



**HAL**  
open science

# Impact des carbures sur la variabilité des propriétés en fatigue de superalliages pour disques

Adèle Govaere

► **To cite this version:**

Adèle Govaere. Impact des carbures sur la variabilité des propriétés en fatigue de superalliages pour disques. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2020. Français. NNT : 2020ESMA0020 . tel-03232119

**HAL Id: tel-03232119**

**<https://theses.hal.science/tel-03232119v1>**

Submitted on 21 May 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.

# THESE

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

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

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

Présentée par :

**Adèle GOVAERE**

\*\*\*\*\*

**Impact des carbures sur la variabilité des propriétés en  
fatigue de superalliages base nickel pour disques**

\*\*\*\*\*

Directeur de thèse : Jonathan CORMIER  
Co-encadrants : Patrick VILLECHAISE – Anne-Laure ROUFFIE

\*\*\*\*\*

Soutenue le 16 Décembre 2020

\*\*\*\*\*

## JURY

A. F. GOURGUES	Professeur, MINES Paris Tech, Centre des Matériaux, Evry	Rapporteur
J. ALEXIS	Professeur, Université de Toulouse, INP/ENIT, Tarbes	Rapporteur
E. ANDRIEU	Professeur, INP Toulouse-ENSIACET, CIRIMAT, Toulouse	Examineur
D. TEXIER	Chargé de Recherches CNRS, Institut Clément Ader, Albi	Examineur
A. L. ROUFFIE	Ingénieur R&T, Safran Tech, Châteaufort	Examineur
P. VILLECHAISE	Directeur de Recherche CNRS, ISAE-ENSMA, Institut P', Poitiers	Examineur
J. CORMIER	Maître de Conférence, ISAE-ENSMA, Institut P', Poitiers	Examineur



# Remerciements

Ces travaux de thèse ont été réalisés dans le cadre d'un financement CIFRE avec Safran Tech et le Département de Physique et de Mécanique des Matériaux de l'Institut Pprime (ISAE-ENSMA). Je remercie tout d'abord Safran Tech d'avoir rendu cette thèse possible de par leur soutien financier mais également de par leur disponibilité et leur intérêt technique pour ces travaux. Ils m'ont fait confiance depuis le stage de fin d'études et pour cela je remercie tout particulièrement Simon Thibault de m'avoir donné ma chance. Je remercie ensuite chaleureusement Anne-Laure Rouffié pour son investissement, son accompagnement et sa pédagogie tout au long de ces trois ans. Tu as toujours su être à l'écoute et ça a été un véritable plaisir de travailler avec toi (je serais d'ailleurs ravie de recommencer)! Je remercie également Jean-Michel Franchet pour son intérêt et les discussions pendant les réunions. Un grand merci également à Daniel Galy qui a pris le temps de se déplacer pour me former sur les équipements et qui m'a fait des retours très constructifs sur mon manuscrit. Je tiens également à remercier Marjorie Cavarroc pour nos longues conversations qui m'ont permis de me sentir moins seule sur certains aspects de ma vie. Enfin, j'ai toujours été très bien accueillie au sein de Safran Tech lors de mes déplacements sur site. Et pour cela, je remercie en particulier l'équipe M&P et les membres du laboratoire interne.

Du côté Pprime, j'ai eu la chance d'être encadrée par Patrick Villechaise et Jonathan Cormier. Patrick, je te remercie pour les longs échanges et les idées qui fusent! Tu arrives à retourner un sujet dans tous les sens et à en montrer tous les aspects. Un énorme merci également pour les conversations plus personnelles qui m'ont permis de prendre du recul. Jonathan, je suis honorée d'être ta première doctorante pour qui tu officies en tant que directeur de thèse! Merci pour ta disponibilité et ta confiance. J'ai beaucoup apprécié la liberté que tu m'as laissée sur le sujet de thèse mais également sur ma gestion du travail. Je vous remercie tous les deux de m'avoir fait progresser que ce soit aussi bien sur le plan professionnel que personnel.

Cette thèse s'est également déroulée dans le contexte de la chaire ANR Safran OPALE. Cette collaboration entre Safran, l'institut Pprime et le CEMEF a permis d'instaurer un cadre privilégié qui a encouragé et facilité les échanges et les discussions avec des personnes extérieures à l'encadrement. Cet environnement a été très enrichissant et je remercie tous ceux qui ont rendu cela possible. Et un grand merci tout particulièrement à Nathalie Bozzolo qui a soutenu ma candidature dès le début! J'ai également pu rencontrer les super doctorants Opaliens du Cemef : Suzanne, Ilusca, Romane, Malik, Alexis, Julien et Anthony. Ce fut un plaisir de partager toutes ces soirées ensemble! J'aimerais également remercier Paraskevas Kontis et Christian Dumont qui m'ont beaucoup apporté. Encore des échanges constructifs et pertinents qui ont été rendus possibles grâce au réseau de la chaire OPALE.

Je remercie ensuite les membres du Jury d'avoir accepté d'évaluer mes travaux de thèse. Malgré le contexte particulier, les échanges ont été très intéressants et agréables. Je remercie Eric Andrieu d'avoir présidé ma soutenance. Merci à Anne-Françoise Gourgues et Joël Alexis d'avoir rapporté mon manuscrit et d'avoir pris le temps de me faire des retours constructifs. Et un grand merci à Damien Texier pour la discussion et ta bienveillance.

---

Je remercie maintenant tous les membres du personnel du laboratoire Pprime. Un chaleureux merci à tous ceux qui ont contribué aux formations et à l'usinage des éprouvettes : Amélie, David, Médéric, Laurent, Nicolas, Lucas, Théo et Jacques. Avec une mention spéciale pour Florence et Guillaume, sans vous il n'y aurait pas d'essais et donc pas de thèse ! Merci pour votre disponibilité et votre patience. Un grand merci également à l'équipe de choc du secrétariat : Brigitte, Karine, Francine et Valérie. Vous êtes comme une bouffée d'air frais et venir discuter avec vous permettait toujours de se changer les idées ! Merci également à Gérald et Cédric pour leur aide et le support informatique, surtout le jour de la soutenance. Et enfin, je remercie toutes les personnes du laboratoire que j'ai croisées dans les couloirs ou à la cafétéria et qui font que c'est un plaisir de travailler au sein de l'équipe ENDO : Sylvie, Laurence, Fabienne, Catherine, Véronique, Olga, Samuel, Azdine, Damien H., Damien M., Mikaël, Florent, Denis, Séraphin, Pascal et Loïc.

Et bien sûr, j'en arrive aux doctorants et post-doctorants. Cette aventure n'aurait pas été la même sans eux ! Partager des repas, des blagues, des fous rires mais aussi des galères (de machine, de polissage !) m'a motivée à venir au labo tous les matins. Et ça a été encore plus vrai avec les confinements qui ont prouvé à quel point voir vos frimousses était important ! Un grand merci aux anciens qui m'ont fait rêver avec leur soutenance : Caroline, Maria Carolina, Alice, Emeline, Paul, Cyril, Sami, Vincent, Aurélien, Julien et Layla. Et bravo Romain pour avoir soutenu avant moi (mais seulement de 2 jours !). Merci aux post-docs Blanche, Arantxa et Maxime qui ont toujours eu les mots encourageants. Enorme merci aux doctorants. La team filles : Lucille, Luciana, Sarah, Coline et Julie. Vous êtes des battantes et toujours souriantes ! Ne changez pas ! La team mecs : Clément, Romain, Prasad, Samuel, Maxime, Guillaume, Florent, Anil, Wessem, Happy, Ana et Allah. Merci pour l'entraide et votre humour. La team Italiens : Marco, Antonio (ma première soutenance, mon tout premier jour) et Fédérico. L'accent italien me manque déjà ! Je vous souhaite à tous bon courage pour la suite !

J'en viens maintenant à mes co-bureaux du tonnerre du B001. A Selim et Ravi qui ont traversé la thèse comme un long fleuve tranquille. Vous étiez sans conteste les sages du bureau. To Mahak, we will always be strong and independent women ! Let's not forget about it, ever. I thank you for your kindness and all the cultural and interesting talks we had. A François, ton optimisme et ta persévérance ont été un modèle à suivre. Merci pour ça et pour ton côté un peu décalé. A mes italiens préférés : Marina et Giuseppe (Alias "Grumpy" Giugiu), merci de m'avoir adoptée ! Marina, je suis tellement heureuse de t'avoir rencontrée. Ta gentillesse, ta douceur et ta force sont exactement ce dont chaque bureau a besoin ! J'ai eu beaucoup de chance d'arriver dans le tien et j'espère te revoir très vite. Giugiu, je ne sais même pas par où commencer ! Ton côté grognon mais en même temps tellement prévenant. Ton envie de débattre (et de continuer les débats pendant des heures) sur tout et tout le temps. Ou tes fautes de français qui m'amusaient beaucoup ! Je vous remercie tous les deux de m'avoir tant aidée, sur tous les plans. To Satoshi, thank you for being so peaceful and humble. I really appreciated going through the last moments of our PhDs together ! Keep showing the world you can be strong and kind at the same time. A Nicolas, mon voisin de bureau qui est un pro du lip syncing ! C'était très divertissant, je t'en remercie ! Enorme merci également pour avoir été autant disponible à mon arrivée, c'est grâce à toi si je ne me suis jamais sentie perdue ! Concernant nos échanges musicaux, on trouvera bien un terrain d'entente un de ces jours ! En tout cas, merci d'avoir apporté la fantaisie et la bonne humeur ! A Mélanie, en qui j'ai trouvé une petite sœur. Tu es tellement forte et intelligente et tu ne t'en rends même pas compte ! J'espère que ces années de thèse te le prouveront. Reste aussi altruiste et bienveillante que tu ne l'es déjà. A Tiphaine, qui est si calme et posée et qui a pourtant une grande persévérance. Reste comme tu es. A Julien et Salvador, je pense que le bureau va gagner en joie de vivre avec vous ! Restez curieux et plein de bonne humeur. A Natan, garde ton sérieux et ta volonté de réussir. A Marjolaine et Rémy : bienvenue dans la famille !

---

Enfin, j'aimerais remercier mes amis et ma famille sans qui cette thèse aurait été bien plus pénible. Tout d'abord un énorme merci à mes amies de la danse. Merci pour tous ces restaurants, ces soirées et ces fous rires! Vous avez été d'un grand soutien et à l'écoute. Morgane, Angélique, Mylène et Emeline, j'ai gagné de super amitiés avec vous. Un grand merci à mes amis de Poitiers : Blaise, Aline, Matthieu, Stephen et Geoffrey qui m'ont changé les idées plus d'une fois! Enfin, à mes amis des quatre coins du monde que j'espère revoir très bientôt. A Maria et Joana, pour toutes les sorties parisiennes et vos encouragements. A Dominik, pour m'avoir accompagnée dans les endroits les plus insolites de Paris. A Lionel et Jean-Luc pour être aussi attentifs et généreux. A Emilie, pour ses combats féministes. A Claudia, pour ses conseils et son oreille attentive. A Valentine, ma plus vieille amie. A Valentin, que j'ai enfin retrouvé en 2020. And to Gundars, for being who you are. Thank you so much for making me feel better about myself on so many levels. We make the best p\*\*\*\*\* when we are together!

A ma famille qui m'a toujours soutenue dans mes choix et décisions. Ils ont été présents quand j'en avais le plus besoin ces deux dernières années. A ma sœur Louise qui est pour moi le premier docteur de la famille. On a toujours pu se parler librement et ça, ça vaut de l'or! A mon frère Paul pour sa sollicitude et ses blagues (qui nous font toujours rire même quand elles sont nulles)! A ma maman, pour son amour et sa détermination. A mon papa, pour ses mots d'encouragement et son inquiétude. Une pensée également pour mes cousins Thomas, Romain, Rémi, Simon et Paul. Un grand merci également à Véronique, Tony, Edith, Thierry, Arlette et Bernard.

