le Domaine II.....	233
<b>Bilan du Chapitre V.....</b>	<b>237</b>
 <b><u>Conclusions générales et Perspectives.....</u></b>	 <b>239</b>
 <b>Références.....</b>	 <b>247</b>
<b>Annexes.....</b>	<b>267</b>

## Table des Acronymes

$\gamma$	Phase de matrice gamma
$\gamma'$	Phase de précipitation gamma prime
$\Delta K$	Différence de facteur d'intensité des contraintes, initial, effectif/ efficace
$\Delta K_i, \Delta K_{eff}$	$\Delta K$ initial, effectif/ efficace
$\varepsilon$	Déformation
$\sigma$	Contrainte
$a$	Longueur de fissure
ATG	Analyse ThermoGravimétrique
BSE	Back-Scattered Electrons
CFC	Cubique à Faces Centrées
CT	Compact Tension
CTOD	Crack Tip Opening Displacement
DDP	Différence De Potentiel
DE	Dynamic Embrittlement
DS	Densité Surfactive
DTP	Distribution en Taille de Particule/Précipité
EDS	Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy
FEG	Field Emission Gun
FIC	Facteur d'Intensité des Contraintes
FS	Fraction Surfactive
$K, K_{max}, K_{min}$	Facteur d'intensité des contraintes, maximal, minimal
$k$	Coefficient cinétique
MEB	Microscope Electronique à Balayage
MELR	Mécanique Elastique à La Rupture
$N$	Cycle
$P, P_{max}, P_{min}$	Charge appliquée, maximale, minimale
PF20, PF450	Pré-fissuration à température ambiante, à 450°C
$R, R_0$	Rayon équivalent moyen de précipité à l'instant t, initial
$R_\varepsilon, R_\sigma$	Rapport de déformation, de contrainte
SAGBO	Stress Assisted Grain Boundary Oxidation
SE	Secondary Electrons
$t$	Temps
$V$	Potentiel
$W$	Ligament total à fissurer
$ZP_m, ZP_c$	Zone plastifiée monotone, cyclique

# ***INTRODUCTION GENERALE***



*Let the Eurovision Song Contest begin!*  
Eurovision Host every May of every year

Les travaux de thèse présentés dans ce manuscrit ont été réalisés à l'Institut Pprime de Poitiers, en collaboration avec la société Safran Tech du groupe Safran. Ils sont intégrés à la chaire ANR Safran OPALE, chaire industrielle financée par l'ANR et le groupe Safran, et dont l'Institut Pprime et le CEMEF (Centre de Mise en Forme des Matériaux de Sophia Antipolis) sont les partenaires. Les objectifs de cette chaire portent sur l'optimisation des propriétés de superalliages à base nickel polycristallins par le contrôle de la microstructure issue de la mise en forme.

Les superalliages base nickel sont des matériaux ductiles réfractaires très largement utilisés dans le domaine aéronautique, en particulier pour les applications tournantes de type disques de turbine notamment du fait de leurs bonnes propriétés mécaniques à des températures dites « intermédiaires » de l'ordre de 500°C-700°C. Les travaux de thèse présentés dans ce manuscrit portent sur la propagation de fissure dans un superalliage base nickel en régime d'interactions fatigue-fluage-oxydation-vieillessement métallurgique.

Pour bien appréhender notre problématique de thèse, une première mise en contexte technique est nécessaire.

L'étude de la propagation de fissure dans les superalliages passe par des campagnes d'essais cycliques desquels sont *in fine* déterminées des courbes de vitesses de propagation. Ces vitesses sont décrites communément en considérant la différence de facteur d'intensité des contraintes  $\Delta K$ . Classiquement, les vitesses de propagation augmentent avec la valeur de  $\Delta K$ . Les courbes de propagation permettent de rendre compte de la résistance à la propagation du matériau considéré. Un point crucial sur lequel il faut insister est que chacune de ces courbes correspond à une réponse globale gouvernée par un ensemble de paramètres liés aux conditions de chargement mécanique mais aussi à des mécanismes physico-chimiques interdépendants. Il est en effet nécessaire de considérer :

- les **mécanismes d'endommagements mécaniques** : endommagement de fatigue dû à la répétition d'un certain nombre de cycles, endommagement de fluage s'il y a introduction d'un temps de maintien (fatigue-fluage) ;
- les **mécanismes d'endommagements « environnementaux »** tels que les phénomènes d'oxydation pour des essais réalisés sous air ;
- l'**état microstructural initial** du superalliage : taille de grains, état de la précipitation, présence de phases secondaires telles que les carbures, hétérogénéités de chimie locale, etc. ;

- les mécanismes de **vieillissement métallurgique** à hautes températures qui impliquent des changements progressifs de la microstructure au cours du temps : dissolution d'une population de précipités, précipitation de nouvelles phases secondaires, etc. ;
- les **phénomènes d'écrantage en pointe de fissure (*shielding*)** : tels que la fermeture de fissure ou l'émoussement plastique de la pointe de fissure ;
- l'histoire de chargement *via* la **stratégie d'essai** choisie : valeur de  $\Delta K$  croissante ou décroissante au cours de l'essai, niveau initial de chargement, type d'éprouvettes, longueur initiale de fissure, procédure de préfissuration, etc.

La littérature relative à la propagation de fissures est abondante. Pour des températures comprises entre 500°C et 800°C, on retrouve que les vitesses de propagation sont généralement plus élevées sous air que sous vide, avec en cause l'effet délétère de l'oxydation. La tendance observée est identique lorsqu'un temps de maintien à charge maximale est introduit pour s'approcher de conditions de chargement plus réalistes, révélant l'effet endommageant des processus de fluage.

Certains résultats moins classiques doivent cependant être relevés.

Dans les travaux de Loyer-Danflou et Carbou par exemple, un phénomène inattendu a été décrit [Loyer-Danflou *et al.*, 1993][Carbou, 2000]. Etudiant la propagation de fissure en fatigue-fluage à 750°C dans l'Astroloy, ils se sont aperçus qu'en ne faisant varier que la valeur de  $\Delta K$  appliquée en début d'essai ( $\Delta K_i$ ), les essais **sous air** ne conduisaient pas systématiquement aux mêmes courbes de vitesses de propagation. Non seulement l'essai à faible valeur de  $\Delta K_i$  entraînait une diminution des vitesses de propagation avec l'augmentation de la valeur de  $\Delta K$ , mais en plus, les vitesses de propagation devenaient alors égales à celles obtenues sous vide. L'effet « fragilisant » de l'environnement pouvait donc être supprimé en ne modifiant que la stratégie d'essai. Ce phénomène a entre autres été attribué au vieillissement microstructural **pendant** l'essai qui conférerait au matériau une meilleure résistance à la propagation de fissure. Plus récemment en 2018, et toujours pour des essais de fatigue-fluage à hautes températures sous air, Schulz *et al.* ont eux aussi observé un ralentissement de propagation de fissure sur du RR1000 [Schulz *et al.*, 2018]. A nouveau, le vieillissement métallurgique pendant l'essai est envisagé comme étant responsable du phénomène.

Nos travaux ont pour vocation de se concentrer sur ce type de résultats moins classiques qui n'ont pas fait l'objet d'études spécifiques à l'heure actuelle. Ainsi, ce manuscrit cherche à alimenter le débat autour du constat suivant :

*Des mécanismes physico-chimiques dont les interactions en pointe de fissure dépendent du temps et de l'histoire thermo-mécanique du matériau peuvent conduire à un ralentissement de la propagation à haute température dans un superalliage base nickel.*

Les mécanismes mécaniques et physico-chimiques qui entrent en jeu dans les conditions d'essai qui nous concernent sont les mécanismes de fatigue mécanique, de fluage, d'oxydation et de vieillissement microstructural. Les interactions entre ces mécanismes peuvent être de différentes natures :

- **Interactions synergiques** : dans ce cas, les mécanismes ont tendance à augmenter ou diminuer les vitesses de propagation et leurs effets conjoints amplifient cette tendance ;
- **Interactions unilatérales** : un des mécanismes est influencé par le développement d'un autre sans pour autant que l'effet soit réciproque.

On notera qu'il n'est pas nécessaire dans ce cas que les mécanismes soient concomitants : l'interaction unilatérale peut se faire « **en série** », le rôle d'un mécanisme à un moment donné de l'essai étant influencé par l'activation antérieure d'un autre mécanisme ;

- **Interactions compétitives**, elles peuvent être de deux natures différentes :
  - **Interactions antagonistes** : les mécanismes qui opèrent ont des effets antagonistes, ce qui peut éventuellement conduire à un équilibrage de ces effets.
  - **Actions en parallèle** : lorsque deux mécanismes opèrent en même temps et dans le même sens. Il y a alors par exemple compétition cinétique : le phénomène avec la cinétique la plus rapide sera d'ordre 1.

Enfin, il est possible qu'un mécanisme soit actif pendant un essai mais qu'il n'ait aucune influence marquée sur le comportement en propagation de fissure. On considère alors ce mécanisme comme « **non effectif** ».

A travers la thèse posée, c'est finalement la question de l'influence de l'histoire thermomécanique vécue par le matériau qui est soulevée. Cette histoire dépend tant des conditions d'essais que de la procédure d'essai et du matériau lui-même. L'objectif de nos travaux se définit en ce sens-là : mieux appréhender les effets d'histoire thermomécanique sur le comportement en fissuration d'un superalliage.

D'un point de vue applicatif, cette étude concerne essentiellement les disques de turbines haute et basse pression. Nos travaux s'inscrivent dans une démarche de caractérisation des propriétés en fissuration, démarche imposée par les règles de certification lors du développement de pièces de turboréacteurs. Nos objectifs sont alors de contribuer à améliorer la maîtrise et la compréhension des phénomènes de propagation de fissure, ainsi que de leur dépendance aux pratiques expérimentales.

Le matériau choisi pour investiguer ces problématiques est le superalliage base nickel  $\gamma/\gamma'$  AD730™, superalliage relativement récent développé par Aubert & Duval en début de décennie pour des applications aéronautiques de type disques de turbines [Devaux et al., 2012]. Cette nuance présente des caractéristiques générales suffisamment génériques des alliages  $\gamma/\gamma'$  pour servir de support commun à une part importante des études développées dans le cadre de la chaire OPAL. Les conclusions attendues de ce travail pourraient être considérées dans le cadre de l'usage des autres nuances d'alliage  $\gamma/\gamma'$ . Enfin, les efforts actuels concernant le développement de disques de turbine à microstructure duale motivent l'utilisation des versions « gros grains » et « grains fins » de l'AD730™ dans ces travaux de thèse. On notera cependant que l'emploi majoritaire de la version « gros grains » dans nos travaux est aussi fait dans un souci de limitation des effets de la densité de joints de grains sur les mécanismes étudiés.

La construction du manuscrit suit la stratégie expérimentale qui a été adoptée dans nos travaux :

## **Chapitre I : Bibliographie**

Ce chapitre bibliographique présente notamment un état de l'art sur les superalliages base nickel en général en se focalisant sur leur comportement en fissuration et sur leur vieillissement à haute température avec ou sans chargement mécanique. Cette étude bibliographique permet de définir les grandes lignes des choix expérimentaux faits et sert de socle de référence aux interprétations des résultats.

## **Chapitre II : Matériau et méthodes expérimentales**

Une description de l'ensemble des outils expérimentaux utilisés dans nos travaux est proposée. Une des parties est consacrée à la présentation des microstructures de référence de l'AD730™, ce qui permet d'établir un cadre de départ à notre étude.

## **Chapitre III : Propagation de fissure à 750°C**

Ce chapitre décrit l'ensemble des essais de propagation de fissure réalisés dans le but de déclencher le phénomène de ralentissement de la propagation de fissure décrit plus haut, et ce dans une version « gros grains » de l'AD730™. Ce phénomène ayant été obtenu, des premiers éléments caractéristiques qui en témoignent, tels que ceux issus de l'analyse des faciès de rupture, sont présentés. Les conditions et procédures d'essais sont choisies de façon à ce que différents mécanismes physico-chimiques soient activés en même temps et que les histoires thermomécaniques soient spécifiques à chaque essai.

## **Chapitre IV : Vieillissement de la microstructure de précipitation $\gamma'$ de l'AD730™ à 750°C**

Sur la base de l'étude bibliographique faite en amont, il est établi que le vieillissement de la précipitation  $\gamma'$  des superalliages peut avoir un impact sur la propagation de fissure.

Le Chapitre IV est donc consacré au vieillissement métallurgique de l'AD730™ à 750°C hors du cadre de la fissuration. Différents essais mécaniques (fatigue, fatigue-fluage) permettent d'établir dans quelles mesures interagissent le comportement mécanique et le vieillissement. C'est aussi l'occasion de déterminer quels paramètres thermo-mécaniques et quels mécanismes physico-chimiques contrôlent les évolutions microstructurales à 750°C.

## **Chapitre V : Rôles des interactions fatigue-fluage-oxydation-vieillissement sur le comportement en propagation de fissure**

Tandis que le Chapitre III permet de mettre en évidence et caractériser un ralentissement de la propagation de fissure à 750°C dans l'AD730™, le Chapitre V a pour vocation d'apporter des clefs de compréhension portant sur les mécanismes qui conduisent à un tel phénomène. L'analyse de ces mécanismes se fait par une relecture des courbes de vitesses de propagation à la lumière des résultats rapportés du Chapitre I, de ceux obtenus dans le Chapitre IV et d'études complémentaires réalisées telle que celle de l'influence de l'oxydation ou de la relaxation de contraintes internes. Cette analyse permet d'établir qu'il y a bien des interactions entre différents processus pendant un essai de fissuration. Ce chapitre s'emploie donc à décrire

quelles interactions opèrent dans les conditions d'essais choisies et pourquoi elles conduisent à une réponse spécifique en propagation.

Des bilans partiels sont proposés par chapitre avant de conclure le manuscrit et d'ouvrir vers quelques perspectives scientifiques et applicatives.

# ***CHAPITRE I***

## ***Etude Bibliographique***



*Votre gagne-pain ne m'intéresse pas.  
Je veux savoir de quoi vous vous languissez  
et si vous osez rêver de rencontrer ce dont votre cœur se languit.  
Votre âge ne m'intéresse pas.  
Je veux savoir si vous accepterez de prendre le risque d'avoir l'air idiot  
pour l'amour, pour vos rêves, pour l'aventure d'être vivant.*

Oriah Moutain Dreamer

## Table des Matières du Chapitre I

### **Chapitre I : Etude Bibliographique**

#### **I.A. Les superalliages $\gamma/\gamma'$ base nickel : Généralités et évolutions microstructurales à hautes températures.....13**

##### **I.A.1. Les superalliages $\gamma/\gamma'$ base nickel et leur microstructure.....13**

I.A.1.a. Composition chimique et phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ .....13

I.A.1.b. Effets des traitements thermiques sur la microstructure.....16

I.A.1.c. Inclusions non métalliques.....20

##### **I.A.2. Vieillissement de la précipitation $\gamma'$ à haute température.....21**

I.A.2.a. Mûrissement d'Ostwald des précipités  $\gamma'$  et théorie LSW.....21

I.A.2.b. Limites de la théorie LSW dans le cas des superalliages  $\gamma/\gamma'$ .....25

I.A.2.c. Coalescence des précipités  $\gamma'$ .....29

I.A.2.d. Influence d'une sollicitation mécanique sur les mécanismes et cinétiques de vieillissement de la précipitation  $\gamma'$ .....32

I.A.2.e. Cas particulier des évolutions microstructurales aux joints de grains.....35

##### **I.A.3. Oxydation des superalliages base nickel à haute température.....37**

#### **I.B. Propagation de fissure à haute température dans les superalliages base nickel.....44**

##### **I.B.1. Outils d'analyse de la propagation de fissure.....44**

I.B.1.a. Cadre de la mécanique élastique linéaire à la rupture.....44

I.B.1.b. Cas de la plasticité confinée en pointe de fissure.....47

I.B.1.c. Propagation de fissures longues par fatigue.....50

I.B.1.d. Propagation de fissures courtes par fatigue.....	53
I.B.1.e. Phénomènes de fermeture de fissures.....	56
<b><u>I.B.2. Propagation de fissures longues à haute température dans les superalliages base nickel.....</u></b>	<b><u>58</u></b>
I.B.2.a. Effet de la température.....	59
I.B.2.b. Effet de l'introduction d'un temps de maintien à charge maximale.....	59
I.B.2.c. Effet de l'environnement (air/vide).....	60
I.B.2.d. Mécanismes de propagation assistée par l'oxydation.....	62
I.B.2.e. Effet de la microstructure – Taille de grains et précipitations.....	64
I.B.2.f. Etats de contraintes/déformations en pointe de fissure – Capité à relaxer les contraintes.....	65
<b><u>I.B.3. Travaux de Loyer-D. <i>et al.</i> et C. Carbou : Ralentissement de la propagation de fissure à niveaux de <math>\Delta K</math> croissants.....</u></b>	<b><u>67</u></b>
 <b><u>Bilan du Chapitre I.....</u></b>	 <b><u>71</u></b>

## Chapitre I : Etude bibliographique

Le Chapitre I est consacré à l'étude bibliographique des travaux en lien avec la problématique de thèse. Cette étude permet de guider la construction de notre démarche expérimentale tout en consignait une partie des connaissances et des résultats nécessaires à l'analyse de nos propres résultats.

Ce chapitre s'articule en deux axes :

- Le premier présente les superalliages  $\gamma/\gamma'$  base nickel et leurs évolutions microstructurales à hautes températures ;
- Le second discute de la propagation de fissure à haute température dans les superalliages base nickel.

### I.A. Les superalliages $\gamma/\gamma'$ base nickel : Généralités et évolutions microstructurales à hautes températures

Trois thématiques sont déclinées dans cette partie. Tout d'abord, des généralités portant sur les superalliages base nickel et leur microstructure sont présentées, et par extension certaines caractéristiques du superalliage  $\gamma/\gamma'$  polycristallin de l'étude, l'AD730™. La seconde thématique discute de différents travaux relatifs au vieillissement à haute température de la microstructure, avec et sans sollicitation mécanique. Enfin, les aspects relatifs à l'oxydation des superalliages base nickel clôturent ce premier pan d'étude bibliographique.

#### I.A.1. Les superalliages $\gamma/\gamma'$ base nickel et leur microstructure

##### *I.A.1.a. Composition chimique et phases $\gamma$ et $\gamma'$*

Le développement des superalliages base nickel est fortement dépendant des avancées technologiques dans le domaine des turbomachines pour l'aéronautique et la production d'énergie. Les pièces de turboréacteurs telles que les disques de turbines doivent en particulier faire face à des sollicitations mécaniques complexes de fatigue (vibrations, démarrages et arrêts), de fluage (force centrifuge) et de fatigue-fluage (répétition de cycles de vol) à des

températures élevées. Les superalliages base nickel polycristallins constituent quasiment la seule classe de matériaux permettant de répondre à ces problématiques puisqu'ils possèdent les propriétés mécaniques et la stabilité microstructurale requises aux températures considérées, ainsi qu'une ductilité suffisante à chaud pour pouvoir être mis en forme et obtenir les géométries souhaitées. Les versions monogranulaires des superalliages  $\gamma/\gamma'$  sont quant à elles utilisées pour les applications type aubes et distributeurs de turbines, pièces essentiellement sujettes à des températures de fonctionnement plus élevées encore.

Si de telles propriétés mécaniques peuvent être obtenues dans les superalliages  $\gamma/\gamma'$ , c'est essentiellement grâce au durcissement assuré par la précipitation de la phase  $\gamma'$  au sein de la matrice  $\gamma$  rendue possible par l'ajout d'aluminium, de titane et de tantale dans la composition des superalliages [Reed, 2006]. C'est le cas de l'AD730™ qui est à la fois durci par précipitation  $\gamma'$  et par solution solide [Devaux et al., 2012]. Le durcissement peut aussi être assuré par la précipitation de la phase  $\gamma''$  pour des alliages avec une teneur suffisante en niobium et les superalliages sont alors qualifiés de  $\gamma/\gamma''$  [Donachie et al., 2002]. L'AD730™ ne présentant pas de phase  $\gamma''$ , celle-ci ne sera pas décrite dans la suite du manuscrit. Au-delà de ces phases précipitantes  $\gamma'$  et/ou  $\gamma''$  essentielles du point de vue des performances mécaniques, des formes plus stables de ces précipitations peuvent apparaître ( $\delta$ ) selon les traitements thermiques appliqués, ainsi que des phases topologiquement compactes notamment dans le cas de maintiens longs en température (vieillessement long terme / au cours de l'usage) [Brooks et al., 1988]. L'alliage central de cette étude n'étant pas ou peu sensible de ces points de vue, ces aspects ne seront pas abordés [Devaux et al., 2010].

Le choix de la composition chimique est une étape cruciale dans le développement d'un superalliage. Elle doit permettre la précipitation de la phase  $\gamma'$  en quantité suffisamment élevée pour conférer au matériau ses bonnes propriétés mécaniques, mais en quantité suffisamment limitée pour conserver la capacité de mise en forme de l'alliage par forgeage à chaud (cas des alliages polycristallins comme l'AD730™ qui est élaboré par voie « coulé-forgé »). En outre, la composition chimique doit aussi garantir par exemple la tenue mécanique à haute température, la résistance à l'oxydation ou encore la stabilité des différentes phases. Dans le cas de l'AD730™, dont la composition chimique est donnée **Tableau I.A.1**, voici un descriptif des rôles génériques de chacun des éléments le constituant [Reed, 2006][Laurence, 2016][Thébaud, 2017]:

*N.B. :  $\gamma$  ou  $\gamma'$ -gène désignent la capacité d'un élément à favoriser la formation de la phase  $\gamma$  ou  $\gamma'$  et à la stabiliser. Les éléments  $\gamma$ -gènes possèdent des rayons atomiques proches de celui du nickel et sont très*

solubles dans un réseau d'atomes de Ni. Les éléments  $\gamma'$ -gènes ont des rayons atomiques plus élevés que celui du nickel.

- **Nickel** Ni – base de la composition de l'AD730™.
- **Chrome** Cr –  $\gamma$ -gène, permet d'améliorer la résistance à la corrosion.
- **Fer** Fe –  $\gamma$ -gène, ajouté pour diminuer le coût de l'alliage et facilite l'élaboration de l'alliage par des voies de recyclage.
- **Molybdène** Mo –  $\gamma$ -gène, augmente la tenue mécanique en température.
- **Tungstène** W –  $\gamma$  et  $\gamma'$ -gène, augmente la tenue mécanique en température.
- **Aluminium** Al –  $\gamma'$ -gène, assure le durcissement structural de l'alliage et assure la tenue à l'oxydation.
- **Titane** Ti –  $\gamma'$ -gène, permet le durcissement structural.
- **Niobium** Nb –  $\gamma'$ -gène, permet le durcissement structural.
- **Bore** B – contribue au renforcement des joints de grains et conduit à la formation de borures.
- **Carbone** C – contribue au renforcement des joints de grains et conduit à la formation de carbures et carbonitrures.
- **Zirconium** Zr – contribue au renforcement des joints de grains.

Les rôles des différents éléments se réfèrent essentiellement aux propriétés d'usage. Les influences des éléments relatives à l'amélioration du forgeage ne sont pas explicitées ici.

Tableau I.A.1 – Composition chimique de l'AD730™ (% mass.) [Devaux et al., 2012]

Ni	Cr	Co	Fe	Mo	W	Al	Ti	Nb	B	C	Zr
Base	15.7	8.4	4.0	3.1	2.7	2.3	3.4	1.1	0.011	0.015	0.035

La phase  $\gamma$  constitue la matrice de l'AD730™. C'est une solution solide de structure cristallographique cubique à faces centrées CFC (**Figure I.A.1.a**). Les éléments  $\gamma$ -gènes cités ci-dessus permettent son durcissement notamment par substitution des atomes de Ni au sein du

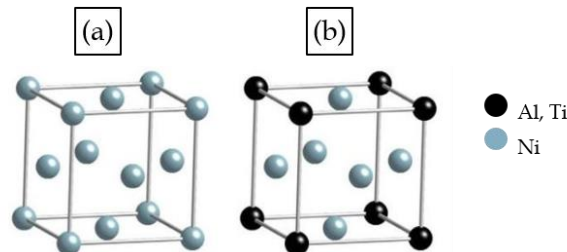


Figure I.A.1 – a) Maille élémentaire de la phase  $\gamma$  ; b) maille élémentaire de la phase  $\gamma'$ .

réseau CFC, entraînant ainsi des distorsions de la maille cristalline.

La phase  $\gamma'$ , qui permet le durcissement par précipitation, est de structure ordonnée  $L1_2$  et de composition  $Ni_3(Al, Ti)$  (maille élémentaire représentée **Figure I.A.1.b**).

Le pouvoir durcissant de la phase  $\gamma'$  tient son origine de deux contributions principales. D'une part les précipités  $\gamma'$  font office d'obstacles aux mouvements des dislocations, la limite d'élasticité de la phase  $\gamma'$  étant plus élevée que celle de la phase  $\gamma$  [Beardmore et al., 1969]. D'autre part, bien que les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  soient cohérentes, leurs paramètres de mailles respectifs ne sont pas égaux. Il existe donc un désaccord paramétrique de maille entre les phases, souvent appelé « misfit ». L'expression mathématique du misfit est donnée **Equation I.A.1**. Un tel misfit conduit à la création de champs locaux de contraintes et de déformations élastiques aux interfaces  $\gamma/\gamma'$  qui contribuent au durcissement des superalliages [Pollock et al., 1992][Moshatghin et al., 2003a].

**Equation I.A.1**

$$\delta = 2 \frac{(a_{\gamma'} - a_{\gamma})}{(a_{\gamma'} + a_{\gamma})}$$

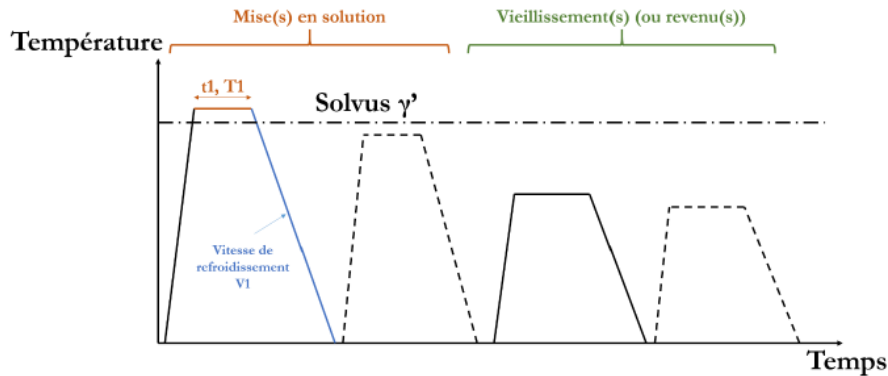
avec  $a_{\gamma}$  et  $a_{\gamma'}$  respectivement les paramètres de maille des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ .

#### **I.A.1.b. Effets des traitements thermiques sur la microstructure**

L'optimisation des propriétés mécaniques des superalliages polycristallins se fait notamment au travers du contrôle de la microstructure granulaire et de la précipitation  $\gamma'$ . La taille de grain est en effet un paramètre microstructural qui a une forte influence sur les propriétés mécaniques résultantes de l'alliage. Généralement, plus la taille de grain est faible, plus la limite d'élasticité d'un matériau est élevée (loi de Hall-Petch, [Hall, 1970]). En revanche ce point s'accompagne le plus souvent d'une moins bonne tenue en fluage (mécanisme de fluage-dislocations favorisé avec une forte densité de joints de grains) [Torster et al., 1997]. En plus de la taille de grain, les propriétés finales du matériau dépendent à la fois de la fraction volumique de précipités et de leur taille [Reed, 2006]. En fonction des applications auxquelles est destiné l'alliage, le nombre de populations différentes de précipités  $\gamma'$ , leur taille, leur morphologie, leur distribution spatiale sont autant de paramètres microstructuraux qui doivent être optimisés.

Les traitements thermiques sont l'outil principal de contrôle de la microstructure. Dans le cas de l'AD730™, ils sont réalisés sur des pré-formes après l'élaboration par voie « coulé-forgé ». A l'issue de cette mise en forme, le superalliage possède déjà une certaine microstructure (taille de grains, précipitations  $\gamma'$ , dendrites) qui doit être ajustée par les traitements thermiques.

Un enchaînement typique de traitements thermiques appliqué à des superalliages base nickel polycristallin est présenté sur le schéma de la **Figure I.A.2**.



**Figure I.A.2 -Traitements thermiques typiques appliqués à un superalliage base nickel polycristallin**  
[Thébaud, 2017].

Les premiers traitements thermiques généralement réalisés sur un superalliage sont ceux de mise en solution. Ces traitements sont réalisés à des températures proches de la température de solvus  $\gamma'$ , température à partir de laquelle toute la proportion de phase  $\gamma'$  est dissoute (souvent  $> 1000^{\circ}\text{C}$ ). Sur composant forgé, les mises en solutions permettent de régler la taille de grain de l'alliage [Sims et al., 1987].

- Si la mise en solution se fait à une température supérieure au solvus  $\gamma'$ , le traitement est dit « supersolvus » et la phase  $\gamma'$  est entièrement dissoute. L'absence de précipités  $\gamma'$  conduit à la croissance rapide des grains dont la taille sera gouvernée par le temps et la température de maintien. Un traitement supersolvus est donc utilisé pour obtenir des microstructures de type « gros grains ».
- Si la mise en solution se fait à une température proche du solvus mais inférieure à celui-ci, alors le traitement est dit « subsolvus ». Une fraction de précipités  $\gamma'$  ne se dissout pas. Dans la majorité des cas, cette population de précipités  $\gamma'$  va agir comme point d'ancrage et limite la croissance de grains via le processus de « Zener pinning » [Smith, 1948]. La mise en solution subsolvus aboutit alors à une microstructure de type « grains fins ». La population de précipités  $\gamma'$  non dissous est finalement intergranulaire et on y fait communément référence par le terme «  $\gamma'$  primaires ». Sur une microstructure « gros grains », une mise en solution subsolvus permet déjà de contrôler certaines caractéristiques des précipités  $\gamma'$  non dissous.



En plus de la température et du temps de maintien propres à chaque étape de mise en solution, les phases de refroidissement hors équilibre subséquentes sont déterminantes vis-à-vis de la microstructure de précipitation  $\gamma'$ . En effet, la vitesse de refroidissement jusqu'à température ambiante gouverne la cinétique de précipitation et de croissance des différentes populations de précipités  $\gamma'$  [Furrer et al. 1999]. Du fait de la dissolution totale ou partielle de la phase  $\gamma'$  dans la phase  $\gamma$  lors des mises en solutions, cette dernière se retrouve sursaturée en éléments  $\gamma'$ -gènes. Lors d'un refroidissement rapide hors équilibre, les conditions sont alors réunies pour que la phase  $\gamma'$  précipite à nouveau par germination-croissance [Radis et al., 2008][Pijolat, 2011], éventuellement en plusieurs vagues de précipitation si les vitesses de refroidissement sont suffisamment basses [Grosdidier et al., 1998][Masoumi et al., 2016][Singh et al., 2013].

Les étapes de refroidissement conditionnent donc certaines caractéristiques des précipités  $\gamma'$  telles que la morphologie, la taille, la valeur du misfit, la composition chimique ou le nombre de populations [Behrouzghaemi et al., 2008][Grosdidier et al., 1998][Reed, 2006][Goodfellow et al., 2017][Chen et al. 2015][Kontis et al., 2018a][Furrer et al., 1999][Li et al., 2018][Mitchell et al., 2008]. Plus la vitesse de refroidissement est élevée, plus les précipités  $\gamma'$  sont fins, comme démontré par l'étude sur l'AD730™ de Masoumi *et al.* en 2016 (Figure I.A.3) [Masoumi et al., 2016]. On peut aussi constater sur la même figure l'effet des vitesses de refroidissement qui ont tendance à conduire à des morphologies dendritiques/irrégulières lorsqu'elles sont basses [Behrouzghaemi et al., 2008]. Plus précisément, la morphologie des précipités  $\gamma'$  est intimement liée au misfit et à leur énergie totale. Cette énergie se décompose en trois contributions : l'énergie due au misfit, l'énergie d'interface  $\gamma/\gamma'$  et l'énergie élastique d'interaction entre précipités [Doi et al., 1984].

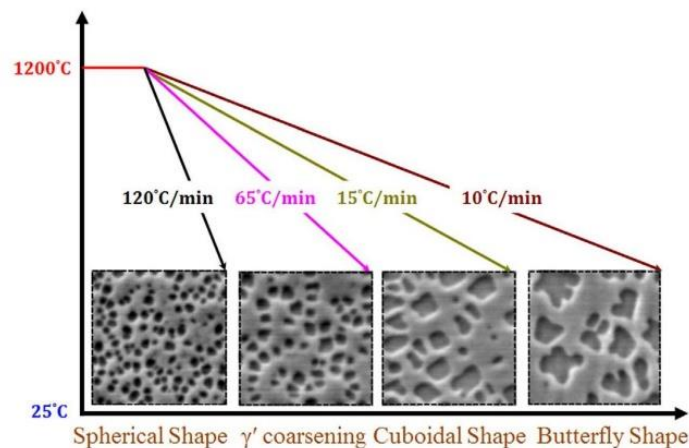


Figure I.A.3 – Effet de la vitesse de refroidissement *post* mise en solution sur la taille et la morphologie des précipités  $\gamma'$  dans l'AD730™ [Masoumi et al., 2016].

Le second type de traitement généralement appliqué aux superalliages une fois la (les) mise(s) en solution terminée(s) est le traitement de revenu. Les revenus sont réalisés à des températures bien inférieures au solvus  $\gamma'$ , proches de celles assurant un maximum de fraction volumique de précipités. Ils permettent de stabiliser les précipités  $\gamma'$  et de leur conférer une taille moyenne optimale en lien avec les propriétés finales souhaitées. Le contrôle de la taille de précipités  $\gamma'$  est possible lors des revenus puisqu'à des températures intermédiaires (600-850°C), les phénomènes de vieillissement microstructuraux tels que la croissance de précipités ou le mûrissement d'Ostwald conduisent au grossissement de certains précipités. Les refroidissements faisant suite aux revenus ont moins d'impact sur les précipités  $\gamma'$  que ceux faits après mise en solution puisqu'une très faible partie de la phase  $\gamma'$  est généralement dissoute à ces températures. Il y a donc peu de phénomènes de re-précipitation pendant ces refroidissements. Un autre rôle des traitements de revenus est celui de relaxation des contraintes internes pouvant avoir été introduites par exemple lors de précédents refroidissements très rapides. Ces traitements sont qualifiés de traitements de détensionnement.

La **Figure I.A.4** représente schématiquement la microstructure type d'un superalliage base nickel traité subsolvus et des différentes populations de précipités  $\gamma'$  qui sont obtenues après un traitement thermique complet [Jackson et al., 1999].

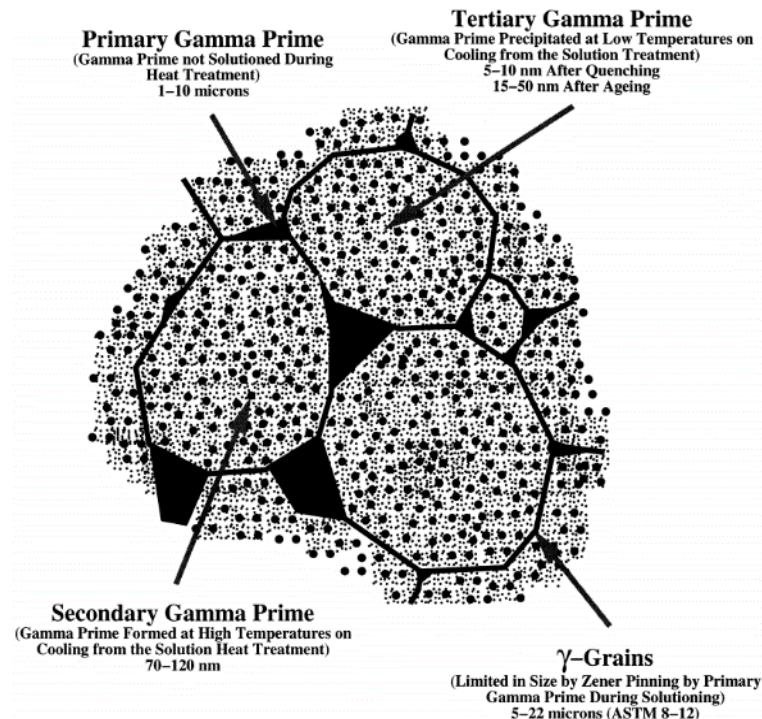


Figure I.A.4 -Structure de précipitation  $\gamma'$  type pour de l'Udimet 720 Li « grains fins »  
[Jackson et al., 1999].

### **I.A.1.c. Inclusions non métalliques**

La présence d'éléments tels que le carbone et le bore dans un alliage peut conduire à la formation d'inclusions non métalliques. Dans le cas de l'AD730™, les inclusions que l'on peut retrouver sont essentiellement des carbures, des borures et des nitrures. Les carbures et nitrures primaires de types MX (M = Ti, Nb, W, Mo et X = C, N) précipitent pendant la solidification du lingot lors de l'élaboration de l'alliage par voie « coulé-forgé » [Mataveli et al., 2014][Martinsson, 2006]. Les zones de précipitation privilégiées sont les zones interdendritiques puisqu'elles sont le lieu de ségrégations chimiques en éléments carburigènes. Les carbures primaires sont alors souvent organisés en lignes ou colonnes, en relation avec les vestiges de la structure dendritique de solidification. Dans la microstructure post-traitement du superalliage, ils sont localisés en zones inter- et intragranulaires et leur température de solvus est élevée ( $> 1100^{\circ}\text{C}$ ) [Blaizot, 2015]. Ils ne sont donc pas dégradés lors des traitements thermiques classiques et peuvent faire office de points d'ancrages à la croissance de grains comme les précipités  $\gamma'$  primaires. Les carbures secondaires, de types  $\text{M}_3\text{C}$ ,  $\text{M}_6\text{C}$ ,  $\text{M}_7\text{C}_3$ ,  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ ... (M = Ti, Cr, Fe, W, Mo...) [Mataveli et al., 2014][Martinsson, 2006], précipitent lors des maintiens à hautes températures, leur solvus étant compris entre  $800^{\circ}\text{C}$  et  $1000^{\circ}\text{C}$  [Blaizot, 2015]. Ils ont tendance à se former principalement en zones intergranulaires, améliorant ainsi la tenue en fluage du matériau (diminution du mécanisme de glissement intergranulaire) [El-Magd et al., 1996][Ito et al., 2017]. Une trop grande quantité de carbures peut cependant être néfaste pour la durabilité en fatigue [Sundaraman et al., 1997][Liu et al., 1991][Tawancy, 1992]. En effet ces particules sont susceptibles de développer rapidement des fissures en particulier en surface et en environnement oxydant [Kontis et al., 2016][Kontis et al., 2018b][Pineau et al., 2016b].

Parmi les autres inclusions non métalliques que l'on peut retrouver dans un superalliage base nickel tel que l'AD730™, il y a les carbonitrures de titane et niobium ainsi que les borures. Ces différentes particules, selon leur taille, leur morphologie ou bien encore leur alignement peuvent constituer autant de points faibles en fonction des conditions de chargement (type de sollicitation / environnement / température).

## I.A.2. Vieillissement de la précipitation $\gamma'$ à haute température

### I.A.2.a. Mûrissement d'Ostwald des précipités $\gamma'$ et théorie LSW

La précipitation de la phase  $\gamma'$  se faisant par germination-croissance dans une solution métastable sursaturée pendant les phases de refroidissement, le système  $\gamma/\gamma'$  obtenu ne se trouve pas à l'équilibre thermodynamique. Le retour à l'équilibre, qu'il soit rapide ou lent, requiert que l'énergie totale  $E_t$  du système tende vers un minimum.  $E_t$  est la somme de deux composantes énergétiques que sont l'énergie totale d'interface  $\gamma/\gamma'$   $E_s$  et l'énergie élastique  $E_e$  [Doi et al., 1984]. La source de cette dernière est le misfit entre les phases cohérentes  $\gamma$  et  $\gamma'$  et les interactions entre les champs de déformation élastique qui en résultent autour des précipités. Dans le cas d'un système avec une forte fraction volumique de phase secondaire de précipitation,  $E_s$  est prépondérante. : tendre vers l'équilibre thermodynamique requiert de la diminuer.

Le système  $\gamma/\gamma'$  étant biphasique et polydispersé, l'un des processus permettant de diminuer  $E_s$  est celui du « mûrissement d'Ostwald » [Voorhes et al., 1984], processus dépendant du temps mis en évidence qualitativement à la fin du XIXème siècle par Ostwald lui-même [Ostwald, 1897]. Appliqué à une distribution monomodale de précipités dans une solution solide, le principe du mûrissement d'Ostwald repose sur la croissance préférentielle des plus gros précipités aux dépens des plus petits qui se dissolvent. L'effet Gibbs-Thomson gouverne ce processus et répond à l'Equation I.A.2 qui vaut pour une particule sphérique dans une solution idéale.

**Equation I.A.2**

$$C_{eq,R} \cong C_{eq,\infty} \left[ 1 + \frac{l_c}{R} \right]$$

avec  $C_{eq,R}$  la concentration en soluté à l'équilibre pour une particule sphérique de rayon  $R$ ,  $C_{eq,\infty}$  la concentration en soluté à l'équilibre pour une particule de rayon infini et  $l_c$  la longueur capillaire définie comme suit :

**Equation I.A.3**

$$l_c = \frac{2\gamma\Omega}{RT}$$

avec  $\gamma$  l'énergie d'interface,  $\Omega$  le volume molaire de soluté,  $R$  la constante des gaz parfaits et  $T$  la température absolue (U.S.I.).

L'effet Gibbs-Thomson décrit la relation entre la solubilité des éléments solutés à la surface d'une particule et sa taille : plus une particule est petite, plus la solubilité des solutés à sa surface est élevée. Le gradient de solubilité généré entre les précipités entraîne alors la diffusion des éléments des plus petites particules vers les plus grosses. Le mûrissement d'Ostwald est donc un processus contrôlé par la diffusion des éléments solutés dans le volume.

Pour une distribution donnée de particules, la distinction entre « petits » précipités et « gros » précipités se fait en considérant un rayon critique  $R_c$  correspondant au rayon d'une particule en équilibre avec la matrice : comme l'illustre la **Figure I.A.5** issue des travaux de Greenwood [Greenwood, 1956], si  $R > R_c$ , le précipité grossit, et si  $R < R_c$ , le précipité se dissout. Cela conduit à une augmentation au cours du temps de la taille moyenne des particules et à une diminution de leur nombre total.

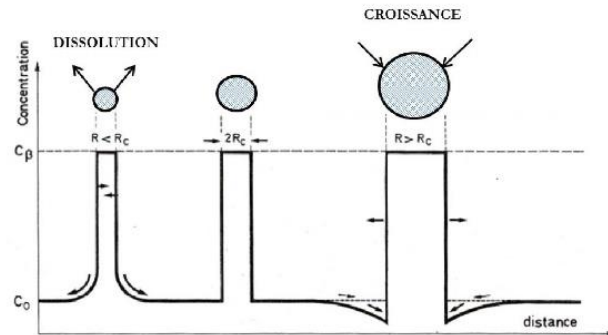


Figure I.A.5 – Mécanisme de mûrissement/dissolution des précipités pendant le mûrissement d'Ostwald en fonction de la taille des particules [Greenwood, 1956].

Le mûrissement d'Ostwald étant contrôlé par la diffusion volumique des éléments de solutés, c'est un processus thermiquement activé. En effet, le coefficient de diffusion  $D$  d'un élément dans un milieu continu peut être décrit par une loi d'Arrhenius :

**Equation I.A.4** 
$$D = D_0 e^{-\frac{Q}{kT}}$$

avec  $D_0$  le facteur de fréquence,  $Q$  l'énergie d'activation de la diffusion,  $k$  la constante de Boltzmann (U.S.I.).

Dans le cas des superalliages base nickel, le mûrissement d'Ostwald est un mécanisme négligeable pour des sollicitations à basses températures du fait de la faible diffusivité des éléments d'alliage [Chelsey et al., 2018]. En revanche, ce n'est plus le cas lors d'expositions à hautes températures ( $> 700^\circ\text{C}$ ) sur de longues durées (plusieurs centaines d'heures). Les évolutions de la précipitation  $\gamma'$  *via* ce mécanisme ont fait et font encore l'objet de

nombreuses études, essentiellement dans une volonté de prédiction de l'impact du (sur-)vieillessement microstructural sur les propriétés mécaniques.

L'une des théories les plus utilisées dans la littérature pour décrire le grossissement des précipités  $\gamma'$  à haute température est la théorie LSW pour « Lifshitz-Slyozof-Wagner ». Au début des années 60, Lifshitz et Slyozof d'un côté et Wagner de l'autre établissent une loi puissance cubique décrivant l'augmentation au cours du temps de la taille moyenne de précipités dans une solution solide sursaturée [Lifshitz et al., 1961][Wagner, 1961]. Cette loi est plus connue sous le nom de « loi LSW » et elle s'écrit comme suit :

**Equation I.A.5** 
$$\langle R \rangle^3 - \langle R_0 \rangle^3 = k_{LSW}t$$

avec  $\langle R_0 \rangle$  le rayon équivalent moyen initial,  $t$  le temps de vieillissement,  $k_{LSW}$  le coefficient cinétique :

**Equation I.A.6** 
$$k_{LSW} = \frac{8\gamma D C_{eq,\infty} \Omega^2}{9RT}$$

Le cadre d'application de la loi LSW est assujetti à plusieurs hypothèses :

- Les deux phases considérées sont des composés parfaits ;
- les précipités sont fixes et sphériques ;
- la fraction volumique de précipités tend vers 0, la distance interparticulaire est donc considérée infiniment grande et les précipités n'interagissent pas entre eux ;
- la diffusion des éléments dans le volume se fait en régime permanent et est le phénomène limitant.

Bien que ces hypothèses semblent écarter les superalliages base nickel du domaine d'application de la loi LSW (précipités  $\gamma'$  parfois cubiques, fraction volumique élevée...), de très nombreux auteurs ont malgré tout pu identifier une telle relation pour décrire le vieillissement des précipités  $\gamma'$  dans des superalliages polycristallins lors d'exposition à haute température ; parmi eux : Flageolet *et al.* [Flageolet, 2005] sur du N18 entre 700°C et 800°C, Choi *et al.* [Choi et al., 2008] sur du GTD 111 entre 871°C et 982°C, Coackley *et al.* [Coackley et al., 2010] sur du Ni115 à 800°C, Laurence *et al.* [Laurence et al., 2014] sur du Rene 65 entre 750°C et 900°C, Hisazawa *et al.* [Hisazawa et al., 2017] sur de l'Inconel X-750 entre 700°C et 900°C, Goodfellow *et al.* sur un alliage proche du RR1000 à 760°C [Goodfellow et al., 2017]. Ces observations ont été faites tant sur des populations de précipités  $\gamma'$  secondaires que tertiaires. Systématiquement, l'activation thermique du mûrissement d'Ostwald est vérifiée



par l'augmentation de la valeur du paramètre  $k_{LSW}$  avec la température de vieillissement. Un exemple illustrant ce résultat est reporté **Figure I.A.6**. On notera que dans le cadre de la théorie LSW, le rayon critique  $R_c$  correspond au rayon moyen de la population de  $\gamma'$  qui grossit [Davies et al., 1979][Wang et al., 2005]. Laurence souligne dans ses travaux l'existence d'une équivalence temps-température de vieillissement applicable au grossissement des précipités [Laurence, 2016].

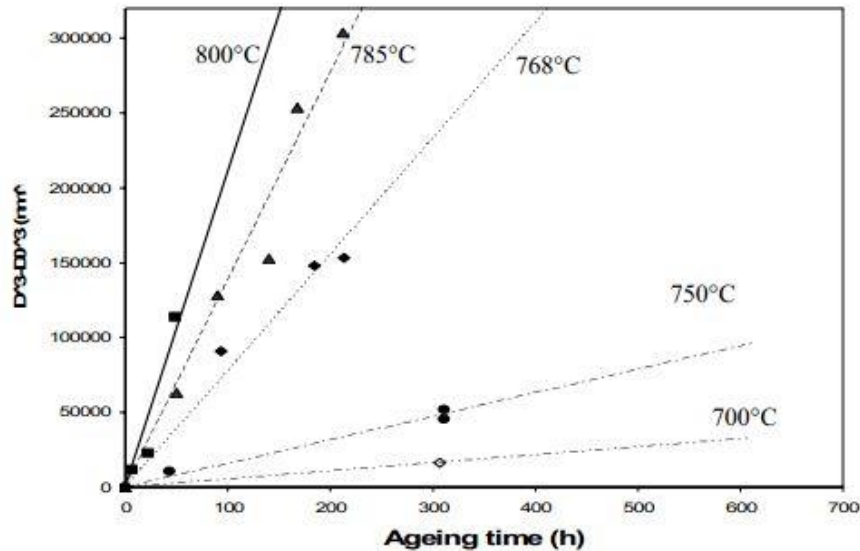


Figure I.A.6 -Effet de la température de vieillissement sur les cinétiques LSW pour le superalliage N18 [Flageolet et al., 2004].

En plus de prédire la taille moyenne de précipités pour un temps de vieillissement  $t$ , la théorie LSW décrit aussi la diminution de la zone de sursaturation en éléments  $\gamma'$ -gènes dans la matrice  $\gamma$  selon une relation en  $t^{-1/3}$ . Enfin, pour une population monomodale de précipités, elle prédit que la forme de la distribution en taille de particules ne varie pas avec le temps lorsque chaque classe de tailles est normalisée par la taille moyenne de particules à l'instant  $t$  [Lifshitz et al., 1961][Davies et al., 1979][Baldan, 2002a][Ardell et al., 2005]. La forme asymptotique obtenue est présentée **Figure I.A.7**. On constate ainsi que dans la théorie LSW, pour une population monomodale, la taille maximale instantanée de précipité ne peut dépasser 1,5 fois la taille moyenne de précipités.

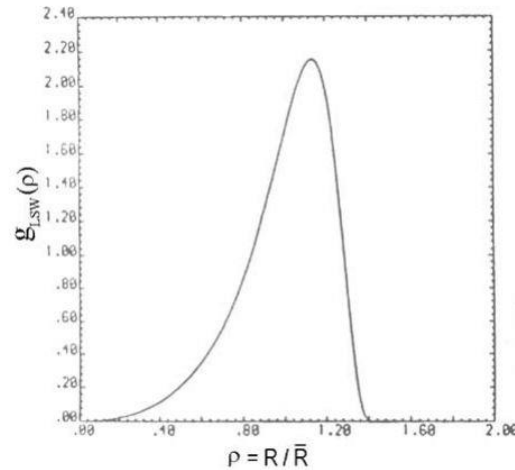


Figure I.A.7 –Forme asymptotique de la distribution en taille de particules prédite par la théorie LSW.  $R$  le rayon moyen de chaque classe de particules,  $\bar{R}$  le rayon moyen de l'ensemble des particules [Baldan, 2002a].

#### I.A.2.b. Limites de la théorie LSW dans le cas des superalliages $\gamma/\gamma'$

Si dans les travaux cités plus haut, la loi cubique issue de la théorie LSW convient pour décrire l'évolution de la taille des précipités  $\gamma'$ , ceci n'est parfois valable que sur une certaine plage de temps de vieillissement. Ainsi, dans les travaux respectifs de Billot, Moshatghin *et al.* et Laurence notamment, une déviation de la loi cubique est mise en évidence par un ralentissement de la cinétique de croissance des précipités  $\gamma'$  [Moshatghin et al., 2003a][Moshatghin et al., 2003b][Billot, 2010][Laurence, 2016]. Cette déviation est illustrée en Figure I.A.8. Le ralentissement opère après une certaine durée de vieillissement. Il faut par exemple au moins 1000h de vieillissement à 900°C pour que la cinétique de croissance des  $\gamma'$  secondaires soit altérée dans le N18 étudié par Laurence.

L'élément principal permettant d'expliquer ce phénomène est la prise en compte des interactions élastiques entre précipités  $\gamma'$  voisins pendant leur mûrissement. A mesure que les précipités grossissent, la force motrice thermodynamique du grossissement des précipités n'est plus la réduction de l'énergie interfaciale  $E_s$  mais la réduction de l'énergie élastique  $E_e$  [Ryu et al., 1999][Billot, 2010][Moshatghin et al., 2003b][Baldan, 2002a]. Selon le signe du misfit, les interactions élastiques ne sont pas les mêmes et la déviation à la loi LSW change [Enomoto et al., 1989] : un misfit négatif entraînera un ralentissement de la cinétique de grossissement tandis qu'un misfit positif entraînera une accélération.



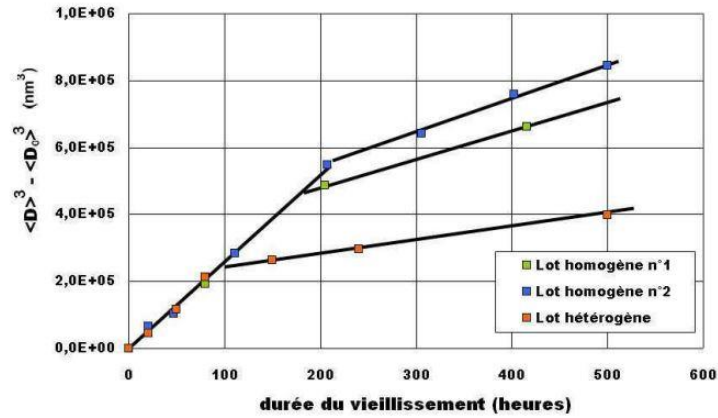


Figure I.A.8 -Déviation de la cinétique cubique type LSW de grossissement des précipités  $\gamma'$  tertiaires dans l'Udimet 720Li lors d'un vieillissement à 785°C. La cinétique cubique est observée sur les 100 à 200 premières heures de vieillissement [Billot, 2010]

Les évolutions des caractéristiques des précipités  $\gamma'$  pendant le vieillissement ne sont pas prises en compte par la théorie LSW. Or plusieurs d'entre elles sont liées, telles que le misfit qui influence fortement la morphologie des précipités [Ricks et al., 1983][Doi et al., 1984]. La Figure I.A.9 illustre l'enchaînement des différentes morphologies selon la valeur du misfit. Doi *et al.* montrent par exemple qu'un misfit non nul mais très faible conduit à une morphologie de précipités sphériques qui vieilliront en conservant cette morphologie [Doi et al., 1984]. La morphologie des précipités dépend aussi de leur propre taille [Hisazawa et al., 2017]. Ainsi, au cours du vieillissement, trois caractéristiques interdépendantes des précipités  $\gamma'$  peuvent évoluer : la taille, la morphologie et le misfit. De ce fait, les prédictions LSW peuvent être éloignées du comportement réel de la microstructure.

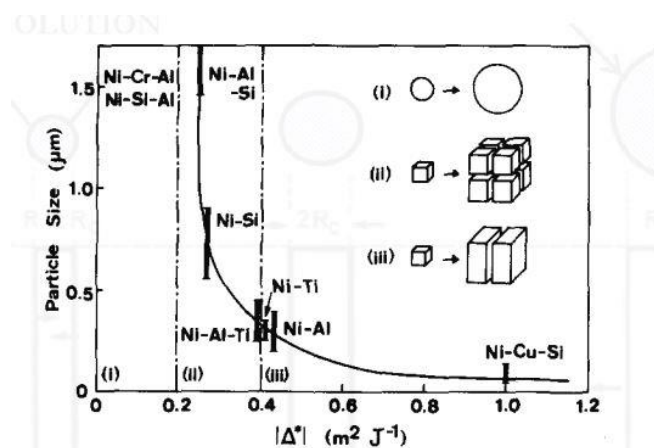


Figure I.A.9 -Influence du misfit sur les morphologies des précipités  $\gamma'$  [Doi et al., 1984].

La théorie LSW ne prend pas en compte les interactions élastiques entre précipités car elle fait l'hypothèse forte que la fraction volumique de phase secondaire dispersée est nulle.

Afin de pouvoir mieux décrire le mûrissement d'Ostwald, de nombreux auteurs ont tenté de modifier la loi LSW pour la rendre plus applicable notamment aux cas des alliages de nickel (binaires, ternaires ou industriels). Utilisant des théories en champs moyens, les efforts les plus notoires concernent l'intégration de l'influence de la fraction volumique de précipités  $\gamma'$  dans la loi LSW. Parmi les modèles développés, on peut citer la loi LSW modifiée (MLSW) de Ardell ou le modèle BW de Brailsford-Wynblatt [Ardell, 1972a][Brailsford et al., 1979][Baldan, 2002a]. Tous les modèles proposés reposent sur un contrôle du mûrissement d'Ostwald par diffusion volumique des solutés. Les lois sont donc toujours cubiques. En revanche, la distribution en taille de particules est de mieux en mieux décrite à mesure que les modèles sont modifiés.

Le fait que les lois soient cubiques, *i.e.* que le mûrissement d'Ostwald dans les superalliages soit contrôlé par la diffusion volumique, a été remis en question notamment dans les travaux d'Ardell. Dans les théories à fraction volumique de précipités non nulles, un contrôle par diffusion volumique implique que le coefficient cinétique de grossissement augmente avec la fraction volumique. Ce résultat est peu observé [Trinckauf et al., 1992] et, dans les cas simplifiés d'alliages binaires avec précipitation  $\gamma'$ , il est plus courant de constater que le coefficient cinétique ne dépend pas de la fraction volumique [Ardell, 1972b][Davies et al., 1979][Ardell, 2005]. Ainsi, Ardell suppose qu'un autre mécanisme que la diffusion dans le volume peut contrôler le mûrissement d'Ostwald : la diffusion trans-interfaciale. Cette théorie part du principe que la dépendance au temps de la taille moyenne des précipités ne suit plus une loi cubique mais une loi parabolique. En réalité, comme suggéré par Baldan, l'évolution parabolique ou cubique des tailles de particules est compliquée à distinguer du fait des dispersions dans les données expérimentales [Baldan, 2002a]. Les revues de Baldan et McLean indiquent malgré tout que les lois cubiques sont les plus robustes pour décrire le vieillissement  $\gamma'$  dans le cas des alliages de nickel binaires et ternaires [Baldan, 2002b][McLean, 1984].

En revanche, dans leurs travaux de 1966, Ardell et al. mettent en garde qu'observer expérimentalement une dépendance temporelle cubique du mûrissement d'Ostwald ne signifie pas qu'une loi LSW est vérifiée. Les déductions de certains paramètres physiques telles que les énergies d'interface  $\gamma/\gamma'$  sont donc à faire avec prudence [Ardell et al., 1966].

Dans ses travaux de thèse, Flageolet a aussi été confronté à des déviations par rapport à une loi cubique de cinétique de grossissement. Pour les expliquer, il suggère l'influence d'un phénomène supplémentaire, à savoir la précipitation pendant le vieillissement d'une

population de  $\gamma'$  [Flageolet, 2005]. Les études d'évolutions microstructurales se faisant souvent à température intermédiaire, l'éventualité qu'une fine population de  $\gamma'$  précipite pendant les vieillissements ne peut pas être exclue. Les cinétiques globales de grossissement sont alors affectées. Cela met en évidence l'une des limites de la théorie LSW qui est de n'être applicable que pour une population monomodale de précipités  $\gamma'$  à l'équilibre thermodynamique, ce qui est rarement le cas pour les superalliages industriels.

Pour s'approcher un peu plus de la complexité d'un superalliage industriel, *i.e.* un matériau possédant de nombreux éléments d'additions, la théorie KV de Kuehmann et Voorhees, modifiée ensuite par Philippe et Voorhees en 2013, peut être utilisée puisqu'elle permet d'inclure les effets de composition chimique et de partitionnement des éléments entre les phases  $\gamma'$  et  $\gamma$  [Kuehmann et al., 1996][Philippe et al., 2013][Masoumi et al., 2016a]. Cependant, une telle démarche reste délicate pour plusieurs raisons :

- les populations de précipités  $\gamma'$  ne se formant pas aux mêmes instants pendant un traitement thermique, elles ne sont pas de composition chimique exactement identique [Chen et al., 2015][Goodfellow et al., 2017] ;
- la composition chimique des précipités  $\gamma'$  évolue avec le temps de vieillissement [Goodfellow et al., 2017] ;
- la composition chimique des précipités  $\gamma'$  influence la valeur du misfit [Zhou et al., 2018].

Ainsi, bien qu'une loi cubique tenant son origine de la théorie LSW soit souvent vérifiée pour étudier l'évolution en taille des précipités  $\gamma'$  à haute température dans le cas des superalliages industriels, il ne faut pas perdre de vue que les microstructures réelles sont éloignées des microstructures théoriques.

### I.A.2.c. Coalescence des précipités $\gamma'$

Le mûrissement d'Ostwald n'est pas l'unique mécanisme permettant de réduire l'énergie totale d'interface  $E_s$ . Lorsque les précipités sont suffisamment proches les uns des autres et que leur champ de diffusion respectif interagissent, le phénomène de coalescence peut alors se produire. La première phase de la coalescence passe par la formation d'un « cou » (ou « pont ») entre les deux particules, faisant office de jonction (**Figure I.A.10**). Le cou est le lieu de plus fort rayon de courbure et donc de plus forte concentration en lacunes [Coble, 1958]. Coble montre que la cinétique de formation du cou en milieu solide (frittage) dépend du temps selon une loi puissance d'ordre 5. Le processus aboutit ensuite à une unique particule dont le volume correspond à la somme des volumes des particules initiales [José-Yacaman et al., 2005], tout en possédant un rapport surface/volume plus faible (le processus est donc énergétiquement favorable). Ce mécanisme est dépendant de la diffusion volumique [Lehtinen et al., 2002] et surfacique [José-Yacaman et al., 2005] des solutés. Il est thermiquement activé dans le cas de matériaux tels que les superalliages. Au fil du temps, il conduit à la diminution du nombre de particules et au grossissement global de la population de précipités. Ainsi, le volume de phase dispersée reste constant mais la surface totale diminue ce qui entraîne une atténuation de la force motrice de la coalescence à mesure qu'elle se produit [José-Yacaman et al., 2005].

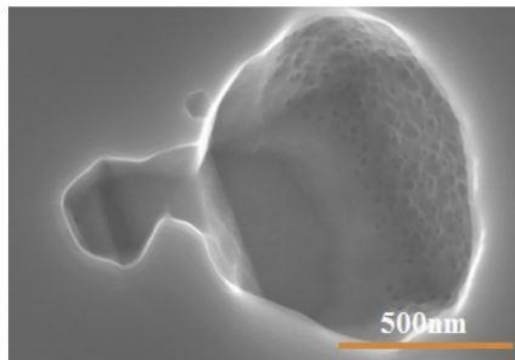


Figure I.A.10 –Exemple de deux particules en cours de coalescence avec la formation d'un « cou » reliant les deux précipités  $\gamma'$  dans l'AD730™ [Masoumi et al., 2016a].

L'interface  $\gamma/\gamma'$  entre les précipités et la matrice ayant une certaine épaisseur (quelques nanomètres tout au plus, cf. **Figure I.A.11 [Hwang et al., 2009]**), elle joue un rôle dans l'activation de la coalescence de particules : plus cette interface est large, moins il faudra de temps pour que le processus s'active (et par équivalence temps-température, plus la température d'activation sera basse). Mukherjee *et al.* et Mao *et al.* montrent que la présence d'une liaison longue distance « lacune-soluté » entre deux particules, par exemple grâce à une dislocation, conduit à leur coalescence. Si l'interface entre précipités est plane ou lorsque la densité de particules est trop faible, la coalescence de particules n'est pas activée [Mukherjee *et al.*, 1984][Mao *et al.*, 2004]. Roy *et al.* suggèrent dans leurs travaux que la coalescence dans les matériaux duplex tels que les superalliages  $\gamma/\gamma'$  est possible grâce à l'énergie de déformation élastique induite par le misfit entre les précipités et la matrice [Roy *et al.*, 2005]. Cette énergie serait à l'origine de forces attractives entre particules suffisamment proches. La force motrice est la diminution des énergies totales d'interfaces *et* de déformation élastique.

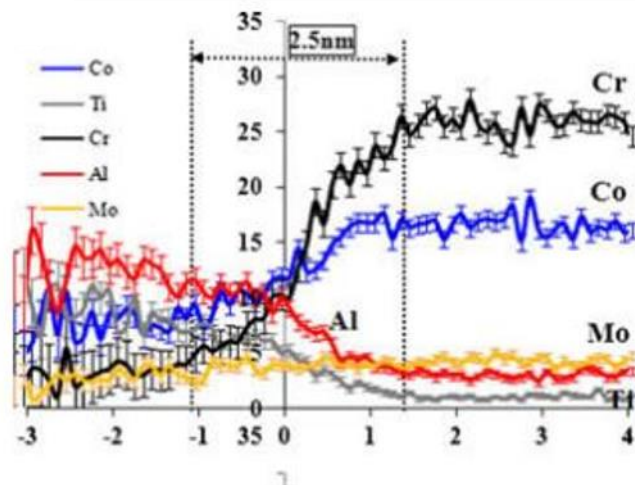


Figure I.A.11 – Mise en évidence d'un gradient de concentration en éléments d'alliage à l'interface entre un précipité  $\gamma'$  et la matrice  $\gamma$  : l'interface a une épaisseur [Hwang *et al.*, 2009].

En 1979, Davies *et al.* contribuent à l'amélioration du modèle de loi cubique basé sur la théorie LSW par la prise en compte du grossissement concomitant des particules par mûrissement d'Ostwald et par coalescence [Davies *et al.*, 1979]. Cette théorie se nomme LSEM pour « Lifshitz-Slyzov Encouter Modified ». Bien que présentant certaines des limitations précédemment décrites, ce modèle s'avère être l'un des plus robustes quand il s'agit de prédire les distributions en taille de particules (**Figure I.A.12** – les distributions sont toujours normalisées et dans le cas d'une population monomodale). La prise en compte de la

coalescence des particules permet donc de mieux appréhender la formation des plus gros précipités.

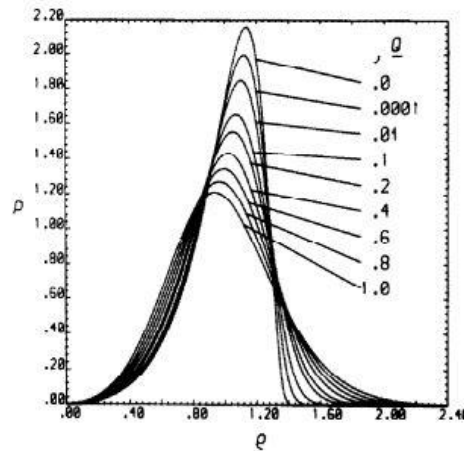


Figure I.A.12 – Formes asymptotiques des distribution en taille de particules avec la théorie LSEM [Davies et al., 1979]. Q est la fraction volumique de précipités. Mêmes axes qu'en Figure I.A.7.

Plus récemment en 2016, Bosoalto et Anderson ont simulé l'impact de la coalescence sur les cinétiques de grossissement et les distributions en taille de précipités  $\gamma'$  dans l'Inconel 738LC grâce à l'introduction de « fonctions de plus proches voisins » (*nearest-neighbour functions*) [Bosoalto et al., 2016]. Comme dans le cas du mûrissement d'Ostwald, ils précisent que l'un des défis majeurs encore à relever est la prise en compte des différences de composition chimique, *i.e.* de potentiel chimique, entre les populations de précipités  $\gamma'$ . A cela s'ajoute le fait que l'interface entre phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  autour d'un précipité est elle-même caractérisée par un gradient de concentration chimique [Trinckauf et al., 1991] et évolue avec le temps de vieillissement. Hwang *et al.* montrent en effet en 2009 sur une version du superalliage Rene 88 que l'épaisseur de l'interface  $\gamma/\gamma'$  a tendance à diminuer pendant un vieillissement à 760°C pour une population de précipités  $\gamma'$  secondaires sphériques (dans ce cas de taille < 10nm) [Hwang et al., 2009].

Ainsi, mûrissement d'Ostwald et coalescence sont deux mécanismes participant au grossissement global des précipités  $\gamma'$  pendant un vieillissement. S'inspirant des travaux de Ratke et Smoluchowski, Masoumi propose alors une loi cubique permettant de prédire l'évolution de la taille moyenne de particule coalescée en fonction du temps, ce qui l'amène à une loi cubique tenant compte à la fois de la coalescence et du mûrissement d'Ostwald des précipités  $\gamma'$  [Smoluchowski, 1916][Ratke, 1987][Masoumi et al., 2016b].

Peu de données existent concernant l'identification de paramètres cinétiques de coalescence des précipités  $\gamma'$  ou la température/le temps d'activation du processus dans les superalliages base nickel industriels. La majorité des études s'en tiennent à rapporter l'observation du phénomène et à l'inclure dans les analyses de tailles.

#### I.A.2.d. Influence d'une sollicitation mécanique sur les mécanismes et cinétiques de vieillissement de la précipitation $\gamma'$

L'essentiel des travaux portant sur l'influence d'une sollicitation mécanique sur les processus de vieillissement des précipités  $\gamma'$  concernent la coalescence orientée des précipités, dite phénomène de « *rafting* »/mise en radeaux, dans les superalliages monogranulaires et lors d'essais de fluage à très hautes températures [Tien et al., 1971a][Svetlov et al., 1992][Pollock et al., 1993][Véron et al., 1996][Reed et al., 1999][Baldan, 2002b][Cormier et al., 2007][Mughrabi, 2009][Desmorat et al., 2017]. Le mécanisme de coalescence des précipités cubiques sous forme de radeaux est d'origine diffusive et est entre autres contrôlé par la valeur du misfit et la contrainte macroscopique appliquée (direction et amplitude). Lorsque le misfit est négatif, appliquer une contrainte de traction uniaxiale de fluage entraîne une mise en radeaux perpendiculairement à l'axe de sollicitation, tandis qu'une contrainte uniaxiale de compression entraîne une mise en radeaux parallèle (Figure I.A.13). L'effet est inversé lorsque le misfit est positif [Pineau, 1976][Pollock et al., 1993][Ohashi et al., 1997][Louchet et al., 1998].

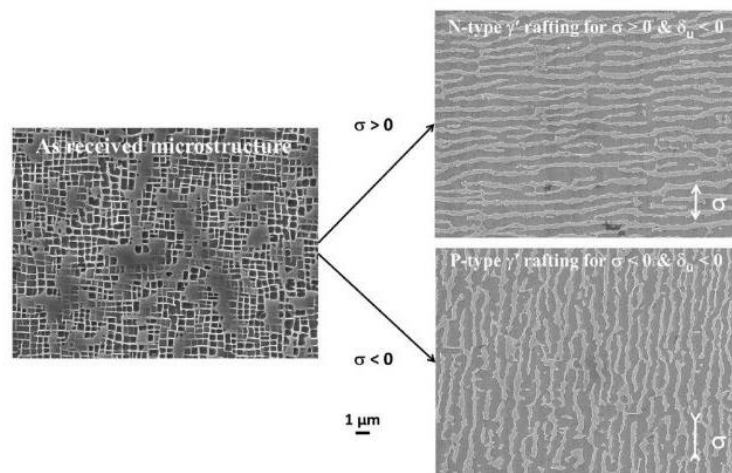


Figure I.A.13 – Effet du misfit et de la contrainte macroscopique sur la direction de mise en radeaux dans les superalliages monogranulaires à misfit négatif [Desmorat et al., 2017].



La microstructure particulière des monograins et le phénomène de mise en radeaux sont relativement éloignés du cadre de notre étude. Parmi les différences notoires entre les superalliages forgés et les superalliages monogranulaires, on peut citer celle de la fraction volumique en précipités  $\gamma'$  bien plus élevée dans ces derniers. Malgré tout, les différents travaux s'intéressant au phénomène de mise en radeaux sont riches d'informations et nous permettent de mieux comprendre le lien entre sollicitation mécanique et vieillissement microstructural.

De manière générale, il est observé qu'introduire de la déformation plastique dans un superalliage a un impact sur la diffusion dans le volume des éléments et donc sur les cinétiques de vieillissement. Selon les conditions d'essais, la dissolution à très haute température [Giraud et al., 2013][Cormier et al., 2008][Embury et al., 2003] ou le mûrissement d'Ostwald à température intermédiaire [Antolovich et al., 1981][Sauthoff, 1996][Mughrabi, 2009] de certains précipités  $\gamma'$  sont accélérés. Le mécanisme le plus souvent invoqué pour expliquer ces observations est celui de « diffusion par effet tunnel » ou « *pipe diffusion* » [Legros et al., 2008][Kolbe et al., 1998][Mianroodi et al., 2019][Jouiad et al., 2016][Kontis et al., 2018a]. Ce mécanisme repose sur le principe de diffusion préférentielle des éléments le long de défauts structuraux tels que les dislocations, facilitant alors les mouvements des éléments dans le volume. Les dislocations accélèrent d'autant plus ces mouvements qu'elles sont elles-mêmes mobiles au sein du matériau, leur processus d'avancée se faisant notamment par glissement selon des plans spécifiques du réseau cristallin. Si les conditions d'essais mécaniques activent la montée des dislocations en plus de leur glissement, alors l'augmentation de la densité de lacunes associée à la montée de dislocations participe aussi à l'augmentation de la diffusion volumique des éléments [Kolbe et al., 1998][Sauthoff, 1996]. En somme, l'augmentation de la densité de dislocations due à une sollicitation mécanique est directement responsable de l'augmentation des cinétiques de vieillissement  $\gamma'$  dans les superalliages.

Kolbe *et al.* décrivent une troisième contribution des dislocations sur ces cinétiques [Kolbe et al., 1998]. La force motrice du mûrissement d'Ostwald repose sur la différence de potentiel chimique entre deux particules voisines. Or, la présence de dislocations autour des précipités  $\gamma'$  introduirait localement des champs de contraintes qui modifierait les potentiels chimiques locaux des précipités  $\gamma'$ . Ces changements de différence de potentiel chimique entraînent une augmentation de la force motrice du mûrissement d'Ostwald. Renforçant cette idée, les travaux de Wu décrivent l'interdépendance entre les champs élastiques locaux autour des précipités et les potentiels chimiques élémentaires [Wu, 2001] et ceux de Johnson la variation de ces potentiels chimiques au sein même de l'interface  $\gamma/\gamma'$  si une contrainte



extérieure est appliquée [Johnson, 1987].

Enfin, Mianroodi *et al.* montrent que les dislocations peuvent aussi conduire à une modification de la composition chimique des précipités  $\gamma'$  *via* la diffusion par effet tunnel, modifiant par conséquent les cinétiques de vieillissement [Mianroodi et al., 2019].

L'influence d'une sollicitation mécanique sur les coefficients de diffusion des éléments a été notamment étudié par Forestieri *et al.*, Angiolini *et al.* et Nechaev *et al.* Les premiers ont montré que le coefficient d'autodiffusion de l'argent en compression dépendait, jusqu'à 800°C, de la température et de la vitesse de déformation. Au-delà de 800°C, il ne dépend plus que de la température [Forestieri et al., 1959]. La dépendance à la vitesse de déformation des coefficients de diffusion a aussi été mise en évidence par Angiolini *et al.* sur un alliage Cu-Zn à 150°C [Angiolini et al., 1999]. Abondant en ce sens, Nechaev *et al.* montrent que le coefficient de diffusion de l'argent dans l'aluminium augmente lorsqu'une déformation est appliquée, soulignant l'influence de la diffusion par effet tunnel [Nechaev et al., 1986]. La distorsion du réseau cristallin peut aussi être responsable de l'accélération de la diffusion volumique de petits éléments tel que l'oxygène comme décrit par Kubicek *et al.* [Kubicek et al., 2013].

Les études se rapprochant du cadre de nos travaux de thèse, *i.e.* superalliages polycristallins et sollicitations de fatigue, sont en somme rares. Parmi celles s'intéressant à l'impact de la fatigue mécanique et du fluage sur le vieillissement  $\gamma'$ , on peut citer celles de Flageolet sur du N18 polycristallin (N.B. alliage élaboré par la voie métallurgie des poudres), Xu *et al.* sur le TG700A polycristallin et de Frenz *et al.* sur différents superalliages monogranulaires (SRR99, CMSX-6, SC16). Tandis que Flageolet montre que l'application d'une contrainte de fluage ou d'une sollicitation de fatigue à 700°C accélère le mûrissement d'Ostwald des précipités  $\gamma'$  sphériques à hautes températures [Flageolet, 2005], Xu *et al.* observent que des essais de fluage n'ont aucun effet sinon sur le rapport de forme des précipités [Xu et al., 2018]. Cela met en lumière la complexité des interactions entre microstructure et chargement mécanique dans les superalliages polycristallins à précipitation  $\gamma'$  polydispersée. Frenz *et al.*, en faisant varier la vitesse de déformation lors d'essais de fatigue à rapport de déformation égal à -1, montrent que la vitesse de mise en radeaux se fait plus rapidement lorsque la fréquence d'essai est diminuée ou qu'un temps de maintien est introduit [Frenz et al., 1996]. Ainsi, les mécanismes de fluage tendent à accélérer les processus de coalescence. De la même manière, Ha *et al.* rendent compte dans leurs travaux sur l'Inconel X-750 d'une augmentation des cinétiques de mûrissement d'Ostwald pendant des essais de relaxation de contraintes à 730°C [Ha et al., 2015].

Malgré certains résultats tels que ceux obtenus par Xu *et al.*, l'effet accélérateur de vieillissement de l'application d'une contrainte semble faire consensus dans la littérature. Des dissonances ressortent en revanche concernant la composante de contraintes qui gouvernerait cet effet catalyseur. Les travaux de Caccuri *et al.* tendent à désigner la triaxialité des contraintes  $\eta$ , définie par le rapport  $\sigma_{hyd}/\sigma_{VM}$  de la contrainte hydrostatique sur la contrainte équivalent de von Mises, comme le paramètre gouvernant les cinétiques de vieillissement  $\gamma'$  sous contrainte [Caccuri et al., 2017]. Au contraire, lors d'essais de fluage sur éprouvettes entaillées, Cao *et al.* affirment qu'une fois les contraintes complètement redistribuées en fond d'entaille, les cinétiques de vieillissement sont accélérées de la même manière, indépendamment de la triaxialité des contraintes locales [Cao et al., 2018]. Ces résultats suggèrent que c'est la contrainte principale maximale qui est le facteur d'influence d'ordre 1 sur les cinétiques de vieillissement sous charge.

Enfin, il est nécessaire de rappeler que si cette partie d'étude bibliographique s'emploie à décrire l'effet des chargements mécaniques sur le vieillissement microstructural des superalliages, **l'interaction est réciproque** : de très nombreux travaux rapportent l'influence capitale de l'état microstructural sur les propriétés mécaniques à hautes températures des superalliages en fatigue ou fluage, que ce soit à l'échelle du grain ou de la précipitation  $\gamma'$ , tant sur des alliages monogranulaires que polycristallins.

#### I.A.2.e. Cas particulier des évolutions microstructurales aux joints de grains

Lors des traitements thermiques appliqués aux superalliages, les joints de grains sont le lieu de ségrégations chimiques locales. La nature même d'un joint de grains, interface entre deux entités métallurgiques d'orientations cristallines différentes, favorise ces ségrégations. Avant et pendant vieillissement thermique, les caractéristiques et évolutions microstructurales aux joints de grains sont différentes de celles intragranulaires. Les différences peuvent être dissociées en deux catégories interdépendantes : la précipitation  $\gamma'$  et les inclusions non métalliques.

Les joints de grains sont des zones de précipitation préférentielle d'inclusions non métalliques telles que les carbures primaires, les borures ou des combinaisons complexes de ces phases. Au cours d'un vieillissement thermique, la nature et la distribution des carbures intergranulaires peuvent évoluer. L'une des évolutions les plus souvent rapportées dans la littérature est celle de la décomposition au contact de la phase  $\gamma$  des carbures primaires (*e.g.* TiC) en carbures secondaires et précipités  $\gamma'$  [Kinzel et al., 2015][Lvov et al., 2004][El-Magd et

al., 1996][Choi et al., 2008]. L'équation de la réaction chimique de décomposition est la suivante:



avec MC et  $M_{23}C_6$  des carbures primaires et secondaires,  $\gamma^*$  la matrice  $\gamma$  avec une composition chimique différente et TCP une phase topologiquement compacte.

Cette réaction conduit par exemple à la formation de carbures de chrome qui sont d'abord localisés de façon discrète aux joints de grains pour finalement former un film continu de carbures pour des temps très longs de vieillissement. Les cinétiques de décomposition et de changement de composition des carbures sont accélérées aux joints de grains car ils agissent comme chemins préférentiels de diffusion des éléments par effet tunnel [Lvov et al., 2004][Kontis et al., 2018b]. La réaction de décomposition peut de plus altérer les champs locaux de contraintes et déformations au voisinage des joints de grains car elle entraîne une contraction des réseaux cristallins [Krol et al., 2004][Kinzel et al., 2015].

Lorsqu'une contrainte de fluage est appliquée, une zone de déplétion en précipités  $\gamma'$  peut se former. La déplétion en précipités est favorisée aux abords des joints de grains contenant des carbures ou borures riches en éléments  $\gamma'$ -gènes [Maldonado et al., 1997][Decker et al., 1957][Kontis et al., 2018b]. La contrainte de fluage augmente la diffusion de ces éléments des précipités  $\gamma'$  vers les carbures intergranulaires. A contrario, Ito *et al.* observent que les joints dénués de carbures secondaires sont plus propices à l'appauvrissement en précipités  $\gamma'$  pendant un essai de fluage [Ito et al., 2017]. La raison invoquée est une meilleure redistribution des contraintes grâce à la précipitation discrète des carbures intergranulaires.

Il est aussi observé que ce phénomène de déplétion dépend de l'orientation du joint et du sens de la contrainte de fluage (traction ou compression). En traction, les joints de grains perpendiculaires à la sollicitation sont plus susceptibles de conduire à une déplétion en précipités (Figure I.A.14) [Maldonado et al., 1997][Decker et al., 1957][Tien et al., 1971b]. Il a aussi été montré que la formation d'une zone de déplétion était d'autant plus rapide que la désorientation entre les deux grains adjacents est forte [Cai et al., 2007].

La taille de la zone de déplétion est dépendante du temps d'exposition à haute température selon une relation linéaire en  $t^{1/2}$  [Maldonado et al., 1997]. Plusieurs théories sont proposées dans la littérature pour décrire la force motrice du phénomène de déplétion [Yang et al., 2017]. Sans sollicitation mécanique, Embury *et al.* proposent que ce soit la déplétion en lacunes aux abords des joints de grains qui empêche la germination-croissance de précipités  $\gamma'$  dans ces zones [Embury et al., 1965]. Rosenbaum *et al.* avancent que la force motrice est la déplétion en

solutés autour des joints de grains, conduisant par exemple à une augmentation locale de la solubilité du nickel et donc à la dissolution des précipités [Rosenbaum et al., 1959]. Lors d'un essai de fluage, d'après Ito *et al.*, la force motrice serait l'énergie stockée aux joints de grains [Ito et al., 2017].

Avec ou sans déplétion de précipités, il n'est ainsi pas rare d'observer des gradients de précipitations  $\gamma'$  aux abords des joints de grains et donc des cinétiques de vieillissement différentes [Yang et al., 2017]. Dans le cas où il n'y a pas de déplétion, Ardell développe par exemple une théorie en 1972 qui prédit un grossissement des précipités au voisinage des joints de grains suivant une loi temporelle en  $t^{1/4}$  ou  $t^{1/5}$  selon le degré de désorientation du joint, contre  $t^{1/3}$  pour les précipités intragranulaires assujettis à une cinétique LSW [Ardell, 1972b]. Cependant, à ce jour, très peu d'exemples de cinétiques différentes de mûrissement entre zones inter- et intragranulaires des superalliages base nickel sont disponibles dans la littérature.

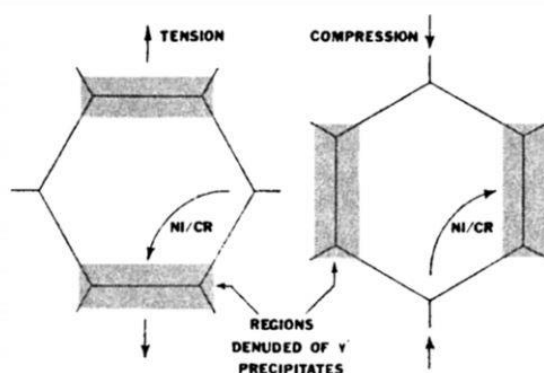


Figure I.A.14 – Phénomène de déplétion en précipités  $\gamma'$  aux joints de grains en fonction de leur orientation par rapport à la contrainte appliquée [Tien et al., 1971].

### I.A.3. Oxydation des superalliages base nickel à haute température

Les superalliages base nickel étant destinés à des applications hautes températures, la problématique de leur oxydation est centrale. Cette oxydation se traduit par une évolution de la microstructure surfacique avec le temps d'exposition, ce qui peut avoir des répercussions sur le comportement mécanique du matériau.

L'oxydation entraîne notamment la croissance de couches d'oxydes  $M_xO_y$ , - M (M : atome de métal), dont la chronologie de formation et la structure d'empilement dépendent de la température, de la teneur en M de l'alliage et de la stabilité thermodynamique des oxydes

formés (plus précisément de la pression partielle en oxygène entre chaque interface réactionnels) [Thébaud, 2017]. Dans le cas des superalliages, les premiers oxydes à se former sont les moins stables thermodynamiquement comme NiO et CoO. Plus un oxyde est stable thermodynamiquement plus il se formera tard. Parmi les plus stables formés sur les superalliages, on retrouve la chromine  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  ou l'alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . L'oxygène diffuse aussi en profondeur dans le matériau et peut alors engendrer des inclusions d'oxydes [Xiao, 2014]. Bien que les oxydes de titane et d'aluminium présentent différentes phases allotropiques, nous n'utiliserons dans la suite de ce manuscrit que les termes plus généraux de " $\text{TiO}_2$ " et "alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ".

L'oxydation du nickel est un phénomène inévitable en présence d'oxygène à haute température. Une des solutions pour limiter ce phénomène est l'ajout de certains éléments comme Cr et Al. Leur grande affinité avec l'oxygène leur permet d'être oxydés préférentiellement. Les oxydes formés sont denses et stables, ce qui contribue à limiter la diffusion de l'oxygène vers l'alliage « sain » : ces oxydes sont protecteurs et on parle alors de propriété de passivation [Pettit et al., 1984]. Toutefois, tous les oxydes ne sont pas protecteurs: par exemple, le NiO et le FeO sont des oxydes poreux et perméables à l'oxygène qui laissent ce dernier pénétrer jusqu'à l'interface oxyde/métal et continuer le processus d'oxydation de l'alliage [Ghonem et al., 1993].

Les processus de formation et les caractéristiques de ces deux types d'oxydes, protecteurs et non protecteurs, sont distincts et rassemblés dans le **Tableau I.A.2**. De nombreuses informations sont issues du cours d'Oxydation à Hautes Températures d'A. Rouaix dispensé à l'ENSIACET de Toulouse [Rouaix, Cours].

Tableau I.A.2 – Caractéristiques générales des oxydes protecteurs et non protecteurs.

	<u>Les oxydes non protecteurs :</u> <u>ex. NiO, <math>\text{TiO}_2</math>, FeO</u>	<u>Les oxydes protecteurs :</u> <u>ex. <math>\text{Cr}_2\text{O}_3</math> et <math>\text{Al}_2\text{O}_3</math></u>
Défauts (lacune anionique, cation interstitiel)	Riches	Pauvres
Perméabilité à O / Capacité à dissoudre O	Faible/Forte	Forte/Faible (d'autant plus pour l'alumine [Pettit et al, 1984])
Stabilité thermodynamique	Faible	Forte

Type de croissance d'oxyde	Anionique	Cationique
Contrôle de la croissance d'oxyde	Interfacial (oxyde/métal)	Diffusionnel
Phénomène limitant	Vitesse des réactions à l'interface oxyde/métal entre l'oxygène et les éléments métalliques [Xiao, 2014]	Diffusion d'un élément au travers de la couche d'oxyde : théorie de Wagner [Wagner, 1933] [Monceau et al., 1998]
Cinétique de croissance	Linéaire $\xi - \xi_0 = k_l(t - t_0)$ $\xi$ l'épaisseur de la couche d'oxyde, $k$ la constante de vitesse, $t$ le temps	Parabolique $(\xi - \xi_0)^2 = k_p(t - t_0)$
Sens de croissance	Vers le métal : le métal est consommé, l'oxyde "prend sa place"	Vers la surface : l'oxyde se forme "au-dessus" du métal
Morphologie et microstructure de l'oxyde	Dépendent de et reflètent la microstructure du superalliage	Ne dépendent pas de la microstructure du superalliage [Hindam et al., 1982]

Dans le cas de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , la force motrice de la diffusion des cations de Cr et d'Al du métal vers l'oxyde est le gradient de concentration chimique. En effet, à mesure que la couche d'oxyde croît, l'alliage sous-jacent s'appauvrit en éléments oxydés [Hodgkiess et al., 1978][Young et al., 2006]. L'évolution de la taille de cette zone appauvrie obéit à une cinétique parabolique, tout comme la cinétique de croissance de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . De plus, puisque les précipités  $\gamma'$  sont des phases riches en Al, on observe aussi une déplétion en précipités  $\gamma'$  en sous-couches d'oxydes [Sudbrack et al., 2012][Foss et al., 2014][Pineau et al., 2016b]. Cette zone de déplétion conduit généralement à un abaissement des propriétés mécaniques du superalliage.

Thébaud propose dans la revue bibliographique de son manuscrit de thèse un schéma illustrant l'allure générale de la surface d'un superalliage exposée aux phénomènes d'oxydation (Figure I.A.15) et qui résume les différents points abordés jusqu'ici [Thébaud, 2017].

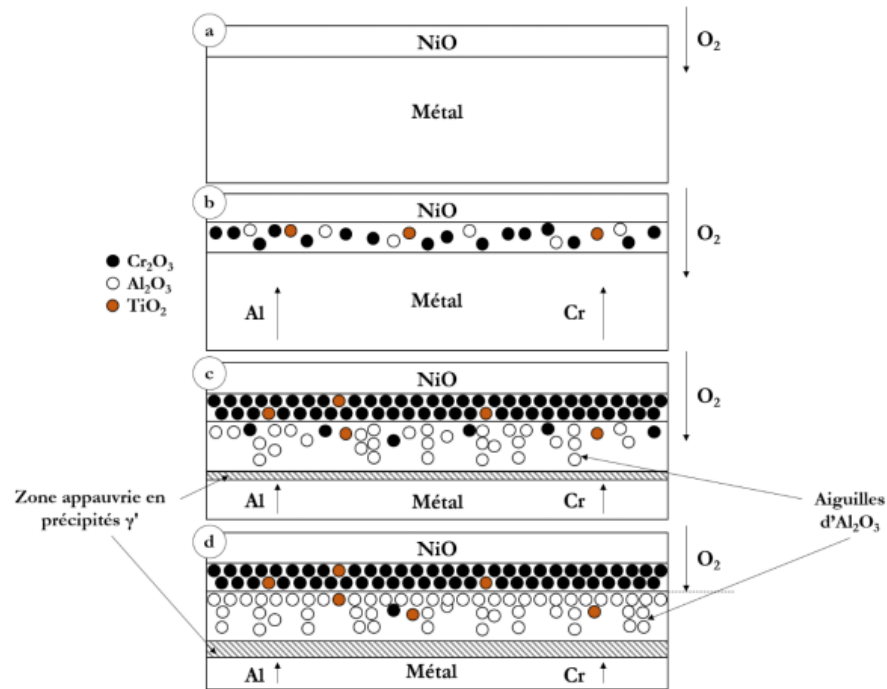


Figure I.A.15 : Scénario d'oxydation d'une surface libre de superalliage base Ni à haute température proposé par [Thébaud, 2017] et adapté de [Giggins et al., 1971] ;

- a) Formation de la couche de NiO suite à la pénétration d'oxygène ;
- b) Formation sous la couche de NiO d'une couche mixte avec  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et  $\text{TiO}_2$  via la diffusion des éléments vers la surface ;
- c) Densification de la couche de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , croissance de l' $\text{Al}_2\text{O}_3$  sous forme de « branches », apparition d'une zone de déplétion en précipités  $\gamma'$  ;
- d) Accentuation des processus décrits en c.

Pour les superalliages base nickel de type Ni-Cr-Al comme l'AD730™, Giggins *et al.* suggèrent de les distinguer en 3 catégories selon les types d'oxydes majoritaires qui se forment [Giggins et al., 1971]. Ces catégories dépendent essentiellement de la teneur en Ni, Cr et Al et de la stabilité thermodynamique respective de leurs oxydes associés:

- **Catégorie I** : Lorsque l'alliage contient peu d'Al et Cr, une couche externe de NiO et/ou de spinelles  $\text{Ni}(\text{Cr},\text{Al})_2\text{O}_4$  se forme avec en sous-couches des oxydes de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ;
- **Catégorie II** : Lorsque l'alliage a une forte teneur en Cr mais une faible teneur en Al, la couche d'oxyde qui se forme préférentiellement est celle de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  avec en sous-couche de l'alumine discontinue (alliages chromino-formeurs);
- **Catégorie III** : Si suffisamment d'Al est présent dans la composition, alors la sous-couche sera un oxyde mixte de chromine et d'alumine sous lequel se forme une couche continue d'alumine.

La formation des oxydes protecteurs est communément décrite grâce à la théorie de Wagner [Wagner, 1933] [Wagner, 1952]. Les hypothèses fortes associées sont les suivantes :



- Les couches d'oxydes protecteurs sont denses et parfaitement adhérentes au substrat, elles sont continues et uniformes ;
- La diffusion des ions/électrons dans le volume des couches d'oxydes est le processus limitant ;
- L'ensemble du système couches d'oxydes/interfaces est à l'équilibre thermodynamique en tout point.

La cinétique de prise de masse en fonction du temps pour les oxydes protecteurs peut alors être décrite par une loi parabolique de type :

**Equation I.A.8** 
$$\left(\frac{\Delta m}{S} - \frac{\Delta m_0}{S}\right)^2 = k'_p(t - t_0)$$

avec  $\Delta m$  la prise de masse,  $k'_p$  le coefficient cinétique parabolique,  $t$  le temps d'exposition et  $S$  la surface exposée.

De nombreuses études sur superalliages base nickel montrent qu'une loi parabolique permet bien de rendre compte des cinétiques d'oxydation [Rhee et al., 1970][Monceau et al., 1998][Hodgkiess et al., 1978][Chateau et al., 2009][Smialek et al., 1987]. Les constantes paraboliques de vitesse obéissent à une loi d'Arrhenius, traduisant l'activation thermique du processus d'oxydation [Kofstad, 1988].

Outre par diffusion dans le volume, l'oxydation peut aussi s'opérer par diffusion « court-circuit » *via* les défauts structuraux du réseau cristallin comme les dislocations et les joints de grains [Trindade et al., 2005][Jiangdong et al., 2016]. L'alumine fait partie des oxydes qui ont tendance à croître préférentiellement aux joints de grains [Thébaud, 2017]. La diffusion aux joints de grains peut être de  $10^4$  à  $10^6$  fois plus rapide que dans le volume.

Un autre paramètre influençant les vitesses d'oxydation d'un superalliage ainsi que la morphologie des oxydes est l'orientation des grains oxydés. L'effet de ce paramètre est plus prononcé pendant les premiers stades de l'oxydation (1h d'exposition). Ainsi, Bonfrisco *et al.* et Wang *et al.* rapportent que les grains orientés (111) sont ceux qui s'oxydent le moins vite. La vitesse d'oxydation croît linéairement en fonction de l'angle d'orientation du grain par rapport à l'axe  $\langle 111 \rangle$ . La raison principale invoquée est le moindre nombre de variants de relations d'épitaxie que possède le NiO avec le Ni pur dans la direction  $\langle 111 \rangle$ . L'oxyde formé a alors une structure granulaire plus grossière [Bonfrisco et al., 2010][Wang et al., 2015].

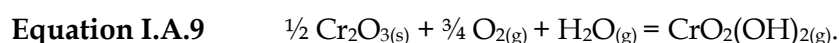
Quand une surface métallique s'oxyde, il est possible de rencontrer des phénomènes d'écaillage des couches d'oxydes. En effet en se formant à haute température, les oxydes



accumulent des contraintes internes mécaniques et des contraintes de croissance [Xiao, 2014][Pettit et al., 1984][Milhet et al., 2005]. Pendant le refroidissement, des contraintes thermiques s'ajoutent à cause de la différence de coefficient de dilatation thermique entre métal et oxydes. Cet ensemble de contraintes met la couche d'oxydes le plus souvent en compression, ce qui aboutit parfois à l'écaillage de la couche. Ce phénomène devient en particulier problématique quand le matériau est soumis à de l'oxydation cyclique : le métal mis à nu après écaillage étant appauvri en éléments tels que Cr et Al, sa capacité à former des couches protectrices par la suite est amoindrie.

Concernant l'oxydation de l'AD730™ à haute température, peu de travaux sont encore rapportés dans la littérature. A ce jour, les principaux résultats ont été obtenus par Thébaud qui a étudié la nature et la cinétique de prise de masse des couches d'oxydes formées sous air sec à 700°C, 850°C et 900°C jusqu'à 120h [Thébaud, 2017]. Ses principales conclusions sont qu'une microstructure à grains fins de l'AD730™ s'oxyderait moins vite qu'une microstructure à gros grains. Cela serait dû à la formation d'alumine passivante préférentiellement aux joints de grains. En revanche, il ne met pas en évidence la présence d'une couche de NiO comme illustré sur la **Figure I.A.15**. Cela suggère que l'AD730™ ferait partie de la catégorie II des superalliages de type Ni-Cr-Al.

Enfin, il est nécessaire de préciser que les points bibliographiques abordés jusqu'ici concernent des études réalisées sous air sec. Or, la présence de vapeur d'eau dans l'air modifie le phénomène d'oxydation à haute température. Une atmosphère avec air humide (présence de vapeur d'eau) est plus représentative des conditions d'essais sous air de laboratoire. Sous air sec, la formation de composés oxydés volatils tels que le CrO<sub>3</sub> est possible après réaction entre la chromine solide et le dioxygène gazeux. La volatilisation de ce composé devient forte au-delà de 900°C. Cependant, en présence d'eau (au moins 40% d'humidité relative) et dès 600°C, d'autres composés supplémentaires que l'on ne retrouve pas sous air sec peuvent se former. Le principal composé à se volatiliser est l'oxyde de chrome selon la réaction suivante :



La conséquence de la volatilisation des oxydes est la modification de la nature des couches d'oxydes et un appauvrissement d'autant plus fort en éléments oxydables dans l'alliage. Sur des temps très longs, on peut alors atteindre une épaisseur limite de couche d'oxydes s'il y a équilibre entre volatilisation d'oxydes et croissance de couches d'oxydes

[Opila][Young et al., 2006]. Sur des temps plus courts, on constate une cinétique de prise de masse plus lente que sous air sec du fait de la perte de matière et de l'abaissement de la vitesse de croissance. Selon les conditions et les superalliages, une perte de masse peut être enregistrée. C'est ce que nous rapporte Pint *et al.* dans ses travaux de 2010 : sur de l'Inconel 625, la présence d'eau dans l'air entraîne une perte de masse due à la volatilisation à partir de 800°C et 500h d'exposition (**Figure I.A.16**) [Pint et al., 2010]. Il convient de préciser que ces résultats sont obtenus sur des échantillons très minces (100µm).

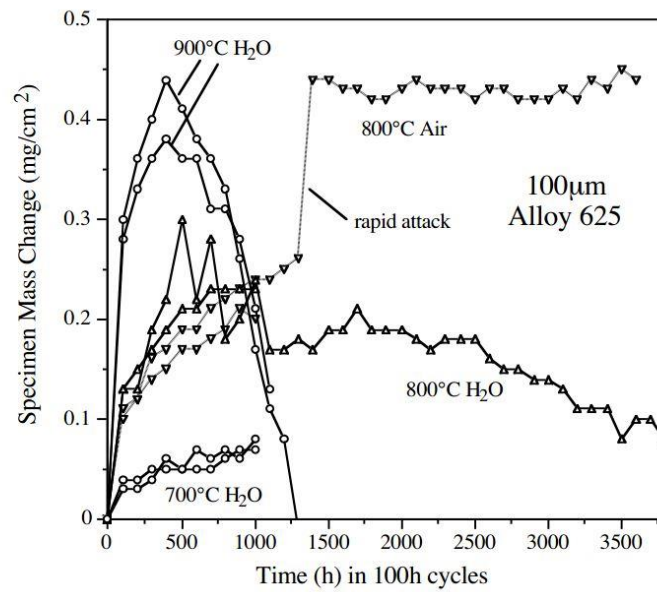


Figure I.A.16 – Prise de masse (axe Y) en fonction du temps en heures d'exposition à haute température (axe X) d'une couche mince d'alliage 625 : influence de l'humidité sur les cinétiques d'oxydation [Pint et al., 2010].

## I.B. Propagation de fissure à haute température dans les superalliages base nickel

La problématique centrale de ce sujet de thèse concerne la propagation de fissure à haute température dans le superalliage AD730™. La revue bibliographique de cette thématique s'articule alors en trois parties. Une première partie permet d'introduire les concepts et généralités de base relatifs à l'étude de la propagation de fissure dans les matériaux. La seconde partie restreint le domaine d'étude à celui de la propagation de fissure à haute température dans les superalliages base nickel. Il est question de proposer un aperçu des principaux travaux ayant été menés pour améliorer la compréhension des différents mécanismes interagissant en pointe de fissure. La troisième partie se focalisera particulièrement sur les travaux de Loyer-Danfou *et al.* et Carbou conduits dans les années 90 [Loyer-Danfou *et al.*, 1993][Carbou, 2000]. Nombre de leurs résultats et perspectives ont en effet grandement contribué à la genèse du présent sujet de thèse.

### I.B.1. Outils d'analyse de la propagation de fissure

#### *I.B.1.a. Cadre de la mécanique élastique linéaire à la rupture*

La mécanique élastique linéaire à la rupture (MELR) est l'approche la plus répandue dès lors qu'il s'agit d'étudier la propagation de fissures macroscopiques dans les structures. Il n'est pas question dans cette partie d'aborder l'étude de l'amorçage de fissure. On considère donc qu'une fissure est déjà préexistante dans un matériau supposé homogène et isotrope. Comme illustrée **Figure I.B.1**, la fissure est assimilée à une entaille plane dont la pointe a un rayon de courbure infiniment petit. On associe à cette pointe des repères cartésiens et polaires. La MELR permet de décrire les champs de contraintes et déformations au voisinage proche de la pointe de fissure. Elle est essentiellement construite pour s'appliquer aux cas de rupture dans les matériaux fragiles (« élastique linéaire ») mais nous verrons plus en aval que des corrections peuvent être utilisées pour le cas de matériaux possédant une certaine ductilité tels que les superalliages base nickel.

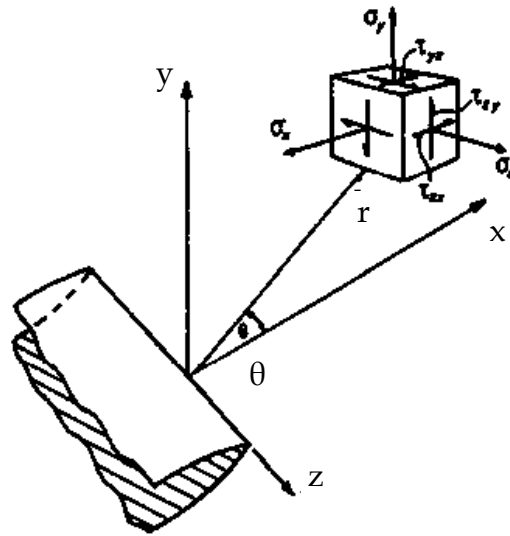


Figure I.B.1 – Pointe de fissure plane avec repères cartésiens  $(x, y, z)$  et polaires  $(r, \theta)$  associés.

Lorsqu'un chargement mécanique est appliqué à une fissure, on considère trois différents modes élémentaires d'ouverture de fissure, représentés sur la **Figure I.B.2**. Pour la suite de cette partie, on se place dans le cas d'une sollicitation de la fissure entièrement réalisée en mode I. Pour ce mode, nous ferons la distinction entre les résultats obtenus dans le cas de contraintes planes ( $\sigma_{zz} = 0$ ), applicable aux bords d'une plaque épaisse ou sur des structures minces, ou de déformations planes ( $\varepsilon_{zz} = 0$ ), valable au cœur d'une plaque épaisse.

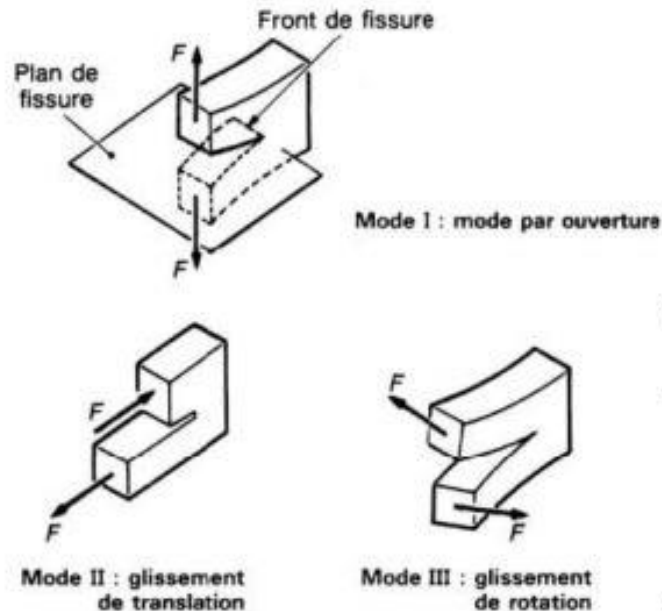


Figure I.B.2 – Les trois modes élémentaires de fissuration [Engerrand, 2000].

S'inspirant des travaux de Griffith qui décrivent la force motrice de propagation en reliant la part d'énergie restituée lors de la propagation et l'énergie de création de surface [Griffith,

1921], Irwin propose un outil analytique permettant de décrire les champs de contraintes, déformations et déplacements au voisinage d'une pointe de fissure : le Facteur d'Intensité des Contraintes  $K$  (FIC), noté  $K_I$  dans le cas d'une ouverture en mode I [Irwin, 1957]. Irwin montre que, pour tout type de chargement, les champs de contraintes  $\sigma_{ij}$  ( $i, j = x, y$ ) évoluent en  $1/\sqrt{r}$  et sont proportionnels à  $K_I$  :

**Equation I.B.1** 
$$\sigma_{ij}(r, \theta) \cong \frac{1}{\sqrt{2\pi r}} K_I \cdot f_{I,ij}(\theta)$$

Les champs de déplacements  $u_i$  sont alors donnés par :

**Equation I.B.2** 
$$u_i(r, \theta) \cong \frac{1}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} K_I \cdot g_{I,i}(\theta)$$

avec  $\mu$  le module de cisaillement.

Les égalités ne sont pas strictes car les termes de droite correspondent aux premiers termes de développements limités des champs au voisinage de la fissure. Des termes supplémentaires sont à considérés pour décrire les champs loin de la fissure.

En mode I, si on développe les **Equations I.B.1 et 2**, les champs de contraintes et déplacements proches de la fissure peuvent s'exprimer comme suit [Anderson, 1995]:

**Equation I.B.3a** 
$$\sigma_{xx} = \frac{1}{\sqrt{2\pi r}} K_I \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[1 - \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right]$$

**Equation I.B.3b** 
$$\sigma_{yy} = \frac{1}{\sqrt{2\pi r}} K_I \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[1 + \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right]$$

**Equation I.B.3c** 
$$\sigma_{xy} = \frac{1}{\sqrt{2\pi r}} K_I \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \cos\left(\frac{3\theta}{2}\right)$$

**Equation I.B.3d** 
$$\sigma_{zz} = 0 \text{ dans le cas de contraintes planes}$$

**Equation I.B.3e** 
$$\sigma_{zz} = \nu(\sigma_{xx} - \sigma_{yy})$$
  
dans le cas de déformations planes,  $\nu$  coefficient de poisson

**Equation I.B.4a** 
$$u_x = \frac{1}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} K_I \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[k - 1 + 2 \sin^2\left(\frac{\theta}{2}\right)\right]$$

**Equation I.B.4b** 
$$u_y = \frac{1}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} K_I \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[k + 1 - 2 \cos^2\left(\frac{\theta}{2}\right)\right]$$

**Equation I.B.4c** 
$$k = \frac{3-\nu}{1+\nu} \text{ dans le cas de contraintes planes}$$

**Equation I.B.4d** 
$$k = 3 - 4\nu \text{ dans le cas de déformations planes}$$

Si l'on se place dans le plan de la fissure ( $\theta = 0$ ) et en considérant la contrainte de tension maximale qu'est  $\sigma_{yy}$ , l'**Equation I.B.3b** aboutit à une contrainte locale infinie à la pointe de fissure ( $r$  tend vers 0) : la pointe correspond ainsi à une zone de singularité. En revanche, en prenant le produit  $\sigma_{yy}\sqrt{2\pi r}$ , celui-ci est alors constant et vaut  $K_I$ . L'intérêt majeur de l'outil élastique qu'est le FIC est donc de pouvoir décrire les champs de contraintes aux abords d'une singularité telle que la pointe d'une fissure.

Le FIC en mode I peut aussi s'exprimer en fonction de la contrainte appliquée à l'infini  $\sigma_{y\infty}$ , de la longueur de fissure  $a$  et de la géométrie de l'éprouvette utilisée *via* une fonction  $Y$  :

**Equation I.B.5** 
$$K_I = \sigma_{y\infty}\sqrt{\pi a}Y$$

Le FIC s'exprime en MPa $\sqrt{m}$ .

Dans le cas de la propagation de fissure par fatigue, un chargement cyclique est appliqué à la fissure. Au cours de l'essai, le FIC atteint donc périodiquement une valeur maximale  $K_{max}$  et une valeur minimale  $K_{min}$ . La différence entre ces deux grandeurs est alors notée  $\Delta K$ .

#### **I.B.1.b. Cas de la plasticité confinée en pointe de fissure**

Dans le cas de matériaux possédant une certaine ductilité comme les superalliages base nickel, le chargement mécanique entraîne la formation d'une zone plastifiée dans le volume à la pointe de fissure lorsque les contraintes locales dépassent la limite d'élasticité. Si l'on peut considérer que les phénomènes de plasticité sont confinés à la pointe de fissure, c'est-à-dire que la taille de la zone plastifiée est négligeable devant la longueur de la fissure et les autres dimensions caractéristiques (ligament, épaisseur d'éprouvette...), alors la MELR peut toujours s'appliquer dans la zone plastifiée.

Dans le cas d'un matériau élastoplastique soumis à une sollicitation de fatigue uniaxiale en mode I, la mise en charge conduit à la formation d'une zone plastifiée monotone  $ZP_m$ . La taille de la  $ZP_m$  obtenue peut être décrite par la relation :

**Equation I.B.6** 
$$r_{PZm} = \alpha \left( \frac{K_{max}}{R_p} \right)^2$$

avec  $R_p$  la limite d'élasticité et  $\alpha$  un coefficient qui dépend du modèle utilisé et de l'état des contraintes.

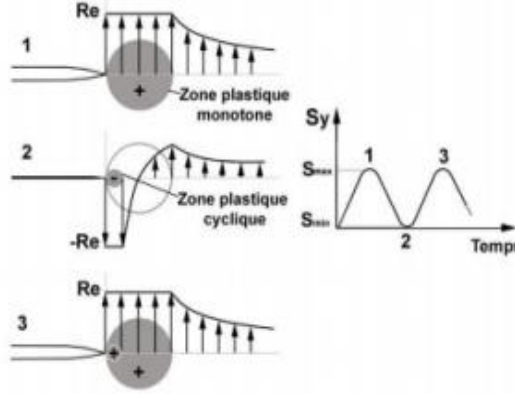
Le modèle d'Irwin se place dans le cas d'un matériau élastique parfaitement plastique et fait l'hypothèse que la zone plastifiée monotone est circulaire dans le plan (xy) (**Figure I.B.3**)

[Irwin, 1960]. Irwin estime les diamètres de zone plastifiée comme étant :

**Equation I.B.7a** 
$$r_{PZm, Irwin} = \frac{1}{\pi} \left( \frac{K_{max}}{R_p} \right)^2 \text{ en contraintes planes}$$

**Equation I.B.7b** 
$$r_{PZm, Irwin} = \frac{1}{3\pi} \left( \frac{K_{max}}{R_p} \right)^2 \text{ en déformations planes}$$

Ces équations sont obtenues à partir de l'Equation I.B.3b pour  $\theta = 0$ .



**Figure I.B.3** – Formations de la zone plastifiée monotone à la mise en charge de la pointe de fissure (1) puis de la zone plastifiée cyclique à la décharge (2) avec la solution élastoplastique des champs de contraintes associée. Morphologie des zones plastifiées dans le cadre du modèle d'Irwin. Adapté par [Do, 2013].

D'autres modèles ont été développés pour tenter de mieux décrire la taille et la géométrie de la zone plastifiée monotone. Par exemple, en utilisant le critère de von Mises, l'Equation I.B.6 devient, pour tout  $\theta$  :

**Equation I.B.8a** 
$$r_{PZm, VM} = \frac{1}{2\pi} \left( \frac{K_{max}}{R_p} \right)^2 \cos^2\left(\frac{\theta}{2}\right) [1 + 3 \sin^2\left(\frac{\theta}{2}\right)] \text{ en contraintes planes}$$

**Equation I.B.8b**

$$r_{PZm, VM} = \frac{1}{2\pi} \left( \frac{K_{max}}{R_p} \right)^2 \cos^2\left(\frac{\theta}{2}\right) [(1 - 2\nu)^2 + 3 \sin^2\left(\frac{\theta}{2}\right)] \text{ en déformations planes}$$

La forme de la  $ZP_m$  dans ces hypothèses est représentée **Figure I.B.4a et b**.

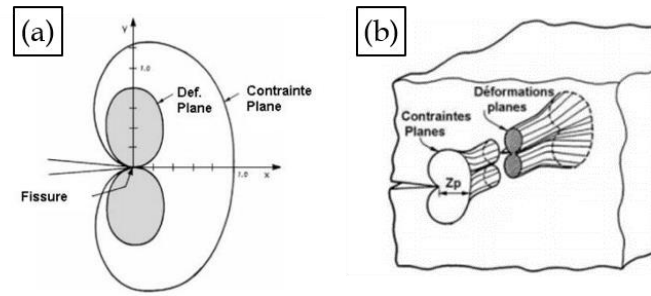


Figure I.B.4 – Formes de la  $PZ_m$  obtenues avec le critère de von Mises en déformations et contraintes planes (a) en 2D dans le plan (xy) ; (b) en 3D dans une plaque épaisse.

Toujours en considérant une sollicitation cyclique, lors de la décharge, une autre zone plastifiée se forme en pointe de fissure : la zone plastifiée cyclique  $ZP_c$ . Mise en évidence par de nombreux auteurs [Irwin, 1960][Paris, 1960][Rice, 1967], elle est incluse dans la  $ZP_m$ . Cette zone apparaît du fait de la mise en compression locale d'un certain volume lorsque la limite d'élasticité en compression est dépassée. Ce phénomène, illustré **Figure I.B.3**, est notamment dû aux efforts appliqués lors de la décharge par le matériau englobant la  $ZP_m$  qui est resté élastique. Sur les mêmes hypothèses que le modèle d'Irwin, Rice estime la taille de la  $PZ_c$  avec une relation dépendant de la valeur de  $\Delta K$  et de deux fois la limite d'élasticité [Rice, 1967] :

Equation I.B.9a 
$$r_{PZc} = \frac{1}{\pi} \left( \frac{\Delta K}{2R_p} \right)^2 \text{ en contraintes planes}$$

Equation I.B.9b 
$$r_{PZc} = \frac{1}{3\pi} \left( \frac{\Delta K}{2R_p} \right)^2 \text{ en déformations planes}$$

ce qui permet de déduire la relation :

Equation I.B.10 
$$\frac{r_{PZc}}{r_{PZm, Irwin}} = \left( \frac{1-R}{2} \right)^2 \text{ avec } R = \frac{K_{min}}{K_{max}}$$

La définition et la prise en compte dans les études de telles zones plastifiées sont primordiales puisqu'elles participent à de nombreux mécanismes influençant la propagation, que ce soit par des effets accélérateurs ou « boucliers ». La déformation plastique en pointe de fissure contribue notamment à l'émoussement de la pointe [Laird, 1967][Marchal, 2006] qui peut être assimilé à la partie permanente de l'ouverture de la pointe de fissure ou *CTOD* pour *Crack Tip Opening Displacement*. La **Figure I.B.5** propose une définition schématique du CTOD. L'ouverture de fissure dépend linéairement de la charge appliquée.



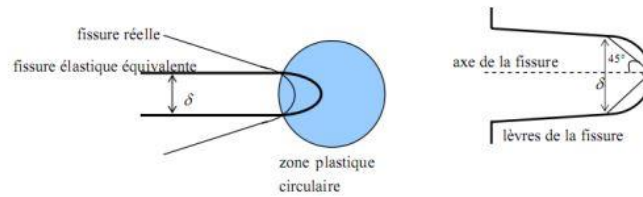


Figure I.B.5 – Définition schématique de l'ouverture de la pointe de fissure  $\delta$  (CTOD) selon [Tracey, 1976].  
Adapté par [Do, 2013].

### I.B.1.c. Propagation de fissures longues par fatigue

L'étude de la propagation par fatigue passe par la mesure des longueurs caractéristiques de la fissure. Des méthodes normées de suivi de potentiel électrique ou de complaisance permettent par exemple de déterminer la longueur instantanée moyenne de la fissure pendant l'essai [ASTM, E647]. Dans le cas d'une fissure de longueur  $a$  se propageant dans une seule direction, une courbe donnant  $a$  en fonction du nombre de cycles est obtenue (Figure I.B.6). A partir de ces données, il est alors possible de déduire la vitesse de propagation cyclique  $da/dN$ .

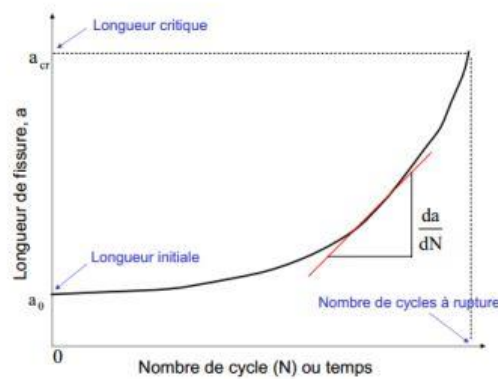


Figure I.B.6 – Mesure typique de l'évolution de longueur de fissure  $a$  en fonction du nombre de cycles de fatigue  $N$ .

Si la plasticité en pointe de fissure peut être supposée confinée, la grandeur  $\Delta K$  définie plus haut convient pour décrire l'évolution de la vitesse de propagation. En effet, on rappelle que pour une amplitude de chargement constante, la valeur de  $\Delta K$  augmente avec l'avancée de fissure (cf Equation I.B.5). L'augmentation des vitesses de propagation en fonction de la

valeur de  $\Delta K$  typiquement obtenue dans le cas des fissures longues est présentée sur un graphe bi-logarithmique **Figure I.B.7**. Trois régimes de propagation peuvent être définis :

- **Régime I** : Ce régime concerne le début de la propagation de la fissure, lorsque la valeur de  $\Delta K$  dépasse une valeur seuil  $\Delta K_{seuil}$  dite « seuil de propagation » (*threshold* « *th* » en anglais). Par définition, une fissure longue ne se propage pas en dessous de ce seuil.

Le régime I de propagation se caractérise généralement par des vitesses d'avancée très faibles. La contrainte moyenne, l'environnement et la microstructure du matériau influencent fortement la propagation de fissure dans ce régime [Marchal, 2006][Fiordalisi, 2014].

- **Régime II** : Ce régime est souvent appelé « domaine de Paris » en référence aux travaux de Paris [Paris, 1960] qui montrent notamment que dans ce domaine, la vitesse de propagation en régime II est reliée à la valeur de  $\Delta K$  par une relation puissance d'ordre  $m$ :

**Equation I.B.11**  $\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m$  Loi de Paris, avec  $C$  une constante

Ainsi, en échelle bi-logarithmique, une augmentation linéaire des vitesses de propagation en fonction de la valeur de  $\Delta K$  est observée. Environnement et microstructure ont tendance à avoir peu d'influence sur ce domaine du fait du contrôle de la propagation par la valeur de  $\Delta K$ .

- **Régime III** : La valeur du FIC s'approchant de la ténacité du matériau en mode I  $K_{IC}$ , la vitesse de fissuration augmente très rapidement, marquant une inflexion par rapport au régime II et conduisant à la rupture en statique du matériau.

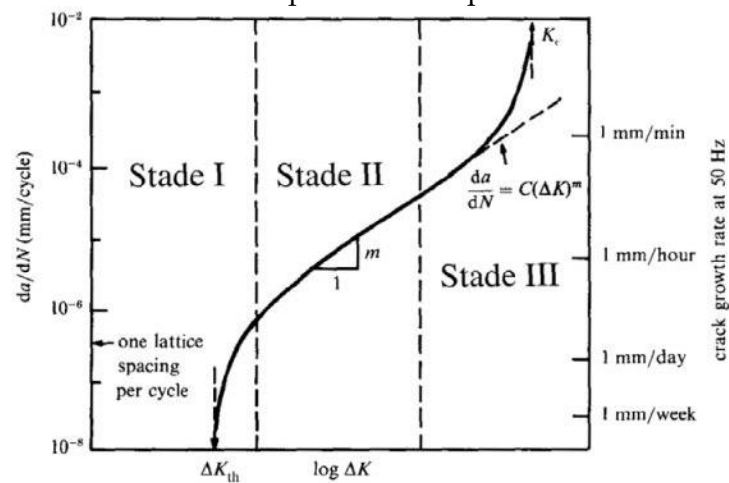


Figure I.B.7 – Graphe bi-logarithmique classique donnant  $da/dN$  la vitesse de propagation d'une fissure longue en fonction de la valeur de  $\Delta K$ .

Distinction des trois régimes de propagation [Suresh, 1998]. NB : régime = *stade* en anglais.

En fonction des conditions d'essais, la propagation en régime II peut notamment s'opérer de façon intergranulaire, intragranulaire, mixte inter-intragranulaire, par clivage ou pseudo-clivage. Dans la majorité des cas, quel que soit le type de propagation, il peut être observé en microscopie électronique à balayage la présence de stries de fatigue sur la surface de rupture. Ce mécanisme de propagation a été étudié en premier par Laird *et al.* et Pelloux *et al.* [Laird, 1967][Pelloux, 1969]. Un exemple de l'observation des stries de fatigue obtenues par ces derniers sur un alliage d'aluminium 2024-T3 est présenté **Figure I.B.8a**. Laird *et al.* expliquent ce phénomène en invoquant l'émoussement de la pointe de fissure dû à une déformation plastique localisée lors de la mise en charge, émoussement qui ne peut être compensé à la décharge par la déformation plastique en retour, entraînant un incrément de fissure de l'ordre du rayon d'émoussement. Les différentes étapes de ce mécanisme sont présentées **Figure I.B.8b**. Neuman *et al.* proposent un autre mécanisme de formation des stries qui considère que l'avancée cyclique de fissure se fait après glissements successifs selon deux plans cristallins activés [Neuman, 1969]. Ce mécanisme repose à nouveau sur le fait qu'une déformation plastique en pointe de fissure a été introduite, conduisant à une création irréversible de surface. Quel que soit le mécanisme, une strie de fatigue correspond à une avancée de fissure pendant un cycle.

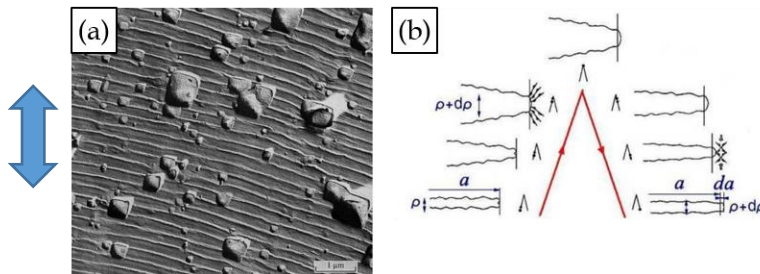


Figure I.B.8 – (a) Stries de fatigue observées au MEB sur un alliage d'Aluminium 2024-T3 par [Pelloux, 1969] (direction de propagation indiquée par la double flèche), (b) Mécanisme de formation d'une strie au cours d'un cycle de fatigue proposé par [Laird, 1967].

La propagation par pseudo-clivage, observée par exemple dans un acier bainitique par Lambert-Perlade (**Figure I.B.9**), se produit par rupture fragile de plans cristallins. Macroscopiquement orientées dans le plan de propagation, les facettes de pseudo-clivage sont caractérisées par des « rivières » qui s'alignent selon la direction de propagation [Pineau *et al.*, 2016a].

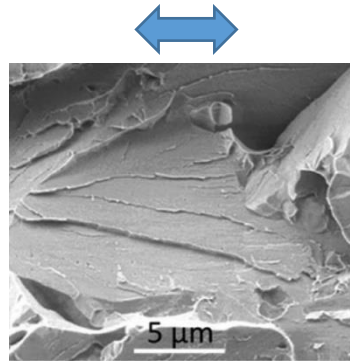


Figure I.B.9 – Facette de pseudo-clivage observée au MEB sur un acier bainitique par [Lambert, 2001] avec rivières alignées dans la direction de propagation (double flèche).

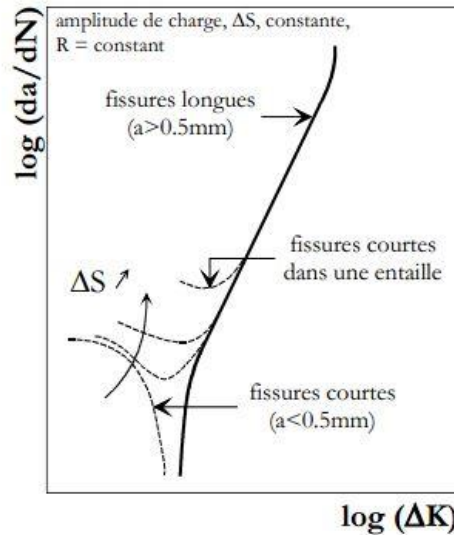
#### I.B.1.d. Propagation de fissures courtes par fatigue

La terminologie « fissures courtes » existe par opposition avec celle de « fissures longues ». Pour autant, plusieurs définitions de fissures courtes sont admises [Lankford, 1982][Suresh et al., 1984], parmi elles :

- Les fissures microstructuralement courtes ont des tailles inférieures ou égales à la taille caractéristique des éléments de microstructure comme les grains ;
- Les fissures mécaniquement courtes ont leurs dimensions totalement incluses par exemple dans une zone plastifiée générée par une entaille. La plasticité en pointe de fissure n'est donc plus confinée. C'est le cas aussi lorsque la  $PZ_m$  créée à la charge est plus importante que la taille de fissure elle-même ;
- Les fissures physiquement courtes ne dépassent pas 1 à 2 mm et sont plus courtes que les fissures longues classiquement étudiées (e.g. pour une éprouvette Compact-Tension de ligament 32 mm, la fissure initiale a une longueur minimale de 8 mm en tenant compte de la préfissuration).

Les fissures courtes exhibent deux comportements en propagation qui diffèrent de ceux des fissures longues et qui ne sont pas prédits par la MELR [Pearson, 1975][James et al., 1983][Tanaka et al., 1983][Navarro et al., 1988][Rodopoulos et al., 2002][Sansoz, 2000]. Premièrement, il a été observé que la propagation de ces fissures courtes à des valeurs de  $\Delta K$  inférieures au  $\Delta K_{seuil}$  est possible. Deuxièmement, les fissures courtes ont tendance à se propager à des vitesses plus élevées que celles obtenues avec des fissures longues pour un même niveau de  $\Delta K$ . Des oscillations de vitesses de propagation sont parfois mises en évidence et associées à des franchissements de barrières microstructurales. Le comportement des

fissures courtes rejoint ensuite celui des fissures longues pour une certaine valeur de  $\Delta K$  et après une diminution progressive des vitesses de propagation. La **Figure I.B.10** résume ces observations en indiquant l'effet du niveau de chargement sur le domaine des fissures courtes.



**Figure I.B.10 – Différence de comportement entre fissures courtes et longues à faibles niveaux de  $\Delta K$ .**

**Influence du niveau de chargement sur le domaine des fissures courtes.**

[Sansoz, 2000] d'après [Suresh, 1991].

Parmi les raisons expliquant le comportement spécifique des fissures courtes, il y a celle de l'influence de la microstructure. Alors que dans le régime II, les fissures longues se propagent en « ignorant » les hétérogénéités microstructurales, ces dernières feraient office de barrières à l'avancée des fissures courtes [Tanaka et al., 1983]. Par exemple, Lankford montre en 1982 sur un alliage d'aluminium 7075-T6 que plus la taille de grains est grande, plus le domaine de l'effet « fissure courte » est étendu et les vitesses de propagation anormalement élevées (**Figure 1.B.11**)[Lankford, 1982].

L'effet d'oscillation des vitesses évoqué plus haut serait aussi lié à l'influence des joints de grains. Les vitesses de propagation diminuent à l'approche d'un joint puis accélèrent abruptement une fois le joint franchi. D'après Navarro et De Los Rios, le ralentissement à l'approche du joint est dû à un blocage des systèmes de glissement associés aux déformations plastiques. Il en résulte une augmentation locale des champs de contrainte dans le grain adjacent. Lorsque la zone plastifiée en pointe de fissure dépasse la barrière que constitue le joint, la fissure accélère brutalement en libérant l'énergie stockée localement [Navarro et al., 1988].

Les travaux de Rodopoulos *et al.* montrent en outre que le comportement type « fissures courtes » plus ou moins prépondérant dans un matériau est contrôlé par la limite de fatigue et

la limite d'élasticité cyclique [Rodopoulos et al., 2002].

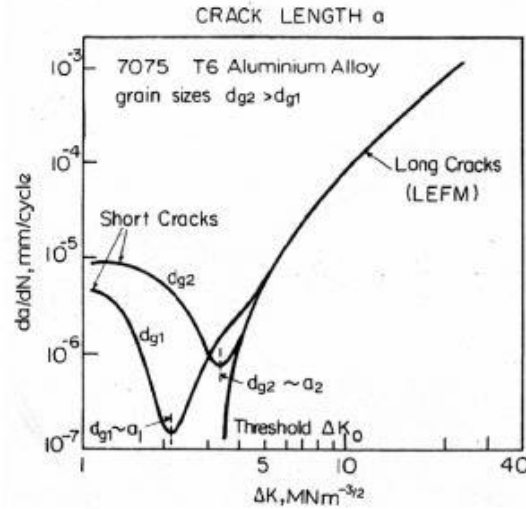


Figure I.B.11 – Effet de la taille de grain sur le domaine de propagation des fissures courtes dans le cas d'un alliage d'aluminium 7075-T6 [Lankford, 1982].

Pour expliquer le fait que la valeur de  $\Delta K_{seuil}$  des fissures courtes soit inférieure à celle des fissures longues, comme illustré par Pineau *via* un diagramme de Kitagawa-Takahashi modifié (Figure I.B.12a et b), les phénomènes de fermeture de fissure sont mis en avant [Kitagawa et al., 1976][Pineau, 1988]. Ces diagrammes définissent les domaines d'applicabilité ou de non-applicabilité de la MELR dans le cas de fissures longues ou courtes. Les phénomènes de fermeture seraient moins présents dans le cas de fissures courtes et contribueraient aux anomalies observées lorsqu'on exprime la vitesse de propagation en fonction du niveau de  $\Delta K$  [Morris et al., 1983].

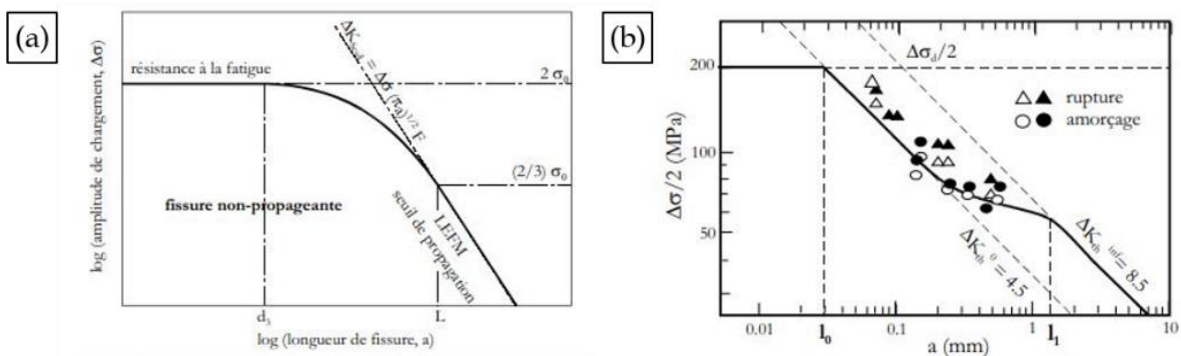


Figure I.B.12 – (a) Diagramme de Kitagawa-Takahashi définissant le domaine de validité de la MELR et les conditions de propagation d'une fissure longue [Kitagawa et al., 1976] ;  
(b) Adaptation de ce diagramme par [Pineau, 1988] dans le cas de fissures courtes.

**I.B.1.e. Phénomènes de fermeture de fissure**

On introduit dans cette partie la notion de rapport de charge  $R$  défini en fonction de la charge maximale  $P_{max}$  et minimale  $P_{min}$  appliquées lors d'un cycle de fatigue :

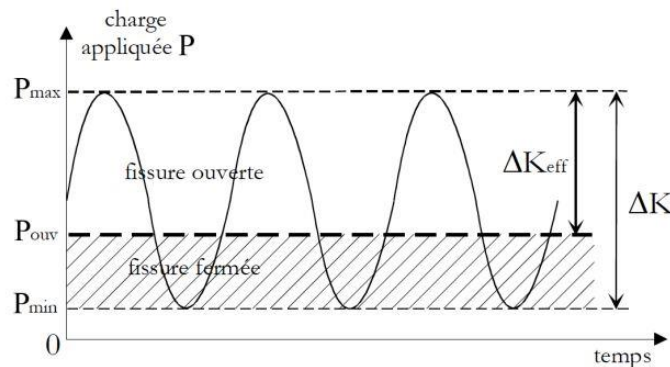
**Equation I.B.12** 
$$R = \frac{P_{min}}{P_{max}}$$

Les phénomènes de fermeture ont été mis en évidence après qu'un effet du rapport de charge sur les courbes de propagation de fissure ait été observé : plus le rapport  $R$  appliqué est faible, plus les vitesses de propagation mesurées sont élevées.

En réalité, cet effet survient lorsqu'une partie du cycle de chargement ne contribue mécaniquement pas à l'ouverture de la fissure (**Figure I.B.13**). Il faut dépasser une certaine valeur de chargement d'ouverture  $P_{ouv}$  pour que la fissure soit considérée comme ouverte sur toute sa longueur. Pour des charges inférieures à  $P_{ouv}$ , les lèvres de la fissure se remettent partiellement et prématurément en contact *via* différents mécanismes : c'est la fermeture de fissure. La charge appliquée et l'ouverture de fissure ne sont plus reliées linéairement dans ce domaine. La fermeture de fissure est exacerbée à rapport de charge faible. Pour prendre en compte ce phénomène dans les courbes de propagation, la valeur de  $\Delta K$  doit être corrigée pour mieux décrire la partie *efficace* ou *effective* du chargement cyclique :

**Equation I.B.13** 
$$\Delta K_{eff} = K_{max} - K_{ouv} \leq \Delta K$$

avec  $K_{ouv}$  la valeur du FIC d'ouverture correspondante à la charge  $P_{ouv}$ .



**Figure I.B.13 – Représentation schématique de la portion de chargement cyclique correspondant à une fissure mécaniquement fermée ou ouverte pour un rapport de charge positif.**

En 1970, Elber est le premier à mettre en évidence les phénomènes de fermeture de fissure en décrivant un mécanisme de fermeture par plasticité [Elber, 1970]. Ce mécanisme réside sur le fait qu'une microrugosité se crée sur les lèvres de la fissure par plasticité lors des phases de



décharge conduisant alors à la remise en contact prématurée des lèvres. D'autres mécanismes de fermeture ont été mis en évidence :

- La fermeture par croissance d'oxydes consiste à une remise en contact des lèvres du fait de la croissance de couches d'oxydes pendant l'ouverture de la fissure. Ce mécanisme a une plus forte influence à bas niveaux de  $\Delta K$  puisque les vitesses de propagation sont faibles, exposant la pointe plus longtemps aux phénomènes d'oxydation. De plus, les épaisseurs d'oxydes formées peuvent être alors être de l'ordre du CTOD [Suresh et al., 1981][Suresh, 1998][Marchal, 2006].
- Lorsque les chemins de propagation sont caractérisés par de forts reliefs, du fait par exemple d'une propagation intergranulaire sur un matériau à gros grains, les niveaux d'ouverture vont être plus élevés que pour le cas de chemin de propagation lisse : c'est la fermeture par rugosité liée à un mode II d'ouverture de fissure [Adams, 1972][Suresh et al., 1982][Ravichandran, 1990]. Cet effet est accentué lorsque les reliefs respectifs des lèvres de fissures ne coïncident pas à la décharge notamment à cause de micro-déplacements en mode II possibles lors de la propagation [Künkler et al. 2008].

Concernant la fermeture par plasticité, celle-ci est essentiellement présente dans des conditions de contraintes planes, soit en surface d'éprouvettes épaisses. De nombreux auteurs invoquent ceci pour expliquer les formes ellipsoïdales des fronts de fissuration expérimentalement observées [Clerivet et al., 1979][Ray et al., 1988][Chermahini et al., 1988][Dawicke et al., 1990]. La fermeture de fissure étant plus importante sur les bords des éprouvettes, les vitesses de propagation y sont réduites.

La Figure I.B.15 résume les différents mécanismes de fermeture de fissure.

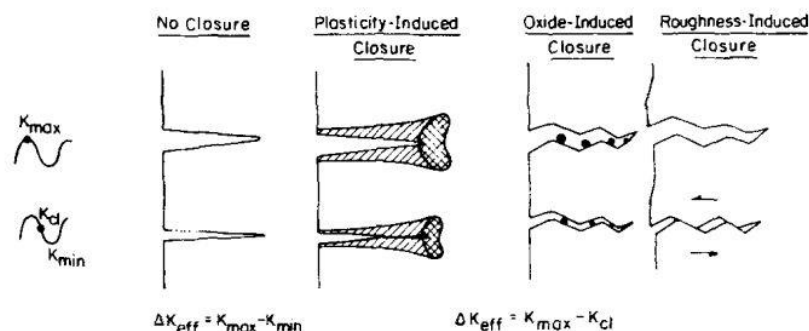


Figure I.B.15 – Principaux mécanismes de fermeture de fissure induite par : plasticité, croissance d'oxydes, rugosité [Suresh et al., 1982].



Dans leurs travaux de 1994, Pang *et al.* observent l'effet de rapport de charge évoqué plus haut sur un alliage d'Aluminium 2024-T351 [Pang et al., 1994]. En utilisant la grandeur  $\Delta K_{eff}$ , ils montrent que les courbes de propagation se superposent dans le domaine de Paris, confirmant la pertinence et l'intérêt d'une telle correction (Figure I.B.14a. et b). On constate cependant sur leurs résultats qu'aux faibles valeurs de  $\Delta K_{eff}$ , des différences subsistent encore entre chaque courbe. Une version modifiée de  $\Delta K_{eff}$  est alors proposée par Kujawski, permettant cette fois de superposer l'ensemble des courbes sur toute la plage de valeurs de  $\Delta K_{eff}$  étudiée (Figure I.B.14c) [Kujawski, 2001]. La modification de  $\Delta K_{eff}$  utilisée est la suivante :

**Equation I.B.14** 
$$\Delta K_{eff,M} = K_{max} - K_{ouv} \left[ 1 + \left( \frac{2}{\pi} - 1 \right) \exp \left( 1 - \frac{K_{max}}{K_{max\text{ seuil}}} \right) \right]$$

avec  $K_{max\text{ seuil}}$  la valeur maximale du FIC au seuil pour un  $R$  donné.

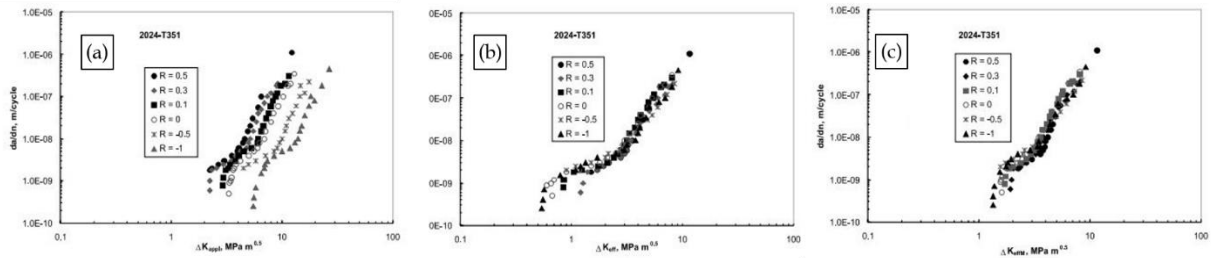


Figure I.B.14 – Courbes de vitesses de propagation de fissure dans un alliage d'aluminium 2024-T351

obtenues à différents rapports de charge et exprimées en fonction de (a)  $\Delta K$  ; (b)  $\Delta K_{eff}$  ;

(c)  $\Delta K_{eff,M}$ . [Pang et al., 1994][Kujawski, 2001].

## I.B.2. Propagation de fissures longues à haute température dans les superalliages base nickel

Cette partie a pour vocation de donner un aperçu des différentes avancées faites dans le domaine de la propagation de fissure dans les superalliages. Les effets de fréquence, d'environnement ou de la microstructure sur le comportement en fissuration sont entre autres abordés. En substance, il est question de mettre en lumière l'importance de la prise en compte des interactions entre l'ensemble des mécanismes agissant sur la propagation de fissure.

Le cadre de cette étude bibliographique se restreint essentiellement aux températures intermédiaires (400-900°C) et aux superalliages base nickel polycristallins, avec les conclusions déduites de courbes exprimées en fonction du niveau de  $\Delta K$ .

Les termes « fatigue-fluage » et « fatigue » correspondent aux sollicitations appliquées avec ou sans introduction de temps de maintien à charge maximale  $P_{max}$ .

#### I.B.2.a. Effet de la température

Sous air, la majorité des études réalisées établissent que les vitesses de propagation sont plus élevées à mesure que la température augmente. Cet effet est généralement très marqué en fatigue-fluage et plus léger, voire inexistant en fatigue [Henderson et al. 1995][Gabb et al., 2007][Everitt et al., 2008][Lee et al., 2008][Gustafsson et al., 2010][Jiang et al., 2015a]. L'activation thermique des mécanismes d'endommagement de fluage serait responsable de cet effet. Les chemins de propagation sont alors majoritairement intergranulaires souvent caractéristiques de vitesses de propagation plus élevées [Bond et al., 2018]. Bien que moins systématique selon le superalliage étudié [Everitt et al., 2008], cet effet est aussi mis en évidence sous vide [Carbou, 2000][Everitt et al., 2008][Starink et al., 2008][Li et al., 2015]. En fatigue, il arrive que l'effet de la température soit plus marqué aux faibles valeurs de  $\Delta K$ , soulignant la plus grande sensibilité aux phénomènes environnementaux thermiquement activés comme l'oxydation dans ce domaine (cf. I.B.1.c) [Henderson et al. 1995][Huang et al., 2016].

#### I.B.2.b. Effet de l'introduction d'un temps de maintien à charge maximale

En conduisant des essais de fatigue-fluage à haute température, de nombreux auteurs constatent une augmentation des vitesses de propagation par rapport aux essais en fatigue, et ce, quel que soit l'environnement [Ghonem et al., 1993][Liu et al., 2004][Evans, 2004][Lee et al., 2008][Li et al., 2015][Christ et al., 2016]. Une transition des modes de propagation de transgranulaire en fatigue à intergranulaire en fatigue-fluage est alors souvent observée sous air, révélant l'effet « fragilisant » des mécanismes de fluage aux joints de grains [Dahal et al., 2012][Kearsey et al., 2012][Li et al., 2015]. Un autre constat est que cette augmentation de vitesse est souvent proportionnelle à la durée du palier à  $P_{max}$  [Liu et al., 2004][Fessler et al., 2017].

Certaines études montrent en revanche que l'effet « accélérateur du temps de maintien » sous vide n'est pas nécessairement obtenu selon les paramètres d'essais utilisés [Onofrio et al., 2001][Everitt et al., 2008][Kearsey et al., 2012]. Il ressort de ces travaux que cet effet semble apparaître une fois qu'une température et/ou une durée de palier seuil est atteinte, traduisant l'activation thermique et la dépendance au temps des mécanismes d'endommagement en fatigue-fluage. L'existence d'une température seuil a notamment été vérifiée par Starink *et al.*

en 2008 et Li *et al.* en 2014 sur de l'Udimet 720Li [Starink et al., 2008][Li et al., 2014].

L'augmentation de la propagation cyclique de fissure ( $da/dN$ ) est donc directement reliée à la durée du palier tandis que la vitesse de propagation pendant le palier ( $da/dt$ ) en est indépendante [Dahal et al., 2012][Fessler et al., 2017]. Illustré par les travaux de Fessler *et al.* **Figure I.B.16**, ce résultat peut s'expliquer par la notion de « zone endommagée en pointe de fissure » : un certain volume de matière en pointe de fissure est endommagé pendant les temps de maintien à  $P_{max}$ . Ce volume correspond à l'avancée de fissure lors de la prochaine mise en charge cyclique ; plus le temps de maintien/la température est élevée, plus cette zone est grande [Liu et al., 2004][Gustafsson et al., 2011].

La mise en évidence de la zone endommagée peut être par exemple faite en alternant des blocs de propagation en fatigue avec des blocs de fatigue-fluage. Un régime transitoire de vitesse de propagation entre les blocs avec puis sans temps de maintien est alors observé et la longueur de propagation qui y correspond permet d'estimer la taille de la zone endommagée [Gustafsson et al., 2011][Fessler et al., 2017]. Cette zone endommagée en fatigue-fluage a essentiellement été discutée lors de travaux réalisés sous air. Elle est donc également intimement liée aux possibles effets d'environnement et pas uniquement de fluage.

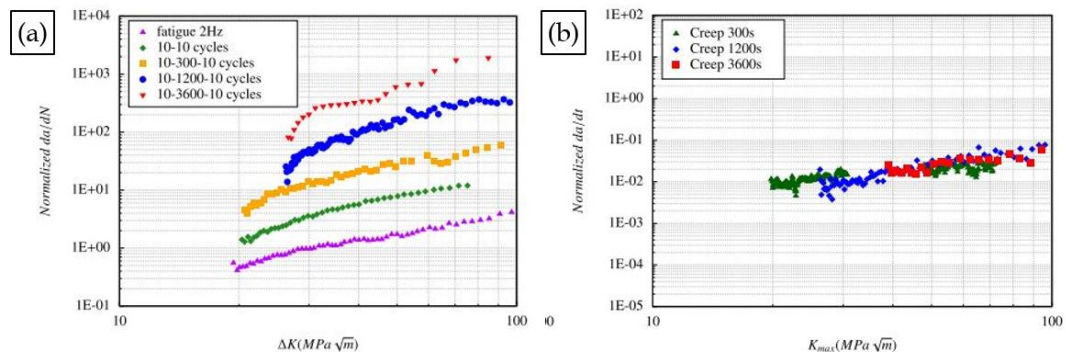


Figure I.B.16 – (a) Effet néfaste de l'augmentation du temps de maintien sur les vitesses de propagation en fatigue-fluage à 550°C dans l'Inconel 718 DA ; (b) Indépendance des vitesses de propagation pendant les maintiens vis-à-vis de la durée de paliers : l'effet en a) est dû à l'augmentation de la taille de zone endommagée pendant le temps de maintien [Fessler et al., 2017].

### I.B.2.c. Effet de l'environnement (air/vide)

Les essais menés sous environnement air conduisent presque systématiquement à des vitesses de propagation plus élevées que celles obtenues sous vide, tout autre paramètre étant inchangé [Bain et al., 1984][Hide et al., 2000][Kearsey et al., 2012][Christ et al., 2016][Kashinga et al., 2018]. Un exemple de tels résultats est proposé **Figure I.B.17** d'après les

travaux de Jiang *et al.* en 2015 sur du N18. Conséquence de la présence d'oxygène dans le milieu, cet effet d'environnement peut être moins marqué en fatigue qu'en fatigue-fluage du fait des **interactions synergiques** entre les mécanismes d'oxydation et de fluage une fois une température seuil dépassée [Hide *et al.*, 2000][Kearsey *et al.*, 2012][Jiang *et al.*, 2015a]. La part de propagation intergranulaire est souvent plus importante sous air que sous vide [Jiang *et al.*, 2015a][Jiang *et al.*, 2016a].

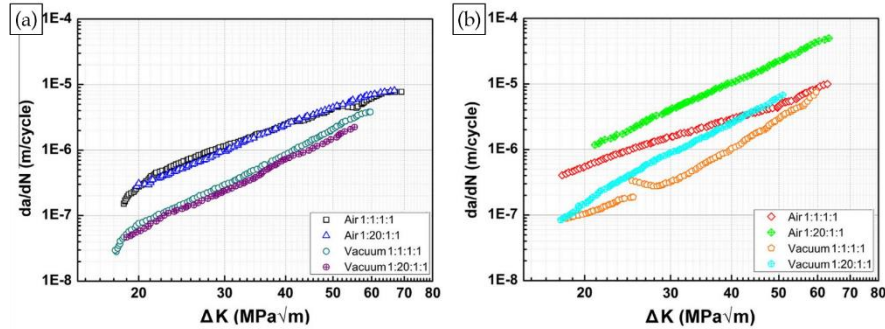


Figure I.B.17 – Influence de l'environnement sur la propagation de fissure en fatigue et fatigue-fluage dans l'alliage N18 (a) à 650°C ; (b) à 725°C [Jiang *et al.*, 2015a]

L'effet d'environnement est lui-aussi assujéti à des paramètres seuil à dépasser:

- La température, étant donnée l'activation thermique des phénomènes d'oxydation [Starink *et al.*, 2008][Jiang *et al.*, 2014][Nemeth *et al.*, 2017];
- La pression partielle en oxygène  $P_{O_2}$ , comme démontré par Andrieu et Molins *et al.* sur de l'Inconel 718 en réalisant des essais de fatigue et fatigue-fluage avec variation de la  $P_{O_2}$  au cours du palier de maintien [Molins *et al.*, 1996]. Ils constatent en outre que la  $P_{O_2}$  seuil à partir de laquelle les effets d'environnement apparaissent dépend de la teneur en Cr du superalliage. En effet, au-dessus de la  $P_{O_2}$  seuil, le premier oxyde à se former thermodynamiquement n'est pas la chromine  $Cr_2O_3$  passivante. Les oxydes alors formés n'empêchent pas l'effet fragilisant de l'oxygène. En revanche, en dessous de la  $P_{O_2}$  seuil, dans les superalliages chromino-formeur c'est bien  $Cr_2O_3$  qui est responsable du blocage de l'effet d'environnement.

Comme dans le cas de l'effet « fragilisant » d'un temps de maintien, certains auteurs associent l'effet d'environnement à la formation d'une zone endommagée en pointe de fissure [Ma *et al.*, 2002][Gustafsson *et al.*, 2010][Nemeth *et al.*, 2017].

Deux principaux mécanismes d'endommagement sont proposés pour expliquer les effets d'environnement sur la propagation de fissure : le mécanisme d'oxydation des joints de grains

assistée par la contrainte (*Stress/Strain Assisted Grain-Boundary Oxidation* dit SAGBO) et la fragilisation dynamique par l'oxygène (*Dynamic Embrittlement* dit DE).

#### I.B.2.d. Mécanismes de propagation assistée par l'oxydation

Le processus SAGBO implique une diffusion à « longue distance » de l'oxygène au sein d'un joint de grain exposé à l'environnement lors de la mise en charge de la pointe de fissure. Les joints de grains constituent en effet des chemins de diffusion préférentiels de l'oxygène [Ghonem et al., 1991a]. Différents types d'oxydes se forment dans le joint de grain, protégeant temporairement la fissure des effets d'environnement si ces oxydes sont passivants. La propagation de fissure par SAGBO s'opère lorsque la contrainte de rupture de ces oxydes intergranulaires est atteinte à la mise en charge ou durant un maintien à  $P_{max}$ . Les oxydes se cassent et l'avancée de fissure est donc de l'ordre de la profondeur de pénétration des oxydes. Le mécanisme est entretenu par l'exposition de matière non oxydée à chaque incrément de propagation et le chemin de propagation est intergranulaire [Ghonem et al., 1993][Gustafsson et al., 2010] (Figure I.B.18). De nombreux auteurs invoquent la SAGBO comme mécanisme principal de propagation sous air et se sont employés à caractériser les oxydes formés et leur cinétique de croissance [Saarimäki, 2016][Foss, 2013][Kitaguchi et al. 2013][Cruchley et al., 2016][Jiang et al, 2016b]. En plus de rompre les couches d'oxydes, la contrainte/déformation en pointe de fissure assiste la SAGBO en accélérant la diffusion de l'oxygène et la croissance des oxydes [Karabela et al., 2011][Viskari et al., 2013].

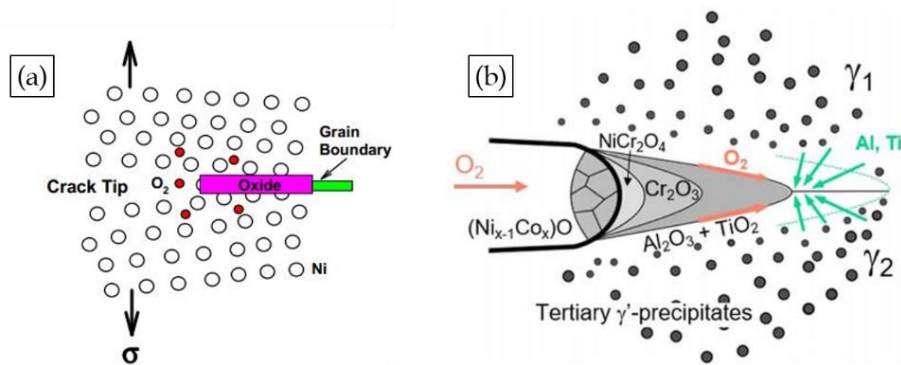


Figure I.B.18 – Schémas du mécanisme de SAGBO agissant en pointe de fissure proposés par (a) [Chan., 2015] ; (b) [Nemeth et al., 2018].

Au contraire de la SAGBO, le DE est un mécanisme de diffusion de l'oxygène à « courte distance », sur quelques distances interatomiques. L'oxygène adsorbé à la surface libre de la pointe de fissure pénètre ensuite dans les joints de grains. Son action fragilisante sur les

liaisons métalliques entraîne la décohésion du joint de grain qui s'ouvre complètement à la mise en charge [Pfaendtner et al., 2000][Krupp et al., 2004][Krupp et al., 2017][Saarimäki, 2016]. Il en résulte une accélération de la propagation de fissure. Le DE est dépendant du temps et de la température et il est amplifié avec l'application d'une contrainte. Il est aussi fortement relié à la taille des grains et à l'orientation des joints et il conduit essentiellement à des propagations intergranulaires même si le mécanisme est aussi actif en transgranulaire.

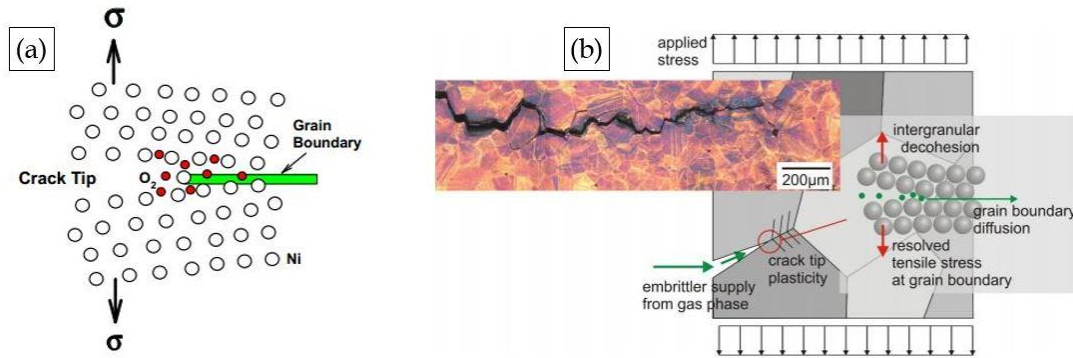


Figure I.B.19 – Schémas du mécanisme de DE agissant en pointe de fissure proposés par  
(a) [Chan, 2015] ; (b) [Krupp et al., 2017].

Peu d'études arrivent avec succès à déterminer lequel des deux mécanismes est actif ou prépondérant de par la difficulté à analyser les phénomènes d'oxydation en pointe de fissure et parce que d'autres mécanismes d'endommagement peuvent aussi être actifs (fluage, injection de lacune dans les joints de grains... [Molins et al., 1996]). Rien n'exclut par ailleurs que le DE et la SAGBO puissent agir de manière concomitante ou successive. Certains auteurs tentent d'identifier les mécanismes actifs en étudiant les énergies d'activation apparentes de propagation de fissure en fatigue [Ma et al., 2003a][Starink et al., 2008][Everitt et al., 2013]. Par exemple, l'énergie d'activation du DE serait d'environ  $250 \text{ kJ} \times \text{mol}^{-1}$  tandis que celle du « fluage joint de grain » serait de  $150 \text{ kJ} \times \text{mol}^{-1}$ . Pour des conditions d'essais identiques, Starink et al. montrent ainsi que certains superalliages seront très sensibles à la propagation de fissure contrôlée par des mécanismes de diffusion tandis que d'autres y sont très résistants [Starink et al., 2008]. Les effets de microstructure sont en cause.



### I.B.2.e. Effet de la microstructure – Taille de grains et précipitations

Dans un régime où la propagation de fissure ne dépend pas du temps, les vitesses de propagation sont généralement moins sensibles aux paramètres microstructuraux ou chimiques [Liu et al., 2004][Prakash et al., 2009].

En revanche, dans le cas où des mécanismes de propagation dépendant du temps sont activés, ce constat n'est plus toujours valable. Dans ce régime, la diminution de la taille de grains rend les superalliages plus sensibles à la propagation de fissures longues sous air [Boydlee, 1999][Pang et al., 2007][Starink et al., 2008][Prakash et al., 2009][Dumont et al., 2012]. Les microstructures de type grains fins présentent une densité de joints de grains plus élevée, favorisant ainsi la propagation *via* des mécanismes d'endommagement intergranulaires comme le fluage, la SAGBO ou le DE.

La composition chimique des superalliages peut avoir une influence indirecte sur la propagation de fissure. Elle gouverne en effet la structure et la chimie des oxydes participant à la SAGBO mais aussi la précipitation intergranulaire ( $\gamma'$  ou inclusions non métalliques). Cette dernière peut par exemples renforcer les joints de grains, ralentir ou accélérer la SAGBO, agir comme point de blocage physique à la propagation [Gao et al., 1995][Ma et al., 2003b][Viskari et al., 2013][Jiang et al., 2014][Ito et al., 2017]. Certaines études montrent toutefois que l'effet de la microstructure sur les vitesses de propagation dépendant du temps n'est pas systématique, soulignant la complexité des interactions entre les paramètres gouvernant la propagation [Telesman et al., 2004][Starink et al., 2008].

Concernant l'effet de la précipitation  $\gamma'$  intragranulaire sur les vitesses de propagation, à notre connaissance, seules quelques études ont été réalisées depuis le début des années 2000. Kearsey *et al.* montrent en 2012 qu'une population bimodale de précipités  $\gamma'$  grossiers améliore la résistance à la propagation comparée à une population monomodale plus fine [Kearsey et al., 2012]. Les récents travaux de Schulz *et al.*, Li *et al.* (2015) et particulièrement de Telesman *et al.* confirment l'effet bénéfique d'une population de précipités tertiaires plus grossière sur la résistance à la propagation de fissure en fatigue-fluage [Hide et al., 2000][Li et al., 2015][Schulz et al., 2018][Telesman et al. 2004]. Telesman *et al.* établissent une relation empirique reliant la taille des précipités et les vitesses de propagation pendant les maintiens à  $P_{max}$  (Figure I.B.20). Li *et al.* nuancent toutefois cette conjecture en rappelant que le grossissement de précipités provoque l'élargissement des espaces interparticulaires de phase  $\gamma$ , paramètre qui peut aussi jouer sur le comportement de la fissure. Chan *et al.* ajoutent que la

précipitation  $\gamma'$  n'aurait pas d'effet sur la propagation « cyclique » lors des remises en charge ( $da/dN$ ). L'effet de la précipitation intragranulaire peut être expliqué par la description des champs de contraintes/déformations en pointe de fissure et la capacité du matériau à relaxer rapidement les contraintes.

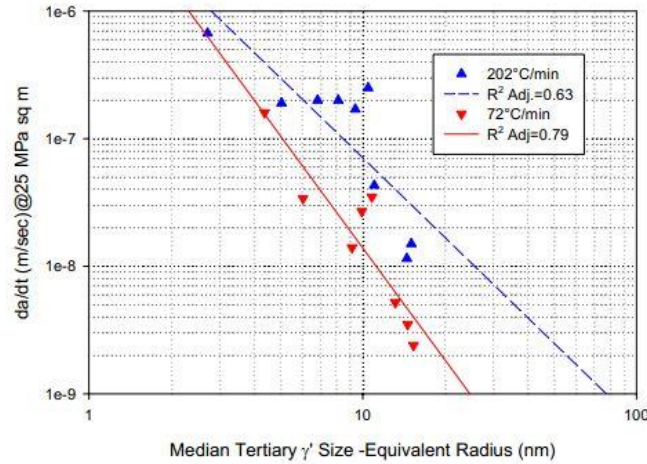


Figure I.B.20 – Diminution des vitesses de propagation pendant maintien et à iso-valeur de  $\Delta K$  avec la taille de précipités tertiaires dans un superalliage LSHR. Deux vitesses de refroidissement ont été utilisées pour obtenir les précipitations  $\gamma'$  et des cycles 1-90-1 à 704°C sont appliqués. [Telesman et al., 2008].

#### I.B.2.f. Etats de contraintes/déformations en pointe de fissure – Capacité à relaxer les contraintes

Lors d'une sollicitation cyclique, un critère de propagation souvent évoqué est celui d'avancée de fissure une fois qu'une valeur critique de déformation plastique accumulée en pointe est atteinte [Farukh et al., 2015][Carroll et al., 2012]. Il est alors observé que plus la déformation accumulée est hétérogène, plus la propagation a tendance à se faire en zones intergranulaires et donc rapidement [Bond et al., 2018]. *A contrario*, une déformation plastique homogène en pointe, accompagnée d'une forte densité de dislocations, améliore la résistance à la propagation de fissure dans les régimes dépendant du temps [Ghonem et al., 1993][Jiang et al., 2016]. De la même manière, des conditions d'essais permettant la redistribution des contraintes en pointe conduiront à des vitesses de propagation plus faibles [Evans et al., 2004]. Lin et al. font remarquer que ces observations sont fortement dépendantes de l'orientation des grains et des joints de grains dans lesquels se trouve la fissure [Lin et al., 2011]. Ce dernier point est à l'origine d'irrégularités du front de fissuration à l'échelle microscopique.



Etant données ces considérations, il apparait que la capacité des superalliages à relaxer rapidement les contraintes en pointe de fissure améliore la résistance à la propagation de fissure en fatigue-fluage. Ceci a été démontré dans de nombreuses études et explique l'effet bénéfique d'un grossissement des précipités  $\gamma'$  décrit en I.B.2.f [Molins et al., 1996][Telesman et al., 2004][Liu et al., 2004][Gabb et al., 2011][Schulz et al., 2018]. En effet, il est montré qu'une précipitation grossière avec des distances interparticulaires plus élevées accélère la relaxation des contraintes. De plus, l'effet SAGBO peut être atténué puisque la contrainte à rupture des oxydes est alors plus difficilement atteinte [Chan et al., 2015].

On sait que la croissance d'oxydes riches en Cr et Al à la pointe de fissure conduit souvent à une déplétion en précipités  $\gamma'$  directement en sous-couches d'oxydes, affectant les propriétés du matériau dans cette zone [Viskari et al., 2011][Nemeth et al., 2018]. Zhao *et al.* ont étudié l'impact sur les champs de contraintes et déformations du gradient de microstructure introduit en pointe de fissure par la déplétion en précipités [Zhao et al., 2006]. Il en ressort que la relaxation des contraintes en fatigue-fluage est accélérée dans la zone appauvrie en précipités et que les niveaux de déformations plastiques accumulées y sont plus élevées. Il y a **interaction compétitive antagoniste** de ses deux effets puisque le premier améliore la résistance à la propagation et le second la diminue.

Comme présenté Figure I.B.21, la croissance d'oxydes en interne occasionne en outre des contraintes de compression en pointe de fissure dues à leur expansion volumique au sein de la microstructure [Evans et al., 2013]. Ces contraintes de compression peuvent avoir un double effet bénéfique : d'une part elles peuvent limiter l'avancée de la fissure à la suite d'un chargement en traction, et d'autre part elles diminueraient l'efficacité du mécanisme de DE. L'effet bénéfique d'une zone de compression en pointe de fissure est généralement mis en évidence par des essais de surcharge qui conduisent à un abaissement des vitesses de propagation [Gustafsson et al., 2013][Huang et al., 2016].

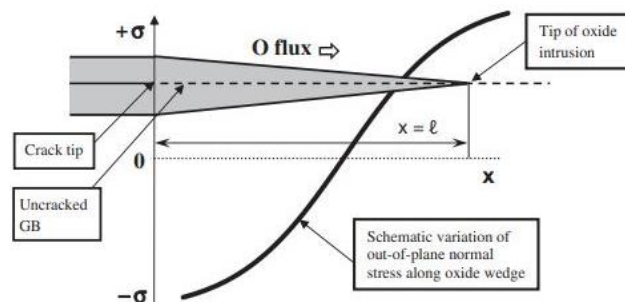
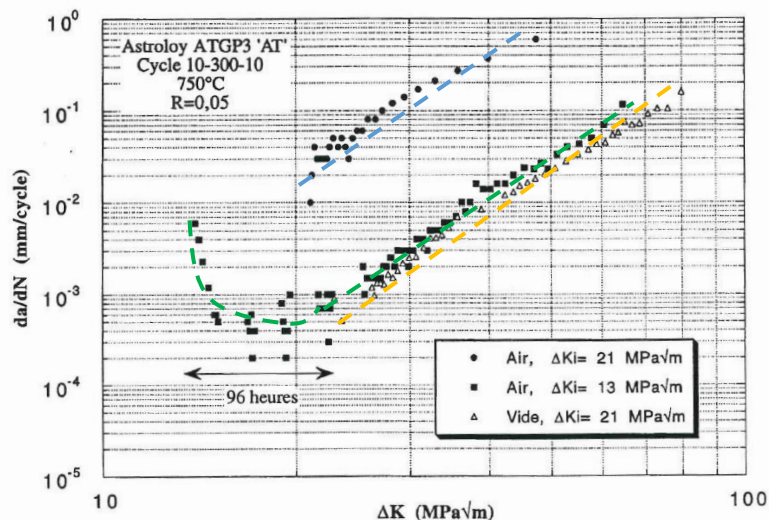


Figure I.B.21 – Mise en compression d'une pointe de fissure non chargée suite à la croissance interne d'oxydes [Evans et al., 2013].

### I.B.3. Travaux de Loyer-D. *et al* et C. Carbou : Ralentissement de la propagation de fissure à niveaux de $\Delta K$ croissants

Dans leurs travaux de 1993 ensuite repris par C. Carbou dans ses travaux de thèse en 2000, Loyer-Danflou *et al.* ont notamment étudié la propagation de fissure en fatigue-fluage du superalliage Astroloy ATGP3 dans sa version « grains fins » (taille de grain de 30  $\mu\text{m}$  en moyenne) [Loyer-Danflou *et al.*, 1993][Carbou, 2000]. Les objectifs étaient d'étudier l'influence de l'environnement, de la durée du maintien à  $P_{max}$  et du niveau de  $\Delta K$  appliqué en début d'essai, noté  $\Delta K_i$  pour la suite du manuscrit.

L'un des principaux résultats obtenus concerne la propagation de fissures longues à 750°C en fatigue-fluage (cycles 10-300-10, 10 la durée en secondes des charges/décharges, 300 la durée du palier). Un rapport de charge de 0,05 et une méthode d'essai avec niveau de  $\Delta K$  croissant sont utilisés. La **Figure I.C.1** présente les vitesses de propagation de fissure en fonction de l'environnement et de deux niveaux de  $\Delta K_i$ . Les courbes obtenues avec un fort niveau de  $\Delta K_i$  confirment l'effet « fragilisant » de l'environnement air sur la propagation en fatigue-fluage (courbe jaune sous vide et courbe bleu sous air). Dans les conditions reportées ici, on constate en effet deux décades de vitesses entre l'essai conduit sous vide et celui conduit sous air. En revanche, lorsque le même essai est réalisé sous air avec un faible niveau de  $\Delta K_i$  (courbe verte), **un phénomène de ralentissement de la propagation** est mis en lumière. Caractérisé par des arrêts de propagation, ce régime dure 96h. Il convient de noter que dans la procédure utilisée alors, la valeur de  $P_{max}$  est augmentée de 10% toutes les 24h tant qu'une certaine vitesse de propagation n'est pas atteinte. **Le résultat le plus marquant est la superposition des**



**Figure I.C.1 – Phénomène de ralentissement des vitesses de propagation en fatigue-fluage à 750°C dans l'Astroloy selon le niveau de  $\Delta K_i$  : suppression de l'effet d'environnement [Loyer-Danflou *et al.*, 1993].**

courbes obtenues en fatigue-fluage sous air et sous vide à partir d'une certaine valeur de  $\Delta K$ . Les vitesses de propagation adoptent alors un comportement classique en régime II : l'effet d'environnement a été supprimé.

Carbou reproduit ce phénomène sur plusieurs autres superalliages (Astroloy NP1, NR3) [Carbou., 2000]. Ils montrent de plus que pour un même superalliage, ce phénomène dépend de la microstructure: l'Astroloy NP1 avec joints de grains lisses ne permet pas d'observer ce ralentissement dans les conditions d'essais choisies tandis que ceci est possible lorsque les joints de grains sont « perlés » de précipités  $\gamma'$  intergranulaires. En outre, concernant les effets des joints de grain, Loyer-Danflou *et al.* ne mettent pas en évidence de phénomène de ralentissement sur une microstructure granulaire plus fine de l'Astroloy (taille de grain de 25  $\mu\text{m}$  en moyenne). Ceci révèle une dépendance de ce phénomène à la taille de grain/la densité de joints de grains.

Une des explications proposées pour expliquer le phénomène de décroissance des vitesses tient dans l'évolution « pendant essai » de la précipitation  $\gamma'$ : la durée du régime de ralentissement laisse le temps à la microstructure de vieillir et de devenir de plus en plus résistante à la propagation. Pour tenter de vérifier cette hypothèse, ils effectuent un pré-vieillissement de 96h à 750°C sur une de ses éprouvettes (non préfiessurée). Le résultat **Figure I.C.2a** montre que dans de telles conditions, le régime de décroissance peut aussi être obtenu à une valeur de  $\Delta K_i$  élevée (symboles noirs), confirmant le lien entre ralentissement de la propagation et microstructure de précipitation.

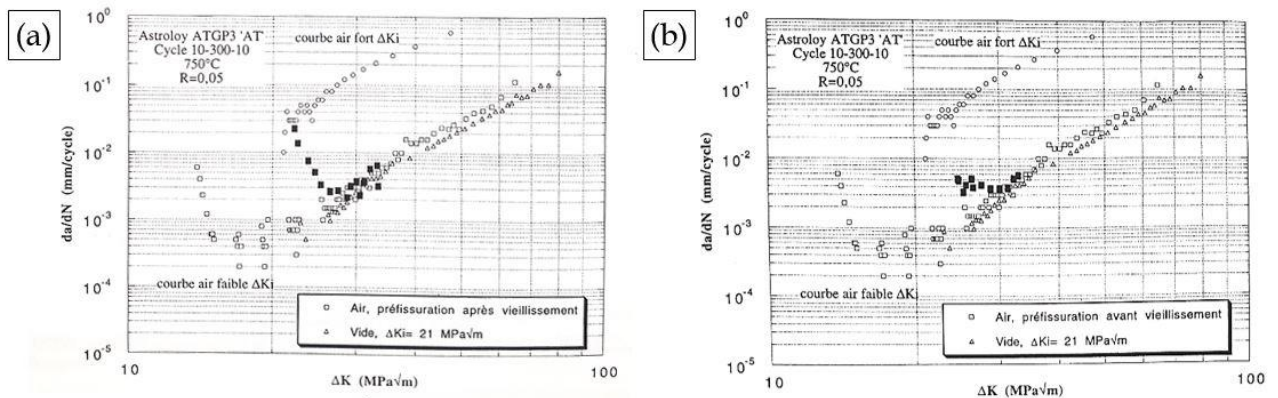


Figure I.C.2 - Phénomènes de ralentissement des vitesses de propagation en fatigue-fluage à 750°C dans

l'Astroloy obtenus à fort niveau de  $\Delta K_i$  sur deux types d'éprouvettes :

(a) pré-vieillie 90h puis préfiessurée à 750°C, effet du vieillissement métallurgique ;

(b) préfiessurée puis prévieillie à 750°C, effet de l'oxydation en pointe de fissure [Loyer-Danflou *et al.*, 1993].

Un autre élément de réponse réside dans les phénomènes environnementaux. Dans le cadre expérimental de Loyer-Danflou *et al.* et de Carbou, l'oxydation de la pointe de fissure aurait un effet protecteur. C'est ce qu'ils vérifient en réalisant à nouveau un pré-vieillissement de 96h à 750°C mais cette fois sur une éprouvette déjà préfissurée. On précise que les préfissurations étaient faites à 750°C. Dans ce cas, les couches d'oxydes qui se forment pendant le pré-vieillissement sur les lèvres de la fissure ne sont pas rompues par l'étape de préfissuration. Le résultat **Figure I.C.2b** montre qu'en plus de retomber sur un régime de propagation sous vide équivalent (symboles noirs), les vitesses de propagation en début d'essai sont plus faibles que pour la condition **Figure I.C.2a** : l'effet bénéfique de la croissance d'oxydes en pointe et dans le sillage de la fissure est confirmé.

Les résultats de Loyer-Danflou *et al.* et de Carbou mettent le doigt sur deux aspects de la propagation de fissure qu'il ne faut pas négliger et qui ont une influence sur les courbes de vitesses de propagation macroscopiques : **la procédure d'essai et le vieillissement « pendant-essai » de la microstructure.**

Dans les superalliages base nickel, des phénomènes de ralentissement de la propagation de ce type ont rarement été mis en évidence dans la littérature autrement que de manière fortuite [Yu et al., 2014][Schulz et al., 2018][Telesman et al., 2017]. Schulz *et al.* font partie des auteurs qui supportent l'hypothèse d'une forte influence du vieillissement des précipités  $\gamma'$  « pendant essai ».

Au cours de la **Partie I.B.2**, plusieurs fois il est question de décrire des paramètres et mécanismes qui peuvent contribuer à améliorer la résistance à la propagation. Il est aussi question de combien la prise en compte de leurs interactions est capitale mais délicate. D'autres facteurs que nous ne discuterons pas en détails dans ce chapitre, et qui pourraient expliquer davantage les phénomènes de ralentissement, peuvent jouer sur la propagation de fissure :

- Les effets de fermeture par croissance de couches d'oxydes [Henderson et al., 1996][Ma et al., 2003c][Lynch et al., 1994] ou par rugosité [Huang et al., 2016][Shuaiwang et al., 2010][Lynch et al., 1994] ;
- Les effets d'émoussement de la pointe de fissure, favorisés par l'oxydation et la fatigue-fluage, qui modifient les champs de déformations plastiques [Ma et al., 200c][Viskari et al., 2011][Huang et al., 2016];

- Les effets de branchement de fissure, apparaissant lorsque la fissure principale se scinde en deux ou plusieurs fissures secondaires qui s'arrêtent généralement (influence la redistribution des contraintes et la valeur locale de  $\Delta K$  appliquée) [Telesman et al., 2008][Jiang et al., 2017] ;
- Les effets de front de fissuration non rectilignes, accentués en fatigue-fluage, pouvant être dus à des hétérogénéités de précipitation ou à des différences de résistance à la propagation selon les grains [Gustafsson et al., 2012][Hörnqvist et al., 2014] [Fessler et al., 2017].

### Bilan du Chapitre I

Le Chapitre I a été l'occasion de se concentrer sur les évolutions microstructurales et la propagation de fissure à haute température dans les superalliages base nickel.

Le vieillissement des populations de précipités  $\gamma'$  fins implique l'augmentation de leur taille moyenne grâce à des mécanismes **diffusionnels** : le **mûrissement** d'Ostwald et la **coalescence**. Les **cinétiques** de grossissement dépendent de paramètres intrinsèques (grandeurs microstructurales) et extrinsèques (solicitations thermo-mécaniques).

La propagation de fissures longues est généralement **accélérée** avec la température, l'introduction d'un **temps de maintien**, les effets **d'environnement**. Selon les paramètres d'entrée d'un essai et la **procédure** choisie, il est possible d'aboutir à des vitesses de propagation non classiques (ralentissement), avec en cause les **interactions** entre différents mécanismes physico-chimiques et l'histoire thermomécanique du matériau.

Parmi les interactions qui ressortent de cette étude bibliographique on peut citer **l'interaction synergique** entre l'oxydation et le fluage à la pointe de fissure, ces deux mécanismes favorisant l'affaiblissement des joints de grains par la dissolution des précipités  $\gamma'$  à leur voisinage; ou encore **l'interaction compétitive antagoniste** entre la fragilisation d'un joint de grain par croissance d'oxydes et la mise en compression par ces derniers de la pointe de fissure...

A l'issue de cette revue bibliographique et compte tenu de la problématique principale adressée dans ce travail de thèse, nous souhaitons apporter des clefs de compréhension sur les différents sujets :

- Les mécanismes et paramètres responsables d'un abaissement non classique des vitesses de fissuration ;
- L'influence d'une sollicitation de fatigue sur les cinétiques de vieillissement de la microstructure d'un superalliage polycristallin ;
- L'influence du vieillissement à l'échelle de la précipitation  $\gamma'$  **pendant** un essai long de propagation de fissure sur les résultats mêmes de cet essai.

La définition du cadre expérimental mis en place pour répondre à ces objectifs est l'objet du Chapitre II.



# ***CHAPITRE II***

## ***Matériaux et Méthodes Expérimentales***



*L'un des premiers obstacles à la communication,  
c'est de penser que ce qui est évident pour soi l'est pour l'autre.*  
Hene Ayhmes

## Table des Matières du Chapitre II

### **Chapitre II : Matériaux et Méthodes Expérimentales**

<b><u>II.A. Techniques de caractérisation.....</u></b>	<b><u>77</u></b>
<b><u>II.A.1. Préparation d'échantillons.....</u></b>	<b><u>77</u></b>
II.A.1.a. Revêtement protecteur de nickel.....	77
II.A.1.b. Polissage mécaniques et électrolytiques.....	79
II.A.1.c. Attaque chimique à l'Eau Régale.....	79
II.A.1.d. Récapitulatif des protocoles de préparation.....	80
<b><u>II.A.2. Techniques de microscopie.....</u></b>	<b><u>80</u></b>
II.A.2.a. Microscopie Electronique à Balayage (MEB): Conventionnelle et avec un MEB-FEG (MEB équipé d'un canon à émission de champs).....	80
II.A.2.b. Microscopie avec analyse dispersive en énergie ou « Energy-Dispersive-Spectroscopy » (EDS).....	81
II.A.2.c. Microscopie Optique à Variations Focales.....	81
<b><u>II.A.3. Analyse d'images.....</u></b>	<b><u>82</u></b>
<b><u>II.A.4. Analyse Thermo-Gravimétrique (ATG).....</u></b>	<b><u>84</u></b>
 <b><u>II.B. Moyens d'essais mécaniques.....</u></b>	 <b><u>85</u></b>
<b><u>II.B.1. Essais de traction et relaxation.....</u></b>	<b><u>85</u></b>
<b><u>II.B.2. Essais de fatigue.....</u></b>	<b><u>86</u></b>
<b><u>II.B.2. Essais de fissuration.....</u></b>	<b><u>87</u></b>

<b><i>II.C. Le matériau d'étude superalliage base nickel AD730<sup>TM</sup> : microstructures de référence (t=0h).....</i></b>	<b><i>90</i></b>
<b><i>II.C.1. Microstructures Gros Grains.....</i></b>	<b><i>90</i></b>
II.C.1.a. Matière disponible pour l'étude et ébauches.....	90
II.C.1.b. Traitements thermiques pour la version « gros grains » .....	91
II.C.1.c. Microstructure granulaire de la version « gros grains » .....	93
II.C.1.d. Microstructure de précipitation $\gamma'$ F et G de la version « gros grains » (t=0h) : zones intragranulaires.....	93
II.C.1.e. Revêtement Microstructures de précipitation $\gamma'$ de la version « gros grains » (t=0h) : voisinage des joints de grains.....	97
II.C.1.f. Tableaux II.C.1 récapitulatifs des données microstructurales de référence.....	98
II.C.1.g. Inclusions non métalliques.....	99
<b><i>II.C.2. Microstructures Grains Fins.....</i></b>	<b><i>100</i></b>
II.C.2.a. Matière disponible pour l'étude et ébauches.....	100
II.C.2.b. Traitements thermiques pour la version « grains fins ».....	100
II.C.2.c. Microstructure granulaire de la version « grains fins ».....	101
II.C.2.d. Microstructure de précipitation $\gamma'$ de la version « grains fins » (t=0h).....	101
<b><i>Bilan du Chapitre II.....</i></b>	<b><i>103</i></b>

## Chapitre II : Matériau et méthodes expérimentales

Le Chapitre II présente les différentes techniques expérimentales employées pendant ces travaux de thèse et décrit l'état de référence microstructural de la matière utilisée. La Partie A est consacrée aux moyens et protocoles de caractérisation mis en œuvre pour les études de fractographies, d'évolutions microstructurales et d'oxydation. La Partie B se concentre sur les moyens d'essais mécaniques utilisés, incluant une description des méthodes de suivi d'avancée de fissure et de mesure de fermeture à hautes températures. La Partie C présente le matériau de l'étude, le superalliage base nickel  $\gamma/\gamma'$  AD730™, et l'état microstructural initial de la matière disponible. Cet état initial correspond à la référence microstructurale pour le reste des travaux.

### II.A. Techniques de caractérisation

La problématique de cette thèse implique que de nombreuses caractérisations méso- et microscopiques soient effectuées. Il est tout d'abord fondamental pour ce type d'étude de mettre en place des protocoles adaptés de préparation des échantillons. Différentes techniques de microscopie s'offrent alors pour caractériser la microstructure métallurgique à différentes échelles, chacune permettant d'obtenir des informations distinctes et complémentaires. L'étude du vieillissement métallurgique, central dans ce travail, a nécessité la mise en place de procédures d'acquisition et de post-traitement d'images pour assurer une analyse quantitative fiable des évolutions de l'état de précipitation  $\gamma'$  de l'AD730™. Des techniques de caractérisation sans imagerie ont aussi été employées de manière spécifique : l'Analyse Thermo-Gravimétrique (ATG) a notamment permis d'étudier les cinétiques d'oxydation de l'AD730™ à hautes températures.

#### II.A.1. Préparation des échantillons

##### *II.A.1.a. Revêtement protecteur de nickel*

La majorité des études de cette thèse a été conduite à 750°C sous air, ce qui entraîne l'oxydation de la surface des éprouvettes. La structure des couches d'oxydes qui croissent est une donnée utile pour répondre aux problématiques posées et, du fait de leur fragilité,

il convient de les protéger pour les étapes ultérieures de préparation. La solution retenue est de revêtir la surface oxydée d'un dépôt de nickel pur. On effectue pour cela un dépôt électrolytique dans un bain de Watts. Deux étapes sont nécessaires à cette méthode :

- La première étape consiste à métalliser la surface d'intérêt par dépôt plasma d'une fine couche d'or-palladium en appliquant une intensité de 30 mA à la source pendant 30 secondes. Cette première couche favorise l'adhésion du revêtement de nickel à déposer.
- La seconde étape permet de faire croître la couche de nickel par dépôt électrolytique. Un schéma de ce procédé est proposé **Figure II.A.1**. Une lamelle de nickel pur fait office d'anode tandis que l'échantillon à revêtir est à la cathode de la cellule. La composition du bain de Watts utilisé est précisée **Figure II.A.1**. Une température comprise entre 45-60°C et un pH avoisinant 5,6 sont requis. Le temps de réaction et l'intensité appliquée dépendent de l'épaisseur souhaitée de couche à déposer. Cette épaisseur se calcule *via* l'Equation II.A.1 :

Equation II.A.1

$$e = \frac{tMI}{S\rho nF}$$

avec  $t$  le temps en secondes,  $S$  la surface du dépôt en  $\text{cm}^2$ ,  $e$  l'épaisseur du dépôt en cm,  $\rho$  la masse volumique du nickel soit  $8,90 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ,  $n$  le nombre d'électrons mis en jeu (en l'occurrence 2),  $F$  la constante de Faraday soit  $96\,500 \text{ C}\cdot\text{mol}^{-1}$ ,  $M$  la masse molaire du nickel soit  $58,7 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$  et  $I$  l'intensité en A.

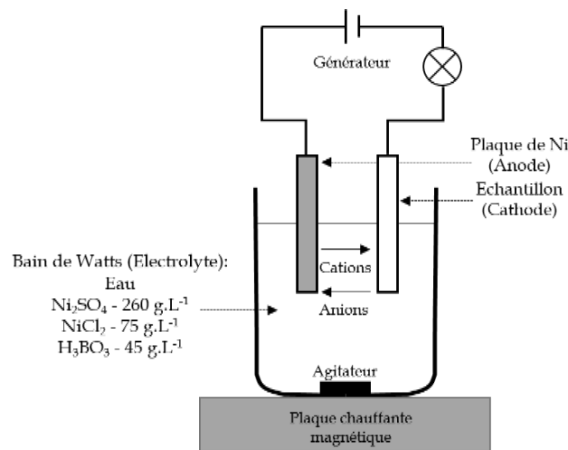


Figure II.A.1 – Bain de Watts utilisé pour les dépôts de Nickel et principe de l'électrodéposition.

Dans notre cas, une première phase de dépôt de 10 min est réalisée avec une densité de courant de  $2 \text{ A}\cdot\text{dm}^{-2}$ . Cette étape permet de faire lentement croître une couche dense et uniforme.

La seconde phase du dépôt permet d'atteindre des épaisseurs de nickel de plusieurs dizaines de micromètres en appliquant une densité de courant de  $10 \text{ A}\cdot\text{dm}^{-2}$  pendant au moins 20 min.

Une fois les échantillons revêtus, ils sont enrobés à chaud dans une résine conductrice afin d'assurer la protection des couches d'oxydes lors des étapes de découpe et polissage.

#### **II.A.1.b. Polissages mécaniques et électrolytique**

Avant essai, les éprouvettes sont polies mécaniquement aux papiers à carbures de silicium SiC jusqu'au grade 2000. Un polissage de finition qui permet de limiter l'écrouissage de surface est réalisé sur draps à l'aide de suspensions diamantées de granulométrie  $3 \mu\text{m}$  puis  $1 \mu\text{m}$ . L'intérêt d'une telle préparation est de supprimer l'effet de la rugosité de surface qui pourrait avoir une influence sur les essais de fatigue (*i.e.* amorçage de fissure prématuré), retirer la couche superficielle de matière affectée par l'usinage et éviter toutes rayures qui pourraient agir comme chemin préférentiel de propagation pendant les essais de fissuration.

Pour les observations en microscopie, les échantillons doivent être polis plans en suivant le même protocole que pour les éprouvettes mécaniques. Un polissage électrolytique à température ambiante est ensuite réalisé grâce à la solution A3 de Struers (méthanol, 2-butoxyethanol, acide perchlorique) pendant 8 secondes avec une tension de 45V. Ce polissage permet de révéler la structure granulaire de la version « gros grains » de l'AD730™ et améliore la révélation de la précipitation  $\gamma'$  qui se fait en dernier lieu grâce à l'eau régale. En revanche, dans ces conditions, la structure granulaire de la version « grains fins » de l'AD730™ n'est pas correctement révélée. Une étape supplémentaire d'exposition à  $600^\circ\text{C}$  pendant 2h permet de mettre en évidence les joints de grains fins en les oxydant. Lorsque l'on souhaite observer en coupe transversale la structure des couches d'oxydes, le polissage électrolytique n'est réalisé que pendant 3 secondes pour limiter leur dégradation.

#### **II.A.1.c. Attaque chimique à l'eau régale**

L'eau régale est préparée en mélangeant 1 volume d'acide nitrique avec 2 volumes d'acide chlorhydrique concentré. La population de précipités  $\gamma'$  qui nous intéresse ayant une taille moyenne de l'ordre de plusieurs dizaines de nanomètres, la solution d'eau régale ne peut pas être utilisée pure (attaque trop forte). Une dilution est donc effectuée avant attaque. L'attaque chimique se fait par dépôt d'une goutte de solution sur la surface polie électrolytiquement. Le temps de dépôt varie entre 6 à 10 secondes (dépend de l'âge et de la dilution de la solution). La révélation de la microstructure à l'eau régale se fait par dissolution

préférentielle des précipités  $\gamma'$ , c'est donc une attaque dite « négative ». Cette approche n'est pas la plus efficace pour décrire finement la forme des précipités et obtenir des images illustrant leur caractère tridimensionnel. En revanche elle est adaptée à une analyse quantitative des microstructures, les artefacts concernant les aspects relatifs à la distribution spatiale des précipités et aux re-dépositions possibles dans le cadre d'attaques positives étant limités au maximum.

#### II.A.1.d. Récapitulatif des protocoles de préparation

Tableau II.A.1: Récapitulatif des protocoles de préparation d'échantillons

	Dépôt de Nickel	Enrobage	Polissage mécanique	Polissage électrolytique	Attaque chimique
Eprouvettes mécaniques	Non	Non	Papiers <u>SiC</u> (80-2000) Suspensions diamantées (3 $\mu$ m - 1 $\mu$ m)	Non	Non
Structure granulaire	Non	Non		Oui pendant 8s	Non
Précipitation $\gamma'$	Non	Selon géométrie		Oui pendant 8s	Oui
Couches d'oxydes	Oui	Oui		Oui pendant 3s	Non

#### II.A.2. Techniques de microscopie

##### II.A.2.a. Microscopie Electronique à Balayage (MEB) : Conventiionnelle et avec un MEB-FEG (MEB équipé d'un canon à émission de champs (Field Emission Gun))

Le MEB conventionnel utilisé est un JEOL 6400. Un détecteur de SE (*Secondary Electrons*) est essentiellement utilisé pour les observations de faciès de rupture tandis qu'un détecteur BSE (*BackScattered Electrons*) est utilisé pour l'observation des grains de l'AD730™ « gros grains ». Une tension d'accélération de 25 kV est appliquée avec un courant de sonde allant de  $10^{-9}$  à  $10^{-10}$  A.

Lorsque des analyses plus fines et à fort grandissement sont nécessaires, le MEB conventionnel ne suffit plus pour des raisons de performances en résolution spatiale. En effet, le diamètre de la source d'un MEB conventionnel approche les 50  $\mu\text{m}$  et ne permet pas d'obtenir une résolution spatiale satisfaisante à fort grandissement. Les MEB-FEG (pour *Field Emission Gun*) possèdent des canons à émission de champs avec un diamètre de source émise de l'ordre de la dizaine de nanomètres et des tailles de sonde de l'ordre de dizaines d'Angström. Pour les analyses fines de la précipitation  $\gamma'$ , un MEB-FEG JEOL 7000F est donc utilisé avec une tension d'accélération de 25 kV et une distance de travail de 8 mm. Le détecteur de SE est utilisé pour cette étude. Pour des raisons de représentativité et de fiabilité des analyses, les conditions d'observation au MEB-FEG sont les mêmes pour toutes les images.

#### II.A.2.b. Microscopie avec analyse dispersive en énergie ou 'Energy-Dispersive Spectroscopy' (EDS)

La technique EDS est utilisée sur des MEB. Lors des interactions électrons-matière, en plus des différents types d'électrons réémis, des photons X sont aussi générés. Leur énergie dépend de la transition électronique dont ils sont issus et est donc spécifique à un élément chimique. Le principe de l'EDS est de capter ces photons X afin de mesurer leur énergie et d'identifier l'élément chimique dont ils sont la source. Il est donc possible de caractériser au moins qualitativement la composition chimique d'un échantillon grâce à cette technique. Il convient de préciser que les éléments chimiques très légers ( $< \text{B}$ ) ne sont pas analysables.

Dans ces travaux de thèse, l'EDS a été utilisée sur un MEB conventionnel JEOL 6100 sous une tension d'accélération de 15 kV et à une distance de travail de 15 mm. Le détecteur de photons est un détecteur Brüker AXS au silicium et les acquisitions et analyses d'images sont réalisées grâce au logiciel Esprit. Les temps d'acquisition pour une image sont définis par un critère de nombre de coups total, un coup correspondant à la détection d'un photon isolé. Le nombre minimal de coups effectifs choisi pour une acquisition est d'un million. La technique EDS a été en particulier employée pour caractériser la composition des couches d'oxydes formées à 750°C.

#### II.A.2.c Microscopie Optique à Variations de Focale

La microscopie à variations de focale permet de réaliser des analyses topologiques de surface. Elle combine la faible profondeur de champ d'un microscope optique classique à un balayage vertical. La faible profondeur de champ permet de ne focaliser qu'une partie d'une surface rugueuse à une « altitude » donnée. Grâce à un balayage vertical fin, plusieurs images



de la même zone sont générées. L'image 3D finale est obtenue en combinant l'ensemble des images prises et en ne conservant pour chacune d'entre elles que les zones correctement focalisées.

Le microscope optique à variations de focale utilisé dans cette étude est un Alicona Infinitescop. Des mesures de rugosité sont conduites sur éprouvettes rompues dans le cadre de notre étude.

### II.A.3. Analyse d'images

La caractérisation quantitative des évolutions au cours du temps d'une population de particules telle que celle des précipités  $\gamma'$  nécessite d'utiliser une méthodologie d'analyse d'images. Un protocole adapté doit alors être mis au point.

Dans notre cas, l'analyse d'images est une technique surfacique qui nous permet d'obtenir différentes caractéristiques de distribution particulaire: une taille moyenne (ici un diamètre équivalent), une densité et une fraction surfacique, ainsi qu'un espacement moyen entre particules aussi appelé distance interparticulaire. L'étape déterminante est le seuillage des particules sur une image 8-bit en niveaux de gris, c'est-à-dire la discrimination des précipités  $\gamma'$  vis-à-vis de la matrice  $\gamma$ . Le niveau du seuil est déterminé manuellement pour chaque cliché. L'attaque chimique à l'eau régale, qui « creuse » les précipités  $\gamma'$ , permet d'obtenir un contraste suffisamment fort entre les phases  $\gamma'$  et  $\gamma$  pour qu'un seuillage soit réalisable. Un exemple d'image MEB brute de la précipitation  $\gamma'$  attaquée est présentée **Figure II.A.2**. Il faut malgré tout adapter contraste et brillance lors de la prise d'images MEB pour optimiser le contraste et donc le traitement d'images ultérieur.

Toujours concernant la problématique de seuillage, il peut être observé **Figure II.A.2** que les précipités  $\gamma'$  sont entourés d'un anneau de surbrillance. Cet artefact résulte d'un effet de bord dû au relief généré par l'attaque négative des précipités et accentué par le mode « électrons secondaires » utilisé pour l'acquisition de ces images, mode nécessaire pour des raisons de résolution spatiale. Dans cette étude, cet anneau n'est pas pris en compte dans l'analyse des particules. Il se peut malgré tout qu'une partie du précipité appartienne à la zone de surbrillance. L'attaque chimique à l'eau régale et la procédure de traitement d'images appliquée a donc tendance à entraîner une sous-estimation des grandeurs caractéristiques des particules.

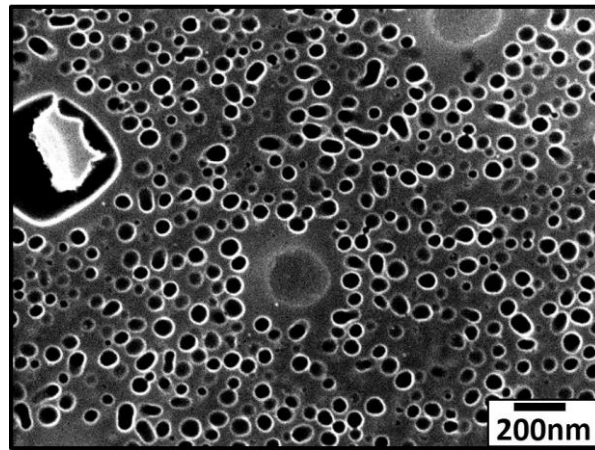


Figure II.A.2 – Précipitation  $\gamma'$  de l'AD730™ Gros Grains révélée par l'attaque chimique à l'eau régale (MEB-FEG).

La **Figure II.A.3** présente les différentes étapes du traitement d'images mis au point par Cormier et Laurence dans les travaux de thèse de cette dernière et adapté pour cette étude [Laurence, 2016]. Le logiciel utilisé est Visilog® 6.9.

Etant données les très petites tailles de particules analysées même à l'aide d'un MEB-FEG, et la présence difficilement maîtrisable de petits artefacts d'imagerie, il a été choisi de ne pas tenir compte des particules dont le diamètre équivalent mesurée est inférieur à 10 nm.

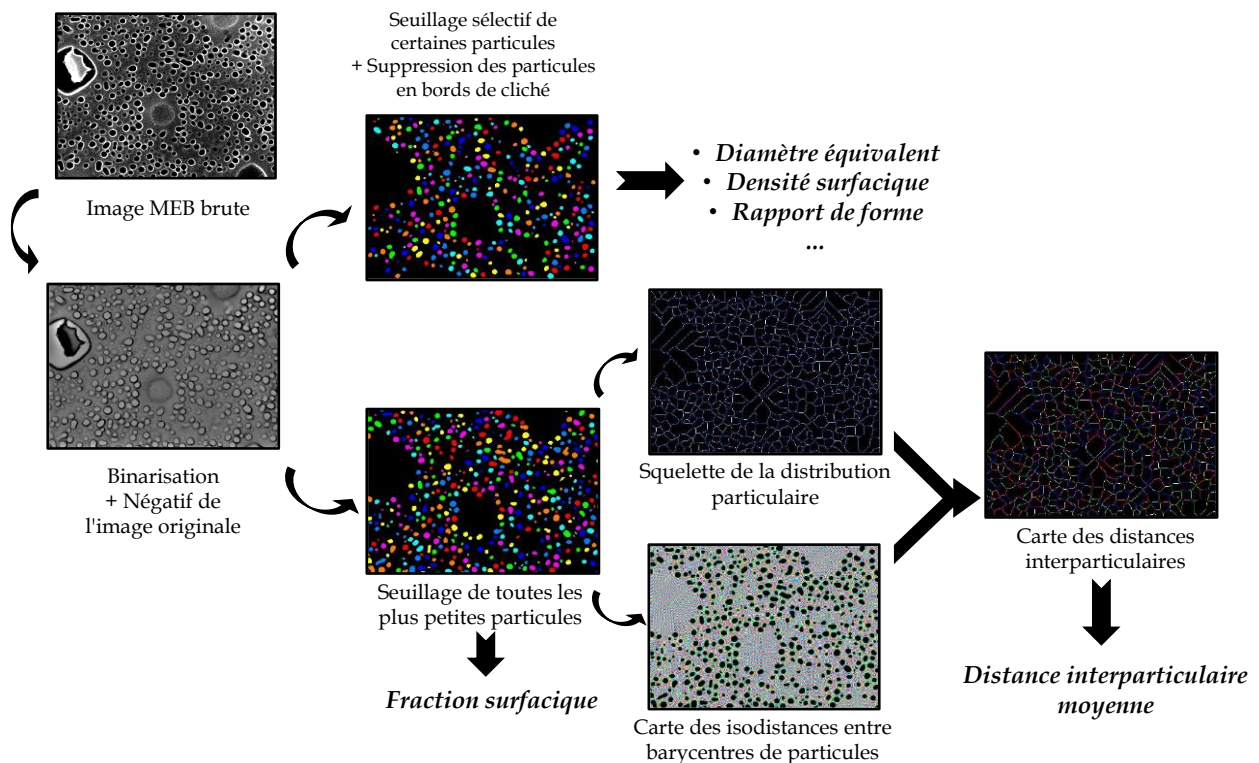


Figure II.A.3 – Procédure d'analyse d'images utilisée.