*Et enfin, une chaleureuse pensée à mes grands parents qui étaient déjà si fiers...*



# Table des matières

<b>Introduction générale</b>	<b>1</b>
<b>I Matière et dispositifs expérimentaux</b>	<b>6</b>
<b>1 Bibliographie : Procédés d'élaboration et définition des inclusions non métalliques</b>	<b>7</b>
1.1 Procédés d'élaboration . . . . .	7
1.1.1 Présentation des superalliages $\gamma/\gamma'$ . . . . .	7
1.1.2 Traitements thermiques . . . . .	8
1.1.3 Procédés d'élaboration . . . . .	11
1.1.4 Choix de l'AD730 <sup>TM</sup> . . . . .	14
1.2 Nature et endommagement des inclusions non métalliques . . . . .	18
1.2.1 Définition des inclusions . . . . .	18
1.2.2 Formation des inclusions . . . . .	18
1.2.3 Températures de solvus des inclusions . . . . .	21
1.2.4 Configurations favorisant l'endommagement des inclusions . . . . .	22
1.3 Conclusion . . . . .	26
<b>2 Protocoles expérimentaux</b>	<b>27</b>
2.1 Moyens de caractérisation de la microstructure . . . . .	27
2.1.1 Préparation des échantillons . . . . .	27
2.1.2 Microscopie électronique à balayage (MEB) et traitement d'images . . . . .	31
2.1.3 EBSD . . . . .	33
2.2 Moyens de caractérisation des inclusions non métalliques . . . . .	34
2.2.1 Microscopie optique . . . . .	34
2.2.2 Obtention de la composition chimique . . . . .	35
2.2.3 Comptage inclusionnaire assisté par le logiciel MeTiS . . . . .	38
2.3 Moyens expérimentaux . . . . .	39
2.3.1 Essais de traction monotone et LCF . . . . .	39
2.3.2 Essais de traction in-situ . . . . .	41
2.3.3 Essais de fissuration . . . . .	42
2.3.4 Essais d'oxydation statique . . . . .	43
2.4 Conclusion . . . . .	44



---

<b>3</b>	<b>Microstructures initiales et caractérisation des inclusions présentes dans l'AD730<sup>TM</sup></b>	<b>45</b>
3.1	Microstructures initiales . . . . .	45
3.1.1	Compositions chimiques des précipités primaires et des espaces inter-précipités primaires . . . . .	45
3.1.2	Caractérisation des populations de précipités . . . . .	46
3.1.3	Taille de grains . . . . .	48
3.1.4	Taille des pores dans l'alliage SX . . . . .	51
3.2	Caractérisation des inclusions non métalliques . . . . .	52
3.2.1	Nature et composition chimique . . . . .	52
3.2.2	Par analyse EDS . . . . .	53
3.2.3	Analyses par sonde atomique tomographique . . . . .	62
3.2.4	Distribution de taille et répartition spatiale . . . . .	62
3.3	Conclusion . . . . .	66
<b>II</b>	<b>Effet de l'oxydation sur les inclusions non métalliques</b>	<b>67</b>
<b>4</b>	<b>Bibliographie : Oxydation de la matrice et des inclusions</b>	<b>68</b>
4.1	Cinétique d'oxydation de la matrice . . . . .	68
4.1.1	Prise de masse surfacique . . . . .	68
4.1.2	Mécanismes d'oxydation . . . . .	70
4.2	Expansion volumique des inclusions et champs de contraintes induits . . . . .	74
4.2.1	Expansion volumique . . . . .	74
4.2.2	Dilatation thermique . . . . .	77
4.2.3	Loi d'Eshelby . . . . .	77
4.3	Conséquences du désaccord de dilatation thermique . . . . .	78
4.3.1	Recristallisation au voisinage des inclusions . . . . .	78
4.3.2	Amorçage de fissures . . . . .	80
4.4	Conclusion . . . . .	81
<b>5</b>	<b>Essais d'oxydation statique</b>	<b>82</b>
5.1	Influence de la température sur les mécanismes d'endommagement des inclusions non métalliques . . . . .	82
5.1.1	Nature des oxydes formés à 450°C et 700°C . . . . .	82
5.1.2	Morphologie des oxydes – Observations MEB . . . . .	90
5.1.3	Endommagement des inclusions . . . . .	98
5.2	Influence du temps d'oxydation . . . . .	105
5.2.1	Oxydation multi-interrompue . . . . .	105
5.2.2	Expansion volumique et cinétique d'oxydation . . . . .	110
5.3	Discussion . . . . .	114
5.3.1	Mécanismes d'amorçage de fissures . . . . .	114
5.3.2	Impact de l'épaisseur de la gangue sur les mécanismes de fissuration . . . . .	116
5.4	Conclusion . . . . .	118

<b>III Impacts de la présence d'inclusions pré-fissurées/oxydées sur les propriétés mécaniques</b>	<b>119</b>
<b>6 Bibliographie : Conditions favorisant l'amorçage de fissures sur inclusions</b>	<b>120</b>
6.1 En fatigue . . . . .	120
6.1.1 Endommagement des inclusions lors des opérations de forgeage et de préparation des éprouvettes . . . . .	120
6.1.2 Impact d'un amorçage de fissures sur inclusions sur la durée de vie en fatigue	121
6.1.3 Compétition entre amorçage sur inclusions et amorçage sur joints de macles .	124
6.2 Mécanismes de déformation . . . . .	128
6.2.1 Réponse du matériau . . . . .	128
6.2.2 Cisaillement des précipités . . . . .	129
6.2.3 Contournement d'Orowan . . . . .	130
6.2.4 Seuil de transition des mécanismes de déformation . . . . .	131
6.3 Influence de la température et de l'environnement . . . . .	133
6.3.1 Sur les mécanismes de déformation . . . . .	133
6.3.2 Sur la localisation des sites d'amorçage . . . . .	134
6.3.3 Sur les mécanismes de propagation et la durée de vie . . . . .	136
6.4 Conclusion . . . . .	139
<b>7 Essais de traction</b>	<b>140</b>
7.1 Traction monotone . . . . .	140
7.1.1 Courbes . . . . .	140
7.1.2 Faciès de rupture . . . . .	142
7.2 Traction in situ . . . . .	144
7.2.1 Influence de la taille des inclusions . . . . .	144
7.2.2 Effet de l'oxydation . . . . .	151
7.2.3 Discussion des essais de traction in situ . . . . .	157
7.2.4 Pourcentage d'inclusions fissurées compté avec le logiciel MeTiS en fonction de la déformation plastique . . . . .	159
7.3 EBSD sur éprouvette déformée en traction . . . . .	160
7.4 Conclusion . . . . .	164
<b>8 Essais de fatigue oligocyclique et de fissuration</b>	<b>165</b>
8.1 Essais de LCF sous air – Cas des alliages polycristallins . . . . .	165
8.1.1 Réponse du matériau . . . . .	165
8.1.2 Durée de vie . . . . .	167
8.1.3 Faciès de rupture . . . . .	169
8.2 Essais de LCF sous vide . . . . .	175
8.2.1 Pour l'AD730 <sup>TM</sup> Standard . . . . .	176
8.2.2 Pour l'AD730 <sup>TM</sup> Haut Carbone . . . . .	178
8.2.3 Effet de la pré-oxydation sur la durée de vie . . . . .	180
8.2.4 Faciès de rupture . . . . .	183
8.3 Essais de LCF avec pré-traction . . . . .	186
8.3.1 Influence des inclusions pré-fissurées mécaniquement sur la durée de vie . . .	186
8.3.2 Faciès de rupture . . . . .	187
8.4 Essais de Fissuration . . . . .	189
8.5 Conclusion . . . . .	190

<b>IV</b>	<b>Discussion</b>	<b>191</b>
<b>9</b>	<b>Conditions favorisant l’amorçage de fissures sur inclusions et la propagation aux grains voisins</b>	<b>192</b>
9.1	Paramètres favorisant un amorçage sur inclusions . . . . .	192
9.1.1	L’environnement . . . . .	192
9.1.2	L’oxydation des inclusions . . . . .	195
9.1.3	Impact des amplitudes de déformation/contrainte appliquées . . . . .	197
9.1.4	Localisation et orientation des inclusions . . . . .	200
9.1.5	Taille des inclusions . . . . .	201
9.2	Paramètres favorisant la propagation de fissure depuis une inclusion . . . . .	202
9.2.1	Orientation des alignements par rapport à la direction de sollicitation . . . . .	202
9.2.2	L’environnement et le taux de déformation/contrainte appliqué . . . . .	205
9.2.3	Taille des inclusions et présence d’une gangue . . . . .	206
9.3	Scénarios d’endommagement en fatigue proposés . . . . .	207
9.3.1	Quand l’impact de l’environnement est limité . . . . .	207
9.3.2	Quand l’impact de l’environnement est prédominant . . . . .	209
9.4	Comparaison avec l’Inconel 718 . . . . .	210
9.4.1	Mécanismes d’amorçage . . . . .	210
9.4.2	Mécanismes de propagation . . . . .	212
9.5	Conclusion . . . . .	215
	<b>Conclusions et perspectives</b>	<b>216</b>

# Introduction générale

## Contexte industriel

Les moteurs d'avions sont des systèmes propulsifs très complexes. Ils sont constitués de plusieurs parties distinctes requérant chacune des exigences spécifiques. Il faut notamment un savoir-faire et des compétences en matériaux et procédés ainsi qu'en mécanique pour assurer le bon fonctionnement et la longévité des turbines à gaz. Les éléments qui les composent peuvent être regroupés en trois catégories :

- une partie dite froide
- une chambre de combustion
- une partie dite chaude

Ainsi, selon les parties, les températures et les sollicitations mécaniques vues par les différents composants sont variées. Les matériaux utilisés doivent donc être adaptés (Figures 1 et 2). Dans la famille des alliages métalliques, les aciers sont majoritairement utilisés pour les engrenages, les roulements et l'arbre de turbine basse pression. Les alliages de titane sont notamment présents dans les parties froides (soufflante, premiers étages des compresseurs dont la température est inférieure à 550°C). Les superalliages base cobalt et/ou nickel sont présents dans la chambre de combustion pour des raisons de mise en forme. Les superalliages base nickel sont eux majoritairement utilisés dans les parties chaudes. Sous leur forme polycristalline, les pièces majoritairement concernées sont les disques des compresseurs Haute Pression et les disques de turbines (composants voyant des températures comprises entre 450°C et 700°C). Sous leur forme monogranulaire ou à grains colonnaires, ils sont utilisés pour les aubes de turbines (températures allant de 650°C à 1150°C). En effet, comme montré en Figure 2.b, ils sont le meilleur compromis entre résistance à l'environnement et résistance en fluage.

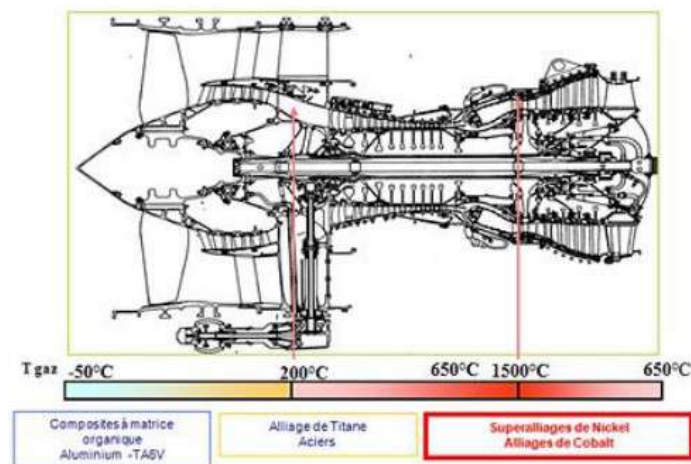


FIGURE 1 – Coupe d'un moteur CFM56 divisé en trois parties selon la température des gaz. Tirée du cours "High temperature materials with a special emphasis on superalloys" de J. Cormier.

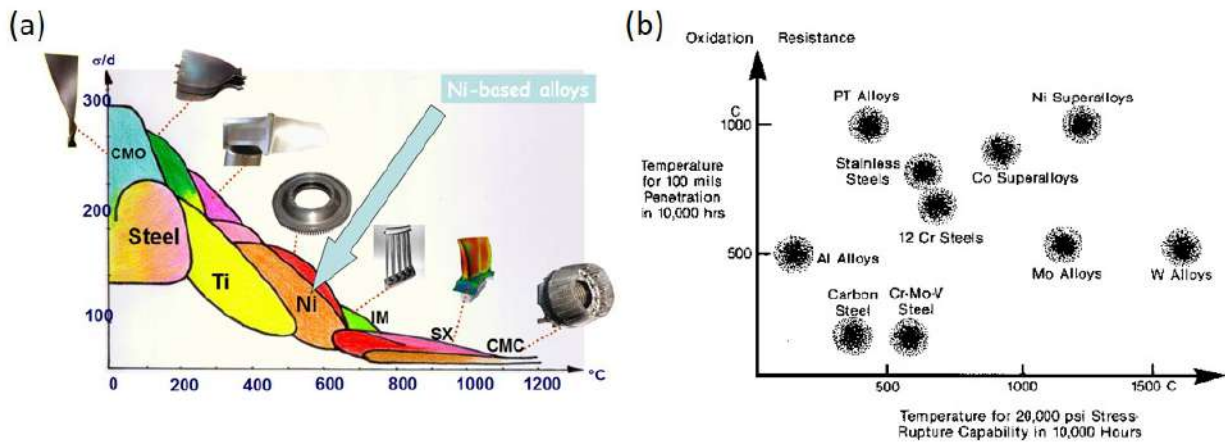


FIGURE 2 – (a) Résistance spécifique de divers matériaux en fonction de la température et (b) la résistance à l'oxydation de différents matériaux en fonction de la résistance en fluage. Images tirées du cours "High temperature materials with a special emphasis on superalloys" de J. Cormier.

Les superalliages base nickel ont donc notamment été développés pour les disques de turbines. Ceux-ci sont soumis à différentes sollicitations lors d'un vol d'avion. La Figure 3.a schématise les étapes clés d'un vol. Celui-ci est généralement associé à un cycle de fatigue avec temps de maintien. Le décollage correspond à la montée en chargement des essais de fatigue. Ensuite, le vol de croisière équivaut à un maintien de la charge. Pour finir, l'atterrissage est associé à la décharge. Il est important de noter que des vibrations peuvent également être présentes tout le long du vol. Par conséquent, les disques sont soumis à des sollicitations mécaniques variées lors d'un cycle de vol :

- à des vibrations correspondant à un régime de fatigue à très grand nombre de cycles (Very High Cycle Fatigue : VHCF)
- à du fluage (notamment les zones de fixation des aubes (Figure 3.b))
- à de la traction (alésage des disques (Figure 3.b))
- à de la fatigue LCF (alésage des disques (Figure 3.b))
- à de la fatigue avec temps de maintien (jantes des disques (Figure 3.b))

Par simplification, un vol peut être comparé à un cycle de fatigue oligocyclique (Low Cycle Fatigue : LCF).

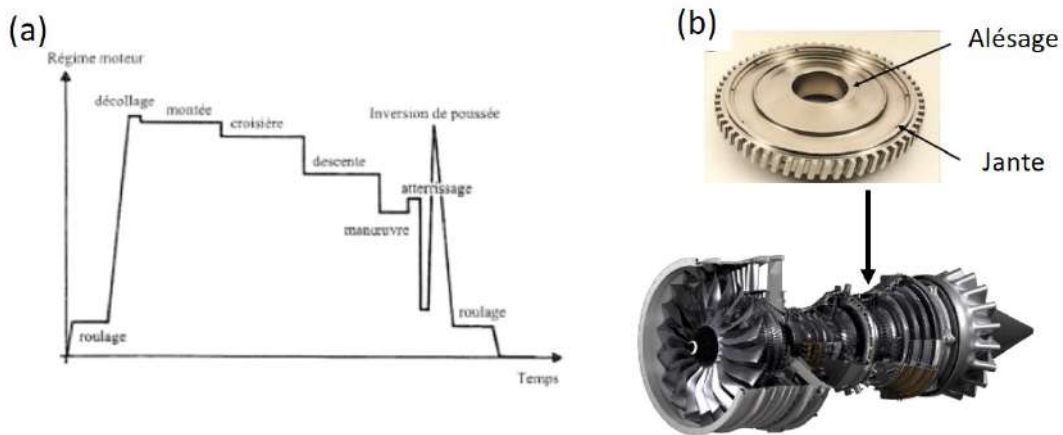


FIGURE 3 – (a) Schéma classique d'un vol d'avion [1] et (b) disque de turbine Basse Pression d'un moteur d'avion civil.

A la vue des enjeux techniques, les superalliages base nickel ont donc été développés afin d'assurer de bonnes propriétés mécaniques en traction, en fatigue, en fluage et en oxydation (Figure 2.b). A l'heure actuelle, le superalliage le plus utilisé pour la fabrication des disques est l'Inconel 718 [2]. Il est durci par les phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$  et est performant pour des températures allant jusqu'à 650°C. Cependant, les enjeux environnementaux actuels mettent au défi les motoristes. En effet, de nouveaux objectifs ont été définis par l'Union Européenne, l'EASA (European Union Aviation Safety Agency) ou encore le groupe ACARE (Advisory for Aviation Research and Innovation in Europe) qui imposent notamment une réduction importante des émissions de gaz à effet de serre ( $CO_2$ ) et d'oxyde d'azote ( $NO_x$ ) (Figure 4), objectifs durcis encore plus suite à la crise de la Covid-19.

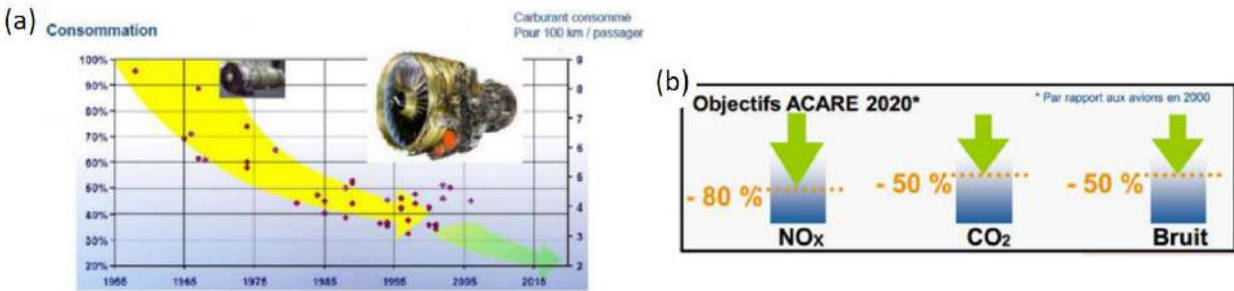


FIGURE 4 – (a) Evolution au cours du temps de la consommation en carburant d'un avion civil (b) objectifs de réductions d'émissions en  $CO_2$ ,  $NO_x$  et bruit fixés par l'ACARE. Images tirées du cours "High temperature materials with a special emphasis on superalloys" de J. Cormier.

Pour atteindre ces objectifs, il est nécessaire d'augmenter la température de fonctionnement des moteurs et leur rendement. Cela signifie donc que les étages de turbines à gaz se situant en aval de la chambre de combustion voient également leur température de fonctionnement croître. Cependant, les alliages de type  $\gamma'/\gamma''$  ne sont plus performants au-delà de 650°C du fait que la phase  $\gamma''$  n'est plus stable au-delà de cette température. Il a donc fallu développer de nouveaux matériaux – uniquement durcis par la phase  $\gamma'$  – capables de résister à de fortes sollicitations mécaniques à des températures plus élevées. Les superalliages obtenus par métallurgie des poudres — permettant l'élaboration d'alliages à forte teneur en  $\gamma'$  ( $> 45\%$ ) — tels que le Rene 88DT, le RR1000, le N18 ou le N19 ont donc été développés pour répondre à ce besoin. Ce procédé étant coûteux, d'autres matériaux obtenus cette fois par le procédé coulé et forgé tels que le 718Plus, le TMW-4 M3, le Rene 65 ou encore l'AD730<sup>TM</sup> ont été élaborés [3]. De nombreuses études sont donc menées sur ces alliages récents afin de répondre aux nouvelles problématiques.

Cette thèse s'inscrit dans le cadre de la chaire industrielle ANR-SAFRAN OPALE qui a pour but d'optimiser des propriétés de superalliages base nickel polycristallins par le contrôle de la microstructure issue des opérations de mise en forme.

## Objectifs de la thèse

L'AD730<sup>TM</sup> est donc un superalliage récent développé par Aubert & Duval qui répond notamment à de nouvelles exigences en termes de performances mécaniques, de résistance à l'oxydation et de coût. Il est donc un potentiel candidat pour des applications type disques de turbine. Des précédentes études ont montré que des fissures peuvent s'amorcer sur des inclusions (Figure 5). Ces dernières étant inhérentes aux procédés de fabrication, il est important de comprendre les mécanismes impliqués dans l'amorçage et la propagation de fissure à une échelle locale et ainsi évaluer l'impact à une échelle plus macroscopique, sur la durée de vie. De nombreuses études réalisées sur différents superalliages base nickel tels que l'Inconel 718, l'IN792, le STAL15-CC ou encore le Rene 88DT ont montré que ces particules peuvent servir de sites d'amorçage de fissure notamment à hautes températures [4–8]. *Texier et al.* ont même montré qu'elles peuvent causer un abattement considérable des durées de vie en fatigue [4]. Cependant, un amorçage sur inclusions n'entraîne pas nécessairement un abattement de la durée de vie. Il y a donc certaines configurations locales qui pourraient favoriser ces événements inhabituels. Il est donc primordial d'étudier l'impact des inclusions (configurations spatiales, taille, composition chimique...) et de leur voisinage sur les propriétés mécaniques dans l'AD730<sup>TM</sup>.

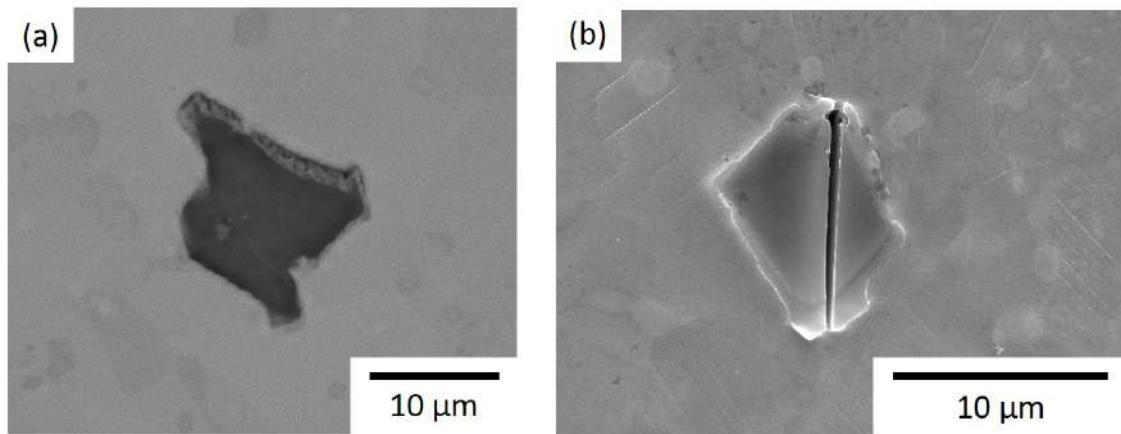


FIGURE 5 – Images MEB de deux inclusions observées dans l'AD730<sup>TM</sup> (a) non fissurée (mode BSE) (b) fissurée (mode SEI). Etat de surface poli électrolytiquement.

Les objectifs principaux de cette thèse sont :

- Déterminer les conditions d'essais de LCF favorisant l'amorçage de fissures sur inclusions et étudier la variabilité des durées de vie sous ces conditions.
- Dégager les configurations (compositions chimiques, taille, localisation, amas...) favorisant l'amorçage sur ces particules.
- Etudier l'impact de la matrice environnante (orientation des grains voisins, facteurs de Schmid, module d'élasticité, présence de précipités, de macles...) sur le transfert de la fissure des inclusions vers la matrice.
- Evaluer les effets de l'environnement sur les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissures ainsi que sur la durée de vie.
- Déterminer l'influence d'un amorçage de fissures précoce sur la durée de vie.

Afin de comprendre l'impact des inclusions sur les propriétés en fatigue et ainsi dégager des configurations favorables à l'amorçage de fissures sur ces particules, deux nuances de l'AD730<sup>TM</sup> ont été étudiées. En plus de la version standard, une version enrichie en carbone a été testée. Cette modification de la teneur de carbone a permis d'obtenir une population d'inclusions différente et ainsi de créer de nouvelles configurations. C'est pourquoi, dans un premier temps, il est nécessaire de caractériser précisément les microstructures grains fins obtenues ainsi que les deux populations d'inclusions en terme de chimie, de densité, de distribution de taille et spatiale (Chapitre 3). Ensuite, ces particules étant très sensibles à l'oxydation [9], une étude détaillée des mécanismes d'oxydation doit être réalisée (Chapitres 4 et 5). Les comportements des deux versions en traction (Chapitres 6 et 7), en fatigue et en propagation de fissure (Chapitre 8) ont ensuite été étudiés. Une attention particulière est donnée aux effets de l'environnement sur les différents mécanismes d'amorçage et de propagation de fissures. En effet, deux températures ont été choisies – 450°C et 700°C – et des essais sous air et sous vide ont été réalisés. De plus, afin d'évaluer l'impact de l'oxydation des joints de grains sur la durée de vie, des essais ont été effectués sur des échantillons monogranulaires d'AD730<sup>TM</sup>. Pour finir, les conditions et les configurations favorisant un amorçage de fissures sur inclusions et leur propagation aux grains voisins ont été identifiées. Ainsi, des scénarios peuvent être dégagés selon les différentes conditions d'essais. Une comparaison avec les observations faites sur l'Inconel 718 est également réalisée (Chapitre 9).