Ce choix méthodologique est arbitraire et sera rappelé dans les cas où il pourrait impacter les interprétations de résultats.

Une fois le protocole d'analyse d'images mis au point, il faut déterminer le nombre d'images nécessaires pour avoir une statistique fiable des mesures: pour l'analyse de la précipitation fine, 15 images suffisent à ce que la taille moyenne mesurée se stabilise. Au grandissement de  $\times 50\,000$  choisi, cela correspond environ à  $64\,\mu\text{m}^2$  de surface observée avec un nombre de particules analysées compris entre 1200 et 7000 selon les états métallurgiques de la microstructure.

Enfin, il faut bien garder à l'esprit que les résultats d'un tel traitement d'images sont à interpréter avec prudence. En effet de nombreuses étapes du protocole sont dépendantes de l'opérateur, depuis l'attaque chimique jusqu'au seuillage, en passant par les réglages MEB de contraste/brillance/netteté. Ce type de résultats n'a donc pas vocation à décrire quantitativement de manière absolue la microstructure (taille/nombre de précipités) mais à s'en approcher. L'intérêt majeur réside finalement dans les comparaisons relatives qui sont faites entre les différentes conditions d'essais afin de donner des tendances, des évolutions. En outre, les incertitudes de mesures liées aux différentes opérations et utilisées pour les barres d'erreurs de certains graphes sont discutées en **Annexe A**.

#### II.A.4. Analyse Thermo-Gravimétrique (ATG)

L'analyse thermo-gravimétrique (ATG) avec un système *Setaram Setsys Evolution* est la technique utilisée dans ces travaux pour étudier les cinétiques d'oxydation de l'AD730™. Grâce à une balance à fléau couplée à une mesure optique par phototransistor, la prise de masse d'un échantillon au cours du temps peut être suivie. Les conditions de température et d'environnement sont contrôlées grâce à un four vertical et à une arrivée de gaz. Les analyses peuvent notamment être réalisées sous air reconstitué (80% d'azote, 20% de dioxygène), sec ou humide, et sous atmosphère inerte. Dans les présents travaux, les cinétiques d'oxydation ont été étudiées *via* ATG à 750°C. Les cinétiques déterminées à 700°C, 850°C et 900°C sur AD730™ ont été obtenues sur le même dispositif dans le cadre de la thèse de Thébaud [Thébaud, 2017].

L'ATG est une méthode privilégiée pour étudier les cinétiques de croissance des oxydes passivants. *A contrario*, la caractérisation de la cinétique de croissance de NiO ne peut se faire qu'en mesurant l'épaisseur au cours du temps, notamment du fait de sa porosité (couche non dense). En effet, une mesure de prise de masse au cours du temps ne permet pas de remonter

aux cinétiques de croissance de ce type d'oxyde.

## II.B. Moyens d'essais mécaniques

Le comportement mécanique à 750°C de l'AD730<sup>TM</sup> a été étudié sous plusieurs aspects. Des essais de traction ont été réalisés afin de mesurer notamment les limites d'élasticité. Les essais de propagation de fissure à 750°C, au cœur du sujet de cette thèse, ont été réalisés sous air et sous vide. L'interprétation des résultats de propagation de fissure est enrichie notamment grâce à d'autres essais mécaniques conduits en parallèle:

- Les essais de fatigue sur éprouvettes axisymétriques lisses permettent d'étudier l'effet d'un chargement mécanique sur les cinétiques de vieillissement de la précipitation  $\gamma'$  à 750°C ;
- Les essais de relaxation de contrainte permettent de mieux décrire la capacité du matériau à relaxer les contraintes en fonction de la structure de précipitation  $\gamma'$ .

L'objectif de cette partie est de présenter les moyens expérimentaux et méthodologiques mis en œuvre pour réaliser les différentes campagnes d'essais mécaniques.

### II.B.1. Essais de traction et de relaxation

Les essais de traction et de relaxation de contraintes ont été réalisés à 750°C sous air sur une machine électromécanique Instron 8562 de capacité dynamique  $\pm 100$  kN. Le suivi de la déformation totale est assuré par un système extensométrique constitué de deux couteaux en céramiques. Le four utilisé est un four céramique à résistances. Les éprouvettes sont cylindriques et leurs dimensions sont reportées **Figure II.B.1 & 2**. Les éprouvettes de traction sont dites « M6 » car le diamètre de leurs têtes est de 6mm. Pour les mêmes raisons, les éprouvettes utilisées pour les essais de relaxation de contrainte sont dites éprouvettes « M12 ». Les éprouvettes sont usinées par tournage à partir d'ébauches cylindriques sur lesquelles ont été réalisés les traitements thermiques complets. Les essais de relaxation ont été réalisés en contrôle de déformation, avec une vitesse de mise en charge de  $10^{-4}$  s<sup>-1</sup> et avec des déformations totales maximales appliquées de 0,2% et 1,2%. A noter que la mise en charge a été effectuée 15 min après avoir atteint la température de 750°C, assurant l'équilibre thermique des éprouvettes et de l'extensomètre.

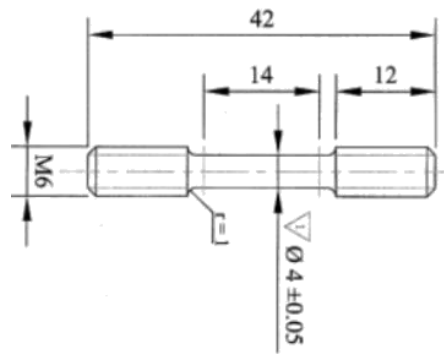


Figure II.B.1 – Dimensions (mm) des éprouvettes M6 utilisées pour les essais de traction.

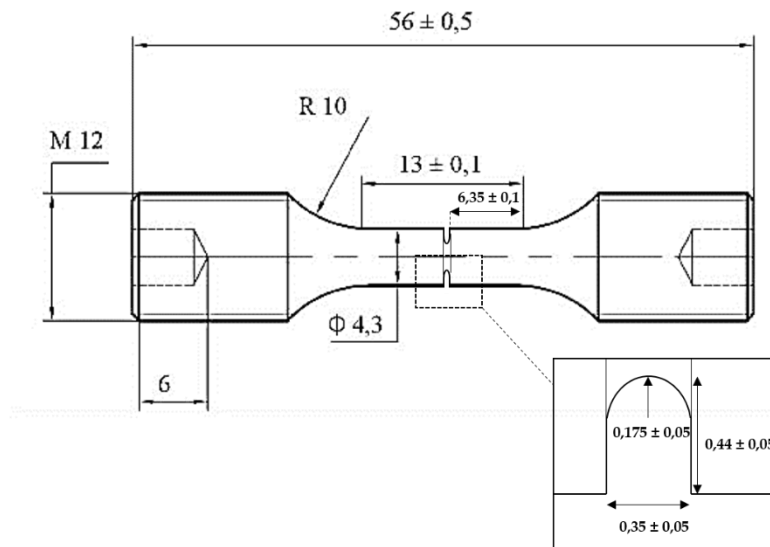


Figure II.B.2 – Dimensions (mm) des éprouvettes M12 utilisées pour les essais de fatigue et relaxation.

Description des dimensions de l'entaille U dans le cas des essais sur éprouvettes entaillées.

## II.B.2. Essais de fatigue

Les essais de fatigue ont été réalisés sur une machine électromécanique Instron 8862 dont la cellule de charge est de capacité dynamique  $\pm 100$  kN. Le suivi de la déformation est à nouveau assuré par un système extensométrique constitué de deux couteaux en céramique. Le système de chauffage utilisé est un four à lampes.

Les éprouvettes lisses utilisées pour les essais de fatigue sont des M12, tout comme les éprouvettes de relaxation. Les essais sur éprouvettes lisses ont été réalisés en contrôle de déformation. Les déformations totales maximales utilisées sont 0,2% et 0,3% avec des rapports

de déformations de -1 et 0,05. Les rampes de charge et décharge sont toutes d'une durée fixée à 10 secondes. Des temps de maintien à déformation maximale de 0 et 300 secondes sont utilisés.

### II.B.3. Essais de fissuration

Les essais de fissuration ont été réalisés sur deux machines différentes:

- Les essais sous environnement air de laboratoire sont conduits sur une machine hydraulique Instron 8501 munie d'une cellule de charge de capacité dynamique  $\pm 25$  kN. Le four associé est un four céramique à résistances.
- Les essais sous vide sont menés sur une machine hydraulique Instron 1207 de capacité dynamique  $\pm 50$  kN équipée d'une enceinte spécifique permettant d'obtenir un vide secondaire avec une pression d'environ  $1 \times 10^{-7}$  mbar à 750°C. L'enceinte possède un système de chauffage par rayonnement via des éléments chauffants en Molybdène.

Le type d'éprouvettes retenu pour l'étude de la propagation de fissure est le type Compact-Tension CT. Les dimensions de ces éprouvettes sont reportées **Figure II.B.3**. Le ligament étant de 32 mm, on se réfèrera à ces éprouvettes par le terme CT32 dans la suite de ce manuscrit. Avant essai, les éprouvettes sont préfissurées dans des conditions décrites plus en détails dans le **Chapitre III**. Les essais de fissuration sont ensuite réalisés à 750°C avec l'utilisation de différents niveaux de  $\Delta K_i$  (allant de 14 à 31 MPa $\sqrt{m}$ ) et différents types de cycles, à savoir

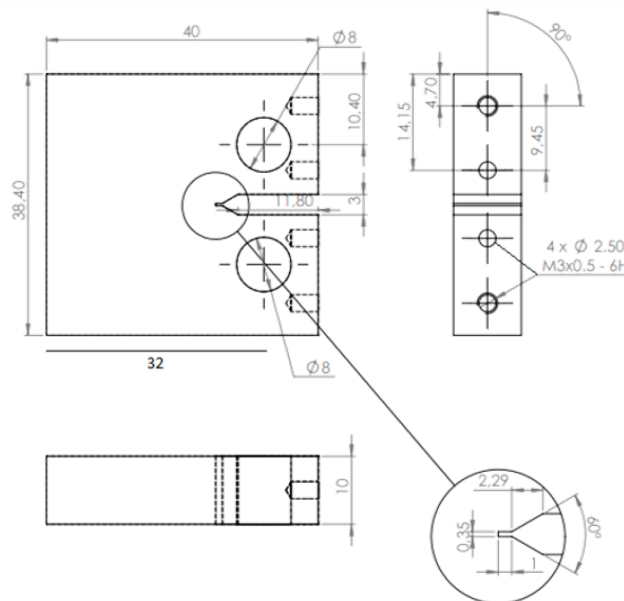


Figure II.B.3 – Dimensions (mm) des éprouvettes Compact-Tension32 CT32 utilisées pour les essais de propagation de fissures.

des cycles de fatigue pure 10-0-10 et de fatigue-fluage 10-300-10. Les rampes de charge et décharge sont ainsi de 10 secondes et les temps de maintien à charge maximale de 0 ou 300 secondes. Enfin, le rapport de charge est fixé à 0,05 pour tous les essais. Les conditions et paramètres d'essais font l'objet d'une partie dédiée du **Chapitre III**.

La méthode de suivi d'avancée de fissure mise en œuvre est celle de la mesure de Différence De Potentiels électriques (DDP). Comme illustrée sur la **Figure II.B.4**, cette méthode implique qu'un courant électrique soit introduit dans l'éprouvette afin de générer une tension entre les lèvres de la fissure. Pour ce faire, les éprouvettes CT32 sont percées de 4 trous taraudés en face avant. Grâce à une association vis-écrou pour chaque trou, deux paires de fils de platine sont connectées de part et d'autre des lèvres de la fissure, permettant de faire passer un courant électrique dans l'éprouvette CT32 et de mesurer la différence de potentiel entre les lèvres. La propagation de la fissure au cours d'un essai cyclique entraîne une augmentation de la résistance électrique macroscopique de l'éprouvette et par conséquent, pour une intensité de courant fixe, une augmentation de la tension entre les lèvres de la fissure. Une calibration du système permet « en aveugle » de relier la tension mesurée aux bornes de l'éprouvette à la longueur de fissure via un polynôme de degré 5. C'est sur ce principe que se fonde le suivi d'avancée de fissure dans notre étude, que ce soit sous air ou sous vide.

L'essai de calibration du polynôme de suivi de DDP et la méthode de calcul de la longueur de fissure au cours de l'essai sont décrits plus en détails dans le **Chapitre III, Partie B.1**.

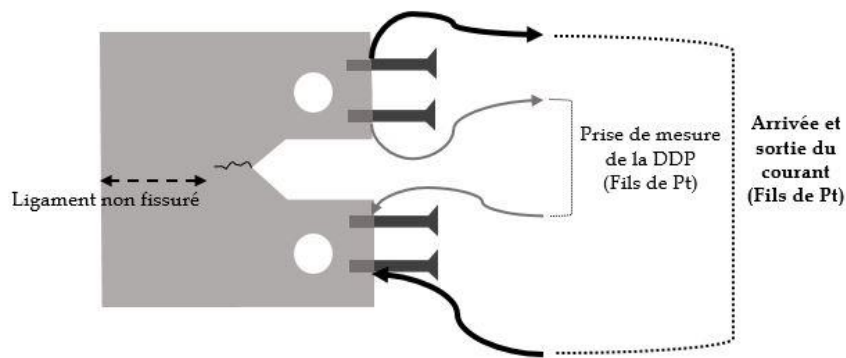
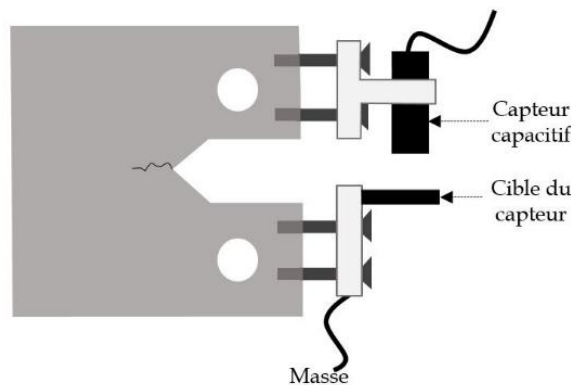


Figure II.B.4 – Montage de suivi d'avancée de fissure par DDP utilisable à haute température.



La mesure de fermeture de fissure est réalisée grâce à un système « capteur capacitif-cible » monté en face avant de l'éprouvette et schématisé **Figure II.B.5**. L'isolation électrique entre les vis et le système de mesure de fermeture est assurée par des tiges en céramique. Cette méthode permet de mesurer l'écartement des lèvres de fissure au cours de l'essai en associant la distance entre le capteur et la cible à un potentiel donné (pleine échelle de 10V). *In fine*, cette mesure permet de déterminer la charge  $P_{ouv}$  en dessous de laquelle il y a changement de coefficient de linéarité entre la charge appliquée et l'ouverture de fissure (*cf* **Partie I.B.1.e**) du fait de la variation de la complaisance. Pour rappel,  $P_{ouv}$  correspond à la charge minimale à appliquer pour ouvrir complètement la fissure.



**Figure II.B.5** - Montage utilisable à haute température de suivi d'ouverture de fissure pour déterminer les niveaux de fermeture apparents.

L'acquisition des mesures de DDP se fait en enregistrant les valeurs crêtes sur les périodes de charge & décharge des cycles et en enregistrant les valeurs instantanées toutes les secondes sur les périodes de temps de maintien à charge maximale. Concernant l'acquisition des mesures de fermeture de fissure, l'enregistrement des données pendant les périodes de charge et décharge doit être plus fin. Des blocs de 10 cycles à 0,5Hz sont introduits périodiquement (*N.B.* la période d'introduction dépend de l'essai) avec un intervalle d'acquisition de 0,1 seconde, soit 100 points de mesures par segment de charge/décharge. Une synthèse de la stratégie d'acquisition adoptée est proposée **Figure I.B.6**. Lorsqu'une fissure ne se propage plus sur une période d'au moins 8h, un incrément de charge manuel de 5 à 10% est effectué pour tenter de faire redémarrer la propagation. Le séquençage des prises de mesure est nécessaire du fait des temps d'essais de fissuration long obtenus dans nos travaux. En effet, la grande majorité des essais dure entre 1 et 8 semaines.



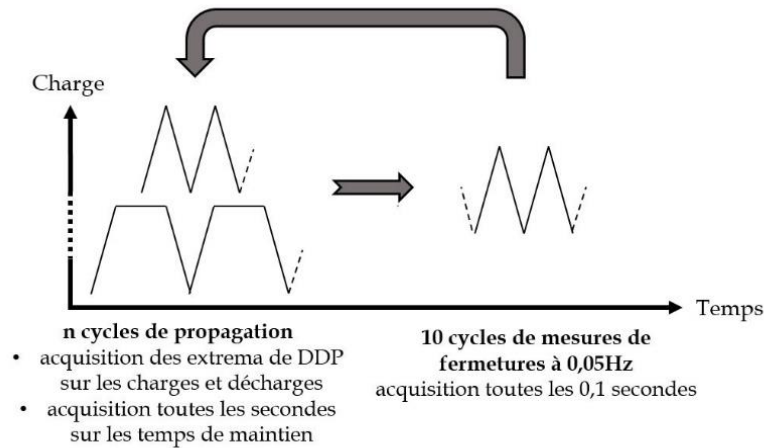


Figure II.B.6 – Stratégie d’acquisition des données lors des essais de propagation de fissure.

## II.C. Le matériau d’étude superalliage base nickel AD730™ : microstructures de référence (t=0h)

Le matériau retenu pour cette étude est le superalliage base nickel  $\gamma/\gamma'$  AD730™. Cette partie présente la matière disponible initialement, les procédures de traitements thermiques mises en œuvre et les microstructures résultantes. Ces états microstructuraux correspondent aux états de référence, c’est-à-dire les états avant vieillissement à 750°C et avant essais mécaniques. On utilisera les termes « microstructure à  $t=0h$  » pour évoquer l’état de référence de la microstructure.

### II.C.1. Microstructures Gros Grains

La microstructure « gros grains » est celle au cœur de nos travaux. Elle est choisie dans un souci de limitation des effets de la densité de joints de grains et pour favoriser les interactions entre la pointe de fissure et la microstructure intragranulaire.

#### II.C.1.a. Matière disponible pour l’étude et ébauches

Pour l’étude sur microstructure « gros grains », les ébauches des éprouvettes ont été prélevées dans un lopin brut de forge GFM (General/Giratory Forging Machined) de diamètre 150 mm. Pour limiter les temps d’usinage et de traitements thermiques des CT32, il a été choisi en début d’étude de prélever 5 blocs cubiques de dimensions 42x42x42 mm<sup>3</sup> dans chacun desquels peuvent être usinées 4 CT32. Les ébauches cylindriques de M12 et M6 sont quant à

elles des barreaux de diamètre respectivement de 13mm et 7mm, aux longueurs correspondant directement à celles des éprouvettes finies (cf. Figure II.B.1). Puisque ces éprouvettes sont destinées à un traitement supersolvus, requis pour obtenir une microstructure gros grains, les zones et sens de prélèvement ne sont sujets à aucune contrainte particulière.

### II.C.1.b. Traitements thermiques pour la version « gros grains »

Le traitement thermique utilisé pour obtenir la microstructure « gros grains » se base sur la méthodologie employée par Thébaud dans ses travaux de thèse sur l'AD730™ [Thébaud, 2017]. La Figure II.C.1 présente de manière schématique les étapes de ce traitement thermique. Le traitement a été réalisé dans un four Nabertherm 1750 avec un contrôle de la température en peau d'ébauche fait à l'aide d'un thermocouple K.

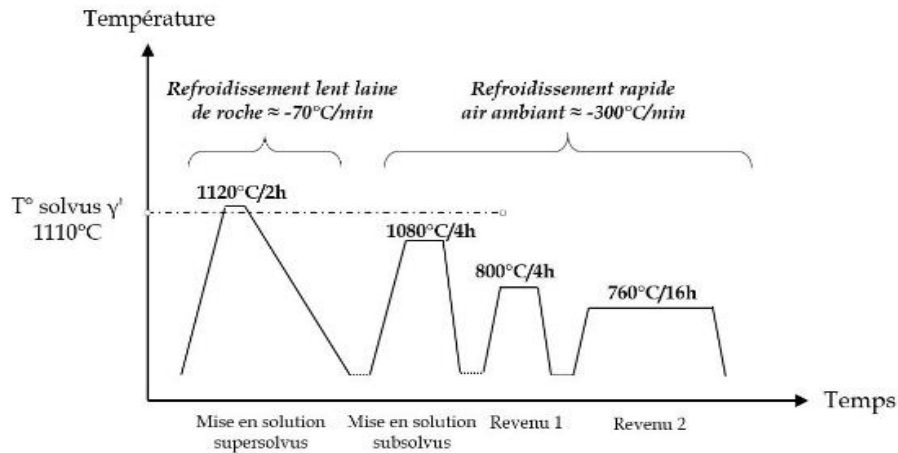


Figure II.C.1 – Etapes constitutives du traitement thermique appliqué aux ébauches pour obtenir une microstructure Gros Grains.

Les deux premières étapes du traitement thermique sont des mises en solutions :

- La première mise en solution se fait à 1120°C pendant 2h et est suivie d'un refroidissement lent dans de la laine de roche. Le solvus  $\gamma'$  étant d'environ 1110°C [Devaux et al., 2012], cette mise en solution est supersolvus.

La laine de roche permet de tempérer le refroidissement par rapport à un traitement effectué directement sous air. La vitesse de refroidissement est alors de l'ordre de 70°C/min (valeurs obtenues en peau d'échantillons par Thébaud). Ce refroidissement donne lieu à au moins deux vagues de précipitations  $\gamma'$ .

- La seconde mise en solution est subsolvus à 1080°C pendant 4h. Cette température de mise en solution permet de ne conserver que la plus grosse population de précipités  $\gamma'$  formés lors du refroidissement précédent. Au cours de cette étape, cette population

inter et intragranulaire grossit et acquiert une morphologie cubique du fait de son fort misfit avec la phase  $\gamma$ . On choisit de nommer cette population «  $\gamma'$  secondaires cubiques » (N.B. : on considère que la terminologie de précipités  $\gamma'$  primaires est consacrée à la population de précipités intergranulaires des versions « grains fins » de superalliage). Le refroidissement qui suit est réalisé à l'air, ce qui permet d'atteindre une vitesse de refroidissement en peau de 300°C/min. La sursaturation de la matrice en éléments  $\gamma'$ -gènes entre les précipités cubiques entraîne la précipitation d'une autre population de  $\gamma'$  pendant ce refroidissement : les précipités  $\gamma'$  secondaires sphériques.

Les deux dernières étapes sont des traitements de revenu:

- Le premier revenu se fait à 800°C pendant 4h et permet essentiellement de faire croître la population de  $\gamma'$  secondaires sphériques. Lors du refroidissement à l'air ambiant qui suit, la zone qui présente alors la sursaturation en éléments  $\gamma'$ -gènes la plus élevée est le voisinage des précipités cubiques, *i.e.* entre les  $\gamma'$  secondaires sphériques et cubiques. C'est dans cette zone qu'une troisième population de précipités, dite tertiaire, apparaît.
- La dernière étape du traitement thermique est un revenu à 760°C pendant 16h. Cette étape permet de faire grossir les fins précipités sphériques, tant secondaires que tertiaires. Il est en outre possible qu'un début de mûrissement d'Ostwald s'opère déjà pendant ces 16h de vieillissement. Les deux étapes de vieillissement entraînent de la coalescence de précipités. Le refroidissement final se fait à nouveau à l'air ambiant.
- Ces deux revenus permettent aussi la précipitation de carbures et borures aux joints de grains.

*N.B. Les deux prochains paragraphes présentent la structure granulaire et la structure de précipitation  $\gamma'$  obtenues après que les 4 étapes du traitement thermique aient été effectuées. Les microstructures présentées constituent, pour chacune des études «Fissuration» et «Vieillissement  $\gamma'$ », les microstructures initiales de référence, avant qu'un quelconque essai ou vieillissement ne soit conduit ( $t=0h$ ).*

### II.C.1.c. Microstructure granulaire de la version « gros grains »

L'observation des grains a été réalisée grâce au MEB conventionnel avec un détecteur BSE. La microstructure granulaire obtenue est présentée **Figure II.C.2**. Dix images MEB-BSE ont été prises. La méthode des intercepts est alors utilisée pour estimer une taille de grains moyenne. Sur chaque cliché, 5 mesures d'intercepts sont effectuées de manière aléatoire. Un total d'environ 300 grains est pris en compte par la méthode qui aboutit à une taille moyenne de 222  $\mu\text{m}$ . Cette valeur moyenne est cohérente avec celle de 210  $\mu\text{m}$  déduite par comparaison avec les clichés types de l'Euronorm 103-71 en utilisant un indice de taille de grain de 1,5. Les extrema de taille de grains ont été estimés à 50 $\mu\text{m}$  pour la borne inférieure et 500 $\mu\text{m}$  pour la borne supérieure. Aucune mesure prenant en compte l'influence des nombreuses macles thermiques présentes dans la microstructure n'a été réalisée dans notre étude.

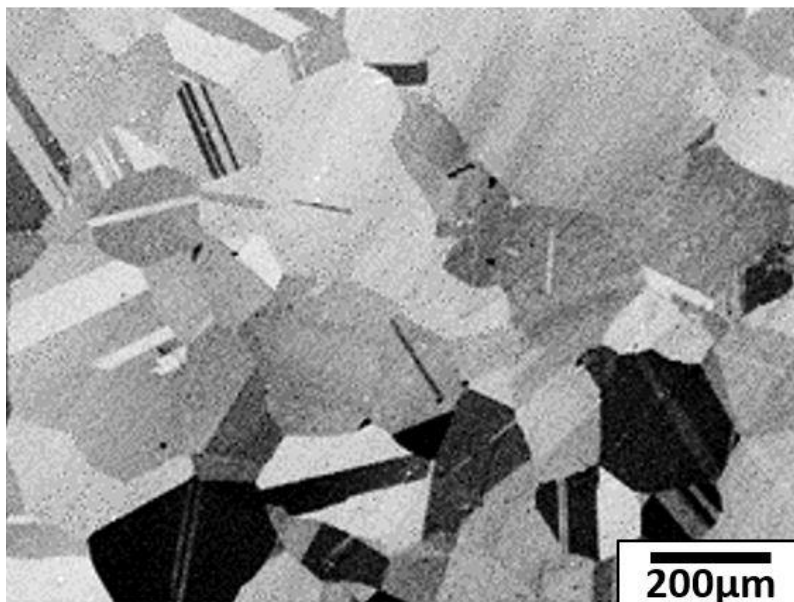


Figure II.C.2 – Structure granulaire « Gros Grains » de l'AD730™.

### II.C.1.d. Microstructure de précipitation $\gamma'$ F et G de la version « gros grains » (t=0h) : zones intragranulaires

\*\*\*\*\*

#### **Point important**

Pour rappel, les dimensions et volumes des ébauches pour éprouvettes CT32 et M12 ne sont pas les mêmes. En revanche, la routine de traitement thermique qui leur a été appliquée l'est, y compris pour les étapes de refroidissement. Ainsi, étant donné le volume plus conséquent

des ébauches cubiques de CT32 que celles cylindriques de M12, les vitesses de refroidissement réelles de la matière sont plus élevées pour ces dernières (inertie thermique moindre). Bien que le traitement thermique aboutisse dans les deux cas à une précipitation  $\gamma'$  trimodale, elles ne sont en revanche pas strictement identiques : les ébauches cubiques de CT32 conduisent à une microstructure plus grossière que les ébauches cylindriques de M12 (dû au refroidissement plus lent sur les ébauches cubiques, (cf. **Partie I.A**)).

Pour la suite du paragraphe, il est choisi de présenter en parallèle les deux microstructures à  $t=0h$  et de s'y référer de deux manières différentes :

- microstructure G pour « *Grossière* » issue des ébauches cubiques de CT32 ;
- microstructure F pour « *Fine* » issue des ébauches cylindriques de M12. --

Les valeurs des caractéristiques microstructurales de chacune des deux microstructures sont reportées **Tableaux II.C.1a & b** dans le paragraphe **II.C.1.f**.

\*\*\*\*\*

Deux grandissements sont nécessaires pour avoir un aperçu complet de la structure trimodale de la précipitation  $\gamma'$  à  $t=0h$ .

Les **Figures II.C.3.a & d** sont des images MEB-FEG prises avec un détecteur de SE et à un grandissement de x5 000. La population la plus distincte sur ces figures est celle des précipités  $\gamma'$  secondaires cubiques.

Les populations sphériques secondaires et tertiaires sont visibles sur les images **Figure II.C.3.b & e** prises à un grandissement de x50 000. La localisation des  $\gamma'$  tertiaires presque uniquement au voisinage des précipités cubiques est clairement observable ici.

Bien que l'on parle de précipités secondaires sphériques pour les microstructures F et G, on notera que cette dernière présente une variation de morphologie, la plupart des précipités s'éloignant de la géométrie sphérique. Ceci est dû au refroidissement plus lent (cf. **Chapitre I, Partie I.A.1.b**).

Les fonctions de distribution en tailles des particules sphériques obtenues après analyses d'images sont données **Figures II.C.3.c & f**, respectivement pour les microstructures G & F. On constate que dans les deux cas, il y a un recouvrement partiel des distributions des populations secondaires et tertiaires. Ce recouvrement est très fort dans le cas de la microstructure F. Une étape de déconvolution des pics entre populations de  $\gamma'$  secondaires et  $\gamma'$  tertiaires est nécessaire pour déterminer le diamètre équivalent moyen de chaque population. Le résultat de cette déconvolution est présenté **Figures II.C.3 c & f**.



La moyenne des pics déconvolués est assimilée à la taille moyenne de la population correspondante. L'intersection entre les deux pics déconvolués est définie comme étant la taille seuil séparant les populations secondaires et tertiaires. Il est ensuite possible d'obtenir une fraction et une densité surfaciques de précipités  $\gamma'$  pour chaque population.

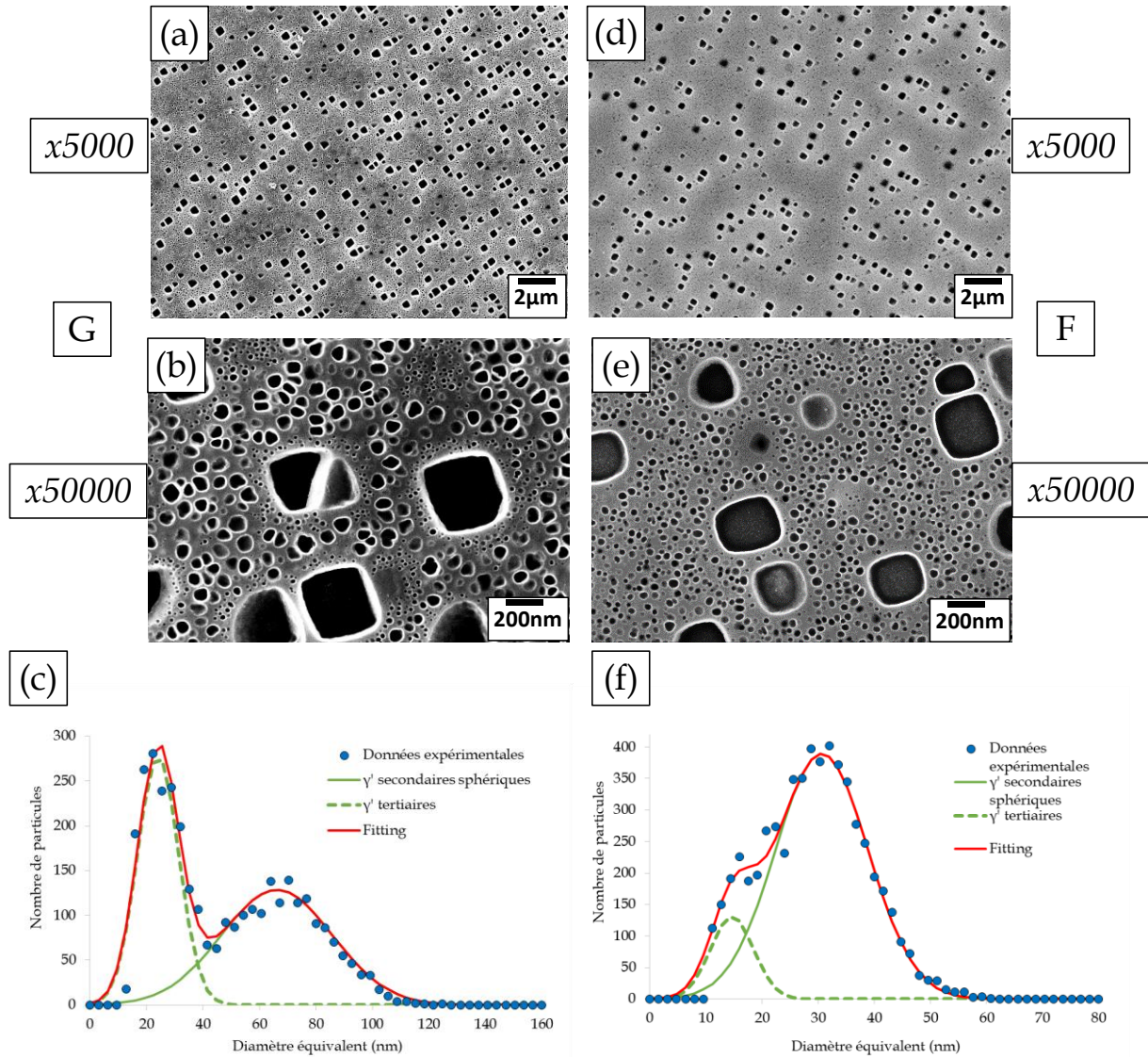


Figure II.C.3 – Structure de précipitations trimodales et fonctions de distribution en taille des précipités fins sphériques des microstructures grossière G (a), (b), (c) et fine F (d), (e), (f).

La dernière population de précipités  $\gamma'$  à décrire est celle des précipités en coalescence. Comme mis en évidence **Figure II.C.4**, des précipités qui coalescent sont présents après traitement thermique « gros grains ». Ce mécanisme de grossissement étant thermiquement activé, cela signifie qu'une étape du traitement thermique le déclenche. Les précipités concernés par ce mécanisme sont ceux des populations sphériques secondaires et tertiaires. Par conséquent, la coalescence semble se produire pendant une des étapes de revenu, voire

pendant les deux. A ce stade, aucune autre caractéristique microstructurale ne nous permet de conclure sur ce point. Cette population de précipités  $\gamma'$  a été analysée grâce à un paramètre qui permet de les discriminer des précipités sphériques : le rapport de forme RF. Ce paramètre se définit ainsi :

**Equation II.C.1** 
$$RF = \frac{d_{\min}}{d_{\max}}$$

avec  $d_{\min}$  et  $d_{\max}$  les diamètres orthogonaux minimal et maximal d'une particule. La valeur de 1,2 correspond à la valeur seuil de rapport de forme séparant les précipités sphériques des précipités en coalescence. En effet, les particules en coalescence, formées de deux particules sphériques rattachées par un « cou », ont une morphologie se rapprochant d'un huit et possèdent un rapport de forme éloigné de l'unité (sphère parfaite).

On notera que cette discrimination n'a été possible que sur la microstructure F. Comme évoqué plus haut, les variations de morphologies entre précipités secondaires sphériques sont trop élevées sur la microstructure G pour que l'analyse de particules en coalescence *via* leur rapport de forme soit possible. Cependant, un comptage manuel permet au moins d'obtenir une densité surfacique.

Enfin, l'analyse d'images permet de déterminer une distance interparticulaire moyenne en considérant l'ensemble des populations de précipités  $\gamma'$ .

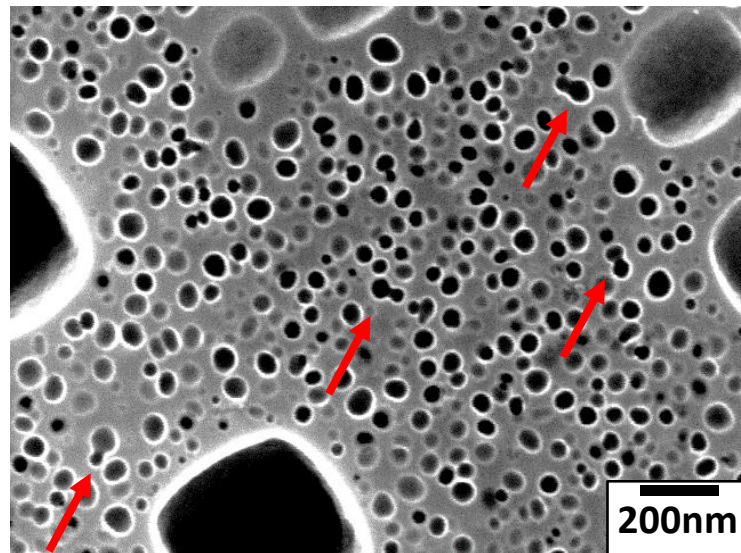
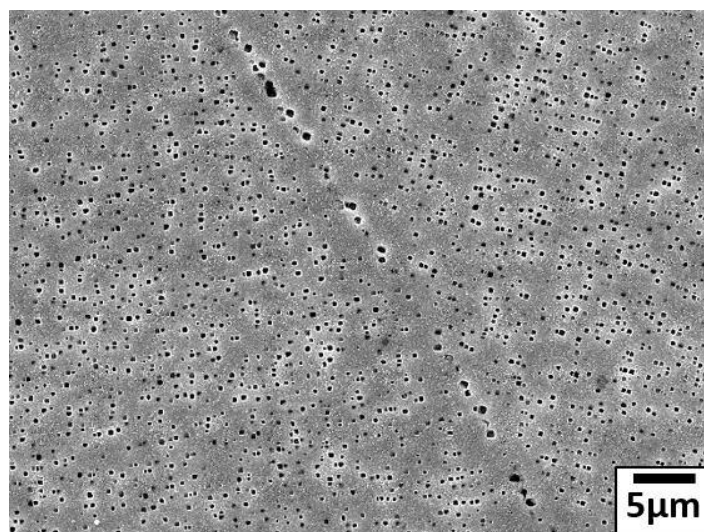


Figure II.C.4 – Mise en évidence de particules en coalescence dans la microstructure F.

**II.C.1.e. Microstructure de précipitation  $\gamma'$  de la version « gros grains » ( $t=0h$ ) : voisinage des joints de grains**

Au cours de l'étude, il a été remarqué que la précipitation  $\gamma'$  n'est pas tout à fait la même au voisinage des joints de grains (à maximum 3  $\mu\text{m}$ ) qu'à cœur de grains. Plusieurs différences peuvent être relevées :

- Les précipités secondaires cubiques sont plus gros en zones strictement intergranulaires qu'en zones intragranulaires. Leur taille n'a cependant pas été caractérisée.
- Une petite zone de déplétion sans précipités secondaires cubiques peut parfois être observée de part et d'autre d'un joint de grains (**Figure II.C.5**). Ce phénomène est une conséquence de la germination/croissance plus rapide des précipités cubiques au niveau des joints de grains lors de l'étape de mise en solution sub-solvus à 1080°C (cf. **Figure II.C.1**), entraînant une diminution des sites de germination disponibles aux abords du joint de grains lors du premier refroidissement du traitement thermique.
- A  $t=0h$ , aucune différence de taille de précipités sphériques  $\gamma'$  n'est à relever proches des joints de grains. En revanche, les précipités en coalescence de la microstructure F sont plus gros dans cette région qu'en zone intragranulaire. Leur rayon équivalent moyen est de 17,6 nm à cœur de grain contre 20,0 nm proche des joints de grains. Cette observation n'a pas pu être vérifiée sur la microstructure G faute de pouvoir isoler au seuillage les précipités coalescés.



**Figure II.C.5** – Structure de précipitations en zones intergranulaires : précipités cubiques plus grossiers aux joints de grains et déplétion en ces mêmes précipités de part et d'autre du joint.



Les hétérogénéités de composition chimique locale présentes avant la mise en solution subsolvus sont certainement à l'origine de l'ensemble de ces différences.

### II.C.1.f. Tableaux II.C.1 récapitulatifs des données microstructurales de référence

Tableau II.C.1a – Grandeurs de références de la microstructure G.

Microstructure G gros grains: grandeurs de références					
Taille de grains moyenne ( $\mu\text{m}$ )		210 $\pm$ 30 $\mu\text{m}$ – Euronorm 1,5			
		Diamètre équivalent moyen (nm) (ou côté moyen pour cubiques)	Rayon équivalent moyen (nm)	Fraction surfacique (%)	Densité surfacique (nbr/ $\mu\text{m}^2$ )
$\gamma'$ secondaires cubiques		318 $\pm$ 16 nm	180 $\pm$ 9 nm	8,7 $\pm$ 0,44 %	0,8 $\pm$ 0,04
$\gamma'$ sphériques	Secondaires	64,0 $\pm$ 9,6 nm	32,0 $\pm$ 4,8 nm	16,2 $\pm$ 2,4%	45,7 $\pm$ 6,9
	Tertiaires	17,4 $\pm$ 2,6 nm	8,7 $\pm$ 1,3 nm	2,0 $\pm$ 0,3%	53,0 $\pm$ 8,0
	Tous	41,3 $\pm$ 6,2 nm	20,7 $\pm$ 3,1 nm	18,2 $\pm$ 2,7%	98,7 $\pm$ 14,9
Densité surfacique en particules coalescées		-	-	-	Secondaires sphériques 0,1 $\pm$ 0,01 Tertiaires: 2,8 $\pm$ 0,4
Tous les précipités $\gamma'$		-	-	26,9 $\pm$ 4,0 %	102 $\pm$ 15,3
		Distance interparticulaire moyenne (nm)		61,0 $\pm$ 9,2	

Tableau II.C.1b – Grandeurs de références de la microstructure F.

Microstructure F gros grains: grandeurs de références					
Taille de grains moyenne ( $\mu\text{m}$ )		210 $\pm$ 30 $\mu\text{m}$ – Euronorm 1,5			
		Diamètre équivalent moyen (ou côté moyen pour cubiques)	Rayon équivalent moyen	Fraction surfacique	Densité surfacique (nbr/ $\mu\text{m}^2$ )
$\gamma'$ secondaires cubiques		267 $\pm$ 13 nm	146 $\pm$ 7 nm	8,50 $\pm$ 0,43 %	1,3 $\pm$ 0,06
$\gamma'$ sphériques	Secondaires	28,7 $\pm$ 4,6 nm	14,3 $\pm$ 2,3 nm	14,26 $\pm$ 2,3%	179 $\pm$ 29
	Tertiaires	14,7 $\pm$ 1,5 nm	7,3 $\pm$ 0,7 nm	0,44 $\pm$ 0,04%	30,0 $\pm$ 3
	Tous	28,3 $\pm$ 4,5 nm	14,2 $\pm$ 2,3 nm	14,7 $\pm$ 2,4%	209 $\pm$ 33
Particules coalescées		35,3 $\pm$ 5,6 nm	17,6 $\pm$ 2,8 nm	1,6 $\pm$ 0,3%	15,7 $\pm$ 2,5
Tous les précipités $\gamma'$		-	-	24,8 $\pm$ 3,1%	226 $\pm$ 35,5
		Distance interparticulaire moyenne (nm)		34,4 $\pm$ 6,0	

### II.C.1.g. Inclusions non métalliques

Deux types d'inclusions non métalliques sont présents dans la microstructure « gros grains » à  $t=0h$  :

- Des borures de Mo/W de morphologie sphérique se trouvent en zones intra et intergranulaires comme le montrent les **Figures II.C.6.a, b, c & d** *via* cartographies élémentaires d'EDS.
- Des carbures de titane TiC peuvent être observés aux joints de grains. On remarque **Figure II.C.6.c** qu'ils possèdent une morphologie de « plaquettes ».
- Nous n'avons pas mis en évidence la présence de carbures de chrome à  $t = 0h$ .

Bien que leur caractérisation n'ait pas fait l'objet d'une étude spécifique quantitative dans nos travaux, il convient de ne pas négliger leur présence et leurs possibles évolutions au cours d'une exposition à haute température.

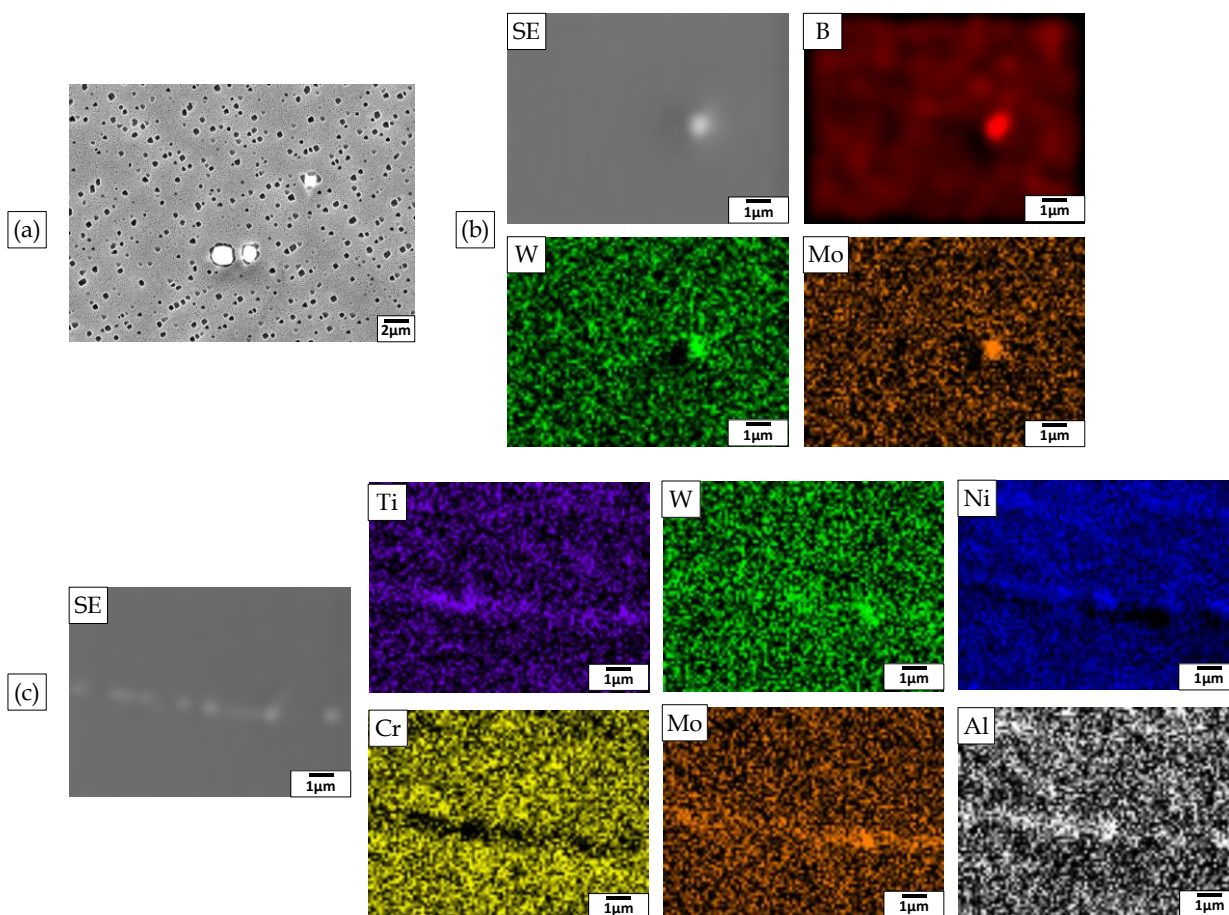


Figure II.C.6 – (a) et (b) Borures de W/Mo intragranulaires, (c) et (d) borures de Mo/w et carbures de titane intergranulaires. Clichés MEB-FEG (SE) en (a) et MEB-EDS (SE) en (b), (c), (d).

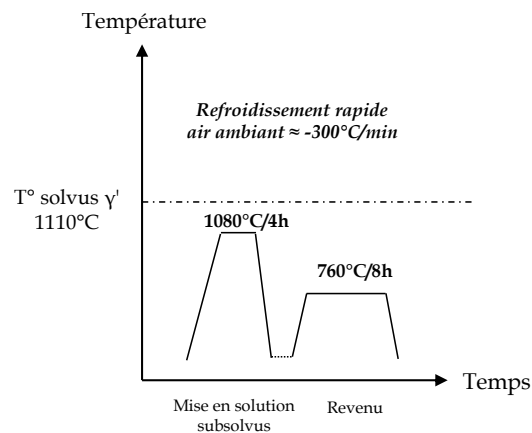
## II.C.2. Microstructure Grains Fins

### II.C.2.a. Matière disponible pour l'étude et ébauches

Les ébauches d'AD730™ utilisées pour usiner des CT32 en version « grains fins » ont été prélevées aux abords de la jante d'un disque de turbine brut de forge. Le prélèvement se fait dans le sens radial. La zone de prélèvement n'est pas choisie au hasard puisque le traitement thermique qui sera réalisé ensuite n'efface pas la microstructure granulaire de la matière initiale. Or, dans le cadre de l'étude de sollicitations complexes de fatigue-fluage, c'est la jante d'un disque qui présente le plus d'intérêts. Les ébauches de CT32 sont cette fois prélevées de manière unitaire : une ébauche pour une CT32.

### II.C.2.b. Traitements thermiques pour la version « grains fins »

Le traitement thermique appliqué aux ébauches d'AD730™ « grains fins » se compose de deux étapes illustrées **Figure II.C.7**.



**Figure II.C.7 – Etapes constitutives du traitement thermique appliqué aux ébauches pour obtenir une microstructure « grains fins ».**

- Une première étape de mise en solution subsolvus est réalisée à 1080°C pendant 4h. Une faible quantité de précipités  $\gamma'$  reste présente, les précipités primaires. Le refroidissement qui suit est fait à l'air ambiant. La population de précipités  $\gamma'$  intragranulaires, dits précipités secondaires, précipite en premier lors de ce refroidissement. Les précipités tertiaires se forment à plus basse température que les secondaires et précipitent donc au voisinage des  $\gamma'$  primaires puisque c'est à nouveau la zone qui présente alors la plus forte sursaturation en éléments  $\gamma'$ -gènes.
- La seconde étape est un traitement de revenu à 760°C pendant 8h.

### II.C.2.c. Microstructure granulaire de la version « grains fins »

La même méthodologie par intercepts utilisée pour déterminer une taille de grains moyenne sur la version « gros grains » a été employée sur la version « grains fins ». Les images analysées ont été prises sur un microscope optique Zeiss (**Figure II.C.8**). La taille de grains moyenne obtenue est proche de 7,8  $\mu\text{m}$ . Cette valeur correspond à un indice de taille de grains de 11 selon l'Euronorm 103-71.

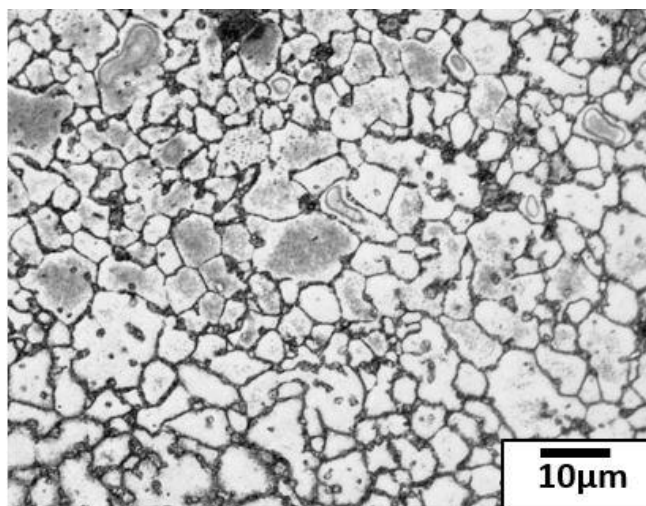


Figure II.C.8 – Structure granulaire de la microstructure grains fins révélée par oxydation des joints de grains (MO).

### II.C.2.d. Microstructure de précipitation $\gamma'$ de la version « grains fins » ( $t=0h$ )

Les images MEB-FEG des figures **II.C.9.a & b** présentent la microstructure de précipitation  $\gamma'$  de la version grains fin. Les fonctions de distribution en taille respectives se trouvent Figures **II.C.9.C & d**. Si la déconvolution de pics se fait correctement sur les précipités sphériques fins, elle est moins efficace sur les populations de  $\gamma'$  primaires puisque la fonction de distribution résultant de l'analyse d'images n'est pas la combinaison de deux gaussiennes. Les  $\gamma'$  primaires de taille supérieures à 3,5  $\mu\text{m}$  sont alors mal décrits.

Les caractéristiques microstructurales de la version grains fins étudiée sont reportées **Tableau II.C.2**.

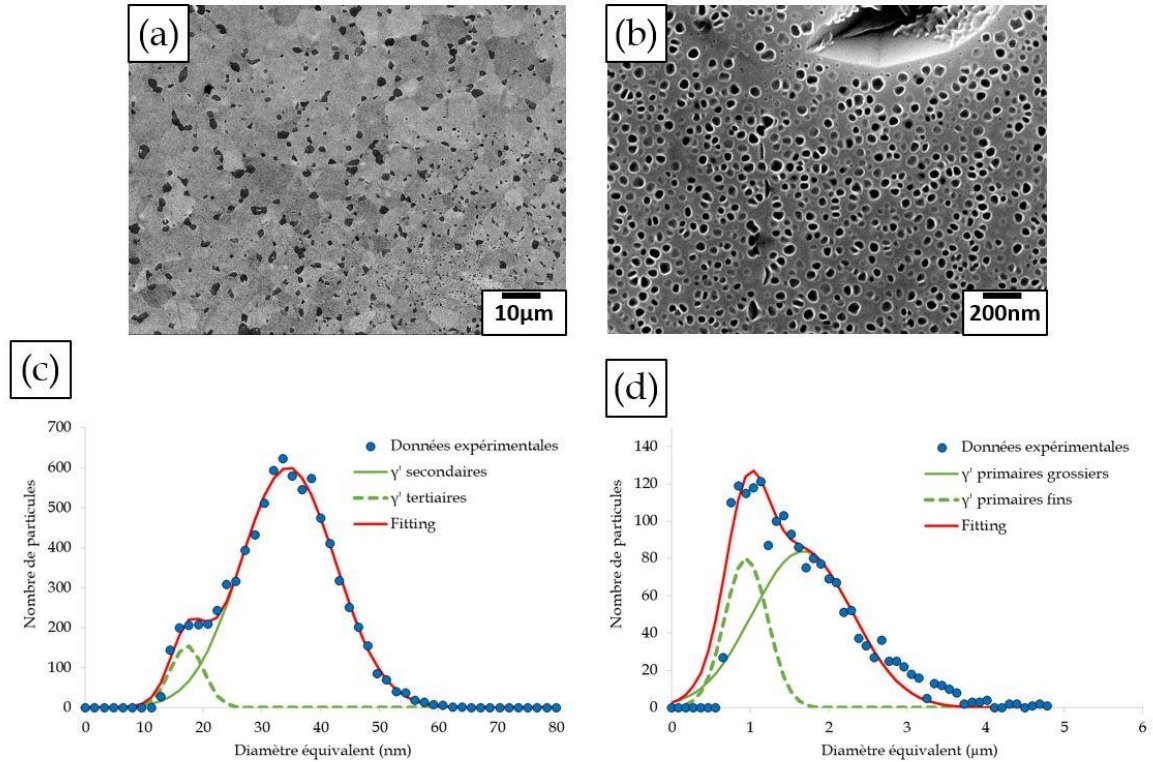


Figure II.C.9 – Structure de précipitations trimodale (a, b) et fonctions de distributions en tailles des précipités fins sphériques (c) et des précipités  $\gamma'$  primaires intergranulaires (d) de la microstructure grains fins.

Tableau II.C.2 – Grandeurs de références de la microstructure grains fins.

Microstructure grains fins: grandeurs de références					
Taille de grains moyenne (µm)		7,8 ± 0,3 µm – Euronorm 11			
		Diamètre équivalent moyen	Rayon équivalent moyen	Fraction surfacique	Densité surfacique (nbr/µm²)
γ' primaires	Grossiers	1,7 µm	0,8 µm	NA	NA
	Petits	1,0 µm	0,5 µm	NA	NA
	Tous	1,6 µm	0,8 µm	NA	0,03
γ' sphériques	Secondaires	34,5 ± 5,5 nm	17,2 ± 2,8 nm	16,5 ± 2,6%	170 ± 27
	Tertiaires	17,3 ± 2,8 nm	8,6 ± 1,4 nm	0,5 ± 0,04%	20,6 ± 3,3
	Tous	32,4 ± 5,2 nm	16,2 ± 2,6 nm	16,9 ± 2,7%	191 ± 30
		Distance interparticulaire moyenne (nm)		48,2 ± 7,2	
Tous les précipités γ'		-	-	25,4 ± 4,1%	-



## Bilan du Chapitre II

*Les moyens expérimentaux utilisés dans nos travaux et les microstructures initiales de références de l'AD730<sup>TM</sup> ont été présentés en détails dans ce chapitre.*

*La démarche expérimentale adoptée et dont les résultats vont être développés dans les prochains chapitres est la suivante :*

- *Une campagne d'essais de propagation de fissure à 750°C sur les microstructures « gros grains » G et « grains fins »*
  - *Essais de fatigue/fatigue-fluage*
  - *Essais sous air/sous vide*
  - *Utilisation de différents niveaux de  $\Delta K_i$*
  - *Variations de la taille de grains*
- *Une campagne de caractérisation des cinétiques de vieillissement  $\gamma'$  à 750°C*
  - *Sans chargement*
  - *Avec une sollicitation de fatigue*
  - *Distinction entre les zones intergranulaires et intragranulaires*
- *Des mesures et études supplémentaires « de compréhension »*
  - *Mesure de la fermeture de fissure*
  - *Etude des cinétiques et structures d'oxydation*
  - *Etude de la relaxation de contraintes à 750°C*



# ***CHAPITRE III***

## ***Propagation de fissure à 750°C***



*As-tu déjà aimé, pour la beauté du geste ?  
As-tu déjà croqué, la pomme à pleine dent ?  
Pour la saveur du fruit,  
Sa douceur et son zeste,  
T'es-tu perdu souvent ?  
As-tu déjà aimé, Les Chansons d'Amour*

## Table des Matières du Chapitre III

### **Chapitre III : Propagation de fissure à 750°C**

#### **III.A. Stratégie expérimentale et représentation graphique.....109**

##### **III.A.1. Matrice d'essais principale et préfissuration.....109**

III.A.1.a. Quels paramètres d'essais fait-on varier ?.....109

III.A.1.b. Méthodologies de préfissuration des éprouvettes CT32.....110

III.A.1.c. Matrice d'essais principale.....113

##### **III.A.2. Représentation graphique des vitesses de propagation sur un graphe $da/dN$ vs $\Delta K$ .....114**

#### **II.B. Propagation de fissure dans l'AD730<sup>TM</sup> « gros grains » G.....116**

##### **III.B.1. Calibration du polynôme de suivi de DDP.....116**

##### **III.B.2. Résultats issus de la matrice d'essais principale.....117**

III.B.2.a. Essais « 10-0-10 / sous vide ».....117

III.B.2.b. Essais « 10-0-10 / sous air ».....120

III.B.2.c. Essais « 10-300-10 ».....123

##### **III.B.3. Résultats des essais complémentaires de compréhension.....127**

III.B.3.a. Essais « 10-300-10 /  $\Delta K_i = 32 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  / PF450 ».....127

III.B.3.b. Essais « 10-300-10 /  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  / PF450 / Epreuve prévieillie 200h à 750°C ».....129

III.B.3.c. Essais « 10-30-10 /  $\Delta K_i = 23 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  / PF450 ».....131

<i><u>III.C. Propagation de fissure dans l'AD730<sup>TM</sup> « grains fins »...</u></i>	<i><u>134</u></i>
<i><u>III.C.1. Conditions d'essais et préfissuration.....</u></i>	<i><u>134</u></i>
<i><u>III.C.2. Essais « 10-0-10 ».....</u></i>	<i><u>135</u></i>
<i><u>III.C.3. Essais « 10-300-10 / <math>\Delta K_i = 22 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}</math> ».....</u></i>	<i><u>137</u></i>
<i><u>III.C.4. Essais « 10-300-10 / <math>\Delta K_i = 14 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}</math> ».....</u></i>	<i><u>137</u></i>
<i><u>III.D. Distinction entre propagation « cyclique » et « par fluage ».....</u></i>	<i><u>139</u></i>
<i><u>Bilan du Chapitre III.....</u></i>	<i><u>142</u></i>

## Chapitre III : Propagation de fissures à 750°C

Des essais de propagation de fissure à 750°C sont conduits avec comme objectif premier de trouver des conditions d'essai particulières permettant de reproduire le processus de ralentissement au cœur de la problématique de thèse dans le cas de l'AD730™. L'ensemble des courbes de vitesse  $da/dN$  vs  $\Delta K$  obtenues pour les microstructures « gros grains » G et « grains fins » est ainsi détaillé dans ce **Chapitre III**. Des analyses fractographiques permettent de caractériser les différents phénomènes de propagation.

### III.A. Stratégie expérimentale et représentation graphique

Cette **Partie III.A** est l'occasion de développer la stratégie expérimentale adoptée pour la campagne d'essais de propagation de fissure. La méthodologie de préfissuration des éprouvettes CT32, étape cruciale et nécessaire avant l'essai de propagation à proprement parler, est tout d'abord présentée.

Afin de rendre compte au mieux des différents comportements de la fissure pendant un essai, les données de vitesses de propagation doivent être représentées de manière spécifique. Bien que les données brutes de vitesses de propagation soient systématiquement présentées en premier lieu, une représentation schématique de chaque courbe  $da/dN$  vs  $\Delta K$  est ensuite proposée pour faciliter la lecture graphique des résultats.

#### III.A.1. Matrice d'essais principale et préfissuration

##### III.A.1.a. Quels paramètres d'essais fait-on varier ?

Les conditions d'essais de propagation de fissures longues choisies pour notre étude sont largement inspirées de la méthodologie expérimentale établie par Loyer-Danflou *et al.* et Carbou dans leurs travaux des années 90 [Loyer-Danflou et al., 1993][Carbou, 2000].

Tous les essais sont réalisés à 750°C *via* une méthode à niveaux de  $\Delta K$  croissants et un rapport de charge de 0,05. Les différents types de paramètres que l'on fait varier sont:

- L'environnement d'essai, **sous air** de laboratoire ou **sous vide** secondaire, ce qui permet de mettre essentiellement en lumière l'effet de l'oxydation sur les vitesses et mécanismes de propagation ;
- La forme des cycles, de type X-Y-X avec X les temps de charge & décharge en secondes et Y le temps de maintien à charge maximale (N.B. le temps de maintien à charge minimale est nul). On utilise ainsi des conditions de **fatigue « pure » 10-0-10** et de **fatigue-fluage 10-300-10** pour étudier l'influence des mécanismes de fluage sur la propagation de fissure ;
- La valeur de  $\Delta K$  appliquée en début d'essai de propagation, notée  $\Delta K_i$ , qui est soit **faible** ( $\approx 13\text{-}14 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) soit **forte** ( $\approx 21\text{-}22 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ).

Au contraire d'une méthode d'essai à niveaux de  $\Delta K$  décroissants et valeur de  $\Delta K_i$  très élevée généralement utilisée pour accéder rapidement au domaine de Paris et déterminer le seuil de propagation, notre méthode présente l'avantage de s'approcher des conditions de chargement d'une fissure « naturelle ». En effet, une fois amorcée, une fissure n'est pas nécessairement soumise à une forte valeur de  $\Delta K$  et cette dernière augmente à mesure que la fissure se propage.

*In fine*, les différentes combinaisons de paramètres expérimentaux choisis conduisent à des histoires thermo-mécaniques spécifiques à chaque essai.

#### **III.A.1.b. Methodologies de préfissuration des éprouvettes CT32**

Les essais de propagation de fissure n'ont pas vocation à comprendre les mécanismes d'amorçage de fissure. Ainsi, pour s'affranchir de la « durée de vie à l'amorçage » du matériau, les éprouvettes CT32 sont préfissurées en amont d'un essai de propagation.

Plusieurs critères, notamment guidés par la norme ASTM E647 consacrée aux mesures de vitesses de propagation de fissure, doivent être satisfaits pour que la préfissuration soit correcte [ASTM E647].

Le premier critère de fin de préfissuration est d'abord dimensionnel : une longueur de préfissure d'au moins 1 mm doit être obtenue. Cela garantit que le début de l'essai de propagation se fasse hors de la zone plastifiée générée en pointe d'entaille de la CT32 et hors de la zone affectée par l'usinage de cette même entaille. En outre, le polynôme de calibration de la méthode DDP est valide pour un rapport  $a/W$  supérieur à 0,24 où  $a$  est la longueur de fissure et  $W$  le ligament total. Une longueur de préfissure d'environ 0,7 mm est alors requise pour respecter ce critère [ASTM E647].

Le second critère découle du choix de réaliser les essais avec un niveau de  $\Delta K$  croissant.

D'après la norme **ASTM E647**, il faut alors que le niveau de  $K_{max}$  en fin de préfissuration soit au plus égal à la valeur de  $K_{max}$  envisagée pour le début de l'essai de propagation [**ASTM E647**]. Pour satisfaire ce critère, il faut donc réaliser l'étape de préfissuration avec des niveaux de  $\Delta K$  décroissants. Entre chaque étape de décroissance de la charge, on s'assure que la fissure s'est propagée sur une longueur supérieure à la taille de la zone plastifiée monotone obtenue au niveau de charge précédent. Le niveau de  $\Delta K$  en fin de préfissuration est de  $13 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  pour les essais à  $\Delta K_i$  faible. Pour les essais à fort  $\Delta K_i$ , un niveau de  $16 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  est atteint par souci de gain de temps.

En premier lieu, une partie des éprouvettes testées a été préfissurée à température ambiante, à une fréquence de 20 Hz et à un rapport de charge de 0,05. L'avantage de procéder ainsi est de pouvoir faire un suivi optique et immédiat de la propagation de fissure.

Cependant, un nombre conséquent d'éprouvettes CT32 « gros grains » préfissurées dans ces conditions ont conduit à une forte dissymétrie d'avancée entre leurs deux faces (jusqu'à 2 mm dans le pire scénario). Bien que la norme ASTM E647 définisse la dissymétrie comme étant acceptable jusqu'à une valeur de 2,5 mm pour une CT32, la dissymétrie maximale que nous avons toléré dans notre étude est de 0,8 mm. Aucune dissymétrie majeure n'a été observée sur les éprouvettes « grains fins ».

De plus, un autre désavantage de la préfissuration à température ambiante dans notre cas est que la propagation de fissure se fait en pseudo-stade I, et ce d'après les **Figures III.A.1**. Ce type de propagation suit certains plans cristallins du matériau et se caractérise alors par des vitesses de propagation très faibles aux niveaux de  $\Delta K$  appliqués (**Figure III.A.2**). La propagation en pseudo-stade I est éventuellement l'une des explications aux phénomènes de dissymétrie et pourrait être exacerbée dans une microstructure dont la taille de grains moyenne est de  $220 \mu\text{m}$ .

Ainsi, une **deuxième méthode de préfissuration** a été employée pour pallier les pertes d'éprouvettes : une préfissuration à 450°C sous air. Cette méthode permet à la fois de supprimer les problèmes de dissymétrie tout en conduisant à des vitesses de propagation plus élevées comme le montre la **Figure III.A.2**. On constate d'après la **Figure III.A.1b** que la propagation ne s'effectue plus en pseudo-stade I et que le chemin de propagation est complètement transgranulaire stade II. Bien que ces deux stades soit transgranulaires, les reliefs générés ne sont pas les mêmes : à l'échelle macroscopique, le pseudo-stade I conduit à un relief accidenté tandis que le stade II conduit à une propagation plane perpendiculaire au chargement.

La température de 450°C est choisie pour éviter le vieillissement de la microstructure  $\gamma'$  et limiter l'oxydation en pointe de fissure.

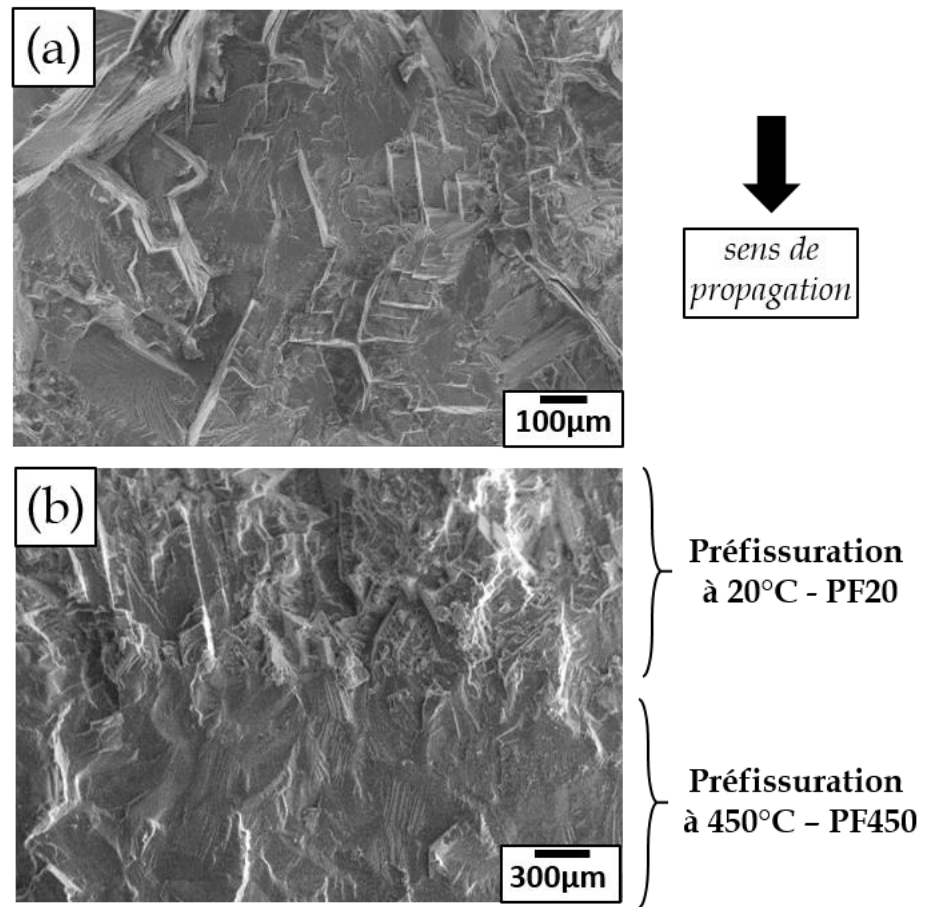


Figure III.A.1 – (a) Faciès de rupture caractéristique d’une propagation en pseudo-stade I avec présence de reliefs en « escaliers » après un essai à température ambiante sur de l’AD730™ « gros grains ». (b) La propagation de fissure devient complètement transgranulaire stade II lorsque l’on préfissure à 450°C sous air (MEB SE).

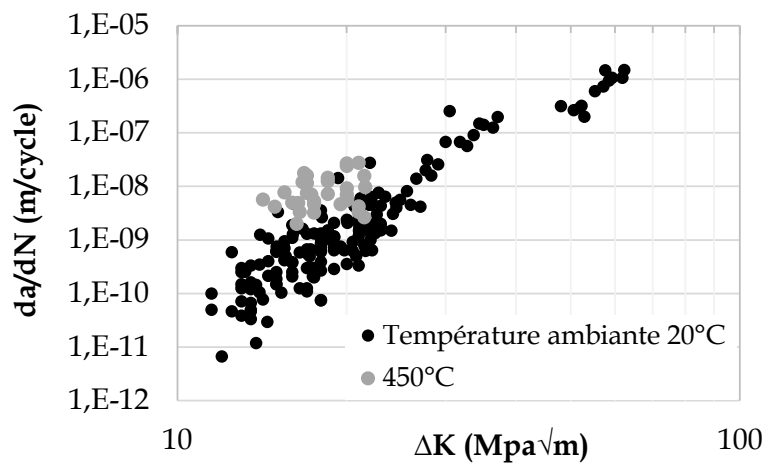


Figure III.A.2 – Graphe  $da/dN$  vs  $\Delta K$  pour les essais de préfissuration (et calibration) à température ambiante et à 450°C ; fréquence = 20 Hz, rapport de charge = 0,2.

Afin de distinguer quelles éprouvettes ont été préfissurées à température ambiante ou à 450°C, on précise cette information dans la nomenclature des résultats respectivement par les termes **PF20** et **PF450**. Cette donnée est essentiellement à considérer lorsque l'on étudie les effets de fermeture de fissure par rugosité puisque les chemins de propagation sont très différents d'une condition à l'autre.

Enfin, quelle que soit la méthode utilisée, les fronts de préfissuration ne sont pas complètement rectilignes du fait de l'état de contraintes/déformations planes en surfaces/à cœur de l'éprouvette. A l'échelle macroscopique, on observe une morphologie légèrement elliptique du front de préfissure. On corrige alors la valeur de la longueur de préfissure, non accessible en cours d'essai, par une analyse fractographique *post-mortem* et en moyennant la longueur de préfissure sur l'épaisseur de l'éprouvette.

A titre indicatif, les temps d'essais de préfissuration à l'ambiante sont d'environ 70h contre 35h pour la préfissuration à 450°C.

### III.A.1.c. Matrice d'essais principale

La matrice d'essais principale est présentée **Tableau III.A.** La durée totale de chaque essai sera précisée sur les graphes  $da/dN$  vs  $\Delta K$ .

On parle de matrice principale car des essais supplémentaires « de compréhension » sont réalisés sur la base des résultats obtenus *via* cette matrice.

**Tableau III.A. – Matrice principale d'essais de propagation de fissure à 750°C**

750°C – R = 0,05 – $\Delta K$ croissant			
Microstructure « gros grains » G			
Forme des cycles	Environnement	Niveau de $\Delta K_i$ (MPa $\sqrt{m}$ )	Type de préfissuration
Fatigue pure 10-0-10	Vide	Faible 13-14	PF20
		Fort 21-22	(PF20 puis) PF450
	Air	13-14	PF20
		21-22	PF20
Fatigue-fluage 10-300-10	Vide	21-22	PF450
	Air	13-14	PF20
		21-22	(PF20 puis) PF450



Microstructure « grains fins »			
Forme des cycles	Environnement	Niveau de $\Delta K_i$ (MPa $\sqrt{m}$ )	Type de préfissuration
Fatigue pure 10-0-10	Air	16	(PF450 puis) PF20
		24	PF20
Fatigue-fluage 10-300-10		14	PF20
		22	PF20

### III.A.2. Représentation graphique des vitesses de propagation sur un graphe $da/dN$ vs $\Delta K$

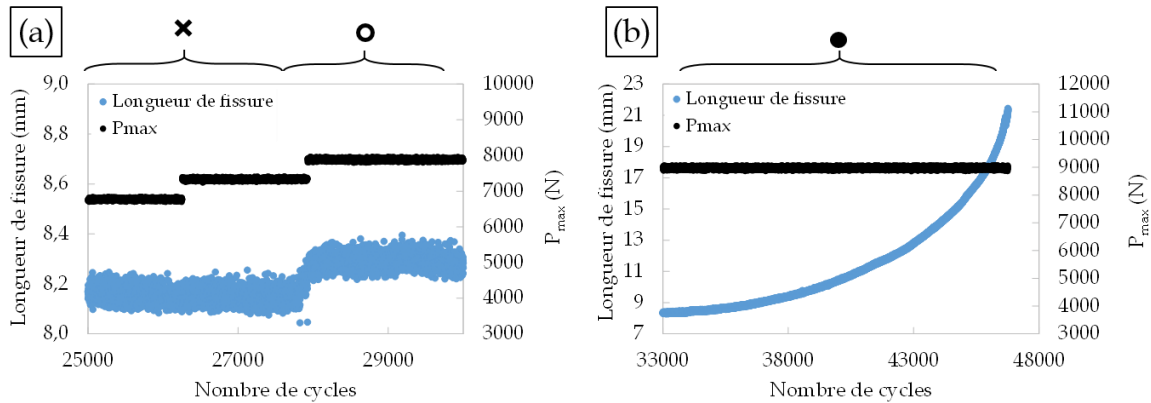
Les conditions d'essais étudiées sont choisies de telle sorte à ce que des phénomènes de ralentissement voire d'arrêt de la propagation de fissure soient déclenchés. Afin de traduire ces phénomènes sur les graphes  $da/dN$  vs  $\Delta K$ , différents types de symboles sont utilisés pour représenter les données brutes.

- Lorsque la fissure se propage de manière classique, c'est-à-dire de manière continue sans arrêt, alors on utilise un symbole plein de type ●;
- Si la fissure ne se propage pas du tout, un symbole de type ✕ est positionné sur l'axe des abscisses à la valeur de  $\Delta K$  concernée ;
- Si la fissure s'arrête après s'être propagée pendant une certaine période à une amplitude de charge donnée et que cet arrêt dure au moins 8h, on utilise un symbole creux de type ○. La valeur de la vitesse qui correspond est une valeur moyennée sur la période de propagation. La distance  $\Delta a$  de « micro-propagation » pendant  $N$  cycles correspond généralement à plusieurs dizaines de microns, parfois 100-200  $\mu m$ . Le symbole creux correspond ainsi à un  $\Delta a/N$ . Ce symbole implique qu'il y a une intervention manuelle pendant l'essai afin de redéclencher la propagation de fissure : un incrément de charge  $P$  de 5 à 10% est appliqué.
- Enfin, il arrive que les vitesses de propagation soient trop faibles et qu'il faille réaliser un incrément de charge manuel pour accélérer la propagation par souci de gain de temps



expérimental. Cet incrément de charge n'étant pas lié à un arrêt strict de la propagation, on utilise le symbole de type  $\times$  .

La **Figure III.A.3** illustre l'identification des arrêts et des non-propagations de fissure *via* un parallèle fait entre la longueur de fissure calculée à l'aide de la mesure de DDP et la charge maximale appliquée.



**Figure III.A.3 – Exemple d’une évolution de la longueur de fissure pour une charge maximale  $P_{max}$  imposée en fonction du nombre de cycles pendant un essai 10-0-10 sous air.**

(a) Symboles graphiques associés à une non-propagation de fissure et à un arrêt de fissure après une phase de propagation.

(b) Symbole graphique associé à une propagation de fissure continue.

Il faut donc bien garder à l'esprit que chaque essai est dépendant des fréquences d'arrêts de la propagation ainsi que du nombre d'incrément de charge qui sont réalisés. Plus précisément, la durée totale de l'essai ou le temps passé à un certain niveau de  $\Delta K$  sont reliés aux arrêts de propagation et incréments de charge. Pour des raisons pratiques évidentes, les conditions d'incrément de charge ne sont pas systématiquement identiques.

Dans le cas d'une propagation continue dont les vitesses dépendent de la valeur de  $\Delta K$  *via* une loi puissance de type Paris, on peut déterminer par identification l'exposant  $m$  et le coefficient  $C$  de la loi puissance approchée. La valeur de ces paramètres pour chaque essai est présentée et discutée dans le **Chapitre V**.

Enfin, lorsque les vitesses de propagation sont représentées de manière schématique et non plus par leurs valeurs brutes, deux représentations seulement sont utilisées :

- Une courbe classique continue correspond aux domaines où la propagation se fait de manière continue — ;
- Une courbe en pointillés correspond aux domaines où la fissure ne se propage pas et/ou marque des arrêts ....

Toujours par souci de facilité de lecture, l'axe des ordonnées est plafonné à  $4,0 \times 10^{-4}$  m/cycle pour les courbes concernant la microstructure « gros grains ».

Enfin, l'**Annexe B** présente pour certains essais les évolutions de longueurs de fissure  $a$  en fonction du nombre de cycles  $N$  utilisées pour calculer les vitesses de propagation.

### III.B. Propagation de fissure dans l'AD730<sup>TM</sup> « gros grains » G

La **Partie III.B** présente et discute les résultats des essais de propagation menés sur la microstructure « gros grains » G. Chaque essai est caractérisé sur la base des courbes de vitesses de propagation et des observations sur faciès de rupture.

Ces analyses ont pour objectifs de caractériser les différents comportements en propagation mis en évidence dans notre étude et de définir quelles conditions d'essais favorisent le phénomène de ralentissement de la propagation de fissure.

#### III.B.1. Calibration du polynôme de suivi de DDP

L'essai de calibration a été effectué à température ambiante sur une éprouvette préfissurée PF20. La fréquence imposée est de 20 Hz et le rapport de charge de 0,2. On utilise une procédure avec niveaux de  $\Delta K$  croissants et le suivi d'avancée de fissure se fait de manière optique.

Les valeurs de  $a/W$  mesurées en fonction de la DDP normée sont présentées en **Figure III.B.1**. Un polynôme de degré 5 est associé aux données pour décrire  $a/W = f(V/V_0)$ .

$V$  est la DDP instantanée mesurée entre les lèvres de la fissure et  $V_0$  est la valeur normative permettant d'établir un polynôme qui est indépendant de la valeur initiale de DDP pour chaque essai. Ainsi, on détermine  $V_0$  grâce à la valeur initiale de  $V$  pour laquelle on connaît la longueur de fissure. Le polynôme de calibration est indépendant de la taille de grains.

On détermine ensuite la valeur de  $\Delta K$  associée à une longueur de fissure  $a$  pour un rapport  $a/W = \alpha$  donné grâce à l'**Equation III.B** issue de la norme ASTM E647.

**Equation III.B** 
$$\Delta K = \frac{\Delta P}{B\sqrt{W}} \frac{(2+\alpha)^{\frac{3}{2}}}{(1-\alpha)^{\frac{3}{2}}} (0,886 + 4,64\alpha - 13,32\alpha^2 + 14,72\alpha^3 - 5,6\alpha^4)$$

avec  $\Delta P$  l'amplitude de charge appliquée,  $B$  l'épaisseur de la CT32 et  $W$  la longueur de ligament initiale. Cette équation est valable pour  $a/W > 0,2$ .

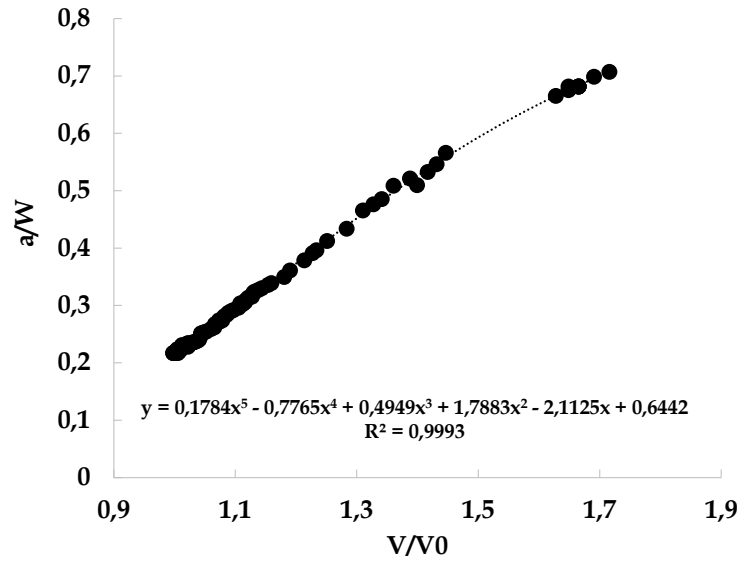


Figure III.B.1 – Courbe de calibration donnant  $a/W$  en fonction de  $V/V_0$  établie *via* un essai de propagation à température ambiante, fréquence de 20 Hz et rapport de charge 0,2.

### III.B.2. Résultats issus de la matrice d'essais principale

#### III.B.2.a. Essais « 10-0-10 / sous vide »

Les vitesses de propagation obtenues pendant les essais de fatigue pure 10-0-10 sous vide sont présentées sur le graphe **Figure III.B.2**.

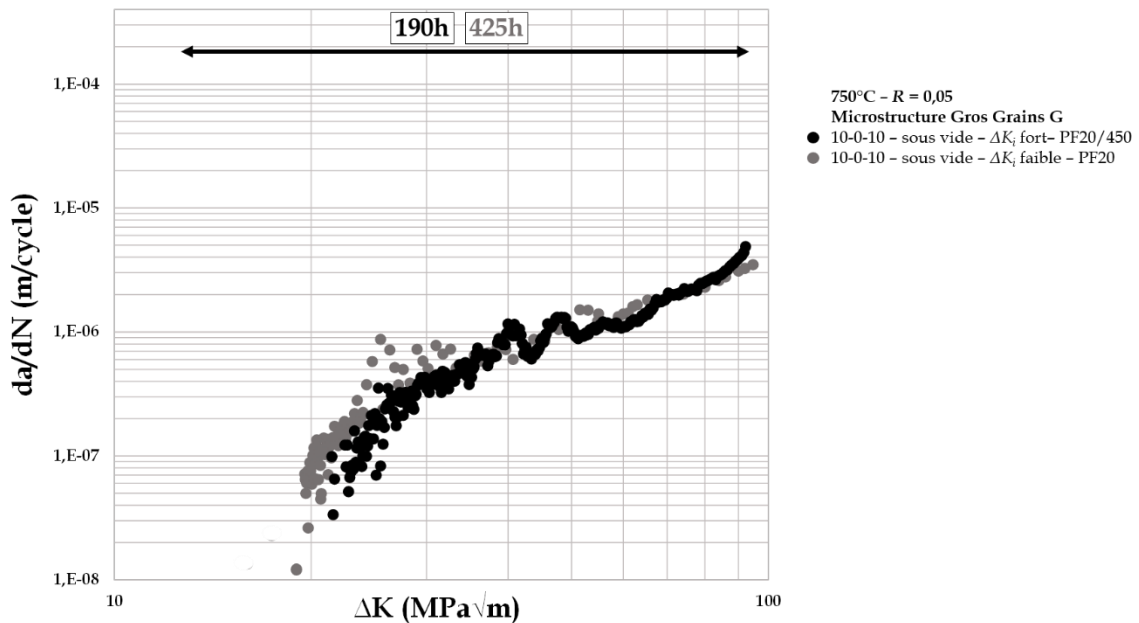


Figure III.B.2 – Graphe  $da/dN$  vs  $\Delta K$  : ajout des essais « 10-0-10 / sous vide » sur microstructure « gros grains ».

Quelle que soit la valeur de  $\Delta K_i$ , les deux essais conduiraient à une propagation immédiate de la fissure. Une réserve doit cependant être faite concernant les points de données

pour  $\Delta K < 19 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  de l'essai à  $\Delta K_i$  faible : bien qu'une mesure optique accompagnée par une augmentation de l'ouverture de fissure indique que la fissure se propage, la mesure par DDP n'a pas été opérationnelle sur ce domaine de valeur de  $\Delta K$ . On ne peut garantir que la propagation a donc été strictement immédiate et continue. Il est cependant certain que la fissure s'est propagée sur une distance d'environ 250  $\mu\text{m}$  pour 32 500 cycles.

Les différences de niveaux de  $\Delta K_i$  impliquent des temps d'essai et d'exposition à 750°C différents, comme précisé en **Figure III.B.2**. L'éprouvette testée à  $\Delta K_i$  faible a ainsi déjà passé 270h à 750°C lorsqu'elle est sollicitée avec un niveau de  $\Delta K$  égal à celui du  $\Delta K_i$  fort de l'autre essai.

Sur l'intervalle de valeurs de  $\Delta K = [21 - 27] \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , les vitesses de propagation sont différentes, l'essai démarré à  $\Delta K_i$  faible présentant les vitesses les plus élevées. En revanche, à partir de la valeur de  $\Delta K = 27 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , les courbes de vitesse de propagation se superposent et la propagation est alors indépendante de l'histoire thermo-mécanique.

Quel que soit le domaine de  $\Delta K$  correspondant, les faciès de rupture entre les deux éprouvettes rompues sont identiques : la propagation de fissure suit un chemin transgranulaire avec de nombreuses rivières de fatigue pouvant être caractéristiques de facettes de pseudo-clivage [**Pineau et al., 2016a**] (**Figure II.B.3**). Par définition, les facettes de pseudo-clivage peuvent correspondre à de la propagation selon des plans cristallins autres que les plans denses et/ou à de la propagation selon des plans de macles thermiques (dans ce dernier cas, les rivières de propagation ne sont a priori pas observées).

Dans le domaine où les vitesses de propagation suivent une loi de type Paris, on observe la présence de stries de fatigue sur les faciès. On vérifie bien que l'espacement inter-strie correspond en moyenne à la vitesse de propagation calculée pour le niveau de  $\Delta K$  correspondant. On note la présence de quelques fissures secondaires sur chacun des faciès analysés.

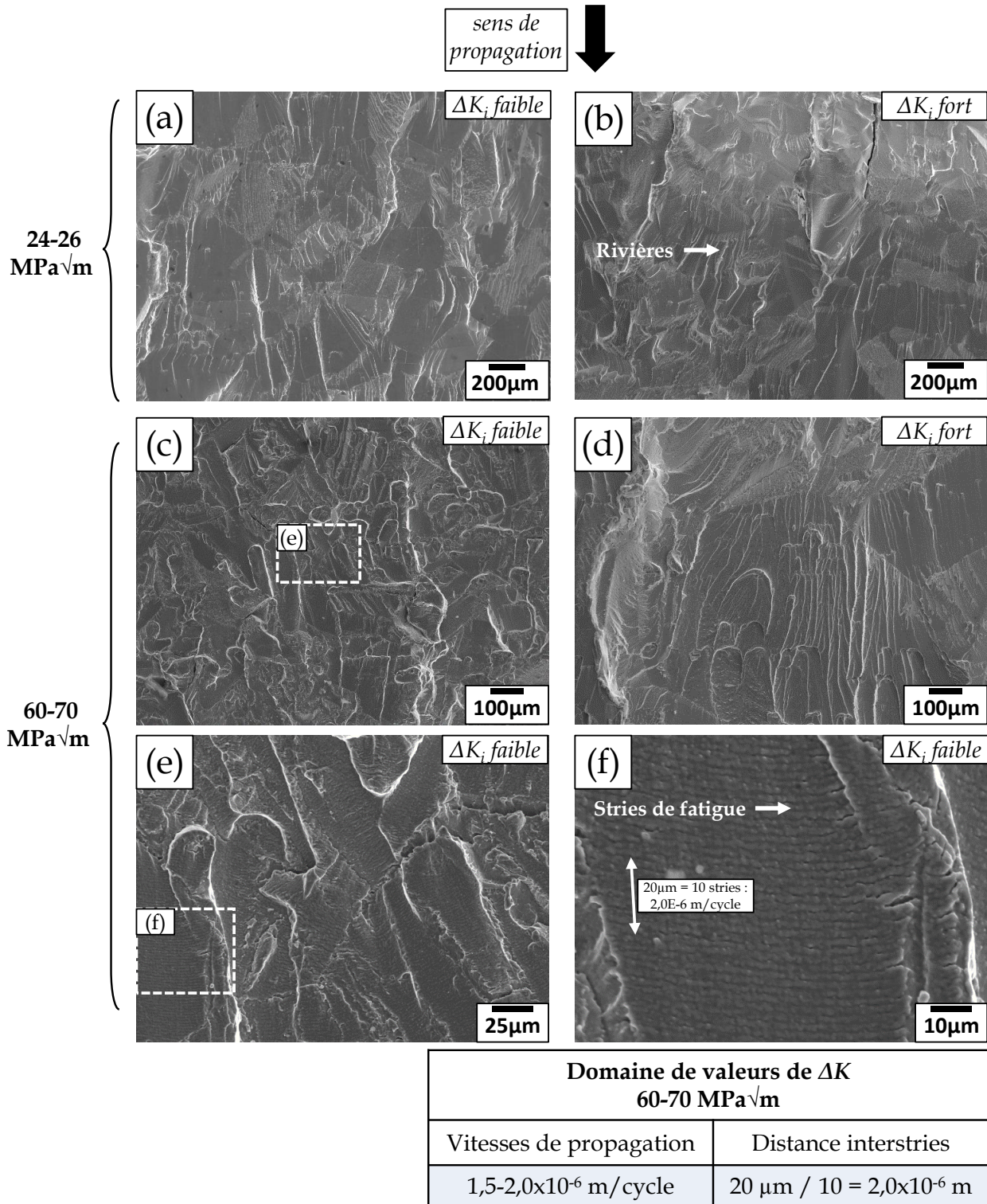


Figure III.B.3 – Analyse MEB-SE fractographique à différentes échelles des surfaces de rupture obtenues après essais « 10-0-10 – sous vide » sur microstructure « gros grains » G.

(a) et (b)  $\times 50$  – Zone  $\Delta K = 24-26$  MPa√m -  $\Delta K_i$  faible et fort.

(c) et (d)  $\times 100$  – Zone  $\Delta K = 60-70$  MPa√m -  $\Delta K_i$  faible et fort.

(e)  $\times 500$  – Zone  $\Delta K = 60-70$  MPa√m -  $\Delta K_i$  faible ; (f)  $\times 1500$  – Zone  $\Delta K = 60-70$  MPa√m -  $\Delta K_i$  faible, tableau d'équivalence « vitesses de propagation – distance interstries ».



### III.B.2.b. « Essais 10-0-10 - sous air »

Les courbes  $da/dN$  vs  $\Delta K$  construites pour les essais « 10-0-10 / sous air / PF20 » se trouvent sur le graphique présenté en **Figure III.B.4**.

En tout premier lieu, on remarque que chacun des deux essais affiche un ralentissement de la propagation en début de sollicitation (domaine mis en évidence par les doubles flèches horizontales). Pour l'essai débuté à  $\Delta K_i$  faible, ce ralentissement se caractérise même par des arrêts et des phases de non-propagation de la fissure. Cependant, il semble que ces ralentissements ne soient pas l'expression du même phénomène décrit dans la **Partie I.B.3** bibliographique. En effet, dans les deux cas « 10-0-10 / sous air », la phase de ralentissement correspond à une longueur de propagation d'environ 200  $\mu\text{m}$ . Cette longueur est relativement proche de la taille moyenne de grains de notre matériau. Ainsi, on suppose que ces ralentissements sont la conséquence de l'étape de préfissuration à température ambiante et de la propagation en pseudo-stade I qu'elle entraîne. Cela implique que la fissure avance selon des plans cristallins particuliers. Notre hypothèse est donc qu'en début d'essai à 750°C, la transition entre le mode de propagation en fin de préfissuration et celui qui est activé en fatigue 10-0-10 à haute température conduit à une phase de ralentissement de la propagation. Le temps et la longueur de transition dépendent de la taille moyenne des grains puisqu'il faudrait que tous les grains dont les plans de glissement ont été activés pendant la préfissuration soient franchis (N.B. il y a environ 50 grains dans l'épaisseur d'une CT32).

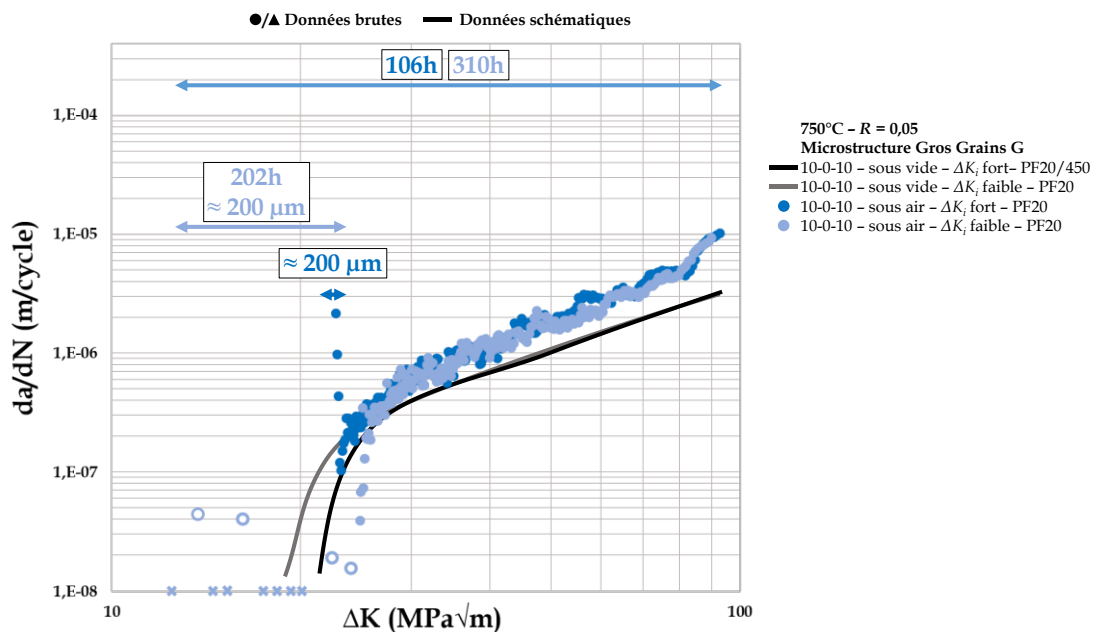


Figure III.B.4 – Graphe  $da/dN$  vs  $\Delta K$  : ajout des essais « 10-0-10 / sous air » sur microstructure « gros grains ».

Il faut ensuite atteindre une valeur de  $\Delta K$  d'environ 25 MPa $\sqrt{\text{m}}$  pour que les vitesses de propagation sous air soient plus élevées que celles obtenues sous vide, et ce jusqu'à rupture des éprouvettes du fait de l'activation des processus d'oxydation en pointe de fissure. Le comportement sous air est similaire à celui observé sous vide en ce que les courbes de vitesse se superposent indépendamment de la valeur de  $\Delta K_i$  et du temps d'essai. Les vitesses de propagation évoluent alors linéairement avec la valeur de  $\Delta K$  sur un graphique Log-Log (régime II de Paris).

Concernant les faciès de rupture, les deux essais sous air conduisent aux mêmes caractéristiques. Ainsi, la **Figure III.B.5** ne présente les faciès que d'une seule des deux éprouvettes testées en « **10-0-10 / sous air** ».

Pour une valeur de  $\Delta K < 26$  MPa $\sqrt{\text{m}}$ , la propagation se fait majoritairement de manière transgranulaire. Peu à peu, avec l'augmentation du niveau de  $\Delta K$ , il y a apparition de surfaces marquées par des stries de fatigue. De plus, la proportion de décohésion intergranulaire augmente à mesure que l'on s'approche de la rupture finale. De manière générale, on observe moins de surfaces transgranulaires que sous vide.

Enfin, les faciès de rupture obtenus sous air présentent un plus grand nombre de fissures secondaires et de facettes planes que sous vide. Les facettes planes peuvent être des facettes de clivage selon un plan cristallin dense (111) ou de pseudo-clivage selon un joint de macle. Pour ce dernier point, on remarque en effet d'après le **Chapitre II, Figure II.C.2** que la microstructure granulaire de l'AD730<sup>TM</sup> présente un grand nombre de macles.



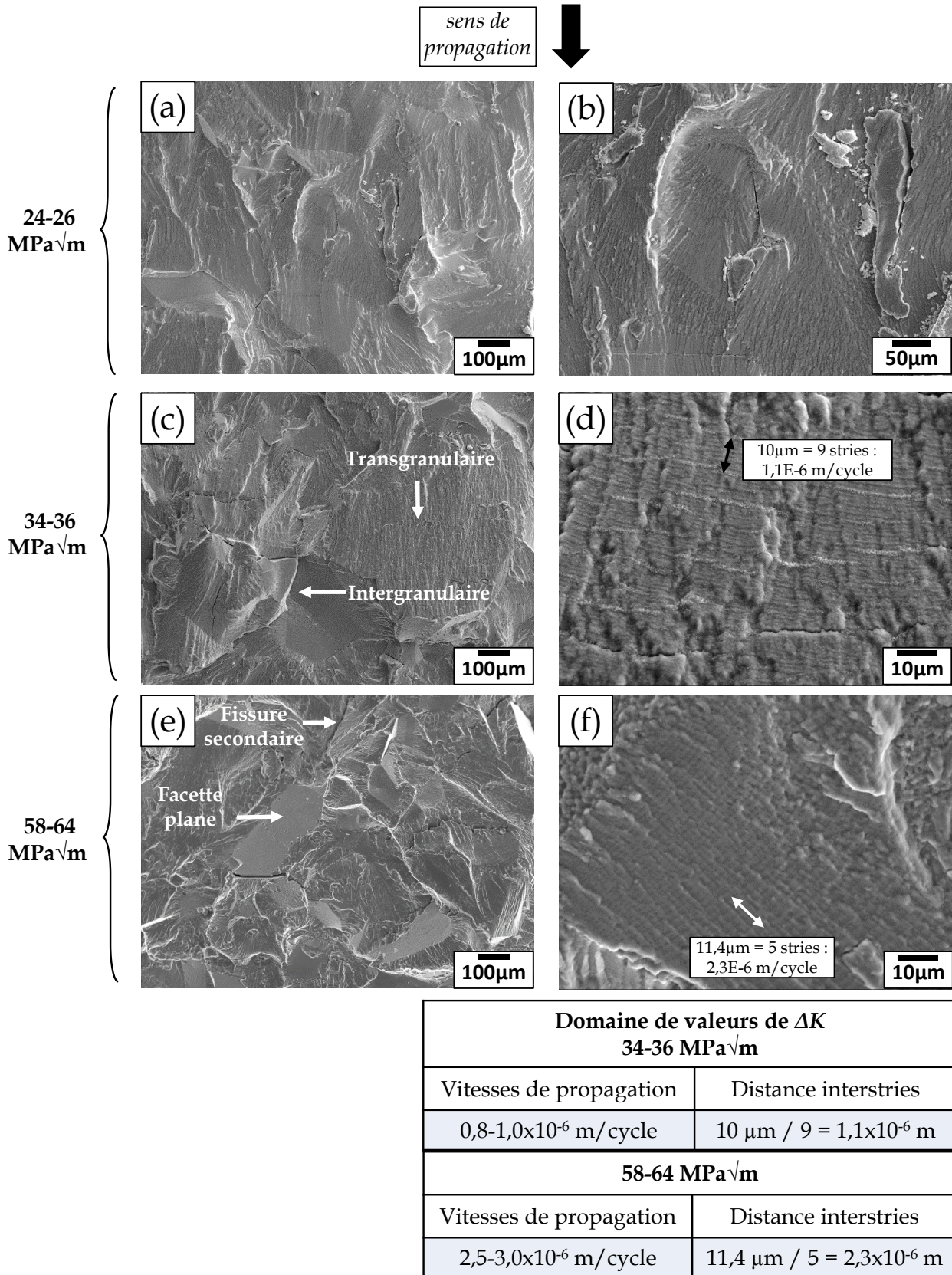


Figure III.B.5 – Analyse MEB-SE fractographique à différentes échelles des surfaces de rupture obtenues après essais « 10-0-10 / sous air » sur microstructure « gros grains » G.

(a) et (b) Zone  $\Delta K$  = 24-26 MPa√m - x100 et x250.

(c) et (d) Zone  $\Delta K$  = 34-36 MPa√m - x100 et x1500.

(e) et (f) Zone  $\Delta K$  = 58-64 MPa√m - x100 et x1500.

Tableaux d'équivalence « vitesses de propagation – distance interstries ».

### III.B.2.c. « Essais 10-300-10 »

Les vitesses de propagation mesurées pour la condition « 10-300-10 / sous air /  $\Delta K_i$  faible / PF20 » ne sont présentées que dans l'Annexe C. Démarré à un niveau de  $\Delta K_i$  de 14 MPa $\sqrt{m}$ , l'essai a été **interrompu** à la valeur  $\Delta K = 40$  MPa $\sqrt{m}$  sans que la propagation de fissure n'ait jamais atteint un régime continu. Les vitesses mesurées dans les phases de propagation sont de plus très fortement dispersées (sur plus de deux décades). En effet, malgré la vingtaine d'incrément de charge effectués sur les 750h d'essai, des **arrêts** de la propagation sont systématiquement observés pour chaque niveau de  $\Delta K$  testé.

La longueur de ligament fissuré est d'environ 700  $\mu m$  lors de l'interruption de l'essai.

Ainsi, seules les conditions « 10-300-10 /  $\Delta K_i$  fort » sont détaillées dans cette partie avec un distinguo fait en fonction de l'environnement d'essai.

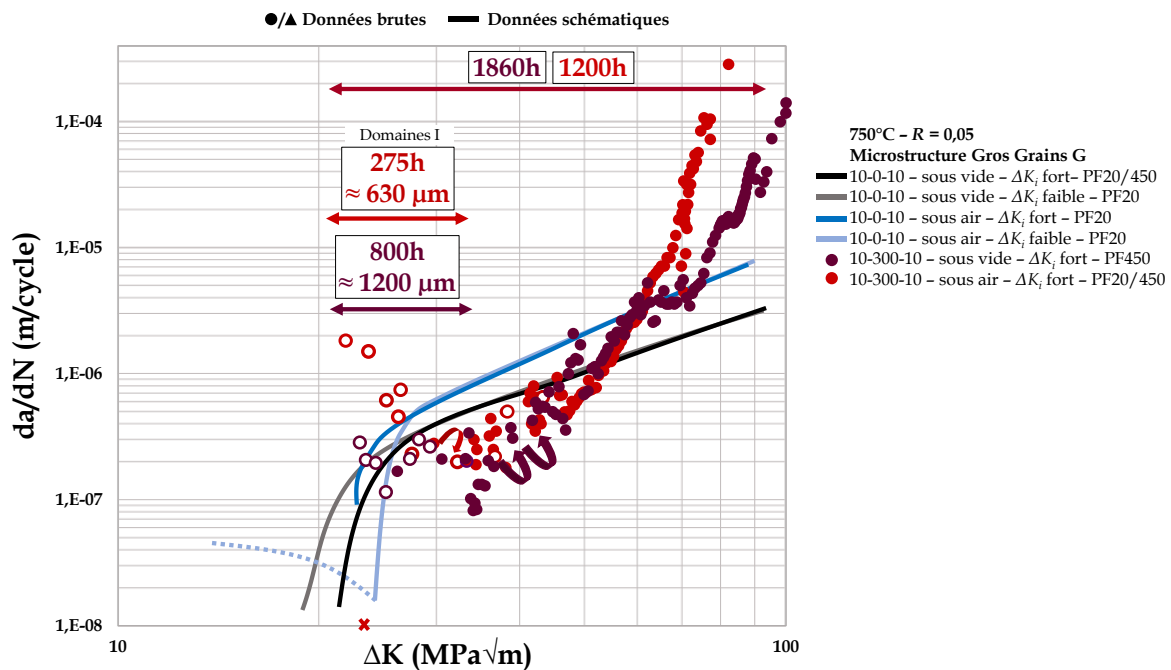


Figure III.B.6 - Graphe  $da/dN$  vs  $\Delta K$  : ajout des essais « 10-300-10 / sous air/vide » sur microstructure « gros grains ».

Deux domaines peuvent être définis d'après les vitesses de propagation reportées Figure III.B.6 :

- **Domaine I** : allant de  $\Delta K = 21$  à  $31-32$  MPa $\sqrt{m}$ , ce domaine se caractérise par des arrêts de la propagation de fissure, voire de la non-propagation aux niveaux de  $\Delta K$  étudiés. Sous vide, on peut considérer que les vitesses mesurées sont relativement constantes dans ce domaine puis chutent aux alentours de  $\Delta K = 33$  MPa $\sqrt{m}$ .

Sous air, non seulement les vitesses de propagation sont de 3 à 8 fois plus élevées que sous vide, ce qui n'est pas le cas en fatigue pure 10-0-10 entre 21 et 24 MPa√m, mais on observe de plus une décroissance des vitesses avec l'augmentation des niveaux de  $\Delta K$  : le **phénomène de ralentissement** de la propagation de fissure en fatigue-fluage semble avoir été déclenché.

La durée et la distance de propagation dans le **Domaine I** sont précisées en **Figure III.B.6**. L'écart de vitesses entre les conditions « sous vide » et « sous air » impacte considérablement les temps d'essais en fatigue-fluage (1 cycle = 320 sec).

Enfin, la première partie du domaine est aussi caractérisée par des vitesses plus élevées (ou égales) en condition « **10-300-10** » qu'en condition « **10-0-10** ». A partir de  $\Delta K = 30$  MPa√m, les vitesses de propagation sont plus basses en fatigue-fluage, ce qui n'est pas un résultat courant dans le cas des superalliages base nickel (*cf. Chapitre I*).

- **Domaine II** : allant de  $\Delta K = 31-32$  MPa√m jusqu'à rupture, il se caractérise par une propagation continue et une augmentation classique des vitesses avec la valeur de  $\Delta K$ . Le phénomène de ralentissement du **Domaine I** entraîne le fait que les vitesses de propagation sous air deviennent égales à celles sous vide. Sur une partie du **Domaine II** donc, les courbes obtenues se superposent. Cela suggère une « extinction » de l'effet d'environnement. Cette observation est similaire à celle faite par Loyer-Danflou *et al.* dans des conditions d'essais de type « **750°C / 10-300-10 / air ou vide /  $\Delta K_i = 13$  MPa√m** » sur de l'Astrolloy grains fins [**Loyer-Danflou et al., 1993**]. Puisque les temps d'exposition à 750°C pendant les essais sont différents, la microstructure n'aurait pas d'impact sur les vitesses dans le **Domaine II**.

Les courbes « 10-300-10 » affichent une augmentation plus rapide des vitesses que celles obtenues en conditions « 10-0-10 », c'est-à-dire que l'exposant de Paris  $m$  identifié est plus élevé. Ainsi, elles interceptent la courbe « 10-0-10 / sous vide » pour une valeur de  $\Delta K = 55$  MPa√m et la courbe « 10-0-10 / sous air » pour une valeur de  $\Delta K = 63$  MPa√m. On notera enfin une séparation des courbes « 10-300-10 » sous air et sous vide à partir de  $\Delta K = 60$  MPa√m. Alors, la valeur de  $\Delta K$  à la rupture est d'environ 100 MPa√m sous vide contre 82 MPa√m sous air. Il est possible que l'effet fragilisant de l'environnement devienne donc prédominant pour les fortes valeurs de  $\Delta K$  mais cela doit être vérifié par des essais complémentaires spécifiques.



Les faciès de rupture correspondants au **Domaine I** se trouvent **Figure III.B.7** :

- **Sous vide**, la propagation semble être mixte avec une majorité de part transgranulaire (notamment par pseudo-clivage) et quelques zones intergranulaires (**Figure III.B.7a**). Les mécanismes de fluage seraient à l'origine de la part intergranulaire en conditions « 10-300-10 / sous vide » puisque les faciès « 10-0-10 » exhibent une propagation complètement transgranulaire (**Figure III.B.3**).

Les nombreux types de surface de rupture sur ce faciès laissent penser que plusieurs mécanismes de propagation de fissure sont à considérer. Leur activation dépendrait du grain dans lequel la fissure se propage et donc en particulier de son orientation cristalline.

- **Sous air**, le **Domaine I** est caractérisé par une propagation presque **entièrement intergranulaire** (**Figure III.B.7c**). La transition entre **Domaines I & II** est marquée par le passage à une propagation plutôt mixte avec des traces de rupture ductile alors que les faciès obtenus en conditions « 10-0-10 - sous air » sont majoritairement transgranulaires pour ces niveaux de  $\Delta K$ .

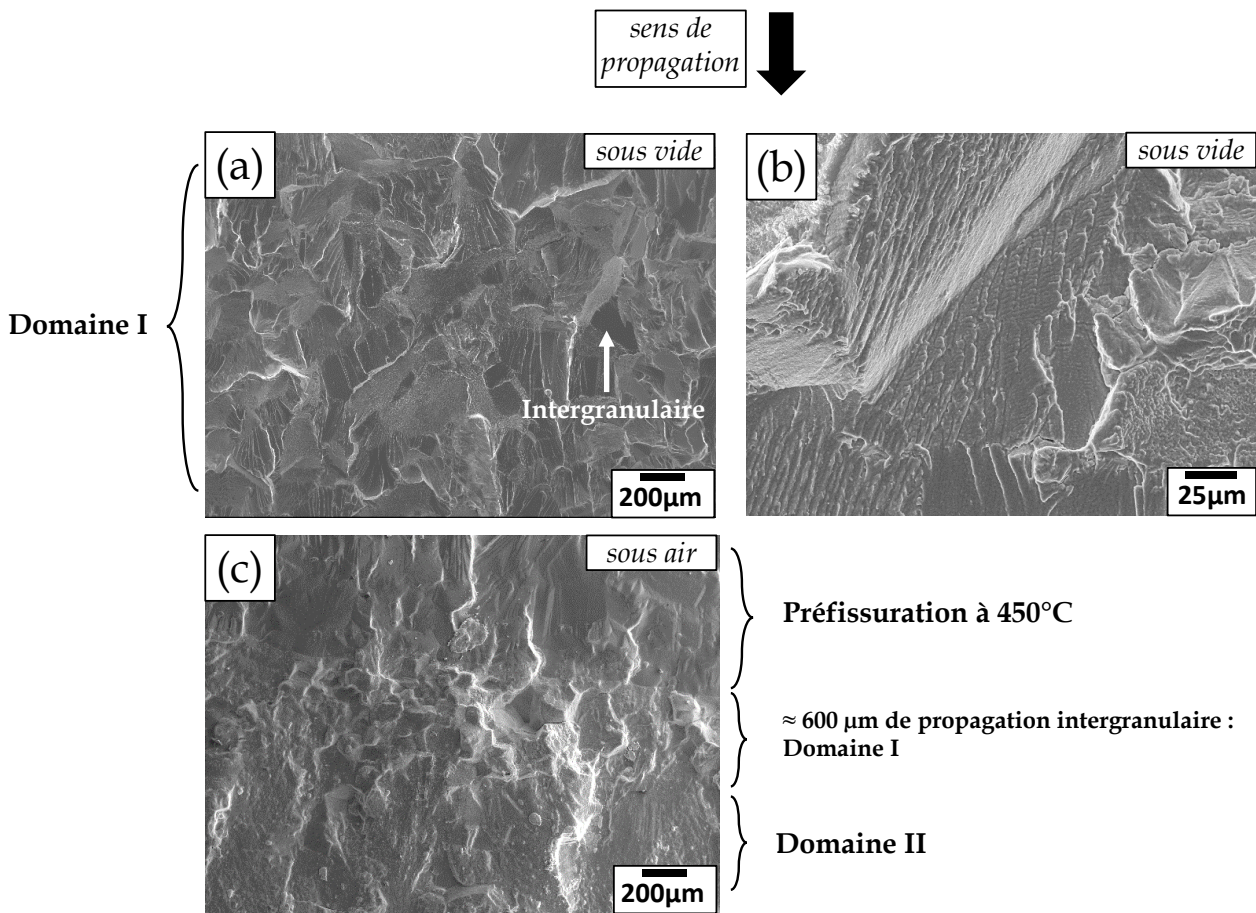


Figure III.B.7 – Analyse fractographique MEB-SE à différentes échelles des surfaces de rupture « 10-300-10 / sous air et vide » sur microstructure « gros grains » G.

(a) et (b) Domaine I sous vide –  $\times 50$  et  $\times 500$ .

(c) Domaine I sous air –  $\times 50$ .

Les clichés fractographiques correspondants au **Domaine II** sont rassemblés en **Figure III.B.8**. Les faciès obtenus sous vide et sous air présentent tous deux une **augmentation de la part de propagation en intergranulaire et de facettes planes** avec l'augmentation de la valeur de  $\Delta K$ . Certaines surfaces sont marquées de stries de fatigue.

Les facettes planes (clivage et/ou joint de macles) semblent plus nombreuses pour la condition « sous vide » tandis que l'on relève plus de fissures secondaires pour la condition « sous air ». En outre, en comparaison avec les essais 10-0-10, la condition de fatigue-fluage 10-300-10 présente moins de facettes planes.

On ne vérifie la correspondance entre vitesse de propagation moyenne et distance inter-stries que pour de fortes valeurs de  $\Delta K$  ( $> 65 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) sur certaines surfaces de rupture.

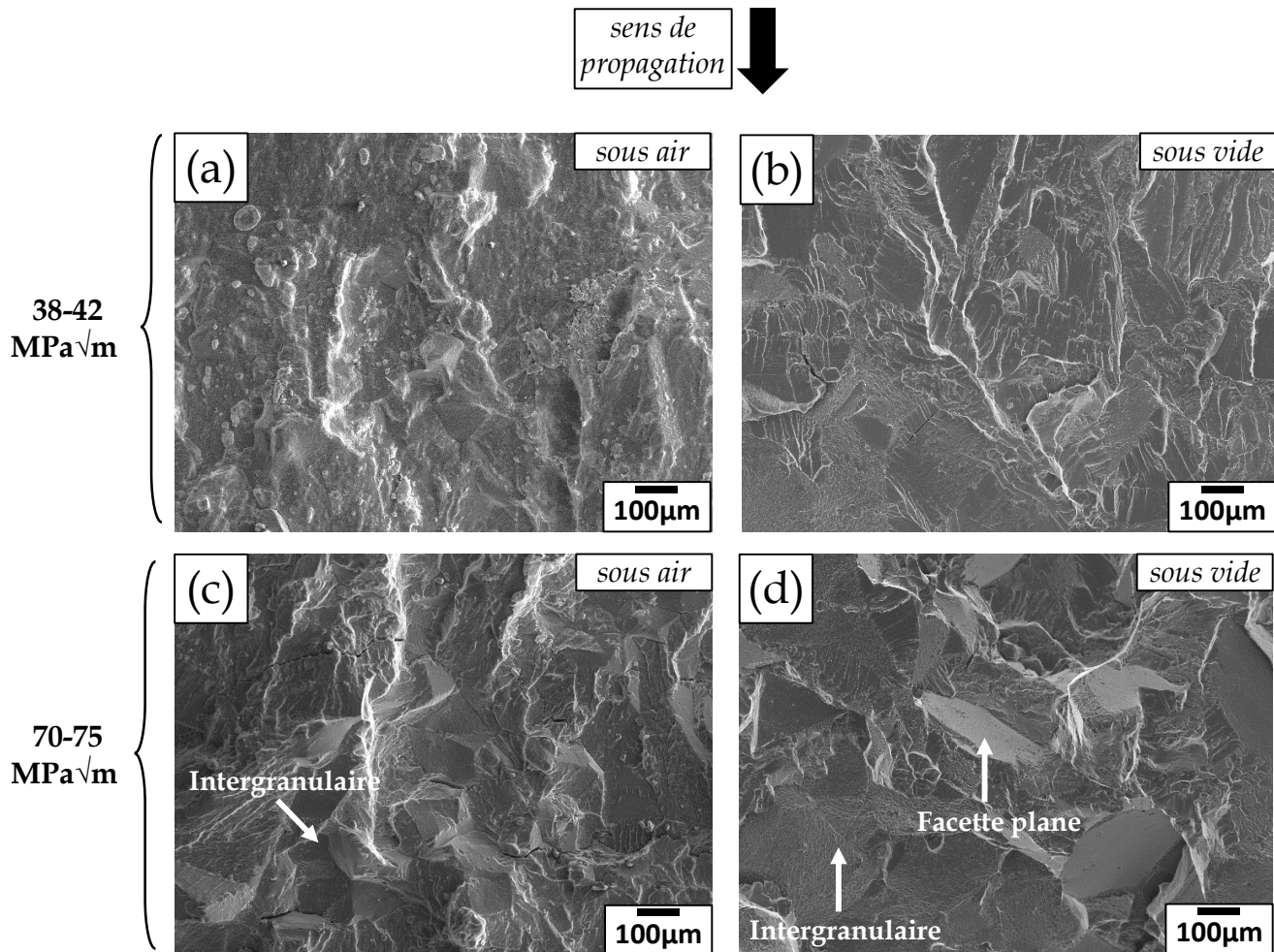


Figure III.B.8 – Analyse MEB-SE fractographique à différentes échelles des surfaces de rupture obtenues après essais « 10-300-10 / sous air et vide » sur microstructure « gros grains » G.  
 Domaine II - Zone  $\Delta K = 38-42 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  -  $\times 100$  : (a) sous air (b) sous vide.  
 Domaine II - Zone  $\Delta K = 70-75 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  -  $\times 100$  : (c) sous air (d) sous vide.

### III.B.3. Résultats des essais complémentaires de compréhension

#### III.B.3.a. Essais « 10-300-10 / $\Delta K_i = 32 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ / PF450 »

Un essai complémentaire est réalisé dans le but de construire une courbe  $da/dN$  vs  $\Delta K$  en condition « 10-300-10 - sous air » en s'affranchissant du **Domaine I** pour lequel le ralentissement a été mis en évidence dans la partie précédente.

L'essai en question est donc démarré avec un  $\Delta K_i = 32 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Les vitesses de propagation résultantes sont reportées **Figure III.B.9**. L'éprouvette CT32 testée est préfissurée en condition PF450.

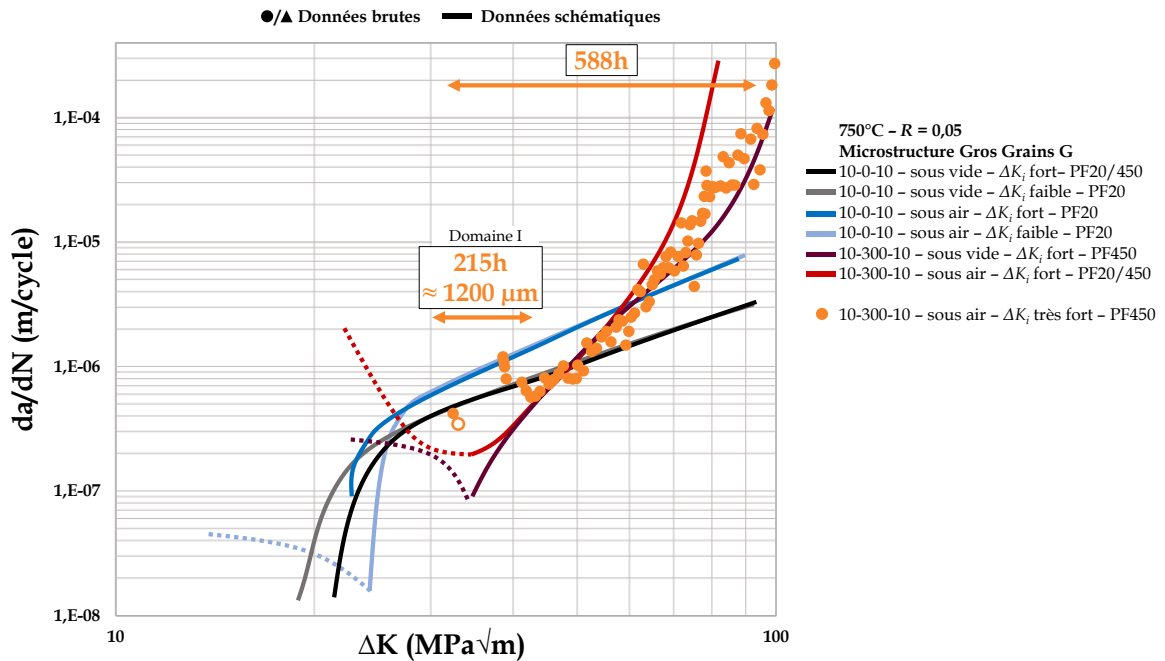


Figure III.B.9 - Graphe  $da/dN$  vs  $\Delta K$  : ajout de l'essai « 10-300-10 / sous air -  $\Delta K_i = 32 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  » sur microstructure « gros grains ».

En début d'essai, les vitesses mesurées sont du même ordre que l'essai démarré à  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Très vite, on observe à nouveau un phénomène d'arrêt de la fissure. Puisque ce n'est pas l'objectif recherché *via* cet essai, on décide d'effectuer manuellement un fort incrément de charge pour atteindre directement un niveau de  $\Delta K = 38,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

La propagation de fissure se fait alors dans un régime continu sans phase d'arrêt ni de non-propagation. En revanche, entre les valeurs de  $\Delta K$  de 38,5 et 42  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ , on remarque un phénomène de ralentissement sur une longueur fissurée correspondante de 1mm. Ce phénomène est similaire au **Domaine I** sous air discuté en amont sans les effets d'arrêt de la propagation et sur un intervalle de vitesses plus réduit. Le ralentissement permet alors à la



courbe des vitesses de rejoindre celles des essais « 10-300-10 /  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  / sous air/ vide », et ce malgré des temps d'exposition à 750°C et des niveaux de  $\Delta K_i$  différents.

D'après le faciès présenté en **Figures III.B.10a & b** et bien que moins marqué que pour l'essai démarré à  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , la phase de ralentissement se caractérise à nouveau par un chemin de propagation majoritairement intergranulaire. On remarque cependant une transition vers un chemin de propagation mixte en cours de **Domaine I** (pointillés sur la **Figure III.B.10b**). Le **Domaine II** est lui aussi essentiellement caractérisé par une propagation mixte avec, comme pour les essais à niveau de  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , une augmentation de la proportion de propagation intergranulaire à mesure que l'on approche de la rupture (**Figure III.B.10c**). A nouveau, le nombre de fissures secondaires et de facettes planes augmentent avec la valeur de  $\Delta K$ .

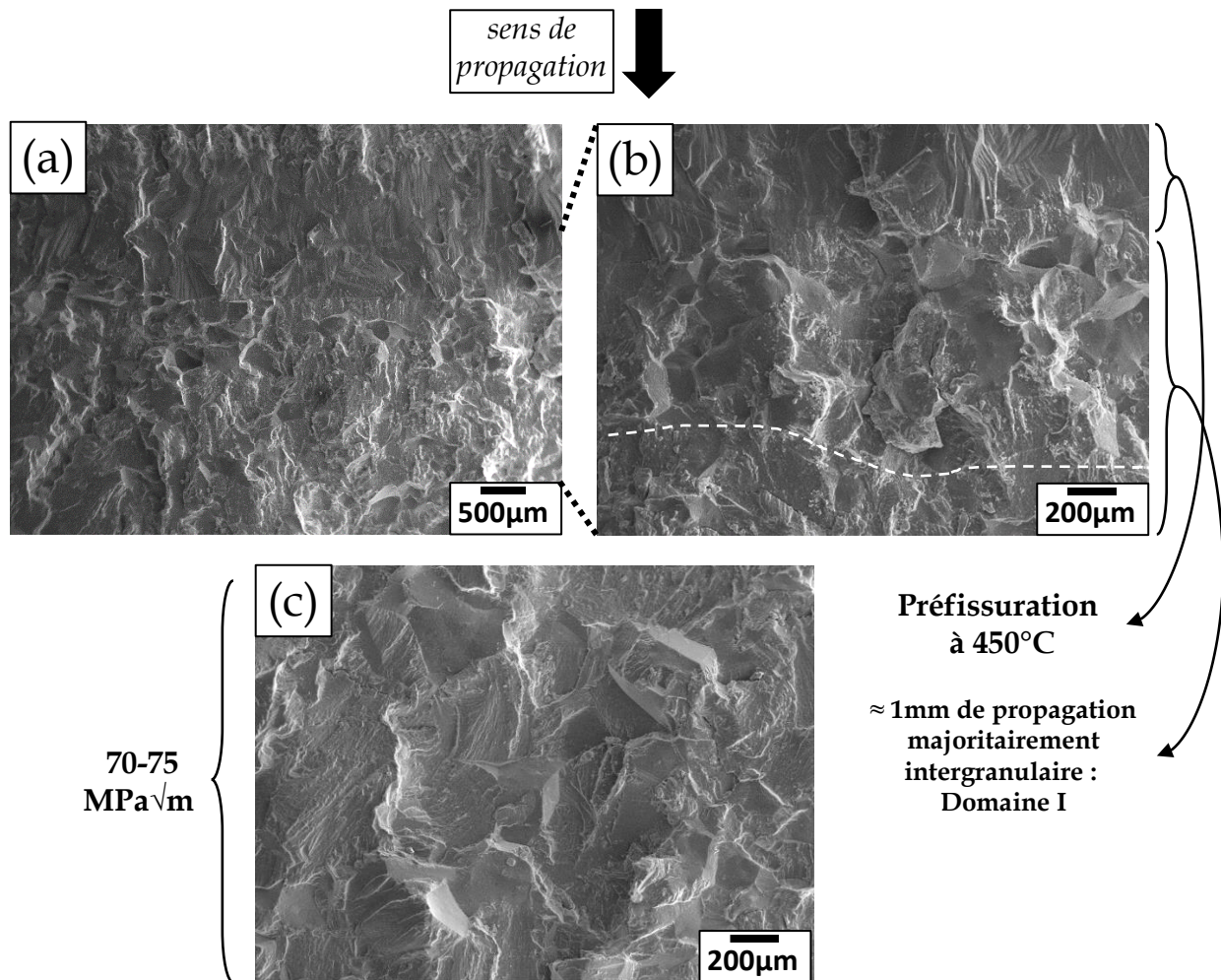


Figure III.B.10 – Analyse fractographique MEB-SE à différentes échelles des surfaces de rupture obtenues après essai « 10-300-10 – sous air –  $\Delta K_i = 32 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  » sur microstructure « gros grains » G.

Domaine I : (a) x20 ; (b) x50.

Domaine II : (c) x50.

### III.B.3.b. Essai « 10-300-10 / $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ / PF450 / Eprouvette prévieillie 200h à 750°C »

Le second essai complémentaire permet d'étudier l'effet d'un prévieillissement à 750°C sur le comportement en fissuration pendant les premiers stades de propagation. Pour ce faire, on expose pendant 200h à 750°C une éprouvette CT32. On réalise ensuite l'étape de préfissuration à 450°C. La courbe  $da/dN$  vs  $\Delta K$  résultante est présentée **Figure III.B.11**.

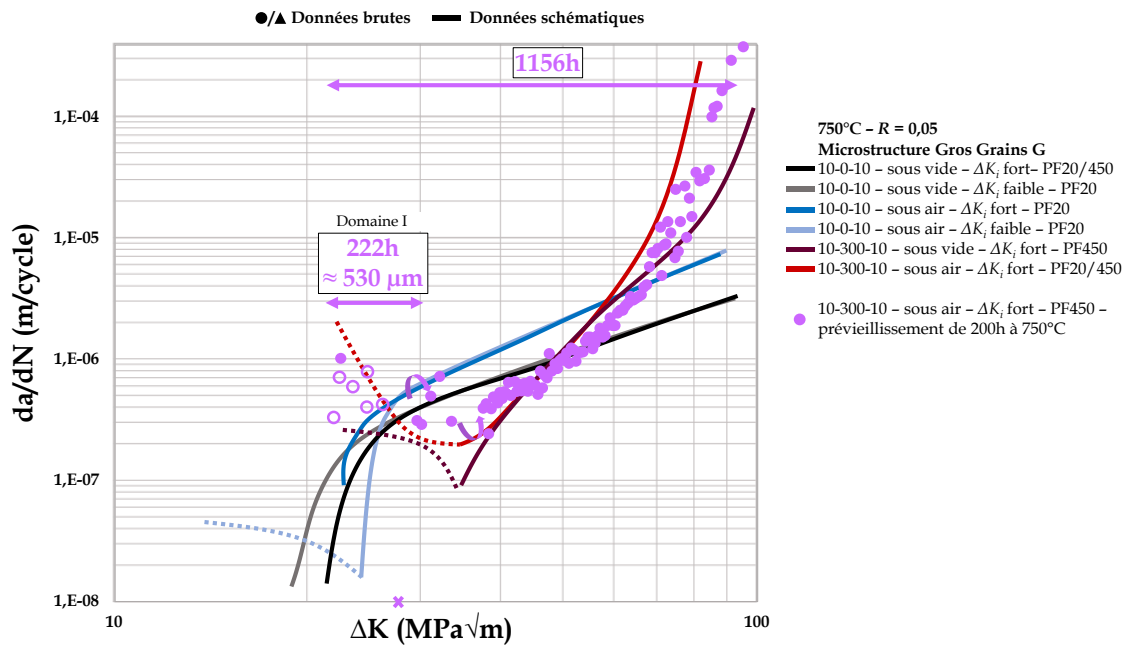


Figure III.B.11 – Graphe  $da/dN$  vs  $\Delta K$  : ajout de l'essai « 10-300-10 / sous air -  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  - Eprouvette prévieillie 200h à 750°C » sur microstructure « gros grains ».

Il apparaît de l'analyse des vitesses de propagation macroscopiques que le prévieillissement de 200h à 750°C n'a pas d'impact significatif sur la courbe  $da/dN$  vs  $\Delta K$ . On identifie ainsi un **Domaine I** caractérisé par des ralentissements de la propagation avec arrêts et un **Domaine II** pour lequel les courbes « 10-300-10 / sous air » se superposent. On relève néanmoins que les vitesses mesurées dans le **Domaine I** sont plus dispersées pour la condition « prévieillissement 200h ».

*N.B. : les vitesses mesurées entre les valeurs  $\Delta K = 30$  et  $34 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  sont déterminées par une mesure optique suite à des problèmes de mesure relatifs à la méthode DDP. On identifie en surface d'éprouvette que la pointe de fissure est constituée de plusieurs branchements. Ces différentes considérations peuvent expliquer la relative dispersion des données dans ce domaine.*



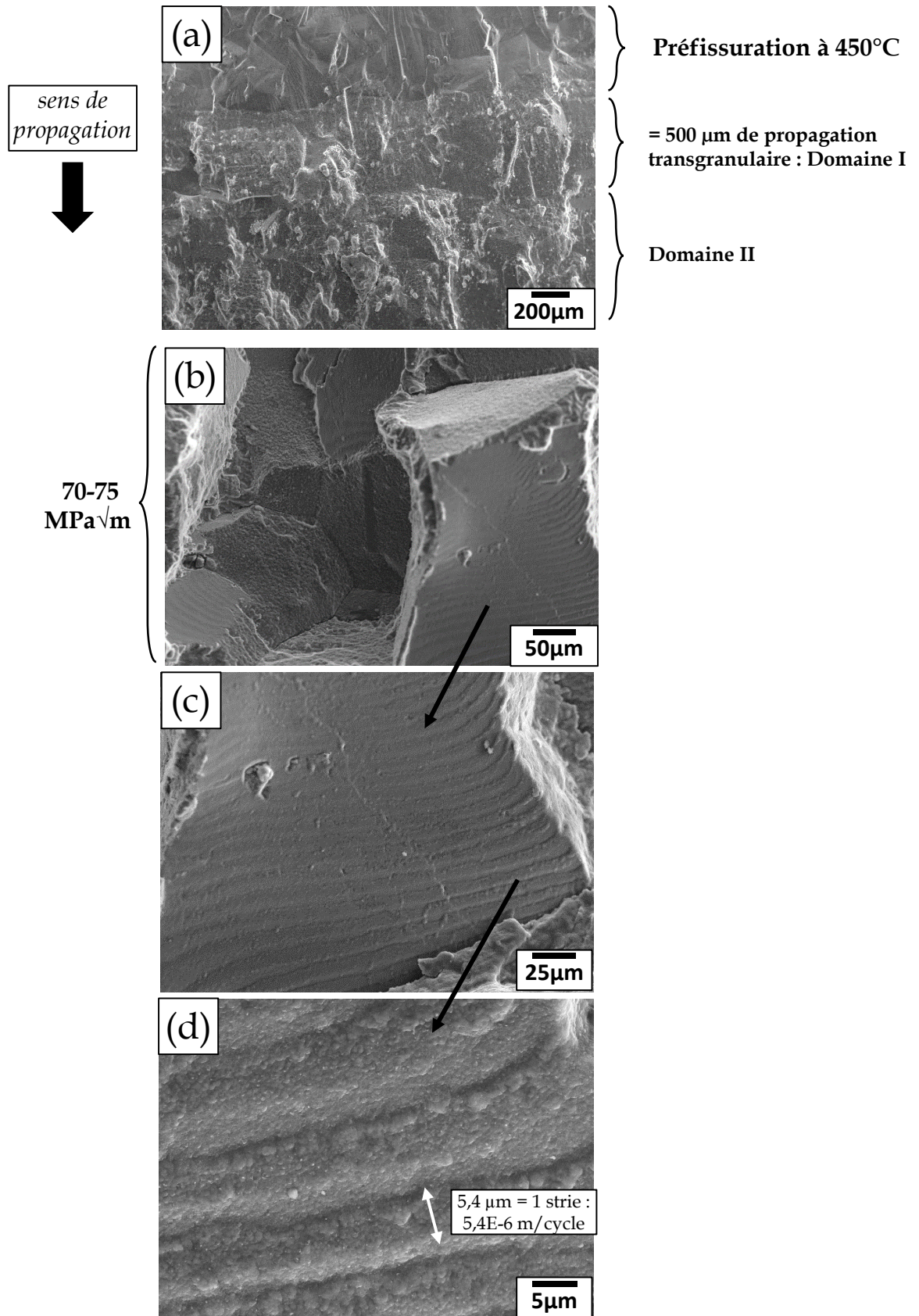


Figure III.B.12 – Analyse MEB-SE fractographique à différentes échelles des surfaces de rupture obtenues après « 10-300-10 / sous air /  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  / Éprouvette prévieillie 200h à 750°C » sur microstructure « gros grains » G.

(a) Transition Domaine I à II - x50.

Domaine II - Zone  $\Delta K = 70-75 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  (b) x250 ; (c) x500 ; (d) x2500.

Le temps d'essai entre les valeurs de  $\Delta K = 21$  à  $30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  est de 200h (soit 400h de vieillissement) et correspond à une longueur de propagation de  $450 \text{ }\mu\text{m}$ . Lorsqu'on analyse le faciès de rupture présenté en **Figure III.B.12a** correspondant à ce domaine, on constate cette fois que le **Domaine I** est caractérisé par une propagation **complètement transgranulaire** et non plus intergranulaire. Ainsi, bien que macroscopiquement les vitesses de propagation semblent être similaires avec ou sans 200h de prévieillissement, **les mécanismes de propagation en conditions « 10-300-10 / sous air » ne sont pas les mêmes.**

Le reste du faciès observé sur l'éprouvette prévieillie conduit aux mêmes observations que sur celle sans prévieillissement (**Figures II.B.8a & c**). Il est de plus possible d'identifier des surfaces de rupture présentant des stries de fatigue nettes et dont l'espacement correspondrait aux vitesses macroscopiques, bien que l'analyse doive être faite avec prudence puisque les surfaces ne sont pas dans le plan de l'image (**Figures III.B.12b, c & d**). Les contrastes entre stries consécutives suggèrent un chemin de propagation en « zig-zag ». Cela n'est pas sans rappeler le mécanisme de formation de stries de Neuman présenté en **Partie I.B.1.c [Neuman, 1969]**.

### III.B.3.c. Essai « 10-30-10 / $\Delta K_i = 23 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ / PF450 »

Puisque les essais en conditions « 10-300-10 » aboutissent à des vitesses de propagation qui peuvent être inférieures à celles obtenues en fatigue pure « 10-0-10 » une fois un domaine de ralentissement dépassé, on souhaite investiguer l'influence de la durée du temps de maintien sur ce phénomène.

L'effet d'un temps de maintien intermédiaire de 30 secondes (cycles de la forme « 10-30-10 ») est alors examiné sous air. La préfissuration est effectuée à  $450^\circ\text{C}$  et l'essai démarré avec une valeur de  $\Delta K_i$  d'environ  $23 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . La courbe de vitesses  $da/dN$  vs  $\Delta K$  est présentée **Figure III.B.13**.

Un **Domaine I** est identifié entre  $\Delta K = 23$  et  $25,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Il est caractérisé par un ralentissement continu de la propagation jusqu'à l'arrêt de l'avancée. La fissure a alors propagé sur  $450 \text{ }\mu\text{m}$  en 20h de sollicitation. Un seul incrément de charge permet d'entrer dans un **Domaine II** où les vitesses de propagation augmentent avec la valeur de  $\Delta K$  et sont supérieures à celles obtenues en fatigue-fluage « 10-300-10 ». Dans ce domaine, les vitesses

sont successivement inférieures, égales puis supérieures à celles obtenues en fatigue pure 10-0-10. Le temps de maintien, sous air, aurait donc une influence sur trois types de grandeurs :

- **Le niveau de  $\Delta K$  de transition** séparant les **Domaines I & II**. En l'occurrence, un temps de maintien plus faible abaisse ce niveau ;
- **Les vitesses de propagation dans le Domaine II**. Sous air, un temps de maintien de 30 secondes conduit à des vitesses de propagation plus élevées qu'avec un temps de maintien de 300 secondes et au moins égales à celles mesurées sans temps de maintien ;
- **La pente du Domaine II en échelle bi-logarithmique** : Plus le temps de maintien est élevé, plus la pente est abrupte. Cette pente correspond à l'exposant  $m$  de la loi de Paris.

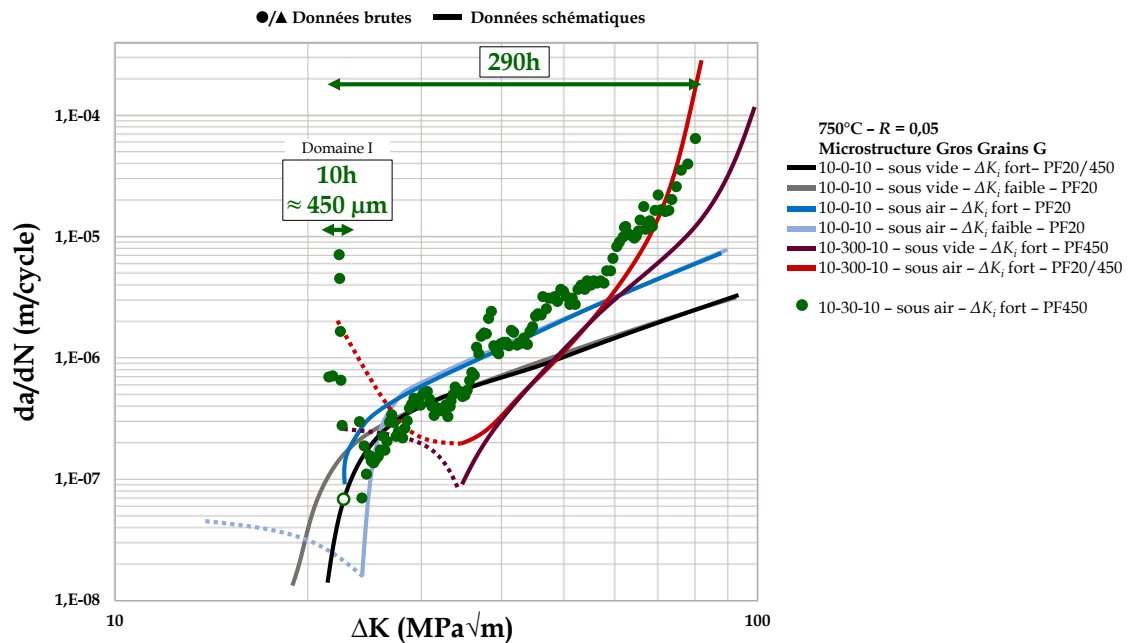


Figure III.B.13 – Graphe  $da/dN$  vs  $\Delta K$  : ajout de l'essai « 10-30-10 / sous air –  $\Delta K_i = 23 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  » sur microstructure « gros grains ».

D'autres essais complémentaires seraient nécessaires pour identifier s'il existe un temps de maintien critique à partir duquel ces trois grandeurs en deviennent indépendantes. L'éventualité que ce temps de maintien critique se trouve entre 30 et 300 secondes est donc possible mais non vérifiée dans nos travaux.

Comme illustré **Figure III.B.14**, les faciès de rupture dans les **Domaines I et II** sont identiques : la propagation est mixte trans- et inter- granulaire avec une majorité de propagation transgranulaire. **Le Domaine I n'est donc pas caractérisé par une propagation complètement intergranulaire** comme cela peut être le cas pour des essais « 10-300-10 ».

Enfin, on identifie à nouveau des surfaces présentant des stries de fatigue (**Figure III.B.14c**). Certaines de ces stries sont orientées perpendiculairement à la direction de propagation mais corrélient malgré tout de manière satisfaisante avec la courbe  $da/dN$  vs  $\Delta K$ .

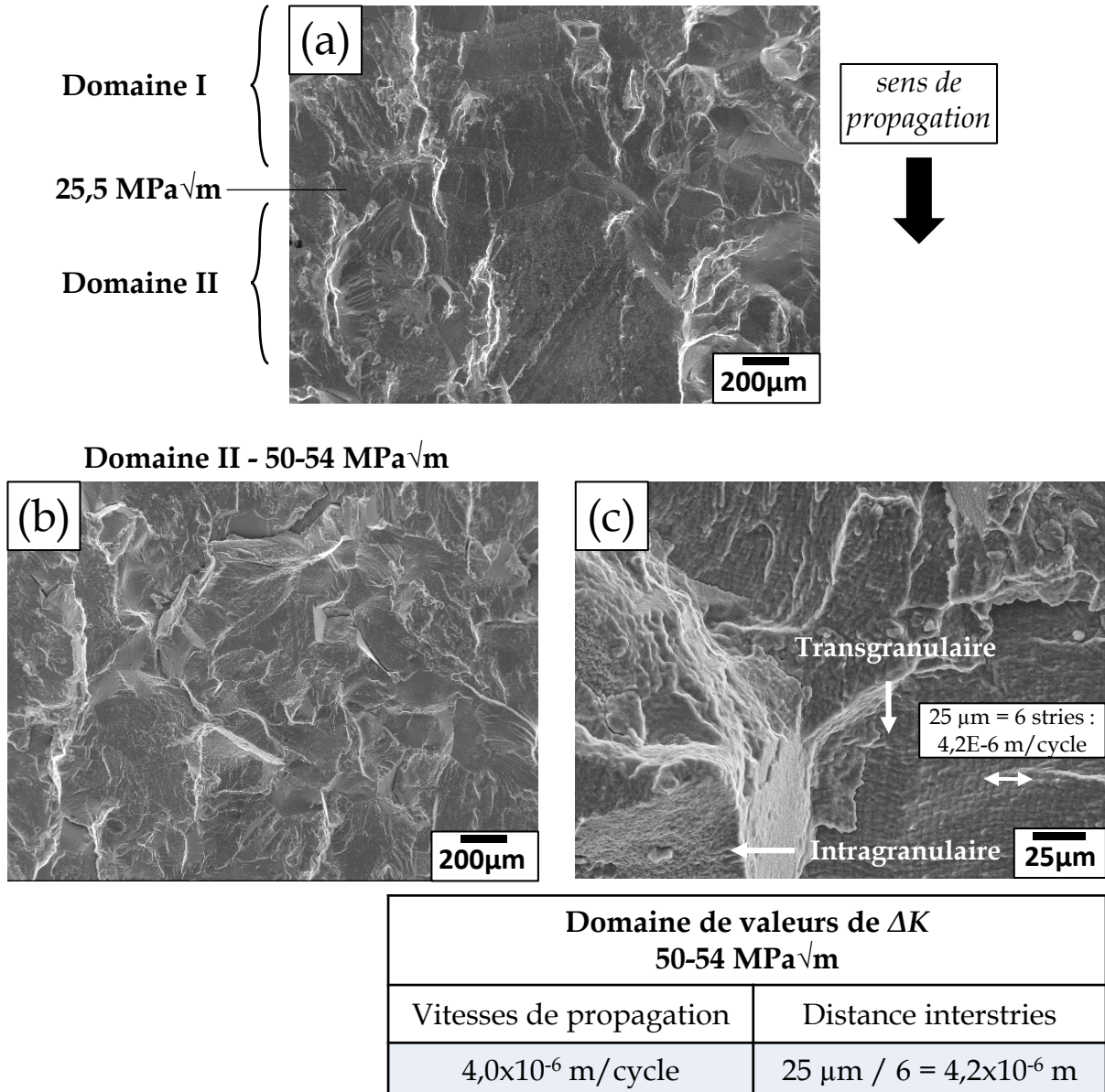


Figure III.B.14 - Analyse MEB-SE fractographique à différentes échelles des surfaces de rupture obtenues après « 10-30-10 / sous air /  $\Delta K_i = 23 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  » sur microstructure « gros grains » G.

(a) Transition Domaine I à II -  $\times 50$ .  
Domaine II - Zone  $\Delta K = 50-54 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  (b)  $\times 50$  ; (c)  $\times 500$ .

Ainsi, à plusieurs occasions dans cette **Partie B** il est question de mécanismes de propagation à l'échelle microscopique qui diffèrent d'une zone à l'autre (d'un grain à l'autre ?) et dont l'analyse des vitesses macroscopiques de propagation a du mal à rendre compte : ce constat tend à montrer que les vitesses macroscopiques sont *a priori* contrôlées par le phénomène limitant de propagation à l'échelle microscopique.



### III.C. Propagation de fissure dans l'AD730<sup>TM</sup> « grains fins »

Dans la **Partie B**, on identifie que la structure granulaire peut jouer un rôle dans le phénomène de ralentissement de la propagation de fissure et l'émergence d'une propagation en « **Domaine I** ». En effet, ce domaine se caractérise parfois par une propagation purement intergranulaire selon les conditions de sollicitation.

Dans cette nouvelle partie, le processus de propagation dans le cas d'une microstructure « grains fins » est étudié grâce à des essais « de compréhension » supplémentaires. Ils doivent nous éclairer sur l'influence de la taille de grain/ de la densité de joints de grains sur les courbes de vitesses de propagation étudiées en **Partie B**. Il faut néanmoins garder à l'esprit que le changement de structure granulaire introduit d'autres modifications microstructurales. La **Partie II.C.2** récapitule les caractéristiques de la précipitation  $\gamma'$  qui diffèrent entre les microstructures « gros grains » et « grains fins ». On rappelle notamment que la microstructure « grains fins » possède une population de précipités  $\gamma'$  primaires grossiers intergranulaires. Ainsi, il n'est pas possible de réaliser une analyse de l'effet de la taille de grain *stricto sensu*.

En outre, on rappelle que le phénomène de ralentissement avait été observé par Loyer-Danflou *et al.* dans leurs travaux sur des versions « grains fins » de superalliages base Nickel (taille de grains moyenne de 25  $\mu\text{m}$  et 75  $\mu\text{m}$ ) [Loyer-Danflou *et al.*, 1993].

#### III.C.1. Conditions d'essais et préfissuration

Seul l'environnement sous air de laboratoire a été étudié pour la microstructure « grains fins ». Les éprouvettes sont toutes préfissurées à température ambiante PF20. Les fronts de préfissuration obtenus sur cette microstructure conduisent à un effet de *tunneling* bien plus accentué que sur la microstructure « gros grains » G (N.B. : *tunneling* = propagation à cœur d'éprouvette plus forte qu'en surfaces donnant lieu à une forme ellipsoïdale du front de fissuration). La correction *a posteriori* de la longueur de préfissure impacte les valeurs réelles de  $\Delta K_i$  appliquées. Ceci explique pourquoi il y a une différence de niveaux de  $\Delta K_i$  entre les deux types de microstructures granulaires. De plus, on constate *post-mortem* que la morphologie des fronts de fissuration sur « grains fins » se conservent globalement pendant la propagation et jusqu'à rupture à l'exception d'une éprouvette dont le cas est abordé plus tard.

L'ensemble des courbes  $da/dN$  vs  $\Delta K$  des essais sur microstructure « grains fins » est rassemblé sur la **Figure II.C.1**.

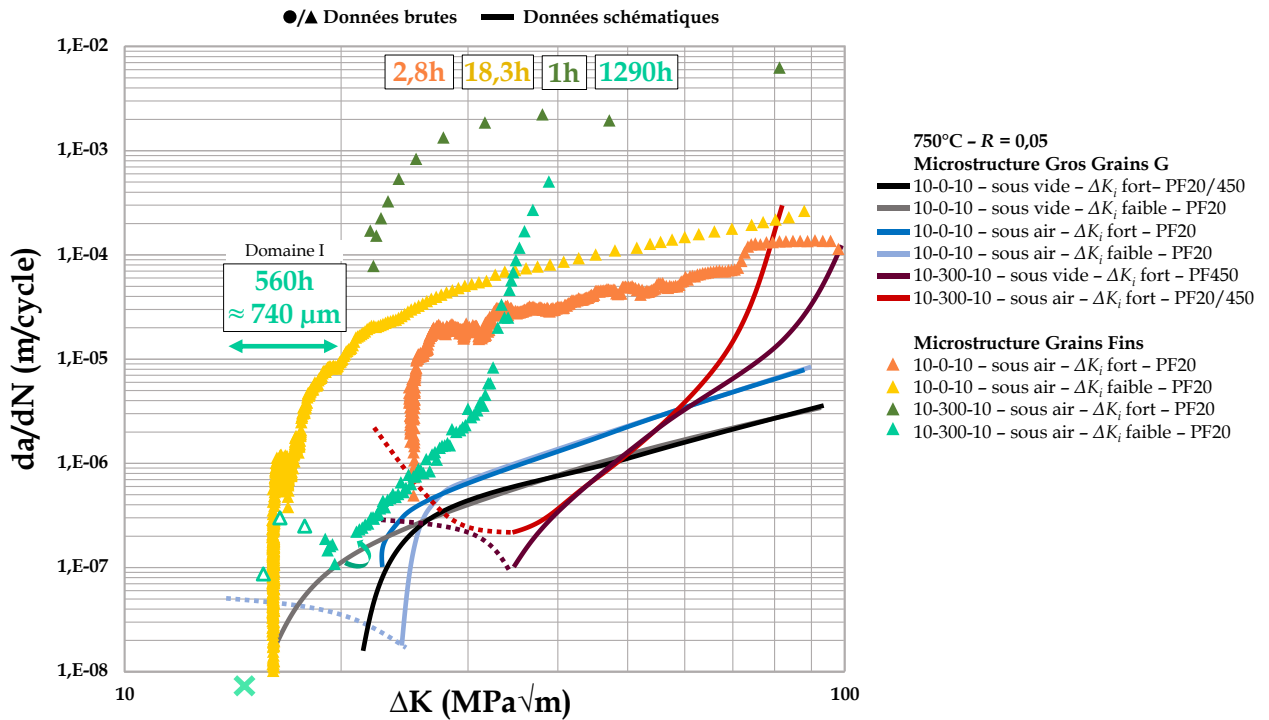


Figure III.C.1 - Graphe  $da/dN$  vs  $\Delta K$  : ajout des essais « 10-0-10 ET 10-300-10 / sous air /  $\Delta K_i$  = fort ET faible » sur microstructure « grain fins ».

### III.C.2. Essais « 10-0-10 »

En analysant les courbes de vitesses  $da/dN$  vs  $\Delta K$  obtenues après essais en conditions « 10-0-10 - sous air -  $\Delta K_i = 16$  ou  $24$  MPa√m », on observe que la propagation de fissure est continue dans les deux cas, sans effet de ralentissement. Pour des conditions d'essais identiques, les vitesses de propagation sur « gros grains » sont 50 à 100 fois plus faibles que pour la microstructure « grains fins ». **Une structure granulaire plus grossière favorise donc la résistance à la propagation de fissure.** Grâce aux clichés fractographiques de la Figure III.C.2, on montre que, quels que soient les niveaux de  $\Delta K_i$  ou la zone analysée, la propagation de fissure suit **un chemin purement intergranulaire**.

Il est difficile d'expliquer la différence observée entre les deux courbes  $da/dN$  vs  $\Delta K$ . Deux explications peuvent être proposées :

- Une influence de la zone de prélèvement de la CT32 dans le disque brut de forge, introduisant un léger effet de texture/microstructure entre les éprouvettes. Aucune vérification microstructurale n'a été réalisée en ce sens. Cependant, l'évolution du front de fissuration de l'éprouvette testée « 10-0-10 /  $\Delta K_i$  faible » montre que le front de fissuration

semble se propager en biais (**Figure III.C.3**), ce qui peut être responsable de la différence de vitesses de propagation macroscopiques selon le niveau de  $\Delta K_i$  appliqué et être un marqueur de texture ;

- Un effet du temps d'exposition à 750°C (environ 17h) pendant la propagation sur l'intervalle de valeurs de  $\Delta K = 16$  à  $24 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  de l'éprouvette testée à  $\Delta K_i$  faible.

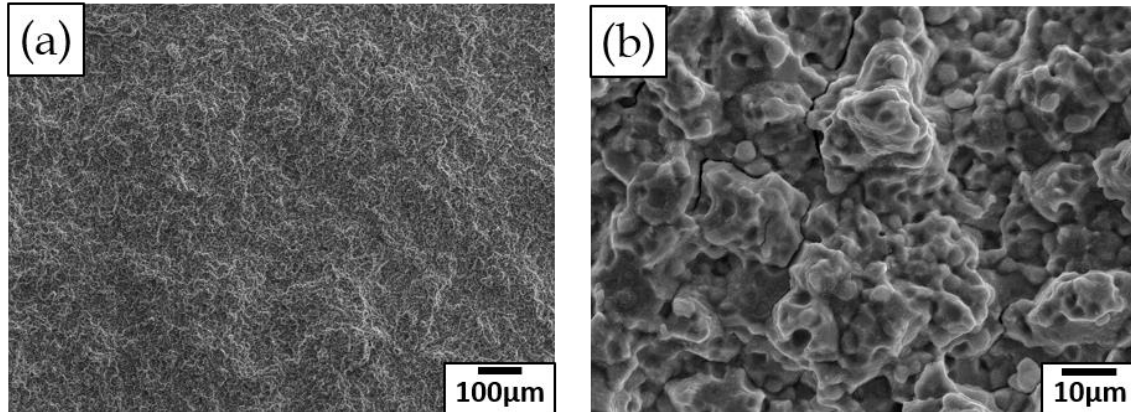


Figure III.C.2 - Analyse MEB-SE fractographique à différentes échelles des surfaces de rupture obtenues après essais « 10-0-10 / sous air /  $\Delta K_i$  = fort ET faible » sur microstructure « grains fins ».  
(a)  $\times 100$  ; (b)  $\times 1500$ .

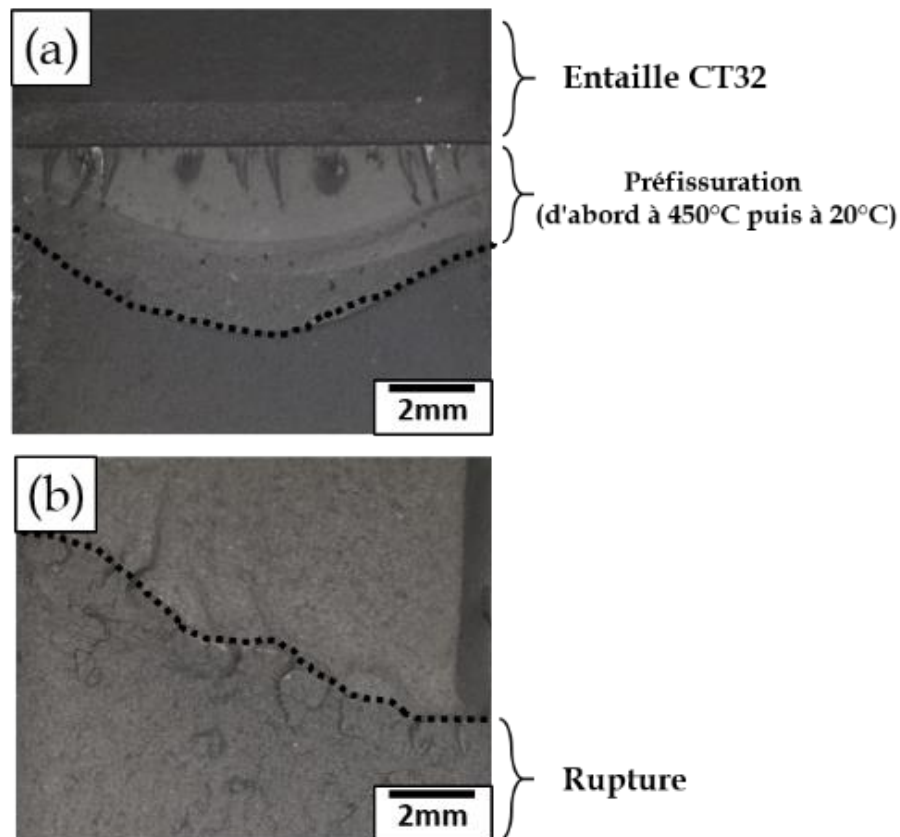


Figure III.C.3 - Morphologie du front de fissure de l'éprouvette « grains fins » testée « 10-0-10 / sous air /  $\Delta K_i = 16 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  »  
(a) en zone après préfissuration et (b) en zone après rupture.  
La propagation se fait de haut en bas.



### III.C.3. Essai « 10-300-10 / $\Delta K_i = 22 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ »

Les vitesses de propagation obtenues pendant l'essai « 10-300-10 / sous air /  $\Delta K_i = 22 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  » sont reportées **Figure III.C.1**.

Les vitesses de propagation sont si élevées que l'essai ne dure que 1 heure et 5 min soit 12 cycles. Chaque point de la courbe correspond donc à la vitesse de propagation mesurée pour chaque cycle. Dans ces conditions, l'introduction d'un temps de maintien diminue considérablement la résistance à la propagation de fissure dans la microstructure « grains fins ». De plus, la propagation est continue et sans ralentissement/arrêt, au contraire de ce qui est obtenu sur la microstructure « gros grains ».

Aucune différence de chemin de propagation n'est observée lors de l'analyse fractographique en comparaison avec les essais « 10-0-10 » : **les faciès sont intergranulaires** sur tout le ligament fissuré (cf **Figure III.C.2**).

### III.C.4. Essai « 10-300-10 / $\Delta K_i = 14 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ »

Enfin, la courbe  $da/dN$  vs  $\Delta K$  correspondant à l'essai « 10-300-10 /  $\Delta K_i$  faible » sur « grains fins » est présentée **Figure III.C.1**.

On peut dans ce cas définir trois domaines :

- **Domaine I** : comme pour les essais sur la version « gros grains » G, ce domaine allant de  $\Delta K = 14$  à  $20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  se caractérise par des arrêts/non-propagations de la fissure avec un ralentissement global de la propagation. Il correspond à une longueur de ligament fissuré de  $750 \mu\text{m}$  et un temps d'essai de 566h.

Dans ce domaine, on peut définir un sous-domaine présentant strictement de la propagation avec arrêt et une non-propagation. Ce domaine s'étend de  $\Delta K = 16$  à  $18 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , correspond à une longueur fissurée de  $250 \mu\text{m}$  et un temps d'essai de 266h. L'incrément réalisé à  $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  a été appliqué par un souci de gain de temps étant données les vitesses de propagation mesurées.

- **Domaines IIa & b** : Le **Domaine IIa** s'étend de  $\Delta K = 20$  à  $31,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . La fissure se propage de manière continue et sa vitesse augmente avec les valeurs de  $\Delta K$ . On constate une rupture de pente pour la valeur  $\Delta K = 31,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , marquant la transition entre les **Domaines IIa & b**.

Ainsi, il est possible de mettre en évidence un **Domaine I** sur la version « grains fins » de l'AD730™. Cependant, il faut utiliser un niveau de  $\Delta K_i$  plus bas que pour les essais sur « gros grains ». **La taille de grains a donc une influence sur l'intervalle de  $\Delta K_i$  qui permet l'apparition d'un Domaine I.**

Avec un faible niveau de  $\Delta K_i$ , les vitesses de propagation en 10-300-10 sur « grains fins » sont alors considérablement plus proches de celles sur « gros grains ». Le changement de niveau de  $\Delta K_i$  permet en effet d'abaisser de plus de deux décades les vitesses de propagation sur les **Domaines II**. Une conséquence supplémentaire est que **les vitesses de propagation cyclique en 10-300-10 sont inférieures à celles obtenues en 10-0-10**. C'est un résultat déjà relevé sur les essais « gros grains » lorsque le phénomène de ralentissement est activé.

En termes de faciès de rupture, aucune différence n'est observée à nouveau comparé aux autres éprouvettes rompues « grains fins » et **la propagation est purement intergranulaire**. Cependant, les très longs temps d'exposition à 750°C de la surface de rupture altèrent l'analyse fractographique du fait de la croissance d'oxydes pendant les 1290h d'essai. L'unique différence que l'on pourrait relever est illustrée en **Figure III.C.4**. On peut identifier une zone large de 250µm juste après la surface de préfissuration qui pourrait correspondre au **sous-Domaine I** décrit plus haut. Il est cependant difficile d'affirmer qu'il y a un véritable chemin de propagation différent ou simplement un effet de croissance des couches d'oxydes dans ce domaine qui est marqué par des arrêts de la propagation.

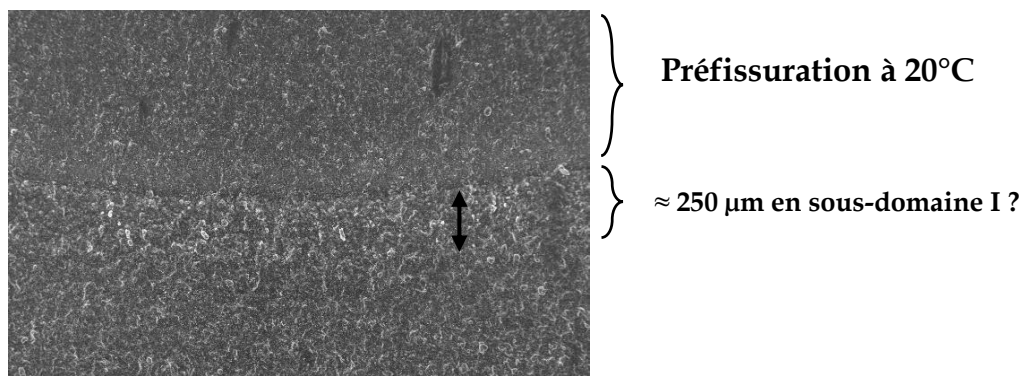


Figure III.C.4 - Analyse MEB-SE fractographique de la surface de rupture obtenue après essai « 10-300-10 / sous air /  $\Delta K_i = 16 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  » sur microstructure « grains fins ».

### III.D. Distinction entre propagation « cyclique » et « par fluage »

Dans la littérature plusieurs études proposent de diviser la propagation globale pendant un cycle en distinguant la propagation dite « cyclique » à la remise en charge de celle dite « de fluage » pendant le temps de maintien [Carbou, 2000][Fessler *et al.*, 2016].

Pour que cela soit possible, il faut que deux conditions soient remplies au minimum :

- que la propagation « par fluage » pendant le temps de maintien soit activée ;
- que le bruit de mesure de la méthode DDP soit suffisamment faible pour distinguer ces différentes contributions.

Dans notre cas, le bruit de mesure de DDP correspond à une longueur d'avancée de fissure de 100  $\mu\text{m}$  dans le pire des cas (*cf* **Figure III.A.2**) et 20  $\mu\text{m}$  dans le meilleur des cas. La méthode de mesure ayant été consolidée au cours de l'étude, le bruit moyen correspond à une longueur d'avancée de 50-60  $\mu\text{m}$ .

Il est possible de faire la distinction des contributions de fatigue/fluage sur la plupart des essais « 10-300-10 » réalisés dans notre étude. Cependant, comme le montrent les **Figure III.D.1a & b**, ceci n'est possible que sur les tout derniers cycles de ces essais.

Pour les cycles précédents, à des valeurs de  $\Delta K$  plus faibles donc, une des deux conditions évoquées plus haut n'est pas remplie.

Seul l'essai de fatigue-fluage sur « grains fins » avec un niveau de  $\Delta K_i$  fort permet d'effectuer la distinction sur l'essai tout entier puisque les vitesses de propagation sont très élevées (**Figure III.D.1c**). D'après la **Figure III.D.1d**, on présente pour cet essai le pourcentage de ligament fissuré par fluage ou fatigue en fonction du niveau de  $\Delta K$  moyen pour chaque cycle.

Les conclusions principales qui ressortent de l'analyse des **Figures III.D.1** sont que :

- Lorsque l'on peut mesurer des vitesses de propagation par « fluage », on constate que la part de propagation « par fluage » augmente avec la valeur de  $\Delta K$  et est généralement supérieure ou égale à la propagation « cyclique ». La seule exception à cette observation vaut pour l'essai réalisé sous vide (**Figure III.D.1a**), ce qui suggère que les mécanismes de propagation « par fluage » sont plus efficaces sous environnement oxydant ;
- **Les vitesses de propagation « cycliques » sont considérablement plus élevées que les vitesses de propagation obtenues pour des essais « 10-0-10 ».** Le seul essai ne vérifiant pas cela est l'essai « grains fins -  $\Delta K_i$  faible » du fait de l'apparition d'un **Domaine I** dans ces conditions (**Figure III.D.1b**). Concernant les données **Figure III.D.1a** obtenues sur la

microstructure « gros grains », on rappelle que les vitesses de propagation en « 10-0-10 » ne dépassent pas  $1 \times 10^{-5}$  m/cycle. Ainsi, l'introduction du temps de maintien a un effet sur la propagation « cyclique » à la remise en charge, ce qui traduit au moins une **interaction unilatérale « en série »** (puisque ces deux phases sont à la suite l'une de l'autre).

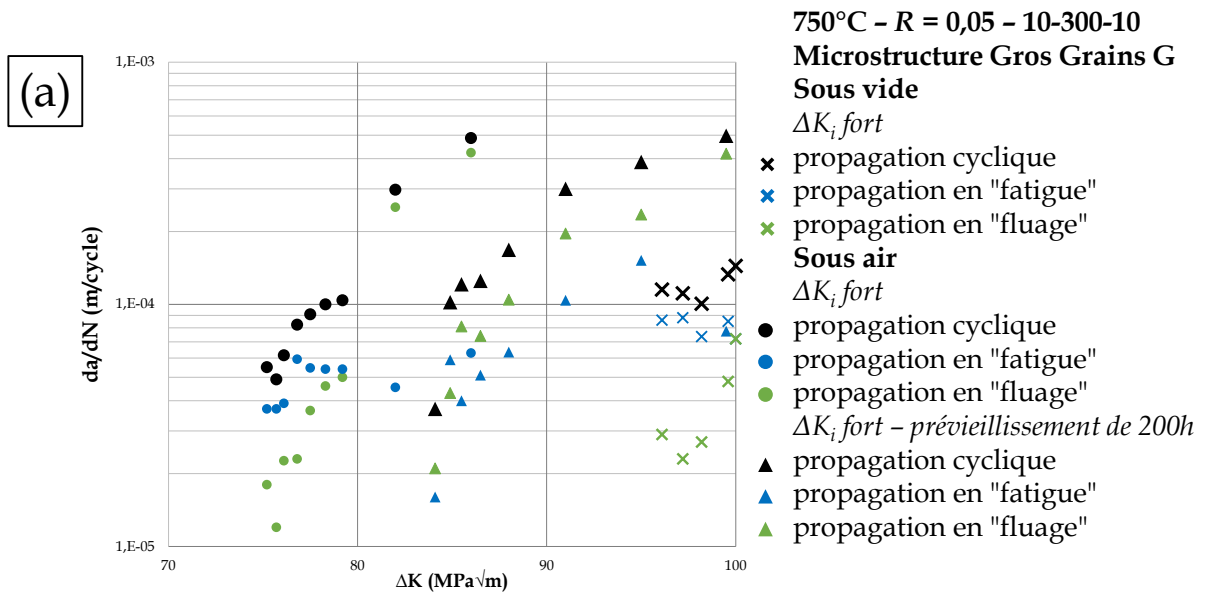
Notre étude ne nous permet pas de vérifier si cette interaction est réciproque *i.e.* si la propagation « cyclique » a une influence sur la propagation « par fluage ».

- L'activation de la propagation « par fluage » dans le cas de l'essai « grains fins /  $\Delta K_i$  faible » (**Figure III.D.1b**) expliquerait la rupture de pente mise en évidence **Figure III.C.1** pour  $\Delta K = 31,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

Si l'on ajoute à cela le fait que la propagation « par fluage » est active dès le début de l'essai « grains fins -  $\Delta K_i$  fort » (**Figures III.D.1c & d**), on confirme le lien entre des vitesses de propagation élevées et la propagation pendant les temps de maintien.

- La valeur de  $\Delta K = 30\text{-}32 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  apparaît de manière récurrente dans nos analyses. Elle marque la transition entre **Domaines I & II** pour la microstructure « gros grains » et la rupture de pente évoquée plus haut sur « grains fins ». Elle correspond aussi à la valeur pour laquelle les contributions de propagation « par fluage » et « fatigue » sont équivalentes pour l'essai « grains fins -  $\Delta K_i$  fort » (**Figures III.D.1d**).

Notons enfin qu'aucune distinction des différentes contributions n'est faisable pour l'essai « 10-30-10 ».



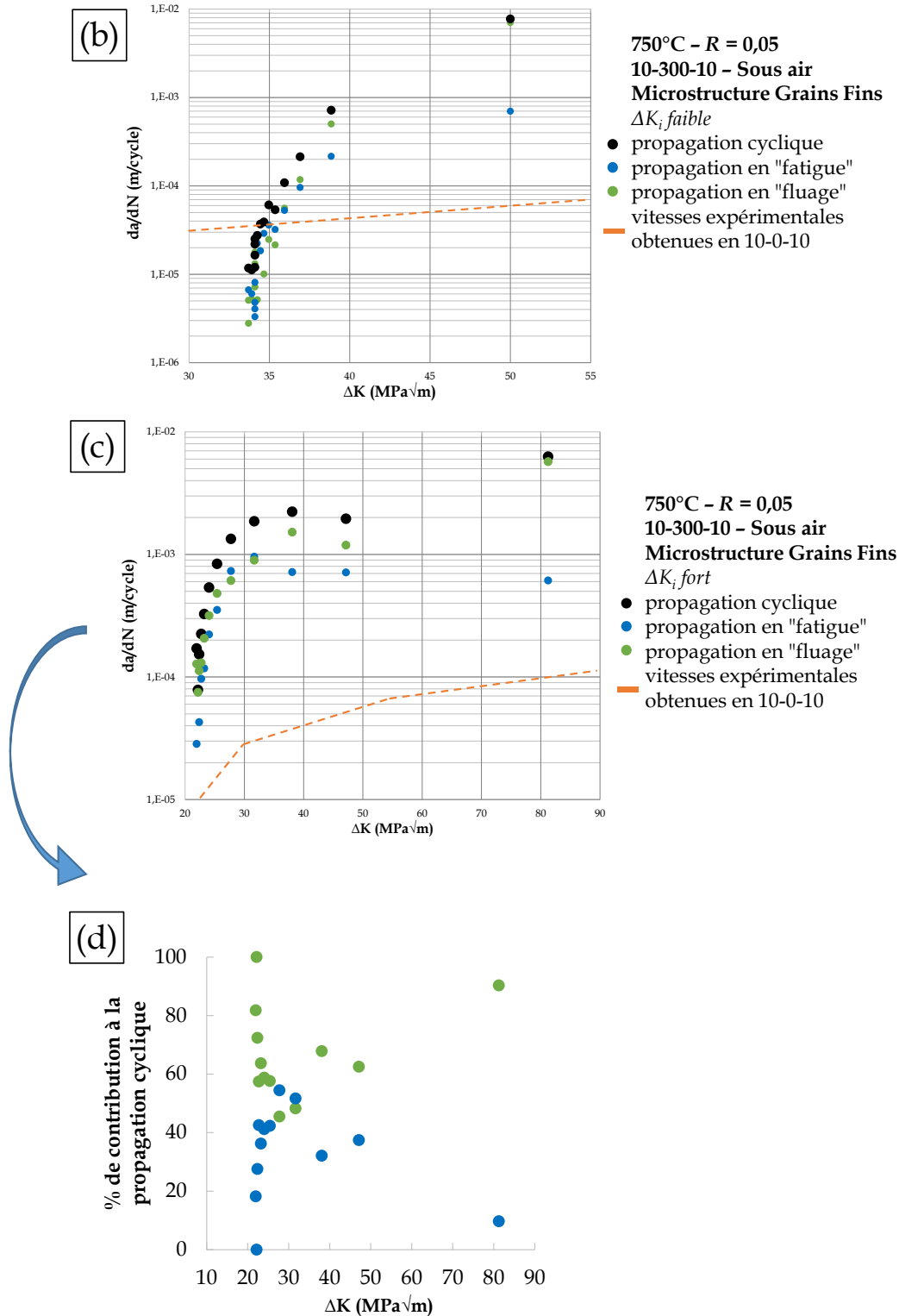


Figure III.D.1 - Distinction des vitesses de propagation « par fatigue » et « par fluage » sur une plage restreinte de valeurs de  $\Delta K$  avant rupture pour

- (a) des essais « 10-300-10 » sur microstructure « gros grains » ;  
(b) l'essai « 10-300-10 / sous air /  $\Delta K_i = 14 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  » sur microstructure « grains fins ».

Distinction des vitesses de propagation « par fatigue » et « par fluage » pour l'essai « 10-300-10 / sous air -  $\Delta K_i = 22 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  » sur microstructure « grains fins » :

- (c) Graphe  $da/dN$  vs  $\Delta K$  ; (d) Pourcentage de propagation « par fatigue » ou « par fluage ».

### Bilan du Chapitre III

Un grand nombre de comportements différents de propagation de fissure à 750°C dans l'AD730<sup>TM</sup> a été mis en évidence, tant à l'échelle macroscopique (courbes  $da/dN$  vs  $\Delta K$ ) que microscopique (faciès de rupture).

Les objectifs initiaux de la campagne d'essais sont remplis, à savoir :

- déclencher un phénomène de ralentissement de la propagation de fissure en fatigue-fluage 10-300-10 que nous avons associé à un **Domaine I** et ce, à la fois dans des microstructures « gros grains » et « grains fins » ;
- obtenir des résultats non classiques de vitesses de propagation, comme par exemple des vitesses sous air moins élevées en fatigue-fluage qu'en fatigue pure ou une non-dépendance au temps d'exposition à 750°C en régime II de propagation sous air.

Notre étude nous permet aussi de mettre en lumière d'éventuels effets d'interactions : on montre que les vitesses de propagation à la remise en charge pendant un essai de fatigue-fluage sont plus élevées que les vitesses mesurées en fatigue pure pour un même niveau de sollicitation. Ceci révélerait une **interaction unilatérale « en série » du fluage sur la propagation « par fatigue »**.

Si sous air, le phénomène de ralentissement semble être caractérisé par une propagation **intergranulaire** sur une microstructure « gros grains », ce n'est plus le cas si la microstructure est vieillie 200h à 750°C au préalable.

Ainsi, différents mécanismes de propagation peuvent conduire au même phénomène constaté macroscopiquement. L'une des problématiques qui émerge alors est de savoir quel rôle la microstructure  $\gamma'$  elle-même joue dans le contrôle des mécanismes de propagation de fissure :

- la microstructure  $\gamma'$  évolue-t-elle suffisamment pendant les essais pour qu'elle influence les vitesses de propagation ou qu'elle soit responsable d'un **Domaine I** ?
- à quel point les périodes d'arrêts et de non propagation de fissure affectent elles les cinétiques de vieillissement de la précipitation  $\gamma'$  en pointe de fissure ?
- quelles différences y-a-t-il entre la microstructure à cœur de grains et autour des joints de grains qui pourraient affecter la propagation de fissure ?

Inspiré des résultats du **Chapitre III** et de l'étude bibliographique du **Chapitre I**, le **Chapitre IV** qui suit s'efforce d'investiguer ces différents questionnements.

**CHAPITRE IV**  
*Vieillissement de la  
microstructure de  
précipitation  $\gamma'$  de l'AD730<sup>TM</sup>  
à 750°C*



*"La précipitation était aussi souvent dangereuse que l'immobilisme"*  
*"Si la route est facile,*  
*c'est sûrement que tu n'as pas emprunté la bonne"*  
Terry Goodking, « L'Âme du feu »

## Table des Matières du Chapitre IV

# **Chapitre IV : Vieillissement de la microstructure de précipitation $\gamma'$ de l'AD730™ à 750°C**

## **IV.A. Vieillissement statique de la précipitation $\gamma'$ fine.....148**

### **IV.A.1. Mise en évidence du vieillissement $\gamma'$ par imagerie FEG et distributions en taille de particules.....148**

IV.A.1.a. Mise en œuvre du vieillissement statique sur la microstructure F.....	148
IV.A.1.b. Caractérisation <i>via</i> microscopie MEB-FEG.....	148
IV.A.1.c. Caractérisation <i>via</i> Distribution en Taille de Particules (DTP).....	150
IV.A.1.d. Comparaison entre DTP expérimentales et DTP asymptotiques prédites par les théories LSW et LSEM.....	152

### **IV.A.2. Grandeurs Caractéristiques des populations de précipités $\gamma'$ et lois cinétiques apparentes.....154**

IV.A.2.a. Evolution de taille moyenne et de densité surfacique des précipités $\gamma'$ .....	154
IV.A.2.b. Identification de lois cinétiques empiriques.....	155
IV.A.2.c. Contribution du mûrissement et de la coalescence : analyse à partir de $R$ et $DS$ .....	156
IV.A.2.d. Etude de la fraction surfacique totale de précipités $\gamma'$ fins : activation d'un troisième processus d'évolutions microstructurales ?.....	158
IV.A.2.e. Evolution de la distance moyenne interparticulaire.....	159

### **IV.A.3. Comparaison entre zones intra- et inter- granulaires.....160**

### **IV.A.4. Schémas et tableau récapitulatifs.....163**

<b><u>IV.B. Vieillissement des précipités <math>\gamma'</math> fins en fatigue à 750°C....</u></b>	<b><u>164</u></b>
<b><u>IV.B.1. Démarche expérimentale et matrice d'essais.....</u></b>	<b><u>164</u></b>
<b><u>IV.B.2. Identifications de lois cinétiques empiriques pour la condition</u></b>	
<b><u>« <math>R\epsilon = -1 / 10-0-10 / \epsilon_{\max} = 0.2\%</math> ».....</u></b>	<b><u>166</u></b>
IV.B.2.a. Impact sur le vieillissement $\gamma'$ en zone intragranulaire.....	166
IV.B.2.b. Cas de la zone intergranulaire.....	168
IV.B.2.c. Bilan intermédiaire.....	169
<b><u>IV.B.3. Identifications des paramètres mécaniques contrôlant le</u></b>	
<b><u>vieillissement en conditions de fatigue isochrones à 750°C.....</u></b>	<b><u>170</u></b>
IV.B.3.a. Effet de la déformation totale maximale.....	172
IV.B.3.b. Rapport de déformation variable : effet de la compression et/ou de la vitesse de déformation ?.....	172
IV.B.3.c. Introduction d'un temps de maintien à déformation maximale : compétition entre coalescence et précipitation par germination-croissance.....	174
IV.B.3.d. Cas de la zone intergranulaire.....	177
<b><u>Bilan du Chapitre IV.....</u></b>	<b><u>178</u></b>

## Chapitre IV : Vieillissement des précipités $\gamma'$ de l'AD730<sup>TM</sup> à 750°C

La possible influence de l'évolution de la microstructure sur les vitesses de propagation pendant essais a été abordée dans le **Chapitre I**. Afin de déterminer dans quelles mesures le vieillissement de la microstructure de l'AD730<sup>TM</sup> est responsable ou non de certains des phénomènes observés dans le **Chapitre III**, il doit d'abord être étudié de manière isolée, hors du cadre de la fissuration.

Le présent **Chapitre IV** rassemble les analyses des évolutions à 750°C de la précipitation  $\gamma'$  de l'AD730<sup>TM</sup> sous plusieurs conditions:

- Conditions **statiques** *i.e.* sans sollicitation mécanique ; cet état fait office de base comparative lorsqu'un chargement mécanique sera introduit. L'objectif est d'identifier les mécanismes de vieillissement qui se mettent en place à 750°C, leur cinétique et l'impact sur la structure de précipitation  $\gamma'$  ;
- Conditions de **fatigue** en déformation imposée sur éprouvettes lisses. Il est alors question d'investiguer l'influence d'une sollicitation mécanique sur les cinétiques de vieillissement indépendamment de la présence d'une fissure et d'identifier les paramètres mécaniques qui les contrôlent.

La microstructure d'étude pour ce chapitre est la microstructure « gros grains » F (Fine) présentée dans le **Chapitre II** et dont les caractéristiques à  $t = 0h$  sont données **Tableau II.C.1b**. Seuls les précipités fins sont analysés en détails. Ils regroupent les précipités  $\gamma'$  sphériques (secondaires & tertiaires) et les particules en coalescence. Les précipités  $\gamma'$  secondaires cubiques n'ont pas fait l'objet d'une étude approfondie puisqu'il ressort des analyses préliminaires que l'arête moyenne des précipités cubiques n'augmente que d'environ 1,5% ( $\approx 4$  nm) sur 360h de vieillissement à 750°C. C'est pourquoi le cœur de l'étude concerne les précipités  $\gamma'$  fins, *a priori* moins stables sur cette échelle de temps.

### Rappel des abréviations utilisées :

R rayon équivalent moyen ; DS Densité Surfactive ; FS Fraction Surfactive ; DTP Distribution en Taille de Particules.

## IV.A. Vieillissement statique de la précipitation $\gamma'$ fine

Le vieillissement statique des précipités fins est caractérisé à l'aide de plusieurs outils d'analyse de particules. Le distinguo est fait entre les zones intragranulaires et intergranulaires. En plus d'établir des lois cinétiques de référence pour la suite de notre étude, les grandeurs caractéristiques témoignant d'une évolution microstructurale sont identifiées.

### IV.A.1. Mise en évidence du vieillissement $\gamma'$ par imagerie FEG et distributions en taille de particules

#### *IV.A.1.a. Mise en œuvre du vieillissement statique sur la microstructure F*

Des pastilles issues d'une seule et même ébauche M12 traitée « gros grains » sont utilisées pour l'étude du vieillissement statique. D'épaisseur 2 mm et de diamètre 12 mm, les pastilles sont placées dans un four à résistances directement à la température de 750°C. Le refroidissement se fait ensuite à l'air ambiant. Les analyses de la microstructure F sont conduites à cœur des pastilles pour s'affranchir des effets de l'oxydation en surface. Les temps de vieillissement appliqués sont compris entre 20h et 429h avec 6 durées intermédiaires : 50h, 100h, 144h, 186h, 218h et 262h.

#### *IV.A.1.b. Caractérisation via microscopie MEB-FEG*

La **Figure IV.A.1** présente des images MEB-FEG (SE) de l'état de précipitation  $\gamma'$  à  $t = 0h$  et pour quatre temps de vieillissement différents.

Visuellement, l'augmentation de la taille moyenne des précipités avec le temps devient identifiable à partir de 186h (**Fig. IV.A.1c**). Le grossissement se fait en conservant une morphologie sphérique, ce qui est attendu étant donnée la valeur proche de zéro du misfit dans l'AD730™ [Durand, 2020] (cf. **Figure I.A.8**).

La population de précipités  $\gamma'$  tertiaires, localisée « en sandwich » entre les précipités  $\gamma'$  sphériques et le voisinage direct d'un précipité cubique, disparaît au fil du temps. Observable en **Figure IV.A.1d**, une zone de déplétion en précipités fins se forme alors peu à peu autour des précipités cubiques.

**La dissolution préférentielle des précipités tertiaires en début de vieillissement traduit l'activation du mûrissement d'Ostwald.** Cependant, il est impossible d'identifier au profit de quels précipités, secondaires cubiques ou sphériques, cette dissolution se fait. La réalité se situe

certainement à mi-chemin avec une diffusion des éléments  $\gamma'$ -gènes des précipités tertiaires vers les deux populations.

Des particules en coalescence sont systématiquement observées quel que soit le temps de vieillissement, faisant suite par exemple à la mise en contact de deux particules voisines qui grossissent par mûrissement d'Ostwald : **le mûrissement d'Ostwald et la coalescence de particules sont simultanément activés à 750°C dans l'AD730™.**

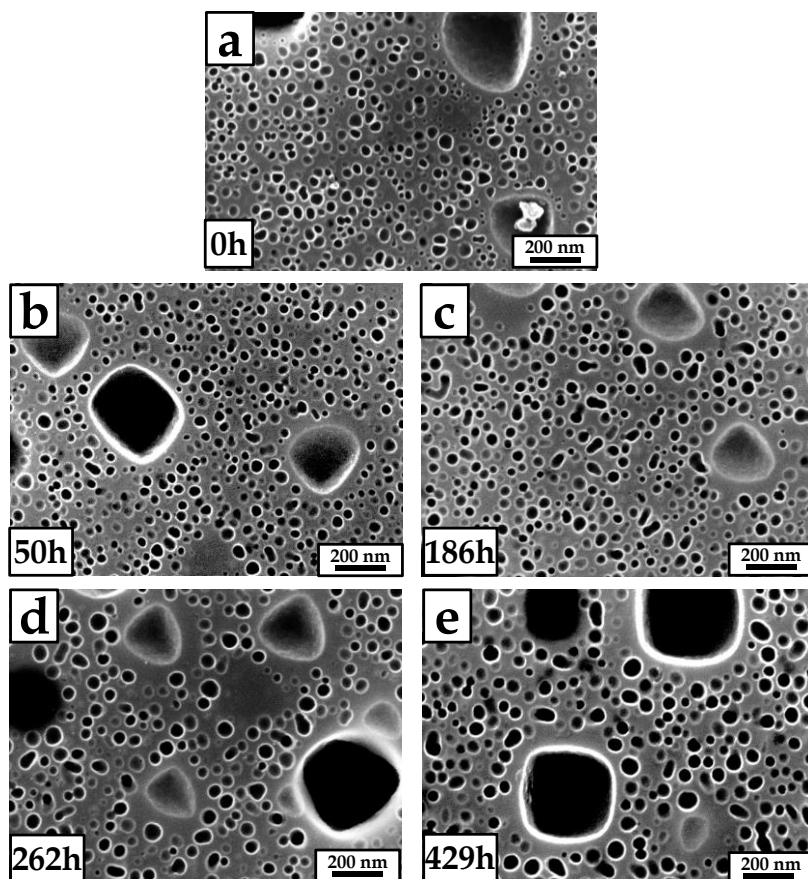


Figure IV.A.1 – Microstructure de précipitation  $\gamma'$  après 0h (a), 50h (b), 186h (c), 262h (d) et 429h (e) de vieillissement à 750°C (MEB-FEG, SE).

**N.B. :** La caractérisation de notre microstructure par analyse surfacique de clichés MEB grâce aux méthodologies d'analyses d'images (cf **Chapitre II**) présente un léger inconvénient pour l'étude de particules sphériques : les effets de coupes. Ces effets peuvent biaiser certaines analyses car ils accentuent l'importance en nombre des particules de petites tailles. En effet dans notre cas, on réalise une attaque négative, c'est-à-dire que l'on dissout les précipités  $\gamma'$  lors de l'étape d'attaque chimique à l'eau régale. Le schéma présenté **Figure IV.A.2** illustre l'impact des effets de coupes sur la taille mesurée d'une particule sphérique : il y a environ 50% de chances de mesurer une surface projetée plus petite que la surface

projetée maximale, cette dernière permettant de déterminer la taille  $R$  de la particule. Lorsqu'une particule est coupée dans sa partie supérieure, la technique de microscopie MEB-FEG permet quand même d'accéder à la surface projetée maximale. Enfin, les effets de coupes rendent aussi possible le comptage de certaines particules en coalescence comme étant des particules sphériques uniques ce qui accentue le biais de la technique.

Ces effets de coupes sont inhérents à la méthode employée. Bien qu'ils n'empêchent pas la comparaison entre différentes conditions de vieillissement, ils appellent à la prudence quant à l'interprétation des grandeurs mesurées. C'est une des raisons pour lesquelles il nous incombe d'analyser plusieurs milliers de particules.

En somme, les nombres de particules en coalescence et de gros précipités sphériques sont sous-estimés tandis que le nombre de petites particules est surestimé.

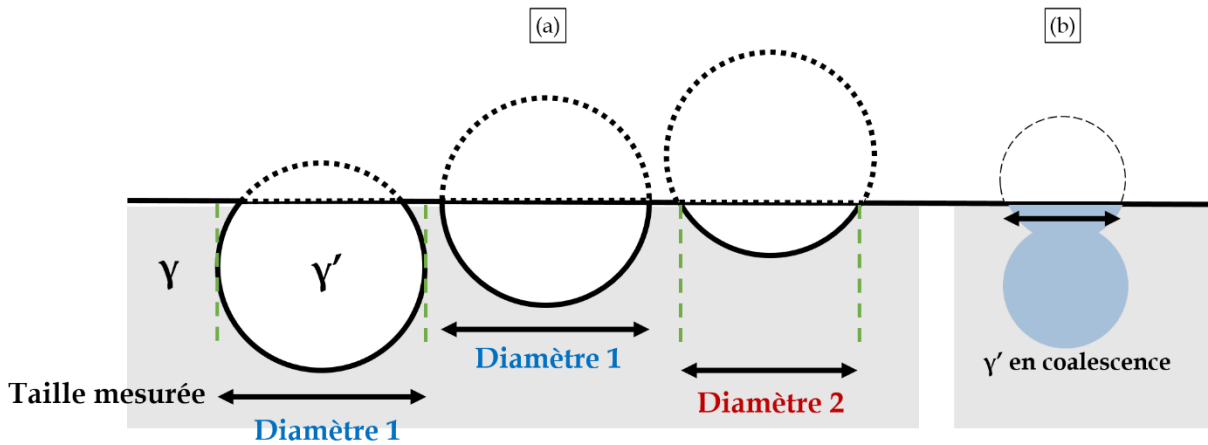


Figure IV.A.2 - Conséquence des effets de coupes sur une analyse d'image à partir de clichés MEB de précipités creusés par attaque chimique.

- (a) Il y a 50% de chance de mesurer un diamètre plus petit que le diamètre maximal d'une particule sphérique.
- (b) Des particules en coalescence peuvent être comptabilisées comme étant des particules sphériques.

#### IV.A.1.c. Caractérisation via Distributions en Taille de Particule (DTP)

Les DTP des précipités  $\gamma'$  sphériques associées aux temps de vieillissement présentés ci-dessus sont rassemblées **Figure IV.A.3**. Trois façons différentes de les représenter sont utilisées : en nombre total de particules en fonction du diamètre  $2R$  de la classe correspondante (**Figure IV.A.3a**), en % de particules en fonction du diamètre  $2R$  de la classe correspondante (**Figure IV.A.3b**), en densité de probabilité de particules en fonction de  $\rho$  (**Figure IV.A.3c**).  $\rho$  se définit par la relation :

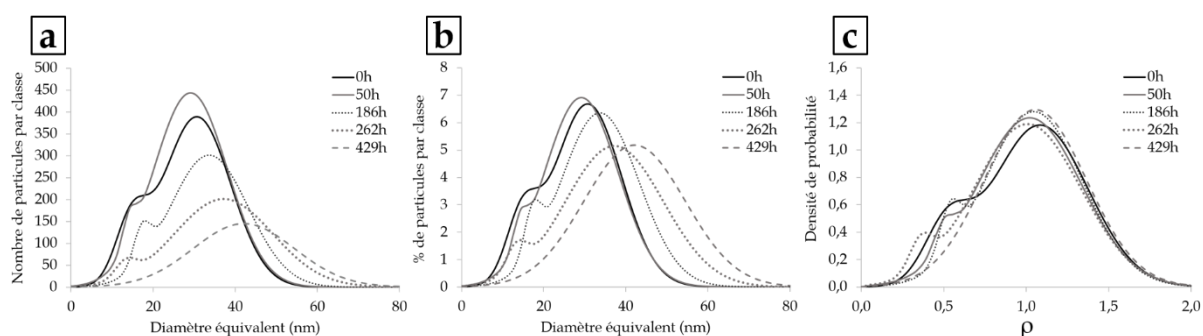
**Equation IV.A.1**

$$\rho = \frac{R}{\langle R_t \rangle}$$



avec  $\langle R_t \rangle$  le rayon équivalent moyen de l'ensemble des précipités sphériques au temps de vieillissement  $t$ .

Les DTP sont construites à partir des données obtenues après l'étape de déconvolution de pics par identification de Gaussiennes décrite **Figure II.C.3**. A noter que le coefficient  $R^2$  d'identification minimal obtenu est de 0,983 pour la DTP à 429h. Le reste des identifications conduit à des  $R^2$  d'environ 0,995. On rappelle que les précipités de diamètre inférieur à 10 nm ne sont pas analysés. En revanche, la présentation graphique des résultats d'identification est faite sur l'intervalle de diamètres équivalents [0-80] nm.



**Figure IV.A.3 – Distribution en Taille de Précipités  $\gamma'$  construites par *fitting* de deux Gaussiennes pour différents temps de vieillissement à 750°C.**

a) Nombre =  $f(\text{taille})$  ; b) % =  $f(\text{taille})$  ; c) densité de probabilité =  $f(\rho)$

Le graphe **Figure IV.A.3a** met en évidence l'augmentation de la taille moyenne des précipités sphériques de par le déplacement des DTP vers les valeurs hautes. L'affaissement des DTP au cours du temps correspond à la diminution du nombre total de précipités inhérente aux processus de mûrissement et coalescence.

On constate sur la même figure que les premières heures de vieillissement n'influencent pas la population des plus gros précipités. Rejoignant les observations faites grâce au MEB-FEG, c'est d'abord la dissolution des plus petits précipités au profit de précipités de taille moyenne qui explique en partie la différence entre les DTP à 0h et 50h.

A partir de 186h, le nombre total de précipités diminue fortement et la population des plus gros précipités augmente. La précipitation reste bimodale avec un recouvrement partiel des pics jusqu'à au moins 262h. La DTP à 429h indique que les phénomènes de vieillissement conduisent *in fine* à une population monomodale.

Les DTP exprimées en % (**Figure IV.A.3b**) permettent globalement d'aboutir aux mêmes observations.

La **Figure IV.A.3c** indique que bien qu'une description en fonction de  $\rho$  tend à rassembler

l'ensemble des DTP autour de la valeur de 1,1, le caractère bimodal de la distribution empêche d'atteindre une DTP asymptotique pour les temps de vieillissement explorés.

#### IV.A.1.d. Comparaison entre DTP expérimentales et DTP asymptotiques prédites par les théories LSW et LSEM

Les DTP exprimées en densité de probabilité *vs*  $\rho$  peuvent être comparées à l'asymptote de morphologie de DTP obtenue dans la théorie LSW (cf. **Partie I.A.2a**). Cette comparaison est faite **Figure IV.A.4a**. L'écart considérable observé est attendu et s'explique par les hypothèses fortes posées dans la théorie LSW comme une population de précipités monomodale, une fraction volumique de phase  $\gamma'$  nulle et un vieillissement expérimental uniquement contrôlé par le mûrissement d'Ostwald.

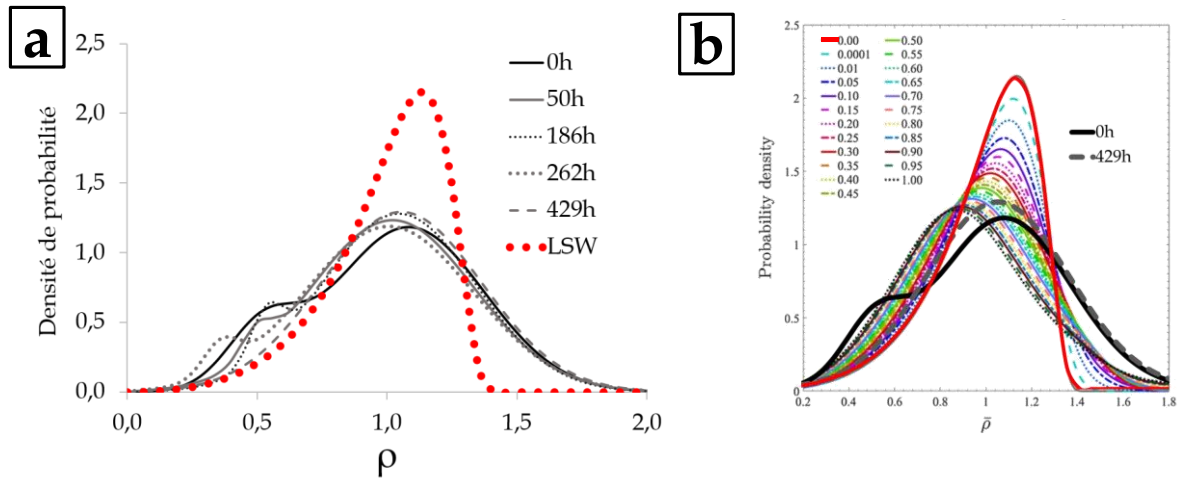


Figure IV.A.4 – Distributions en Taille de Précipités  $\gamma'$  obtenues expérimentalement dans l'AD730™ et comparaison avec l'asymptote de morphologie de DTP prédite par la théorie LSW (a) et LSEM (b).