## Première partie

# Matière et dispositifs expérimentaux

# Chapitre 1

## Bibliographie : Procédés d'élaboration et définition des inclusions non métalliques

Ce chapitre a pour objectif d'introduire des éléments généraux sur l'élaboration des superalliages base nickel ainsi que les techniques de caractérisation de microstructure utilisées. Les microstructures initiales des différents lots de matériaux utilisés sont également présentées. Ces éléments permettront de comprendre l'influence des paramètres microstructuraux – en relation avec les procédés d'élaboration – sur les propriétés mécaniques.

### 1.1 Procédés d'élaboration

#### 1.1.1 Présentation des superalliages $\gamma/\gamma'$

Les superalliages base nickel peuvent être classés en trois catégories : les alliages durcis par solution solide, les alliages durcis par précipités  $\gamma'$  et ceux durcis par  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . Seuls les superalliages durcis par précipités seront présentés dans ce chapitre. La matrice  $\gamma$  a une structure cristallographique Cubique à Faces Centrées (CFC) désordonnée. C'est-à-dire que les atomes sont distribués de manière aléatoire dans les sites du réseau. En revanche, la phase  $\gamma'$ , de composition stoechiométrique  $Ni_3(Ti, Al)$ , possède une structure cubique simple ordonnée  $L1_2$ . Les atomes ont des positions déterminées : les atomes de nickel sont situés au centre des faces et ceux de titane et d'aluminium aux sommets. La phase  $\gamma''$   $Ni_3Nb$  a une structure quadratique  $DO_{22}$  comme montré en Figure 1.1.

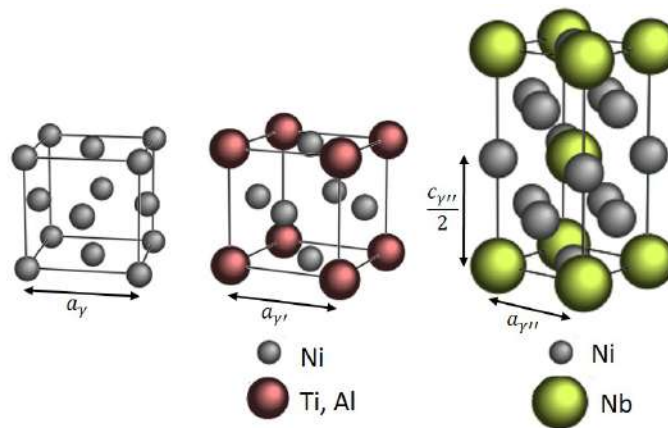


FIGURE 1.1 – Structures cristallographiques de la matrice  $\gamma$  et des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . Adaptée de [10].

Les propriétés durcissantes associées à la précipitation de  $\gamma'$  et/ou  $\gamma''$  résultent notamment de la fraction volumique, de la taille des précipités mais également de leur cohérence avec la matrice. La forme géométrique des précipités est d'ailleurs étroitement liée à cette cohérence [11]. Elle se traduit par un faible écart de paramètre de maille entre les réseaux  $\gamma \setminus \gamma'$  et  $\gamma \setminus \gamma''$  et la matrice, ce qui résulte par une faible distorsion entre ces deux phases et par l'absence de dislocations aux interfaces. C'est cette cohérence entre les précipités et la matrice qui génère des propriétés en traction et en dureté plus élevées que dans le cas d'une simple loi des mélanges des propriétés de  $\gamma$  et  $\gamma'$ . Le désaccord paramétrique, à une température donnée, entre la phase  $\gamma$  et la phase  $\gamma'$  est donné par l'équation 1.1 :

$$\delta = \frac{2(a_{\gamma'} - a_{\gamma})}{(a_{\gamma'} + a_{\gamma})} \quad (1.1)$$

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

Comme ordre de grandeur, le désaccord de paramètre de maille associé à la phase  $\gamma'$  est généralement compris entre -0.3% et 0.5% selon la composition de l'alliage [12] alors qu'il est aux alentours de 0.1 % pour l'axe a et environ 2.2% pour l'axe c de la phase  $\gamma''$  [13]. De plus, une interface cohérente s'accompagne d'une énergie interfaciale faible [14] comparée à une interface incohérente [15]. Une dernière phase est présente dans les alliages  $\gamma \setminus \gamma''$  : la phase  $\delta$  qui est de structure orthorhombique et incohérente avec la matrice. Les propriétés de cette phase ne seront pas développées ici.

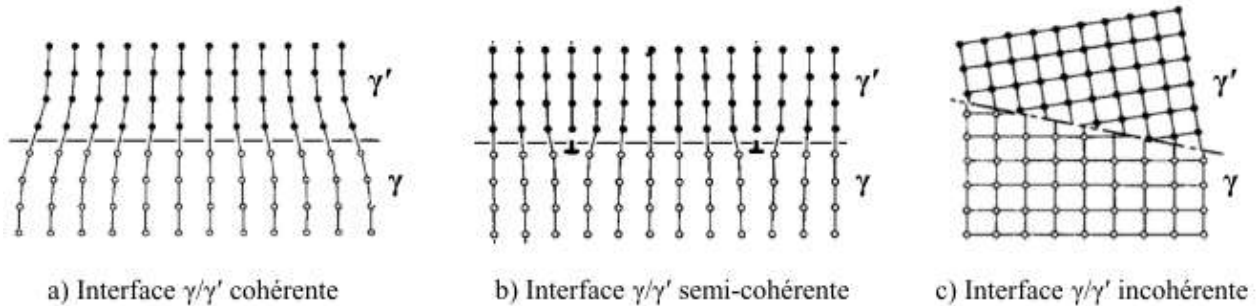


FIGURE 1.2 – Cohérences et incohérences entre deux structures cristallographiques différentes. Figures adaptées de [16].

### 1.1.2 Traitements thermiques

Plusieurs populations de précipités  $\gamma'$  peuvent coexister dans les superalliages polycristallins. Trois catégories ont été observées : les précipités primaires  $\gamma'_I$ , les secondaires  $\gamma'_{II}$  et les tertiaires  $\gamma'_{III}$  (Figure 1.3). Les primaires sont les plus gros et apparaissent en premier. Ils se situent généralement aux joints de grains et se forment lors du refroidissement super-solvus du lingot. Les secondaires et tertiaires se forment à plus faible température. Ils sont beaucoup plus petits et se situent à l'intérieur des grains.

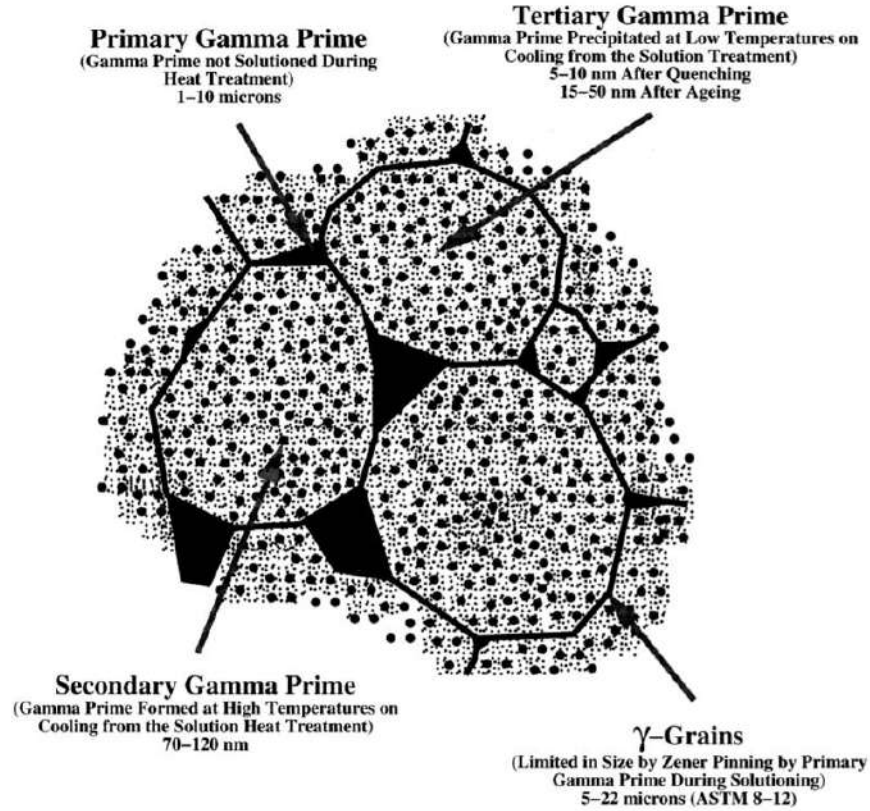


FIGURE 1.3 – Schéma des différents éléments microstructuraux majeurs après un traitement thermique de l'Udimet 720Li [17].

La taille de ces précipités ainsi que leur forme et leur fraction volumique ont une influence directe sur les propriétés mécaniques du matériau [11, 18–23]. C'est pourquoi, il est important de contrôler ces paramètres. Ce sont les traitements thermiques qui permettent d'optimiser la microstructure. Ils sont généralement composés d'une mise en solution suivie de deux revenus (Figure 1.4).

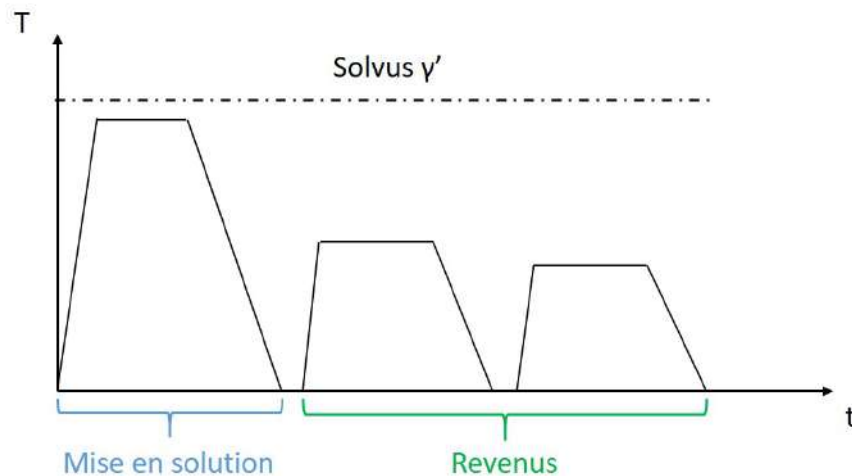


FIGURE 1.4 – Schéma d'un traitement thermique classique subsolvus pour les superalliages.

Il existe cependant quelques exceptions. La plus connue est le cas de L'Inconel 718 sous sa forme Direct Aged (Inconel 718 DA). Dans ce cas, il n'y a pas de mise en solution et les revenus sont directement effectués après l'étape de mise en forme. Avec ce traitement, les propriétés mécaniques, notamment en traction et en fatigue, sont améliorées [2, 24–27]. Cet effet bénéfique a souvent été attribué à la conservation de la structure d'écroissage [25, 26]. Cependant *A. Nicolay* montre qu'il serait plutôt lié à une fraction volumique en phase  $\delta$  plus faible [28].

La mise en solution a pour objectif de remettre en solution une partie ou la totalité des précipités  $\gamma'$ . Lors de cette étape, il y a une relaxation des contraintes résiduelles et de la recristallisation post-dynamique peut s'opérer. C'est lors de la mise en solution que la taille de grains est contrôlée :

- une température inférieure à la température de solvus ( $T_{solvus\gamma'} \sim 1100^\circ\text{C}$  pour l'AD730<sup>TM</sup> par exemple) de  $\gamma'$  – traitement subsolvus – conserve une structure « grains fins » (GF). Les précipités primaires ne sont pas entièrement dissous et les joints de grains restent épinglés à ces précipités  $\gamma'_I$  et empêchent leur croissance.
- une température supérieure à la température de solvus de  $\gamma'$  – traitement super-solvus – entraîne une structure « gros grains » (GG). Les précipités sont totalement dissous et aucun précipité n'empêche la croissance des grains.
- une température équivalente à la température de solvus de  $\gamma'$  entraîne une structure « duplex » composée de grains fins et de gros grains [29–31].