La théorie LSEM tente de pallier les limitations liées à ces deux dernières hypothèses en intégrant un effet de fraction volumique de phase dispersée et en considérant que la coalescence de particules participe au grossissement des précipités.

Les DTP asymptotiques issues de la théorie LSEM et obtenues pour différentes fractions volumiques de phase dispersée se trouvent **Figure IV.A.4b** [Moore et al., 2017]. La solution asymptotique correspondant à la fraction volumique de 0 est celle déduite de la théorie LSW. En accord avec la littérature, **la théorie LSEM permet de s'approcher des DTP expérimentales en décrivant mieux le pied de courbe aux fortes valeurs**. L'écart persistant entre nos données et les DTP théoriques tient notamment du fait que notre distribution est bimodale (en excluant la population de précipités cubiques) et que des contributions telles que l'influence du misfit

ou l'interaction des champs de diffusion de précipités voisins ne sont pas prises en compte dans ces théories.

Bien que comparées à la théorie LSEM, il faut préciser que les DTP expérimentales présentées jusqu'ici n'incluent pas les particules en coalescence. L'influence de la prise en compte de ces particules sur les DTP est illustrée **Figure IV.A.5a & b** en nombre de particules et densité de probabilité après 0h et 429h de vieillissement. Les conclusions faites plus haut sont toujours valables et l'impact de ces particules sur les DTP est faible, malgré un léger décalage vers les fortes valeurs.

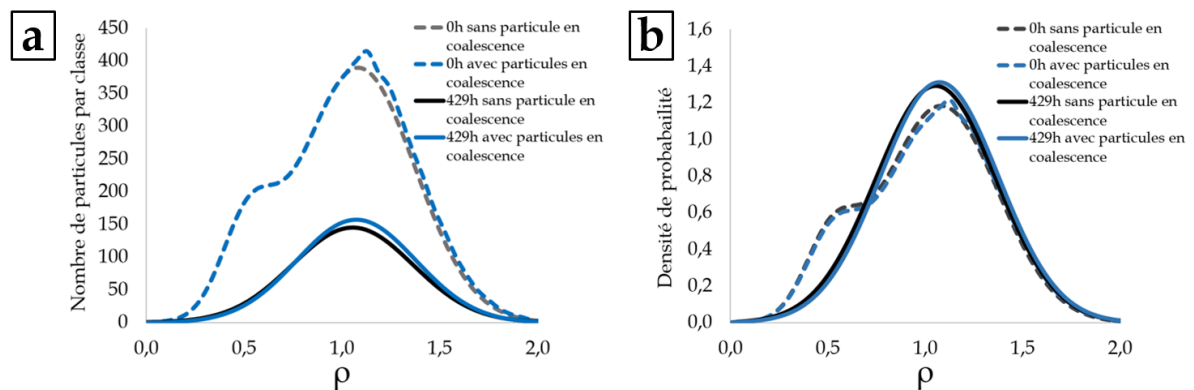


Figure IV.A.5 – Comparaison des DTP avec ou sans prise en compte des particules en coalescence à 0h et 429h de vieillissement : a) en nombre de particules, b) en densité de probabilité.

En outre, la mesure du  $R$  des particules en coalescence tend par essence à surestimer le  $R$  final de la particule sphérique générée. Du fait de la conservation du volume de phase  $\gamma'$  mis en jeu pendant le processus de coalescence, les particules en coalescence possèdent une surface projetée plus élevée que celle du précipité sphérique final. Au demeurant, les particules sphériques générées par coalescence sont déjà intégrées dans nos DTP expérimentales.

L'ensemble des observations faites dans cette **Partie IV.A.1** est enrichie par des analyses de taille,  $DS$  &  $FS$  de précipités  $\gamma'$  et des cinétiques de grossissement présentées dans la partie suivante.

### IV.A.2. Grandeurs caractéristiques des populations de précipités $\gamma'$ et lois cinétiques apparentes

Après les traitements d'analyses d'images et de déconvolution des pics de DTP, l'évolution de grandeurs caractéristiques telles que  $R$  ou  $DS$  &  $FS$  peut être déterminée pour chaque population de précipités  $\gamma'$ . Une grandeur supplémentaire, la distance interparticulaire moyenne, est déterminée en considérant des zones uniquement constituées de précipités  $\gamma'$  fins.

#### IV.A.2.a. Evolution de taille moyenne et de densité surfacique des précipités $\gamma'$

Les graphiques reportés en **Figure IV.A.6** donnent l'évolution au cours du vieillissement de  $R$  et de  $DS$  pour quatre populations de précipités  $\gamma'$  : **(a)** l'ensemble des précipités sphériques (secondaires + tertiaires), **(b)** les précipités secondaires sphériques, **(c)** les précipités tertiaires et **(d)** les particules en coalescence.

A titre indicatif, les barres d'erreur pour les valeurs de  $R$  sont issues d'un calcul d'incertitudes associées à une distribution statistique. On considère alors nos distributions comme suivant des lois Log-normales. Ainsi, l'erreur de mesure due à la méthode d'analyse surfacique (sous-estimation des tailles) n'est pas prise en compte. Concernant  $DS$ , une estimation empirique de l'erreur faite lors de l'analyse d'images est réalisée. Une discussion sur les incertitudes est proposée en **Annexe A**.

Cette analyse confirme certaines des conjectures établies en **IV.A.1**. **Le vieillissement à 750°C conduit à une augmentation de la taille moyenne de précipités  $\gamma'$  essentiellement via le grossissement de la population de précipités  $\gamma'$  secondaires.** L'intervalle de taille des précipités tertiaires étant fixe (*i.e* borne inférieure = 10 nm, borne supérieure = intersections des Gaussiennes identifiées = 16,5 nm), la valeur de  $R$  associée n'évolue pas au cours du vieillissement.

En revanche, l'ensemble des populations voient leur valeur de  $DS$  **diminuer** au fil du temps, conséquence de la dissolution de précipités fins par mûrissement et de l'agrégation de précipités par coalescence.

Concernant les particules en coalescence (**Fig. IV.A.6d**), leur taille moyenne augmente puisqu'elle est dépendante de la taille des particules qui les composent. En reportant sur ce même graphique la valeur de  $R$  théorique du précipité sphérique final qui doit être généré par coalescence de deux particules (nuage de points gris), on met en évidence une surestimation

du  $R$  des particules en coalescence qu'apporte l'analyse d'images (nuages de points noirs). La coalescence de 3 particules est également possible et même observée dans notre étude. Ce processus va également dans le sens de cette surestimation qui demeure cependant de faible ampleur. On remarque enfin que la valeur de  $DS$  de ces particules varie peu sur l'intervalle 0h-262h de vieillissement. Cela suggère que la cinétique de coalescence ou au moins sa probabilité d'occurrence restent constantes sur cet intervalle de temps.

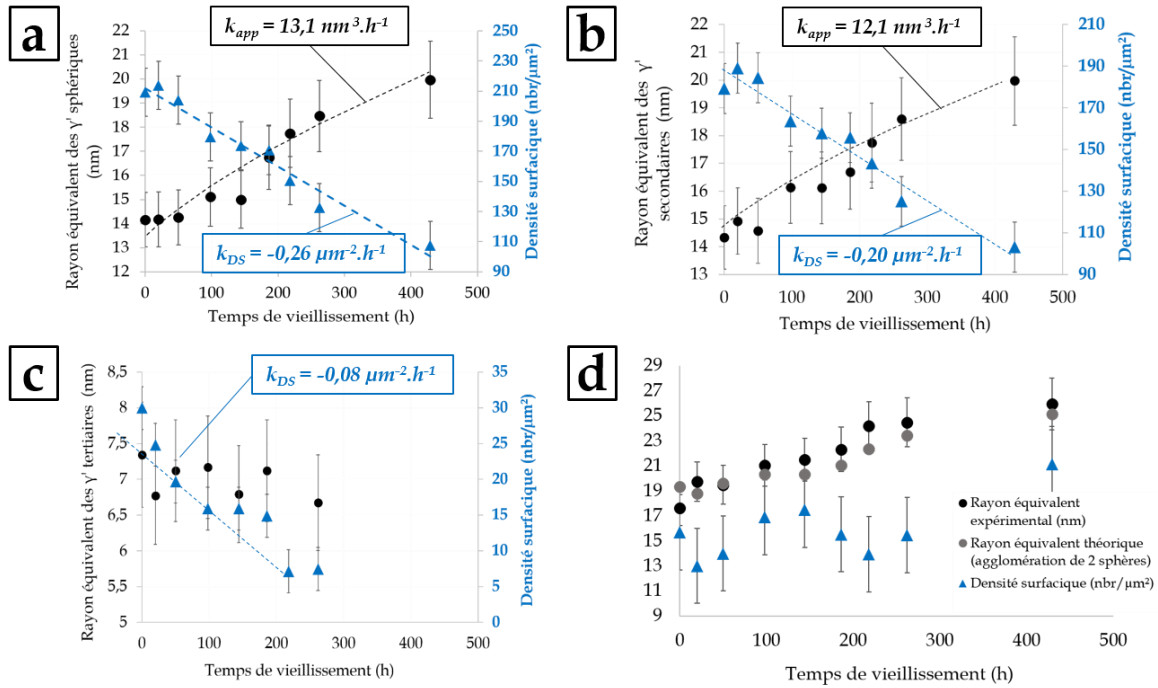


Figure IV.A.6 – Evolutions du rayon équivalent moyen et de la densité surfacique des précipités  $\gamma'$  intragranulaires pendant le vieillissement statique à 750°C: a) précipités  $\gamma'$  sphériques, b) précipités  $\gamma'$  secondaires, c) précipités  $\gamma'$  tertiaires, d) précipités  $\gamma'$  en coalescence.

#### IV.A.2.b. Identification de lois cinétiques empiriques

Comme détaillé dans le **Chapitre I.A**, l'ensemble des modèles décrivant les mécanismes de mûrissement d'Ostwald s'articulent autour de lois cubiques traduisant le contrôle de ce processus par la diffusion volumique des éléments  $\gamma'$ -gènes. De la même manière, d'après Ratke *et al.*, le mécanisme de coalescence conduit *in fine* à un modèle cinétique cubique [Ratke *et al.*, 1987]. On notera cependant que les travaux de Ratke *et al.* portent sur la coalescence de gouttes d'Aluminium-Plomb en milieu liquide-liquide.

Ainsi, en supposant que la diffusion volumique des éléments  $\gamma'$ -gènes contrôle en majorité les mécanismes de mûrissement et de coalescence dans l'AD730™ à 750°C, on peut associer des lois cubiques aux évolutions temporelles de tailles de précipités sphériques.

Puisque ces lois empiriques rendent compte des contributions simultanées du mûrissement d'Ostwald et de la coalescence, on peut faire l'hypothèse qu'un coefficient cinétique dit « apparent » peut être associé à la cinétique de grossissement globale des précipités  $\gamma'$ . Cette démarche est celle utilisée par Masoumi *et al.* dans leurs travaux de 2016 sur l'AD730™ [Masoumi et al., 2016b]. En adaptant la terminologie de l'Equation I.A.5, on obtient :

**Equation IV.A.2** 
$$\langle R_t \rangle^3 - \langle R_0 \rangle^3 = k_{app} t$$

avec  $k_{app} = k_{LSW} + k_{coalescence}$ . En toute rigueur, un facteur correctif  $k(f_v)$  de l'effet de la fraction volumique sur les cinétiques devrait être introduit. Etant donnés les objectifs de notre analyse, nous nous en affranchissons.

Les graphiques de la **Figure IV.A.6** présentent en courbes « pointillés » les résultats des identifications faites à partir de ce modèle. Les coefficients cinétiques apparents obtenus pour chaque population sont précisés.

En modifiant l'exposant de l'Equation IV.A.2, on vérifie grâce au  $R^2$  que la puissance cubique est celle qui convient le mieux pour décrire nos données, comme le préconisent Baldan et McLean pour les microstructures réelles et éventuellement multimodales [Baldan, 2002b][McLean, 1984].

Des fonctions linéaires peuvent être utilisées pour décrire la diminution des  $DS$  avec le temps. Les coefficients directeurs  $k_{DS}$  correspondants sont indiqués en **Figure IV.A.6**. On souligne que la théorie LSW prévoit une dépendance inversement proportionnelle au temps du nombre de particules à l'instant  $t$  selon une fonction de type [Baldan, 2002a] :

**Equation IV.A.3** 
$$N(t) \propto [\langle R_0 \rangle^3 + \frac{4}{9} t]^{-1}$$

Nous nous contentons de tendances linéaires en vue de notre objectif de comparaison entre différentes conditions de vieillissement. En effet, dans le détail, l'Equation IV.A.3 n'est pas triviale à déterminer du fait de sa dépendance à une fonction qui boucle sur elle-même.

#### **IV.A.2.c. Contributions du mûrissement et de la coalescence : analyse à partir de $R$ et $DS$**

La distinction de la participation relative du mûrissement et de la coalescence au grossissement global des précipités fins est très délicate à réaliser dans le cadre de nos travaux. Nous proposons néanmoins une approche simplifiée permettant d'en donner une première idée.

On part de l'hypothèse forte selon laquelle la coalescence de 2 particules de taille  $\langle R_t \rangle$  est l'unique mécanisme contrôlant la diminution du nombre de précipités  $\gamma'$  sphériques au cours du temps. Cette hypothèse est accompagnée de celle de la conservation du volume de phase  $\gamma'$  impliqué. Alors, le  $\langle R_{t+1} \rangle$  est estimé selon l'équation suivante :

**Equation IV.A.4**  $\langle R_{t+1} \text{ théorique} \rangle = \frac{[DS_t - 2*(DS_t - DS_{t+1})*\langle R_t \rangle + (DS_t - DS_{t+1})*\sqrt[3]{2}\langle R_t \rangle]}{DS_{t+1}}$

avec les valeurs expérimentales de  $DS$  et de  $\langle R_t \rangle$  utilisées pour calculer le rayon équivalent moyen théorique  $\langle R_{t+1} \rangle$  obtenu si le vieillissement se faisait à 100% par coalescence. Le détail des calculs simplifiés et des hypothèses utilisées se trouvent en **Annexe D**.

Ce calcul permet d'obtenir un  $\langle R_{t+1} \rangle$  théorique compris entre 0,14 et 0,8 fois  $\langle R_{t+1} \rangle$  expérimental. **Ainsi, en supposant un contrôle exclusif par coalescence, on ne retombe pas sur le rayon  $R$  expérimental.** Deux hypothèses-conclusions s'offrent notamment à nous :

- La coalescence est bien le seul mécanisme contrôlant le vieillissement, mais dans ce cas l'augmentation de  $R$  au cours du temps ne peut se faire que par une augmentation de la fraction volumique de phase  $\gamma'$ . Ce pourrait être par exemple possible si la coalescence de deux particules implique la précipitation de phase  $\gamma'$  pour la formation du « cou » lors du *necking*. Ce scénario expliquerait pourquoi notre calcul ne peut pas prédire  $\langle R_{t+1} \rangle$  à partir de nos données expérimentales ;
- La coalescence et le mûrissement d'Ostwald sont concomitants et nous ne sommes pas en mesure de déterminer dans quelle proportion agit chacun des deux mécanismes. Il semble malgré tout établi qu'à 750°C, la coalescence est toujours activée et que le mûrissement est au moins activé en première partie de vieillissement étant donnée la forte diminution du nombre de précipités tertiaires. Puisque ces derniers sont localisés autour des précipités cubiques, leur dissolution entraîne un abaissement du gradient volumique de taille de précipités sphériques  $(dR/dV)(t)$  (N.B. les DTP obtenues par analyse surfacique biaisent ce constat à cause des effets de coupes). Or, ce gradient constitue la force motrice du mûrissement. On suppose alors qu'au bout d'un certain temps, la coalescence devient le mécanisme prépondérant, et ce jusqu'à ce que  $(dR/dV)(t)$  soit suffisamment élevé pour que le mûrissement d'Ostwald devienne de nouveau prépondérant.

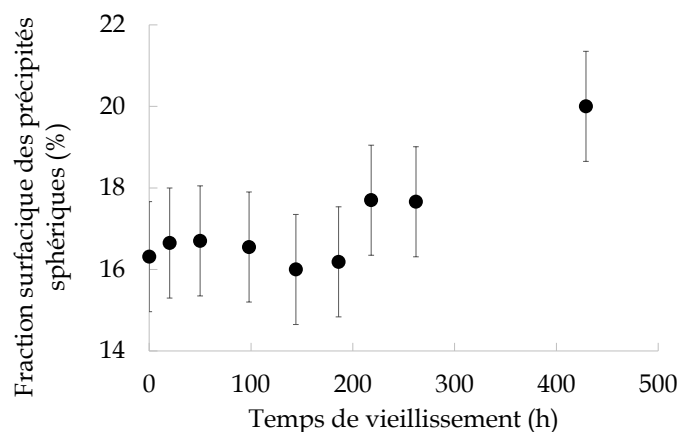
Entre les mécanismes de coalescence et mûrissement en statique, il pourrait donc y avoir des **interactions « en série »** dépendantes du temps et de la distribution de particules.



**IV.A.2.d. Etude de la fraction surfacique totale de précipités  $\gamma'$  fins : activation d'un troisième processus d'évolution microstructurale ?**

Présentée en **Figure IV.A.7**, la *FS* de l'ensemble des précipités fins n'évolue pas sur les 200 premières heures de vieillissement et affiche même une augmentation significative au-delà. Or, tendre vers un état d'équilibre grâce au mûrissement et à la coalescence impliquerait une conservation de la fraction volumique de phase  $\gamma'$  au cours du temps et par conséquent à une diminution de la fraction surfacique. Ceci serait valable dans le cas de particules sphériques qui grossissent *via* dissolution d'autres particules et pour une analyse de surfaces projetées avec l'ensemble des biais de mesures que cela introduit [José-Yacaman et al., 2005]. En effet, hors de cette méthodologie, une mesure de *FS* correspond à une mesure de fraction volumique. *FS* ne diminuant pas significativement dans notre cas, il semblerait alors que **la fraction volumique de phase  $\gamma'$  augmente** pendant le vieillissement, au moins à partir de 200h, rejoignant une des hypothèses-conclusions formulées au paragraphe précédent. Cela suggère qu'après traitement thermique « gros grains », la phase  $\gamma$  est encore suffisamment sursaturée en éléments  $\gamma'$ -gènes pour qu'au cours de l'exposition à 750°C, une partie de ces éléments participe encore d'une précipitation de phase  $\gamma'$ . Une fraction volumique de phase  $\gamma'$  non constante implique que les concentrations en solutés dans les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  évoluent au cours du vieillissement.

Goodfellow *et al.* observent ce phénomène sur un superalliage polycristallin proche du RR1000 [Goodfellow et al., 2017]. Ils montrent eux aussi que la fraction volumique en précipités de taille  $R \approx 56$  nm augmente pendant un vieillissement à 760°C.



**Figure IV.A.7 – Evolution de la fraction surfacique en précipités  $\gamma'$  fins au cours du vieillissement : mise en évidence de l'augmentation de la fraction volumique de phase  $\gamma'$ .**

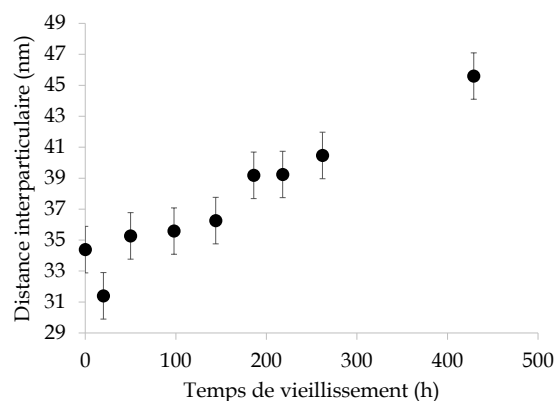
Si le mûrissement d'Ostwald et la coalescence ont rapidement été identifiés comme mécanismes actifs du vieillissement statique de la microstructure F, **force est de constater que le processus de croissance de précipités l'est aussi en début et fin de survieillessement sur 429h.**

L'augmentation de la FS au-delà de 200h correspondrait à la contribution surfacique des particules en coalescence (**Figure IV.A.6d**). **Il y aurait donc un lien direct entre le mécanisme de coalescence et la fraction surfacique/volumique de phase  $\gamma'$ .**

Le scénario proposé précédemment selon lequel l'étape de *necking* serait à l'origine de cette augmentation de fraction surfacique/volumique pourrait à nouveau expliquer ce résultat : en supposant les précipités relativement fixes dans l'espace, **le *necking* se ferait à la fois par diffusion volumique des éléments  $\gamma'$ -gènes ainsi que lors de la mise en contact de deux particules grossissantes, mais aussi par précipitation de phase  $\gamma'$  dans la zone inter-particulaire du fait d'une sursaturation adéquate de la solution solide  $\gamma$ .**

#### IV.A.2.e. Evolution de la distance interparticulaire moyenne

La **Figure IV.A.8** présente l'augmentation de la distance interparticulaire au cours du temps de vieillissement. Ce résultat s'explique par la dissolution des petits précipités et de manière plus générale par la diminution du nombre total de précipités. La distance interparticulaire est donc aussi un indicateur de l'état d'avancement du vieillissement microstructural.



**Figure IV.A.8 – Evolution de la distance interparticulaire entre précipités  $\gamma'$  fins au cours du vieillissement : mise en évidence de la germination de nouveaux précipités en début de vieillissement.**

Cependant, on remarque une valeur basse et singulière pour 20h d'exposition. En reprenant le graphique **IV.A.6c**, on constate que cela correspond à une légère augmentation de la DS. Les DTP **Figure IV.A.3a & b** corroborent cette observation. Cela suggère qu'il y aurait un phénomène de précipitation par germination (-croissance) en début de vieillissement.

Ce phénomène est lui aussi dû à une sursaturation en éléments  $\gamma'$ -gènes encore trop importante. C'est l'une des hypothèses avancées par Flageolet dans ses travaux de thèse pour expliquer les déviations aux lois cubiques temporelles qu'il observe [Flageolet, 2005].

Ainsi, il est plusieurs fois question de l'influence de la sursaturation en éléments  $\gamma'$ -gènes sur les grandeurs caractéristiques de la microstructure  $\gamma'$  au cours du vieillissement. Cet aspect ajoute de la complexité aux analyses puisque **le vieillissement microstructural ne semble pas atteindre un quelconque régime permanent en conditions statiques à 750°C.**

L'analyse cinétique est d'autant plus compliquée que le mûrissement et la coalescence sont décrits par des lois temporelles cubiques tandis que la croissance de précipités par des lois paraboliques [Sauthoff, 1996]. En outre, la germination aura tendance à favoriser le mûrissement d'Ostwald en maintenant une valeur de  $(dR/dV)(t)$  élevée.

L'identification du processus de germination-croissance comme actif à 750°C dans la microstructure F permet aussi d'expliquer les différences entre morphologies de DTP expérimentales et théoriques comme discuté plus en amont.

#### IV.A.3. Comparaison entre zones intra- et inter- granulaires

La comparaison du rayon  $R$  des précipités  $\gamma'$  secondaires et  $\gamma'$  sphériques entre les zones intragranulaire et intergranulaire, *i.e.* à maximum 3  $\mu\text{m}$  de part et d'autre du joint, est proposée en **Figure IV.A.9a & b**. Malgré une taille moyenne de particules uniforme en début de vieillissement, la cinétique apparente de grossissement des précipités est abaissée d'un

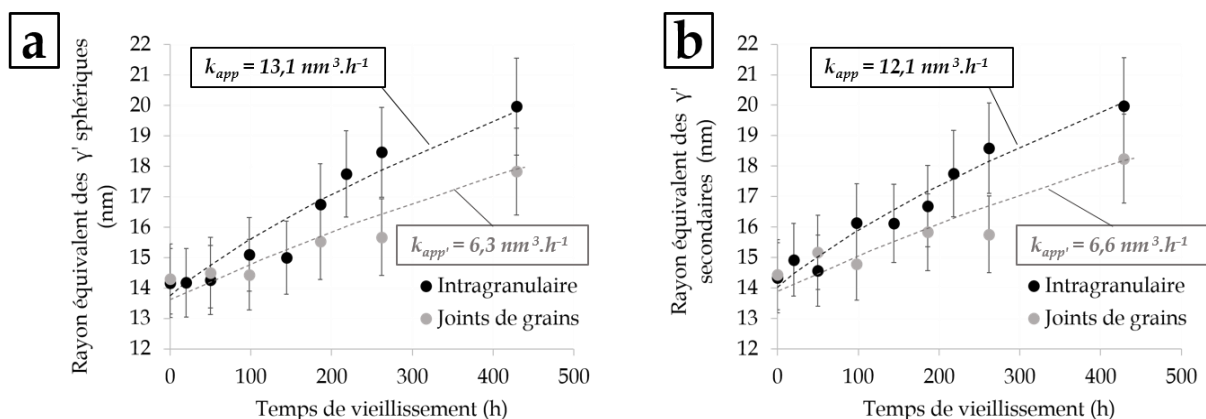
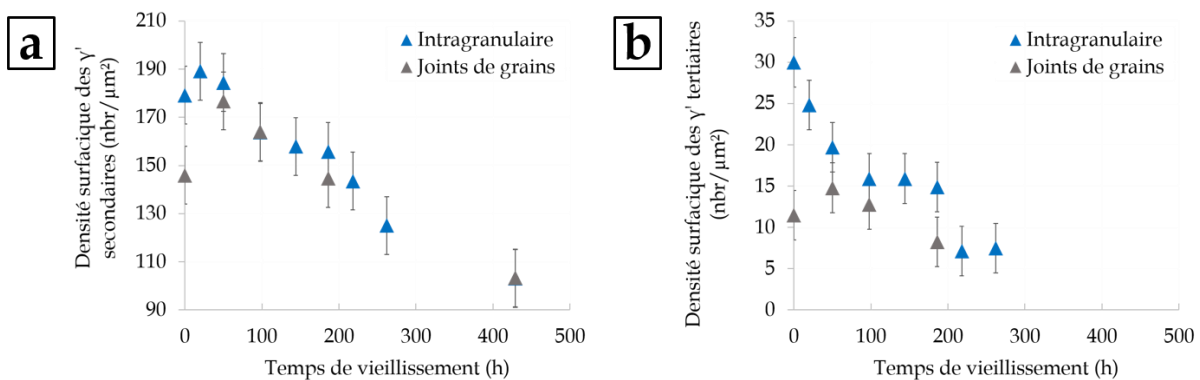


Figure IV.A.9 – Comparaisons des cinétiques apparentes de grossissement entre les zones inter- et intra- granulaires : a) précipités  $\gamma'$  sphériques, b) précipités  $\gamma'$  secondaires.

facteur 2 aux joints de grains lorsqu'on utilise une loi cubique. Un exposant temporel de 4 ou 5 ne conduit pas à une meilleure description théorique de  $R(t)$  aux joints de grains comme le suggère Ardell dans ses travaux de 1972 [Ardell, 1972b].

Lorsque l'on compare les  $DS$  des précipités  $\gamma'$  secondaires et tertiaires en **Figure IV.A.10a & b**, il en ressort que :

- La microstructure F à  $t = 0h$  présente une  $DS$  globale de précipités  $\gamma'$  bien plus faible aux joints de grains qu'à cœur de grains ;
- Néanmoins, sur les premières heures de vieillissement, la  $DS$  de précipités intergranulaires augmente fortement jusqu'à égaler la valeur associée aux précipités intragranulaires à 50h de vieillissement pour les précipités secondaires. La  $DS$  de précipités secondaires évolue ensuite de la même manière dans les deux zones.
- De manière générale, la  $DS$  de précipités  $\gamma'$  tertiaires est légèrement plus faible aux joints de grains qu'à cœur de grains.



**Figure IV.A.10 - Comparaisons des densités surfaciques entre les zones inter- et intra- granulaires : a) précipités  $\gamma'$  secondaires, b) précipités  $\gamma'$  tertiaires.**

Mise en évidence sur les micrographies présentées en **Figure IV.A.11**, la différence de  $DS$  à  $t = 0h$  peut être expliquée grâce à deux éléments abordés dans les **Chapitres I et II**.

- 1) La densité de lacunes est plus faible au voisinage des joints de grains car ils font office de puits de lacunes. Lors des traitements thermiques, la précipitation de phase  $\gamma'$  par germination-croissance pendant les refroidissements  $\gamma$  est alors moins aisée (**Partie I.A.2.e**).
- 2) La germination-croissance aux abords des joints de grains serait aussi modifiée par l'état particulier de sursaturation en éléments  $\gamma'$ -gènes dans cette zone. En cause notamment la précipitation préférentielle de carbures TiC et de gros précipités cubiques à l'intérieur même des joints de grains, entraînant de part et d'autre une déplétion en ces mêmes précipités par

appauvrissement en éléments  $\gamma'$ -gènes Ti (**Figure II.C.5**).

Il y a donc fort à parier que, pendant le refroidissement effectué après le revenu à 800°C, les sites de germination sont moins nombreux en zones intergranulaires. Cela conduit ensuite à un retard de germination-croissance pendant le revenu de 16h à 760°C et pendant les premières heures de vieillissement à 750°C.

On notera donc que le phénomène de (re)précipitation en début de vieillissement est exacerbé aux joints de grains.

Les cinétiques de vieillissement plus lentes aux abords des joints de grains seraient alors dues à une disponibilité moindre en éléments  $\gamma'$ -gènes et à une population moins nombreuse de précipités tertiaires pouvant contribuer au mûrissement d'Ostwald (**IV.A.10b**).

Aucune différence n'est à rapporter concernant la taille ou le nombre de particules en coalescence entre les deux types de zones analysées.

En termes de *FS*, peu de différences sont observées, si ce n'est une *FS* intragranulaire un peu plus élevée. C'est un résultat attendu d'après ce qui est détaillé ci-dessus.

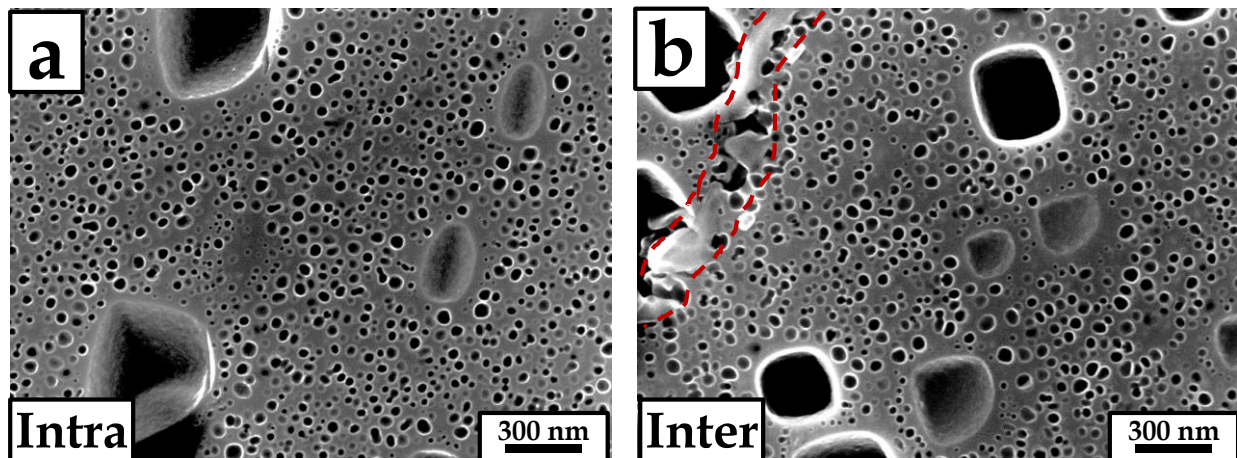


Figure IV.A.11 - Microstructure de précipitation  $\gamma'$  à  $t = 0h$  (MEB-FEG, SE).

a) Zone intragranulaire, b) Zone intergranulaire, le joint de grain est mis en évidence en pointillés rouge.

## IV.A.4. Schémas et tableau récapitulatifs

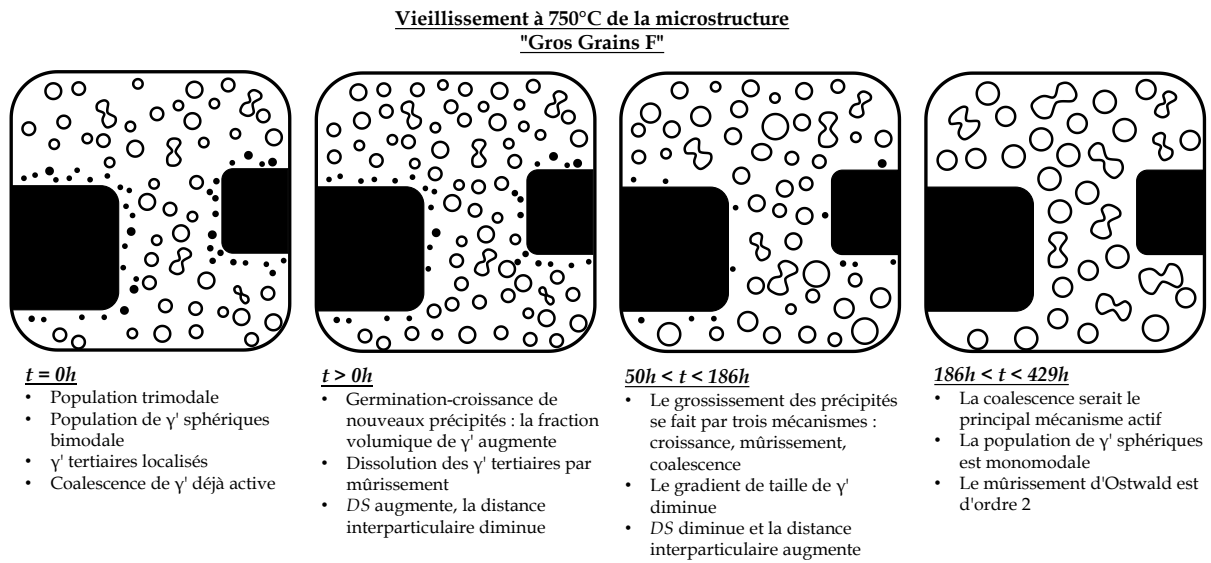


Figure IV.A.12 – Schéma récapitulatif des évolutions microstructurales intragranulaires à 750°C

**Mécanismes de grossissement des précipités  $\gamma'$  de l'AD730™ à 750°C :  
la croissance, le mûrissement d'Ostwald et la coalescence**

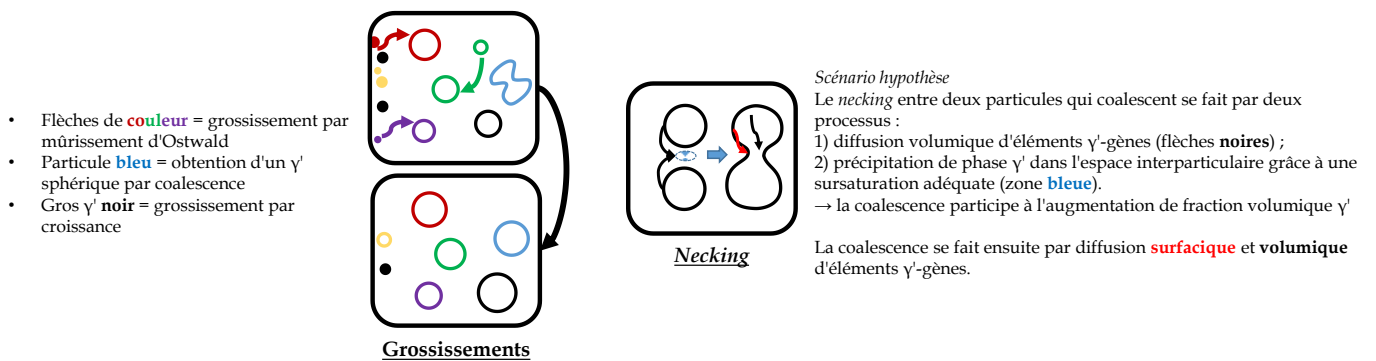


Figure IV.A.13 – Schéma récapitulatif des mécanismes de grossissements intragranulaires actifs à 750°C

Tableau IV.A – Tableau récapitulatif de l'influence de chaque mécanisme étudié sur les grandeurs microstructurales

	Germination	Croissance	Mûrissement	Coalescence
Taille moyenne	- -	+	+	+
Nombre	+ +	=	-	-
Fraction volumique $\gamma'$	+ +	+ +	=	+ (?)
Distance interparticulaire	- -	-	+ +	+

## IV.B. Vieillissement des précipités $\gamma'$ en fatigue à 750°C

Afin de mieux comprendre l'évolution de la microstructure sous l'influence des états de contrainte et déformation particuliers en pointe de fissure, des essais de fatigue à 750°C sont réalisés. Les résultats du vieillissement  $\gamma'$  statique de la **Partie IV.A** servent de références afin d'évaluer à quel point les mécanismes et cinétiques de vieillissement sont affectés par une sollicitation mécanique.

### IV.B.1. Démarche expérimentale et matrice d'essais

Les conditions d'essais de fatigue à 750°C sont définies en fonction de celles utilisées pour les essais de propagation de fissure présentés dans le **Chapitre III**. Le pilotage est réalisé en déformation totale imposée qui convient mieux à la description des états de contrainte et déformation que l'on trouve en pointe de fissure.

La matrice d'essais est établie en faisant varier trois types de paramètres pour un total de 8 conditions de fatigue :

- Le **rapport de déformation totale**  $R_\epsilon$  de -1 et 0,05 ; le rapport de -1 est choisi par analogie avec le processus de formation de la  $ZP_c$ , siège d'un état de compression en phase de décharge, tandis que le rapport de 0,05 est utilisé pour s'affranchir de l'effet de la phase compressive et correspond aux zones hors  $ZP_c$  en avant de la fissure ;
- La **déformation totale maximale**  $\epsilon_{max}$  de 0,2% et 0,3% ; elle permet d'étudier l'effet de l'amplitude de déformation. A noter que la plage de déformation totale imposée se trouve dans le domaine macroscopiquement élastique de l'AD730™ gros grains (cf. courbes de traction à 750°C détaillées en **Annexe E**). Bien que les valeurs choisies soient relativement faibles et éloignées des conditions vues par la pointe de fissure, elles garantissent des durées d'essais suffisamment longues pour exacerber les phénomènes de vieillissement ;
- La **forme des cycles** avec une déformation triangulaire de fatigue pure 10-0-10 et trapézoïdale de fatigue-fluage 10-300-10 avec temps de maintien à  $\epsilon_{max}$ . Puisque la durée de chaque segment est gardée fixe quels que soient les rapports  $R_\epsilon$  et déformations  $\epsilon_{max}$  utilisés, la vitesse de déformation lors des phases de charge et décharge varie et est propre à chaque combinaison  $[R_\epsilon ; \epsilon_{max}]$ .

La condition la plus sévère en termes de durée de vie est «  $R_\epsilon = -1 / 10-0-10 / \epsilon_{max} = 0,3\%$  ». **Cet essai est mené à rupture** au bout de **186h** ce qui, d'après l'étude du vieillissement statique, est suffisant pour que la microstructure ait le temps de considérablement évoluer.



Les 7 autres essais sont alors interrompus à 186h de sollicitation pour obtenir des temps d'exposition à 750°C identiques.

Enfin, la condition «  $R_\varepsilon = -1 / 10-0-10 / \varepsilon_{\max} = 0.2\%$  » a été étudiée pour deux durées d'essais supplémentaires. Cela permet de pouvoir établir une loi de grossissement en condition de fatigue.

Les courbes donnant l'évolution en fonction du temps des contraintes principales maximales, minimales et moyennes sont rassemblées dans l'Annexe F.

On retiendra que tous les essais à l'exception de ceux effectués en fatigue-fluage à  $R_\varepsilon = 0,05$  conduisent à une diminution de la contrainte maximale, et dans une moindre mesure, à celle de la contrainte moyenne. La stabilisation de ces adoucissements se fait autour de 75h d'essai. La seule condition ayant activé la plasticité macroscopique et l'ouverture mesurable des boucles de contrainte-déformation est «  $R_\varepsilon = -1 / 10-0-10 / \varepsilon_{\max} = 0.3\%$  ».

Le Tableau IV.B récapitule les conditions d'essais mises en œuvre dans cette partie.

**Tableau IV.B :** Matrice d'essais de fatigue pilotés en déformation totale à 750°C

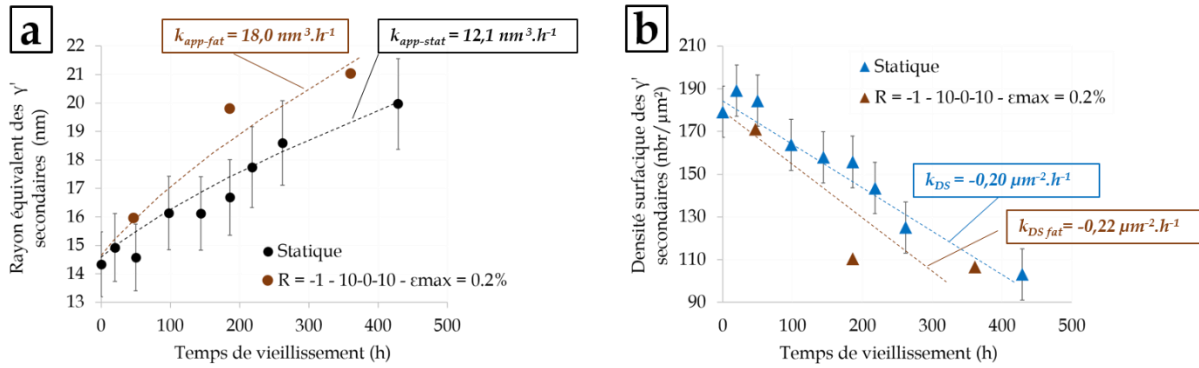
Essai	$R_\varepsilon$	$\varepsilon_{\max}$	$\Delta\varepsilon$	Vitesse de déformation	Cycles	Durée
Fatigue	-1	0,2%	0,4%	$4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	10-0-10	186 h
Fatigue* <i>*seul essai mené à rupture</i>		0,3%	0,6%	$6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	10-0-10	
Fatigue-Fluage		0,2%	0,4%	$4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	10-300-10	
Fatigue-Fluage		0,3%	0,6%	$6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	10-300-10	
Fatigue	0,05	0,2%	0,4%	$4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	10-0-10	47 h
Fatigue		0,2%	0,4%	$4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	10-0-10	361 h
Fatigue		0,2%	0,19%	$1,9 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	10-0-10	186 h
Fatigue		0,3%	0,285%	$2,85 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	10-0-10	
Fatigue-Fluage		0,2%	0,19%	$1,9 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	10-300-10	
Fatigue-Fluage		0,3%	0,285%	$2,85 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	10-300-10	

## IV.B.2. Identification de lois cinétiques empiriques pour la condition

«  $R_\epsilon = -1 / 10-0-10 / \epsilon_{\max} = 0.2\%$  »

### IV.B.2.a. Impact sur le vieillissement $\gamma'$ en zone intragranulaire

L'impact d'un essai de fatigue en condition «  $R_\epsilon = -1 / 10-0-10 / \epsilon_{\max} = 0.2\%$  » sur la taille et la densité surfacique des précipités  $\gamma'$  secondaires sphériques est mis en évidence sur les **Figures IV.B.1a & b** (marron).



**Figure IV.B.1 – Impact de l’essai de fatigue «  $R_\epsilon = -1 / 10-0-10 / \epsilon_{\max} = 0.2\%$  » sur le vieillissement à 750°C :**

**a) cinétique de grossissement des précipités  $\gamma'$  secondaires, b) DS des précipités  $\gamma'$  secondaires.**

Le coefficient cinétique apparent obtenu est de  $18,0 \text{ nm}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  contre  $12,1 \text{ nm}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  en vieillissement statique. **L’introduction d’une déformation cyclique conduit donc à une augmentation des cinétiques de grossissement des précipités.**

L’augmentation de la cinétique apparente de grossissement se traduit aussi par des valeurs de DS plus basses qu’en statique (**Figure IV.B.1b**). Cet effet tend à s’atténuer aux plus longs temps de vieillissement.

D’après l’**Equation I.A.6** et l’étude bibliographique, une augmentation de coefficient cinétique en condition isotherme peut être notamment engendrée par une augmentation des coefficients de diffusion des éléments  $\gamma'$ -gènes ou de l’énergie d’interface  $\gamma/\gamma'$  (et par extension, par une augmentation absolue du désaccord paramétrique de maille  $\gamma/\gamma'$ ). En fatigue, ceci est possible grâce à une densité de dislocations plus importante qui accentue la diffusion par effet tunnel et grâce à la déformation du réseau cristallin (*cf. Partie I.A.2.d*).

En outre, comme le prévoit la théorie KV qui définit un coefficient cinétique de grossissement donné par l’**Equation IV.B.1**, les variations de concentration massique et de partition chimique entre phase  $\gamma$  et  $\gamma'$  peuvent aussi modifier les cinétiques [**Kuehmann et al., 1996**]. L’**Equation**

IV.B.1 est écrite en considérant la diffusion d'éléments peu mobiles tels que Cr et Ti comme étant le facteur limitant des phénomènes de vieillissement.

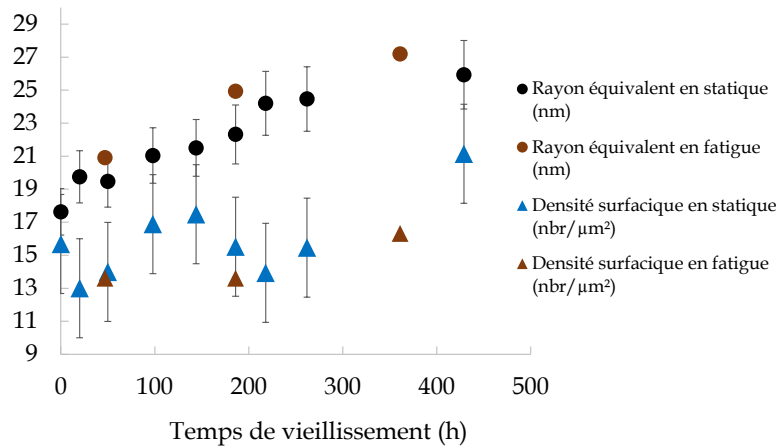
**Equation IV.B.1**

$$K_{KV} = \frac{8\gamma\Omega}{9RT \left[ \frac{C_{Ti}^{\gamma}(1-K_{Ti})^2}{D_{Ti}} + \frac{C_{Cr}^{\gamma}(1-K_{Cr})^2}{D_{Cr}} \right]}$$

avec  $C_{Ti}$  la concentration de la phase  $\gamma$  en élément  $i$  et  $K_i$  le coefficient de partage de  $i$  entre les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  défini par le rapport  $C^{\gamma'}_i/C^{\gamma}_i$ .

A l'échelle d'analyse de nos travaux, il n'est pas possible d'identifier précisément quel paramètre physico-chimique contrôlant les cinétiques de grossissement est affecté par une sollicitation mécanique.

D'après la **Figure IV.B.2**, le nombre de particules en coalescence ne semble pas affecté. La condition «  $R_\epsilon = -1 / 10-0-10 / \epsilon_{max} = 0,2\%$  » n'a pas d'influence sur la cinétique/fréquence de coalescence et impacte essentiellement le mécanisme de mûrissement d'Ostwald (et par extension la taille des particules en coalescence).



**Figure IV.B.2 – Impact de l'essai de fatigue «  $R_\epsilon = -1 / 10-0-10 / \epsilon_{max} = 0,2\%$  » sur la coalescence de précipités.**

Le fait que ce soit essentiellement le mûrissement d'Ostwald qui soit favorisé entraîne *de facto* une augmentation de la distance interparticulaire plus rapide qu'en statique comme illustrée **Figure IV.B.3a**.

Enfin, la fraction surfacique totale de précipités  $\gamma'$  fins suit les variations observées en statique (**Figure IV.B.3b**) : proche des valeurs en statique *i.e.* constante à 47h et 186h d'essai ( $\approx 17,2\%$ ), elle atteint 19,0% à 361h. **Le processus de croissance de précipités  $\gamma'$  n'est donc pas accéléré dans ces conditions dans les zones intragranulaires.**

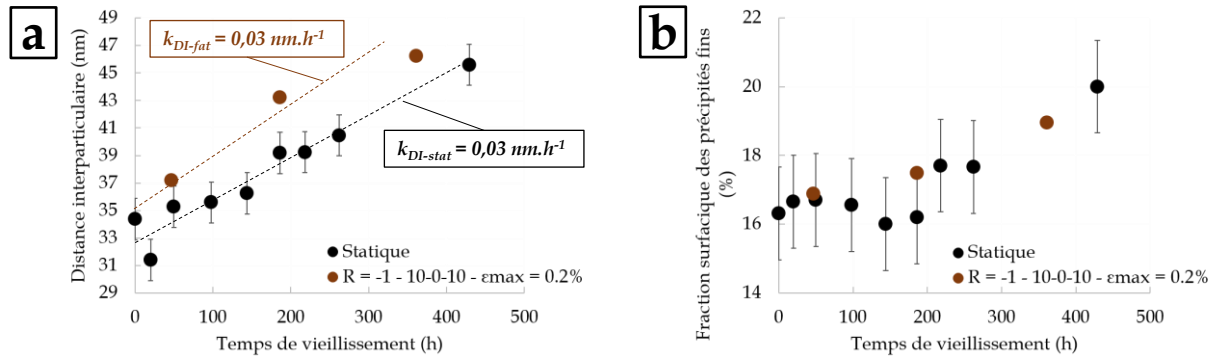


Figure IV.B.3 – Impact d'un chargement de fatigue «  $R_\epsilon = -1 / 10-0-10 / \epsilon_{max} = 0,2\%$  » sur la distance interparticulaire moyenne (a) et la fraction surfacique de précipités  $\gamma'$  fins (b).

#### IV.B.2.b. Cas de la zone intergranulaire

Dans notre analyse, aucune distinction n'est faite selon l'orientation des joints de grains par rapport à l'axe de sollicitation.

L'effet de la condition «  $R_\epsilon = -1 / 10-0-10 / \epsilon_{max} = 0.2\%$  » sur le vieillissement en zone intergranulaire n'est pas tout à fait identique à celui en zone intragranulaire. La différence se fait dans la cinétique de grossissement des précipités  $\gamma'$ . Indiqué sur la **Figure IV.B.4**, le coefficient cinétique apparent aux joints de grains est multiplié par 2 en condition de fatigue, contre 1,5 à cœur de grain. Ainsi, le gradient de taille de précipités identifié entre les deux zones en statique est presque supprimé en fatigue.

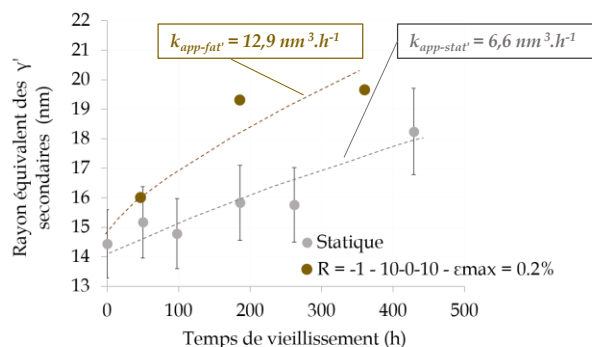


Figure IV.B.4 – Impact d'un chargement de fatigue «  $R_\epsilon = -1 / 10-0-10 / \epsilon_{max} = 0.2\%$  » sur la taille des précipités secondaires aux joints de grains.

Les zones intergranulaires stockent de l'énergie lorsqu'un chargement mécanique est appliqué. D'après Ito *et al.*, cette énergie serait la force motrice de dissolution des précipités aux joints de grain [Ito et al., 2017]. Les processus de dissolution de précipités au profit d'autres précipités qu'impliquent le mûrissement d'Ostwald pourraient donc être favorisés aux joints de grain. La présence de champs de contrainte/déformation spécifiques et d'une énergie stockée aux joints de grain pourraient être responsables du grossissement accéléré des précipités  $\gamma'$  (effet sur la diffusion volumique, sur la dissolution des tertiaires, sur l'énergie totale des interfaces  $\gamma/\gamma'$ ...). **Le processus de grossissement de précipités  $\gamma'$  au voisinage des joints de grains est favorisé par le chargement cyclique.**

#### IV.B.2.c. Bilan intermédiaire

L'introduction d'une déformation totale cyclique de  $\pm 0,2\%$  sans temps de maintien à 750°C :

- Entraîne une augmentation des cinétiques de grossissement des précipités  $\gamma'$ . Cette augmentation est plus intense aux voisinages des joints de grains ;
- N'influence pas le processus de coalescence ;

Cette première condition de fatigue nous permet d'établir que les mécanismes d'évolutions microstructurales à 750°C dans l'AD730™ peuvent bien présenter une dépendance au chargement mécanique. Il nous faut maintenant identifier quel paramètre expérimental contrôle cette dépendance.

### IV.B.3. Identification des paramètres mécaniques contrôlant le vieillissement en conditions de fatigue à 750°C

Afin de faciliter l'analyse de nos données, la page suivante rassemble cinq histogrammes qui suffisent à dégager les principales conclusions de cette partie. Ainsi, sont présentées **page 171** :

- le rayon moyen  $R$  des populations de précipités secondaires, sphériques et en coalescence en **Figure IV.B.5** ;
- la densité  $DS$  des populations de précipités sphériques et en coalescence en **Figure IV.B.6 & 7** ;
- la fraction  $FS$  des précipités fins en **Figure IV.B.8** ;
- les distances interparticulaires moyennes en **Figure IV.B.9**.

Ces histogrammes concernent les analyses faites en zones **intragranulaires**, pour une exposition à 750°C de 186h.

Puisque l'on cherche à comparer ces valeurs à celles obtenues après 186h de vieillissement statique, on normalise les grandeurs mesurées après essais de fatigue par celles obtenues sans déformation cyclique.

**On peut d'ores et déjà remarquer que chacun des essais de fatigue réalisés conduit à une augmentation des cinétiques de vieillissement** : grossissement accéléré des précipités, diminution des  $DS$ ,  $FS$  plus élevées. L'objectif est de savoir quel(s) paramètre(s) expérimental(-aux) les contrôle(nt) et dans quelles mesures.

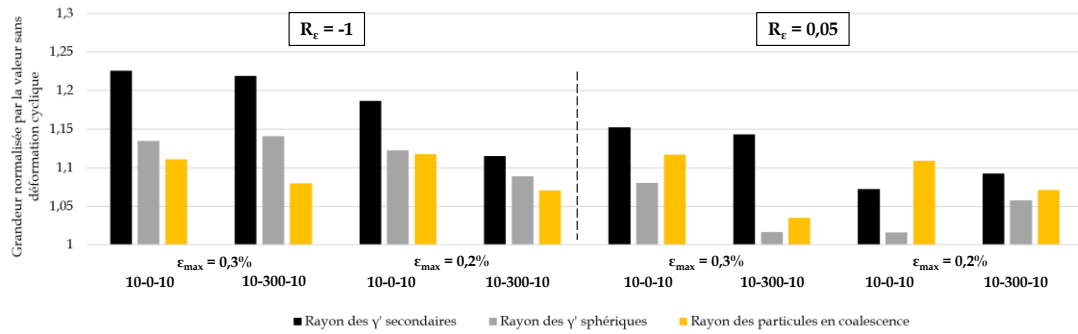


Figure IV.B.6 - Influence d'une déformation cyclique sur la diminution de la DS en précipités sphériques en fonction des conditions d'essais.

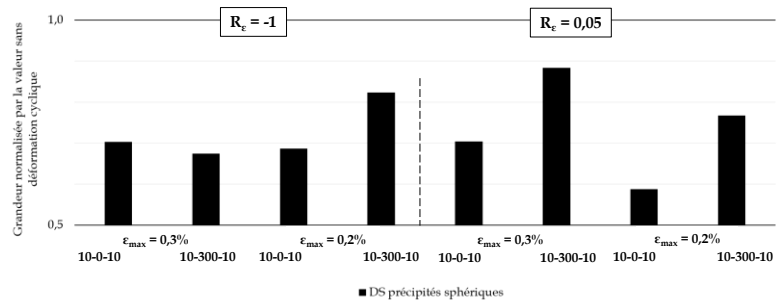


Figure IV.B.7 - Influence d'une déformation cyclique sur la cinétique/fréquence de coalescence en fonction des conditions d'essais.

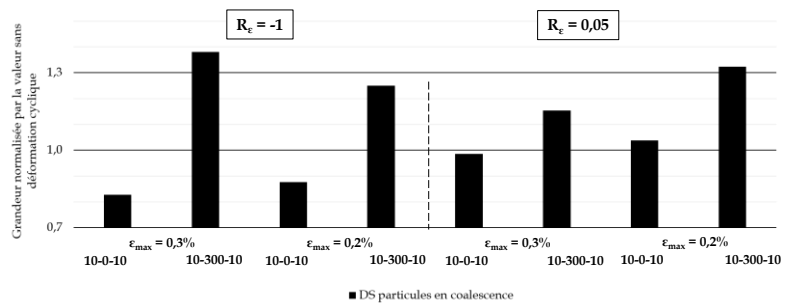


Figure IV.B.8 - Influence d'une déformation cyclique sur l'augmentation de fraction surfacique en  $\gamma'$  en fonction des conditions d'essais.

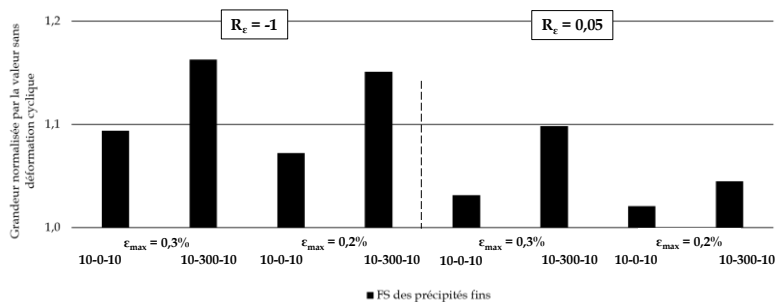
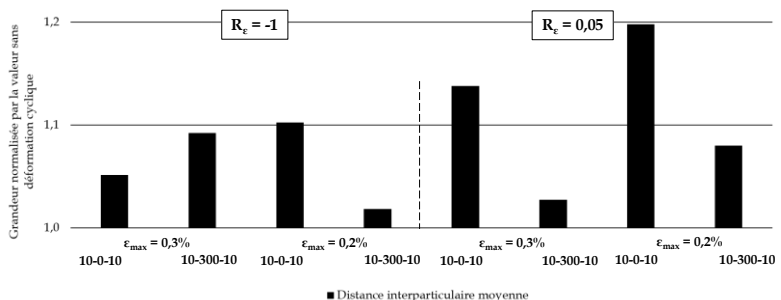


Figure IV.B.9 - Influence d'une déformation cyclique sur l'augmentation de la distance interparticulaire en fonction des conditions d'essais.





#### **IV.B.3.a. Effet de la déformation totale maximale**

C'est principalement les valeurs de  $R$  des populations de précipités secondaires et sphériques qui mettent en évidence l'effet de la déformation totale maximale appliquée (Figure IV.B.5). **Il apparaît nettement que, toute proportion gardée, les essais à  $\epsilon_{max} = 0.3\%$  conduisent à des tailles de précipités supérieures à ceux à  $0.2\%$ .**

Assistée par la déformation, la modification de la solubilité des éléments ainsi que de l'énergie d'interface  $\gamma/\gamma'$  et/ou des cinétiques des phénomènes diffusionnels (*pipe diffusion via dislocations*) peuvent expliquer ce résultat.

Une nuance doit cependant être apportée à ce résultat. On rappelle en effet que les phases de charge et décharge sont toutes de même durée. L'augmentation de  $\epsilon_{max}$  implique par conséquent une augmentation de la vitesse des déformations totale et plastique (nous n'avons pas accès à cette dernière puisque la plasticité macroscopique n'est pas systématiquement activée). En faisant l'hypothèse que la déformation cyclique amplifie les champs locaux de contraintes/déformations aux interfaces  $\gamma/\gamma'$ , on peut supposer que l'accommodation de ces champs aux interfaces est plus difficile pour des vitesses de déformation plus élevées. Le gradient de contraintes/déformations qui est généré autour des précipités catalyserait alors les mouvements diffusionnels permettant le mûrissement. De plus une augmentation de la vitesse de déformation plastique s'accompagnerait d'une augmentation de la densité de dislocations, ce qui pourrait avoir un impact significatif sur les mouvements diffusionnels des éléments  $\gamma'$ -gènes.

On ne saurait cependant ignorer que les variations de vitesse de déformation entre les essais de notre étude sont somme toute faibles, voire négligeables. Les hypothèses formulées dans ce paragraphe sont donc à prendre avec prudence et à confirmer par des analyses spécifiques, par exemple grâce à de la microscopie électronique en transmission pour ce qui est de l'impact du réseau de dislocations sur les cinétiques de grossissement.

#### **IV.B.3.b. Rapport de déformation variable : effet de la compression et/ou de la vitesse de déformation ?**

Toujours en utilisant l'histogramme des tailles de la **Figure IV.B.5**, on constate que les essais menés à  $R_\epsilon = -1$  conduisent systématiquement à des tailles de précipités sphériques plus importantes. Lorsque l'on représente les DTP en pourcentage de particules et que l'on distingue les essais à  $R_\epsilon = 0,05$  et  $-1$ , on met clairement en évidence la « disparition » plus rapide des petits précipités ( $R \in [15 ; 35]$  nm) au profit des plus gros précipités dans le cas  $R_\epsilon = -1$

(Figure IV.B.10). Par ailleurs, on remarque que la différence avec la DTP obtenue en statique est franche.

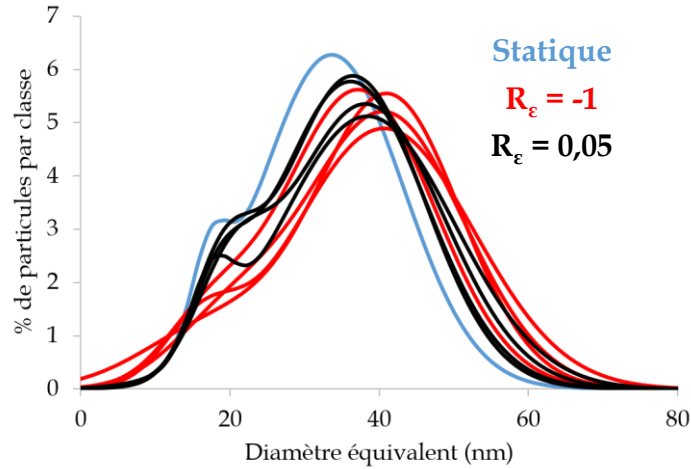


Figure IV.B.10 – DTP obtenues après essais de fatigue avec distinction faite selon le rapport de déformation.

Deux éléments peuvent être avancés pour expliquer l'effet du rapport de charge :

- Comme proposé dans le paragraphe précédent, cela pourrait être dû à un effet des vitesses de déformation, les essais à  $R_\epsilon = -1$  conduisant à des vitesses plus élevées ;
- Les essais à  $R_\epsilon = -1$  ont comme autre différence significative avec les essais à  $R_\epsilon = 0,05$  le fait qu'ils introduisent une phase de compression plus importante. Selon l'essai, la contrainte minimale mesurée est alors comprise entre -300 MPa et -600 MPa, tandis qu'à  $R_\epsilon = 0,05$ , elle ne descend pas en-dessous de -80 MPa pour la condition « 10-300-10 /  $\epsilon_{max} = 0.3\%$  » (cf. **Annexe F**).

Puisque plusieurs paramètres d'essais varient simultanément d'une condition à l'autre, il est difficile d'isoler l'effet de la vitesse de déformation de celui de la phase de compression, et ce d'autant plus qu'ils peuvent être liés. En effet, jusqu'à 800°C, Forestieri *et al.* montrent que le coefficient d'autodiffusion de l'argent en compression dépend de la température et de la vitesse de déformation [Forestieri *et al.* 1989]. Dans leur cas, plus la vitesse de compression est élevée, plus la diffusion est rapide. Certains auteurs utilisent d'ailleurs une loi d'Arrhénius simplifiée reportée **Equation IV.B.2** pour décrire l'évolution d'un coefficient de diffusion  $D_\epsilon$  lorsqu'une déformation  $\epsilon$  est appliquée.  $D_\epsilon$  dépend alors d'une énergie d'activation  $Q'$  et du coefficient de diffusion en statique  $D$  [Ola *et al.*, 2011]. Cette loi va dans le sens d'une diffusion favorisée par la compression.

**Equation IV.B.2** 
$$D_\epsilon = D e^{\frac{\epsilon Q'}{kT}}$$

La **Figure IV.B.11** appuie la conjecture formulée dans ce paragraphe et le précédent selon laquelle la **cinétique de grossissement des précipités secondaires serait notamment dépendante de la vitesse de déformation**.

Enfin, l'histogramme **Figure IV.B.8** montre que les essais fait à  $R_\epsilon = -1$  ont tendance à augmenter la fraction surfacique/volumique totale de phase  $\gamma'$  dans le matériau. En regard, ils ont alors aussi tendance à conduire à des distances interparticulaires moins élevées. **Les essais à  $R_\epsilon = -1$  favorisent donc le processus de germination-croissance.**

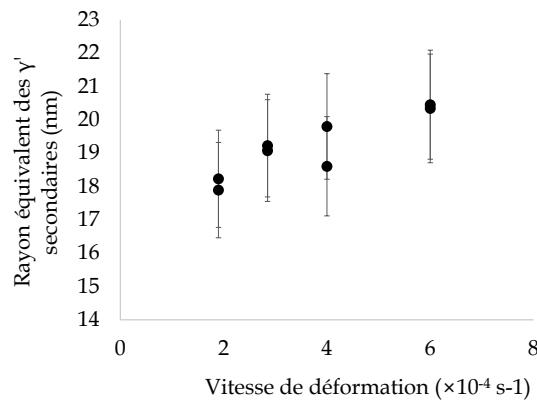


Figure IV.B.11 – Taille des précipités secondaires fonction des vitesses de déformation imposées pendant essais.

**L'influence de la contrainte moyenne sur la taille des précipités sphériques, s'il y en a une, n'est pas d'ordre 1.** Dans le cas des essais de fatigue pure, on montre grâce à la **Figure IV.B.5** que les conditions  $R_\epsilon = 0,05$  ne sont pas plus efficaces que celles à  $R_\epsilon = -1$  pour accélérer le grossissement des précipités sphériques. Or, ces derniers sont réalisés à une contrainte moyenne de -50 MPa contre 220 MPa pour les autres (cf. **Annexe F** pour les valeurs de contraintes).

#### **IV.B.3.c. Introduction d'un temps de maintien à déformation maximale : compétition entre coalescence et précipitation par germination-croissance**

Les différences de cinétiques et de processus d'évolutions microstructurales sont très marquées entre les conditions de fatigue et celles de fatigue-fluage. L'un des résultats les plus notoires est le fait que **l'introduction d'un temps de maintien favorise le mécanisme de coalescence de précipités**. En effet, d'après l'histogramme de la **Figure IV.B.7**, la *DS* de particules en coalescence est systématiquement plus élevée en fatigue-fluage.

Allant à l'encontre de cette observation, on constate d'après la **Figure IV.B.6** que les essais de fatigue-fluage entraînent une diminution moins rapide de la *DS* des précipités  $\gamma'$  sphériques.

Ainsi le phénomène de précipitation par germination-croissance semble aussi être favorisé par le maintien à  $\varepsilon_{max}$ .

Ces deux constats s'appuient sur les points suivants :

- **La distance interparticulaire moyenne après essais de fatigue-fluage est presque systématiquement plus petite qu'après essais de fatigue pure (Figure IV.B.9).**

Ceci est à la fois une conséquence de la précipitation de nouvelles particules et du mécanisme de coalescence qui n'implique pas la dissolution à proprement parler d'un précipité, comme c'est le cas du mûrissement d'Ostwald vraisemblablement accéléré en fatigue pure.

- **La fraction surfacique  $FS$  totale augmente plus vite en fatigue-fluage qu'en fatigue pure (Figure IV.B.8).**

D'une part, d'après les conjectures faites sur le vieillissement en statique, la coalescence de précipités  $\gamma'$  fins dans l'AD730™ à 750°C impliquerait de la précipitation de phase  $\gamma'$ . D'autre part, la germination-croissance de nouveaux précipités entraîne par essence une augmentation de  $FS$ .

- **Les valeurs de densités surfaciques  $DS$  en précipités sphériques diminuent moins vite en fatigue-fluage (Figure IV.B.6).**

En effet, si la coalescence fait bien diminuer  $DS$ , la précipitation de particules la fait en contrepartie augmenter. Cela explique aussi pourquoi il y a relativement **peu de différences dans les tailles de précipités mesurées entre les essais en fatigue pure et fatigue-fluage** : la coalescence contribue au grossissement moyen des précipités  $\gamma'$  tandis que la précipitation de nouvelles particules tend à diminuer la taille moyenne.

D'une part, l'augmentation de la cinétique/fréquence de coalescence en fatigue-fluage « 10-300-10 » à 750°C est en accord avec les résultats de la littérature concernant la coalescence orientée de précipités  $\gamma'$  cubiques pendant le fluage de superalliages monogranulaires à haute température (*cf. Partie I.A.2d*).

D'autre part, le maintien en charge pourrait contribuer à l'augmentation du taux de germination en favorisant la diffusion volumique en éléments  $\gamma'$ -gènes [Sauthoff, 1996].

La Figure IV.B.12 montre que **le paramètre qui contrôle le nombre de particules en coalescence est la contrainte moyenne** pendant essai (*N.B.*: en fatigue-fluage, la contrainte moyenne est assimilée à la moyenne temporelle mesurée pendant les temps de maintien).

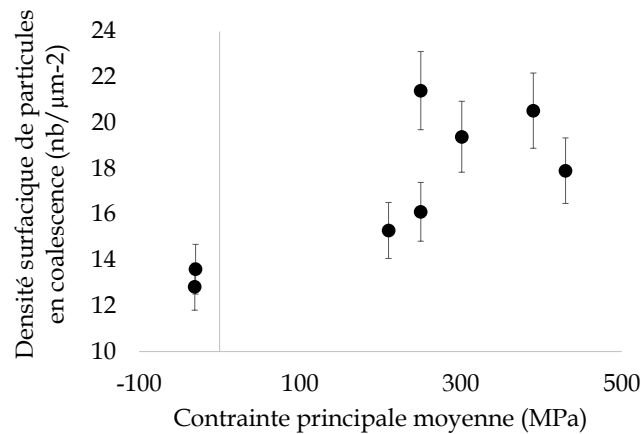


Figure IV.B.12 - Densité surfacique des précipités en coalescence en fonction de la contrainte principale moyenne pendant essai.

La différence de vieillissement en fatigue pure ou fatigue-fluage est illustrée Figure IV.B.13 par des clichés MEB-FEG de la microstructure  $\gamma'$ .

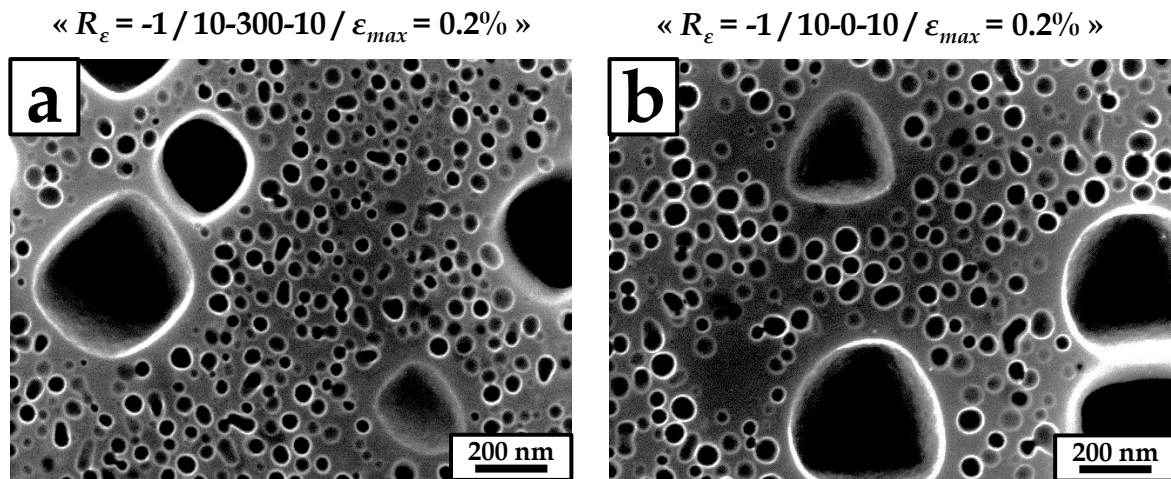
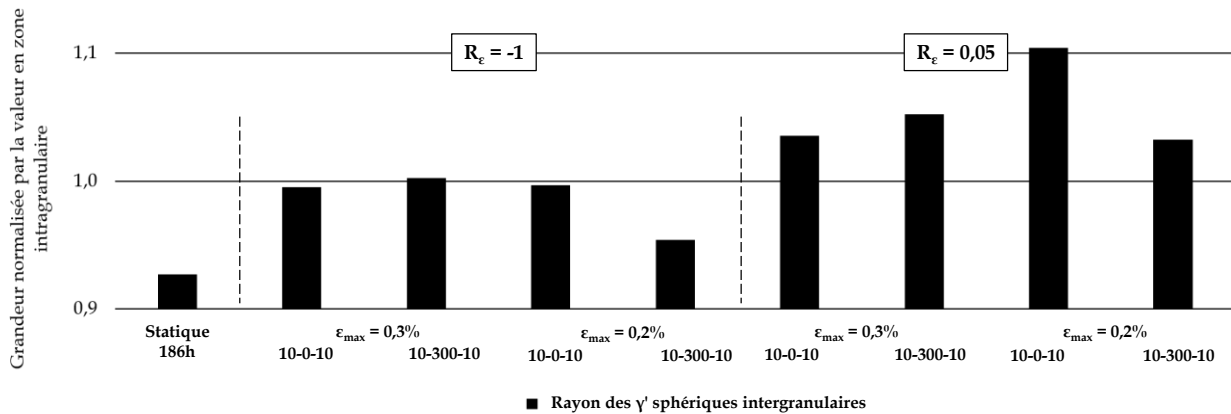


Figure IV.B.13 - Microstructure de précipitation après un essai de 186h en fatigue-fluage (a) ou fatigue pure (b) : la coalescence est accélérée en fatigue-fluage ; le mûrissement d'Ostwald en fatigue pure.

En somme, sous sollicitation de fatigue-fluage, il y a donc une **interaction synergique** de la coalescence et de la précipitation de phase  $\gamma'$  sur la fraction surfacique de phase  $\gamma'$ . En revanche, sur la taille moyenne et la densité de précipités  $\gamma'$ , ce sont des **interactions antagonistes** qui se produisent.

#### IV.B.3.d. Cas de la zone intergranulaire

L'histogramme présenté en **Figure IV.B.14** permet de comparer l'influence des essais de fatigue sur les précipités sphériques des zones inter- et intra- granulaires.



**Figure IV.B.14 – Comparaison entre taille de précipités sphériques en zone inter- ou intra- granulaires selon les conditions d'essais. Le gradient de microstructure observé en statique est supprimé voire inversé en fatigue.**

On peut alors confirmer l'une des hypothèses de la partie **IV.B.2** selon laquelle **en fatigue, le grossissement des précipités  $\gamma'$  est plus fortement accéléré aux joints de grains**. En effet, le « retard de grossissement » observé en statique ne se retrouve pas après 186h d'essais de fatigue.

Mieux encore, on constate que le gradient de taille de précipités mis en évidence en statique s'inverse pour les essais réalisés avec un rapport  $R_\epsilon = 0,05$ . Ce résultat est certainement à attribuer à l'effet de la phase de compression introduite pour les essais à rapport de déformation négatif. Cependant, dans le cadre de notre étude, nous n'avons pas investigué plus en détails ces résultats.

Les états de chimie/contraintes/déformations spécifiques aux joints de grains restent responsables de la cinétique de vieillissement accélérée dans ces zones.

Globalement, l'analyse des autres grandeurs obtenues aux joints de grains mène aux mêmes conclusions qu'en zone intragranulaire.

### Bilan du Chapitre IV

L'étude du vieillissement de la précipitation  $\gamma'$  fine et bimodale de la microstructure F à 750°C a d'abord été réalisée en condition statique jusqu'à 429h d'exposition.

Il en ressort que les processus de **mûrissement d'Ostwald**, de **coalescence**, de **germination** et de **croissance** sont activés. Selon l'état énergétique du système  $\gamma/\gamma'$  et de la distribution particulière, tous deux fonctions du temps de vieillissement, ces quatre mécanismes n'ont pas le même degré d'influence sur la microstructure.

Ainsi, mûrissement et germination-croissance semblent être prépondérants en début de vieillissement jusqu'à ce que ce soit le mécanisme de coalescence qui prenne le dessus. Des **interactions « en série »** entre mécanismes sont donc identifiées.

Globalement, on observe une diminution du nombre de précipités et une augmentation de la taille moyenne conduisant à une population monomodale de précipités  $\gamma'$  fins.

Les précipités en zone intergranulaire grossissent moins vite.

Grâce aux essais de fatigue, on peut conclure que:

- **une déformation cyclique (macro)élastique accélère les cinétiques de vieillissement ;**
- le mûrissement d'Ostwald est essentiellement dépendant du rapport de charge, et éventuellement par extension, de la vitesse de déformation/de la densité de dislocations. De plus, l'introduction d'une phase compressive accentue le phénomène de mûrissement;
- un temps de maintien à déformation maximale « catalyse » les mécanismes de germination-croissance et de coalescence de précipités via la contrainte moyenne principale. Ces mécanismes ont des **interactions antagonistes** sur la taille et le nombre des précipités et des **interactions synergiques** sur la fraction volumique de phase  $\gamma'$ .
- les précipités intergranulaires grossissent plus vite que ceux en zone intragranulaire, cet effet étant accentué pour un rapport de déformation positif.

L'ensemble de ces résultats va nous permettre d'apporter des clefs de compréhension des phénomènes identifiés lors des essais de propagation de fissure dans le **Chapitre III**.



**CHAPITRE V**  
*Rôles des interactions  
fatigue-fluage-oxydation-  
vieillessement  
sur le comportement en  
propagation de fissure*

*Un sourire de coûte rien et produit beaucoup  
Il enrichit ceux qui le reçoivent, sans appauvrir ceux qui le donnent  
Il ne dure qu'un instant mais son souvenir est parfois éternel  
Personne n'est assez riche pour pouvoir s'en passer  
Personne n'est trop pauvre pour ne pas le donner*  
Raoul Follereau, Un sourire

## Table des Matières du Chapitre V

### **Chapitre V : Rôles des interactions fatigue-fluage-oxydation-vieillissement sur le comportement en propagation de fissure**

#### **V.A. Comportement de la microstructure « gros grains » G lors d'une exposition statique à 750°C.....184**

##### **V.A.1. Vieillissement statique à 750°C de la microstructure $\gamma'$ type « gros grains » G.....184**

V.A.1.a. Caractérisation du vieillissement *via* microscopie MEB-FEG et DTP.....184

V.A.1.b. Evolution de la taille moyenne des précipités  $\gamma'$  et identification de lois empiriques.....187

V.A.1.c. Evolution de la densité/fraction surfacique.....188

V.A.1.d. Cas des particules en coalescence.....189

V.A.1.e. Bilan intermédiaire.....191

##### **V.A.2. Oxydation statique à 750°C de la microstructure « gros grains » G.....191**

V.A.2.a. Identification par EDS des types d'oxydes formés.....191

V.A.2.b. Lois cinétiques empiriques de croissance d'oxydes.....195

V.A.2.c. Etude de la déplétion sous-jacente en précipités  $\gamma'$ .....197

<b><i>V.B. Mécanismes physico-chimiques responsables d'une propagation de fissure type « Domaine I ».....</i></b>	<b><i>199</i></b>
<b><i>V.B.1. Conditions d'essais conduisant à un Domaine I.....</i></b>	<b><i>199</i></b>
<b><i>IV.B.2. Contributions des mécanismes de fluage, oxydation et vieillissement microstructural.....</i></b>	<b><i>202</i></b>
V.B.2.a. Influence de l'introduction d'un temps de maintien sous vide.....	202
V.B.2.b. Influence de l'environnement.....	210
V.B.2.c. Influence de l'état initial de la microstructure.....	219
V.B.2.d. Influence du niveau de $\Delta K_i$ .....	220
V.B.2.e. Influence de la durée des paliers de maintien.....	222
V.B.2.f. Influence de la taille de grain.....	223
<b><i>IV.B.3. Effets d'écrantage en relation avec la structure granulaire.....</i></b>	<b><i>225</i></b>
V.B.3.a. Branchements, déflexions et désorientation entre grains.....	225
V.B.3.b. Fermeture de fissure.....	227
<b><i>V.C. Transition Domaines I/II et analyse du Domaine II.....</i></b>	<b><i>230</i></b>
<b><i>V.C.1. Paramètres d'essais gouvernant la valeur du <math>\Delta K</math> de transition..</i></b>	<b><i>230</i></b>
<b><i>V.C.2. Propagation de fissure dans le Domaine II.....</i></b>	<b><i>233</i></b>
<b><i>Bilan du Chapitre V.....</i></b>	<b><i>237</i></b>

## Chapitre V : Rôles des interactions fatigue-fluage-oxydation-vieillissement sur le comportement en propagation de fissure

Ce dernier chapitre a pour principal objectif de faire la lumière sur les phénomènes non-classiques de propagation de fissure en fatigue-fluage mis en évidence dans le **Chapitre III**. A l'aide d'études complémentaires et de résultats issus de la littérature, les mécanismes physico-chimiques activés en pointe de fissure sont abordés. L'axe de discussion se focalise sur la nature et le rôle des interactions entre ces mécanismes, si tant est qu'ils interagissent. *In fine*, on souhaite être capable de déterminer quels paramètres expérimentaux, intrinsèques ou extrinsèques, gouvernent le phénomène de ralentissement de la propagation de fissure.

Le présent chapitre est alors organisé en trois parties.

La première partie fait office de préambule en décrivant le comportement en statique de la microstructure « gros grains » G utilisée pour les essais de propagation de fissure. On y aborde ainsi le vieillissement  $\gamma'$  statique et l'oxydation de la microstructure « gros grains » G à 750°C. Les deux parties suivantes se concentrent respectivement sur l'analyse du **Domaine I** puis du **Domaine II** de propagation de fissure identifiés dans le **Chapitre III**. On rappelle que dans le cadre de cette étude, le **Domaine I** correspond au domaine où les vitesses de propagation calculées diminuent avec la valeur de  $\Delta K$ . Il se caractérise parfois par des arrêts de la propagation, voire des phases de non-propagation. Le **Domaine II** est similaire au régime II décrit dans la partie bibliographique, à savoir un domaine où la vitesse de propagation augmente de manière continue avec la valeur de  $\Delta K$  et pour lequel une loi puissance de type Paris décrit correctement le processus.

## V.A. Comportement de la microstructure « gros grains » G lors d'une exposition statique à 750°C

Comme cela a été présenté dans la **Partie C** du **Chapitre II**, les microstructures « gros grains » G et F à  $t = 0h$  diffèrent l'une de l'autre à l'échelle de la précipitation  $\gamma'$  (Rappel : G tient pour *grossière*, F pour *fine*). Elles sont respectivement utilisées pour les études abordées dans les **Chapitres III** et **IV**. Le vieillissement microstructural de la phase  $\gamma'$  à 750°C n'est donc pas identique en statique entre ces deux microstructures et, dans un premier temps, cette **Partie A** développe de manière spécifique le vieillissement  $\gamma'$  de la microstructure « gros grains » G.

Puisque ce **Chapitre V** est notamment l'occasion de discuter des effets d'oxydation, il convient d'étudier ce phénomène en condition statique sur une surface polie-miroir de référence. Dans un second temps donc, nous nous emploierons à décrire la structure des couches d'oxydes formées à 750°C, leur cinétique de croissance et l'impact que ce phénomène a sur la microstructure  $\gamma'$  sous-jacente.

### V.A.1. Vieillessement statique à 750°C de la microstructure $\gamma'$ type « gros grains » G

#### V.A.1.a. Caractérisation du vieillissement via microscopie MEB-FEG et DTP

L'étude de l'état de précipitation  $\gamma'$  sur la microstructure « gros grains » G est réalisé sur une éprouvette CT32 après traitement thermique « gros grains » ( $t = 0h$ ), après essai de fissuration à 750°C ( $t = 200h$ ) et enfin sur l'éprouvette *post-rupture* après différents temps d'exposition à 750°C dans un four à résistance ( $t = 315h, 500h, 667h$  et  $935h$ ). La plage de temps

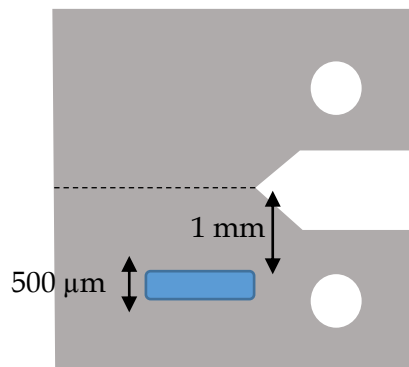


Figure V.A.1 – Zone d'analyse du vieillissement statique de la microstructure  $\gamma'$  sur les éprouvettes CT32.

de vieillissements analysés permet de balayer des temps d'exposition de l'ordre de grandeur des temps d'essais de fissuration et des temps de propagation dans les **Domaines I**.

La zone analysée pour chaque temps de vieillissement est systématiquement la même et est illustrée sur le schéma **Figure V.A.1**. Elle est choisie loin du plan de fissuration donc dans une zone faiblement chargée mécaniquement et hors des zones plastifiées. Ladite zone est de nouveau polie & attaquée entre chaque vieillissement & analyse afin d'effacer les effets de révélations antérieurs.

La **Figure V.A.2** présente l'état de précipitation  $\gamma'$  fine à différents temps de vieillissement à 750°C pour la microstructure « gros grains » G en zone intragranulaire. Les DTP correspondantes sont rassemblées sur la **Figure V.A.3**.

A l'échelle des précipités  $\gamma'$  fins (*i. e.* non cubiques) et à  $t = 0h$ , la population  $\gamma'$  est mieux décrite en la considérant comme trimodale tandis que la microstructure « gros grains » F du **Chapitre IV** possède une population sphérique bimodale. La trimodalité des précipités  $\gamma'$  fins est mise en évidence sur les DTP **Figure V.A.3** : c'est la catégorie des plus petits précipités qui peut être scindée en deux populations que l'on nommera pour le reste du chapitre les précipités tertiaires **fins** et **grossiers**. Ces précipités tertiaires sont sphériques et se localisent autour des précipités  $\gamma'$  cubiques (**Figure V.A.2a**), ce qui est aussi le cas dans la microstructure « gros grains » F mais dans des proportions bien moindres.

A cause de refroidissements pas assez rapides pendant le traitement thermique « gros grains », la microstructure G présente à  $t=0h$  des précipités  $\gamma'$  secondaires sphériques aux morphologies variées et plutôt éloignées d'une forme sphérique (*cf* **Chapitre II, Partie B**). Cette observation est confirmée par une mesure de rapport de forme moyen de cette population qui est d'environ 1,22 (contre 1,00 pour une sphère projetée parfaite).

**Figure V.A.3**, on constate que l'éloignement des DTP de la morphologie asymptotique LSW est très marqué pour le cas de la microstructure G.

*N.B. : On précise que les données microstructurales à  $t = 0h$  présentées dans le **Chapitre II Partie C** sont établies en considérant une population bimodale de précipités non cubiques, et ce par souci de facilité de comparaison entre les microstructures « gros grains » G & F. En revanche, dans ce présent chapitre qui se concentre sur le vieillissement de la précipitation  $\gamma'$ , on considère la microstructure à  $t = 0h$  comme trimodale.*



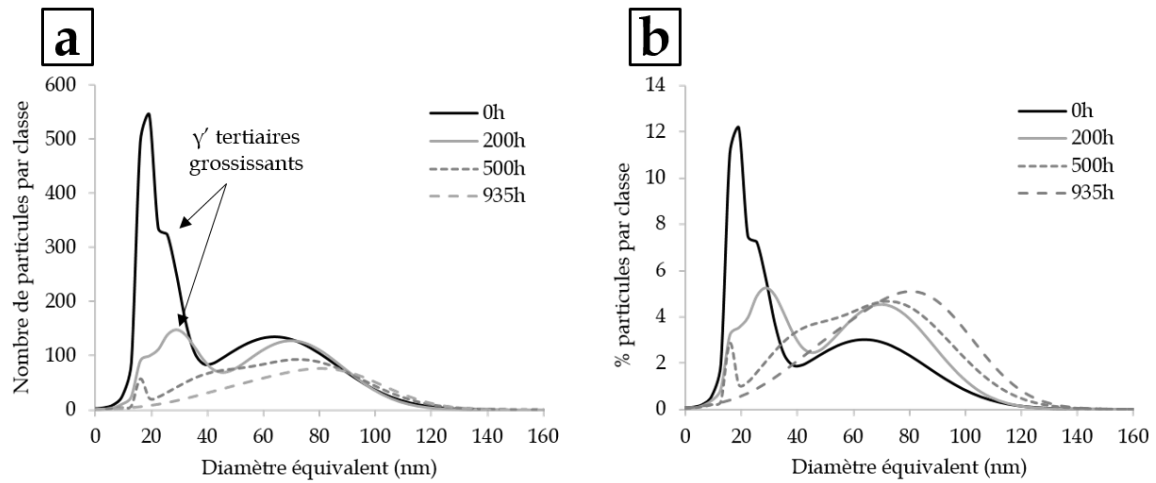


Figure V.A.3 - Evolution des DTP des populations fines de précipités  $\gamma'$  : (a) en nombre, (b) en %.

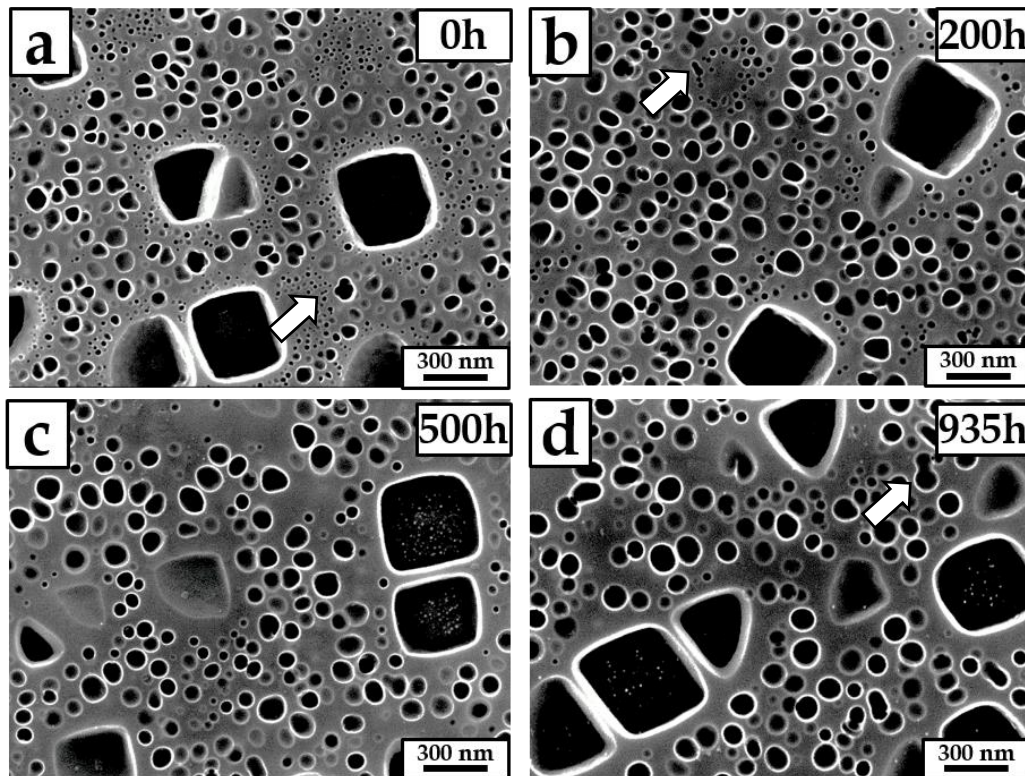


Figure V.A.2 - Microstructure  $\gamma'$  quadrimodale de la version « gros grains » G de l'AD730™ (MEB-FEG (SE)).  
Après un vieillissement à 750°C de (a) 0h, (b) 200h, (c) 500h, (d) 935h.  
Les flèches blanches désignent des particules en coalescence.

Les clichés MEB-FEG (SE) **Figure V.A.2** nous renseignent sur plusieurs évolutions microstructurales intragranulaires au cours du vieillissement à 750°C :

- Les précipités  $\gamma'$  tertiaires au voisinage des précipités  $\gamma'$  cubiques sont de moins en moins nombreux et grossissent au fil du temps ;
- Cette observation est aussi valable pour la population de précipités  $\gamma'$  secondaires non-cubiques. En outre, leur morphologie tend vers une forme sphérique au cours du vieillissement. A 200h, le rapport de forme est abaissé à 1,05. Entre 500h et 935h, le rapport de forme n'évolue plus et est d'environ 1,02 ;
- La diminution du nombre de précipités  $\gamma'$  tertiaires conduit à une légère déplétion en précipités  $\gamma'$  fins autour des précipités cubiques lorsque le temps de vieillissement est suffisamment long ( $> 500h$ ).

Des particules en coalescence sont observables à la fois au sein de la population de précipités secondaires sphériques que de précipités tertiaires. Quelques particules sont mises en évidence sur les images **Figure V.A.2**.

En outre, on peut observer à partir de 500h de vieillissement une précipitation inverse de phase  $\gamma$  à l'intérieur des précipités cubiques sous forme de très petites billes blanches non dissoutes par l'attaque chimique à l'eau régale.

Les DTP nous permettent de préciser le scénario d'évolution de la précipitation dans la microstructure G : la taille moyenne des précipités  $\gamma'$  tertiaires **grossiers** augmente au cours du temps ; la DTP associée se déplace alors du domaine des tailles de précipités tertiaires au domaine des tailles de précipités secondaires (**Figure V.A.3**). *In fine*, la population de précipités  $\gamma'$  fins est mieux décrite par un état bimodal au-delà de 667h de vieillissement. Puisque la taille des précipités secondaires augmente aussi, le mécanisme de mûrissement d'Ostwald semble donc être actif entre plusieurs populations de précipités  $\gamma'$  : entre tertiaires grossiers & fins d'une part et entre tertiaires et secondaires sphériques d'autre part.

#### **V.A.1.b. Evolution de la taille moyenne des précipités $\gamma'$ et identification de lois empiriques**

La **Figure V.A.4** présente l'évolution des tailles moyennes de l'ensemble des précipités fins, des précipités secondaires sphériques et des précipités tertiaires grossiers. Le coefficient cinétique de grossissement apparent  $k_{app}$  associé à une loi temporelle cubique est précisé pour chaque population. Les graphes présentent aussi l'évolution des tailles de précipités mesurées en zones intergranulaires.

On constate alors que la cinétique de grossissement statique des précipités secondaires

sphériques est plus rapide dans la microstructure « gros grains » G que F (respectivement  $k_{app}$  de  $34,45 \text{ nm}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  et  $12,11 \text{ nm}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ). Le grossissement de la population de précipités tertiaires grossiers peut aussi être décrit par une loi cubique de coefficient cinétique  $k_{app} = 10,38 \text{ nm}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ . Cette valeur est proche de celle obtenue pour les précipités  $\gamma'$  secondaires sphériques de la microstructure F et ces derniers ont des tailles relativement proches des précipités  $\gamma'$  tertiaires grossiers de la microstructure G.

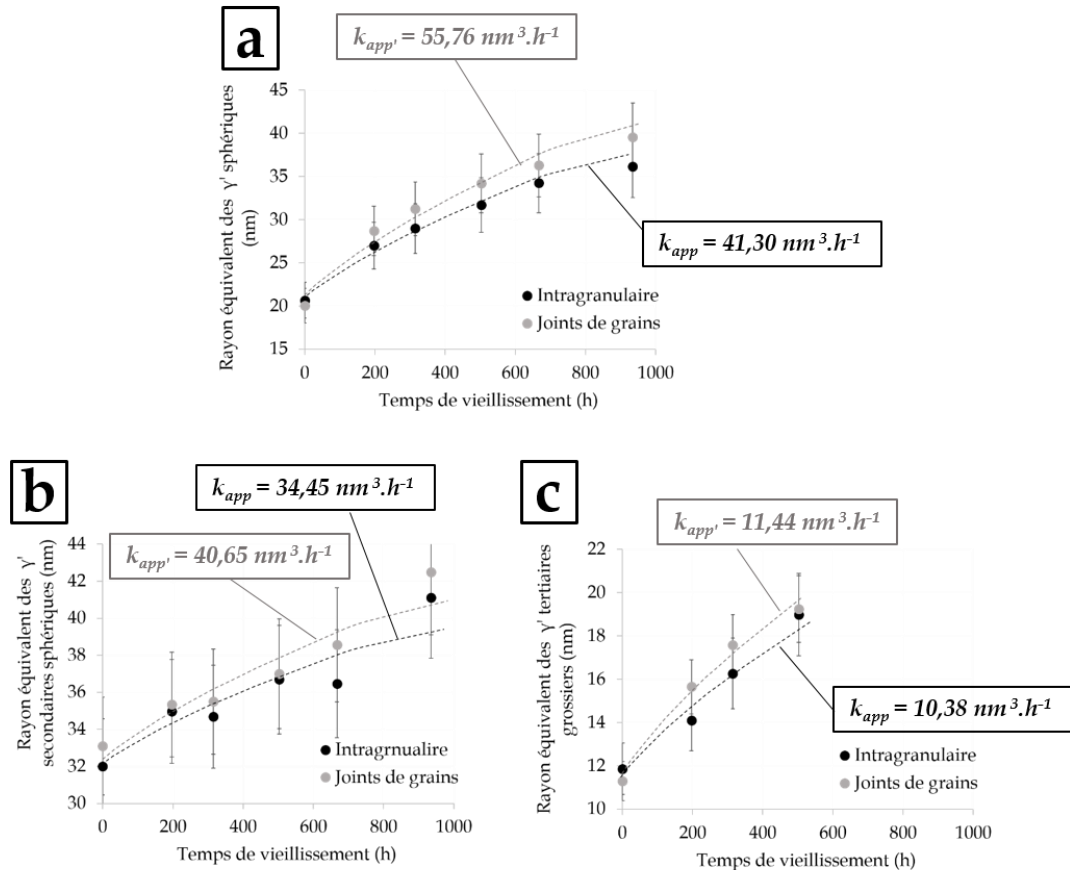


Figure V.A.4 – Evolution au cours du vieillissement des rayons équivalents : (a) des précipités fins sphériques, (b) des précipités secondaires sphériques, (c) des précipités tertiaires grossiers.

$k_{app}$  est le coefficient cinétique apparent intragranulaire,  $k_{app'}$  vaut pour la région intergranulaire.

Enfin, au contraire de ce qui est mis en évidence sur la microstructure F, les précipités  $\gamma'$  grossissent plus vite en zones intergranulaires

#### V.A.1.c. Evolution de la densité/fraction surfacique

La diminution du nombre de précipités fins intragranulaires au cours du temps est confirmée par l'étude de la densité surfacique qui se trouve **Figure V.A.5a**.

Les valeurs de fractions surfaciques sont reportées sur le graphe **Figure V.A.5b**. On observe

une diminution de la fraction surfacique avec le temps, ce qui irait dans le sens d'une **fraction volumique constante** dans le cas où le grossissement des précipités se fait par mûrissement d'Ostwald et coalescence. Dès  $t = 0h$ , il semblerait donc que, contrairement à la microstructure F, la microstructure « gros grains » G soit peu sursaturée en éléments  $\gamma'$ -gènes et que les processus de précipitation par germination-croissance soient peu actifs. Une des réserves à émettre à ce propos est que la plage de temps de vieillissement analysée n'est pas la même entre les deux types de microstructure. En particulier, les temps de vieillissement courts ( $< 100h$ ) ne sont pas présentés ici. Ainsi, les phénomènes de germination-croissance ne sont tout simplement peut-être plus actifs après 200h de vieillissement.

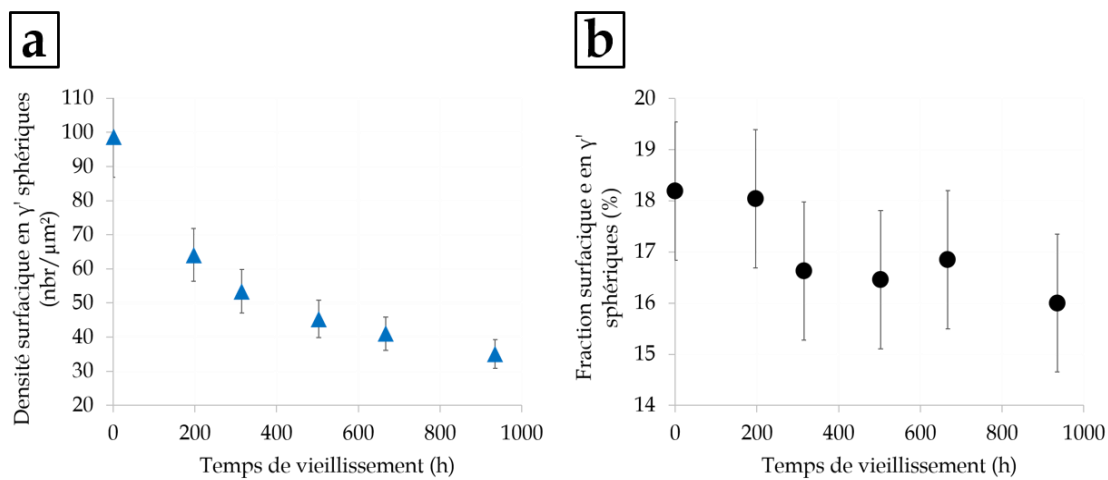


Figure V.A.5 – Evolution au cours du vieillissement : (a) de la densité surfacique et (a) de la fraction surfacique des précipités  $\gamma'$  fins sphériques.

#### V.A.1.d. Cas des particules en coalescence

Concernant les particules en coalescence, comme déjà indiqué dans le **Chapitre II Partie C**, seul un comptage manuel est effectué. En effet, le critère de rapport de forme qui est utilisé pour distinguer les précipités  $\gamma'$  sphériques des particules en coalescence dans la microstructure F n'est pas applicable dans le cas de la microstructure G. Ceci est dû à la trop grande variété de morphologies au sein de la population de précipités secondaires sphériques. Les valeurs de DS de particules en coalescence mesurées sont présentées sur la **Figure V.A.6** pour les populations de précipités  $\gamma'$  secondaires et tertiaires.

Voici les informations que l'on peut déduire de l'analyse de la **Figure V.A.6** :

- Le nombre de particules en coalescence au sein de la population de précipités secondaires augmente avec le temps tandis qu'il diminue au sein de la population de précipités

tertiaires. Cette dernière observation est vraisemblablement reliée à la diminution du nombre total de précipités tertiaires, ce qui abaisse la probabilité de coalescence entre particules.

- Le nombre de particules en coalescence au sein de la population de précipités secondaires est très inférieur à ce qui est obtenu pour la microstructure F : de 0 à 2,3 particules/ $\mu\text{m}^2$  pour la microstructure G contre environ 16 particules/ $\mu\text{m}^2$  pour la microstructure F. Le processus de coalescence a plus de difficultés à se mettre en place dans la microstructure G et il faut que le temps d'exposition à 750°C soit suffisamment long pour qu'il soit activé au sein de la population de précipités secondaires. Deux explications peuvent être proposées pour comprendre ce résultat :
  - La première est que la diffusion d'éléments  $\gamma'$ -gènes en surface et à cœur des précipités  $\gamma'$  secondaires sphériques participerait en priorité à l'évolution d'une morphologie initiale de type cubique/dendritique observée à  $t=0h$  vers une morphologie sphérique ;
  - La seconde se base sur l'hypothèse formulée en fin de **Partie A** du **Chapitre IV** selon laquelle la sursaturation en éléments  $\gamma'$ -gènes participe/favorise la coalescence de deux précipités. En admettant que cette hypothèse est valide, puisque dans la microstructure G il semble que la sursaturation en éléments  $\gamma'$ -gènes soit faible, alors les processus de coalescence sont peu favorisés.

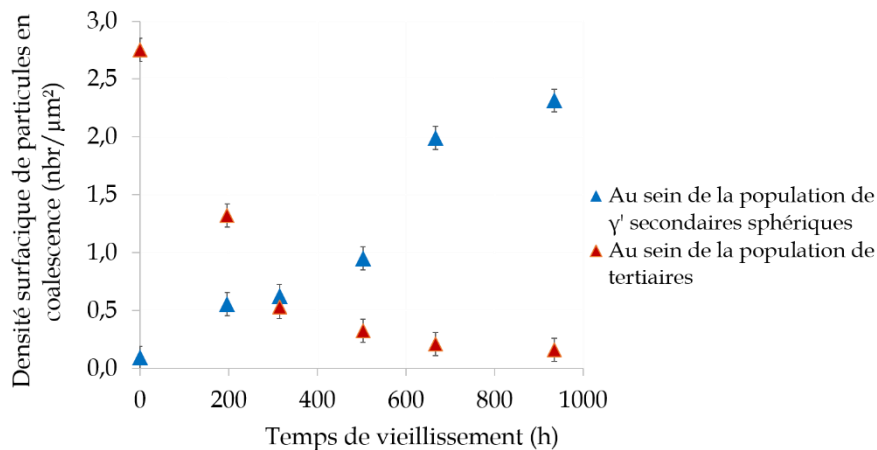


Figure V.A.6 – Evolution au cours du vieillissement : (a) de la densité surfacique et (a) de la fraction surfacique des précipités  $\gamma'$  fins sphériques.

#### V.A.1.e. Bilan intermédiaire

De fortes similitudes existent entre le vieillissement à 750°C de la microstructure « gros grains » G et celui de la microstructure F. La taille moyenne des précipités  $\gamma'$  fins augmente avec le temps de vieillissement et le nombre de précipités total diminue. Des particules en coalescence peuvent être observées, ce qui indique que les mécanismes de mûrissement d'Ostwald et de coalescence sont tous deux activés.

Les différences de vieillissement à 750°C de la microstructure  $\gamma'$  G comparée à la microstructure  $\gamma'$  F sont les suivantes :

- L'état de précipitation  $\gamma'$  fine non-cubique est trimodale et non bimodale ;
- Les précipités secondaires non-cubiques ne sont pas parfaitement sphériques en début de vieillissement et sont plus gros que dans la microstructure F. Ils évoluent néanmoins vers une morphologie sphérique avec le temps de vieillissement ;
- La cinétique de grossissement apparente est plus rapide dans le cas des précipités secondaires sphériques ;
- Les précipités  $\gamma'$  grossissent plus vite en zone intergranulaire ;
- La coalescence de précipités est très peu activée et il semble que la sursaturation en éléments  $\gamma'$ -gènes de la matrice est moins importante que dans la microstructure F.

A cet effet, les parallèles effectués entre les résultats du **Chapitre IV** et les évolutions microstructurales sur microstructure G en pointe de fissure ne peuvent se faire que par extrapolation.

#### V.A.2. Oxydation statique à 750°C de la microstructure « gros grains » G

L'étude de l'oxydation statique de notre matériau nous permet d'avoir un aperçu des phénomènes liés à l'environnement prenant place en pointe de fissure et doit nous renseigner sur les différences de comportement face à l'oxydation en pointe de fissure ou sur une surface de référence polie-miroir non chargée.

##### V.A.2.a. Identification par EDS des types d'oxydes formés

Des échantillons d'AD730™ « gros grains » G polis-miroir sont exposés à 750°C dans un four à résistances. Les temps d'exposition étudiés sont : 20h, 50h, 100h, 260h, 500h et 750h.



Le protocole de préparation pour observer la surface oxydée en coupe en microscopie EDS est détaillé dans le **Chapitre II**.

L'identification des types d'oxyde qui se forment à 750°C est faite en confrontant des cartographies et profils EDS de teneur relative en éléments chimiques avec les données de la littérature. Ainsi, d'après les travaux de thèse de Louis Thébaud [Thébaud, 2016] et en accord avec les stabilités thermodynamiques des différents oxydes, on s'attend à obtenir des oxydes de chrome, de titane et d'aluminium. L'objectif ici n'est pas de faire une analyse quantitative et stœchiométrique précise des oxydes, mais d'identifier l'empilement des différents types d'oxydes et leur évolution dans le temps.

Les cartographies EDS obtenues après 20h et 750h d'oxydation à 750°C sont présentées **Figures V.A.7 et 8** et sont données en concentration atomique. Seuls les éléments chimiques Ni, Ti, Al, Cr et O sont analysés dans cette partie, les teneurs en autres éléments constitutifs de l'AD730™ n'affichant que très peu de variations en cartographie ou profil.

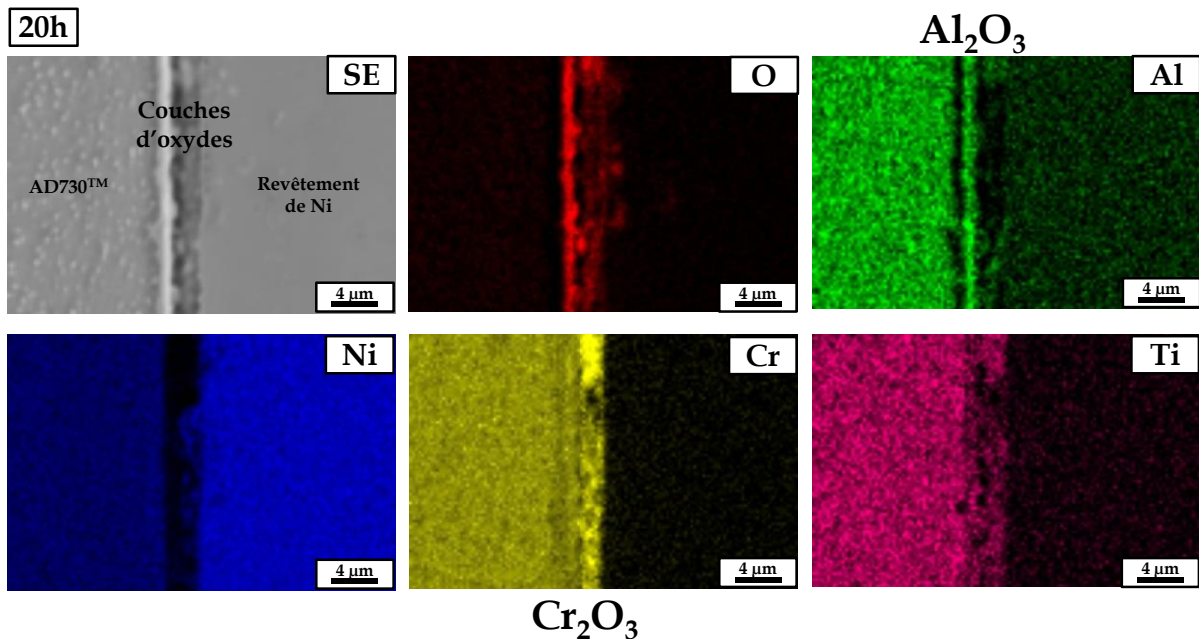


Figure V.A.7 – Analyses *via* microscopie EDS des oxydes s'étant formés après 20h d'exposition à 750°C: les premiers oxydes à se former sont la chromine puis l'alumine.



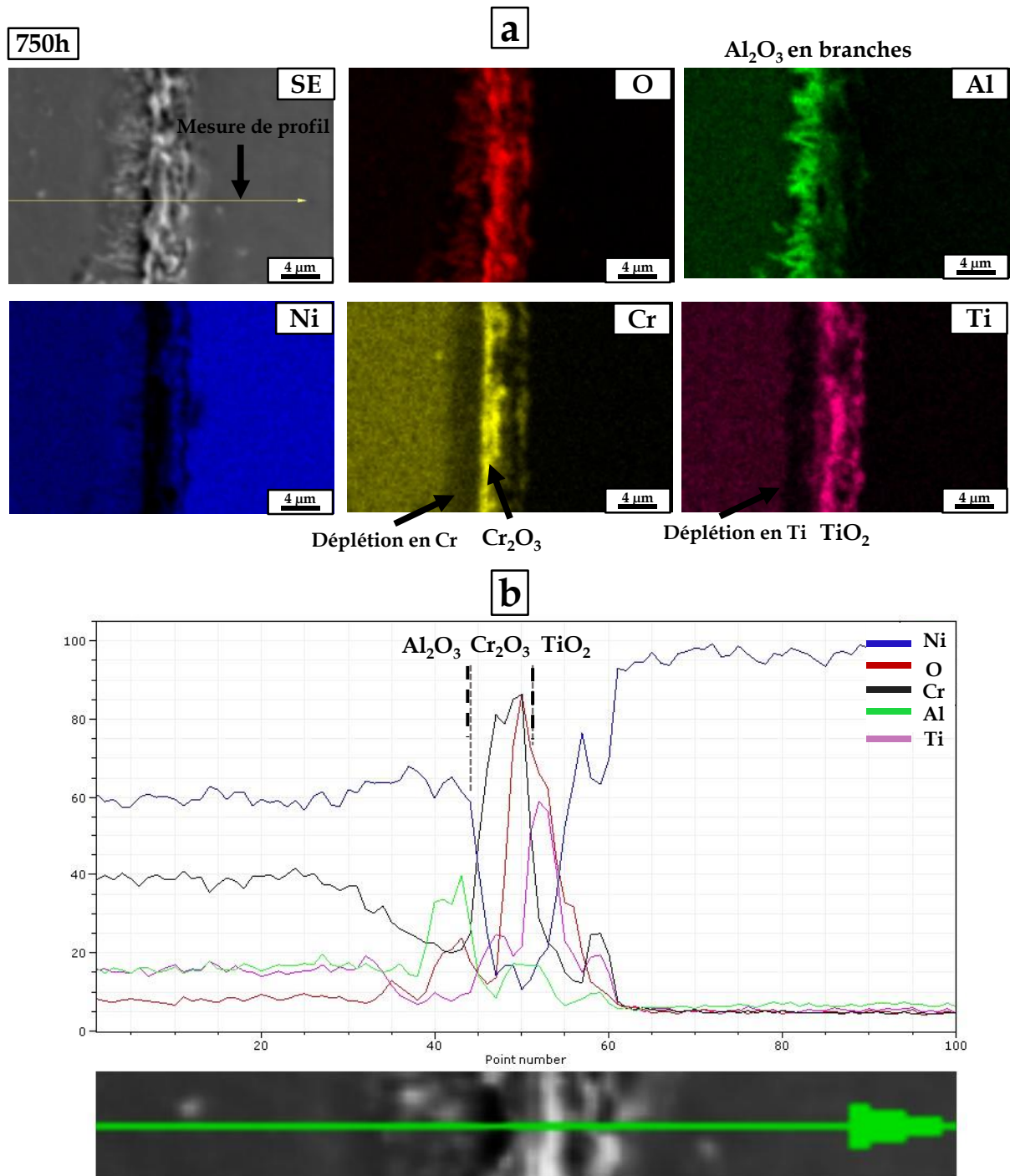


Figure V.A.8 – (a) Analyses *via* EDS des oxydes s'étant formés après 750h d'exposition à 750°C : mise en évidence des oxydes de titane et des branches d'alumine.  
(b) Profil de teneur chimique relative en Ni, O, Cr, Al et Ti le long d'un segment d'analyse précisé en (a) sur l'image en (SE) : mise en évidence d'un empilement des couches d'oxydes.

On constate grâce à ces cartographies que dans les premières 20h d'exposition, la croissance de couches d'oxydes de chrome  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  et d'aluminium  $\text{Al}_2\text{O}_3$  est activée (**Figure V.A.7**). Les couches semblent se former en surface comme prévu par la théorie (cf. **Partie I.A.3**). Les oxydes de titane  $\text{TiO}_2$  ne sont détectés qu'à partir d'une exposition de 50h dont l'analyse n'est pas présentée ici. Or, la lecture d'un diagramme d'Ellingham indique que les oxydes de titane sont moins stables que les oxydes d'aluminium. Ce « retard » d'apparition n'a pas été expliqué dans notre étude. On remarque néanmoins que la couche de chromine affiche une certaine teneur en éléments titane. Cela laisse penser que cette couche d'oxydes est en réalité mixte mais que notre méthode d'analyse ne permet pas de mettre en évidence clairement la formation de  $\text{TiO}_2$ .

Toujours en **Figure V.A.7**, la formation des oxydes entraîne un début de déplétion en éléments chimiques correspondants en sous-couche. Ceci est surtout observable pour l'élément Al.

Les cartographies de la **Figure V.A.8a** après 750h d'exposition confirment bien la formation des trois types d'oxydes évoqués plus haut avec l'appauvrissement en éléments chimiques qui l'accompagne. On montre en **Figure V.A.8b**, grâce à un profil de teneur relative en éléments chimiques effectué perpendiculairement aux couches d'oxydes, que les oxydes de  $\text{TiO}_2$  se forment au-dessus des oxydes de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  (les cartographies élémentaires appuient cette information). Les données du profil confirment en revanche qu'il y a bien des zones où les deux oxydes,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  et  $\text{TiO}_2$ , coexistent et forment une couche d'oxydes mixtes. Le fait que les oxydes de titane constituent la couche la plus externe peut être expliqué par la forte affinité du titane avec l'oxygène comparée à celle du chrome. La présence des oxydes de titane en externe est malgré tout étonnante car c'est un oxyde qui a tendance à suivre une croissance anionique vers le métal.

Enfin, que ce soit *via* l'image SEM ou la cartographie en élément Al présentées en **Figure V.A.8**, on observe que la croissance d'alumine se fait finalement essentiellement en interne sous forme de « branches ».

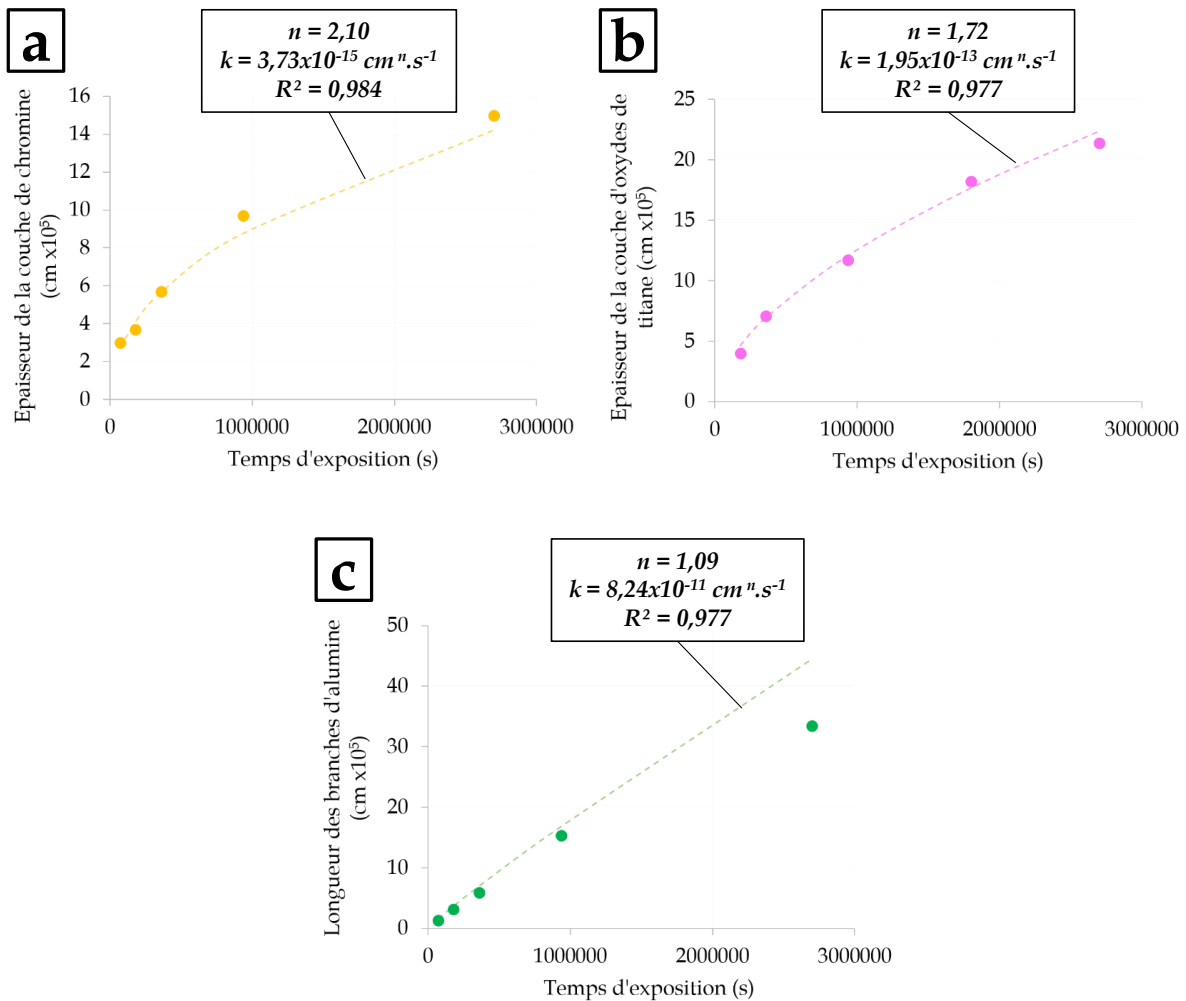
Aucun échantillon observé dans cette étude n'indique la présence d'oxydes de nickel ou de cobalt. Une étude plus approfondie et détaillée serait toutefois nécessaire pour identifier la composition exacte des oxydes qui se forment (méthodes Raman, DRX).

Ainsi, dans notre cas et d'après l'étude bibliographique **Partie I.A.3**, l'AD730™ « gros grains » se comporte comme un alliage de catégorie II chromino-formeur.

### V.A.2.b. Lois cinétiques empiriques de croissance d'oxydes

La **Figure V.A.9** rassemble les mesures expérimentales d'épaisseur des couches de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  (a) et de  $\text{TiO}_2$  (b) et de longueur des « branches » d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  (c). Cela permet de déterminer des lois empiriques de cinétique de croissance sur le modèle détaillé dans le **Tableau I.A.2** de la **Partie I.A.3**. L'exposant et le coefficient cinétique des lois identifiées sont précisés sur chaque graphique.

L'exposant de la loi de croissance de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  est de 2,10, proche d'une loi parabolique comme le suppose la théorie dans le cas d'oxydes protecteurs. Les oxydes  $\text{Al}_2\text{O}_3$  font partie de cette même famille d'oxydes mais affichent un exposant de 1,09 proche de l'unité et d'une loi linéaire (bien qu'il y ait un décrochage entre l'identification et la donnée expérimentale à 750h). Le fait que les oxydes d'aluminium ne croissent pas majoritairement sous la forme d'une couche continue et dense, supprimant ainsi leur caractère protecteur, mais sous forme de « branches » ( $\approx 90\%$  de l'épaisseur totale d'alumine) justifie l'obtention d'un tel exposant.



**Figure V.A.9 - Cinétiques de croissance à 750°C dans l'AD730™ « gros grains » de (a)  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , (b)  $\text{TiO}_2$ , (c) branches d' $\text{Al}_2\text{O}_3$ .**

De plus, puisque c'est d'abord la chromine qui se forme et qu'elle possède un caractère passivant, cela peut affecter la cinétique théoriquement parabolique de la croissance d'alumine.

Concernant l'exposant de 1,72 obtenu pour la croissance de la couche de  $\text{TiO}_2$ , il est difficile de conclure. La mesure d'épaisseur de ces couches étant délicate avec la méthode EDS à cause de leur caractère mixte, il se peut que nos données ne traduisent pas avec exactitude la cinétique de croissance de  $\text{TiO}_2$ . En effet, le  $\text{TiO}_2$  fait partie des oxydes non-protecteurs qui suivent en général une loi de croissance linéaire. Notre résultat peut aussi être l'expression d'un mécanisme de formation qui diffère de celui d'oxydes non-protecteurs purs sur échantillon type.

Pour chaque temps d'exposition, les données sont issues d'une analyse sur un minimum de 10 zones observées en coupe. Cette méthode est nécessaire pour la statistique mais surtout pour moyenniser les variations d'épaisseurs d'oxydes mesurées sur la surface. En effet, la croissance des « branches » d'alumine est par exemple très sensible à l'orientation du grain sous-jacent dans lequel elles pénètrent. Le cliché MEB-FEG (SE) présenté en **Figure V.A.10** et réalisé sur un échantillon exposé 100h à 750°C illustre bien ce propos.

On rappelle en outre que les données discutées dans cette partie valent pour une croissance d'oxydes sur une surface intragranulaire polie-miroir. Les cinétiques de croissance seront différentes notamment dans le cas particulier des joints de grains.

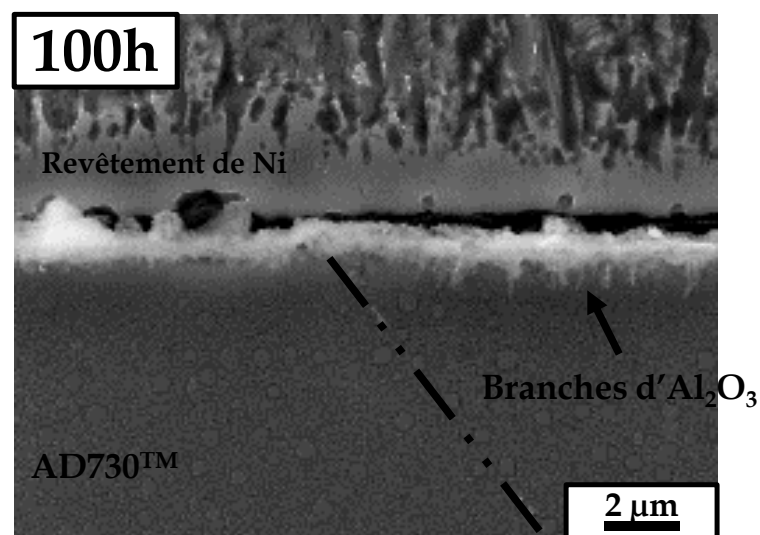


Figure V.A.10 – Mise en évidence de la dépendance à l'orientation cristalline du grain sous-jacent de la croissance interne des branches d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  (MEB-FEG (SE)).

(N.B : cliché issue d'un zoom sur une image à plus faible grossissement).

Des analyses ATG ont été réalisées en parallèle sur la microstructure « gros grains » F. Les résultats de cette analyse sont disponibles en **Annexe G**.

#### V.A.2.c. Etude de la déplétion sous-jacente en précipités $\gamma'$

La **Figure V.A.11** rassemble des clichés MEB-FEG (SE) permettant de mettre en évidence la déplétion en précipités  $\gamma'$  en sous-couches d'oxydes, et plus précisément autour des « branches » d'alumine (voire en avant des « branches » pour des longs temps d'exposition, cf. **Figure V.A.11b**). C'est en effet essentiellement grâce aux précipités  $\gamma'$  que les branches d'alumine trouvent leur source en aluminium pour croître dans le matériau. On observe donc que la taille de la zone de déplétion correspond approximativement à la profondeur de pénétration des branches d'alumine. La **Figure V.A.12** montre la relation linéaire que l'on peut établir entre la croissance des branches d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  et la taille de la zone de déplétion en précipités  $\gamma'$ .

Il y a donc une **interaction** entre la microstructure de précipitation et la croissance de branches d'alumine qui aboutit à cette zone de déplétion. Puisque nous n'étudions pas différents états de microstructure  $\gamma'$  à  $t = 0h$ , il n'est pas possible dans notre cas d'appréhender comment cette interaction évolue selon la microstructure ; autrement dit, à quel point la croissance d'alumine varie en fonction de la précipitation  $\gamma'$ , que ce soit en termes de morphologies ou de cinétiques.

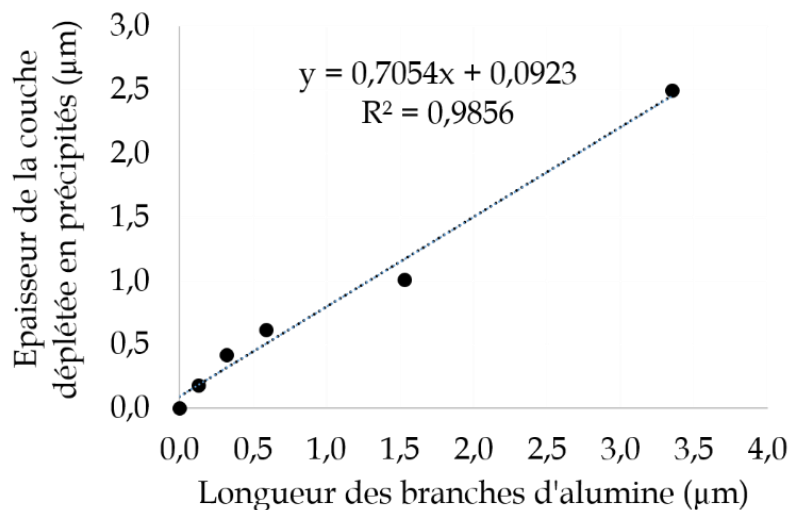


Figure V.A.12 – Relation entre longueur des branches d'alumine et épaisseur de la zone appauvrie en précipités  $\gamma'$ .



- (1) Oxydes surfaciques :  $\text{TiO}_2$ /oxydes mixtes
- (2) Couche continue et dense de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$
- (3) Couche et branches d' $\text{Al}_2\text{O}_3$
- (4) Zone de déplétion en précipités  $\gamma'$

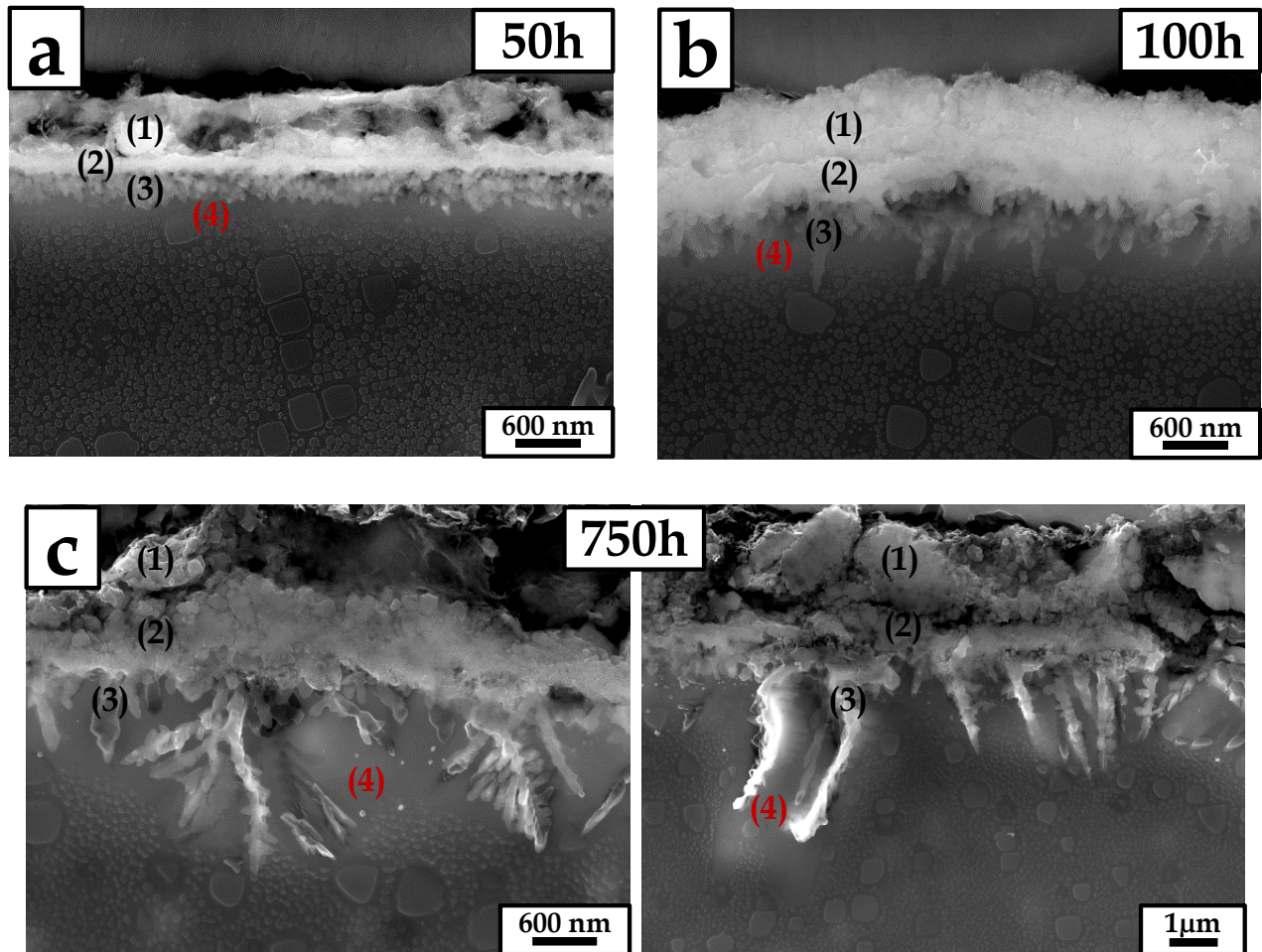


Figure V.A.11 - Mise en évidence de la déplétion en précipités  $\gamma'$  due à la croissance interne de branches d'alumine après (a) 50h, (b) 100h, (c) 750h d'exposition à 750°C (MEB-FEG (SE))

## V.B. Mécanismes physico-chimiques responsables d'une propagation de fissure type « Domaine I »

L'un des premiers objectifs de cette thèse était de déclencher un ralentissement de la propagation de fissure à haute température au fur et à mesure de la propagation en dépit de l'augmentation de la valeur de  $\Delta K$ . Ce phénomène a de fait été obtenu dans plusieurs conditions d'essais décrites au **Chapitre III** ; il est aussi caractérisé par des arrêts de la propagation de fissure. On associe à ce phénomène la terminologie de « **Domaine I** ». Cette partie a pour vocation d'essayer d'expliquer l'origine de ce type de propagation dans l'AD730<sup>TM</sup> en confrontant les résultats du **Chapitre IV** à d'autres études complémentaires et avec certains travaux de la littérature. De plus, notre discours s'articule autour des notions d'**interactions** entre processus physico-chimiques et d'effet d'histoire thermomécanique comme cela a été défini en **Introduction**.

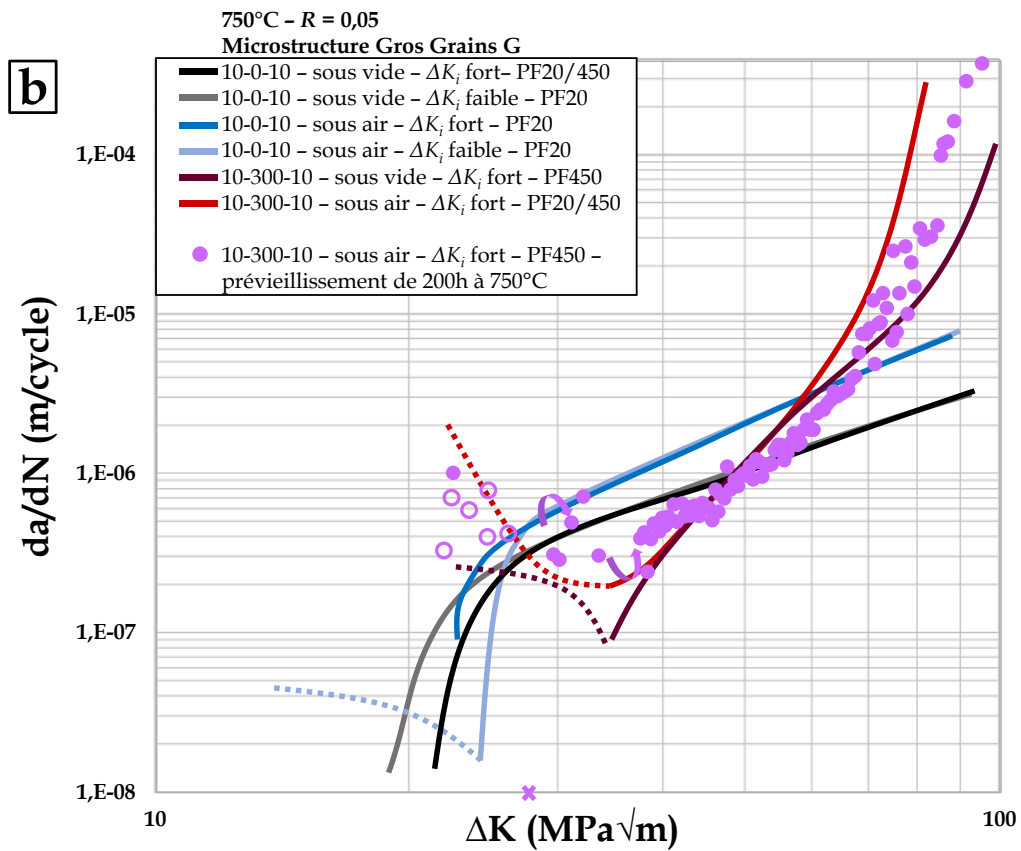
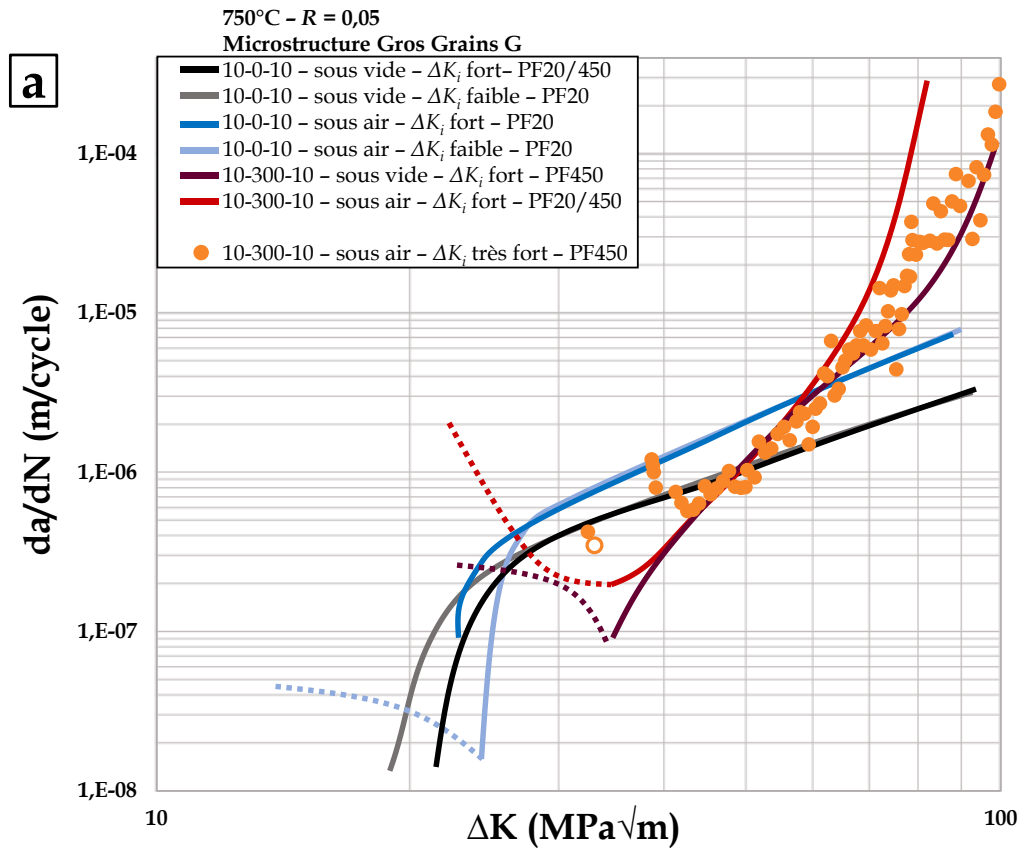
Dans un premier temps et dans un souci de facilité de lecture, un rappel des conditions d'essais ayant conduit à l'obtention d'un **Domaine I** est proposé.

Dans un second temps, par une approche cas par cas desdites conditions d'essais, les mécanismes entrant en jeu dans le déclenchement d'un phénomène de ralentissement sont discutés.

### V.B.1. Conditions d'essais conduisant à un **Domaine I**

La **double-page 200-201** rassemble les graphes  $da/dN$  vs  $\Delta K$  nécessaires à la lecture de ce chapitre. Ainsi, il apparaît que plusieurs combinaisons de paramètres expérimentaux peuvent conduire à une propagation en **Domaine I**. Il n'y *a priori* pas de réponse unique pour expliquer l'origine d'un tel phénomène. La suite de cette partie discute des principales pistes explorées au cours de ces travaux de thèse.





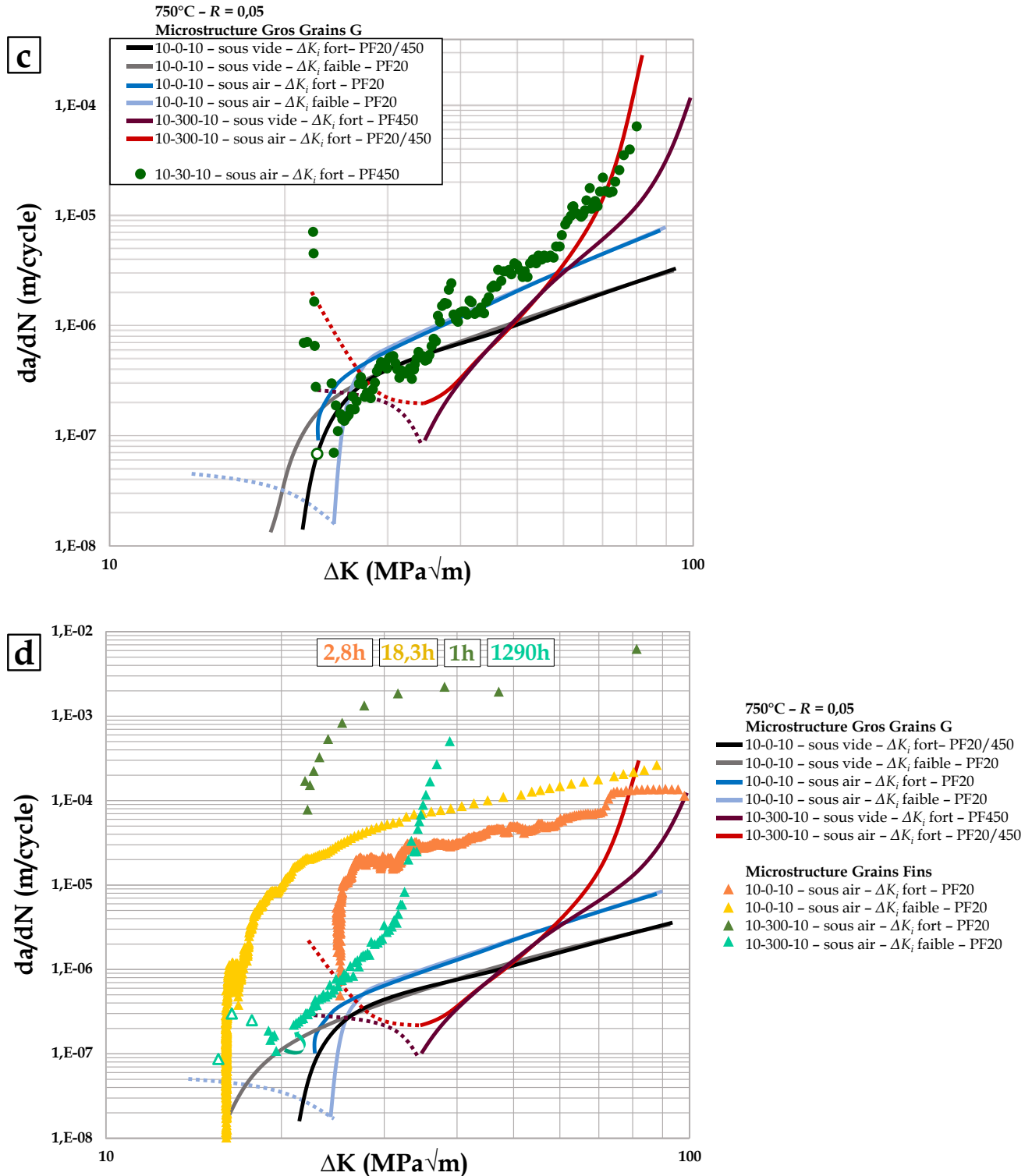


Figure V.B.1 - Récapitulatif des courbes  $da/dN$  vs  $\Delta K$  obtenues dans notre campagne d'essais de fissuration à 750°C sur AD730™. Les courbes schématiques portent sur l'influence de l'environnement, de l'introduction d'un temps de maintien de 300 sec et du niveau de  $\Delta K_i$ .

- (a) Influence d'un niveau très élevé de  $\Delta K_i$ .
- (b) Influence d'un prévieillessement de 200h à 750°C.
- (c) Influence de la durée du temps de maintien.
- (d) Influence de la taille de grains.

Le **Tableau V.B.** récapitule les caractéristiques des différents **Domaines I** identifiés dans notre campagne d'essais.

Tableau V.B – Caractéristiques des Domaines I identifiés pour des essais de fatigue-fluage à 750°C.

	10-300-10 vide $\Delta K_i$ fort	10-300-10 air $\Delta K_i$ fort	10-300-10 air $\Delta K_i$ très fort	10-300-10 air $\Delta K_i$ fort prévieillessement	10-30-10 air $\Delta K_i$ fort	10-300-10 air $\Delta K_i$ faible Grains fins
Plage de valeurs de $\Delta K$ concernée (MPa $\sqrt{m}$ )	21 à 32-33	21 à 31-32	38,5 à 42	21 à 32	21 à 25,5	14 à 20
Chemin de propagation (X-granulaire)	Mixte à dominante trans-	Inter-	Dominante inter- puis transition en trans-	Trans-	Mixte	Inter-
Longueur de ligament fissurée ( $\mu m$ )	1200	630	1200	530	450	750
Temps d'essai correspondant (h)	800	275	215	222	10	566

## V.B.2. Contributions des mécanismes de fluage, oxydation et vieillissement microstructural

### V.B.2.a. Influence de l'introduction d'un temps de maintien sous vide

Les essais de propagation réalisés sous vide à valeur de  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{m}$  (courbes noire et bordeaux **Figure V.B.1**) nous apportent des informations capitales sur le rôle de l'introduction du temps de maintien à charge maximale en l'absence d'effets d'environnement. En tout début d'essai, les vitesses moyennes d'avancée de fissure calculées sont près d'une décade plus élevée en fatigue-fluage qu'en fatigue pure. Ce résultat révèle l'activation des mécanismes endommageant de fluage qui augmente les vitesses de propagation et conduit à une plus grande proportion de facettes de rupture intergranulaires qu'en fatigue pure (*cf. Partie III.B.2.c*). D'après l'analyse bibliographique en **I.B.2.b**, l'activation de tels mécanismes n'est pas systématique sous vide puisqu'il faut notamment dépasser une température et un temps de palier seuils. **Ainsi, dans notre étude, on peut conclure qu'une température de 750°C et un temps de maintien de 300 secondes permettent d'activer l'endommagement par fluage sous vide dans l'AD730<sup>TM</sup> « gros grains ».**

L'augmentation des vitesses moyennes de propagation en fatigue-fluage peut s'expliquer par deux contributions : soit parce qu'il y a propagation pendant les temps de maintien, soit parce que la propagation se fait à la remise en charge sur une distance correspondant à une zone endommagée par fluage en pointe de fissure lors du temps de maintien précédent. Du fait du bruit de données trop important sur le signal de potentiel, on ne peut pas déterminer lequel de ces deux scénarios est actif. Par ailleurs, il se peut que ces scénarios soient cumulatifs.

La zone endommagée évoquée ci-dessus ne correspond pas aux zones plastifiées monotone/cyclique en pointe de fissure puisque leur diamètre théorique, d'après les **Equations I.B.7 & 9** d'Irwin, est très supérieur et non compatible avec les vitesses d'avancées mesurées : pour une valeur  $\Delta K = 28 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  en déformations planes, le diamètre de la  $ZP_m$  est de  $320 \text{ }\mu\text{m}$  et celle de la  $ZP_c$  de  $72 \text{ }\mu\text{m}$  ; or, l'avancée moyenne de fissure est d'environ  $0,2\text{-}0,3 \text{ }\mu\text{m}$  par cycle. Ceci est aussi valable pour les essais conduits en fatigue pure. Ainsi, d'autres concepts de zone d'endommagement en pointe de fissure peuvent être introduits. Parmi eux, celui de la formation d'une zone de fluage peut expliquer l'effet endommageant du temps de maintien. Initialement définie par Riedel en 1978 pour un mode III [Riedel, 1978] puis par Riedel et Rice en 1980 pour un mode I [Riedel et al., 1980], cette zone se forme lors de l'application d'un temps de maintien. Elle est plus petite que la  $ZP_m$  et correspond à la zone où la déformation de fluage domine [Hawk et al., 1986]. Dans le cas de la plasticité confinée, Riedel définit une taille de zone de fluage grâce à la condition suivante : la limite de la zone de fluage est donnée par la distance à la pointe de fissure où la déformation plastique de fluage est égale à la déformation élastique. Pour calculer une taille théorique de zone de fluage, il faudrait cependant réaliser une campagne d'essais de fluage spécifiques sur plusieurs états de microstructures. La **Figure V.B.2** illustre le phénomène de zone de fluage en pointe de fissure. L'un des endommagements que l'on peut retrouver théoriquement dans la zone de fluage et pouvant conduire à la propagation de fissure est la germination-croissance de cavités. Il est aussi possible que la propagation sur une distance correspondant à la zone de fluage ne se fasse pas à chaque cycle mais une fois que la déformation plastique accumulée pendant  $N$  cycles en pointe soit suffisante pour que la fissure se propage [Farukh et al., 2015][Carroll et al., 2012]. Nos mesures de vitesses de propagation seraient alors dans les faits l'expression d'un  $\frac{\Delta a}{N}$  plutôt qu'un  $\frac{da}{dN}$ .

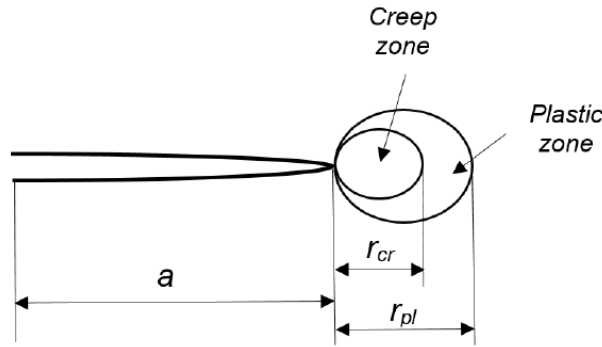


Figure V.B.2 – Zone de fluage et zone plastifiée en pointe de fissure [Potirniche, 2018].

L'essai sous vide réalisé ici en fatigue-fluage conduit à l'obtention d'un **Domaine I**, ce qui n'est à notre connaissance jamais décrit dans la littérature. Dès les premiers niveaux de  $\Delta K$  appliqués, des arrêts de la propagation sont observés et les vitesses de propagation restent stables jusqu'à la valeur  $\Delta K = 31 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  puis chutent jusqu'au passage dans le **Domaine II**. On observe ainsi que les courbes de fatigue pure et de fatigue-fluage se croisent, ce qui traduit une atténuation des effets endommageant initialement activés en fatigue-fluage sous vide.

Plus encore, les vitesses moyennes de propagation par cycle étant inférieures à celles obtenues en fatigue pure, il y a donc une **augmentation de la résistance à la propagation** « cyclique ». Puisque la majorité de la propagation se fait de manière transgranulaire, on estime alors que cette amélioration est due à une microstructure intragranulaire de plus en plus résistante en cours d'essai.

Voici les hypothèses-scenarios que nous formulons pour expliquer ce phénomène.

Scenario N°1 : Endommagement par fluage affaibli par les changements microstructuraux

L'endommagement par fluage serait amoindri par les changements microstructuraux induits par le vieillissement de la précipitation  $\gamma'$  intragranulaire en pointe de fissure pendant l'essai. Rappelons que les cinétiques de vieillissement sont accélérées en présence de champs de déformations/contraintes et qu'en fatigue-fluage, le grossissement des précipités est essentiellement favorisé par de la coalescence de particules plus importante (**Chapitre IV**). Les mécanismes de fluage sont en effet dépendants de la taille de précipitation sur un certain domaine de contrainte/température. Dans ses travaux de thèse portant notamment sur le fluage de l'AD730™ « gros grains », Louis Thébaud montre que pour des températures proches de 700°C et pour des forts niveaux de contrainte, le comportement en fluage dépend

de la précipitation en premier lieu et peu de la taille de grains, et que ce sont essentiellement des mécanismes de fluage-dislocation qui contrôlent l'endommagement de fluage [Thébaud, 2016]. Plusieurs types d'interactions entre dislocations et précipités  $\gamma'$  existent. Le mécanisme de franchissement de précipités qui nous intéresse ici est celui de cisaillement : la contrainte de cisaillement des précipités sphériques par des paires de dislocations faiblement couplées augmente avec leur taille moyenne et elle diminue dans le cas d'une paire de dislocations fortement couplées [Huther et al., 1978]. Ceci est illustré Figure V.B.3.

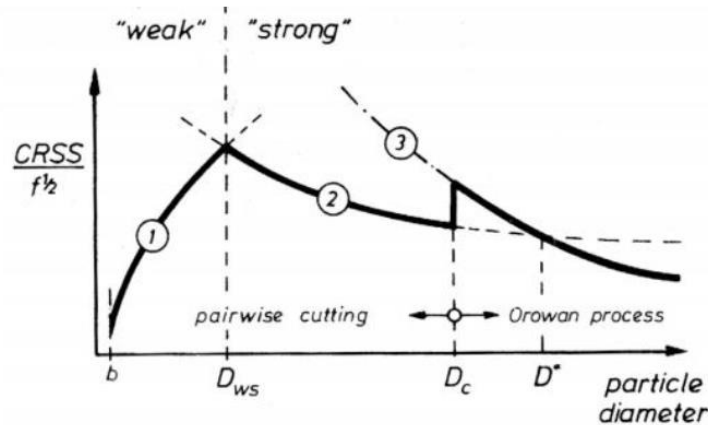


Figure V.B.3 – Mécanisme de franchissement des précipités en fonction de la taille des précipités  $\gamma'$  [Huther et al., 1978]

On peut calculer le diamètre critique  $D_{ws}$  de précipités établissant la limite entre ces deux mécanismes grâce à l'Equation V.B.1 définie dans le cadre du modèle unifié de Galindo-Nava et al. [Galindo-Nava et al., 2015].

Equation V.B.1 
$$D_{ws} = \frac{\mu b^2}{\gamma_{APB}}$$

avec  $\gamma'_{APB}$  l'énergie de paroi d'antiphase d'environ 0,2613 J/m<sup>2</sup> à 750°C,  $b$  la norme du vecteur de Burgers de 0,254 nm et  $\mu$  le module de cisaillement de 76,3 GPa d'après les données présentées dans le manuscrit de thèse de L. Thébaud [Annexe E, Thébaud, 2016].

On obtient un diamètre critique de précipité d'environ 19 nm. Dans la microstructure « gros grains » G de notre étude, cette valeur appartient au domaine des précipités tertiaires fins dont la fraction surfacique passe de 2% à 0,22% et la densité surfacique de 53 à 9 précipités par  $\mu\text{m}^2$  en 200h de vieillissement (et ce en considérant les précipités tertiaires de diamètre compris entre 10 et 23 nm). Vraisemblablement, cette population de précipités n'est pas assez conséquente pour expliquer un tel impact sur la propagation de fissure, et ce malgré leur grossissement qui peut contribuer au freinage des mécanismes de fluage et malgré l'apparition de nouveaux précipités fins assistée par la sollicitation de fatigue-fluage (cf. résultats Partie

**IV.B.3.c).** De plus, les autres types de précipités seraient franchis par des paires de dislocations fortement couplées ce qui conduirait à un cisaillement plus aisé grâce à leur grossissement.

Ainsi, bien que notre approche soit très simplifiée et suppose une relation entre propagation de fissure et mouvements de dislocations, l'hypothèse d'un affaiblissement des endommagements de fluage par cisaillement des précipités en pointe de fissure ne semble pas convenir pour expliquer l'existence d'un **Domaine I** sous vide en fatigue-fluage. Ceci est d'autant plus vrai qu'aucune trace de cisaillement n'est observée en pointe de fissure (dans la  $ZP_m$  ou la  $ZP_c$ ) sur des éprouvettes analysées après essais de fatigue-fluage interrompus.

*Scenario N°2 : Amélioration de la capacité à relaxer les contraintes grâce au vieillissement  $\gamma'$*

La seconde hypothèse vient dans la continuité de la première puisqu'elle traite des mécanismes de relaxation des contraintes, mécanismes communément associés à ceux de fluage. En se référant aux **Parties bibliographiques I.B.2e & f**, il apparaît que plus la microstructure intragranulaire permet de relaxer rapidement les contraintes, plus la résistance à la propagation de fissure en fatigue-fluage est élevée. Cette capacité à relaxer les contraintes est d'autant plus forte que les précipités très fins grossissent et que les distances interparticulaires sont élevées. Appliquée à notre étude, on peut avancer que le grossissement pendant essai des précipités  $\gamma'$  de l'AD730™, accéléré par les champs de contraintes/déformations, contribue à une relaxation plus rapide des contraintes en pointe de fissure. Cela expliquerait pourquoi les vitesses de propagation en « 10-300-10 sous vide » n'augmentent pas dans le **Domaine I** et pourquoi au bout d'un certain temps, la fissure ne se propage plus.

Pour prendre la mesure des interactions entre la microstructure de précipitation et la relaxation de contraintes, des essais de relaxation à 750°C ont été conduits sur des éprouvettes M12 de **microstructure « gros grains » F**. Deux niveaux de déformation totale sont utilisés : un niveau dans le domaine macro-élastique à 0,2% et un niveau dans le domaine macro-plastique à 1,2%. Pour évaluer l'impact de la microstructure  $\gamma'$ , trois éprouvettes sont testées par niveau de déformation : une éprouvette non vieillie et deux éprouvettes prévieillies 30h et 144h. Les résultats des essais de relaxation sont présentés **Figure V.B.4**.



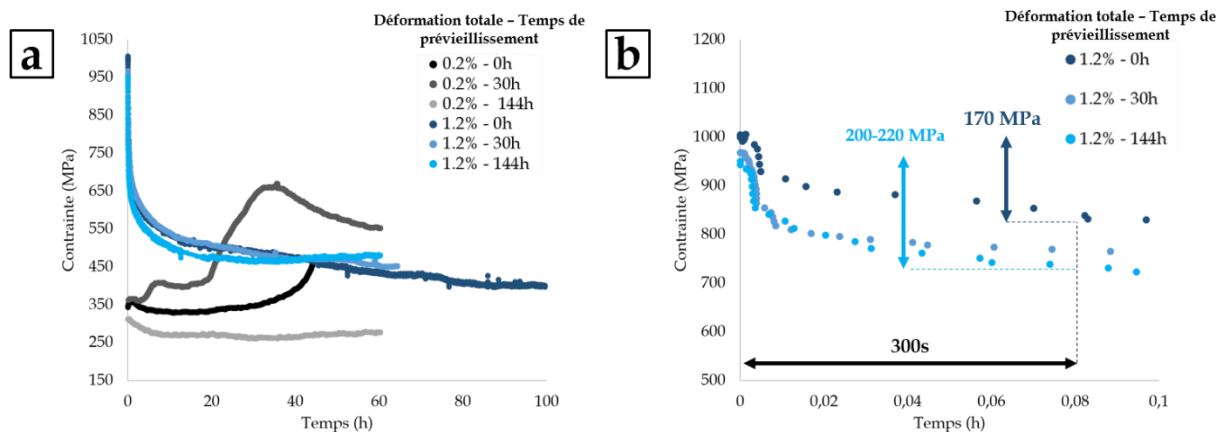


Figure V.B.4 – (a) Essais de relaxation de contraintes pour deux niveaux de déformation totale imposés.

Microstructure « gros grains » F testée à 750°C.

Différentes microstructures initiales sont étudiées grâce à des prévieillessement à 750°C.

(b) Zoom sur les 300 premières secondes de relaxation.

On constate que dans le cas d'une faible déformation élastique, une augmentation de la contrainte peut se produire et ce, essentiellement pour des temps de vieillissement totaux à 750°C inférieurs à 65h. Ce phénomène peut être attribué à deux contributions qui ont des actions en parallèle :

- Dans le cas de la microstructure « gros grains » F, on sait que de la phase  $\gamma'$  précipite en début de vieillissement. Par extrapolation des conclusions en fatigue-fluage de la **Partie IV.B.3.c.**, cette précipitation par germination-croissance serait accentuée sous chargement imposée. D'après les travaux de thèse de M. Durand sur l'AD730 [Durand, 2020], le misfit dans l'AD730<sup>TM</sup>, bien que proche de zéro, est négatif. La précipitation de phase  $\gamma'$  à déformation imposée élastique aurait donc tendance à entraîner une contraction de la microstructure, conduisant à une augmentation de la contrainte. De plus, les distances interparticulaires sont réduites lors de cette phase de germination-croissance, ce qui accentuerait le phénomène de durcissement (« relaxation inverse »).
- D'après la **Partie I.A.2e**, lors du vieillissement, la formation de carbures de chrome aux joints de grains s'accompagne de précipitation de phase  $\gamma'$  (Equation I.A.7) [Kinzel et al., 2015][Lvov et al., 2004][El-Magd et al., 1996][Choi et al., 2008]. Comme pour le premier point ci-dessus, cela contribuerait à une contraction macroscopique du matériau à déformation élastique fixe. La précipitation de carbures de chrome aux joints de grains au cours du vieillissement à 750°C est mise en évidence grâce aux clichés MEB de

la **Figure V.B.5** et aux analyses EDS de la **Figure V.B.6**. A  $t = 0h$ , on retrouverait aux joints de grains essentiellement des borures de molybdène & tungstène et des carbures de titane.

Dans le cas d'une déformation totale à 1,2% dans le domaine plastique, l'AD730™ « gros grains » F adopte un comportement classique en relaxation. La **Figure V.B.4b** met clairement en évidence que dans les premiers instants de maintien en déformation, plus le temps de prévieillessement est long et la microstructure grossière, plus la relaxation de contraintes est importante. Typiquement, sur une durée de 5 min qui correspond au temps de maintien de nos essais « 10-300-10 », les microstructures prévieillessementées 30h et 144h permettent de relaxer respectivement 200 MPa et 220 MPa contre 170 MPa pour la microstructure à  $t = 0h$  (**Figure V.B.4b**). Par ailleurs, la contrainte atteinte en début d'essai est inférieure dans le cas des microstructures prévieillessementées : environ 960 MPa contre 1000 MPa à  $t = 0h$ .

En extrapolant ces résultats à la microstructure « gros grains » G, **on peut avancer que le vieillessement  $\gamma'$  à 750°C augmente la vitesse de relaxation des contraintes lorsque le matériau est déformé dans son domaine macro-plastique**. Ceci est essentiellement dû au grossissement des précipités  $\gamma'$  et à l'augmentation des distances interparticulaires de par la diminution du nombre total de particules. Ce résultat semble donc applicable au cas de la zone plastifiée en pointe de fissure et permettrait d'expliquer pourquoi les vitesses de propagation n'augmentent pas avec la valeur de  $\Delta K$  dans le **Domaine I**. Ces conclusions font écho aux résultats de Telesman et al. qui montrent qu'en modifiant  $\Delta K$  de sorte à prendre en compte la capacité à relaxer les contraintes selon l'état de la microstructure, on peut rassembler des courbes de vitesses de propagation en fatigue-fluage sur une bande de dispersion réduite [Telesman et al., 2016]. En outre, le vieillessement  $\gamma'$  accéléré par la contrainte/déformation en cours d'essai participerait d'autant plus à favoriser la relaxation de contrainte en pointe de fissure lors d'un essai de fatigue-fluage.

#### Ce qu'il faut retenir de la Partie V.B.2.a

*Un temps de maintien de 300 secondes à 750°C permet d'activer les mécanismes de fluage sous vide.*

*Le **Domaine I** obtenu sous vide en fatigue-fluage permet de drastiquement atténuer les effets d'endommagement dû au fluage. Il serait dû à une augmentation progressive (i.e. en cours d'essai) de la capacité de la microstructure à relaxer les contraintes. Cette relaxation est directement liée aux évolutions de la microstructure à 750°C : grossissement des précipités les plus fins et augmentation de la distance interparticulaire. La présence d'un champ de contrainte/déformation en avant de la pointe de fissure intensifie de surcroît l'évolution de ces grandeurs.*

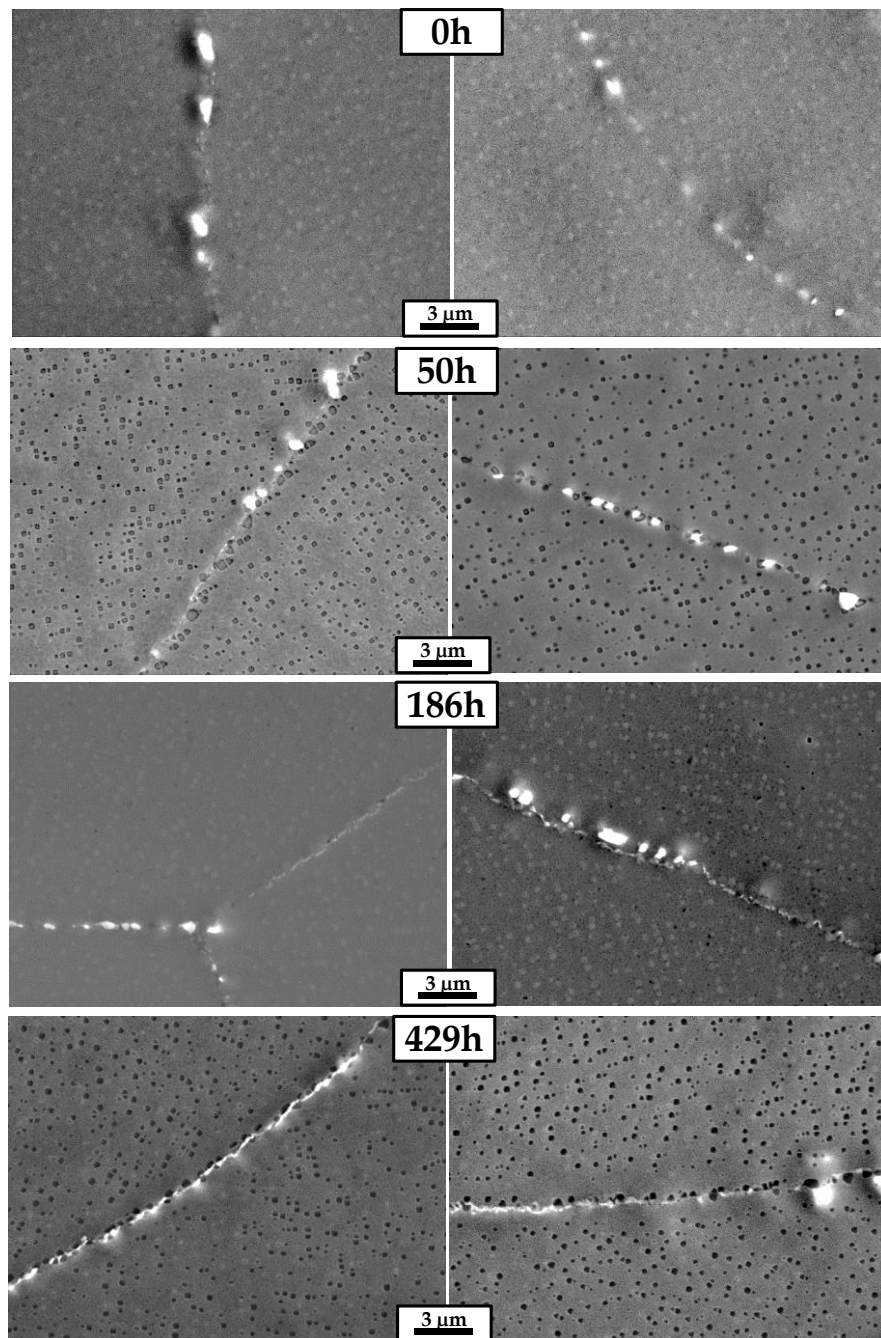


Figure V.B.5 – Evolution de la structure de précipitation des particules non métalliques aux joints de grains pendant le vieillissement à 750°C (MEB (SE)). Mise en évidence de la précipitation de plaquettes de carbures de chrome.

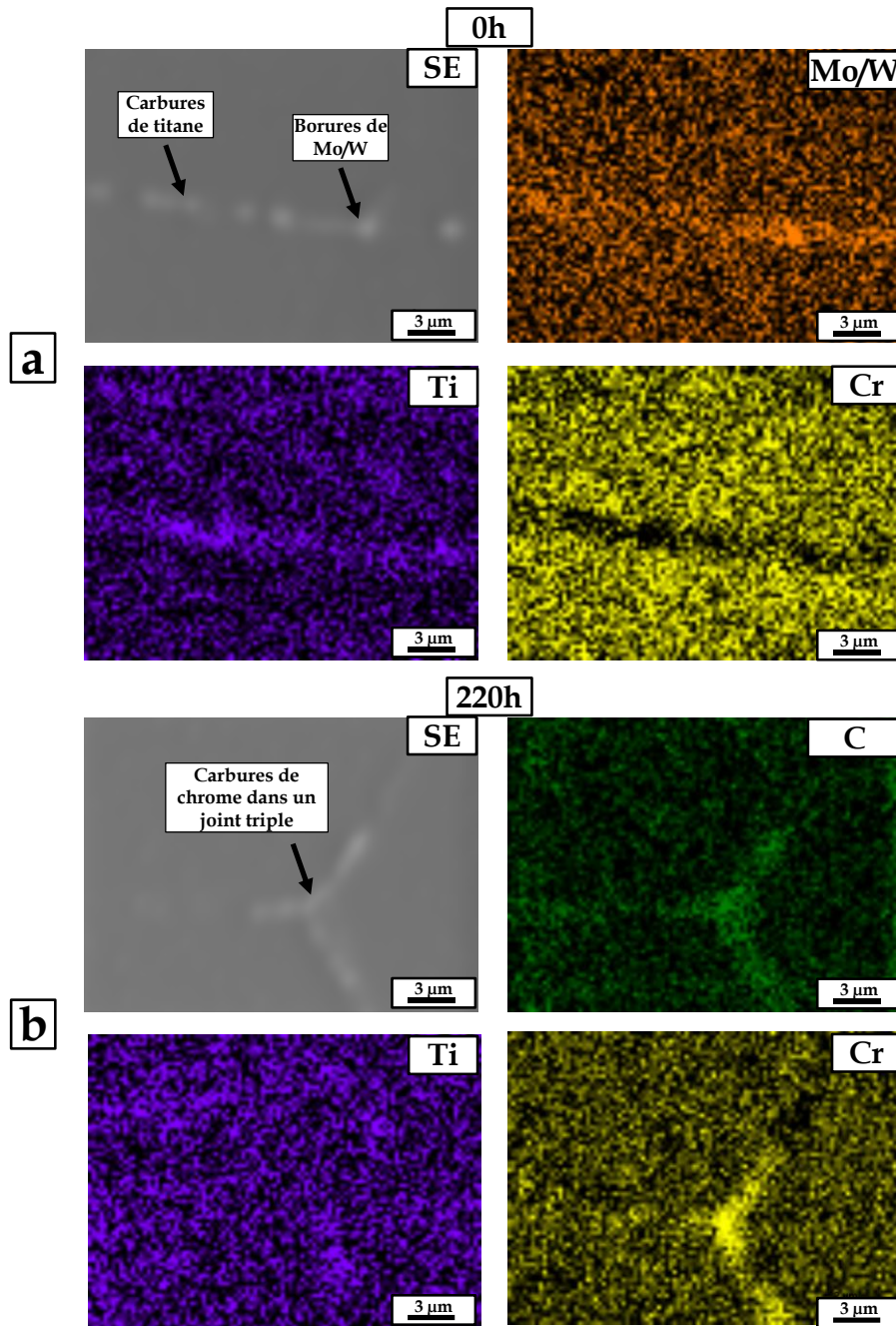


Figure V.B.6 – Mise en évidence de la précipitation de carbures de chrome aux dépens de carbures de titane dans les zones intergranulaires de la microstructure « gros grains » G grâce à des cartographies élémentaires EDS.  
(a) Après 0h de vieillissement, (b) après 220h de vieillissement.

### V.B.2.b. Influence de l'environnement

Lorsque la condition d'essai «  $10\text{-}300\text{-}10 / \Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  » discutée sous vide dans la partie précédente est appliquée sous environnement air de laboratoire, un **Domaine I** est à



nouveau obtenu (cf **Figure V.B.1a**). Cette condition est par ailleurs la seule et unique de notre étude à avoir été doublée. Les résultats des données brutes de vitesses de propagation de cet essai répété sont reportés **Figure V.B.7**. On constate que l'obtention d'un **Domaine I** est **répétable dans ces conditions**. Il convient de préciser que l'essai de répétabilité est interrompu à la valeur de  $\Delta K = 30,4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  afin de pouvoir étudier les caractéristiques de la pointe de fissure. L'interruption a été faite 8h après que la fissure ait arrêté de se propager.

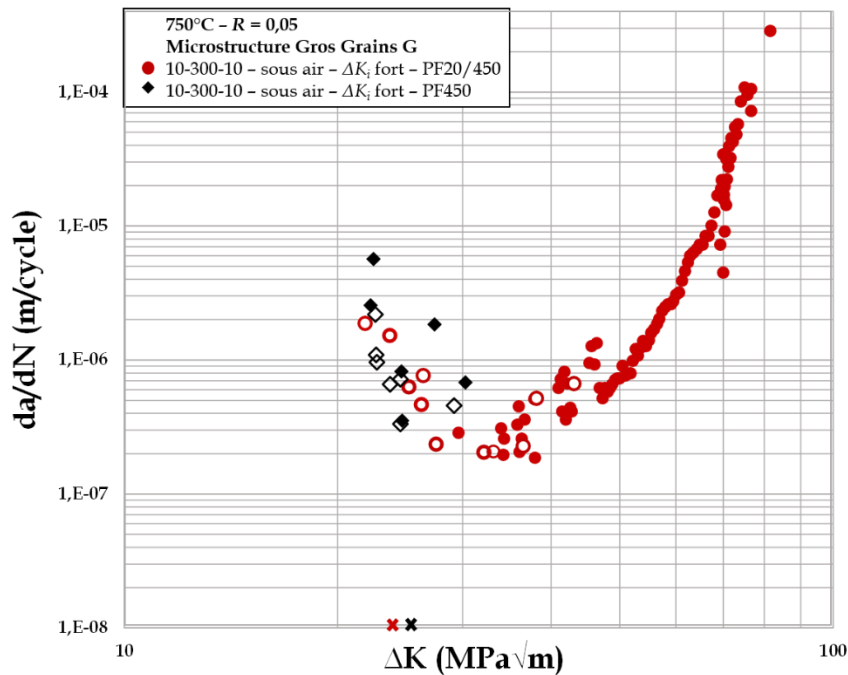


Figure V.B.7 – Courbes  $da/dN$  vs  $\Delta K$  obtenues en conditions « 10-300-10 / sous air /  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  ». Les données représentées en noir correspondent à l'essai répété et interrompu.

En début d'essai, les vitesses moyennes de propagation mesurées sont près d'une décade plus élevées que les vitesses mesurées et en condition « 10-0-10 / sous air » et en condition « 10-300-10 / sous vide » (**Figure V.B.1**).

Dans le premier cas, c'est à nouveau l'introduction du temps de maintien qui est responsable de l'augmentation des vitesses de propagation *via* l'activation des mécanismes de fluage. Dans le second cas, ce sont les phénomènes d'oxydation à haute température qui sont responsables de l'abaissement de la résistance à la propagation. La **combinaison** de ces deux types d'endommagement, oxydation et fluage, conduit à une propagation très majoritairement intergranulaire sur tout le **Domaine I** (cf. **Figure III.B.7c**). Cela révèle l'activation de mécanismes de propagation assistée par l'oxydation tels que les processus de SAGBO et DE décrits dans la **Partie I.B.2.d**.

L'analyse EDS de la pointe de fissure sur l'éprouvette obtenue après essai interrompu nous permet de déterminer quel type d'oxyde se forme en premier. L'éprouvette CT32 ayant été découpée en plusieurs tranches dans l'épaisseur, il est possible d'étudier la pointe de fissure sur différentes zones du front de fissuration. La **Figure V.B.8** rassemble ainsi les cartographies élémentaires de la pointe en zone intergranulaire tandis que la **Figure V.B.9** présente une analyse en zone intragranulaire. Le temps d'exposition à 750°C de la pointe de fissure est d'au moins 8h. Il en ressort que dans les deux cas la chromine est le premier oxyde à se former. On remarque sur plusieurs pointes intragranulaires que la zone oxydée contient des éléments Fe, ce qui n'est pas mis en évidence dans l'analyse en statique. L'oxydation en pointe d'une fissure intragranulaire semble donc accentuer ou déclencher la formation d'oxydes de fer.

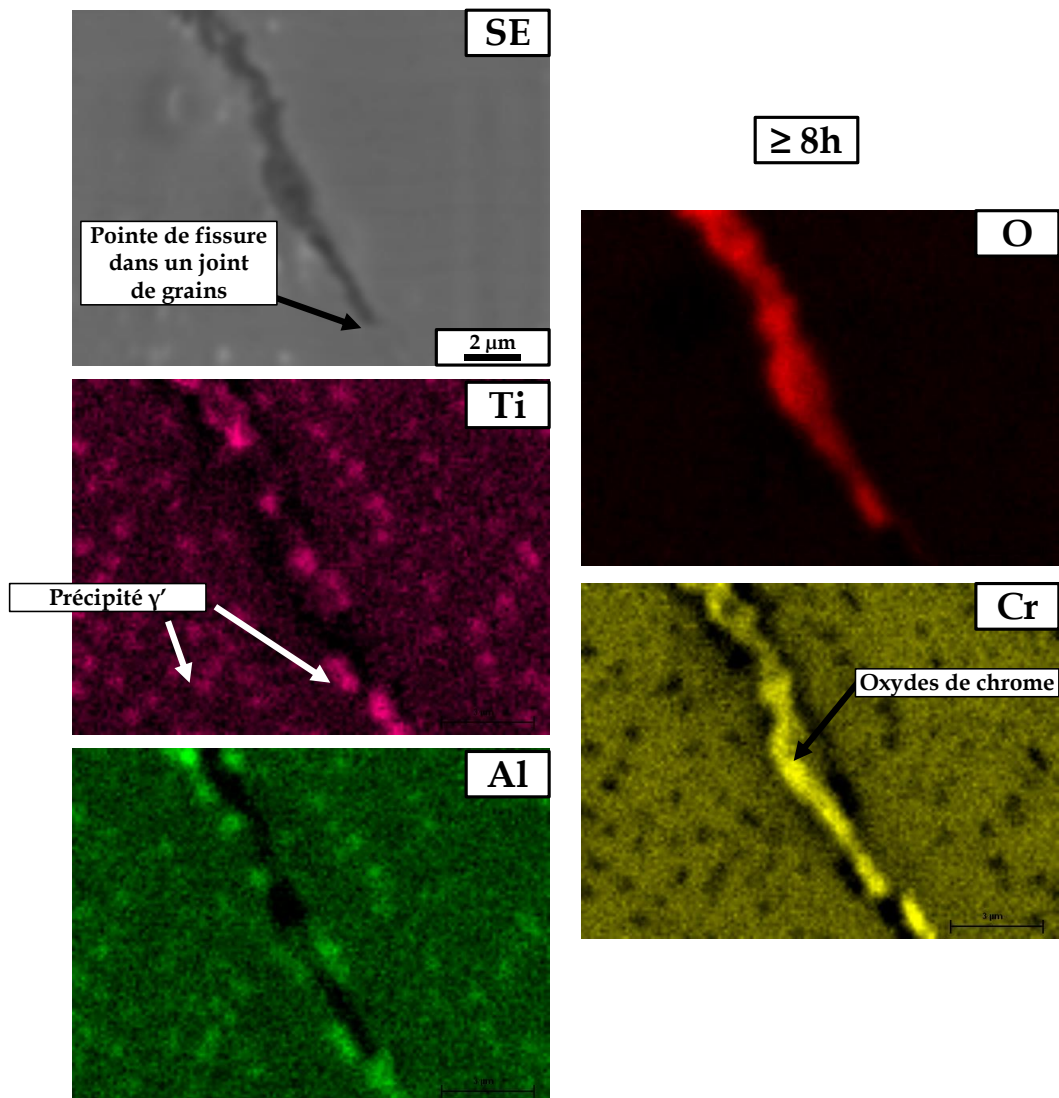


Figure V.B.8 – Cartographies élémentaires EDS d'une pointe de fissure intergranulaire après essai interrompu à 750°C en condition « 10-300-10 – sous air –  $\Delta K_I = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  ».

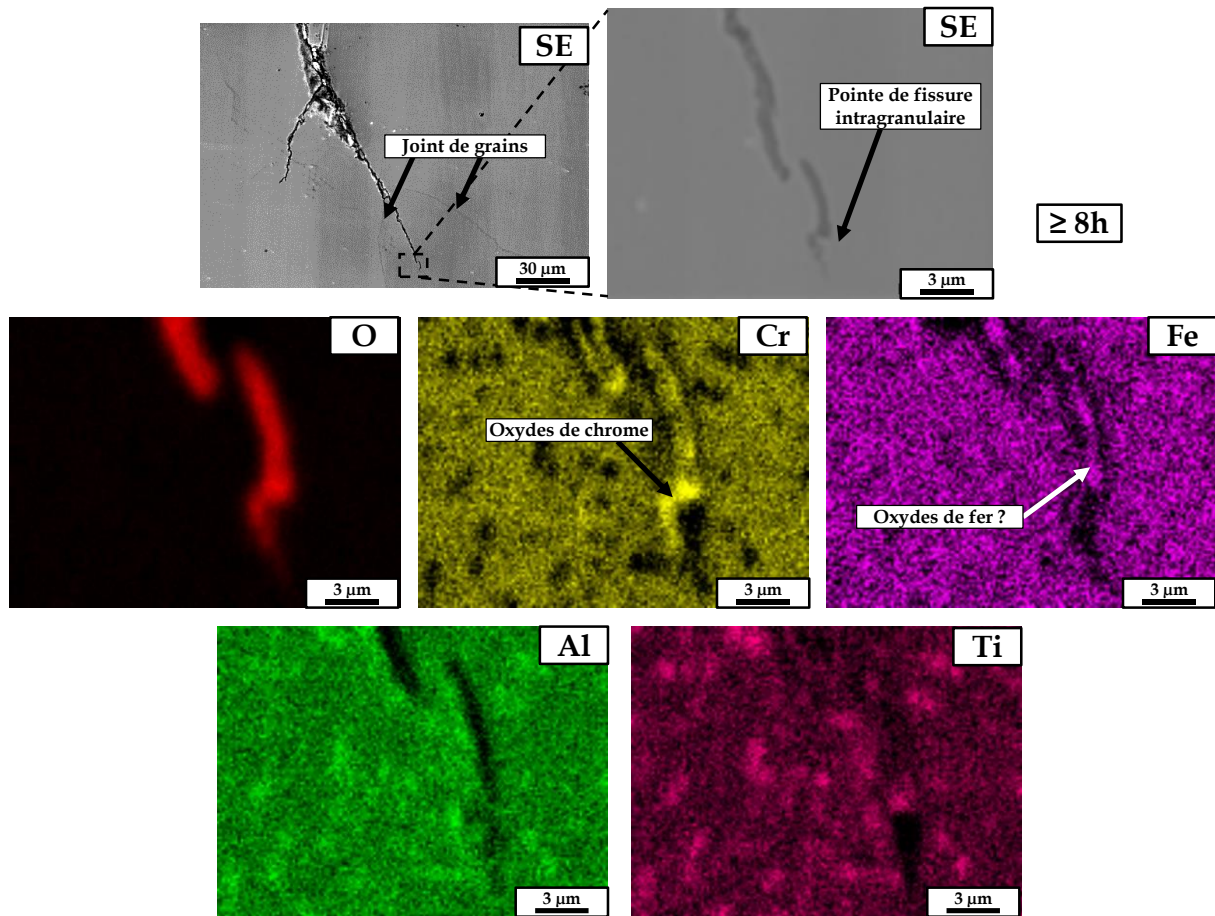


Figure V.B.9 – Cartographies élémentaires EDS d’une pointe de fissure intragranulaire après essai interrompu à 750°C en condition « 10-300-10 – sous air –  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  ».

Les clichés MEB obtenus sur le microscope JEOL-6100 EDS ne permettent pas de bien distinguer à quel point l’oxydation se fait en avant de la pointe de fissure ou non. Une caractérisation au MEB-FEG permet d’éclaircir ce point. Plusieurs clichés MEB-FEG (SE) sont présentés **Figure V.B.10** pour différentes zones du front de préfissuration. On constate que les oxydes pénètrent bien en avant de la fissure sur une distance comprise entre 0,4 et 0,8  $\mu\text{m}$ . On rappelle que la pointe de fissure analysée est obtenue après 8h d’arrêt de la propagation à une valeur de  $\Delta K = 30,4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Une loi cinétique empirique de croissance de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  indique bien qu’en 8h d’exposition, environ 0,67  $\mu\text{m}$  d’oxyde se forme. La loi utilisée est donnée en **Annexe H** qui présente plus largement l’analyse de croissances d’oxydes sur les surfaces de rupture. Il ressort de cette annexe que tous les oxydes croissent plus vite sur une surface déformée, résultat que l’on retrouve dans certains travaux de la littérature comme ceux de Viskari *et al.* [Viskari et al., 2013] et Li *et al.* [Li et al., 2015]. Les lois établies en **Partie V.A.2.b** ne sont donc pas applicables, sachant de plus qu’elles sont obtenues dans une condition de



référence *i.e.* une surface polie-miroir intragranulaire. Ainsi, d'après cette **Annexe H**, les vitesses moyennes de propagation mesurées dans le **Domaine I** semblent incompatibles avec le processus de SAGBO selon lequel la propagation de fissure se fait lorsque la contrainte à rupture des oxydes formés en avant de la pointe est atteinte, l'avancée de fissure correspondant alors à la distance de pénétration des oxydes (**Partie I.B.2.d**). En effet, les vitesses moyennes d'avancée vont de  $0,2\ \mu\text{m}$  à  $2\ \mu\text{m}$  par cycle et sont très supérieures à la distance de pénétration des oxydes à l'échelle d'un cycle (et même de la dizaine de cycles). **La SAGBO n'est donc pas le mécanisme contrôlant l'endommagement sous air.**

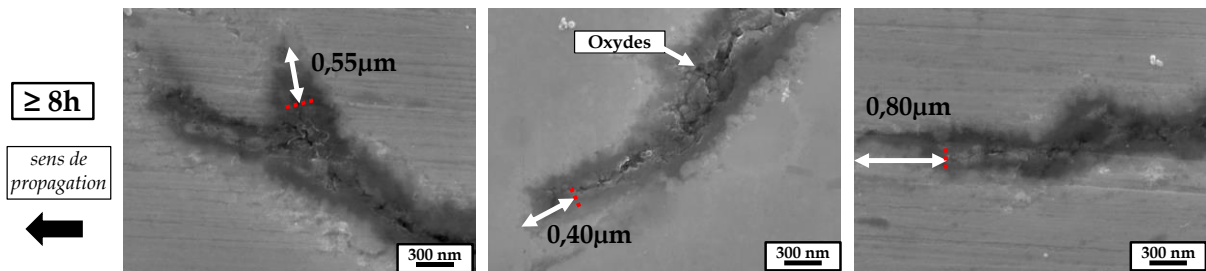


Figure V.B.10 – Pointes de fissure oxydées après essai interrompu à 750°C en condition « 10-300-10 – sous air –  $\Delta K_I = 21\ \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  ».

Chaque cliché MEB-FEG (SE) correspond à une zone différente du front de fissuration. La pointe physique de la fissure (hors oxydes en avant) est représentée en rouge.

Puisqu'on observe aussi de la propagation intragranulaire pour le niveau de  $\Delta K$  étudié, il est vraisemblable que le **mécanisme de DE soit actif** et permette à l'oxygène de pénétrer en avant de la fissure pour que les couches d'oxydes croissent ensuite. En effet, ce processus peut conduire à des propagations intergranulaires et intragranulaires. Puisque la SAGBO ne semble pas gouverner l'avancée de fissure, le processus de DE serait donc le mécanisme prépondérant de fragilisation par l'environnement. Par manque d'information, on ne peut cependant pas qualifier la SAGBO de **non-effective**.

Il est nécessaire de préciser que cette analyse de pointe de fissure se faisant en fin de **Domaine I**, il est donc possible que ce soit les premiers stades du **Domaine II** qui soient caractérisés.

Si ces analyses expliquent pourquoi en condition « 10-300-10 – sous air » la propagation de fissure se fait plus rapidement et essentiellement en intergranulaire, elles ne clarifient pas pour autant pourquoi il y a existence d'un **Domaine I**. Puisque les chemins de propagation sont différents de ceux observés sous vide, d'autres mécanismes supplémentaires à ceux présentés pour expliquer le **Domaine I sous vide** semblent en être responsables.

Comme dans le cas de l'essai sous vide, l'essai sous air conduit à **une forte atténuation de**

**l'effet des temps de maintien.** En outre, puisque les courbes « sous air » et « sous vide » affichent des valeurs de vitesse de propagation équivalentes en fin de **Domaine I**, il y a aussi **atténuation des effets endommageant d'environnement.**

Nous proposons deux hypothèses-scénarios qui **interagissent** pour expliquer le phénomène de **Domaine I** sous air.

Scenario N°1 : Effet protecteur de la croissance d'oxydes assisté par la relaxation de contraintes

Ce scénario repose sur le fait que des mécanismes se mettent en place afin de diminuer voire annuler les effets de processus tel que le DE. Le mécanisme qui apparaît être le plus robuste pour expliquer ceci est la passivation de la pointe de fissure par croissance de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ . La chromine étant le premier oxyde à se former, elle peut très vite permettre de diminuer la quantité d'oxygène accédant à la pointe de fissure. Pour appuyer cette hypothèse, il faut déterminer si la croissance de chromine peut complètement remplir l'espace libre en amont de la pointe de fissure, c'est-à-dire l'espace correspondant approximativement au CTOD. Un calcul simplifié du CTOD en déformations planes donné par l'**Equation V.B.2** aboutit à des valeurs comprises entre 1 et 2  $\mu\text{m}$  sur le **Domaine I**. D'après l'**Annexe H**, cela correspondrait à des temps d'exposition à 750°C compris entre 30h et 275h pour que la double épaisseur de chromine sur les lèvres de fissure soit égale au CTOD. Ces durées sont bien dans l'ordre de grandeur des temps d'essais en **Domaine I**. Le schéma **Figure V.B.11** illustre le processus décrit dans ce paragraphe.

**Equation V.B.2**  $CTOD = 0,49 * \left( \frac{\Delta K^2}{2 * R_p' * E} \right)$  en déformations planes [Suresh et al., 1981]

avec  $R_p'$  la limite d'élasticité cyclique prise comme étant 95% de la limite d'élasticité monotone [Suresh et al., 1981].

Une fois que la fissure ralentit fortement puis s'arrête *via* l'effet passivant de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , d'autres contributions peuvent venir s'ajouter et interagir entre elles pour accentuer les effets d'écrantage conduisant à l'arrêt de la propagation :

- **les oxydes qui croissent « vers l'extérieur » du matériau tels que la chromine sont mis en compression en avant de la pointe de fissure [Evans et al., 2013].** Cette zone de compression protège le matériau du mécanisme de DE en limitant la pénétration d'oxygène. On souligne que dans l'hypothèse d'une passivation par la chromine, l'apport d'oxygène en pointe de fissure n'est pas complètement supprimé mais atténué. La croissance d'oxydes en avant de la pointe est donc possible comme montré

expérimentalement **Figure V.B.10**. Cette deuxième contribution de la croissance d'oxydes aux effets d'arrêt de la propagation est illustrée dans le schéma **Figure V.B.11** ;

- l'augmentation de la capacité à relaxer les contraintes en pointe de fissure (zones endommagées/plastifiées) grâce au grossissement  $\gamma'$  qui a déjà été détaillée précédemment et qui améliore la résistance à la propagation.
- à l'échelle micrométrique directement en pointe de fissure, on a de plus montré **Partie V.A.2.c** que la croissance d'oxydes d'aluminium génère une zone de déplétion en précipités  $\gamma'$  en sous-couches. D'après les travaux de Zhao *et al.* [Zhao *et al.*, 2006], cette zone particulière contribue à la relaxation des contraintes en pointe de fissure. Cependant, l'alumine ne se forme pas immédiatement à 750°C. L'effet de la déplétion pourrait par conséquent n'être efficace qu'au bout de plusieurs heures d'arrêts

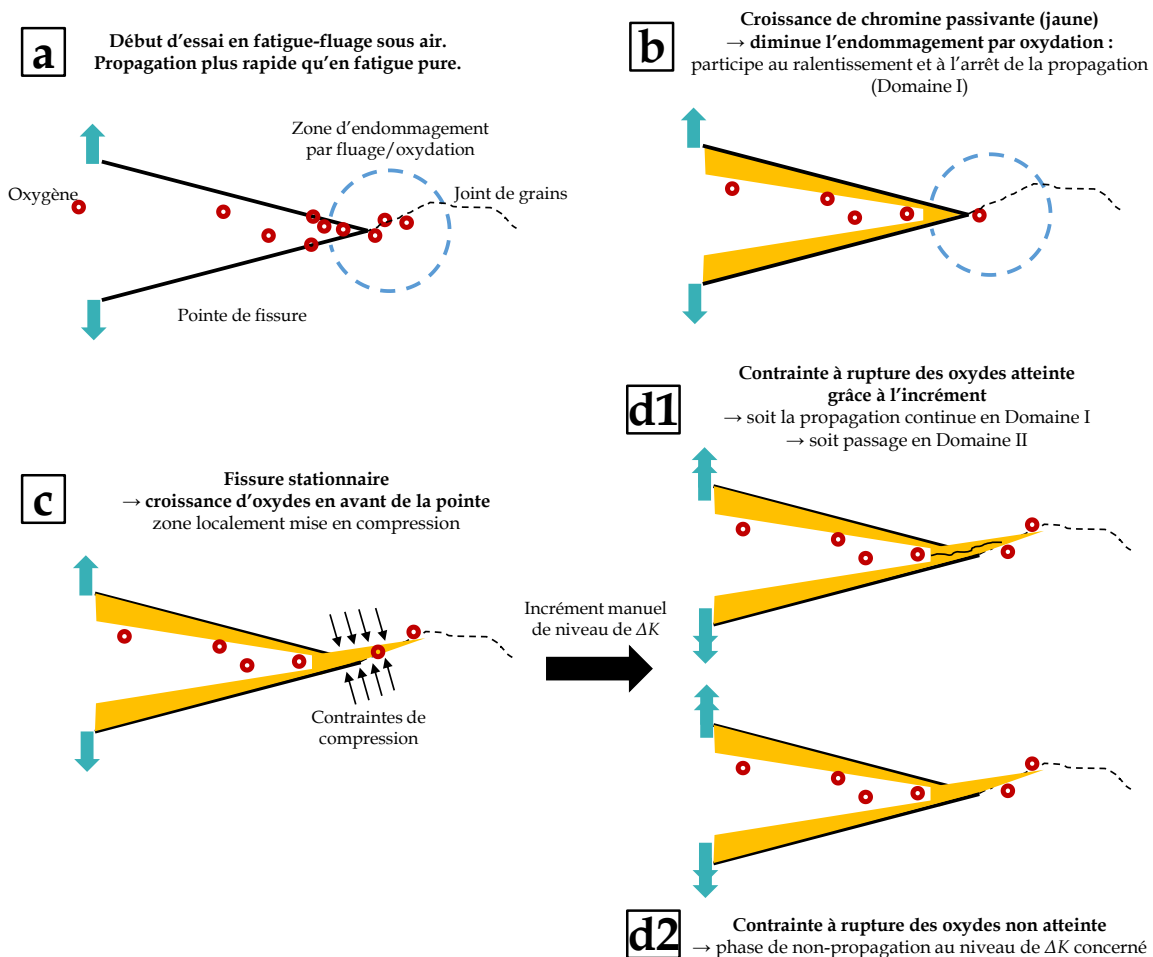


Figure V.B.11 – Schéma explicatif des contributions de la croissance d'oxydes sur l'émergence d'un Domaine I en fatigue-fluage à 750°C sous air.

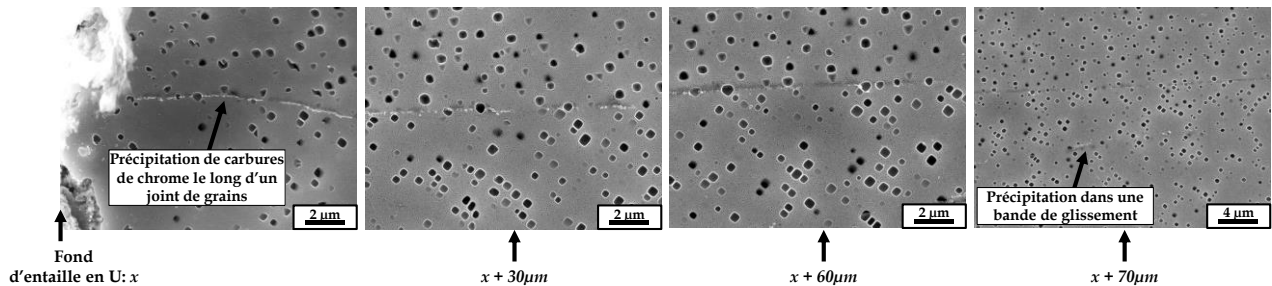
- (a) Propagation intergranulaire du fait de l'endommagement par oxydation (DE) et fluage ;  
 (b) croissance de chromine passivante qui atténue les effets endommageants et participe au ralentissement de la propagation ;  
 (c) croissance d'oxydes en avant d'une pointe de fissure stationnaire ;  
 (d) contrainte à rupture des oxydes atteinte (d1) ou non atteinte (d2) après incrément manuel de niveau de  $\Delta K$ .

(cf. **Annexe H**).

La relaxation des contraintes diminue l'efficacité du DE puisque ce processus est favorisé par la contrainte/déformation [Jiang et al., 2017].

Scenario N°2 : Précipitation de carbures intergranulaires

On a déjà montré **Figures V.B.5 & 6** que le vieillissement à 750°C conduisait à une précipitation de carbures de chrome sous forme de plaquettes aux joints de grains. Au bout de temps suffisamment longs, les carbures constituent presque un film continu intergranulaire. D'après la **Figure V.B.12**, la précipitation de carbures est en plus accélérée par la déformation notamment au sein des bandes de glissement. Les clichés MEB-FEG (SE) présentés dans cette figure correspondent à la zone en fond d'entaille U d'une éprouvette entaillée testée en fatigue dans le **Chapitre IV**.



**Figure V.B.12 – Précipitation intergranulaire de carbures de chrome favorisée dans les zones de fortes déformations en pointe d'entaille (essai de fatigue, direction de sollicitation verticale).**

Plus on s'éloigne du fond d'entaille en  $x$ , moins la précipitation est importante.

Des carbures de chrome précipitent aussi dans les bandes de glissement (MEB-FEG (SE)).

La précipitation de tels carbures en zone intergranulaire permettrait alors d'améliorer la résistance à la propagation de fissure en fatigue-fluage sous air *via* trois processus :

- 1) D'après les travaux de El-Magd *et al.*, une précipitation discrète de carbures accroît la résistance des joints de grain à l'endommagement de fluage [El-Magd et al., 1996];
- 2) La réaction de précipitation conduirait à une légère contraction de la matrice environnante par le biais d'une diminution de son paramètre de maille (libération d'atomes de Ti, consommation d'atomes de Cr), introduisant alors des contraintes de compression qui renforcent les joints de grains [Kinzel et al., 2015] ;
- 3) Les joints de grains s'enrichissant en éléments chrome grâce à une augmentation de la densité de carbures de chrome, la croissance d'oxydes  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  est favorisée [Berthod, 2007] et par la même leur action passivante et protectrice.