Il est important de noter que pour certains alliages, tels que le Waspaloy ou encore le Nimonic 263, la croissance des grains est bloquée par les carbures présents aux joints de grains. Par conséquent, une structure grains fins peut être obtenue même après traitement super-solvus. Pour obtenir une structure gros grains, c'est donc le point de solvus des carbures qu'il faut atteindre.

Les précipités secondaires et les tertiaires se forment lors du refroidissement de la mise en solution. La vitesse de refroidissement influence grandement la précipitation des secondaires. En effet, une augmentation de la vitesse de refroidissement entraîne la précipitation de plus petits  $\gamma'_{II}$  dans l'AD730<sup>TM</sup> (Figure 1.5) [32]. Des observations similaires ont été faites dans d'autres superalliages base nickel [33–36].

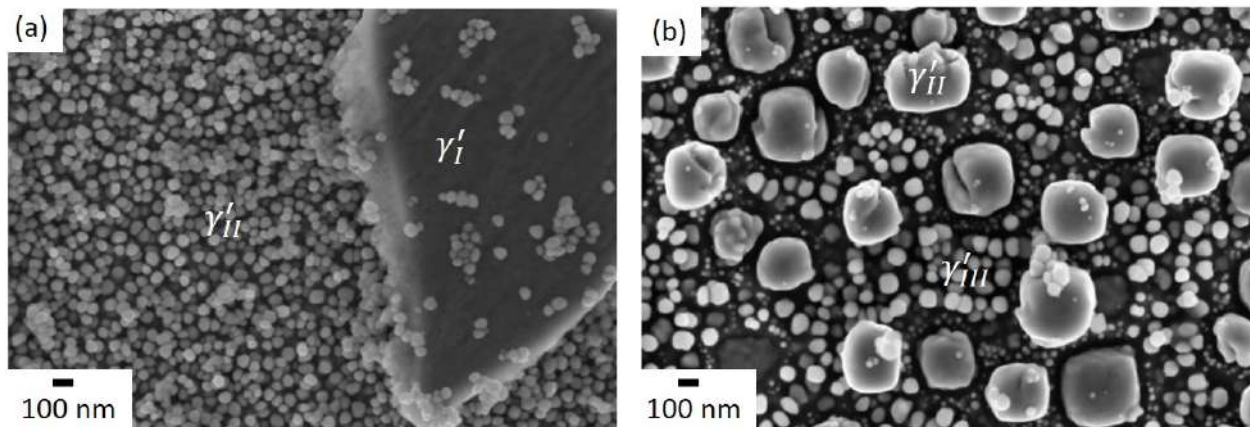


FIGURE 1.5 – Observations aux MEB-FEG de microstructures d'AD730<sup>TM</sup> pour des vitesses de refroidissement après mise en solution (a) rapide à 200°C/min et (b) lent à 30°C/min [32].

Les revenus permettent d'ajuster la microstructure en optimisant notamment la taille, la forme et la fraction volumique des précipités. La température de ces revenus impacte principalement les précipités  $\gamma'$  tertiaires qui se dissolvent pour des températures élevées [37]. Ils permettent également de relaxer les contraintes induites pendant le refroidissement de la mise en solution.

Lors de sollicitations mécaniques, ces précipités vont être en interaction avec des dislocations. Selon les caractéristiques des précipités (taille, forme, distance inter-précipités, fraction volumique...) les interactions  $\gamma'$ /dislocations ainsi que les mécanismes de déformation vont être modifiés. Cette problématique sera développée dans le chapitre 3, section 6.2.

### 1.1.3 Procédés d'élaboration

Il existe différents procédés de fabrication des superalliages base nickel. Les deux procédés majeurs sont le forgeage et la fonderie. Le forgeage sera préféré pour les matériaux polycristallins à grains équiaxes et la fabrication de pièces massives. Les disques sont élaborés par cette voie. La fonderie de précision (solidification dirigée) est plus adaptée pour les matériaux monogranulaires ou à grains colonnaires et pour la fabrication de plus petites pièces très complexes telles que les aubes de turbines.

#### Par forgeage

Il existe deux voies d'élaboration pour forger des pièces : le procédé par coulé/forgé (C&W : Cast & Wrought) et le procédé par métallurgie des poudres. La première voie est plus adaptée aux alliages dont la teneur en précipités  $\gamma'$  est relativement faible (<45%) – afin d'éviter l'apparition de tapures, le procédé n'étant pas isotherme – et la deuxième pour des teneurs plus élevées. Seul le procédé coulé/forgé sera détaillé dans ce paragraphe. L'élaboration par voie coulée peut se composer de deux ou trois des étapes suivantes. Ces étapes permettent de répondre aux exigences de composition chimique et de propreté inclusionnaire du matériau.

#### Fusion par induction sous vide (VIM)

La fusion par induction sous vide (VIM : Vacuum Induction Melting) est la première étape pour tous les alliages coulés. Elle consiste à placer la matière première d'un lingot dans un four à induction sous vide et de porter le mélange obtenu à la température de fusion. Cette étape permet de contrôler la composition chimique du mélange et d'enlever les oxydes. Cependant, la présence de nombreux éléments d'alliage favorise la ségrégation et l'apparition de pores et d'inclusions non métalliques qui ne sont pas éliminés à la suite du VIM. C'est pourquoi, elle est toujours suivie d'une ou des deux étapes suivantes.

### Refusion sous laitier (ESR)

La refusion sous laitier (ESR : Electro-Slag Remelting) schématisée en Figure 1.6 consiste à chauffer le métal par effet Joule. Elle permet de contrôler la solidification, la macro-ségrégation (élimination des pores) ainsi que le taux d'inclusions. Le laitier permet également de filtrer les sulfures.

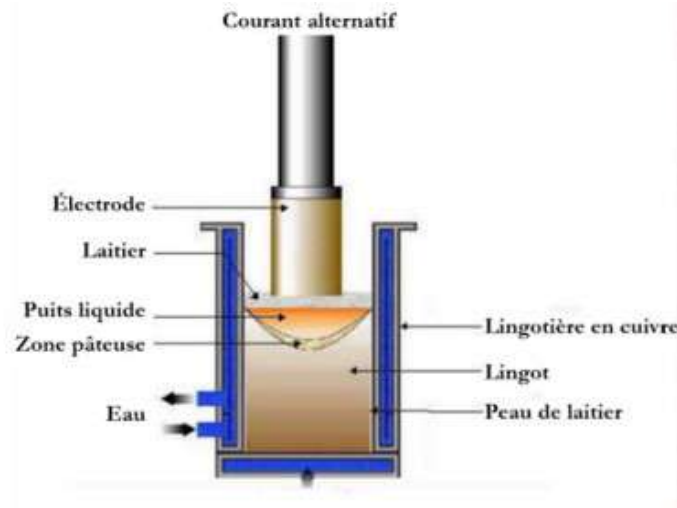


FIGURE 1.6 – Schéma représentatif du procédé de refusion ESR. D'après [38].

### Refusion sous vide (VAR)

La refusion à l'arc sous vide (VAR : Vacuum Arc Remelting) schématisée en Figure 1.7 se fait à l'aide d'un arc électrique. Une grande majorité des inclusions – même petites – sont repoussées à la surface du lingot et éliminées. La taille des espaces interdendritiques est également contrôlée pendant cette étape. Le VAR est complémentaire de l'ESR : il permet d'affiner encore la structure et d'éliminer des inclusions de plus petite taille. C'est pourquoi, généralement, les trois procédés VIM-ESR-VAR sont effectués. Dans ce cas, il est dit que l'alliage a subi une triple refusion.

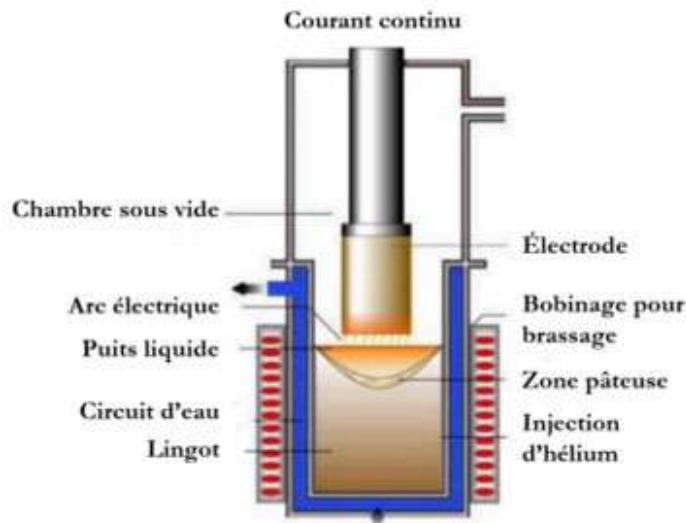


FIGURE 1.7 – Schéma représentatif du procédé de refusion VAR. D'après [38].

### Forgeage et matricage

À la suite de ces étapes de refusion, les lingots subissent plusieurs étapes de forgeage à chaud. L'objectif est de recristalliser la structure obtenue après solidification pour obtenir une structure plus fine et plus homogène. Ces étapes consistent à appliquer une forte déformation à haute température en utilisant différents procédés tels que le laminage, l'extrusion ou encore le forgeage en presse hydraulique ou presse à vis. Le produit obtenu est alors appelé billette. Ces billettes sont ensuite matricées pour obtenir une ébauche de la géométrie de la pièce finale. Pour finir, les produits sont contrôlés tout au long du procédé (composition chimique, absence de "freckles" ou "white spots").

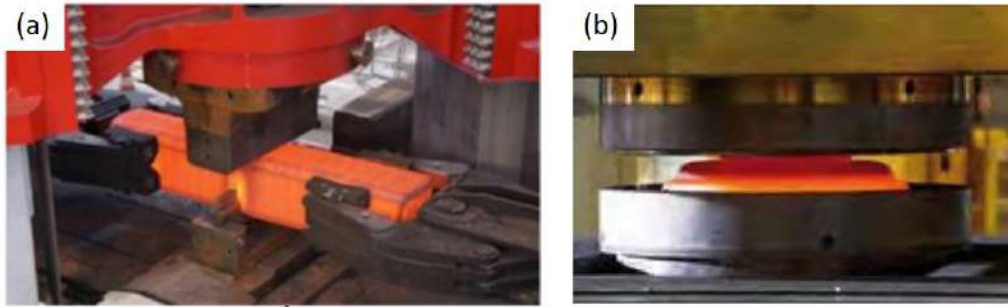


FIGURE 1.8 – (a) Forgeage d'un lingot sous presse hydraulique et (b) matricage d'un disque.  
Crédits photos : Aubert & Duval.

### Par fonderie

#### Solidification dirigée

La première étape est la même que pour les pièces forgées mais la fusion par induction sous vide (VIM) se fait dans un moule placé dans un four à gradient thermique contrôlé de type "Bridgman". La croissance des dendrites va se faire dans la direction du gradient et les grains obtenus seront colonnaires. Pour obtenir un monograin, il est nécessaire d'utiliser soit un sélecteur de grain soit un germe monocristallin. Le sélecteur de grain est composé d'un chemin élaboré qui va favoriser la compétition entre la vitesse de croissance des grains colonnaires et ne sélectionner que le grain ayant une direction proche de  $\langle 001 \rangle$  (Figure 1.9.c).