Ces différents processus prennent de l'ampleur au cours de l'essai et de l'exposition à 750°C. Bien que la fissure se propage initialement en zone intergranulaire à cause des effets d'environnement, elle se propage ensuite dans un milieu de plus en plus résistant avec le temps. Les incréments de niveaux de  $\Delta K$  ne sont pas suffisants dans le **Domaine I** pour surpasser ces effets et déclencher une propagation continue. En revanche, une fois qu'une valeur de  $\Delta K$  de transition est atteinte et que les joints de grains ne sont plus suffisamment résistants, la propagation devient mixte à dominante transgranulaire. C'est le passage en **Domaine II**, sans arrêt ni ralentissement de la propagation.

Plus en aval de ce chapitre, des discussions concernant la valeur du  $\Delta K$  de transition et la propagation dans le **Domaine II** sont proposées.

On propose un schéma **Figure V.B.13** pour résumer les différents effets bénéfiques de la précipitation de carbures de chrome en zone intergranulaire au cours d'un essai de fatigue-fluage à 750°C. On notera que la précipitation de carbures de chrome se produisant aussi sous

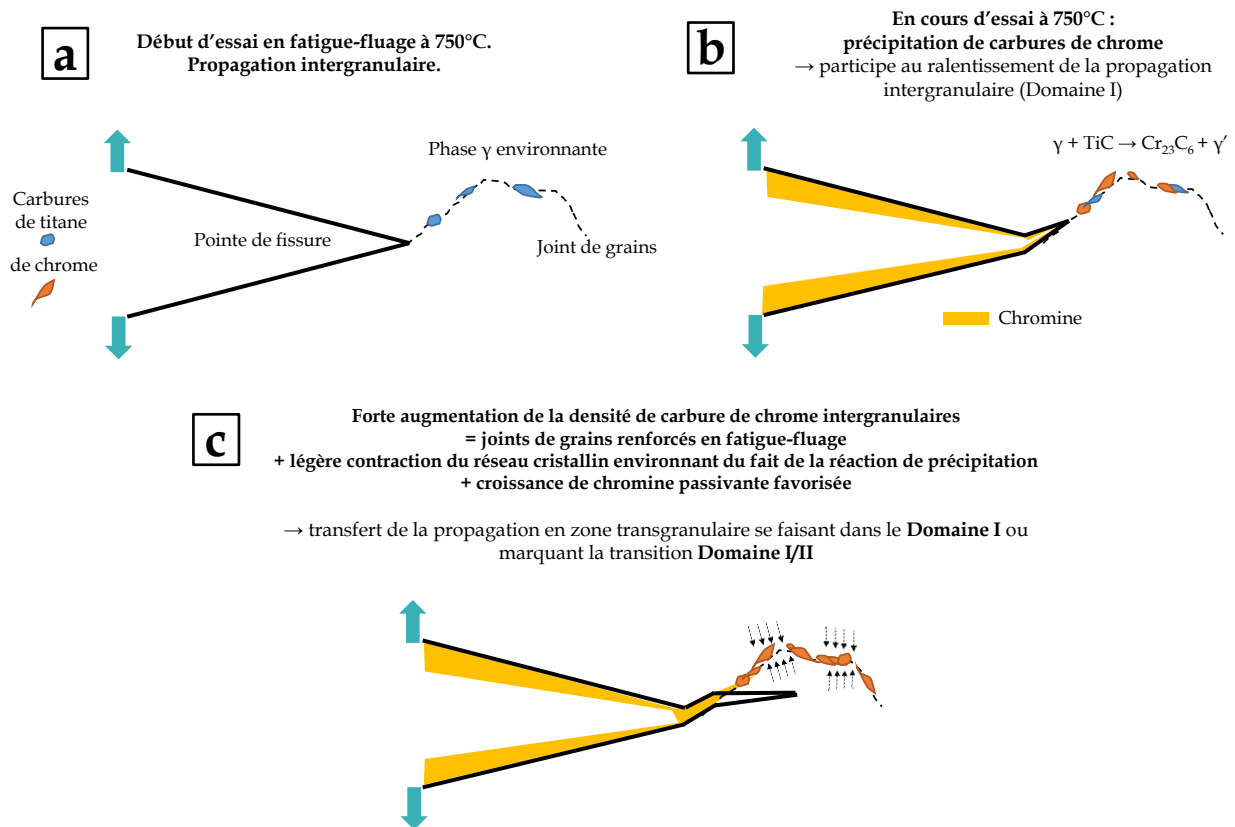


Figure V.B.13 – Schéma explicatif des contributions de la précipitation de carbures de chromes intergranulaires sur l'émergence d'un Domaine I en fatigue-fluage à 750°C (cas sous air).

- (a) Propagation intergranulaire en début d'essai ;
- (b) précipitation progressive de carbures de chrome intergranulaires ;
- (c) formation d'un film presque continu de carbures de chrome intergranulaires avec *in fine* un transfert de la propagation en zone transgranulaire ;

vide, elle peut contribuer au ralentissement de la propagation qui se fait selon un chemin mixte à dominante transgranulaire dans ces conditions.

Ce qu'il faut retenir de la Partie V.B.2.b

En somme, des mécanismes relatifs aux **vieillessements** microstructuraux (grossissement  $\gamma'$ , déplétions, précipitations de carbures), à la **croissance d'oxydes** (passivation et mise en compression en avant de la pointe) et à la **relaxation** des contraintes **se cumulent voire interagissent** aux joints de grains pour conduire au ralentissement et aux arrêts de la propagation de fissure en fatigue fluage sous air. Ces mécanismes sont en **compétition antagoniste** avec ceux de fluage et d'oxydation (SAGBO et DE)

Ces conclusions sont au moins valables pour le domaine étudié de vitesses de propagation et de niveaux de  $\Delta K$ .

V.B.2.c. Influence de l'état initial de la microstructure

L'essai réalisé en condition « 10-300-10 / sous air /  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  » sur une éprouvette prévieillie 200h à 750°C nous permet d'étudier l'influence de l'état initial de la microstructure sur le **Domaine I** (cf Figure V.B.1b). Dans ce cas, on a montré que le **Domaine I** est cette fois caractérisé par une propagation complètement transgranulaire. Ce ne sont donc pas les mêmes mécanismes qui sont mis en jeu comparé à la condition sans prévieillessement.

Notre supposition est que le prévieillessement de 200h permet la **précipitation de carbures** en quantité et dispersion telles que les joints de grains **deviennent résistants aux mécanismes d'endommagements intergranulaires** de fluage et d'oxydation. Ceci est valable pour une valeur de  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Ainsi, la propagation de fissure se transfère des zones intergranulaires sans prévieillessement à transgranulaires avec prévieillessement. Cela justifie en outre le fait que les vitesses de propagation soient plus faibles en début d'essai sur microstructure prévieillie [Bond et al., 2018] (cf Figure V.B.1b).

A nouveau, le **Domaine I** est caractérisé par des vitesses de propagation en fatigue-fluage inférieures à celles en fatigue-pure pour des niveaux de  $\Delta K$  compris entre 26 et 32  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . **L'effet endommageant du fluage est supprimé et/ou la résistance à la propagation « cyclique » augmentée.**

Pour justifier pourquoi une propagation intragranulaire conduit aussi à des ralentissements et arrêts de la propagation, les mêmes arguments que ceux présentés dans

les deux sous-parties précédentes sont à avancer, à savoir des **interactions synergétiques** entre :

- La passivation progressive de la pointe par formation de chromine qui diminue l'efficacité du DE (**Figure V.B.11**) ;
- La capacité accrue à relaxer les contraintes *via* le vieillissement  $\gamma'$  pendant essai (grossissement et déplétion).

Enfin, pour expliquer les phénomènes à l'origine de phases de non-propagation, nous proposons ce scénario qui explicite la partie D2 du schéma **Figure V.B.11** :

- 1) La fissure s'arrête après propagation alors qu'elle est sollicitée à un niveau  $N$  de  $\Delta K$  ;
- 2) La fissure reste stationnaire jusqu'à ce que l'on réalise un incrément manuel de valeur de  $\Delta K$ . La durée d'arrêt est comprise entre 8h et 20h (cela dépend du moment de l'arrêt et du moment où il nous est possible de faire l'incrément de charge). Pendant ce temps d'arrêt à 750°C, des oxydes croissent en avant de la pointe de fissure ;
- 3) Un incrément de valeur de  $\Delta K$  est réalisé. La fissure est sollicitée à un niveau  $N+1$  de  $\Delta K$ . Or, il se peut que l'incrément ne soit pas suffisamment élevé pour que la contrainte à rupture des oxydes formés pendant l'arrêt au niveau  $N$  soit atteinte. Ainsi, les phénomènes d'écrantage sont si efficaces qu'aucune propagation de fissure n'est observée. En cause notamment la mise en compression des oxydes en avant de la pointe de fissure alliée à une relaxation des contraintes de plus en plus efficace avec le temps d'exposition à 750°C.

#### Ce qu'il faut retenir de la Partie V.B.2.c

Le **Domaine I** sous air peut être tant transgranulaire qu'intergranulaire. La résistance des joints de grains à la propagation de fissure en début d'essai gouverne cette caractéristique.

#### V.B.2.d. Influence du niveau de $\Delta K_i$

Pour la condition « 10-300-10 / sous air », en plus de 21 MPa $\sqrt{m}$ , deux autres niveaux de  $\Delta K_i$  ont été testés : 32 MPa $\sqrt{m}$  (avec un saut à 38,5 MPa $\sqrt{m}$ ) dont les données se trouvent **Figure V.B.1a** et 14 MPa $\sqrt{m}$  dont les données brutes se trouvent en **Annexe C**, essai non mené à terme faute d'obtenir une propagation continue une fois le niveau de  $\Delta K = 40$  MPa $\sqrt{m}$



atteint).

Ces deux essais conduisent à deux différents types de **Domaines I** :

- A  $\Delta K_i = 32 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , les vitesses sont plus élevées que celles obtenues pour une valeur de  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  et le ralentissement obtenu après l'incrément de  $\Delta K$  se fait **sans arrêt** de la fissure. La propagation est intergranulaire sur la première partie du **Domaine I** comme pour l'essai démarré à une valeur de  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Cela confirme bien que la microstructure intergranulaire à  $t = 0\text{h}$  est donc la zone la moins résistante aux endommagements de fluage et d'oxydation. Cependant, les valeurs de vitesses d'avancée de fissure en fatigue-fluage étant à nouveau inférieures à celles obtenues en fatigue pure, on retrouve l'effet bénéfique des **interactions** entre vieillissement  $\gamma'$ , relaxation de contraintes, précipitation de carbures et oxydation qui contrecarrent les effets endommageant évoqués plus haut (DE et fluage). **Les niveaux de  $\Delta K$  sont en revanche trop élevés pour que des arrêts de la fissure soient possibles.**

Enfin, le fait qu'il y ait une transition de propagation intergranulaire à mixte (**Figure III.B.10**) s'expliquerait par la longueur élevée de  $1200 \mu\text{m}$  fissuré en **Domaine I** qui équivaut environ à 6 tailles de grains (le reste des **Domaines I** identifiés s'étendant sur des distances fissurées plutôt de l'ordre de  $400\text{-}700 \mu\text{m}$ ). La fissure se propage ainsi préférentiellement en intergranulaire sur quelques grains puis, en cours d'essai, se propage finalement préférentiellement en transgranulaire. D'après les résultats obtenus sur la microstructure prévieillie, cela serait dû aux renforcements progressifs des joints de grains par la précipitation de carbures en cours d'essai. En effet, le **Domaine I** de cet essai dure environ 215h.

- A  $\Delta K_i = 14 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , on observe cette fois un **Domaine I** entièrement caractérisé par des arrêts de la propagation (*i.e.* des phases de micro propagation) et des phases de non-propagation. Les niveaux de  $\Delta K$  appliqués en début d'essai sont trop faibles pour que les conditions permettent l'avancée continue de fissure. A ceci s'ajoute le fait que les phénomènes dépendants du temps deviennent de plus en plus intenses au cours de l'essai.

Ce qu'il faut retenir de la Partie V.B.2.d

*Ce pan de notre étude confirme bien que le niveau de  $\Delta K_i$  est d'importance dans la mise en place d'un Domaine I. Les phénomènes d'arrêts & de non propagation et leur fréquence semblent être les principaux processus dépendant de ce paramètre, en lien avec l'énergie transmise à la pointe de fissure pour propager dans un milieu dont la résistance à la propagation dépend du temps.*

#### **V.B.2.e. Influence de la durée des paliers de maintien**

Les deux durées de paliers de maintien étudiées sont 300 secondes et 30 secondes en condition « **sous air /  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$**  ». Le **Domaine I** obtenu avec des cycles 10-30-10 est du même type que celui observé en 10-300-10 avec un plus fort niveau de  $\Delta K_i$  : le ralentissement de la propagation se fait de manière continue (cf. **Figure V.B.1c**). A l'exception des derniers niveaux de  $\Delta K$  en fin de **Domaine I**, les vitesses de propagation sont supérieures à celle obtenues en fatigue pure, ce qui traduit un effet endommageant des temps de maintien de 30 secondes.

Puisque la propagation n'est pas complètement intergranulaire, **on peut conclure que 30 secondes ne sont pas suffisantes à ce que les mécanismes d'endommagements intergranulaires associés aux effets d'environnement gouvernent complètement la propagation, au contraire d'un palier de 300 secondes.**

Le **Domaine I** ne dure que 10h, il apparaît donc que la durée des paliers a une **influence sur l'étendue du Domaine I**, tant en fonction de la plage de  $\Delta K$  que du temps. Par ailleurs, il se fait sur une distance de propagation conséquente de 450  $\mu\text{m}$ . Ainsi, on peut se permettre de représenter le comportement de la fissure par des symboles de propagation continue et non par un unique symbole creux qui équivaldrait à un  $\frac{\Delta a}{N}$ . En effet, à titre de comparaison, les symboles creux de propagation discontinue correspondent généralement à des avancées de fissure  $\Delta a$  de plusieurs dizaines de microns que l'on moyenne ensuite sur le nombre de cycles  $N$  effectués (cf **Annexe B** donnant les courbes  $a = f(N)$ ). Ainsi, si l'on compare les premiers stades de propagation en 10-30-10 à ceux observés en 10-300-10, cela revient à comparer un ralentissement continu sur deux échelles de longueur et de nombre de cycles différentes : en 10-30-10, à niveau de  $\Delta K_i$  équivalent, la première phase de ralentissement conduisant à un arrêt se fait sur 450  $\mu\text{m}$  en 720 cycles (10h) contre 230  $\mu\text{m}$  en 123 cycles (11h) en 10-300-10. En moyenne, la vitesse de propagation par cycle dans la première phase de **Domaine I** est plus élevée avec un temps de maintien plus long, certainement du fait d'une zone endommagée par fluage plus grande. **Cela confirme l'effet néfaste du temps de maintien en tout début d'essai de fatigue-fluage.**

Malgré tout, les essais « 10-30-10 » et « 10-300-10 » ont en commun l'apparition d'un

**Domaine I** à un niveau de  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . 30 secondes de temps de maintien sont suffisantes à ce que les mécanismes de relaxation, croissance d'oxydes et vieillissement conduisent à un arrêt de la propagation. D'autres études seraient nécessaires afin de déterminer la durée de palier minimale à appliquer pour déclencher un **Domaine I** et si une durée de palier maximale de saturation des effets observés existe.

Ce qu'il faut retenir de la Partie V.B.2.e

*Si 30 secondes de temps de maintien conduisent à nouveau à un **Domaine I** sous air pour  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , on constate en outre que plus la durée de palier est faible, moins l'étendue de ce **Domaine I** est grande (en  $\Delta K$  et en temps) et plus les vitesses de propagation moyennes en début d'essai sont élevées.*

V.B.2.f. Influence de la taille de grain

On a déjà montré qu'il était possible d'obtenir sous air un **Domaine I** sur l'AD730™ « grains fins » (taille de grain moyenne de 7  $\mu\text{m}$ ) tandis que pour ce même domaine de valeurs de  $\Delta K_i$ , Loyer-Danflou *et al.* ne l'observaient pas sur l'Astroloy « grains fins » alors étudié (taille de grain moyenne de 25  $\mu\text{m}$ ) [Loyer-Danflou *et al.*, 1993]. Il correspond dans notre cas à une durée d'essai de 560h et une longueur fissurée de 740 $\mu\text{m}$ . Le **Domaine I** s'arrête après un incrément manuel de niveau de  $\Delta K$  effectué pour raccourcir la durée de l'essai (cf. **Figure V.B.1d**).

Comme pour la version d'AD730™ « gros grains », c'est en introduisant les temps de maintien de 300 secondes à charge maximale que le phénomène de **Domaine I** se déclenche. Les mécanismes qui conduisent à ce phénomène sont donc probablement proches. On retrouve de plus le fait que les vitesses de propagation en fatigue-fluage sont inférieures à celles obtenues en fatigue pure, révélant ainsi **l'atténuation de l'effet endommageant des mécanismes de fluage** et/ou l'augmentation de la résistance à la propagation « cyclique ». Aucun essai sous vide et sur microstructure « grains fins » n'ayant été conduit, on ne peut pas statuer sur l'éventuelle suppression des effets d'environnement.

L'un des principaux effets de la taille de grains semble intervenir sur le domaine des valeurs de  $\Delta K_i$  pour lequel un **Domaine I** peut être déclenché.

En effet, alors qu'une valeur de  $\Delta K_i = 14 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  permet bien d'obtenir un **Domaine I** sur microstructure « grains fins », il n'a pas été possible de terminer l'essai de propagation sur la version « gros grains » tant les fréquences d'arrêts et de phases de non-propagation étaient

importants (cf. **Annexe C**). On ne considère pas tout à fait cet essai comme faisant partie d'un **Domaine I** à proprement parler car les vitesses d'avancée moyenne mesurées sont très dispersées et l'essai n'a pas été poursuivi. Ensuite, avec une valeur de  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , seule la microstructure « gros grains » exhibe un **Domaine I**. **Il existerait donc une valeur maximale de  $\Delta K_i$  pour obtenir un Domaine I de propagation. Cette valeur maximale de  $\Delta K_i$  est directement reliée à la taille de grain.**

Cette conjecture rejoint les résultats de Loyer-Danflou *et al.* portant sur l'effet de la taille de grains [Loyer-Danflou *et al.*, 1993].

On explique ces résultats notamment du fait qu'une taille de grain plus petite entraîne une densité de joints de grains plus élevée qui à son tour favorise l'efficacité des processus d'endommagement intergranulaires par fluage et oxydation (la propagation en **Domaine I** sur « grains fins » est totalement intergranulaire, cf. **Figures III.C.2 et 4**). Le niveau de chargement maximal pour lequel les interactions bénéfiques entre les mécanismes d'oxydation, de relaxation et de vieillissement sont prépondérantes est alors plus faible que pour une microstructure « gros grains ». De plus, de manière générale et comme discuté dans le **Chapitre I, Partie I.B.2.e**, une faible taille de grain rend le superalliage plus sensible à la propagation de fissure longue sous air.

Enfin, puisque le **Domaine I** n'est observé qu'en fatigue-fluage, on émet l'hypothèse que la **capacité de la microstructure intergranulaire à emmagasiner de l'énergie** lors des paliers de maintien est aussi un paramètre d'importance. L'énergie emmagasinée est définie comme la partie résiduelle de l'énergie mécanique non dissipée lors de la déformation. Des travaux de la littérature menés sur différents matériaux montrent que pour de fortes déformations plastiques, l'énergie emmagasinée dépend peu de la taille de grains (sur du Cuivre par [Clarebrough *et al.*, 1958], un acier austénitique par [Baker *et al.*, 1995], un superalliage base nickel par [Oliferuk *et al.*, 1995]). En revanche, lorsque qu'une dépendance entre les deux grandeurs est observée, ce sont les microstructures « grains fins » qui emmagasinent plus vite l'énergie. On peut supposer que, dans le cadre de notre étude et pour un volume de matière en pointe de fissure identique, la microstructure « grains fins » atteint plus rapidement que la microstructure « gros grains » la valeur maximale d'énergie pouvant être emmagasinée. **Le Domaine I est alors décalé vers de plus faibles niveaux de  $\Delta K$ .**

Ce qu'il faut retenir de la Partie V.B.2.f

La taille de grains gouverne l'étendue de valeurs de  $\Delta K_i$  sur lequel il est possible de déclencher un **Domaine I** : plus la taille de grain est fine, plus cette plage de valeurs concerne des niveaux de  $\Delta K_i$  faibles.

### V.B.3. Effets d'écrantage en relation avec la structure granulaire

#### V.B.3.a. Branchements, déflexions et désorientation entre grains

D'autres mécanismes peuvent s'ajouter à ceux discutés dans la **Partie V.B.2** pour expliquer l'apparition d'un **Domaine I**. Ces mécanismes sont pour la plupart indépendants du temps, à la différence des processus de fluage, relaxation, vieillissements et oxydation. Parmi eux, il y a le phénomène de branchements de fissures qui peut par exemple conduire à la formation de fissures secondaires. Le branchement de fissures est la séparation en deux ou plusieurs fissures à partir d'une fissure unique initiale.

Le cas le plus simple de branchement est la création d'une double pointe de fissure en forme de fourche. L'orientation des pointes de fourche n'est généralement pas dans le plan macroscopique de propagation. On parle alors de déflexion de la propagation (N.B. une déflexion est une déviation au plan macroscopique de propagation). L'orientation des pointes peut notamment suivre celles des plans de glissements principaux activés. De nombreux auteurs se sont employés à décrire de manière analytique les FIC locaux dans le cas d'un branchement en fourche ou de déflexions types [Suresh, 1983][Suresh et al., 1986][Kitagawa et al., 1975][Cotterell et al., 1980]. Le fait que les pointes de fissure dévient du plan macroscopique de propagation entraîne l'apparition d'un mode mixte I/II d'ouverture en pointe. De plus, les niveaux de FIC locaux sont abaissés par la multiplication des pointes de fissures. Cet abaissement dépend de l'angle entre les pointes de fourche et de leur longueur rapportée à la longueur de la fissure primaire initiale.

Dans notre étude, deux états de pointe de fissure après essais « 10-300-10 / sous air » interrompus sont disponibles : l'un débuté à  $\Delta K_i = 14 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  et arrêté à  $\Delta K = 40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  ; l'autre débuté à  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  et arrêté à  $\Delta K = 30,4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . La **Figure V.B.14** présente des morphologies des pointes de fissure observées dans l'épaisseur des éprouvettes. Le phénomène de branchements semble fortement activé bien que non systématique. On peut remarquer en outre le caractère mixte inter- et intragranulaire de la propagation pour des

valeurs de  $\Delta K$  supérieures à  $30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  (**Figure V.B.14a**). Sur la **Figure V.B.14c**, on observe un phénomène de branchements à une échelle plus fine : la formation périodique (environ  $2\mu\text{m}$ ) de fissures secondaires qui ne se propagent pas.

Ainsi, que ce soit l'apparition de branchements mésoscopiques (plusieurs dizaines/centaines de microns) ou microscopiques (fissures secondaires micrométriques), ces phénomènes **contribuent certainement aux ralentissements et arrêts** de la propagation caractéristiques d'un **Domaine I** en accentuant l'effet des mécanismes d'oxydation, relaxation et vieillissement. De plus, d'après Jiang *et al.* et Telesman *et al.*, la formation de fissures secondaires est favorisée

en fatigue-fluage [Jiang et al., 2017][Telesman et al., 2008]. On peut donc parler d'effets antagonistes entre les mécanismes endommageant de fluage et les mécanismes d'écrantage par branchements accentués en fluage.

Les branchements et déflexions sont en outre fortement dépendants de la structure granulaire. En particulier, plus la microstructure granulaire est grossière, plus le phénomène

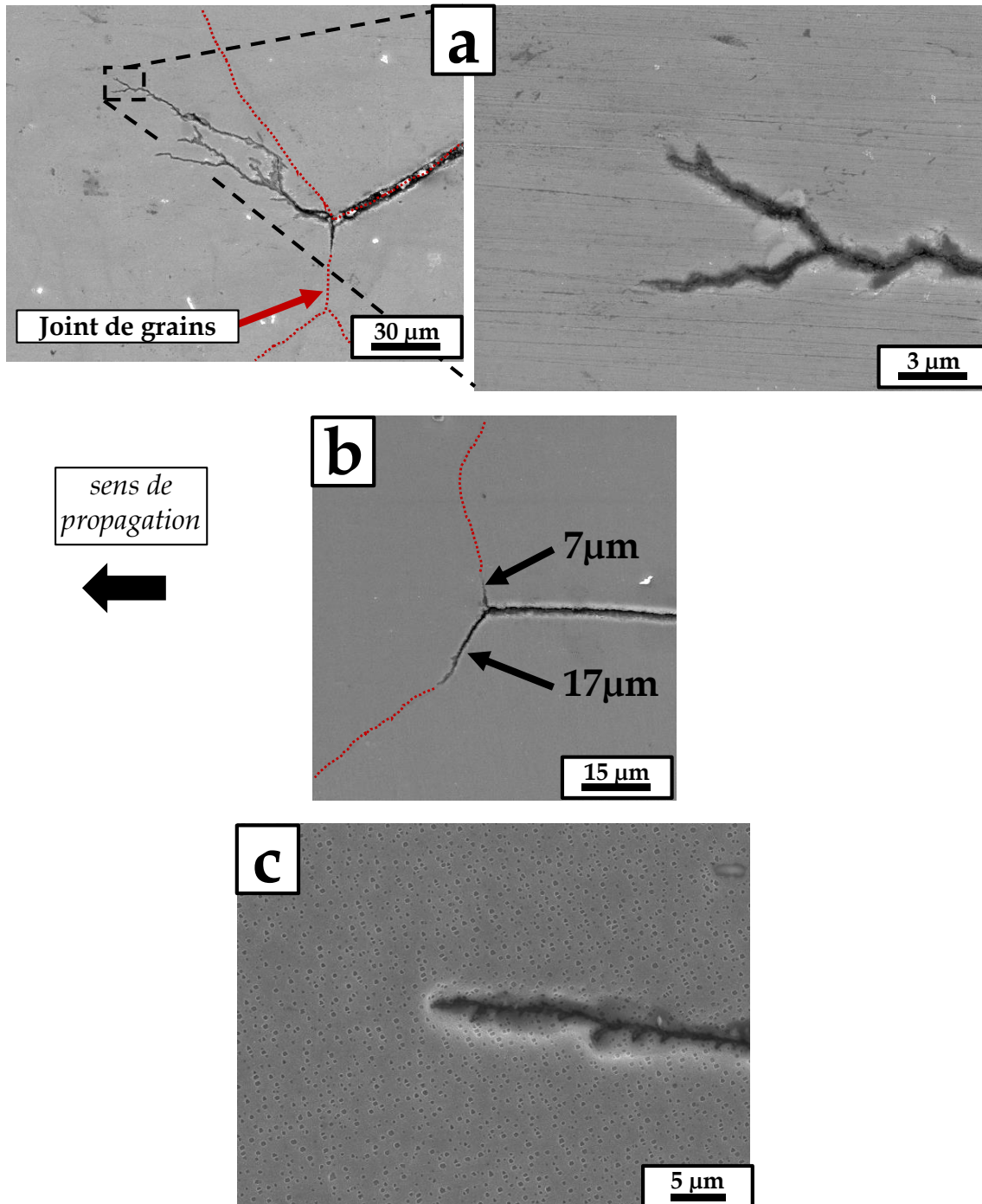


Figure V.B.14 – Morphologie de pointes de fissures avec branchements et déflexions : Fourches obtenues après essai interrompu « 10-300-10 / sous air /  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  » (a) en intragranulaire et (b) sur un joint triple ; (c) Fissures secondaires intragranulaires après essai interrompu « 10-300-10 / sous air /  $\Delta K_i = 14 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  ». (MEB-FEG (SE))



de déflexion a d'impact sur la propagation de fissure, notamment en générant une forte tortuosité du chemin de propagation [Mercer et al., 1999][Hide et al., 2000]. L'effet d'écrantage est alors exacerbé.

De plus, le chemin de propagation dépend de la désorientation entre grains voisins, *a fortiori* dans le cas d'une propagation intergranulaire [Bond et al., 2018]. On retrouve ainsi dans la littérature que la fissure tend à suivre les joints de grains entre « grains durs » et « grains mous » (respectivement « grains à faible/fort facteur de Schmid ») [Lin et al., 2011][Jiang et al., 2015a]. Sur un front de fissuration de longueur donnée, le nombre de joints de grains tels en pointe de fissure est plus élevé pour une microstructure grains fins que gros grains.

Enfin, il peut aussi y avoir un effet de barrière microstructurale *via* les joints de grains triples qui entraîne un ralentissement/arrêt de la propagation [Musienko et al., 2009]. Comme observé sur un de nos échantillons après essai interrompu (Figure V.B.14b), lorsque la propagation intergranulaire est active, un joint triple « défavorable » à la propagation conduit à un branchement en fourche très significatif. L'effet barrière de ce type de branchement est d'autant plus fort que la taille de grain est élevée. Par exemple, dans le cas présenté et pour une microstructure à taille de grains moyenne de 210  $\mu\text{m}$ , l'une des branches de la fourche fait environ 17  $\mu\text{m}$  tandis que la branche la plus courte 7  $\mu\text{m}$ . En comparaison, la microstructure « grains fins » de notre étude possède des grains de taille moyenne 7  $\mu\text{m}$ . Bien que les joints triples soient plus nombreux dans une microstructure « grains fins », surpasser une fourche en joint triple y est plus aisé que dans une microstructure « gros grains » d'un point de vue géométrique.

L'ensemble des arguments présentés dans ce dernier paragraphe enrichit notre compréhension de l'effet de la taille de grains sur le **Domaine I**. En conclusion, les **phénomènes d'écrantage par déflexions et branchements sont d'autant plus intenses que la taille de grain est élevée.**

### V.B.3.b. Fermeture de fissure

Comme détaillé **Chapitre I Partie I.B.1.e**, la fermeture de fissure peut être induite par rugosité, par croissance d'oxydes ou/et par plasticité.

Dans le cadre de notre étude, nous avons déjà abordé le phénomène d'oxydation plus en amont de ce manuscrit avec les lois cinétiques empiriques de croissance qui y sont associées.

Concernant la thématique de la rugosité, nous avons mené des caractérisations post-rupture des chemins de propagation. La procédure et les paramètres utilisés ainsi que les

résultats bruts sont rassemblés dans l'**Annexe I**. Le résultat qui en ressort est que la rugosité est plus élevée dans les zones de propagation intergranulaire ( $Ra$  compris entre 7 et 9  $\mu m$ ) que transgranulaire ( $Ra$  compris entre 3 et 5  $\mu m$ ). Puisque les zones de propagation intergranulaire sont aussi celles de plus fortes vitesses de propagation, une rugosité élevée est globalement associée à des vitesses de propagation élevées. On précise que  $Ra$  est la valeur moyenne arithmétique des écarts à la ligne moyenne séparant le profil de reliefs en deux parties de surfaces égales. Par ailleurs, lorsque tout ou partie de l'étape de préfissuration est réalisée à température ambiante, la propagation en pseudo-stade I conduit à des valeurs moyennes de rugosité plus élevées que pour la préfissuration à 450°C et les débuts d'essais à 750°C (que ce soit pour une propagation inter- ou intragranulaire).

Enfin, nous n'avons pas étudié plus en détails l'éventuelle contribution de la fermeture par plasticité.

La **Figure V.B.15** présente les graphes  $da/dN$  vs  $\Delta K_{eff}$  pour les essais sur lesquels il a été possible d'exploiter des mesures de  $P_{ouv}$ . En effet, la mesure et le traitement des données de fermeture de fissure étant délicats, toutes les courbes de la **Figure V.B.1** ne bénéficient pas d'une correction des effets de fermeture *via* le paramètre  $\Delta K_{eff}$ . On précise en outre que la méthode de mesure rend compte du phénomène de fermeture de manière globale, c'est-à-dire

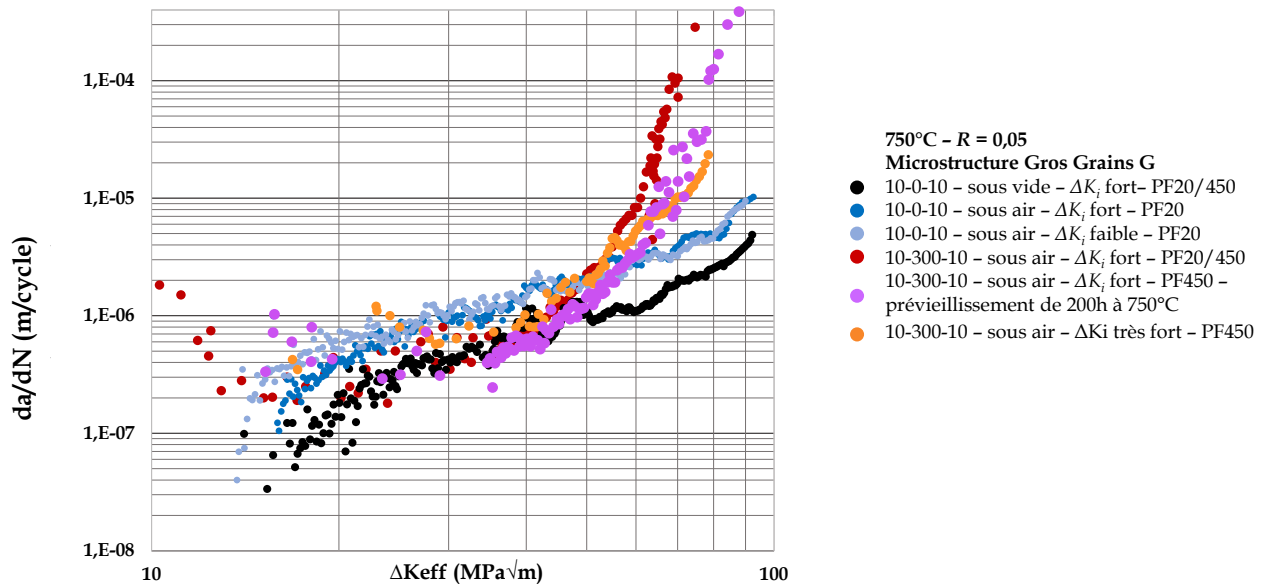


Figure V.B.15 - Courbes  $da/dN$  vs  $\Delta K_{eff}$  avec les données de vitesses brutes mais sans le symbolisme des Domaines I pour faciliter la lecture. Comparées aux données Figures V.B.1, globalement il apparaît seulement un décalage vers la gauche des courbes de vitesse.

en considérant simultanément les contributions de la rugosité, de la plasticité et de la croissance d'oxydes. Nous n'utilisons pas la version modifiée de  $\Delta K_{eff}$  de Kujawski présentée

en **Equation I.B.14** car nous n'avons pas réalisé d'essai de détermination du seuil de propagation.

Certaines des conclusions émises dans la partie précédente grâce aux courbes  $da/dN$  vs  $\Delta K$  sont identiques lorsqu'on considère le paramètre  $\Delta K_{eff}$ , à savoir que dans les **Domaines I** de fatigue-fluage, il y a atténuation progressive de l'endommagement de fluage et/ou augmentation de la résistance à la propagation cyclique. Puisque les mesures de  $P_{ouv}$  n'indiquent jamais d'augmentation au cours d'un essai (soit une diminution, soit une non variation), les courbes  $da/dN$  vs  $\Delta K_{eff}$  sont finalement des versions décalées vers les faibles valeurs de  $\Delta K_{eff}$  des courbes  $da/dN$  vs  $\Delta K$ .

La seule différence que l'on peut remarquer pour les **Domaines I** est un décalage de ce domaine vers la gauche plus important obtenu en « 10-300-10 / sous air /  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  » sans prévieillessement que celui obtenu avec prévieillessement. On peut imputer ce résultat à l'effet de la rugosité bien plus fort sur l'éprouvette non prévieillée : non seulement une partie de la préfissuration est faite en PF20 mais en plus la propagation de fissure en **Domaine I** est majoritairement intergranulaire.

**Ainsi, les mesures de fermeture de fissure présentées dans ce chapitre ne mettent pas en évidence de différence significative entre les graphes  $da/dN$  vs  $\Delta K$  et  $da/dN$  vs  $\Delta K_{eff}$  et ne permettent pas d'expliquer l'origine d'un Domaine I.** Nos résultats ne s'accordent donc pas avec ceux de la littérature qui suggèrent que la fermeture de fissure par croissance d'oxydes et rugosité contribuent à ce que nous appelons le **Domaine I** [Henderson et al., 1996][Ma et al., 2003c][Lynch et al., 1994][Huang et al., 2016] avec en cause l'abaissement de la force motrice de la propagation de fissure par les effets d'écrantage. Pourtant dans notre étude, les conditions de fatigue-fluage sous air sont particulièrement propices à la fermeture de fissure puisque les phénomènes d'oxydation ont le temps de se mettre en place (*cf. calcul CTOD vs croissance d'oxydes Partie V.B.2.b*) et la propagation intergranulaire accompagnée d'une rugosité élevée est souvent favorisée.

## V.C. Transition Domaines I/II et analyse du Domaine II

La problématique principale de nos travaux se focalise sur la propagation de fissure dans le **Domaine I**. Ce **Domaine I** est défini par des évolutions non classiques des vitesses de

propagation. Parmi elles, on retrouve le fait que sous air, on puisse aboutir à des vitesses de propagation en fatigue-fluage plus basses qu'en fatigue pure. On souhaite également évaluer si l'existence d'un **Domaine I** affecte les vitesses de propagation dans le **Domaine II**. On rappelle que le **Domaine II** est celui où l'on observe une accélération classique de la propagation de fissure avec le niveau de  $\Delta K$  sans qu'aucun arrêt ne soit marqué. Dans un premier temps cependant et avant d'analyser plus en détail ce régime, nous proposons une discussion autour de la valeur de  $\Delta K$  de transition entre les deux domaines.

### V.C.1. Paramètres d'essais gouvernant la valeur du $\Delta K$ de transition

Certains de nos essais sur « gros grains » ayant conduit à un **Domaine I** présentent des transitions d'aspect de faciès de rupture. C'est le cas pour les essais « 10-300-10 – sous air et vide –  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  » qui affichent un **Domaine I** majoritairement intergranulaire évoluant progressivement vers une propagation mixte puis de plus en plus transgranulaire en fin de domaine (cf. **Chapitre III**). Concernant les autres essais, aucune transition marquée de chemin de propagation n'est mise en évidence. Cela concerne l'essai « 10-300-10 » sur microstructure prévieillie et l'essai « 10-30-10 » dont la propagation est très majoritairement transgranulaire ainsi que l'essai sur microstructure « grains fins » dont la propagation est quant à elle complètement intergranulaire. Ces observations mettent en lumière combien le développement d'un **Domaine I** est complexe et gouverné par différents mécanismes et contributions selon les conditions d'essais.

Ainsi, sur microstructure « gros grains », on associerait la fin d'un **Domaine I** majoritairement intergranulaire à un changement de contrôle des processus de propagation : le **Domaine I** est présent car les mécanismes d'endommagement initialement actifs sont progressivement affaiblis en cours d'essai, par conséquent le **Domaine I** se termine quand ils deviennent de nouveau cinétiquement et/ou énergétiquement prépondérants. Lorsque le **Domaine I** est majoritairement transgranulaire, la transition se fait lorsque les mécanismes intergranulaires deviennent prépondérants vis-à-vis des mécanismes « protecteurs » intragranulaires.

Le **Tableau V.C.1** précise les valeurs de  $\Delta K$  de transition pour chaque essai ainsi que le type de transition de chemin de propagation s'il y en a une. A titre indicatif, les valeurs des diamètres de zones plastifiées monotones et cycliques calculées avec les équations d'Irwin sont aussi précisées. Aucun lien particulier entre les tailles de ZP et les valeurs de  $\Delta K$  de transition n'est mis en évidence. Les tailles de ZP ne sont par exemple pas proches de la taille de grains moyenne (220  $\mu\text{m}$ ).

Tableau V.C.1 – Valeurs de  $\Delta K$  de transition entre Domaines I et II, type de transition de chemin de propagation s'il y en a et diamètres de ZP associés.

	10-300-10 vide $\Delta K_i$ fort	10-300-10 air $\Delta K_i$ fort	10-300-10 air $\Delta K_i$ très fort	10-300-10 air $\Delta K_i$ fort prévieillessement	10-30-10 air $\Delta K_i$ fort	10-300-10 air $\Delta K_i$ faible Grains fins
Valeur de $\Delta K$ de transition (MPa $\sqrt{m}$ )	32-33	31-32	42	32	25,5	20
Transition de chemin de propagation ?	Non	Inter- à mixte	Non	Trans- à mixte	Non	Non
ZP <sub>m</sub> (μm)	428-455	401-428	737	428	271	78
ZP <sub>c</sub> (μm)	96-103	91-96	166	96	61	17

En termes de paramètres expérimentaux, quelques pistes peuvent être explorées grâce à notre campagne d'essais. Cependant, étant donné le nombre relativement faible d'essais réalisés et le fait qu'ils n'ont pas été doublés dans la plupart des cas, ces discussions sont faites sous réserves de confirmations *via* des campagnes d'essais spécifiques.

#### Effet de l'environnement

Toujours en se référant aux graphes **Figure V.B.1**, on constate que la transition **Domaines I/II** se fait autour de la valeur de 32 MPa $\sqrt{m}$  pour les conditions « 10-300-10 – sous air et vide –  $\Delta K_i = 21$  MPa $\sqrt{m}$  ». **Il semblerait donc que la valeur de  $\Delta K$  de transition soit indépendante de l'environnement d'essai.**

#### Effet de la durée des paliers de maintien

Ces mêmes essais sont maintenant comparés à la courbe correspondant à la condition « 10-30-10 ». Comme déjà identifié en **Partie III.B.3.c**, la valeur de  $\Delta K$  de transition est alors d'environ 25,5 MPa $\sqrt{m}$ . A niveaux de  $\Delta K_i$  et états de microstructure initiaux équivalents, **un abaissement de la durée de palier abaisse la valeur de  $\Delta K$  de transition.**

D'après le non effet de l'environnement mis en évidence plus haut, **le mécanisme d'endommagement qui gouvernerait la valeur de  $\Delta K$  de transition serait donc celui de fluage**, suivant le principe que moins les mécanismes contrebalançant les effets du fluage ont de temps pour agir, plus la transition **Domaines I/II** se fait rapidement en termes de niveau de  $\Delta K$ .

#### Effet de la valeur de $\Delta K_i$

L'essai « 10-300-10 » réalisé à une valeur de  $\Delta K_i = 32 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  avec un saut ensuite à  $38,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  entraîne nécessairement une valeur de  $\Delta K$  de transition plus élevée et environ égale à  $42 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Si l'on considère la valeur de  $38,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  comme début du **Domaine I** continu, on peut avancer que la plage de valeurs de  $\Delta K$  sur laquelle s'étend le **Domaine I** diminue avec l'augmentation de la valeur de  $\Delta K_i$ . **Ainsi, la valeur de  $\Delta K_i$  pour laquelle  $\Delta K_i = \Delta K$  de transition est la valeur à partir de laquelle aucun Domaine I ne serait déclenché.**

#### Effet de l'état de la microstructure initiale

L'essai « 10-300-10 » réalisé sur éprouvette prévieillie ne semble pas conduire à une valeur de  $\Delta K$  de transition différente de celle obtenue sans prévieillessement. Par ailleurs, en fin de **Domaine I**, la microstructure des essais « 10-300-10 – sous air et vide » n'est pas vieillie autant de temps à  $750^\circ\text{C}$  : 275h pour l'éprouvette testée sous air, 800h pour celle testée sous vide, alors que la même valeur de  $\Delta K$  transition est observée.

La microstructure initiale comme son évolution joueraient donc un faible rôle sur cette valeur. Des précautions sont à prendre concernant cette hypothèse car la fin du **Domaine I** de l'essai sur éprouvette prévieillie est marquée par plusieurs incréments manuels de niveau de  $\Delta K$  et une certaine dispersion des vitesses de propagation. De plus, puisque les mécanismes de fluage gouverneraient la transition entre domaines, on ne saurait totalement exclure un rôle de la microstructure au travers de ces mécanismes. Nos résultats ne permettent pas de conclure clairement sur ce point.

#### Effet de la taille de grains

Le  $\Delta K$  de transition obtenu pour l'essai sur microstructure « grains fins » ayant déclenché un **Domaine I** ne peut pas être comparé à un essai identique où seule la structure granulaire change. Aucune conjecture ne peut donc être émise.

**En conclusion, on met en lumière dans nos travaux que le Domaine I est d'autant plus étendu en termes de plage de valeurs de  $\Delta K$  que les temps de maintien sont longs et la valeur de  $\Delta K_i$  basse.** Ces deux paramètres d'essais sont d'ordre 1 quant à la compétition entre les mécanismes d'endommagement (fluage, DE) et les mécanismes dits « protecteurs » (passivation, vieillessements, relaxation de contraintes). Lorsque l'endommagement de fluage redevient prépondérant, on assiste à la transition dans le **Domaine II**.

### V.C.2. Propagation de fissure dans le **Domaine II**

Des lois puissance type Paris sont déterminées pour chaque **Domaine II** identifié sur les courbes  $da/dN$  vs  $\Delta K$  de la **Figure V.B.1**. Le **Tableau V.C.2** ci-dessous rassemble les différents paramètres déduits des identifications. Les identifications sont réalisées sur des « portions nettes » de courbes, c'est-à-dire sur une plage de données où la dispersion est faible et où l'augmentation des vitesses est monotone. Les domaines de valeurs de  $\Delta K$  choisies pour définir ces « portions nettes » sont précisés pour chaque essai dans le **Tableau V.C.2**.

Tableau V.C.2 – Paramètres des lois puissance type Paris déterminées sur des portions nettes de Domaines II.

<b>Loi puissance de type Paris : <math>da/dN = C \times \Delta K^m</math> (Equation I.B.11)</b>					
<b>Grains</b>	<b>Essai</b>	<b>Plage de <math>\Delta K</math> concernée (MPa<math>\sqrt{m}</math>)</b>	<b>C (U.S.I)</b>	<b>m</b>	<b>R<sup>2</sup></b>
<b>Gros grains</b>	10-0-10 sous vide	27-92	5,18x10 <sup>-10</sup>	1,94	0,932
	10-0-10 sous air	29-90	4,38x10 <sup>-10</sup>	2,15	0,963
	10-300-10 sous vide $\Delta K_i = 21$ MPa $\sqrt{m}$	34-100	2,78x10 <sup>-16</sup>	5,64	0,962
	10-300-10 sous air $\Delta K_i = 21$ MPa $\sqrt{m}$	46-72	2,83x10 <sup>-22</sup>	9,05	0,946
	10-300-10 sous air $\Delta K_i = 21$ MPa $\sqrt{m}$ <b>Avec prévieillessement</b>	42-87	1,69x10 <sup>-19</sup>	7,47	0,906
	10-300-10 sous air $\Delta K_i = 32$ MPa $\sqrt{m}$	42-92	1,20x10 <sup>-14</sup>	4,68	0,983
	10-30-10 sous air $\Delta K_i = 21$ MPa $\sqrt{m}$	25,5-83	4,44x10 <sup>-14</sup>	4,61	0,972
<b>Grains fins</b>	10-0-10 sous air $\Delta K_i = 21$ MPa $\sqrt{m}$	28-71	1,05x10 <sup>-7</sup>	1,55	0,921
	10-0-10 sous air $\Delta K_i = 14$ MPa $\sqrt{m}$	21-88	5,77x10 <sup>-8</sup>	1,93	0,962
	10-300-10 sous air $\Delta K_i = 21$ MPa $\sqrt{m}$	Pas assez de données	-	-	-
	10-300-10 sous air $\Delta K_i = 14$ MPa $\sqrt{m}$	21-31,5	9,92x10 <sup>-17</sup>	7,05	0,988
		31,5-39	1,00x10 <sup>-31</sup>	17,30	0,900

Concernant les courbes de fatigue pure 10-0-10 sur microstructure « gros grains », quel que soit l'environnement, le niveau de  $\Delta K_i$  n'influence pas le **Domaine II** de propagation. Cela signifie que **la propagation en fatigue 10-0-10 est indépendante de la microstructure** à 750°C puisque des niveaux de  $\Delta K_i$  différentes introduisent un vieillissement différent pendant



essai.

**L'effet de l'oxydation en fatigue pure conduit à une augmentation des vitesses de propagation** qui se traduit par une légère augmentation de l'exposant  $m$  des lois puissance de 1,94 à 2,15, valeurs classiques d'exposant  $m$  [Rozman et al., 2015]. Comme déjà détaillé dans le **Chapitre III**, le passage sous air favorise la propagation intergranulaire et l'apparition de facettes de clivage plus le niveau de  $\Delta K$  est élevé. Ce dernier point peut être expliqué par l'effet néfaste du mécanisme de DE sous air qui fragilise les plans cristallins défavorables d'un grain que rencontre la pointe de fissure. En effet, le mécanisme de DE abaisse localement la force de cohésion du matériau [Saarimäki, 2016].

Les **Domaines II** obtenus en fatigue-fluage sur microstructure « gros grains » démarrent avec des vitesses de propagation inférieures à celles en fatigue pure. Ceci est dû à l'effet de ralentissement en fin de **Domaine I**. Malgré tout, ils sont caractérisés par une accélération plus rapide des vitesses de propagation du fait de la prépondérance des mécanismes endommageant de fluage (et oxydation). On retrouve donc un comportement classique de propagation en fatigue-fluage.

Si visuellement, les courbes  $da/dN$  vs  $\Delta K$  en **Domaine II** « 10-300-10 » semblent se rassembler sur un seul et même fuseau, indiquant une indépendance vis-à-vis de la microstructure et de l'environnement, les paramètres des lois type Paris diffèrent quelque peu selon les conditions d'essais : l'exposant  $m$  peut varier de 4,68 à 9,05, ce qui est élevé comparées aux valeurs classiques d'exposants pour des superalliages polycristallins. Le coefficient  $C$  est difficilement analysable car il dépend de la plage de valeurs de  $\Delta K$  sur laquelle nous réalisons l'identification de paramètres. Or, la transition **Domaine I/II** est parfois difficile à déterminer précisément, notamment du fait des dispersions de vitesses moyennes d'avancée de fissure ou des incréments manuels de niveau de  $\Delta K$ .

Ainsi, pour une durée de palier de maintien donnée, **les vitesses de propagation en Domaine II seraient indépendantes du temps de vieillissement total de la microstructure et de l'environnement**. Ce résultat est peu classique et doit être vérifié avec des essais supplémentaires spécifiques.

Si chacun des essais en « 10-300-10 » affiche une très forte proportion de facettes de propagation intergranulaire, on a déjà montré que le nombre de facettes de clivage est cette fois plus important pour la condition « sous vide ». Pour expliquer ceci, on suppose que puisque les joints de grains ne sont endommagés que par les mécanismes de fluage, ils sont plus résistants que pour la condition « sous air ». La propagation a alors tendance à se faire soit par clivage soit en stade II transgranulaire.

Ensuite, nous avons aussi montré que sous vide, il y a plus de clivage en fatigue-fluage qu'en fatigue pure. Cela pourrait être expliqué par deux hypothèses :

- La majorité de ces facettes seraient obtenues par propagation le long d'un joint de macles « bien » orienté dans le plan de propagation : cela signifierait que les joints de macles sont plus « fragiles » en fatigue-fluage.
- Le front de fissuration n'est pas parfaitement régulier et certaines zones propageraient plus vite que d'autres selon la résistance du grain concerné : les grains les plus résistants à la propagation de fissure (par exemple ceux dont les facteurs de Schmid sont les plus faibles), qui ne peuvent être contournés par un chemin intergranulaire et qui ne permettent pas d'activer la propagation par stries de fatigue, introduisent un retard local de l'avancée du front de fissuration. Lorsque la pointe de fissure accumule une quantité d'énergie emmagasinée critique, la propagation se ferait par clivage selon un plan cristallin initialement non favorable.

De telles hypothèses pourraient être confirmées par des analyses en *Electron BackScattered Diffraction* (EBSD).

Dans le **Domaine I**, on montre que les phénomènes dits « protecteurs » entraînent une atténuation forte de l'effet endommageant des temps de maintien et/ou une augmentation de la résistance à la propagation cyclique. Dans le **Domaine II** en revanche, lorsque les données de mesures de DDP permettent de distinguer la propagation « cyclique » (à la remise en charge) de la propagation « par fluage » (pendant les temps de maintien), on met en évidence le contraire (**Figure III.D.1**) : les vitesses de propagation « cyclique » sont plus élevées que pour les essais « 10-0-10 ». **Déjà abordé dans ce manuscrit, le concept de zone endommagée par fluage et par oxydation en pointe de fissure justifierait ce résultat [Riedel et al., 1980][Gustaffson et al., 2011][Liu et al., 2003]. L'accélération très rapide de la propagation sur les dernières décades de valeurs de  $\Delta K$  semble vraisemblablement reliée à l'activation de la propagation « par fluage ».**

Ceci est exacerbé dans le cas de l'essai sur microstructure « grains fins en conditions « 10-300-10 -  $\Delta K_i = 14 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  » : lorsque la propagation « par fluage » est activée, un changement de pente net est observé sur la courbe  $da/dN$  vs  $\Delta K$  pour  $\Delta K = 31,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . L'exposant  $m$  passe notamment de la valeur 7,05 à 17,30. Les essais sur microstructure « gros grains » ne permettent pas d'identifier finement de telles ruptures de pente. Cela n'exclut pas

la possibilité qu'il y en ait une, peut-être identifiable sur une batterie d'essais de fissuration plus fournie.

Concernant l'effet de la durée du temps de maintien, il semble que plus le temps de maintien est long, plus l'exposant  $m$  est élevé, traduisant une forte augmentation des vitesses de propagation en **Domaine II**: sous air et pour un niveau de  $\Delta K_i$  de 21 MPa $\sqrt{m}$ ,  $m = 2,15$  en « 10-0-10 », 4,61 en « 10-30-10 » et 9,05 en 10-300-10 ». **Lorsque les mécanismes endommageant de fluage et d'oxydation redeviennent prépondérants en Domaine II, l'augmentation du temps de maintien favorise leur impact. En effet, un temps de maintien plus long génère une plus grande zone endommagée en pointe de fissure et des avancées de fissure correspondantes plus élevées à la remise en charge suivante.**

Enfin, à propos de l'effet général du déclenchement d'un **Domaine I** sur les courbes de vitesses en **Domaine II**, il est très net qu'un **Domaine I** a un effet bénéfique sur la résistance à la propagation de fissure en fatigue-fluage à 750°C dans l'AD730<sup>TM</sup> « gros grains ». Cet effet se transmet dans le **Domaine II** sur une plage conséquente de valeurs de  $\Delta K$  allant de la fin du **Domaine I** jusqu'à environ 50 MPa $\sqrt{m}$  sous vide et 60 MPa $\sqrt{m}$  sous air. L'effet bénéfique du **Domaine I** est d'autant plus fort sur la microstructure « grains fins ». En effet, les vitesses de propagation dans le cas d'un enchaînement **Domaine I/Domaine II** sont plus faibles que dans le cas où on obtient un **Domaine II** seul. On tient à souligner le fait que ce type de résultats est très peu classique dans la littérature actuelle.

### Bilan du Chapitre V

Ce chapitre propose une discussion sur les mécanismes dits « protecteurs » à l'origine du phénomène de ralentissement et arrêt de la propagation de fissure en fatigue-fluage que nous avons dénommé **Domaine I**. Les mécanismes classiques d'abaissement de la résistance à la propagation que sont ceux de fluage et d'oxydation sont alors fortement atténués : ils ne sont plus d'ordre I.

Il ressort de notre analyse que les processus principaux responsables d'un **Domaine I** sont :

- Une capacité à **relaxer les contraintes** en pointe de fissure par la microstructure accrue au cours de l'essai notamment **de par le vieillissement métallurgique** en avant de la pointe, lui-même accéléré par les champs de contrainte/déformation ;
- Sous air, une atténuation des endommagements liés à l'environnement du fait de **la croissance d'oxydes** passivants (chromine) en avant et en arrière de la pointe ;
- Lorsque le chemin de propagation est intergranulaire, une **augmentation de la résistance** à la propagation de fissure des joints de grains **grâce à la précipitation de carbures de chrome** à haute température.

Selon les conditions d'essai, ces processus interagissent plus ou moins pour entretenir voire accentuer le phénomène de **Domaine I**. On peut citer la favorisation de croissance de chromine intergranulaire grâce à la précipitation de carbures de chrome ou encore la relaxation de contraintes favorisée par la croissance d'oxydes en avant de la pointe de fissure.

On a montré que l'existence de branchements participe aussi aux processus d'écrantage de la pointe et à l'abaissement de la force motrice de propagation. En revanche, d'après nos mesures, les phénomènes de fermeture de fissure ne permettent pas d'expliquer l'apparition d'un **Domaine I**.

Nous sommes ensuite en mesure de conclure que les paramètres contrôlant la valeur de  $\Delta K$  de transition entre **Domaines I/II** sont principalement **la durée du temps de maintien et la valeur de  $\Delta K_i$**  : plus elles sont élevées, plus la transition se fait à un niveau de  $\Delta K$  fort. Par ailleurs, la taille de grains contrôlerait essentiellement la plage de valeurs de  $\Delta K$  sur laquelle il est possible d'obtenir un **Domaine I**.

La transition en **Domaine II** se produit lorsque les **mécanismes endommageants de fluage et/ou d'oxydation redeviennent prépondérants** vis-à-vis de ceux « protecteurs ».



# ***CONCLUSIONS GENERALES***

*À la fin, il n'en restera qu'un !*

Denis Brogniart, Saisons 2 à 21 de Koh-Lanta et 1 à 6 de Koh-Lanta All Stars



## Conclusions Générales et Perspectives :

Dans sa version polycristalline, l'AD730™ est un superalliage  $\gamma/\gamma'$  base-nickel envisagé notamment pour la fabrication de disques de turbine. Ces derniers sont des pièces de turbomachines qui subissent en service des sollicitations thermomécaniques complexes (fatigue, fluage) dans un environnement propice aux phénomènes d'oxydation et de vieillissement (sous air, températures allant jusqu'à 700°C). Or, dans ces conditions de fatigue-fluage sous air à haute température, plusieurs travaux de la littérature ont montré un comportement particulier lors d'essais de propagation de fissure dans des superalliages base nickel polycristallins : une diminution des vitesses de propagation malgré l'augmentation du niveau de  $\Delta K$ . En effet, classiquement, les vitesses de propagation augmentent avec la valeur de  $\Delta K$ . Ce phénomène n'étant pas encore ni complètement maîtrisé, ni complètement compris, c'est en ce sens que ce sont construits nos objectifs de travaux de thèse : **reproduire le phénomène de ralentissement de la propagation dans le superalliage base nickel AD730™ pour ensuite apporter des éléments de compréhension sur son origine**. Se basant sur une étude bibliographique portant sur la propagation de fissure et le vieillissement métallurgique à haute température dans les superalliages base nickel, le présent manuscrit a donc discuté la problématique de thèse suivante :

*Des mécanismes physico-chimiques dont les interactions en pointe de fissure dépendent du temps et de l'histoire thermo-mécanique du matériau peuvent conduire à une diminution des vitesses de propagation à hautes températures dans un superalliage base nickel.*

L'enjeu derrière cette problématique est de pouvoir apporter des clefs de compréhension sur des phénomènes particuliers de fissuration, clefs pouvant enrichir les méthodes industrielles relatives à la prise en compte de ces phénomènes imposée par les organismes de certification.

Des sollicitations de **fatigue-fluage** avec des paliers de maintien de 300 secondes sont employées et la température de 750°C est retenue afin d'exacerber les processus **d'oxydation et de vieillissement** métallurgiques de la microstructure  $\gamma'$ . Pour générer des histoires de chargement thermomécaniques spécifiques pour chaque condition d'essai et appréhender à quel point le comportement en fissuration en est affecté, différents niveaux de  $\Delta K_i$  ( $\Delta K$  en début d'essai) et un prévieillissement à 750°C ont par ailleurs été effectués.

Deux campagnes d'essais sont finalement prévues : une campagne d'essais de propagation de fissure sur les versions « gros grains » et « grains fins » de l'AD730™ et une campagne d'étude du vieillissement métallurgique uniquement sur la version « gros grains ».

Grâce aux essais de propagation de fissure, on montre qu'il est possible d'obtenir le **phénomène de ralentissement de la propagation de fissure** dans nos conditions d'essais, la condition *sine qua non* étant l'introduction d'un temps de maintien. Le domaine de valeurs de  $\Delta K$  sur lequel se produit ce phénomène est désigné par le terme « **Domaine I** ». Ce domaine se caractérise par des ralentissements de la propagation conduisant parfois à des arrêts de la propagation. Après ces arrêts, des incréments de charge sont effectués afin de faire redémarrer la propagation. Il arrive toutefois que, malgré ces incréments, la fissure ne se propage toujours pas et que l'on obtienne donc une phase de non-propagation. Une fois un certain niveau de  $\Delta K$  de transition atteint, la fissure entre dans ce que l'on appelle le « **Domaine II** » qui se caractérise par un régime de propagation continue qui se traduit par une augmentation des vitesses de fissuration avec la valeur de  $\Delta K$ .

**Bien que le dénominateur commun entre les différents Domaines I identifiés soit systématiquement une propagation sous chargement de fatigue-fluage, plusieurs combinaisons de paramètres d'essais ont conduit à leur obtention. De plus, leurs caractéristiques peuvent différer d'un Domaine à l'autre.** Ainsi, on obtient des **Domaines I** principalement intergranulaires sous air lorsque le temps de maintien est de 300 secondes et que la microstructure en début d'essai n'est pas prévieillie à 750°C. Ces **Domaines I** sont obtenus pour des valeurs relativement élevées de  $\Delta K_i$  sur la version « gros grains » (21 à 38 MPa $\sqrt{m}$ ) et pour des valeurs faibles sur la version « grains fins » (14 MPa $\sqrt{m}$ ). Les **Domaines I** exhibant une propagation mixte ou transgranulaire ont été obtenus pour une valeur de  $\Delta K_i$  de 21 MPa $\sqrt{m}$  dans trois conditions différentes sur microstructure « gros grains » : (1) sous vide avec des paliers de 300 secondes, (2) sous air avec un prévieillissement de 200h à 750°C et des paliers de 300 secondes, (3) sous air avec des paliers de 30 secondes. Nous en concluons donc que plusieurs mécanismes physico-chimiques (oxydation, fluage, relaxation de contraintes) peuvent être à l'origine de **Domaines I** dont les expressions se traduisent par différents modes de fissuration.

L'une des conséquences principales de l'apparition d'un **Domaine I** est que les vitesses de propagation en fatigue-fluage peuvent atteindre des niveaux inférieurs à ceux obtenus en fatigue pure. De même, on montre que les vitesses de propagation sous air peuvent être inférieures à celles obtenues sous vide. Ces deux résultats vont à l'encontre de la majorité des conjectures faites dans la littérature. Par ailleurs, c'est à notre connaissance la première fois qu'un phénomène de ralentissement de la propagation est mis en évidence sous vide.

Afin de mieux comprendre dans quelle mesure le vieillissement métallurgique **pendant** les essais de fissuration contribue au phénomène de **Domaine I**, le vieillissement de la microstructure de précipitation  $\gamma'$  version « gros grains » à 750°C avec ou sans chargement mécanique est étudié. En l'absence de sollicitation mécanique, on met en évidence un processus de germination-croissance de précipités dans les premières heures de vieillissement. On identifie ensuite l'activation de deux mécanismes de grossissement : le **mûrissement d'Ostwald et la coalescence de particules**. Pour des longs temps d'exposition, ces mécanismes conduisent à une augmentation de la taille moyenne des précipités fins sphériques, à une diminution du nombre de ces précipités et par conséquent, à une augmentation des distances interparticulaires. En outre, nous suggérons dans nos discussions **que le mécanisme de coalescence serait assisté par une augmentation de la fraction volumique en phase  $\gamma'$  grâce à une étape de précipitation lors de la formation du « cou » entre particules**. Bien que l'ensemble de ces observations dépeignent un processus global complexe de vieillissement microstructural, nous avons été en mesure de décrire les cinétiques apparentes de grossissement des précipités  $\gamma'$  à l'aide de lois cubiques de type LSW. On montre de plus que **les cinétiques de grossissement au voisinage des joints de grains sont plus lentes qu'à cœur de grains**.

Lorsqu'une déformation cyclique macroélastique est imposée, il ressort de notre étude **que les cinétiques de vieillissement sont accélérées**. Tandis que le mûrissement d'Ostwald semble essentiellement dépendant du rapport de charge (*i.e.* de la vitesse de déformation ?) *via* une modification des cinétiques de diffusions en éléments  $\gamma'$ -gènes, la coalescence et la germination-croissance de précipités  $\gamma'$  semblent plutôt favorisées par l'introduction d'un maintien à déformation maximale (contrainte moyenne principale plus élevée). **Par ailleurs, avec une sollicitation cyclique, les cinétiques de grossissement sont cette fois plus rapides en zones intergranulaires**.

Outre les précipités  $\gamma'$ , d'autres éléments de microstructure évoluent au cours du temps de vieillissement : les particules non-métalliques intergranulaires. Nous observons en effet que les joints de grains se parent de carbures de chrome au fil du temps d'exposition. Issue de la réaction entre carbures de titane et phase  $\gamma$ , la précipitation de carbures de chrome est de plus favorisée par la déformation.

L'ensemble de ces résultats portant sur le vieillissement métallurgique nous a permis ensuite d'enrichir les discussions du **Chapitre V** portant sur l'origine du phénomène de « **Domaine I** » identifié dans nos travaux.

Nous avons alors dégagé plusieurs facteurs responsables en identifiant différents types d'interactions entre mécanismes en pointe de fissure. Les interactions **synergiques** « **protectrices** » qui ressortent de notre étude sont celles qui ont lieu entre la **capacité de la microstructure à relaxer les contraintes, les processus de vieillissement  $\gamma'$**  (grossissements, élargissement de la distance interparticulaire, précipitation de carbures) et **ceux de croissance d'oxydes** (chromine passivante en arrière de la pointe de fissure, oxyde mis en compression en avant de la pointe). A ces mécanismes s'ajoutent ceux de branchements de la pointe de fissure qui apparaissent comme étant d'ordre 1. En revanche, les phénomènes de fermeture de fissure ne semblent pas pouvoir expliquer l'origine d'un **Domaine I** dans notre étude, et ce même en présence d'oxydes. C'est finalement grâce aux effets conjoints et interactifs de l'ensemble de ces facteurs que l'on génère **la forte atténuation des effets d'environnement et de fluage en Domaine I**.

Ces processus sont en perpétuelle **compétition antagoniste** avec les mécanismes d'endommagement par fluage et par oxydation (DE, SAGBO). Ainsi, la transition dans le **Domaine II** a lieu lorsque ces derniers redeviennent prépondérants. Dans ce **Domaine II**, on montre que l'effet des temps de maintien en fatigue-fluage est tel que les vitesses de propagation « cyclique » (*i.e.* à la remise en charge) sont plus élevées que pour des conditions de fatigue pure. Cela met en lumière une **interaction unilatérale** que l'on peut expliquer grâce au concept de zone endommagée par fluage générée par les temps de maintien.

La plupart des processus « protecteurs » actifs dans le **Domaine I** sont dépendants des caractéristiques intrinsèques du matériau (microstructure, propriétés mécaniques) eux-mêmes dépendantes du temps. Dans le **Domaine I**, **la fissure se propage alors dans un matériau dont la résistance à la propagation de fissure augmente avec le temps**. C'est en cela que le protocole expérimental joue aussi un rôle primordial dans le déclenchement d'un **Domaine I** : il permet de favoriser ou non les interactions « protectrices », elle participe à la durée totale de l'essai et donc au vieillissement de la microstructure.

Nos travaux soulèvent entre autres deux questions majeures à notre sens.

La première est celle de la maîtrise de l'histoire thermomécanique vécue par un matériau, et par là même, l'impact de la stratégie expérimentale quand il s'agit d'étudier la propagation de fissure par exemple dans un superalliage base nickel. L'étape de préfissuration, le choix des conditions d'essais ou la façon d'opérer lorsque l'on est confronté à un arrêt de la propagation sont autant de pratiques extrinsèques au matériau qui semblent pourtant contribuer voire, à un certain degré, contrôler la réponse macroscopique en propagation de fissure. Certains

travaux de la littérature se sont déjà employés à étudier notamment l'effet d'un essai avec valeurs de  $\Delta K$  croissantes ou décroissantes, ou encore l'impact de différents paramètres expérimentaux classiques (température, fréquence, rapport de charge, etc.). Malgré tout, à la lumière de la revue bibliographique et de nos résultats, certains autres facteurs mériteraient des études spécifiques. On peut notamment citer celui de l'étape de préfissuration (méthode et conditions, longueur de préfissure finale) ou celui du niveau de  $\Delta K_i$  dont, nous en sommes convaincus, l'importance et l'influence ne sont pas encore entièrement élucidées.

La deuxième question découle naturellement de la première. Elle concerne notre capacité à intégrer la dépendance au temps de la propagation de fissure dans les méthodes d'essais, les mesures, les représentations graphiques et les calculs phénoménologiques découlant de campagnes expérimentales. Si cela est d'autant plus vrai dans le cadre de nos travaux étant données les durées conséquentes des essais réalisés, nous avons toutefois aussi montré à quel point les premiers instants de la propagation d'une fissure peuvent être sensibles aux processus dépendants du temps. Ainsi, être en mesure de gérer l'influence du vieillissement microstructural peut par exemple à terme conduire à développer des matériaux dont les gradients de microstructure permettraient à la fissure de se propager dans un milieu le plus résistant possible en tout instant. En outre, la représentation graphique des graphes  $da/dN$  vs  $\Delta K$  utilisée dans ce manuscrit est particulière à notre étude. Une perspective intéressante serait de définir un paramètre robuste et complet qui puisse rendre compte de la dépendance temporelle des vitesses de propagation de fissure dans des conditions données. Telesman et al. sont pour l'instant les seuls à notre connaissance à avoir emprunté cette voie complexe en essayant d'intégrer à  $\Delta K$  la capacité à relaxer les contraintes selon l'état de la microstructure initiale [Telesman et al., 2016].

De manière plus générale encore, la question de la prise en compte de comportements tel que celui d'un **Domaine I** (ralentissements et arrêts) par exemple dans les calculs et modélisations de durée de vie se pose. Par ailleurs, qu'en est-il de la projection de nos résultats dans une approche de tolérance au dommage appliquée à une anomalie sur pièce ? En d'autres termes, à quel point ces comportements à la fois dépendants de paramètres intrinsèques et extrinsèques au matériau peuvent-ils être intégrés dans les pratiques industrielles de gestion des données de propagation ? Quelle est la probabilité d'occurrence d'un **Domaine I** hors du cadre d'une éprouvette normée et préfissurée ?

Enfin, quelques autres considérations expérimentales nous semblent mériter des efforts supplémentaires de compréhension. Nous mettons en évidence dans nos travaux de thèse que le ralentissement de la propagation de fissure est fortement relié à un chargement de fatigue-

fluage. Il serait intéressant d'avoir une évaluation plus poussée de la dépendance aux durées de paliers de maintien, notamment en investiguant d'éventuels effets de seuil et de saturation. L'influence des durées de rampes de charge/décharge est alors aussi un axe qui pourrait être étudié, soit en les modifiant, soit en supprimant les paliers de maintien et en les remplaçant par des cycles types « dents de scie fast-slow ou slow-fast » (l'équivalent de cycles 10-300-10 deviendrait par exemple 10-0-310 ou 310-0-10).

Enfin les quelques essais interrompus réalisés révèlent toute la richesse des informations qu'ils peuvent fournir. Il serait ainsi pertinent de réaliser des caractérisations de pointes de fissure après essais interrompus pour obtenir plus de détails sur les facteurs responsables d'un

**Domaine I.**

# *REFERENCES*



*"L'important n'est pas de convaincre, mais de donner à réfléchir"*

*"L'amour pour épée, l'humour pour bouclier"*

Bernard Werber

- [Adams, 1972], N.J.I. Adams, "Fatigue crack closure at positive stresses", Engineering Fracture Mechanics Vol. 4, pp. 543-554, 1972.
- [Anderson, 1995], T.L. Anderson, "Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications", CRC Press, 1995.
- [Andrieu et al., Cours], E. Andrieu, P. Maugis, Cours de « Transformations par diffusion à l'état solide » dispensé en 2017-2018 à l'ENSIACET de l'INP-Toulouse.
- [Angiolini et al., 1999], M. Angiolini, G. Mazzone, A. Montone, M. Vittori-Antisari, "Effect of plastic deformation on the kinetics of the solid state reaction between Cu and Zn", Physical Review B, Vol 59, N18, pp. 11733-11738, 1999.
- [Antolovich et al., 1981], S.D. Antolovich, E. Rosa, A. Pineau, "Low cycle fatigue of René 77 at elevated temperatures", Materials Science and Engineering, 47, pp. 47-57, 1981.
- [Ardell et al., 1966] A. J. Ardell, R.B. Nicholson, « The coarsening of  $\gamma'$  in Ni-Al alloys", Journal of Physics and Chemistry of Solids, Vol. 27, pp. 1793-1804, 1966.
- [Ardell, 1972a], A.J. Ardell, "Cumulative distribution functions associated with particle coarsening processes", Metallography, 5, pp. 285-294, 1972.
- [Ardell, 1972b], A.J. Ardell, "On the coarsening of grain boundary precipitates", Acta Metallurgica, Vol. 20, pp. 601-609, 1972.
- [Ardell et al., 2005], A.J. Ardell, V. Ozolins, "Trans-interface diffusion-controlled coarsening", Nature Materials, 4, pp. 309-316, 2005.
- [ASTM, E647], Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates, ASTM International, E647 – 05.
- [Bain et al., 1984], K.R. Bain, R.M. Pelloux, "Effect of Environment on Creep Crack Growth in PM/HIP Rene-95s", Metallurgical Transactions A, Vo. 15, pp. 381-388, 1984.
- [Baker et al., 1995], I. Baker, L. Liu, D. Mandal, "The effect of grain size on the stored energy of cold work as a function of strain for polycrystalline nickel", Scripta Metallurgica and Materialia, Vol. 32, No. 2, pp. 167-171, 1995.
- [Baldan, 2002a], A. Baldan, "Review: Progress in Ostwald ripening theories and their applications to the  $\gamma'$ -precipitates in nickel-base superalloys – Part I: Ostwald ripening theories", Journal of Materials Science, 37, pp. 2171-2202, 2002.
- [Baldan, 2002b], A. Baldan, "Review: Progress in Ostwald ripening theories and their applications to the  $\gamma'$ -precipitates in nickel-base superalloys – Part II: nickel-base superalloys", Journal of Materials Science, 37, pp. 2379-2405, 2002.
- [Beardmore et al., 1969], P. Beardmore, R.G. Davies, T.L. Johnston, "On The Temperature Dependence of the Flow Stress of Nickel-Base Alloys", Transactions of The Metallurgical Society of AIME, 245, 1537-1545, 1969.
- [Behrouzghaemi et al., 2008], S. behrouzghaemi, R.J. Mitchell, "Morphological changes of  $\gamma'$  precipitates in superalloy IN738LC at various cooling rates", Materials Science and Engineering: A, 498, pp. 266-271, 2008.
- [Berthod, 2007], P. Berthod, "Influence of chromium carbides on the high temperature oxidation behavior and on chromium diffusion in Nickel-base alloys", Oxid Met, 68, pp. 77-76, 2007.

- [Billot, 2010], Thomas Billot. Comportement et endommagement en fatigue et fatigue - fluage à haute température de différents états microstructuraux du superalliage base-nickel Udimet 720. Sciences de l'ingénieur [physics]. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2010. Français.
- [Blaizot, 2015], Jérôme Blaizot. Thèse. Etude de l'influence des procédés de fabrication sur les propriétés mécaniques des alliages de nickel. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Lyon, 2016. Français.
- [Bond et al., 2018], D. M. Bond, M.A. Zikry, "Differentiating between intergranular and transgranular fracture in polycrystalline aggregates", *Journal of Materials Science*, Vol. 53, pp. 5786-5798, 2018.
- [Bonfrisco et al., 2010], L.P. Bonfrisco, M. Frary, "Effects of crystallographic orientation on the early stages of oxidation in nickel and chromium", *Journal of Materials Science*, Vol. 45, pp. 1663-1671, 2010.
- [Bosoalto et al., 2016], H. Bosoalto, M. Anderson, "An extension of mean-field coarsening theory to include particle coalescence using nearest-neighbour functions", *Acta Materialia*, Vol. 117, pp. 122-134, 2016.
- [Boydlee., 1999], A.D. Boydlee, "Fatigue crack growth resistant microstructures in polycrystalline Ni-base superalloys for aeroengines", *International Journal of Fatigue*, Vol. 21, pp. 393-405, 1999.
- [Brailsford et al., 1979], A.D. Brailsford, P. Wynblatt, "The dependence of Ostwald ripening kinetics on particle volume fraction", *Acta Metallurgica*, Vol. 27, pp. 487-497, 1979.
- [Brooks et al., 1988], J. W. Brooks, P. J. Bridges, "Metallurgical stability of Inconel 718", *Superalloys 1988*, TMS: Warrendale, USA, pp. 33-42, 1988.
- [Caccuri et al., 2017], V. Caccuri, J. Cormier, R. Desmorat, " $\gamma'$ -rafting mechanisms under complex mechanical stress state in Ni-based single crystalline superalloys", *Materials and Design* 131, pp. 487-497, 2017.
- [Cai et al., 2007], B. Cai, B.L. Adams, T.W. Nelson, "Relation between precipitate-free zone width and grain boundary type in 7075-T7 Al alloy", *Acta Materialia*, 55, pp. 1543-1553, 2007.
- [Cao et al., 2018], L. Cao, P. Wollgramm, D. Bürger, A. Kostka, G. Cailletaud, G. Eggeler, "How evolving multiaxial stress states affect the kinetics of rafting during creep of single crystal Ni-base superalloys", *Acta Materialia*, 158, pp. 381-392, 2018.
- [Carbou, 2000], Christophe Carbou. Interactions Fatigue-Fluage sur le comportement en fissuration à haute température des superalliages pour disques de turbine : effet d'oxydation. Mécanique des matériaux. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2000. Français.
- [Carroll et al., 2012], J.D. Carroll, W. Abuzaid, J. Lambros, H. Sehitoglu, "High resolution digital image correlation measurements of strain accumulation in fatigue crack growth", *International Journal of Fatigue*, Vol. 57, pp. 140-150, 2013.
- [Chan, 2015], K.S. Chan, "A grain boundary fracture model for predicting dynamic embrittlement and oxidation-induced cracking in superalloys", *Metallurgica and Materials Transactions A*, Vol. 46, pp. 2491-2505, 2015.
- [Chan et al., 2015], K.S. Chan, M.P. Enright, J. Moody, S.H.K. Fitch, "Mitigating time-dependent crack growth in Ni-base superalloy components", *International Journal of Fatigue*, Vol. 82, pp. 332-341, 2015.
- [Chateau et al., 2009], E. Chateau, L. Rémy, "Oxidation-assisted creep damage in a wrought nickel-based superalloy: experiments and modelling", *Materials Science and Engineering A*, 527, pp. 1655-1664, 2009.

- [Chelsey et al., 2018], Z.H. Chelsey, S. Li, Z.K Liu, "Data set diffusion coefficients and relative creep rate ratios of 26 dilute Ni-X alloy systems from first-principles calculations", *Data in Brief*, Vol. 20, pp. 1537-1551, 2018.
- [Chen et al., 2015] Y.Q. Chen, E. Francis, J. Robson, M. Preuss, S.J. Haigh, "Compositional variations for small-scale gamma prime precipitates formed at different cooling rates in an advanced Ni-based superalloy", *Acta Materialia* 85, pp. 199-206, 2015.
- [Chermahini et al., 1988], R.G. Chermahini, K.N. Shivakumar, J.C. Newman, "Three-dimensional finite-element simulation of fatigue crack growth and closure", *International Journal of Fatigue*, Vol. 15, No. 4, pp. 259-263, 1988.
- [Choi et al., 2008], B.G. Choi, I.S. Kim, D.H. Kim, C.Y. Jo, "Temperature dependence of MC decomposition behavior in Ni-base superalloy GTD 111", *Materials Science and Engineering A*, V478, pp. 329-335, 2008.
- [Christ et al., 2016], H.S. Christ, K. Wackerman, U. Krupp, "On the mechanism of dynamic embrittlement and its effect on fatigue crack propagation in IN718 at 650°C", *Procedia Structural Integrity* 2, pp. 557-564, 2016.
- [Clarebrough et al., 1958], I.M. Clarebrough, M.E. Hargreaves, M.H. Loretto, "The influence of grain size on the stored energy and mechanical properties of copper", *Acta Metallurgica*, Vol. 6, pp. 725-735, 1958.
- [Clerivet et al., 1979], A. Clerivet, C. Bathias, "Study of crack tip opening under cyclic loading taking into account the environment and R ratio", *Engineering Fracture Mechanics*, 12, pp. 599-611, 1979.
- [Coackley et al., 2010], J. Coackley, H. Bosoalto, D. Dye, "Coarsening of a multimodal nickel-base superalloy", *Acta AMaterialia*, Vol. 58, pp. 4019-4028, 2010.
- [Coble, 1958], R.L. Coble, "Initial sintering of alumina and hematite", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 41, No. 2, pp. 55-62, 1958.
- [Cormier et al., 2007], J. Cormier, X. Milhet, J. Mendez, "Non-isothermal creep at very high temperature of the nickel-based single crystal superalloy MC2", *Acta Materialia*, 55, pp. 6250-6259, 2007.
- [Cormier et al., 2008], J. Cormier, X. Milhet, J.-L. Champion, J. Mendez, "Simulation of very high temperature overheating during isothermal creep of single crystal Ni-base superalloy", *Advanced Engineering Materials*, 10, pp. 56-61, 2008.
- [Cotterell et al., 1980], B. Cotterell, J. R. Rice, "Slightly curved or kinked cracks", *International Journal of Fracture*, Vol. 16, No. 2, pp. 155-169, 1980.
- [Cruchley et al., 2016], S. Cruchley, H. Evans, M. Taylor, "An overview of the oxidation of Ni-based superalloys for turbine disc applications: surface condition, applied load and mechanical performance", *Materials at High Temperatures*, 2016.
- [Dahal et al., 2012], J. Dahal, K. Maciejewski, H. Ghonem, "Grain boundary deformation and fracture mechanisms in dwell fatigue crack growth in turbine disk superalloy me3", *Superalloys 2012*, TMS, pp. 149-158, 2012.
- [Decker et al., 1957], R.F. Decker, J.W. Freeman, "The mechanism of beneficial effects of boron and zirconium on creep-rupture properties of a complex heat-resistant alloy", *Report 57 to The National Advisory Committee for Aeronautics*, 1957.
- [Davies et al., 1979], C.K.L. Davies, P. Nash, R.N. Stevens, "The effect of volume fraction of precipitate on Ostwald ripening", *Acta Metallurgica*, Vol. 28, pp. 179-189, 1979.

- [Dawicke et al., 1990], D.W. Dawicke, A.F. Grandt, J.C. Newman, "Three dimensional crack closure behavior", *Engineering Fracture Mechanics*, 36, pp. 111-121, 1990.
- [Desmorat et al., 2017], R. Desmorat, A. Mattiello, J. Cormier, "A tensorial thermodynamic framework to account for the  $\gamma'$  rafting in nickel-based single crystal superalloys", *International Journal of Plasticity*, Vol. 95, pp. 43-81, 2017.
- [Devaux et al., 2010], A. Devaux, E. Georges, P. Héritier, "Development of a new C&W superalloys for high temperature disk applications", *Advanced Materials Research* Vol. 278, pp. 405-410, *Eurosuperalloys 2010*, 2010.
- [Devaux et al., 2012], A. Devaux, B. Picqué, M.F. Gervais, E. Georges, T. Poulain, P. Héritier, "AD730<sup>TM</sup>, a new nickel-based superalloy for high temperature engine rotative parts", *Superalloys 2012*, TMS, pp. 911-919, 2012.
- [Do, 2013], Tien-Dung Do. Thèse. Etude de la zone plastique en pointe de fissure pour l'alliage d'Aluminium 2024T351. Génie mécanique et Productique [physics.class-ph]. Université François - Rabelais de Tours - Tours, 2013. Français.
- [Doi et al., 1984], M. Doi, T. Miyazaki, T. Wakatsuki, "The effect of elastic interaction energy on the morphology of  $\gamma'$  precipitates in nickel based alloys", *Materials Science and Engineering A*, 67, pp. 247-253, 1984.
- [Donachie et al., 2002], M. J. Donachie, S. J. Donachie, "Superalloys : A technical Guide, Second Edition », ASM International, p. 34, 2002.
- [Dumont et al., 2012], A. Dumont, L. Nazé, A. Köster, L. Rémy, J.Y. Guédou, J.M. Franchet, "Investigation of heat treatment parameters effect on the microstructure and on the mechanical properties of a powder metallurgy nickel-base superalloy", *Proceedings of Metal 2012*, 2012.
- [Durand, 2020], Durand, M. "Analyse Des Mécanismes Métallurgiques Survenant Dans L'alliage AD730<sup>TM</sup> Au Cours De Revenu De Relaxation Des Contraintes. " Ph.D. Thèse, Ecole Nationale des Mines de Paris – CEMEF, Paris, France, en cours.
- [Elber, 1970], W. Elber, "Fatigue crack closure under cyclic tension", *Engineering Fracture Mechanics*, 2, pp. 37-45, 1970.
- [El-Magd et al., 1996], E. El-Magd, G. Nicolini, M. Farag, "Effect of carbide precipitation on the creep behavior of alloy 800HT in the temperature range 700°C-900°C", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 27, pp. 747-756, 1996.
- [Engerand, 2000], J.-L. Engerand, "Mécanique de la rupture", *Technique de l'Ingénieur, Traité de Génie Mécanique*, 2000.
- [Enomoto et al., 1989], Y. Enomoto, K. Kawasaki, "Computer simulation of Ostwald ripening with elastic field interactions", *Acta Metallurgica*, 37, pp. 1399-1406, 1989.
- [Embury et al., 1965], J.D. Embury, R.B. Nicholson, "Influence the nucleation of precipitates: the system Al-Zn-Mg", *Acta Metallurgica*, 7, pp. 403-418, 1965.
- [Embury et al., 2003], J.D. Embury, A. Deschamps, Y. Brechet, "The interaction of plasticity and diffusion controlled precipitation reactions", *Scripta Materialia*, 49, pp. 927-932, 2003.
- [Everitt et al., 2008], S. Everitt, M.J. Starink, P.A.S Reed, "Temperature and dwell dependence of fatigue crack propagation in various heat treated turbine disc alloys", *Proceedings of Superalloys 2008*, TMS, pp. 741-750, 2008.

- [Everitt et al., 2013], S. Everitt, R. Jiang, N. Gao, M.J. Starink, J.W. Brooks, P.A.S Reed, "A comparison of fatigue crack propagation behaviour in two gas turbine disc alloys under creep-fatigue conditions – evaluating microstructure, environment and temperature effects", Materials Science and Technology, 2013.
- [Farukh et al., 2015], F. Farukh, L. Zhao, R. Jiang, P. Reed, D. Proppentner, B. Shollock, "Fatigue crack growth in a nickel-based superalloy at elevated temperature - experimental studies, viscoplasticity modelling and XFEM predictions", Mechanics of Advanced materials and Modern processes, 2015.
- [Fessler et al., 2017], E. Fessler, E. Andrieu, V. Bonnard, V. Chiaruttini, S. Pierret, "Relation between crack growth behaviour and crack front morphology under hold-time conditions in DA Inconel 718", International Journal of Fatigue, Vol. 96, pp. 17-27, 2017.
- [Fiordalisi, 2014], Saverio Fiordalisi. Thèse. Modélisation tridimensionnelle de la fermeture induite par plasticité lors de la propagation d'une fissure de fatigue dans l'acier 304L. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2014. Français.
- [Flageolet et al., 2004], B. Flageolet, P. Villechaise, M. Jouiad, J. Mendez, "Ageing characterization of the powder metallurgy superalloy N18", Proceedings of Superalloys 2004, TMS, pp. 371-379, 2004.
- [Flageolet, 2005], B. Flageolet, Thèse "Effet du vieillissement du superalliage base nickel N18 pour disques de turbines sur sa durabilité en fatigue et fatigue-fluage à 700°C", ISAE-ENSMA, 2005.
- [Forestieri et al., 1959], A.F. Forestieri, L.A. Girifalco, "The effect of plastic deformation on self-diffusion in silver", Journal of Physics and Chemistry of Solids, 10, pp. 99-105, 1959.
- [Foss, 2013], Benjamin John Foss. PhD Thesis. Oxidation and oxygen transport in a commercial polycrystalline Ni- based superalloy under static and loading conditions. Imperial College of London. UK. 2013.
- [Foss et al., 2014], B.J. Foss, M.C. Hardy, D.J. Child, D.S. McPhail, B.A. Shollock, "Oxidation of a commercial nickel-based superalloy under static loading", JOM, Vol. 66, No 2, pp. 2516-2524, 2014.
- [Frenz et al., 1996], H. Frenz, J. Kinder, H. Klingelhöffer, P.D. Portella, "Behavior of single crystal superalloys under cycling loading at high temperatures", Proceedings of Superalloys 1996, TMS, pp. 305-312, 1996.
- [Furrer et al., 1999], D.U. Furrer, H.J. Fecht, "γ' formation in superalloy U720Li", Scripta Materialia, Vol. 40, pp. 1215-1220, 1999.
- [Gabb et al., 2007], T.P. Gabb, J. Telesman, P.T. Kantzos, A. Garg, "Effects of Temperature on Failure Modes for a Nickel-Base Disk Superalloy", Journal of Failure Analysis and Prevention, Vol. 7, pp. 56-65, 2007.
- [Gabb et al., 2011], T.P. Gabb, J. Telesman, L. Ghosn, J. Gayda, A. Garg, "Factors Influencing Dwell Fatigue Cracking in Notches of Powder Metallurgy Superalloys", NASA, 2011.
- [Galindo-Nava et al., 2015], E. I. Galindo-Nava, L. D. Connor, C. M. F. Rae, "On the prediction of the yield stress of unimodal and multimodal γ' Nickel-base superalloys", Acta Materialia, Vol. 98, pp. 377-390, 2015.
- [Gao et al., 1995], M. Gao, D.J. Dwyer, R.P. Wei, "Niobium enrichment and environmental enhancement of creep crack growth in nickel-base superalloy", Scripta Metallurgica and Materialia, Vol. 32, No. 8, pp. 1169-1174, 1995.



- [Ghonem et al., 1991], H. Ghonem, D. Zheng, "Oxidation-assisted fatigue crack growth behavior in alloy 718-Part I. quantitative modeling", *Fatigue and Fracture of Engineering Materials & Structures*, Vol. 14, No 7, pp. 749-760, 1991.
- [Ghonem et al., 1993], H. Ghonem, T. Nicholas, A. Pineau, "Elevated temperature fatigue crack growth in Alloy 718 - Part II : effects of environmental and material variables", *Fatigue and Fracture of Engineering Materials & Structures*, Vol. 16, No 6, pp. 577-590, 1993.
- [Giggins et al., 1971], C.S. Giggins, F.S. Pettit, "Oxidation of Ni-Cr-Al alloys between 1000°C and 1200°C", *Journal of the Electrochemical Society*, Vol. 118, No 11, pp. 1782-1790, 1971.
- [Giraud et al., 2013], R. Giraud, Z. Hervier, J. Cormier, G. Saint-Martin, F. Hamon, X. Milhet, J. Mendez, "Strain effect on the  $\gamma'$  dissolution at high temperatures of a nickel-based single crystal superalloy", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 44, pp. 131-146, 2013.
- [Goodfellow et al., 2017], A.J. Goodfellow, E.I. Galindo-Nava, K.A. Christofidou, N.G. Jones, T. Martin, P.A.J. Bagot, C.D. Boyer, M.C. Hardy, H.J. Stone, "Gamma prime precipitate evolution during aging of a model nickel-based superalloy", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2017.
- [Greenwood, 1956], G.W. Greenwood, "The growth of dispersed precipitates in solutions", *Acta Metallurgica*, Vol. 4, pp. 243-248, 1956.
- [Griffith, 1921], A.A. Griffith, "The phenomenon of rupture and flow in solids", *Philosophical Transactions of The Royal Society A*, 221, pp. 163-197, 1921.
- [Grosdidier et al., 1998], T. Grosdidier, A. Hazotte, A. Simon, "Precipitation and dissolution processes in  $\gamma/\gamma'$  single crystal nickel-based superalloys", *Materials Science and Engineering: A*, 256, pp. 186-196, 1998.
- [Gustafsson et al., 2010], D. Gustafsson, J. Moverare, K. Simonsson, S. Johansson, M. Hörnqvist, S. Sjöström, B. Sharifimajda, "Fatigue crack growth behaviour of Inconel 718 with high temperature hold times", *Procedia Engineering*, 2, pp. 1095-1104, 2010.
- [Gustafsson et al., 2011], D. Gustafsson, J. Moverare, K. Simonsson, S. Johansson, M. Hörnqvist, T. Mansson, S. Sjöström, "Fatigue crack growth behaviour of Inconel 718 - the concept of a damaged zone caused by high temperature hold times", *Procedia Engineering*, 10, pp. 2821-2826, 2011.
- [Gustafsson et al., 2013], D. Gustafsson, E. Lundström, "High temperature fatigue crack growth behaviour of Inconel 718 under hold time and overload conditions", *International Journal of Fatigue*, Vol. 48, pp. 178-186, 2013.
- [Ha et al., 2015], J.W. Ha, B.S. Seong, H.W. Jeong, Y.S. Choi, N. Kang, "Effects of the aging temperature and stress relaxation conditions on  $\gamma'$  precipitation in Inconel X-750", *Journal of Nuclear Materials*, 457, pp. 362-368, 2015.
- [Hall, 1970], E.O. Hall, "Yield point phenomena in metals and alloys", *Springer Science & Business Media*, 1970.
- [Hawk et al., 1986], D.E. Hawk, J. L. Bassani, "Transient crack growth under creep conditions", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 34, No. 3, pp. 191-212, 1986.
- [Henderson et al., 1995], M.B. Henderson, J.W. Martin, "Influence of precipitate morphology on the high temperature fatigue properties of SRR99", *Acta Metallurgica & Materialia*, Vol. 43, No. 11, pp. 4036-4043, 1995.
- [Henderson et al., 1996], M.B. Henderson, J.W. Martin, "The influence of crystal orientation on high temperature fatigue crack growth ni-based single crystal superalloy", *Acta Metallurgica & Materialia*, Vol. 44, No. 1, pp. 111-126, 1996.



- [Hide et al., 2000], J. Hide, M.B. Henderson, P.A.S. Reed, "effects of grain and precipitate size variation on creep-fatigue behaviour of UDIMET 720Li in both air and vacuum ", *Superalloys 2000*, TMS, pp. 496-203, 2000.
- [Hindam et al., 1982], H. Hindam, D.P. Whittle, "Microstructure, adhesion and growth kinetics of protective scales on metals and alloys", *Oxidation of metals*, Vol. 18, Nos. 5/6, pp. 245-284, 1982.
- [Hisazawa et al., 2017], H. Hisazawa, Y. Terada, M. Takeyama, "Morphology evolution of  $\gamma'$  precipitates during isothermal exposure in wrought Ni-based superalloy Inconel X-750", *Materials Transactions*, Vol. 58, 5, pp. 817-824, 2017.
- [Hodgkiess et al., 1978], T/ Hodgkiess, G.C. Wood, D.P. Whittle, B.D. Bastow, "Compositional changes in the underlying alloy produced by the oxidation of Ni-Cr Alloys", *Oxidation of metals*, Vol. 12, 5, pp. 439-449, 1978.
- [Hörnqvist et al., 2014], M Hörnqvist, L Viskari, K L. Moore, K Stiller, "High-temperature crack growth in a Ni-base superalloy during sustained load", *Materials Science and Engineering*, 609, pp. 131-140, 2014.
- [Huang et al., 2016], X. Huang, L. Wang, Y. Hu, G. Guo, D. Salmon, Y. Li, W. Zhao, "Fatigue crack propagation behavior of Ni-based superalloys after overloading at elevated temperatures", *Progress in natural science: materials international*, Vol. 26, pp. 197-203, 2016.
- [Huther et al., 1978], W. Huther, B. Reppich, "Interaction of dislocations with coherent, stress-free ordered particles.", *Z. Metallkunde*, 69, pp. 628-634, 1978.
- [Hwang et al., 2009], J.Y. Hwang, S. Nag, A.R.P. Singh, R. Srinivasan, J. Tiley, H.L. Fraser, R. Banerjee, "Evolution of the  $\gamma/\gamma'$  interface width in a commercial nickel base superalloy studied by three-dimensional atom probe tomography", *Scripta Materialia*, Vol. 61, pp. 92-95, 2009.
- [Irwin, 1957], G.R. Irwin, "Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate", *Journal of applied mechanics*, 24, pp. 361-364, 1957.
- [Irwin, 1960], G.R. Irwin, "Plastic zone near a crack and fracture toughness", *Proceedings of the 7<sup>th</sup> Sagamore Ordnance Materials Conference*, Vol. 4, pp. 63-78, 1960.
- [Ito et al., 2017], T. Ito, S. Yamasaki, M. Mitsuhashi, M. Nishida, M. Yonemura, "Effect of intergranular carbides on creep strength in nickel-based heat-resistant alloys", *Materials Transactions*, 58, pp. 52-58, 2017.
- [Jackson et al., 1999], M.P. Jackson, R.C. Reed, "Heat treatment of Udimet 720Li: the effect of microstructure on properties", *Materials Science and Engineering*. A259, pp.85-97, 1999.
- [James et al., 1983], M.R. James, W.L. Morris, "Effect of fracture surface roughness on growth of short fatigue cracks", *Metallurgical Transactions A*, Vol. 14A, pp. 153-877, 1983.
- [Jiang et al., 2014], R. Jiang, S. Everitt, M. Lewandowski, N. Gao, P.A.S Reed, "Grain size effects in a Ni-based turbine disc alloy in the time and cycle dependent crack growth regimes", *International Journal of Fatigue*, 62, pp. 217-227, 2014.
- [Jiang et al., 2015a], R. Jiang, S. Everitt, N. Gao, K. Soady, J.W. Brooks, P.A.S Reed, "Influence of oxidation on fatigue crack initiation and propagation in turbine disc alloy N18", *International Journal of Fatigue*, 75, pp. 89-99, 2015.
- [Jiang et al., 2015b], R. Jiang, N. Gao, P.A.S Reed, "Influence of orientation-dependent grain boundary oxidation on fatigue cracking behaviour in an advanced Ni-based superalloy", *Journal of Materials Science*, 2015.