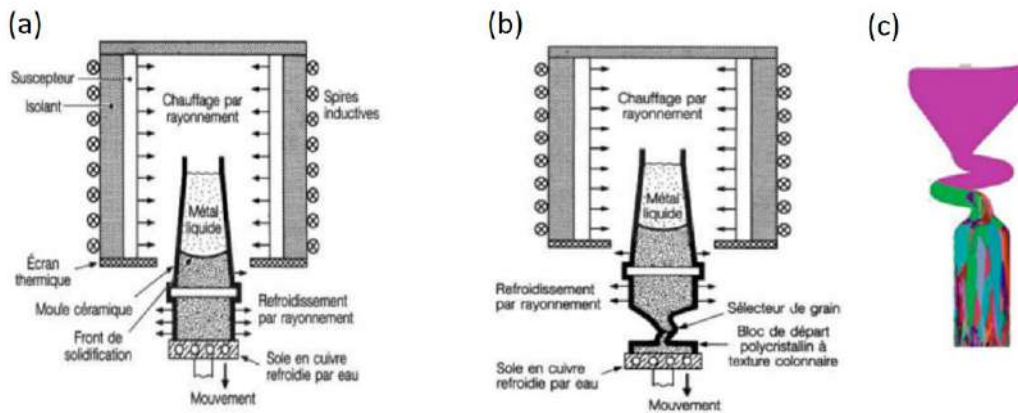


FIGURE 1.9 – Schéma représentatif du procédé de fonderie pour la fabrication de pièces (a) colonnaires et (b) monocristallines [39]. (c) Simulation numérique de la croissance de grains dans un sélecteur [40].



Les paramètres du four ainsi que la cinétique de solidification doivent être bien maîtrisés. La structure dendritique – et donc l'homogénéité de la pièce – est fortement influencée par ces paramètres. Les espaces interdendritiques primaires  $\lambda_1$  et secondaires  $\lambda_2$  (Figure 1.10) sont notamment dépendants du gradient thermique et de la vitesse de solidification (imposée par la vitesse de tirage). De plus, les éléments lourds tendent à aller dans les cœurs de dendrites tandis que les plus légers vont dans les espaces interdendritiques. Pour finir, certains éléments chimiques ségrègent plus facilement et des hétérogénéités telles que les pores, les eutectiques ou encore les surfusions apparaissent. Afin d'homogénéiser au maximum la microstructure, des traitements thermiques sont ensuite appliqués.

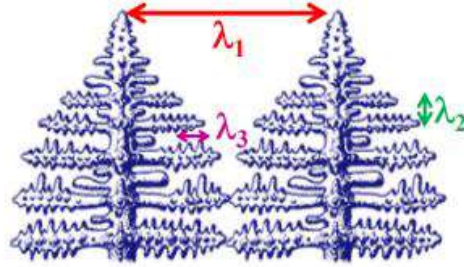


FIGURE 1.10 – Longueurs caractéristiques de la structure dendritique : l'espacement interdendritique primaire  $\lambda_1$ , secondaire  $\lambda_2$  et tertiaire  $\lambda_3$  [41].

### Moulage et démoulage

Il existe plusieurs types de moules : à la cire perdue, en sable ou encore en métal. Les deux premiers sont à usage unique. Pour les pièces complexes, des noyaux en sable peuvent être ajoutés pour faire des pièces creuses par exemple (aubes refroidies). Après l'étape de fusion décrite précédemment, les pièces sont démoulées. Si le moule est à usage unique, celui-ci va craquer pendant le refroidissement et être éliminé à l'aide de vibrations. Pour retirer les noyaux, les pièces sont plongées dans un bain d'hydroxyde de sodium à 200°C. Les pièces sont ensuite contrôlées suivant divers critères (orientation cristallographique, absence de grains recristallisés, absence de criques ou de retassures).

#### 1.1.4 Choix de l'AD730<sup>TM</sup>

##### Elaboration

L'élaboration de l'AD730<sup>TM</sup> a été réalisée à l'aide de modélisations thermodynamiques. Plusieurs nuances de la version polycristalline grains fins – Ni50, Ni40, Ni33 et Ni30 (Table 1.1) – ont alors pu être élaborées et testées. Les propriétés mécaniques des nuances Ni40, Ni33 et Ni30 comparées au 718Plus sont données en Figure 1.11. Les nuances Ni33 et Ni30 ont des propriétés en traction et en fatigue bien supérieures à celles du 718Plus [3].

	Ni	Fe	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	B	C	Zr	(Ti+Nb)/Al wt%	Presence of $\eta$ -Eta
Ni30	Base	5	9	15.2	3	2.5	2.0	3.5	1	0.01	0.015	0.03	2.25	No
Ni50	Base	5.6	9.5	15.2	3	2.5	2.0	3.8	1.2	0.01	0.015	0.03	2.5	Yes +
Ni40	Base	5	9	15.3	3	2.5	1.75	3.9	1.3	0.01	0.01	0.03	3	Yes ++
Ni33	Base	3.2	9.2	14.8	2.9	2.3	2.3	4	1.3	0.01	0.015	0.03	2.3	No
AD730 <sup>TM</sup>	Base	4	8.5	15.7	3.1	2.7	2.25	3.4	1.1	0.01	0.015	0.03	2	No

TABLE 1.1 – Compositions chimiques de l'AD730<sup>TM</sup> et de ses nuances [32].

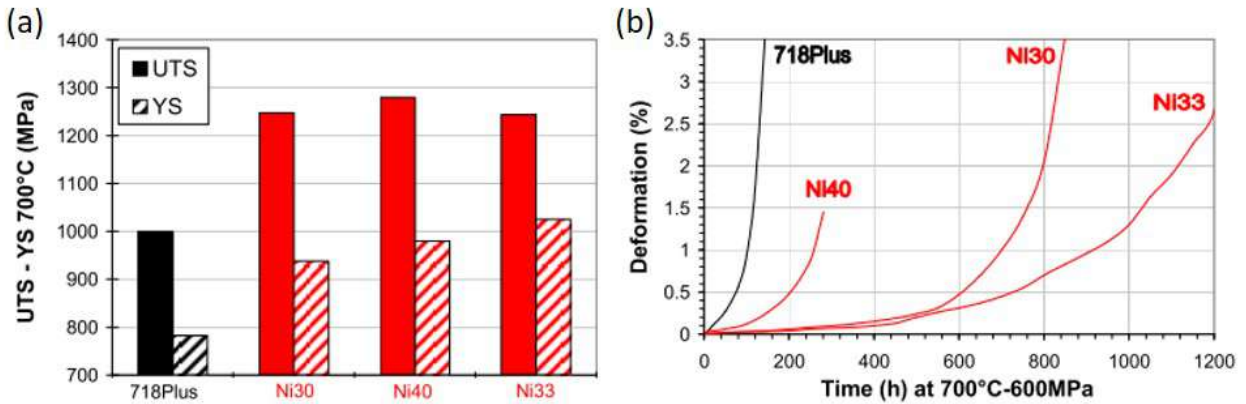


FIGURE 1.11 – Propriétés en (a) traction à 700°C et (b) fluage à 700°C/600 MPa des nuances Ni40, Ni33 et Ni30 de l'AD730<sup>TM</sup> et de l'alliage 718Plus [3].

Des ajustements ont ensuite été effectués – notamment depuis les nuances Ni33 et Ni30 – afin d'obtenir la version finale actuelle de l'AD730<sup>TM</sup>. Une attention particulière a été portée à la teneur en  $\gamma'$ , à la valeur de son solvus ainsi qu'au ratio  $\frac{(Ti+Nb)}{Al}$ . L'ajustement de ces paramètres a permis d'augmenter la forgeabilité, de diminuer les risques de formation de la phase  $\eta$  ainsi que le coût d'élaboration [3,32].

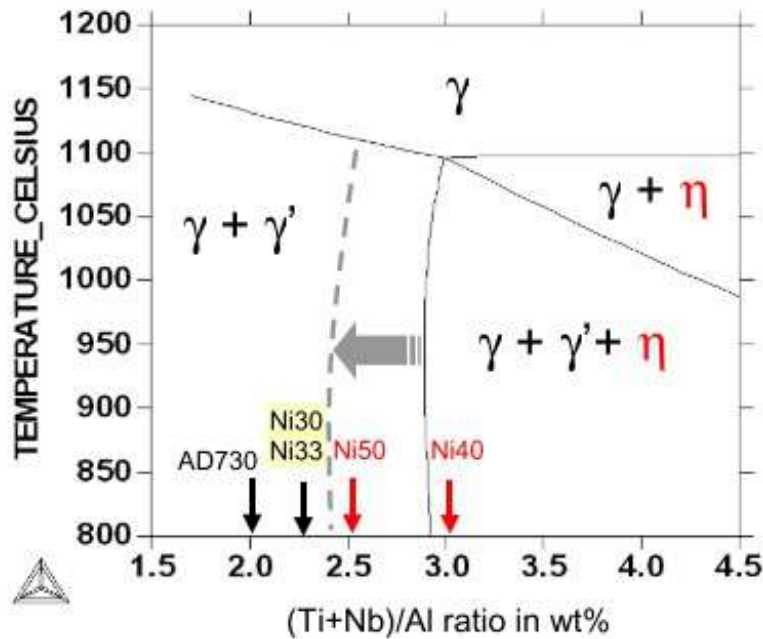


FIGURE 1.12 – Stabilité de la phase  $\eta$  en fonction de la température et du ratio  $\frac{(Ti+Nb)}{Al}$ . Domaines d'existence de la phase  $\eta$  obtenus avec le logiciel Thermo-Calc (ligne noire continue) et expérimentalement (montré par la flèche grise et la ligne en pointillé) [32].

### Comparaison avec ses concurrents

L'AD730<sup>TM</sup> se démarque par son bon compromis entre bonnes propriétés mécaniques à hautes températures, bonne forgeabilité et coût abordable (Figures 1.13) [32]. En effet, la limite d'élasticité ainsi que la résistance à la traction de l'AD730<sup>TM</sup> sont supérieures à celles des alliages 718 et 718Plus et équivalentes à celles de l'Udimet 720Li notamment pour des températures allant de 150°C à 700°C. De plus, en comparaison à l'Udimet 720Li (45% de  $\gamma'$ ) – forgeable uniquement dans le domaine subsolvus – et au Waspaloy (25%  $\gamma'$ ) – forgeable super-solvus – l'AD730<sup>TM</sup> est forgeable sub et super-solvus (40% de  $\gamma'$ ) et ce sur une grande plage de températures, ce qui lui confère un atout majeur par rapport à ses concurrents. Pour finir, son coût est inférieur au coût de l'Udimet 720Li ainsi qu'à celui des alliages élaborés par métallurgie des poudres. Cette baisse de coût est liée à la substitution d'une partie de la concentration en cobalt par du fer.

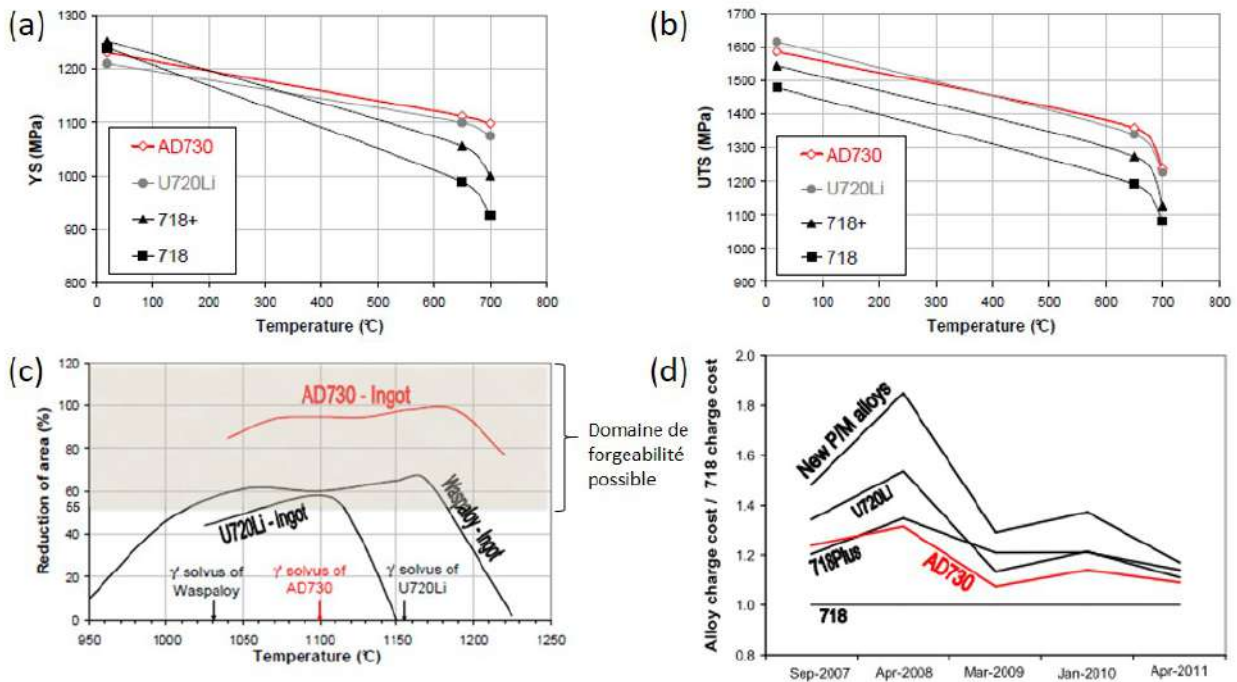


FIGURE 1.13 – (a) Limite élastique, (b) résistance à la traction, (c) forgeabilité de l'AD730<sup>TM</sup> et (d) son coût comparés à ses concurrents [32].

### Structure duale

Une version duale de l'AD730<sup>TM</sup> est actuellement en étude. Les structures duales ont un gradient de taille de grains (Figure 1.14). Elles présentent de nombreux avantages pour l'application des disques de turbines en conférant de bonnes propriétés en fatigue au niveau de l'alésage et en fluage au niveau de la jante. A l'heure actuelle, des disques duals de diamètre 224 mm ont pu être élaborés à partir d'une technique de chauffage par induction de surface [42]. Les résultats préliminaires présentés en Figure 1.15 montrent que les propriétés en fatigue de l'alliage dual dans la zone de l'alésage sont proches de celles obtenues par la structure grains fins. Il en va de même pour les propriétés en fluage concernant la partie de la jante du disque.

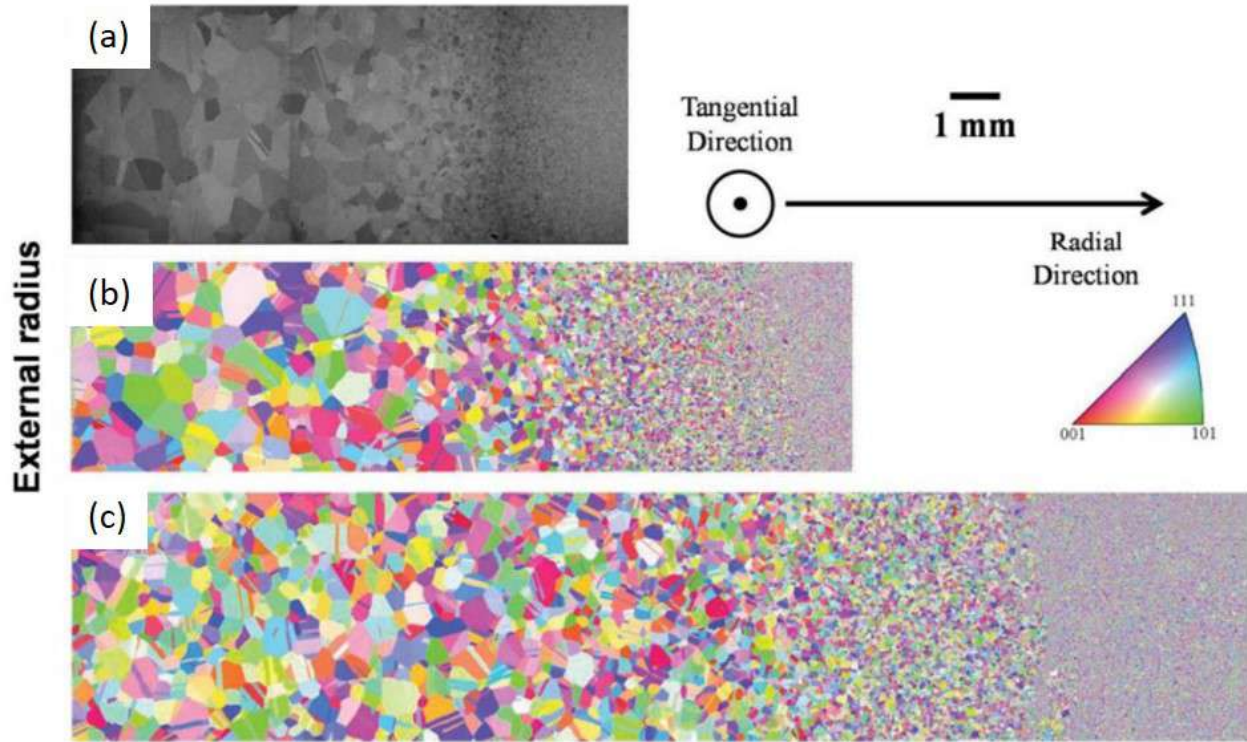


FIGURE 1.14 – Variation de la taille de grains à mi-hauteur dans des disques (a) de 126 mm de diamètre en Udimet 720Li (observations au MEB-FEG), (b) de 126 mm de diamètre en AD730<sup>TM</sup> et (c) de 224 mm de diamètre en AD730<sup>TM</sup> (cartographies EBSD) [43].

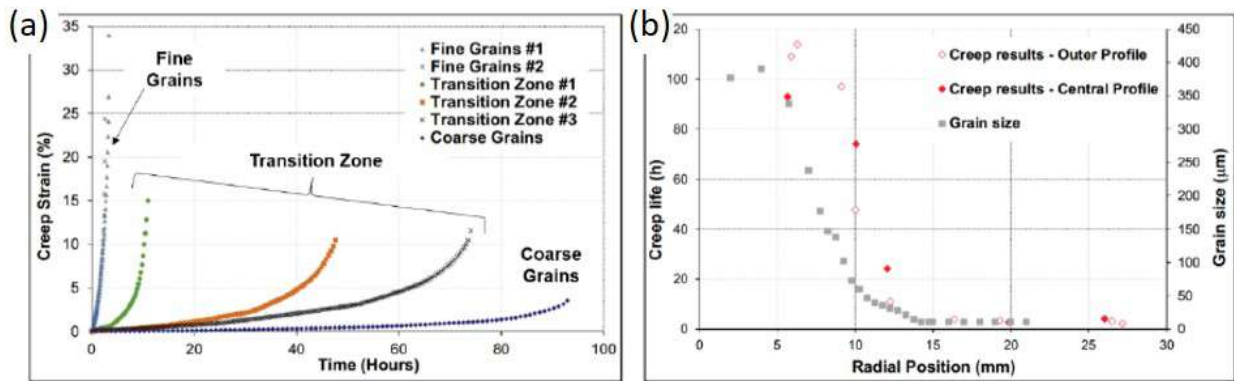


FIGURE 1.15 – (a) Courbes de la déformation en fonction du temps des essais de fluage et (b) durée à rupture et taille de grains en fonction de la position radiale dans le disque – 850°C/300 MPa – Eprouvettes extraites d'un disque dual d'AD730<sup>TM</sup> [43].

## 1.2 Nature et endommagement des inclusions non métalliques

### 1.2.1 Définition des inclusions

Les refusions mentionnées au Paragraphe 1.1.3 ont notamment pour objectif d'éliminer un maximum d'inclusions non métalliques. Cependant, même après une triple refusion, il en reste. Ces inclusions sont des oxydes, des carbures (MC), des carbonitrures (M(C,N)) ou des nitrures (MN) – avec M un atome métallique provenant des éléments d'addition. Des borures ( $M_3B_2$ ) peuvent également précipiter. Ils ont une structure quadratique et sont généralement de plus petite taille. Les atomes de carbone (C) et d'azote (N) ont notamment une forte affinité avec les atomes de titane (Ti), de niobium (Nb), de tantale (Ta) ou encore de hafnium (Hf). Ces particules de type TiC, NbC, TaC, HfC font partie de la famille des céramiques. Elles ont une dureté Vickers élevée – entre 15 et 35 GPa, un module d'Young (E) compris entre 250 et 580 GPa, un comportement fragile et une structure cubique à faces centrées B1 [44]. Elles sont divisées en deux catégories : les inclusions primaires et les inclusions secondaires. Les primaires apparaissent lors de la solidification de la coulée du lingot et n'ont pas été supprimées lors des refusions du fait qu'elles restent à l'état solide (cf. Paragraphe 1.2.3). Les secondaires de type  $M_{23}C_6$ ,  $M_6C$  ou  $M_7C_3$  apparaissent lors des traitements thermiques ou du vieillissement et se situent préférentiellement aux joints de grains (Figures 1.16.a et 1.16.b). Ces inclusions ne sont pas réparties de façon homogène dans l'espace : des amas, comme montrés en Figure 1.16.c. Pendant le forgeage, les particules sont cassées et réparties plus uniformément. Certaines d'entre elles se trouvent alors fissurées à la suite de cette opération. Leur influence sera détaillée dans la Partie III.

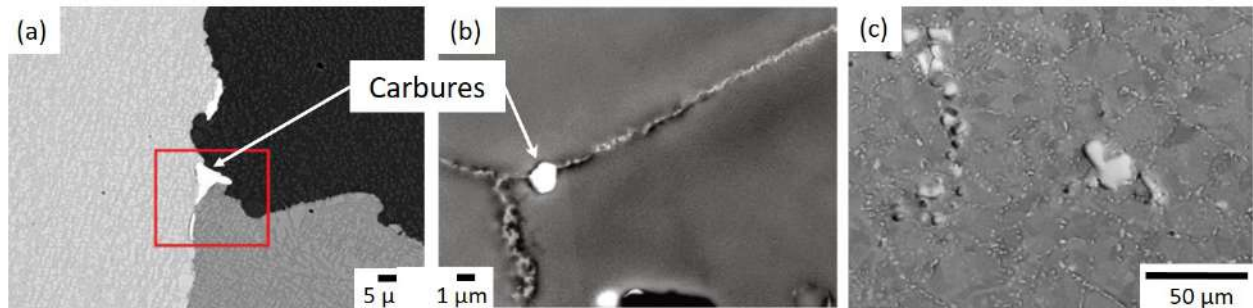


FIGURE 1.16 – Images au MEB (a) en mode BSE et (b) et (c) en mode SEI de carbures précipités aux joints de grains dans (a) l'IN792 [6] et (b) le Rene 65 [45]. (c) Amas de carbures dans l'Inconel 718DA [4]. Figures adaptées.

### 1.2.2 Formation des inclusions

#### Dans les superalliages base nickel

Les inclusions primaires se forment durant la solidification. Les éléments chimiques tels que le niobium, le molybdène (Mo) et le titane ségrègent vers les espaces interdendritiques tandis que le nickel (Ni) et le fer (Fe) ségrègent très peu et restent dans les dendrites [46–48]. C'est donc dans les interdendrites que les inclusions précipitent. Elles ne sont donc pas réparties de façon homogène dans le matériau : leur position est une conséquence de la structure dendritique initiale du matériau et ce même après homogénéisation de la microstructure (Figure 1.17). Elles se forment à l'issue d'une réaction eutectique du type  $L \rightarrow \gamma + MC$ . D'après *Formenti et al.*, elle se produit entre 1290°C et 1250°C dans l'Inconel 718 [49]. Ce sont majoritairement des NbC qui ont été observés.

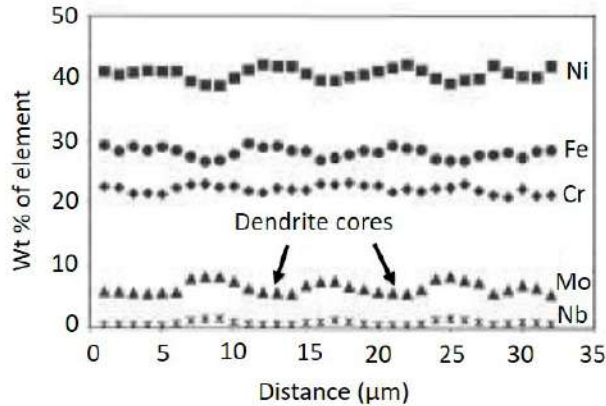


FIGURE 1.17 – Schéma de ségrégation de différents éléments chimiques selon les zones dendritiques et interdendritiques de l'Inconel 625 [47].

Selon la composition chimique de l'alliage et des différentes teneurs en Nb notamment, la morphologie des particules sera différente [47–49]. En effet, elle impacte le désaccord de paramètre de maille entre l'inclusion et la matrice (cf. section 1.1.1) ainsi que l'énergie de surface. C'est pourquoi, selon leur composition chimique, la géométrie des inclusions est différente [50]. Les carbures et carbonitrides de niobium ( $Nb(C, N)$ ) sont généralement symétriques et arrondis (sphériques ou polyédriques) (Figure 1.18.a) alors que les nitrures de titane sont beaucoup plus anguleux (cubiques) (Figure 1.18.b). Il existe également des particules en forme d'écriture chinoise (Figures 1.18.c et 1.18.d), de forme polyédrique (Figure 1.18.e), nodulaire (Figure 1.18.f) ou encore en forme d'aiguilles ou de plaquettes.