- [Jiang et al., 2016a], R. Jiang, P.A.S Reed, "Critical Assessment: oxygen- assisted fatigue crack propagation in turbine disc superalloys", Materials Science and Technology, 2016.
- [Jiang et al., 2016b], R. Jiang, N. Gao, M. Ward, Z. Aslam, J.C. Walker, P.A.S Reed, " Effects of oxidation on fatigue crack initiation and propagation in an advanced disk alloy ", Proceedings of Superalloys 2016, TMS, pp. 907-916, 2016.
- [Jiangdong et al., 2016], C. Jiangdong, Z. Junsong, C. Ruifang, Y. Yunxia, H. Yinqun, "High temperature oxidation behavior of Ni-based superalloy GH202", Materials Characterization 118, pp. 122-128, 2016.
- [Johnson, 1987], W.C. Johnson, "Precipitate shape evolution under applied stress - Thermodynamics and kinetics", Metallurgical Transactions A, 18, pp. 233-247, 1987.
- [José-Yacaman et al., 2005], M. José-Yacaman, C. Gutierrez-Wing, M. Mii, D.-Q. Yang, K.N. Piyakis, E. Sacher "Surface diffusion and coalescence of mobile metal nanoparticles", Journal of Physic and Chemistry B, 109, pp. 9703-9711, 2005.
- [Jouiad et al., 2016], M. Jouiad, E. Marin, R.S. Devarapalli, J. Cormier, F. Ravau, C. Le Gall, J.-M. Franchet, "Microstructure and mechanical properties evolutions of alloy 718 during isothermal and thermal cycling over-aging", Materials and Design, 102, pp. 284-296, 2016.
- [Karabela et al., 2011], A. Karabela, L.G. Zhao, J. Tong, N.J. Simms, J.R. Nicholls, M.C. Hardy, "Effects of cyclic stress and temperature on oxidation damage of a nickel-based superalloys", Materials Science and Engineering A, 528, pp. 6194-6202, 2011.
- [Kashinga et al., 2018], R. J. Kashinga, L. G. Zhao, V. V. Silberschmidt, R. Jiang , P. A. S. Reed, "A diffusion-based approach for modelling crack tip behaviour under fatigue-oxidation conditions", 2018.
- [Kearsey et al., 2012], R.M. Kearsey, J. Tsang, S. Oppenheimer, and E. McDevitt, "Environmental and dwell effects on the damage tolerance properties of ATI 718plus® alloy", Superalloys 2012, TMS, pp. 741-749, 2012.
- [Kinzel et al., 2015], S. Kinzel, J. Gabel, R. Völkl, U. Glatzel, "Reasons for volume contraction after long-term annealing of waspaloy", Advanced Engineering Materials, 17, N°8, pp. 1106-1112, 2015.
- [Kitagawa et al., 1975], H. Kitagawa, R. Yuuki, T. Ohira, "Crack-morphological aspects in fracture mechanics", Engineering Fracture Mechanics, 7, pp. 515-529, 1975.
- [Kitagawa et al., 1976], H. Kitagawa, S. Takahashi, "Applicability of fracture mechanics to very small cracks", Proceedings of International Conference of Mechanical Behaviour of Materials, pp. 627-631, 1976.
- [Kitaguchi et al., 2013], H.S. Kitaguchi, H.Y. Li, H.E. Evans, R.G. Ding, I.P. Jones, G. Baxter, P. Bowen, "Oxidation ahead of a crack tip in an advanced Ni-based superalloy", Acta Materialia, Vol. 61, pp. 1968-1981, 2013.
- [Kofstad, 1988], P. Kofstad, "High temperature corrosion", 1988.
- [Kolbe et al., 1998], M. Kolbe, A. Dlouhy, G. Eggeler, "Dislocation reactions at  $\gamma/\gamma'$ -interfaces during shear creep deformation in the macroscopic crystallographic shear system (001)[110] of CMSX6 superalloy single crystals at 1025°C", Materials Science and Engineering A, 246, pp. 133-142, 1998.
- [Kontis et al., 2016], P. Kontis, D. M. Collins, S. Johansson, A.G. Wilkinson, J.J. Moverare, R.C. Reed, "Crack initiation and propagation during thermal-mechanical fatigue of IN792: effects of dwell time", Superalloys 2016, TMS, pp. 763-772, 2016.

- [Kontis et al., 2018a], P. Kontis, Z. Li, D. M. Collins, J. Cormier, D. Raabe, B. Gault, "The effect of chromium and cobalt segregation at dislocations on nickel-based superalloys", Scripta Materialia, Vol. 145, pp. 76-80, 2018.
- [Kontis et al., 2018b], P. Kontis, A. Kostka, D. Raabe, B. Gault, "Influence of composition and precipitation evolution on damage at grain boundaries in a crept polycrystalline Ni-based superalloy", Acta Materialia, Vol. 166, pp. 158-167, 2018.
- [Krol et al., 2004], T. Krol, D. Baither, E. Nembach, "The formation of precipitate free zones along grain boundaries in a superalloy and the ensuing effects on its plastic deformation", Acta Materialia, 52, pp. 2095-2108, 2004.
- [Krupp et al., 2004], U. Krupp, K. Wackermann, H.J. Christ, M. Hörnqvist, K. Stiller, "Intergranular Oxidation Effects during Dwell-Time Fatigue of High-Strength Superalloys", Oxidation of Metals, 2017.
- [Krupp et al., 2017], U. Krupp, C.J. McMahon, "Dynamic embrittlement-time-dependent brittle fracture", Journal of Alloys and Compounds, 378, pp.79-84, 2004.
- [Kubicek et al., 2013], M. Kubicek, Z. Cai, W. Ma, B. Yildiz, H. Hutter, J. Fleig, "Tensile lattice strain accelerates oxygen surface exchange and diffusion in  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{CoO}_{3-\delta}$  thin films", American Chemical Society, 7-4, pp. 3276-3286, 2013.
- [Kuehmann et al., 1996], C.J. Kuehmann, P.W. Voorhes, "Ostwald ripening in ternary alloys", Metallurgical and Materials Transactions, Vol. 27A, pp. 937-943, 1996.
- [Kujawski, 2001], D. Kujawski, "Correlation of long- and physically short-cracks growth in aluminium alloys", Engineering Fracture Mechanics, Vol. 68, pp. 1357-1369, 2001.
- [Künkler et al., 2008], B. Künkler, O. Düber, P. Köster, U. Krupp, C.-P. Fritzen, H.-J. Christ, "Modelling of short crack propagation - Transition from stage I to stage II", Engineering Fracture Mechanics, Vol. 75, pp. 715-725, 2008.
- [Laird, 1967], C. Laird, "The influence of metallurgical structure on the mechanisms of fatigue crack propagation", ASTM STP 415, pp. 131-168, 1967.
- [Lambert, 2001], A. Lambert-Perlade. Thèse. Rupture par clivage de microstructures d'aciers bainitiques obtenues en conditions de soudage. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris - Paris, 2001. Français.
- [Lankford, 1982], J. Lankford, "The growth of small fatigue cracks in 7075-T6 aluminium", Fatigue Fracture Engineering of Materials and Structures, Vol. 5, pp. 233-248, 1982.
- [Laurence et al., 2014], A. Laurence, J. Cormier, P. Villechaise, T. Billot, J.-M. Franchet, F. Pettinari-Sturm, M. Hantcherli, F. Momprou, A. Wessman, "Impact of the solution cooling rate and of thermal aging on the creep properties of the new cast and wrought René 65 Ni-based superalloy", Proceedings Superalloy 718 and Derivatives 2014, pp. 333-348, 2014.
- [Laurence, 2016], Aude Laurence. Impact du sur-vieillissement métallurgique sur le comportement et la durabilité du nouveau superalliage pour disque de turbine René 65. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2016. Français.
- [Lee et al., 2008], S.Y. Lee, P.K. Liaw, Y.L. Lu, D. Fielden, L.M. Pike, D.L. Klarstrom, "Elevated-temperature creep-fatigue crack-growth behavior of nickel-based Haynes® R-41, Haynes® 230® and Hastelloy® X alloys", Proceedings of Superalloys 2008, TMS, pp. 509-514, 2008.
- [Legros et al., 2008], M. Legros, G. Dehm, E. Arzt, T.J. Balk, "Observation of giant diffusivity along dislocation cores", Science, 319, pp. 1646-1649, 2008.

- [Lehtinen et al., 2002], K.E.J. Lehtinen, M.R. Zachariah, "Energy accumulation in nanoparticle collision and coalescence processes", *Aerosol Science* 33, pp. 357-368, 2002.
- [Li et al., 2014], H.Y. Li, J. Fisk, L.-B. Lim, S. Williams, P. Bowen, "Thresholds of time dependent intergranular crack growth in a nickel disc alloy Alloy 720Li", *Matec Web of Conferences*, 14, 2014.
- [Li et al., 2015], H.Y. Li, J.F. Sun, M.C. Hardy, H.E. Evans, S.J. Williams, T.J.A. Doel, P. Bowen, "Effects of microstructure on high temperature dwell fatigue crack growth in a coarse grain PM nickel based superalloy", *Acta Materialia*, 90, pp. 355-369, 2015.
- [Li et al., 2018], M. Li, J. Coackley, D. Isheim, G. Tian, B. Shollock, "Influence of the initial cooling rate from  $\gamma'$  supersolvus temperatures on microstructure and phase compositions in a nickel superalloy", *Journal of alloys and compounds*, 732, pp. 765-776, 2018.
- [Lieurade, 1982], H.P. Lieurade, "La pratique des essais de fatigue", *PYC Edition Paris*, 1982.
- [Lifshitz et al., 1961], I.M. Lifshitz, V.V. Slyozov, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 19, 1961.
- [Lin et al., 2011], B. Lin, L.G. Zhao, J. Tong, "A crystal plasticity study of cyclic constitutive behaviour, crack-tip deformation and crack-growth path for a polycrystalline nickel-based superalloy", *Engineering Fracture Mechanics* Vol. 78, pp. 2174-2192, 2011.
- [Liu et al., 1991], C. Liu, Y. Han, M. Yan, M. Chaturvedi, "Creep crack growth behavior of alloy 718", *Proceedings of Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives 1991*, p.537, 1991.
- [Liu et al., 2003], X.B. Liu, B. Kang, K.-M. Chang, "The effect of hold-time on fatigue crack growth behaviors of Waspaloy alloy at elevated temperature", *Materials Science and Engineering A*, 340, pp. 8-14, 2003.
- [Liu et al., 2004], X.B. Liu, L.Z. Ma, K.M. Chang, E. Barbero, "Fatigue crack propagation of ni-base superalloys", *Acta metallurgica sinica*, 18, No. 1, pp. 55-64, 2004.
- [Louchet et al., 1998], F. Louchet, M. Véron, Y. Bréchet, A. Hazotte, J.-Y. Buffière, P. Bastie, A. Royer, "New trends in directional coarsening of superalloys under stress", *La Revue de Métallurgie*, pp. 1481-1490, 1998.
- [Loyer-Danflou et al., 1993], H. Loyer-Danflou, M. Marty, A. Walder, J. Mendez, P. Violan, "The effect of environment and structure on creep fatigue crack propagation in a P/M astroloy", *Journal de Physique IV*, pp. 359-362, 1993.
- [Lvov et al., 2004], G. Lvov, V.I. Levit, M.J. Kaufman, "Mechanism of primary MC carbide decomposition in Ni-base superalloys", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33A, pp. 3465-3478, 2004.
- [Lynch et al., 1994], S. P. Lynch, T. C. Radtke, B. J. Wicks and R. T. Byrne, "Fatigue crack growth in nickel-based superalloys at 500-700°C. I: waspaloy", *Fatigue and Fracture of Engineering Materials & Structures*, Vol. 17, No 3, pp. 297-311, 1994.
- [Ma et al., 2002], L. Ma, K.M. Chang, S. K. Mannan, S.J. Patel, "Effect of Prolonged Isothermal Exposure on Elevated-Temperature, Time-Dependent Fatigue-Crack Propagation in INCONEL Alloy 783", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35A, pp. 1669-1679, 1997.
- [Ma et al., 2003a], L. Ma, K.M. Chang, "Identification of SAGBO-induced damage zone ahead of crack tip to characterize sustained loading crack growth in alloy 783", *Scripta Materialia*, 48, pp. 1271-1276, 2003.
- [Ma et al., 2003b], L. Ma, K.M. Chang, S. K. Mannan, S.J. Patel, "Effects of NiAl- b precipitates on fatigue crack propagation of INCONEL alloy 783 under time-dependent condition With various load ratios", *Scripta Materialia*, 48, pp. 551-557, 2003.

- [Ma et al., 2003c], L. Ma, K.M. Chang, S. K. Mannan, "Oxide-induced crack closure: an explanation for abnormal time-dependent fatigue crack propagation behavior in INCONEL alloy 783", *Scripta Materialia*, 48, pp. 583-588, 2003.
- [Maldonaldo et al., 1997], R. Maldonaldo, E. Nembach, "The formation of precipitate free zones and the growth of grain boundary carbides in the nickel-base superalloy Nimonic PE16", *Acta Materialia*, 45-1, pp. 213-224, 1997.
- [Mao et al., 2007], Z. Mao, C.K. Sudbrack, K.E. Yoon, G. Martin, D.N. Seidman, "The mechanism of morphogenesis in a phase-separating concentrated multicomponent alloy", *Nature Materials*, Vol. 6, pp. 210-216, 2007.
- [Marchal, 2006], Nicolas Marchal. Thèse. Propagation de fissure en fatigue-fluage a haute temperature de superalliages monocristallins a base de nickel. Mécanique [physics.med-ph]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2006. Français.
- [Martinsson, 2006], A. Martinsson, Thèse. "Ageing influence on Nickel-based superalloys at intermediate temperatures (400-600°C)". Lulea University of Technology, 2006.
- [Masoumi et al., 2016a] F. Masoumi, D. Shahriari, M. Jahazi, J. Cormier, A. Devaux, "Kinetics and Mechanisms of  $\gamma'$  Reprecipitation in a Ni-based Superalloy", *Scientific Reports*, 6, 28650, 2016.
- [Masoumi et al., 2016b] F. Masoumi, D. Shahriari, M. Jahazi, J. Cormier, "Coarsening and dissolution of  $\gamma'$  precipitates during solution treatment of AD730™ Ni-based superalloy: mechanisms and kinetics models", *Journal of Alloys and Compounds*, 658, pp. 981-995, 2016.
- [Mataveli et al., 2014], L. Mataveli Suave, J. Cormier, P. Villechaise, A. Soula, Z. Hervier, D. Bertheau, J. Laigo, "Microstructural evolutions during thermal aging of alloy 625 : impact of temperature and forming process", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2014.
- [McLean, 1984] D. McLean, "Predicting growth of  $\gamma'$  in nickel alloys", *Metal Science*, 18:5, 249-256, 1984.
- [Mercer et al., 1999], C. Mercer, A.B.O. Soboyejo, W.O. Soboyejo, "Micromechanisms of fatigue crack growth in a single crystal Inconel 718 nickel-based superalloy", *Acta Materialia*, 47, No. 9, pp. 2727-2740, 1999.
- [Mianroodi et al., 2019], J.R. Mianroodi, P. Shanthraj, P. Kontis, J. Cormier, B. Gault, B. Svendsen, D. Raabe, "Atomistic phase field chemomechanical modeling of dislocation-solute-precipitate interaction in Ni-Al-Co", *Acta Materialia*, 175, pp. 250-261, 2019.
- [Milhet et al., 2005] X. Milhet, J. Cormier, P.O. Renault, C. Coupeau, J. Colin, "Stress heterogeneity of thermally grown polycrystalline nickel oxide layers", *Materials Science and Engineering A*, 395, pp. 22-26, 2005.
- [Mitchell et al., 2008] R.J. Mitchell, M. Preuss, S. Tin, M.C. Hardy, "The influence of cooling rate from temperatures above the  $\gamma'$  solvus on morphology, mismatch and hardness in advanced polycrystalline nickel-base superalloys", *Materials Science and Engineering A*, 473, pp. 158-165, 2008.
- [Molins et al., 1996], R. Molins, G. Hochstetter, J.C. Chassaigne, E. Andrieu, "Oxidation effects on the fatigue crack growth behaviour of alloy 718 at high temperature", *Acta Materialia*, Vol. 45, No. 2, pp. 663-674, 1996.
- [Monceau et al., 1998], D. Monceau, B. Pieraggi, "Determination of parabolic rate constants from a local analysis of mass-gain curves", *Oxidation of Metals*, Vol. 50, Nos 5/6, pp. 477-493, 1998.
- [Moore et al., 2017] I.J. Moore, M.G. Burke, N.T. Nuhfer, E.J. Palmiere, "Evaluation of classical precipitation descriptions for  $\gamma'$  (Ni<sub>3</sub>Nb - D0<sub>22</sub>) in Ni-base superalloys", *Journal of Materials Science*, 52, pp. 8665-8680, 2017.



- [Morris et al., 1983], W.L. Morris, M.R. James, "A simple model of stress intensity range threshold and crack closure stress", *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 18, No 4, pp. 871-877, 1983.
- [Moshatghin et al, 2003a], R. Sharghi-Moshatghin, S. Asgari, "The effect of thermal exposure on the  $\gamma'$  characteristics in a Ni-base superalloy", *Journal of Alloys and Compounds* 368, pp. 144-151, 2003.
- [Moshatghin et al, 2003b], R. Sharghi-Moshatghin, S. Asgari, "Growth kinetics of  $\gamma'$  precipitates in superalloy IN-738LC during long term aging", *Materials and Design* 24, pp. 325-330, 2003.
- [Mughrabi et al., 2009], H. Mughrabi, "Microstructural aspects of high temperature deformation of monocrystalline nickel base superalloys: some open problems", *Materials Science and Technology*, 25, pp. 191-204, 2009.
- [Mukherjee et al., 1984], K. Mukherjee, T.-W. Hsu, M. Kato, "Fiber morphology resulting from solid state coalescence of spherical precipitates", *Phys. Stat. Sol. A*, 81, pp. 439-444, 1984.
- [Musienko et al., 2009], A. Musienko, G. Cailletaud, "Simulation of inter- and transgranular crack propagation in polycrystalline aggregates due to stress corrosion cracking", *Acta Materialia*, Vol. 57, pp. 3840-3855, 2009.
- [Navarro et al., 1988], A. Navarro, E.R. de los Rios, "Short and long fatigue crack growth: a unified model", *Phylosophy magazine A*, 57, pp. 15-36, 1988.
- [Nechaev et al., 1986], Y.S. Nechaev, S.A. Vladimirov, N.A. Olshevskii, V.S. Khlomov, "On the effect of high-rate strain on diffusion mass transfer in metals", *Phys. Stat. Sol.*, 94, pp. 553-560, 1986.
- [Németh et al., 2017], A.A.N. Németh, D.J. Crudden, D.M. Collins, D.E.J. Armstrong, A.J. Wilkinson, K. Li, C.R.M. Grovenor, R.C. Reed, "Environmentally-assisted grain boundary attack as a mechanism of embrittlement in a nickel-base d superalloy", *Acta Materialia*, Vol. 126, pp. 361-371, 2017.
- [Németh et al., 2018], A.A.N. Németh, D.J. Crudden, D.M. Collins, V. Kuksenko, C.H. Liebscher, D.E.J. Armstrong, A.J. Wilkinson, R.C. Reed, "On the influence of Nb/Ti ratio on environmentally-assisted crack growth in high-strength nickel-based superalloys", *Metallurgica and Materials Transactions A*, 2018.
- [Neuman, 1969], P. Neuman, "Coarse slip model of fatigue", *Acta Metallurgica*, 17, pp. 1219-1225, 1969.
- [Ohashi et al., 1997], T. Ohashi, K. Hidaka, S. Imano, "Elastic stress in single crystal Ni-base superalloys and the driving force for their microstructural evolution under high temperature creep conditions", *Acta Materialia*, Vol. 45, No 5, pp. 1801-1810, 1997.
- [Ola et al., 2011], O.T. Ola, O.A. Ojo, P. Wanjara, M.C. Chaturvedi, "Analysis of microstructural changes induced by linear friction welding in a nicke-base superalloy", *Metallurgical and materials transactions A*, 42, pp. 3761-3777, 2011.
- [Oliferuk et al., 1995], W. Oliferuk, W. A. Swiatnicki, M. W. Grabski, "Effect of the grain size on the rate of energy storage during the tensile deformation of an austenitic steel", *Materials Science and Engineering: A*, 197, pp. 49-58, 1995.
- [Onofrio et al., 2001], G. Onofrio, G.A. Osinkolu, M. Marchionni, "Fatigue crack growth of UDIMET 720 Li superalloy at elevated temperature", *International Journal of Fatigue*, Vol. 23, pp. 887-895, 2001.
- [Opila], E.J. Opila, "Volatility of common protective oxides in high-temperature water vapor: current understanding and unanswered questions", NASA Glenn Research Center, Cleveland.
- [Ostwald, 1897], W. Ostwald, "Studien über die bildung und umwandlung fester körper", *Physiki-chemisches Laboratorium, Leipzig*, 1897.

- [Paris, 1960], P. Paris, "The growth of cracks due to variations in loads", Thèse de doctorat, Lehigh University, 1960.
- [Pang et al., 1994], C.-M. Pang, J.H. Song, "Crack growth and closure behavior of short fatigue cracks", *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 47, No. 3, pp. 327-343, 1994.
- [Pang et al., 2007], H.T. Pang, P.A.S. Reed, "Microstructure effects on high temperature fatigue crack initiation and short crack growth in turbine disc nickel-base superalloy Udimet 720Li", *Materials Science and Engineering A*, 448, pp. 67-79, 2007.
- [Pearson, 1975], S. Pearson, "Initiation of fatigue cracks in commercial aluminium alloys and the subsequent propagation of very short cracks", *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 7. 235-247, 1975.
- [Pelloux, 1969], R.M.N. Pelloux, "Mechanisms of formation of ductile fatigue striations", *Transactions of the American Society for Metals*, 62, pp. 281-285, 1969.
- [Pettit et al., 1984], P.S. Pettit, G.H. Meier, "Oxidation and hot corrosion of superalloys", *Proceedings Superalloys 1984*, pp. 651-687, 1984.
- [Pfaendtner et al., 2001], J.A. Pfaendtner, C.J. McMahon, "Oxygen-induced intergranular cracking of a Ni-base alloy at elevated temperatures – an example of dynamic embrittlement", *Acta Materialia*, Vol. 49 pp. 3369-3377, 2001.
- [Philippe et al., 2013], T. Philippe, P.W. Voorhes, "Ostwald ripening in multicomponent alloys", *Acta Materialia*, Vol. 61, pp. 4237-4244, 2013.
- [Pijolat, 2011] Michèle Pijolat. Germination, croissance et modèles cinétiques. Balbaud, F. ; des-granges, C. ; Duhamel, C. ; Marchetti, L. ; Martinelli, L. ; Molins, ; R. Per-rin, S. ; ROUILLARD, F. Corrosion et protection des matériaux à haute température., Presses des Mines ISBN=978-2-911256-54-7, pp.179-193, 2011, Collection Sciences de la Matière.
- [Pineau, 1976], A. Pineau, "Influence of uniaxial stress on the morphology of coherent precipitates during coarsening – elastic energy considerations", *Acta Metallurgica*, Vol. 24, pp. 559-564, 1976.
- [Pineau, 1988], A. Pineau, "Short fatigue crack behavior in relation to three-dimensional aspects and crack closure effect", In "Small Fatigue Cracks" by Ritchie and Lankford, 1988.
- [Pineau et al., 2016a], A. Pineau, A.A. Benzerga, T. Pardoen, "Failure of metals I: Brittle and ductile fracture", *Acta Materialia*, 107, pp. 424-483, 2016.
- [Pineau et al., 2016b], A. Pineau, D.L. McDowell, E.P. Busso, S.D. Antolovich, "Failure of metals II: Fatigue", *Acta Materialia*, 107, pp. 484-507, 2016.
- [Pint et al., 2010] R.B.A. Pint, S. Dryepondt, K.A. Unocic, "Oxidation of superalloys in extreme environments", *Proceedings of the 7<sup>th</sup> International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, TMS, 2010.
- [Pollock et al., 1992], T. M. Pollock, A. Argon, "Creep resistance of CMSX3 nickel base superalloy single crystal", *Acta Metallurgica and Materialia*, Vol. 40, pp. 1-30, 1992.
- [Pollock et al., 1993], T. M. Pollock, A. Argon, "Directional coarsening in nickel-base single crystals with high volume fractions of coherent precipitates", *Acta Metallurgica and Materialia*, Vol. 42, pp. 1859-1874, 1993.
- [Potirniche, 2018], G. P. Potirniche, "Modeling of creep-fatigue interaction effects on crack growth at elevated temperatures"



- [Prakash et al., 2009], D.G. Leo Prakash, M.J. Walsh, D. Maclachlan, A.M. Korsunsky, "Crack growth micro-mechanisms in the IN718 alloy under the combined influence of fatigue, creep and oxidation", *International Journal of Fatigue*, Vol. 31, pp. 1966-1977, 2009.
- [Radis et al., 2008], R. Radis, M. Schaffer, M. Albu, G. Kothleitner, P. Pölt, E. Kozeschnik, "Evolution of size and morphology of  $\gamma'$  precipitates in Udimet 720 Li during continuous cooling", *Superalloys 2008*, TMS, pp. 829-836, 2008.
- [Ratke et al., 1987], L. Ratke, "Simultaneous coarsening of disperions by growth and coagulation", *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 119, No 2, pp. 391-396, 1987.
- [Ravichandran, 1990], K.S. Ravichandran, "A theoretical model for roughness induced crack closure", *International Journal of Fracture*, Vol. 44, pp. 97-110, 1990.
- [Ray et al., 1988], S.K. Ray, A.F. Grandt, "Comparison of methods for measuring fatigue crack closure in a thick specimen", *ASTM STP 982*, pp. 197-213, 1988.
- [Reed et al., 1999], R.C. Reed, N. Matan, D.C. Cox, M.A. Rist, C.M.F. Rae, "Creep of CMSX-4 superalloy single crystals: effects of rafting at high temperature", *Acta Materialia*, Vol. 47, No 12, pp. 3367-3381, 1999.
- [Reed, 2006], R. C. Reed, *The Superalloys – Fundamentals and Applications*, 2002.
- [Rhee et al., 1970] S.K. Rhee, A.R. Spencer, "Oxidation of commercial high-temperature alloys", *Metallurgical Transactions*, 1, pp. 2021-2022, 1970.
- [Rice, 1967], J.R. Rice, "Mechanics of crack tip deformation and extension by fatigue", In *fatigue crack propagation – ASTM STP 415*, pp. 247-309, 1987.
- [Ricks et al., 1983], R.A. Ricks, A.J. Porter, R.C. Ecob, "The growth of  $\gamma'$  precipitates nickel-base superalloys", *Acta Metallurgica* 31, pp. 43-53, 1983.
- [Riedel, 1978], H. Riedel, "Cracks loaded in anti-plane shear under creep conditions.", *Z. Metallkunde*, 69, pp. 755-760, 1978.
- [Riedel et al., 1980], H. Riedel and J. R. Rice, *Tensile cracks in creeping solids*, In *ASTM STP 700*. American Society for Testing and Materials, Philadelphia (1980).
- [Rodopoulos et al., 2002], C.A. Rodopoulos, E.R. de los Rios, "Theoretical analysis on the behaviour of short fatigue cracks", *International Journal of Fatigue*, Vol. 24, pp. 719-724, 2002.
- [Rosenbaum et al., 1997], H.S. Rosenbaum, D. Turnbull, "Metallographic investigation of precipitation of silicon from aluminium", *Acta Metallurgica*, 7, pp. 664-665, 1959.
- [Rouaix, cours], A. Rouaix-Vande Put, *Cours "Oxydation à Hautes Températures"*, ENSIACET (Toulouse).
- [Roy et al., 2005], I. Roy, E. Balikci, S. Ibekwe, A. Raman, "Precipitate growth activation energy requirements in the duplex size  $\gamma'$  distribution in the superalloy IN738LC", *Journal of Materials Science*, 40, pp. 6207-6215, 2005.
- [Rozman et al., 2015], K.A. Rozman, J.J. Kruzic, J.A. Hawk, "Fatigue crack growth behavior of nickel-base superalloy Haynes 282 at 550-750°C", *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol. 24(8), pp. 2841-2846, 2015.
- [Ryu et al, 1999], H.J. Ryu, S.H. Hong, J. Weber, J.H. Tundermann, "Effect of elastic interaction energy on coarsening of  $\gamma'$  precipitates in a mechanically alloyed ODS Ni-base superalloy", *Journal of Materials Science* 34, pp. 329-336, 1999.

- [Saarimäki, 2016], Jonas Saarimäki. PhD Thesis. Effect of Dwell-times on Crack Propagation in Superalloys. Linköping studies in Science and Technology. No. 1739. Linköping University. Sweden. 2016.
- [Sansoz, 2000], Frederic Sansoz. Thèse. "Propagation de petites fissures de fatigue dans les zones de concentration de contraintes dans le superalliage N18". Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris - Paris, 2000. Français.
- [Sauthoff, 1996], G. Sauthoff, "Influence of stresses on precipitation", Journal de Physique IV, C1, pp. 87-97, 1996.
- [Schulz et al., 2018], F. Schulz, H.y. li, H. Kitaguchi, D. Child, S. Williams, and P. Bowen, "Influence of Tertiary Gamma Prime ( $\gamma'$ ) Size Evolution on Dwell Fatigue Crack Growth Behavior in CG RR1000", Metallurgical and Materials Transactions A, 49, pp. 3874-3884, 2018.
- [Sims et al., 1987], C.T. Sims, N.S. Stoloff, W.C. Hagel, "Superalloys II", John Wiley & Sons, 1987.
- [Singh et al., 2013], A.R.P. Singh, S. Nag, S. Chattopadhyay, Y. Ren, J. Tiley, G.B. Viswanathan, H.L. Fraser, R. Banerjee, "Mechanisms related to different generations of  $\gamma'$  precipitation during continuous cooling of a nickel base superalloy", Acta Materialia, 61, pp. 280-293, 2013.
- [Smialek et al., 1978], J.L. Smialek, G.H. Meier, "High-Temperature Oxidation", In Superalloys II, 11Wiley, New York, pp. 293-326, 1987.
- [Smith, 1948], C. Smith, "Introduction to grains, phases, and interfaces - an interpretation of microstructure", Trans. AIME, 175, pp. 15-51, 1948.
- [Smoluchowski, 1916] M.V. Smoluchowski, Phys. Z 17 (23) 557. Phys. Z. 1916;17(23):585 1916.
- [Starink et al., 2008], M.J. Starink, P.A.S. Reed, "Thermal activation of fatigue crack growth: Analysing the mechanisms of fatigue crack propagation in superalloys", Materials Science and Engineering A, 491, pp. 279-289, 2008.
- [Sudbrack et al., 2012], C.K. Sudbrack, S.L. Draper, T.T. Gorman, J. Telesman, T.P. Gabb, D.R. Hull, "Oxidation and the effects of high temperature exposures on notched fatigue life of an advanced powder metallurgy disk superalloy", Proceedings of Superalloys 2012, TMS, pp. 863-872, 2012.
- [Sundaraman et al., 1997], M. Sundaraman, P. Mukhopadhyay, S. Banerjee, "Carbide precipitation in nickel base superalloys and their effect on mechanical properties", Proceedings of Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives 1997, p.367, 1997.
- [Suresh et al., 1981], S. Suresh, G.F. Zamiski, O. Ritchie, "Oxide-induced crack closure: an explanation for near-threshold corrosion fatigue crack growth behavior", Metallurgical Transactions A, 12A, pp. 1435-1443, 1981.
- [Suresh et al., 1982], S. Suresh, O. Ritchie, "A geometric model for fatigue crack closure induced by fracture surface roughness", Metallurgical Transactions A, 13A, pp. 1627-1631, 1982.
- [Suresh, 1983], S. Suresh, "Crack deflection: Implications for the growth of long and short fatigue cracks", Metallurgical Transactions A, 14A, pp. 2375-2385, 1983.
- [Suresh et al., 1984], S. Suresh, O. Ritchie, "Propagation of short fatigue cracks", International Metals Reviews, 29, No. 6, pp. 445-476, 1984.
- [Suresh et al., 1986], S. Suresh, C.F. Shih, "Plastic near-tip fields for branched cracks", International Journal of Fracture, Vol. 30, pp. 237-259, 1986.
- [Suresh, 1991], S. Suresh, "Fatigue of materials", Cambridge University Press, 1991.

- [Suresh, 1998], S. Suresh, "Fatigue of materials", Solid State Science Series, Cambridge University, 2<sup>nd</sup> Edition, 1998.
- [Svetlov et al., 1992], I.L. Svetlov, B.A. Golovko, A.I. Epishin, N.P. Abalakin, "Diffusional mechanism of  $\gamma'$ -phase particles coalescence in single crystals of nickel-base superalloys", Scripta Metallurgica and Materialia, 26, pp. 1353-1358, 1992.
- [Tanaka et al., 1983], K. Tanaka, Y. Nakai, "Propagation and non-propagation of short fatigue cracks at a sharp notch", Fracture of Engineering Materials and Structures, Vol. 6, No. 4, pp. 315-327, 1983.
- [Tawancy, 1992], H.M. Tawancy, "High temperature creep behavior of an Ni-Cr-W-B alloy", Journal of Materials Science, 27, pp. 6481-6189, 1992.
- [Telesman et al., 2004], J. Telesman, P. Kantzos, P. Bonacuse, J. Gayda, A. Prescenzi, "Microstructural variables controlling time-dependent crack growth in a p/m superalloy", Superalloys 2004, TMS, pp. 215-224, 2004.
- [Telesman et al., 2008], J. Telesman, T.P. Gabb, A. Garg, P. Bonacuse and J. Gayda, "Effect of Microstructure on Time Dependent Fatigue Crack Growth Behavior In a P/M Turbine Disk Alloy", Superalloys 2008, TMS, 2008.
- [Telesman et al., 2016], J. Telesman, T.P. Gabb, L.J. Ghosn, "Separating the influence of environment from stress relaxation effects on dwell fatigue crack growth in a nickel-base disk alloy", Proceedings of Superalloys 2016, TMS, pp. 551-560, 2016.
- [Telesman et al., 2017], J. Telesman, T.M. Smith, T.P. Gabb, A.J. Ring, "Relationship between unusual high-temperature fatigue crack growth threshold behavior in superalloys and sudden failure mode transitions", Materials Science and Engineering A, 708, pp. 336-350, 2017.
- [Thébaud, 2017], Louis Thébaud. Thèse. "Etude des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau su-peralliage base nickel AD730<sup>TM</sup>". ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2017. Français.
- [Tien et al., 1971a], J.K. Tien, S.M. Copley, "The effect of orientation and sense of applied uniaxial stress on the morphology of coherent gamma prime precipitates in stress annealed nickel-base superalloy crystals", Metallurgical Transactions, 2, pp. 553-543, 1971.
- [Tien et al., 1971b], J.K. Tien, R.P. Gamble, "The influence of applied stress and stress sense on grain boundary precipitate morphology in a nickel-base superalloy during creep", Metallurgical Transactions, 2, pp. 1663-1667, 1971.
- [Torster et al., 1997], F. Torster, G. Baumeister, J. Albrecht, G. Lütjering, D. Helm, M. a. Daeubler, "Influence of grain size and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of the nickel-base superalloy U 720 LI", Materials Science and Engineering: A, 234-236, pp. 189-192, 1997.
- [Tracey, 1976], D.M. Tracey, "Finite element solution for crack-tip behavior in small-scale yielding", Journal of Engineering Materials and Technology, pp. 146-151, 1976.
- [Trinckauf et al., 1991], K. Trinckauf, E. Nembach, "Concentration gradients at the phase boundary between a  $\gamma'$ -precipitate and the  $\gamma$ -matrix of a superalloy", Acta Metallurgica and Materialia, Vol. 39, No 12, pp. 3057-3061, 1991.
- [Trinckauf et al., 1992], K. Trinckauf, J. Pesicka, C. Schlesier, E. Nembach, "The effect of the volume fraction on precipitate coarsening in Nickel-base superalloys and Aluminium-Lithium alloys", Phys. Stat. Sol. A, Vol. 131, pp. 345-355, 1992.

- [Trindade et al., 2005], V.B. Trindade, U. Krupp, P.E.G. Wagenhuber, H.-J. Christ, "Oxidation mechanisms of Cr-containing steels and Ni-base alloys at high temperature – Part I: the different role of alloy grain boundaries", *Materials and Corrosion*, Vol. 56, No. 11, pp. 785-790, 2005.
- [Véron et al., 1996], M. Véron, Y. Bréchet, F. Louchet, "Strain induced directional coarsening in ni based superalloys", *Scripta Materialia*, Vol. 34, pp. 1883-1886, 1996.
- [Viskari et al., 2011], L. Viskari, S. Johansson, K. Stiller, "Oxygen influenced intergranular crack propagation: analysing microstructure and chemistry in the crack tip region", *Materials at high temperatures*, 28, pp. 336-341, 2011.
- [Viskari et al., 2013], L. Viskari, M. Hörnqvist, K.L. Moore, Y. Cao, K. Stiller, "Intergranular crack tip oxidation in a Ni-base superalloy", *Acta Materialia*, 61, pp. 3630-3639, 2013.
- [Voorhes et al., 1984], P.W. Voorhes, M.E. Glicksman, "Solution to the multi-particle diffusion problem with applications to Ostwald ripening-II. Computer Simulations", *Acta Metallurgica*, Vol. 32, 11, pp. 2013-2030, 1984.
- [Wagner, 1933], C. Wagner, *Z. Physik Chem.* B21, 25 (1933).
- [Wagner, 1952], C. Wagner, "Theoretical analysis of the diffusion processes determining the oxidation rate of alloys", *Journal of the Electrochemical Society*, 1952.
- [Wagner, 1961], C. Wagner, *Z. Elektrochem*, Vol. 65, pp. 581, 1961.
- [Wang et al., 2005], Q.B. Wang, F. Robert, H.B. Xu, X. Li, "On the critical radius in generalized Ostwald ripening", *Journal of Zheijiang University SCIENCE*, pp. 705-707, 2005.
- [Wang et al., 2015], X. Wang, F. Fan, J.A. Szpunar, L. Zhang, "Influence of grain orientation on the incipient oxidation behavior of Haynes 230 at 900°C", *Materials Characterization*, Vol. 107, pp. 33-42, 2015.
- [Wu, 2001], C.H. Wu, "The role of Eshelby stress in compoposition-generated and stress-assisted diffusion", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 49, pp. 1771-1794, 2001.
- [Xiao, 2014], Ji Xiao. Thèse. « Etude de la cinétique d'oxydation et contraintes résiduelles de l'Inconel 600 sous air humide ». Université Paris Sud - Paris XI, 2014. Français
- [Xu et al., 2018], Q. Xu, T. Cao, F. Ye, F. Xu, H. Li, X. Fang, J. Zhao, "Creep-induced microstructural evolution in a nickel-based superalloy designed for advanced ultra-supercritical boilers", *Materials Characterization*, 139, PP. 311-318, 2018.
- [Yang et al., 2017], N. Yang, P. Saidi, M.R. Daymond, J.J. Hoyt, "Modeling of particle coarsening and precipitation free zones", *Modelling and simulation in Materials Science and Engineering*, 2017.
- [Young et al., 2006], D.J. Young, B.A. Pint, "Chromium volatilization rates from Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> scales into flowing gases containing water vapor", *Oxidation of metals*, Vol. 66, Nos 3/4, pp. 137-153, 2006.
- [Yu et al., 2014], S.Y. Yu, H.Y. Li, M. C. Hardy, S.A. McDonald, and P. Bowen, "Mechanisms of dwell fatigue crack growth in an advanced nickel disc alloy RR1000", *Matec Web of Conferences*, 14, 2014.
- [Zhao et al., 2006], L.G. Zhao, N.P. O'Dowd, E.P. Busso, "A coupled kinetic-constitutive approach to the study of high temperature crack initiation in single crystal nickel-base superalloys", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 54, pp. 288-309, 2006.
- [Zhou et al., 2018], H.J. Zhou, F. Xue, H. Chang, Q. Feng, "Effect of Mo on microstructural characteristics and coarsening kinetics of  $\gamma'$  precipitates in Co-Al-W-Ta-Ti alloys", *Journal of Materials Science and Technology* 34, pp. 799-805, 2018.



# *Annexes*

*Être amireux, c'est être à mi-chemin entre amitié et amour.  
C'est l'état stable après le coup de foudre amical.*



## Annexe A : Incertitudes de mesure statistique pour l'analyse du vieillissement $\gamma'$

Lorsque des barres d'erreurs sont présentées dans le manuscrit, la plupart du temps c'est en réalisant une analyse empirique et manuelle de biais introduits lors des différentes étapes de mesures (épaisseurs d'oxydes, longueur de fissure calculée, etc.).

En revanche, concernant l'analyse de la taille des précipités  $\gamma'$  et leur évolution à 750°C, puisqu'un grand nombre de particules est analysé, il est possible d'introduire une incertitude associée à la dispersion statistique des résultats. Malgré tout, on gardera bien à l'esprit que cela ne donne qu'un ordre de grandeur d'une partie des incertitudes puisque nous ne pouvons pas prendre en compte simultanément et avec précision les autres sources d'erreurs telles que les effets de coupe, les effets de seuillage, les effets dus à la surbrillance du pourtour des précipités  $\gamma'$ , etc.

Concernant l'analyse des tailles de précipités et en nous inspirant de la méthodologie employée par Thébaud [Annexe A, Thébaud, 2017], nous utilisons donc les formules de calcul d'incertitude associée à des lois log-normales puisque les DTP obtenues peuvent s'en approcher. Les **Equations A1 & 2** permettent de déterminer l'incertitude  $u$  grâce aux paramètres  $m$  (médiane de la DTP),  $q$  (limite basse) et  $W$  (écart-type).

$$\text{Equation A1} \quad u = |m - q| e^{0,5*W^2} \sqrt{e^{W^2} - 1}$$

$$\text{Equation A2} \quad m = q(1 - e^{W^2})$$

Dans le cas de la microstructure « gros grains » F et sur la plage de vieillissement statique, on obtient une incertitude comprise entre 10 et 14% pour le diamètre des précipités secondaires et entre 12 et 18% pour celui des précipités tertiaires. Par souci de représentation graphique et puisque l'objectif n'est que de donner un ordre de grandeur des incertitudes, nous utilisons les valeurs minimales de celles-ci.

Les valeurs d'écarts-type déterminées sur les fonctions Gaussiennes obtenues par identification pour la construction des DTP donnent des valeurs similaires à celles obtenues par une analyse sur lois log-normales.

Concernant les valeurs de densité surfacique  $DS$ , les barres d'erreurs sont déterminées de manière manuelle en estimant le nombre de particules qui ne sont pas comptées au seuillage et celles qui sont comptées en trop à cause des artefacts d'imagerie.

## Annexe B : Courbes d'évolution de la longueur de fissure au cours de l'essai

Les évolutions de longueur de fissure en fonction du nombre de cycles (**Figure Annexe B1**) ou en fonction du temps (**Figures Annexe B2 & 3**) sont présentées dans cette annexe pour certains essais de propagation réalisés à 750°C sur la microstructure « gros grains » G.

Les données brutes (*i.e.* non lissées) sont présentées pour 3 essais « 10-0-10 » afin d'illustrer le bruit de mesure (courbes bleues et grise). Pour éviter de surcharger les graphes, les données des autres essais sont présentées lissées.

Les phases de non-propagation correspondent aux phases où l'avancée de fissure n'augmente pas et est donc définie constante. Graphiquement, on représente ces phases par des portions horizontales.

Pour l'essai « sous vide / 10-0-10 /  $\Delta K_i = 14 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  » (courbe grise), on rappelle que l'acquisition de données sur les 35 000 premiers cycles n'a pu être faite à cause d'un court-circuit dans le système de mesure de DDP.

De la même manière, à cause de courts-circuits et de rupture à répétition de goupilles pendant essai, les données ne peuvent être présentées pour les 150 premières heures d'essai en condition « sous air / 10-300-10 /  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  » (courbe rouge). Les mesures d'avancée de fissure et les calculs de vitesse de propagation se font par une mesure visuelle en interrompant l'essai ponctuellement.

Enfin, les données non disponibles pour la condition « sous air / 10-300-10 /  $\Delta K_i = 21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  – avec prévieillissement » (courbe rose) sont dues à une identification tardive d'une usure des fils de platine utilisés pour la mesure de DDP (problèmes évoqués dans le **Chapitre III** lors de la présentation de la courbe  $da/dN$  vs  $\Delta K$  de cet essai).

Ces remarques nous permettent d'insister sur les difficultés que l'on peut rencontrer lors de la réalisation d'essai de fissuration à haute température sur un matériau relativement résistant à la propagation de fissure.

De plus, les « symptômes » d'un court-circuit ou d'une défaillance de mesure sont les mêmes que ceux d'un arrêt de la propagation ou de phase de non-propagation : la valeur de DDP est soit constante soit en diminution au cours du temps. Ainsi, il est parfois difficile d'identifier si

l'évolution de la valeur de DDP traduit un problème expérimental ou le comportement réel de la fissure.

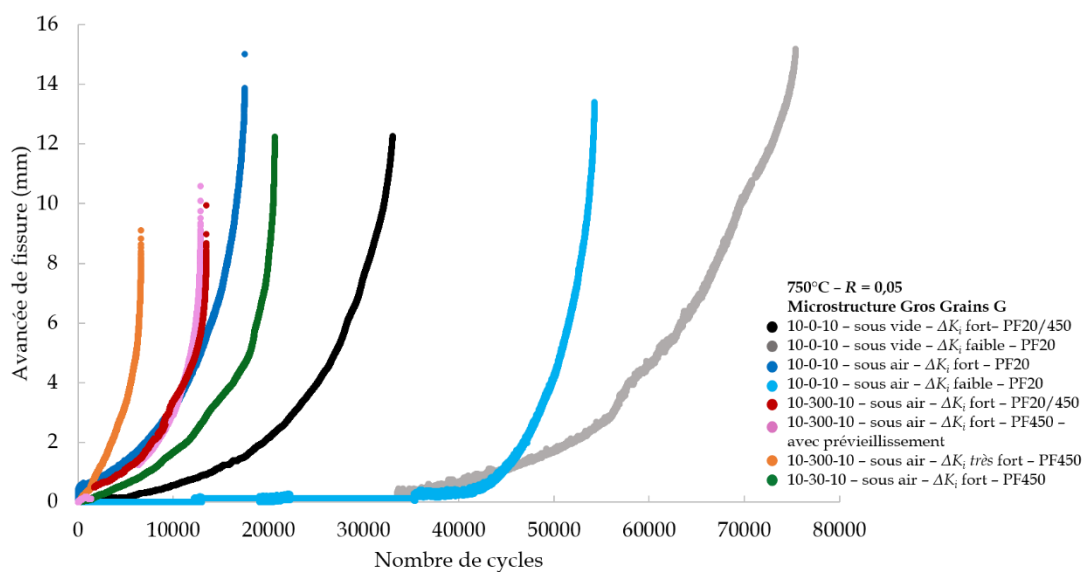


Figure Annexe B1 - Courbes d'avancée de la fissure en fonction du nombre de cycles.

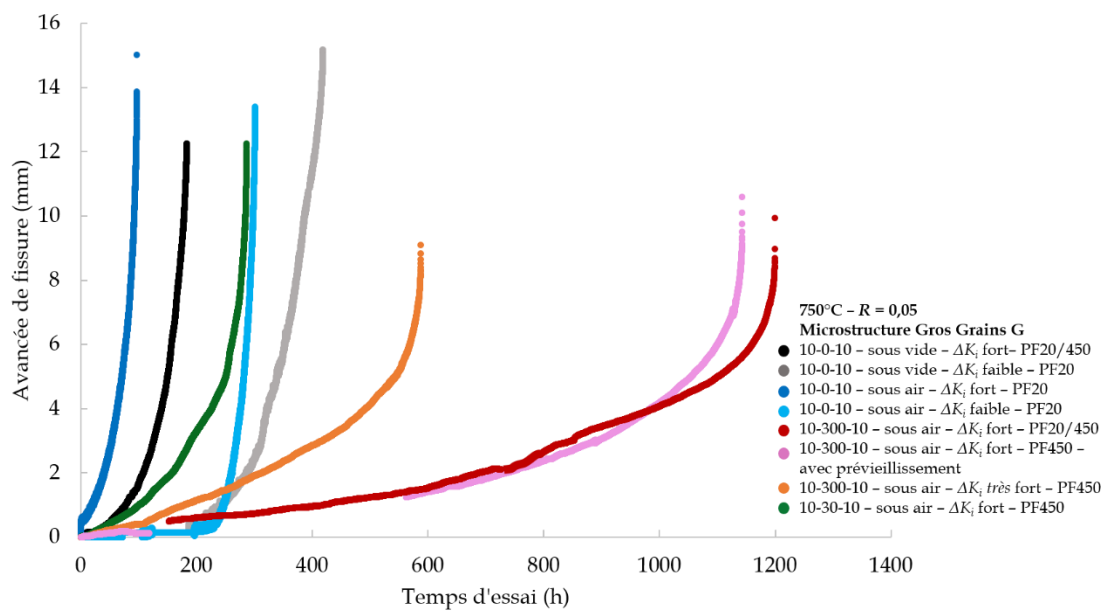


Figure Annexe B2 - Courbes d'avancée de la fissure en fonction du temps d'essai.

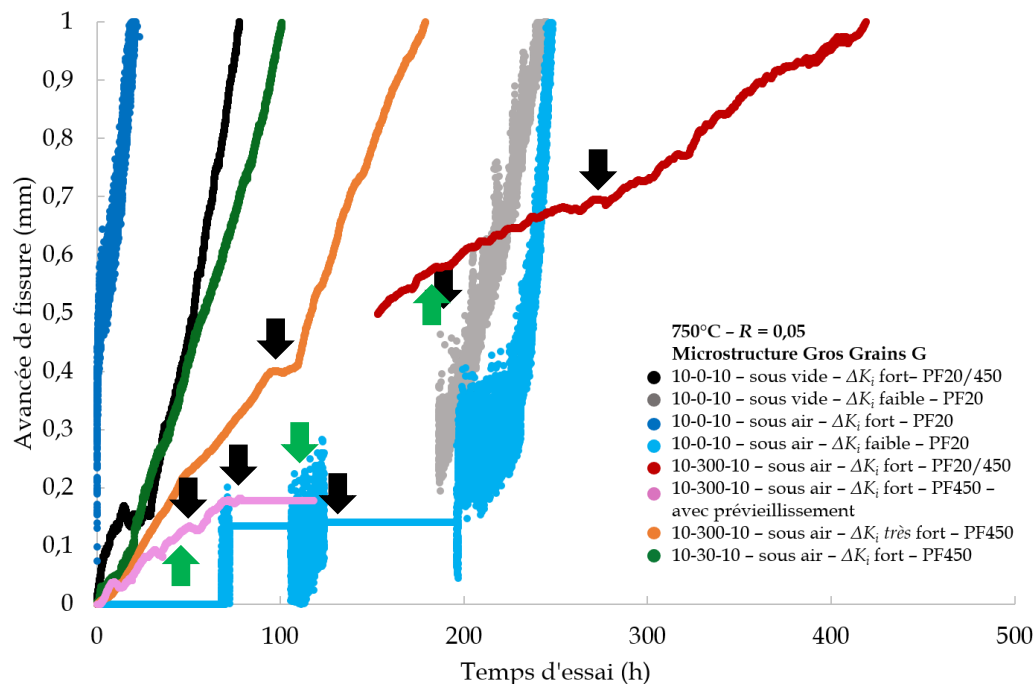


Figure Annexe B3 – Zoom sur les 500 premières heures d'essai des courbes d'avancée de la fissure en fonction du temps.

Flèches noires : phases de non propagation ou arrêt. Flèches vertes : portion de micro-propagation avant arrêt.

En fatigue pure et avec une propagation continue, l'influence de l'environnement sur le nombre de cycles à rupture pour un même niveau de  $\Delta K_i$  est très remarquable **Figure Annexe B1** : le nombre de cycle à rupture est plus faible sous air que sous vide. Cela confirme l'effet néfaste de l'environnement et des phénomènes fragilisants qui y sont attenants.

Concernant l'effet de la durée du temps de maintien (0 sec, 30sec, 300sec), il semblerait que le nombre de cycle à rupture en soit indépendant mais une campagne d'essai plus fournie doit venir confirmer ou infirmer cette observation.

On précise que le fait que la longueur totale de ligament fissurée semble être plus faible pour des essais de fatigue-fluage « 10-300-10 » est à relier à la procédure d'essai en elle-même et non à un effet du temps de maintien. En effet, du fait de l'existence d'un **Domaine I** pour ces essais, il est nécessaire de réaliser de nombreux incréments de charge maximale appliquée, ce qui n'est pas le cas de la plupart des essais de fatigue pure. Puisque d'après les courbes  $da/dN$  vs  $\Delta K$  présentées dans le **Chapitre III & V** la rupture se produit pour des valeurs de  $\Delta K$  relativement proches quel que soit les conditions d'essai (entre 90 et 100 MPa $\sqrt{m}$ ), une charge maximale imposée plus élevée à rupture implique une longueur de fissure plus faible à rupture.

**Sur la Figure Annexe B3**, certains phénomènes d'arrêt de la propagation sont indiqués par des flèches noires. Les flèches vertes illustrent des portions de micro-propagation avant arrêt qui sont utilisées pour calculer une avancée moyenne de fissure et qui correspondent aux symboles creux sur les graphes  $da/dN$  vs  $\Delta K$  du manuscrit.

## Annexe C : Essai de fissuration interrompu

« 10-300-10 / sous air /  $\Delta K_i$  faible – PF20 » /

### Domaine I perpétuel

L'essai réalisé en condition « 10-300-10 / sous air /  $\Delta K_i$  faible » n'a conduit qu'à des phases de micro-propagation avec des arrêts ou des phases de non propagation. L'essai est alors interrompu à une valeur finale de  $\Delta K$  de 39 MPa $\sqrt{\text{m}}$ . La **Figure Annexe C** présente les valeurs de vitesses moyennes d'avancée calculées en fonction de la valeur de  $\Delta K$ .

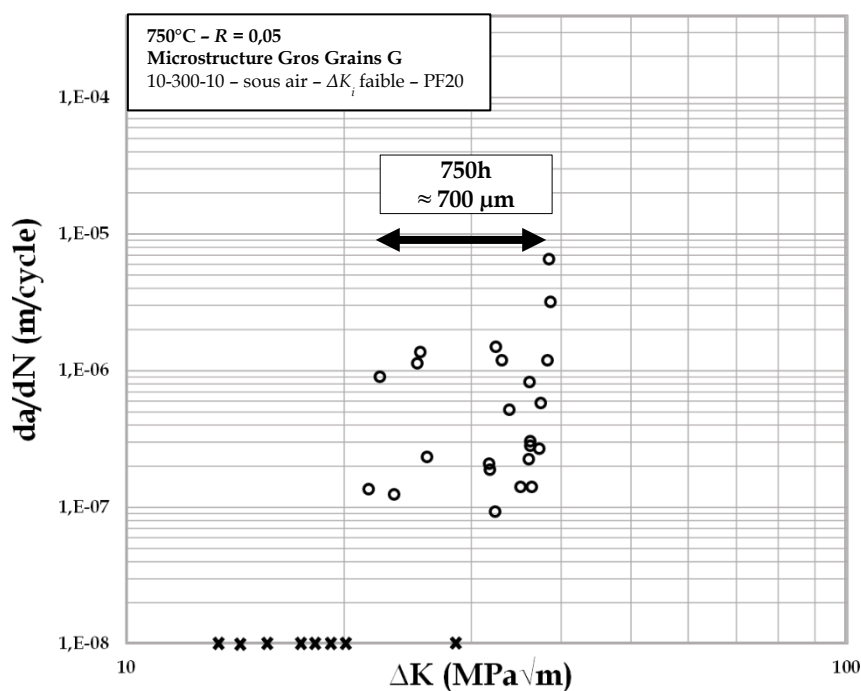


Figure Annexe C - Données brutes de vitesses d'avancées moyennes pour l'essai conduit en fatigue-fluage sous air à faible niveau de  $\Delta K_i$ .



## Annexe D : Détails des calculs simplifiés de taille de particules théorique

L'Equation IV.A.4 propose de déterminer une valeur théorique de taille de particule sphérique en faisant l'hypothèse forte que seul le mécanisme de coalescence participe au vieillissement des précipités  $\gamma'$ . Cette annexe présente les détails des calculs permettant d'aboutir à l'Equation IV.A.4.

Soit  $N_t$  le nombre de particules à l'instant  $t$ . On décide d'utiliser la grandeur surfacique de ce nombre et ainsi de considérer  $DS_t$  la densité surfacique de particules par unité de surface à l'instant  $t$ . Cela permet de se ramener à une grandeur expérimentale mesurable dans notre étude.

On suppose que la coalescence à l'instant  $t$  ne se fait qu'entre 2 particules de rayon  $\langle R_t \rangle$  et génère une particule coalescée de rayon  $\langle R_{coal} \rangle$ . A l'instant  $t$ , on considère une population initialement monomodale dont les rayons sont tous identiques. On remarque donc déjà à quel point nos hypothèses s'éloignent du cas réel de notre microstructure  $\gamma'$ .

Puisque le mécanisme de coalescence se fait en conservant le volume total de phase  $\gamma'$  mis en jeu, on peut écrire :

**Equation D1**  $\langle R_{coal} \rangle = \sqrt[3]{2} \langle R_t \rangle$

La coalescence conduit à la diminution du nombre de particules : la coalescence de deux particules entraîne l'apparition d'une seule grosse particule, soit un différentiel de -1.

Ainsi à  $t+1$ , le nombre de particules issues de la coalescence est  $DS_t - DS_{t+1}$ . Leur volume  $V_{coal\ t+1}$  à  $t+1$  est de :

**Equation D2**  $V_{coal\ t+1} = (DS_t - DS_{t+1}) * \frac{8\pi}{3} \langle R_t \rangle^3$

Le nombre de particules n'ayant pas coalescé et ayant conservé un rayon  $R_t$  est  $DS_t - 2*(DS_t - DS_{t+1})$ . C'est le nombre initial de particules moins le nombre de particules qui se sont associées en paire par coalescence. Leur volume est alors de :

**Equation D3**  $V_{non\ coal\ t+1} = (DS_t - 2 * (DS_t - DS_{t+1})) * \frac{4\pi}{3} \langle R_t \rangle^3$

En supposant qu'à  $t+1$ , on veuille obtenir un rayon  $\langle R_{t+1\ théorique} \rangle$  théorique moyen de l'ensemble des particules, on détermine d'abord le volume totale de phase  $\gamma'$  à  $t+1$  :

**Equation D4**  $V_{\text{total } t+1} = V_{\text{non coal } t+1} + V_{\text{coal } t+1}$

$$= (DS_t - 2 * (DS_t - DS_{t+1})) * \frac{4\pi}{3} < R_t >^3 + (DS_t - DS_{t+1}) * \frac{8\pi}{3} < R_t >^3$$

mais aussi :

**Equation D4bis**  $V_{\text{total } t+1} = DS_{t+1} * \frac{4\pi}{3} < R_{t+1} \text{ théorique} >^3$

Soit finalement

**Equation IV.A.4**  $< R_{t+1} \text{ théorique} > = \left( \frac{[(DS_t - 2*(DS_t - DS_{t+1})) * < R_t >^3 + (DS_t - DS_{t+1}) * 2 * < R_t >^3]}{DS_{t+1}} \right)^{1/3}$

Ces calculs sont très simplifiés et restent éloignés de la réalité. On pense notamment au fait qu'ils ne prennent pas compte le cas où la population est bimodale initialement par exemple du fait de la coalescence. De plus, notre estimation de la contribution de la coalescence se fait en utilisant des valeurs expérimentales dont les effets statistiques et les effets de coupes biaisent la réalité des grandeurs mesurées.

En somme, on propose ce calcul pour montrer à quel point un contrôle unique du vieillissement  $\gamma'$  par la coalescence de particules ne semble pas convenir dans notre étude puisque la meilleure approximation du rayon théorique à  $t+1$  est de 40% pour les données obtenues après 429h de vieillissement.

N.B. : Pour appréhender quel mécanisme est prépondérant entre coalescence et mûrissement, des calculs de différenciations des coefficients cinétiques respectifs peuvent être faits. Cependant, ils nécessitent des données expérimentales que nous n'avons pas eu l'occasion de déterminer (énergie d'interface  $\gamma/\gamma'$ , concentration à l'infini en soluté, facteur correctif de fraction volumique etc.). Ainsi, nous ne présentons pas dans ce manuscrit les efforts qui ont été faits dans ce sens.

## Annexe E : Traction monotone à 750°C

Les essais de traction monotone ont été menés à 750°C sur des éprouvettes M6. La microstructure étudiée est la version « gros grains ». Etant données les dimensions des ébauches de M6 pour le traitement thermique « gros grains », on peut apparenter cette microstructure à celle de la version « gros grains » F (refroidissements rapides). Les courbes brutes conventionnelles de traction sont présentées **Figure Annexe E**. Quelques caractéristiques mécaniques qui en sont tirées sont rassemblées **Tableau Annexe E**.

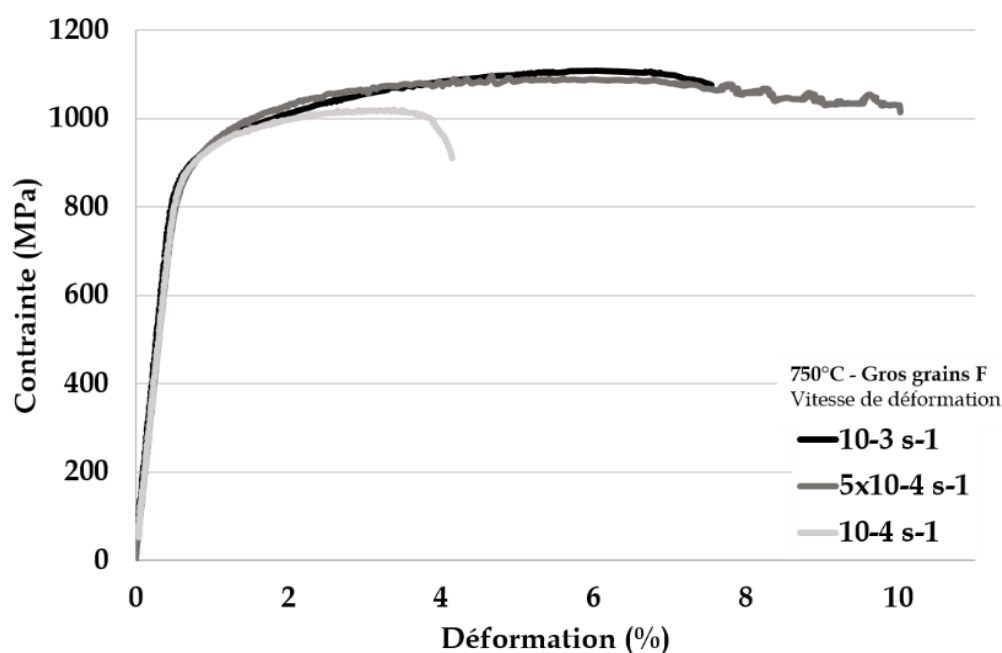


Figure Annexe E – Courbes de traction conventionnelles obtenues sur de l'AD730™ « gros grains » à 750°C ; étude de la vitesse de déformation.

Tableau Annexe E – Quelques caractéristiques mécaniques issues des essais de traction à 750°C.

Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )	10 <sup>-3</sup>	5x10 <sup>-4</sup>	10 <sup>-4</sup>
Module de Young (GPa)	172	162	162
R <sub>p</sub> (MPa)	758	767	776
R <sub>p0,2</sub> (MPa)	900	910	901
R <sub>m</sub> (MPa)	1109	1097	1020

## Annexe F : Courbes de contraintes des essais de fatigue oligocyclique

Les essais de fatigue oligocyclique en contrôle de déformation effectués à 750°C sous air sur la microstructure « gros grains » F ont été réalisés avec un suivi de la contrainte en fonction du temps et de la déformation. La **Figure Annexe F1** présente l'évolution des différents types de contrainte au cours du temps *via* des données lissées. Les vitesses de déformation varient entre 2 et  $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  selon les paramètres d'essais (*cf.* **Partie B, Chapitre IV**).

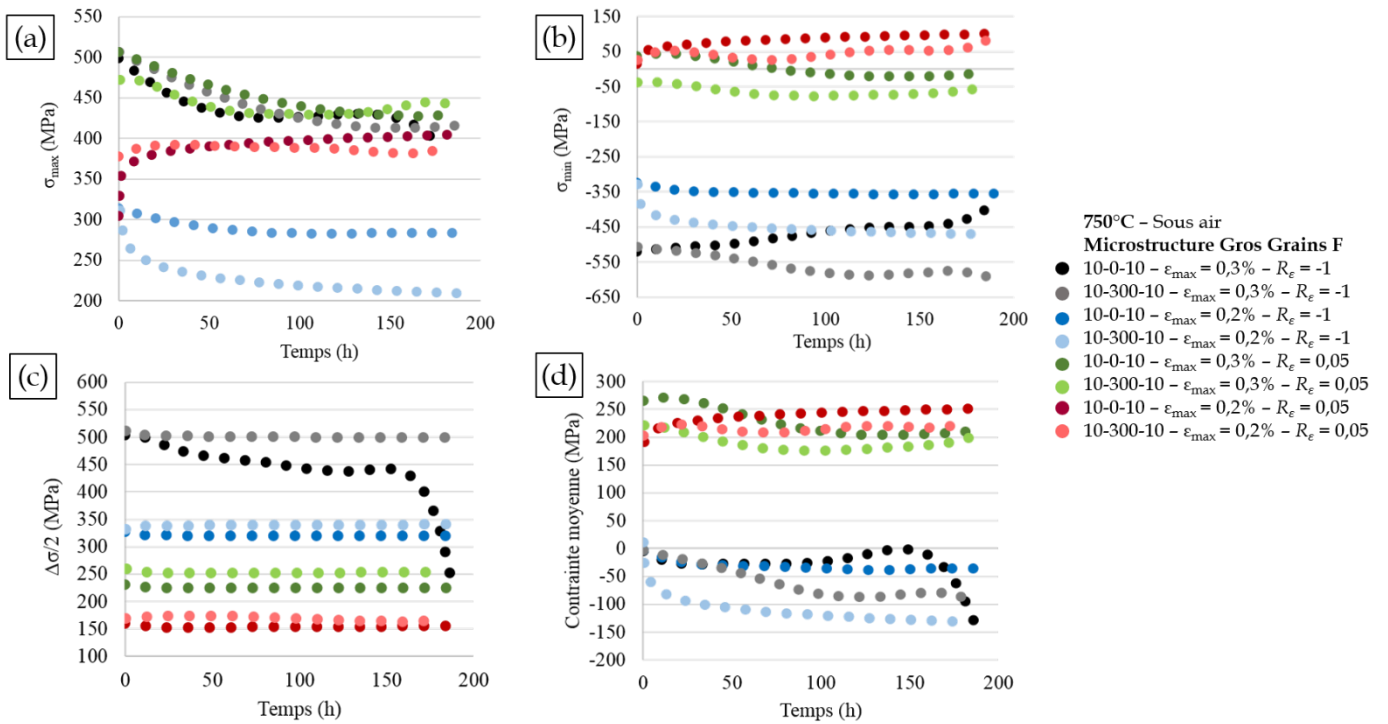


Figure Annexe F1 – Données lissées issues des essais de fatigue en contrôle de déformation à 750°C sous air.

Impact du cyclage, du rapport de déformation et de la déformation totale sur les évolutions de  
(a) contraintes maximales, (b) contraintes minimales, (c) amplitudes de contraintes, (d) contraintes moyennes.

Hormis les conditions «  $\epsilon_{\max} = 0,2\%$  /  $R_\epsilon = 0,05$  », tous les essais conduisent à une diminution de la contrainte maximale : c'est le comportement d'adoucissement cyclique. Le durcissement cyclique pour les conditions citées ci-dessus peut être attribué à la précipitation de carbures de chrome et la précipitation de phase  $\gamma'$  en début d'essai, tout comme l'on pouvait justifier la relaxation inverse à 750°C dans le domaine macro-élastique **Chapitre V** (0,2% de déformation totale). Le fait qu'il n'y ait ni phase de compression ni activation de la macro-plasticité,

combiné à une contraction de réseau cristallin, conduirait donc à l'augmentation de la contrainte maximale.

La condition «  $10-0-10 / \epsilon_{\max} = 0,3\% / R_{\epsilon} = -1$  » est la seule où il y a activation de la macroplasticité comme illustré **Figure Annexe F2a**. L'ouverture des boucles d'hystérésis contrainte-déformation qui en découle est présentée **Figure Annexe F2b**. On attribue la partie linéaire de l'augmentation de la déformation plastique à la dissolution rapide et progressive des précipités tertiaires en début de vieillissement, après que le phénomène de germination-croissance ait eu lieu. Cet essai est aussi le seul à afficher une diminution de l'amplitude de contrainte : c'est en effet le seul pour lequel la valeur absolue de la contrainte minimale diminue considérablement. **L'activation de la macro-plasticité permet l'adoucissement cyclique du matériau en compression.**

On note enfin que l'ensemble des essais réalisés à rapport de déformation négatif aboutit à une contrainte moyenne de compression.

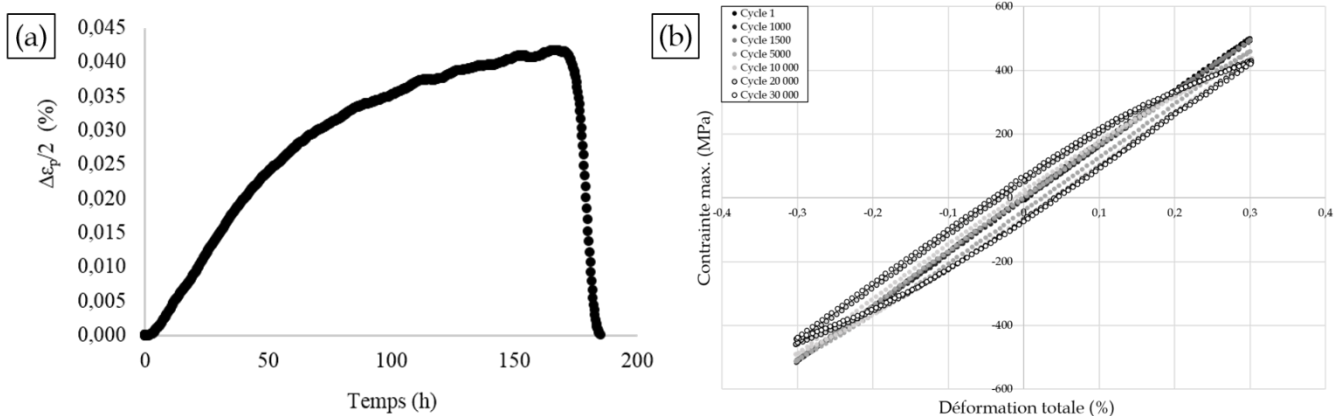


Figure Annexe F2 - Essai «  $10-0-10 - \epsilon_{\max} = 0,3\% - R_{\epsilon} = -1$  » :

(a) augmentation de l'amplitude de déformation plastique au cours du temps, (b) ouverture progressive des boucles d'hystérésis contraintes-déformations.

## Annexe G : Données d'Analyses Thermo Gravimétriques (ATG)

En plus des analyses EDS de nature et empilement de couches d'oxydes, des analyses ATG ont été conduites sur des pions cylindriques issus d'un disque de compresseur brut de forge. Avant les essais d'ATG, chaque pion est traité selon un traitement thermique « gros grains » et toute sa surface est polie miroir.

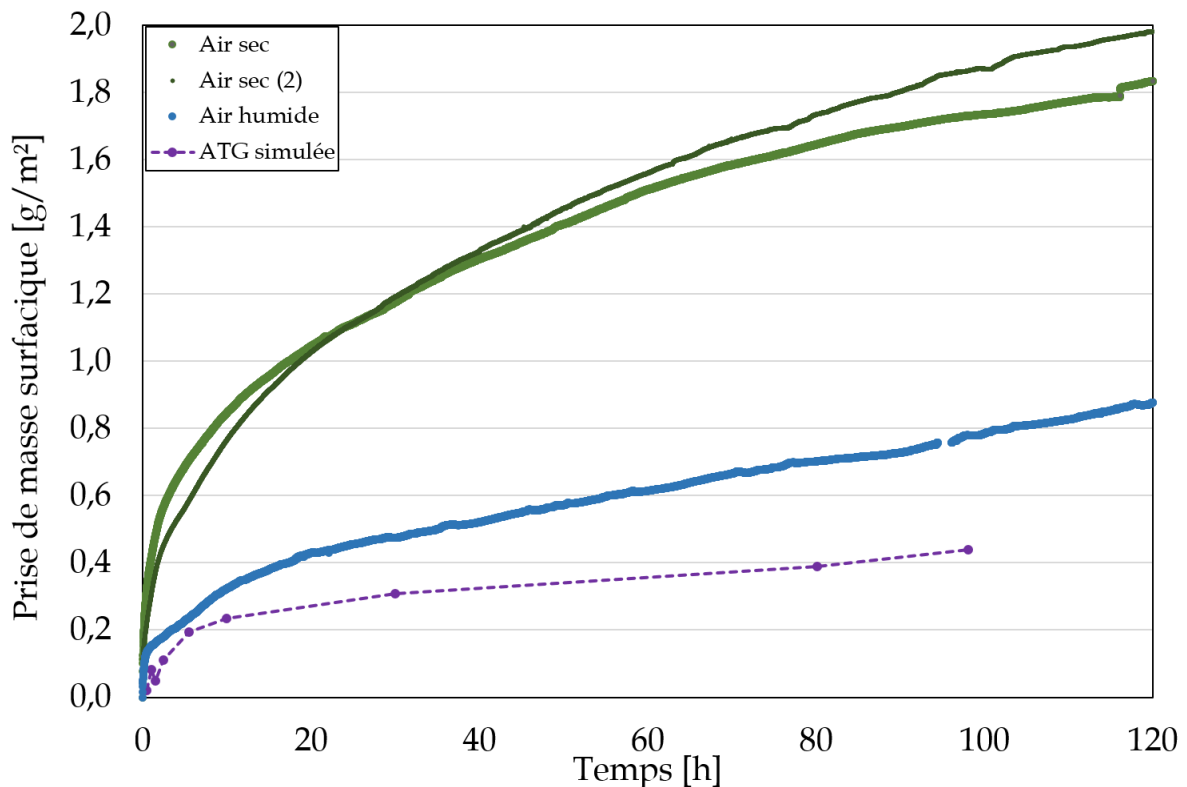


Figure Annexe G1 – Résultats d'ATG à 750°C sous air sec et humide (humidité relative de 50%) sur AD730.

Courbes vertes : ATG sous air sec

Courbe bleue : ATG sous air humide

Courbe violette : pesées manuelles après oxydation dans un four à résistance.

Des expositions en ATG de 120h à 750°C sont réalisées afin d'étudier la cinétique d'oxydation dans les premiers stades du phénomène tout en ayant une durée d'essai raisonnable. Deux atmosphères sont utilisées : sous air sec et sous air humide. L'air sec est composé d'air synthétique avec 80% de diazote et 20% de dioxygène. Les essais sous air humide consistent à faire entrer le même air synthétique que pour les essais sous air sec tout en balayant l'enceinte d'un courant de vapeur d'eau dont l'humidité relative à 20°C est de 50%. Ces conditions sont proches de celle d'un laboratoire. L'ATG "simulée" correspond aux prises

de masse manuelles effectuées après exposition à 750°C dans un four à résistance de pions similaires issus du même disque. Les courbes de prise de masse en fonction du temps obtenues sont présentées **Figure Annexe G1**.

La prise de masse est significativement plus rapide sous air sec que sous air humide, comme le suggère la revue bibliographique du **Chapitre I, Partie I.A.3**. Deux phénomènes simultanés sont envisageables : la cinétique d'oxydation serait plus lente sous air humide et la volatilisation de certains oxydes hydratés ralentirait la prise de masse. Que ce soit sous air sec ou humide en revanche, la prise de masse est très rapide dans les premières heures, voire dans les premières minutes, de l'exposition. A partir de 10-20h d'exposition, un autre régime d'oxydation semble prendre place.

En outre, on observe un fort écaillage sur les pions exposés en air sec tandis que ceux exposés sous air humide semblent moins affectés par ce phénomène. L'écaillage a pu se produire pendant le refroidissement puisqu'aucune perte de masse brutale n'est à rapporter pendant les essais d'ATG sous air sec. Le faible écaillage sur les pions oxydés sous air humide pourrait s'expliquer par un taux de contraintes internes accumulées par les couches d'oxydes plus faible sous air humide que sous air sec. Le fait que la vitesse de croissance des couches d'oxydes sous air humide soit moindre pourrait le justifier.

Les résultats d'ATG dite "simulée" sont plus proches des résultats obtenus sous air humide. On peut émettre l'hypothèse qu'il est plus pertinent d'utiliser les données obtenues après ATG sous air humide quand il s'agira d'interpréter des phénomènes d'oxydation dans des fours traditionnels.

On rappelle que la prise de masse  $\Delta m$  d'un échantillon en fonction du temps d'exposition  $t$  à une température fixe peut s'écrire comme suit :

**Equation G1** 
$$\left(\frac{\Delta m}{S} - \frac{\Delta m_0}{S}\right)^n = k'(t - t_0)$$

Dans le cas d'oxydes protecteurs comme  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , la prise de masse est parabolique et s'écrit alors :

**Equation G1p** 
$$\left(\frac{\Delta m}{S} - \frac{\Delta m_0}{S}\right)^2 = k'_p(t - t_0)$$

Puisque l'on mesure des cinétiques de prise de masse alors que plusieurs oxydes croissent à la fois, on parle de cinétique apparente. De plus, la technique d'ATG ne permet pas la distinction



entre la cinétique de croissance des oxydes de celle de volatilisation des oxydes.

Ainsi, à partir des courbes **Figure Annexe G1**, on a pu déterminer l'exposant cinétique  $n$  expérimental, les constantes de vitesses parabolique apparentes  $k'_{p-app}$  ( $n=2$ ) et réelles apparentes  $k'_{app}$  ( $n$  expérimental) des lois cinétiques. Ces résultats sont rassemblés dans le **Tableau Annexe G** et sont calculés sur la partie linéaire des courbes.

**Tableau Annexe G – Paramètres cinétiques d'oxydation obtenus après ATG à 750°C sur de l'AD730.**

750°C – Gros Grains	n expérimental	$k'_{p-app}$ (kg <sup>2</sup> .m <sup>-4</sup> .s <sup>-1</sup> )	$k'_{app}$ (kg <sup>n</sup> .m <sup>-2n</sup> .s <sup>-1</sup> )
Air sec (moyenne)	2,52	8,50 E-12	5,05 E-13
Air humide (humidité relative de 50% à 20°C)	2,52	1,60 E-12	4,90 E-14
ATG "simulée"	2,50	5,35 E-12	2,00 E-13

Dans le régime linéaire analysé, l'exposant cinétique  $n$  a une valeur proche de 2,5 à 750°C quel que soit l'environnement, traduction de mécanismes d'oxydation similaires. La cinétique d'oxydation est à mi-chemin entre parabolique et cubique. Le fait que l'on ait une part du mécanisme qui soit parabolique n'est pas surprenant puisqu'on s'attend à former des oxydes protecteurs comme Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Ces exposants ne correspondent en revanche pas à ceux obtenus par mesure d'épaisseurs (2,2 pour la chromine, 1,7 pour les oxydes de titane et 1,1 pour l'alumine). En cause peut-être la croissance sous forme de branche de l'alumine et une porosité relative des autres couches d'oxydes. En effet, la mesure d'ATG suppose une croissance de couche d'oxydes denses et uniformes.

En termes de vitesses, la constante de vitesse réelle apparente est dix fois plus élevée sous air sec que sous air humide. En revanche, sur la partie linéaire analysée, la constante de vitesse obtenue en ATG "simulée" est comprise entre les deux autres constantes calculées : en atmosphère de laboratoire et au-delà de 15h d'exposition, l'oxydation serait plus rapide que pour une ATG sous air humide mais moins que pour une ATG sous air sec.

D'après les travaux de Chruchley *et al.*, on peut remonter à une valeur théorique des constantes de vitesses paraboliques apparentes  $k'_{p-app}$  à 750°C : elle serait comprise entre  $2 \times 10^{-12}$  kg<sup>2</sup>.m<sup>-4</sup>.s<sup>-1</sup> et  $1 \times 10^{-11}$  kg<sup>2</sup>.m<sup>-4</sup>.s<sup>-1</sup> (set de données pour plusieurs superalliages) [Cruchley *et al.*, 2016]. Nos résultats sont cohérents avec la littérature puisque nous obtenons des valeurs

de  $k'_{p-app}$  comprises entre  $1,60 \times 10^{-12}$  et  $8,50 \times 10^{-12} \text{ kg}^2 \cdot \text{m}^{-4} \cdot \text{s}^{-1}$ .

Grâce aux données d'ATG obtenues sous air sec par Thébaud [Thébaud, 2017], il nous est possible de déterminer la loi d'Arrhenius à laquelle obéissent les constantes de vitesses paraboliques apparentes entre 700°C et 900°C sous air sec. D'après la **Figure Annexe G2**, on obtient un facteur de fréquence  $k'_0$  de  $113,58 \text{ kg}^2 \cdot \text{m}^{-4} \cdot \text{s}^{-1}$  et une énergie d'activation de  $264 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ . L'énergie d'activation de la diffusion des cations de chrome dans la couche d'oxyde est de  $259 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$  [Jiangdong *et al.*, 2016]. Cela nous confirme que pour l'AD730, la cinétique de croissance des couches d'oxydes est essentiellement contrôlée par la diffusion des cations de chrome, comme le suggère la formation d'oxydes protecteurs tels que  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ .

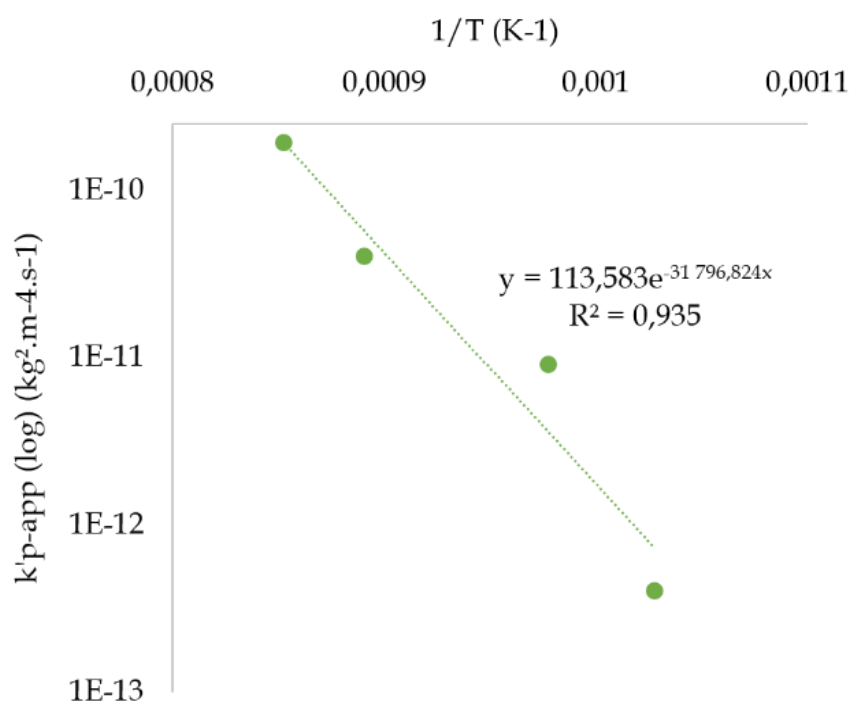


Figure Annexe G2 : Loi d'Arrhenius pour la constante de vitesse parabolique apparente d'oxydation de l'AD730™ « gros grains ».

## Annexe H : Croissance d'oxydes sur une surface de rupture *post*-essais de fissuration en fatigue-fluage

Les structures et épaisseurs d'oxydes ont été analysées sur les demi-éprouvettes CT32 après rupture (**Figure Annexe H**). La présente annexe s'intéresse aux épaisseurs d'oxydes après trois différents essais de fissuration en fatigue-fluage « 10-300-10 / sous air ». La distinction entre les conditions d'essais n'est pas réalisée ici. La mesure d'épaisseur est faite sur le chemin principal de propagation, *i.e.* jamais dans une fissure secondaire. De plus, on rappelle que ces mesures peuvent correspondre à des mesures sur surfaces intergranulaires. Or, notre référence de comparaison vaut pour une surface intragranulaire polie-miroir.

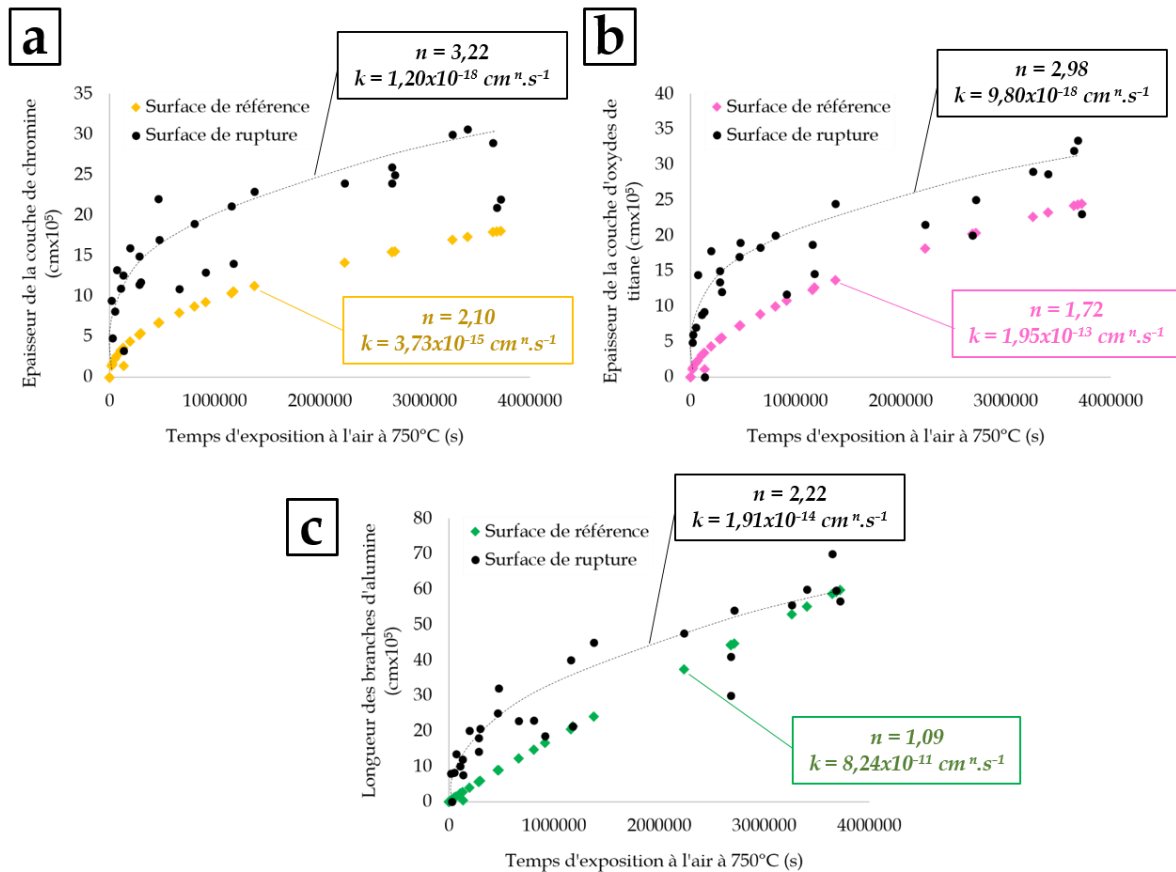


Figure Annexe H – Comparaison entre les lois empiriques de croissance d'oxydes à 750°C établies sur une surface de référence intragranulaire polie-miroir (couleurs) avec les lois empiriques établies sur des surfaces de rupture après essais de fissuration en fatigue-fluage (a) pour la chromine, (b) pour les oxydes de titane, (c) pour les branches d'alumine.

Aucune tendance reliant les épaisseurs d'oxydes aux vitesses de propagation ou au niveau de  $\Delta K$  dans une zone donnée n'est observée. Nous ne représentons donc l'évolution des épaisseurs d'oxydes qu'en fonction du temps d'exposition.

Le constat est sans appel : les trois types d'oxydes voient leur cinétique de croissance accélérée sur un faciès de rupture fortement déformé par le passage d'une fissure. En effet, les ordres des différentes lois puissance identifiées malgré la relative dispersion de nos données augmentent systématiquement d'environ une unité sur surface de rupture. On notera cependant que sur des temps longs, l'accélération de la croissance des branches d'alumine sur surface déformée semble s'atténuer progressivement jusqu'à tendre vers un comportement observé sur une surface de référence.

Sans que ce soit présenté ici, on indique enfin que les zones de déplétion en éléments chimiques oxydés s'élargissent elles-aussi plus vite, de même que la zone appauvrie en précipités  $\gamma'$  qui suit les évolutions de croissance d'alumine.

Aucune barre d'erreur n'est précisée du fait de la grande difficulté à les estimer : en plus des erreurs de mesures d'épaisseur, il faut inclure les erreurs liées à l'estimation du temps d'exposition à 750°C correspondant à chaque zone analysée. Or, ce dernier point dépend à la fois de l'uniformité du front de fissure mais aussi de la précision de nos mesures d'avancées de fissure, ce qui de manière générale rend la problématique délicate. Cette annexe permet de donner des ordres de grandeurs et des tendances. Des études plus fournies et spécifiques doivent être conduites pour répondre plus robustement à la question de la croissance d'oxyde sur un chemin de propagation.

## Annexe I : Analyse de rugosité des faciès de rupture

Les analyses de rugosité des surfaces de rupture ont été faites grâce à un microscope optique Alicona InfiniteFocus comme décrit dans le **Chapitre II**. Elles sont réalisées sur les faciès de rupture post-essai de fissuration afin d'associer une grandeur de rugosité à un type de propagation (inter- ou transgranulaire, pseudo-stade I ...), voire à un **Domaine** particulier de propagation.

Les mesures sont faites sur des longueurs de profil de 20 mm, c'est-à-dire sur un aller-retour dans l'épaisseur de l'éprouvette CT32. Afin de pouvoir associer une valeur de rugosité à une valeur de  $\Delta K$  et de vitesse de propagation, les morphologies de profil sont réalisées manuellement en essayant de suivre au mieux la morphologie légèrement elliptique du front de fissuration. La **norme NF EN ISO4288** encadrant les mesures de rugosité préconise une longueur de profil de 40 mm. Nous vérifions cependant que 20 mm suffisent pour rendre compte des valeurs de rugosité. Nous ne présentons dans cette annexe que les valeurs de profil de rugosité moyenne  $Ra$ . On retrouve les graphes récapitulatifs **Figures J**. Le  $Ra$  est la moyenne arithmétique des écarts à la ligne moyenne. Cette dernière est la ligne qui délimite en deux surfaces égales (au-dessus et en dessous) le profil analysé en coupe.

La longueur d'onde de coupe  $\lambda_c$  du filtre utilisé est de 250  $\mu\text{m}$  pour les mesures de  $R$ . Cette grandeur est aussi appelée *cut-off*. Elle permet de séparer la partie « ondulation » (filtre passe-bas) de la partie « rugosité » (filtre passe-haut) d'un profil primaire. Selon sa valeur, le profil final intègre ou rejette certaines longueurs d'onde de coupure du profil primaire. D'après nos valeurs de  $Ra$ , la **norme NF EN ISO4288** indique que nous devrions utiliser un filtre de 8 mm. Or, nous jugeons plus pertinent d'utiliser la valeur de 250  $\mu\text{m}$  puisqu'elle est relativement proche de la taille de grains de notre matériau et que la fissure propage entre autre selon des chemins intergranulaires. Non présentée ici, l'analyse de la rugosité avec un filtre de 8 mm conduit à une augmentation monotone de la rugosité avec le niveau de  $\Delta K$ .

Puisqu'on ne peut pas associer les zones de préfissuration à un niveau unique de  $\Delta K$  ou une valeur unique de vitesses de propagation, les valeurs de rugosité ne sont pas indiquées sur les graphes. Globalement, les valeurs moyennes  $Ra$  des surfaces sont plus élevées après préfissuration à température ambiante (entre 9 et 10  $\mu\text{m}$ ) qu'après préfissuration à 450°C (entre 4 et 5  $\mu\text{m}$ ). Ainsi, la préfissuration à température ambiante introduit une forte rugosité dès le début de l'essai, accentuant possiblement les effets de fermeture de fissure par rugosité.

On rappelle que la préfissuration à température ambiante conduit à un relief accidenté du fait de la propagation en pseudo-stade I. **Figure Annexe I1**, les variations de  $Ra$  obtenues avec un filtre de  $250\mu\text{m}$  et représentées en fonction du niveau de  $\Delta K$  confirment cette observation : les zones de propagation majoritairement intergranulaire (certains **Domaines I** et les zones à forts niveaux de  $\Delta K$  proches de la rupture) sont caractérisées par des valeurs de  $Ra$  plus élevées ( $> 5\mu\text{m}$ ). Ainsi, puisque le graphe **Figure Annexe I2** montre que la valeur de  $Ra$  est d'autant plus élevée que la fissure propage rapidement, on peut conclure que la propagation en chemin transgranulaire en stade II conduit essentiellement à des vitesses de propagation plus faibles qu'en chemin intergranulaire.

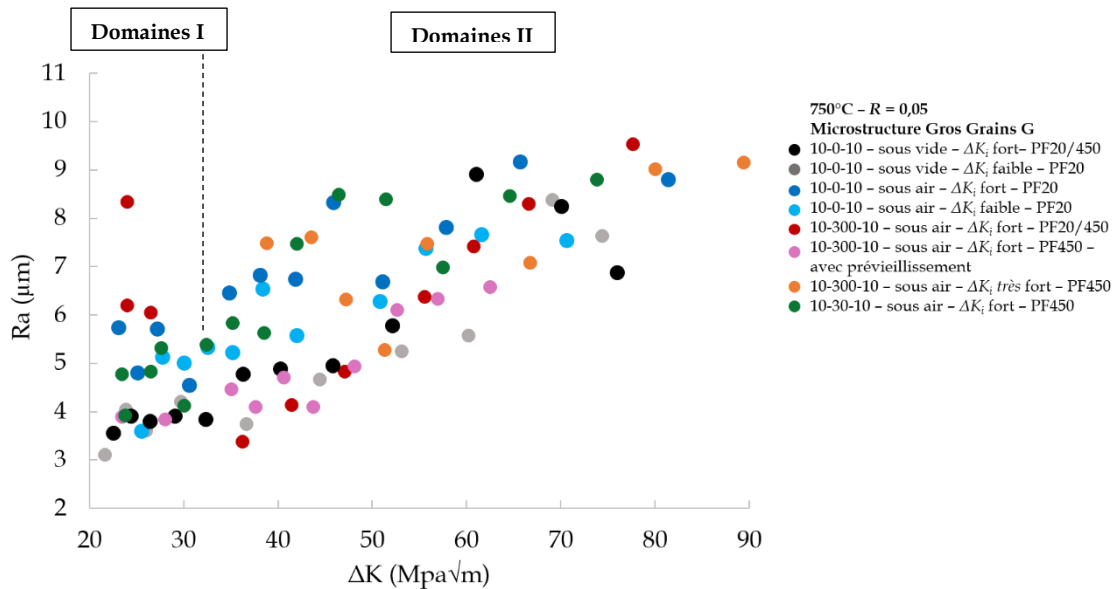


Figure Annexe I1 - Evolution de  $Ra$  en fonction du niveau de  $\Delta K$ .

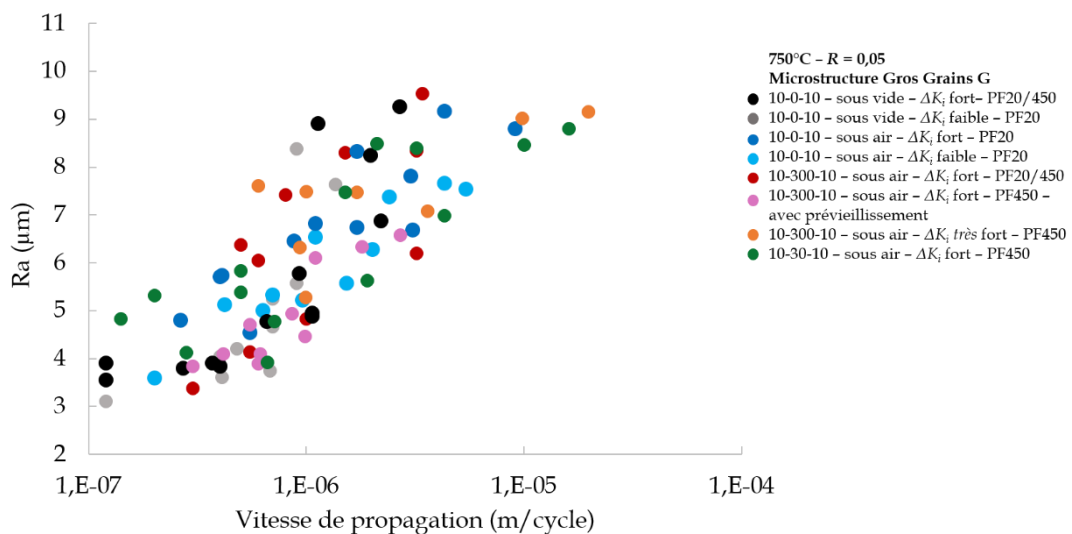


Figure Annexe I2 - Evolution de  $Ra$  en fonction des valeurs de vitesse de propagation.

## **Propagation de fissure dans un superalliage base nickel polycristallin en régime d'interactions fatigue-fluage- oxydation-vieillessement métallurgique**

Dans un objectif d'optimisation des relations « microstructure-propriétés » des superalliages base nickel  $\gamma/\gamma'$  utilisés notamment pour la fabrication de disques de turbine, le comportement en propagation de fissure à 750°C a été étudié dans la version polycristalline de l'AD730™. En particulier, le phénomène de ralentissement de la propagation avec l'augmentation du facteur d'intensité des contraintes  $\Delta K$  est au cœur de la problématique abordée.

Par le biais d'une campagne d'essais de fissuration à 750°C, on met en évidence que ce phénomène apparaît dans des conditions de chargement de fatigue-fluage. L'influence de l'histoire de chargement thermomécanique sur les courbes de vitesse de propagation est analysée en modifiant différents paramètres expérimentaux tels que la microstructure initiale (précipitation  $\gamma'$ ), la valeur initiale de  $\Delta K$ , l'environnement ou les temps de maintien. L'origine du phénomène de ralentissement est alors attribuée aux effets conjoints et « protecteurs » en pointe de fissure de la relaxation des contraintes, de la croissance d'oxydes et du vieillissement métallurgique.

Afin d'enrichir les résultats de fissuration, des analyses complémentaires du vieillissement de la précipitation  $\gamma'$  ont été conduites à 750°C. Il en résulte notamment que les cinétiques de vieillissement (grossissement des précipités  $\gamma'$ , précipitation de carbures intergranulaires) sont accélérées dans des conditions de chargement cyclique. En outre, le taux de relaxation des contraintes est d'autant plus élevé que la microstructure a vieilli.

### ***On the crack propagation behavior in a polycrystalline nickel-base superalloy under a regime of fatigue, creep, oxidation and metallurgical aging interactions.***

*The 750°C crack propagation behavior in the polycrystalline nickel-base superalloy AD730™ is studied. This study falls within the overall objectives of optimizing the “microstructure – mechanical properties” relations in nickel-base superalloys used for example in turbine disks. The deceleration of the crack propagation with the increase in  $\Delta K$  value is specifically at the core of the PhD thesis work.*

*Via a crack propagation test campaign, this phenomenon is systematically identified when dwell-fatigue loading are performed. The influence of the thermomechanical history of the material is investigated by varying several experimental parameters such as the initial microstructural state ( $\gamma'$  precipitates), the initial value of  $\Delta K$ , the environment or the dwell durations. The origin of the deceleration phenomenon is therefore shown to be linked with combined and protective effects of stress relaxation, oxide growth and metallurgical aging at the crack tip.*

*To improve the understanding of the crack propagation results, complementary analysis of the 750°C  $\gamma'$  precipitates aging is performed. One of the main outcomes is that aging kinetics ( $\gamma'$  growth, carbide precipitation) are enhanced thanks to a cyclic loading. Besides, the more the microstructure is aged, the higher the stress relaxation rate at 750°C.*

#### **Mots-clés :**

Alliages réfractaires ;  
Endommagement, Mécanique des milieux continus ;  
Essais ;  
Microstructure (physique) ;  
Nickel – Alliages – Effets des hautes températures ;  
Nickel – Alliages – Fatigue ;  
Nickel – Alliages – Fluage ;  
Oxydation ;  
Relaxation des contraintes ;  
Propagation de fissure ;  
Vieillessement métallurgique.

#### **Keywords :**

Heat resistant alloys ;  
Continuum damage mechanics ;  
Testing ;  
Microstructure ;  
Nickel alloys – Effect of high temperatures ;  
Nickel alloys – Fatigue ;  
Nickel alloys – Creep ;  
Oxidation ;  
Stress relaxation ;  
Crack propagation ;  
Metallurgical aging.