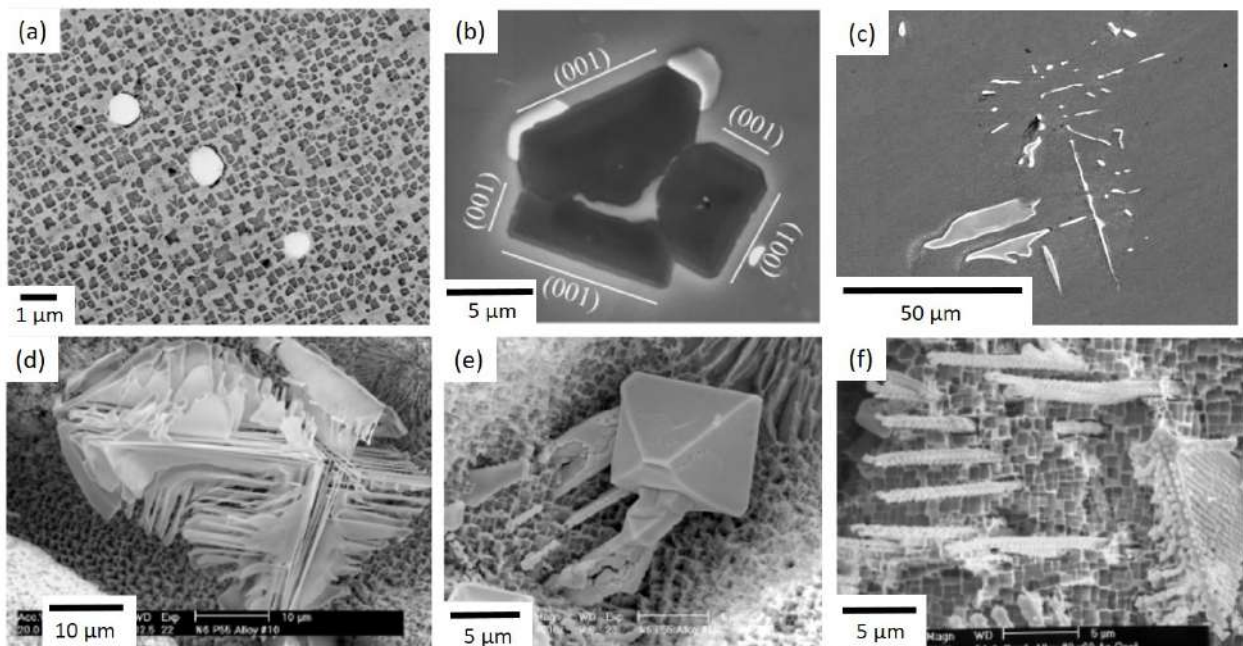


FIGURE 1.18 – Images MEB (a) en mode BSE et (b) à (f) en mode SEI de (a) carbures polyédriques dans le RRHT2 [50], (b) nitrure cubique dans l'Inconel 718DA [51], carbure en forme d'écriture chinoise (c) dans le CMSX-4 [52]. Exemple d'inclusions en forme (d) d'écriture chinoise, (e) polyédrique et (f) de plaquettes dans différents alliages base nickel [53]. Figures adaptées.

Des inclusions complexes ont également été mises en évidence. Certaines présentent des hétérogénéités de composition chimique importantes (Figures 1.19.a et 1.19.b). *L. Mataveli Suave* a montré que dans l'alliage DS200 enrichi en Hf, certains carbures présentent des zones plus enrichies en hafnium et en tantale et d'autres appauvries en titane et tungstène (W) [54]. D'autres possèdent deux parties distinctes : un cœur enrobé d'une gangue (Figures 1.19.c et 1.19.d).

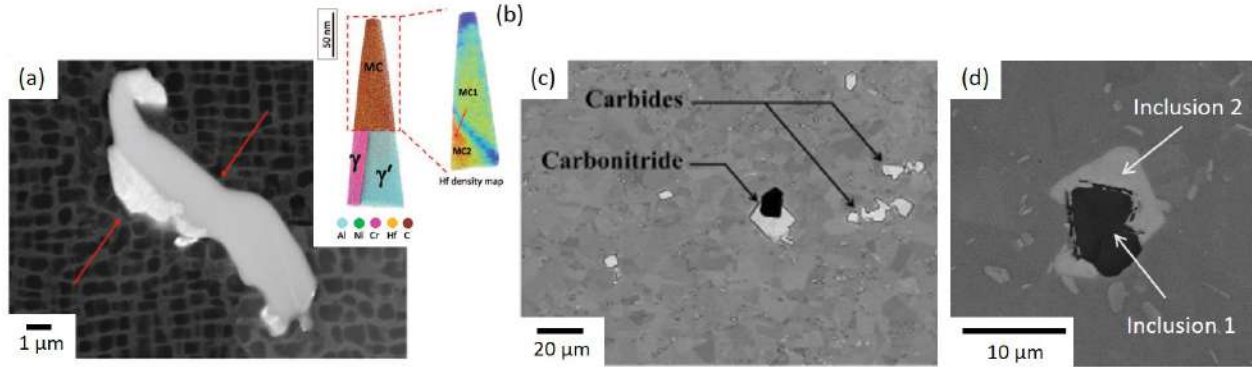
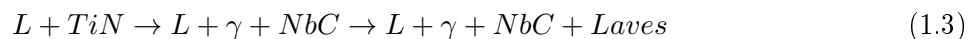
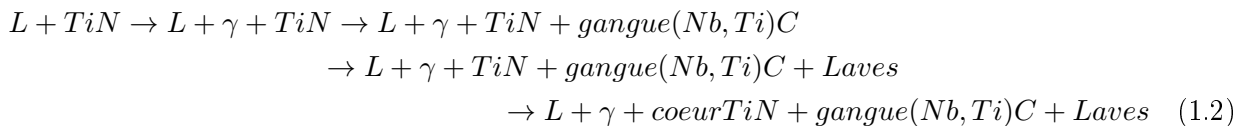


FIGURE 1.19 – Images au MEB en mode BSE (a) d'un carbure présentant une hétérogénéité de composition chimique (flèches rouges) dans le DS200+Hf avec (b) la caractérisation APT associée [55] et (c) et (d) d'inclusions composées de deux éléments distincts dans l'Inconel 718DA [4]. Figures adaptées.

Ces inclusions complexes ont notamment été observées dans l'Inconel 718 ou encore l'Inconel 625 [4, 5, 49, 56]. Dans ces deux superalliages, le cœur a été identifié comme étant un nitrure de titane (TiN) et la gangue un carbure riche en Nb et Ti. Les TiN ont une température de solidus d'environ 1290°C, ce qui est dans la zone de mélange liquide–solide. En effet, les températures du liquidus et du solidus sont de 1330°C et 1260°C pour l'Inconel 718, respectivement et de 1350°C et 1290°C pour l'Inconel 625, respectivement [57]. Par conséquent, les TiN peuvent précipiter dans le métal liquide et servent alors de sites de germination aux carbures de Nb (NbC). La ségrégation des atomes de Nb, Ti et Mo va pousser graduellement les TiN dans les espaces interdendritiques pendant la solidification et les carbures vont alors précipiter sur ces sites privilégiés. En effet, les TiN ont de bonnes affinités cristallographiques et chimiques avec les carbures et les carbonitrides de Nb (NbC et Nb(C, N)) et de Ti (TiC et Ti(C, N)) [56]. Dans le cas où peu de TiN sont présents, les NbC précipitent seuls. *Carvalho Silva et al.* proposent un guide des étapes de solidification de l'Inconel 625 donné en Equations 1.2.2 et 1.3 [56]. Dans ce matériau, une autre phase appelée Laves précipite. Elles ne seront pas détaillées ici. Pour finir, des particules peuvent être présentes dans les cœurs de TiN. Elles sont généralement riches en aluminium (Al), magnésium (Mg) et oxygène (O). Elles correspondent à des particules d'alumine ( $Al_2O_3$ ) et d'oxyde de magnésium (MgO). Elles proviennent vraisemblablement des étapes de coulée et servent de sites de germination pour les TiN.



### Exemple de l'Inconel 718

La Figure 1.20 montre les étapes de solidification de l'Inconel 718 [49]. La première étape est la croissance des dendrites de matrice  $\gamma$  à environ 1330°C. Les NbC précipitent ensuite entre 1290°C et 1250°C. Soit ils se forment sur les TiN déjà présents, soit ils précipitent seuls dans les espaces interdendritiques. La précipitation des phases de Laves se fait après, aux alentours de 1172°C. Pour finir, la phase  $\delta$ , les phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$  précipitent ensuite à environ 1120°C, 1080°C et 870°C, respectivement [49, 58].

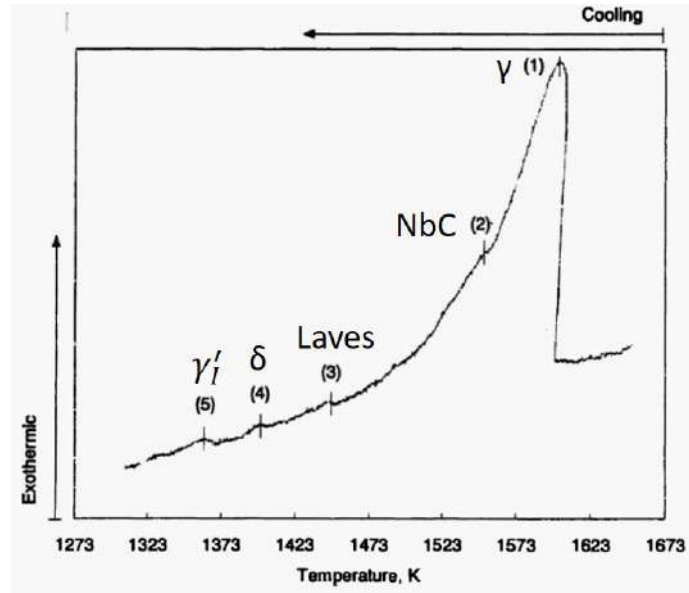


FIGURE 1.20 – Graphe d'analyse thermique (Differential Thermal Analysis : DTA) de la solidification de l'Inconel 718 [49]

### 1.2.3 Températures de solvus des inclusions

Pour finir, le solvus de ces inclusions peut être supérieur à la température de brûlure du matériau. A titre informatif, la température de brûlure de l'AD730<sup>TM</sup> est de 1240°C [59]. Or dans l'AD730<sup>TM</sup>, le solvus est supérieur à 1250°C, 1290°C et 1310°C pour les carbures de niobium (NbC), les carbures de titane et niobium (Ti, Nb)C et les carbonitrides de Titane (Ti(C, N)), respectivement. Par conséquent, il est difficile de se soustraire à leur présence dans l'AD730<sup>TM</sup>. Pour information, quand il y a du hafnium (Hf) et/ou du tantale (Ta) dans la composition chimique d'un alliage, il peut y avoir précipitation de carbure de hafnium (HfC) et de tantale (TaC). Les températures de solvus associées pour des carbures stœchiométriques sont d'environ 1743°C et 2020°C, respectivement. Ces carbures restent donc présents dans la matière finale. En revanche, les carbures de titane (TiC) ont une température de solvus inférieure comprise entre 1150°C et 1250°C, il est par conséquent possible dans certains cas de les dissoudre lors des traitements thermo-mécaniques. Les inclusions sont donc inhérentes aux procédés d'élaboration et ne peuvent pas être dissoutes lors des phases suivantes. Il est donc important de s'intéresser plus en détail à l'impact qu'ont ces particules sur les propriétés mécaniques du matériau.



## 1.2.4 Configurations favorisant l'endommagement des inclusions

### Types d'endommagement

Deux types d'endommagement des inclusions non métalliques ont été répertoriés : le clivage [4,6,51,60–62] et la décohésion à l'interface inclusion/matrice [6,51]. Comme vu à la section 1.2.1, ces particules ont un comportement fragile. C'est pourquoi, quand elles sont soumises à une sollicitation mécanique importante et que la cohésion à l'interface inclusion/matrice est bonne, le champ de contraintes est localisé sur les particules (Figures 1.21.a et 1.21.b). Cela entraîne leur clivage le long des plans cubiques  $\{001\}$  et/ou  $\{011\}$  (Figure 1.22.a) [63,64] et il y a alors relaxation instantanée des contraintes.

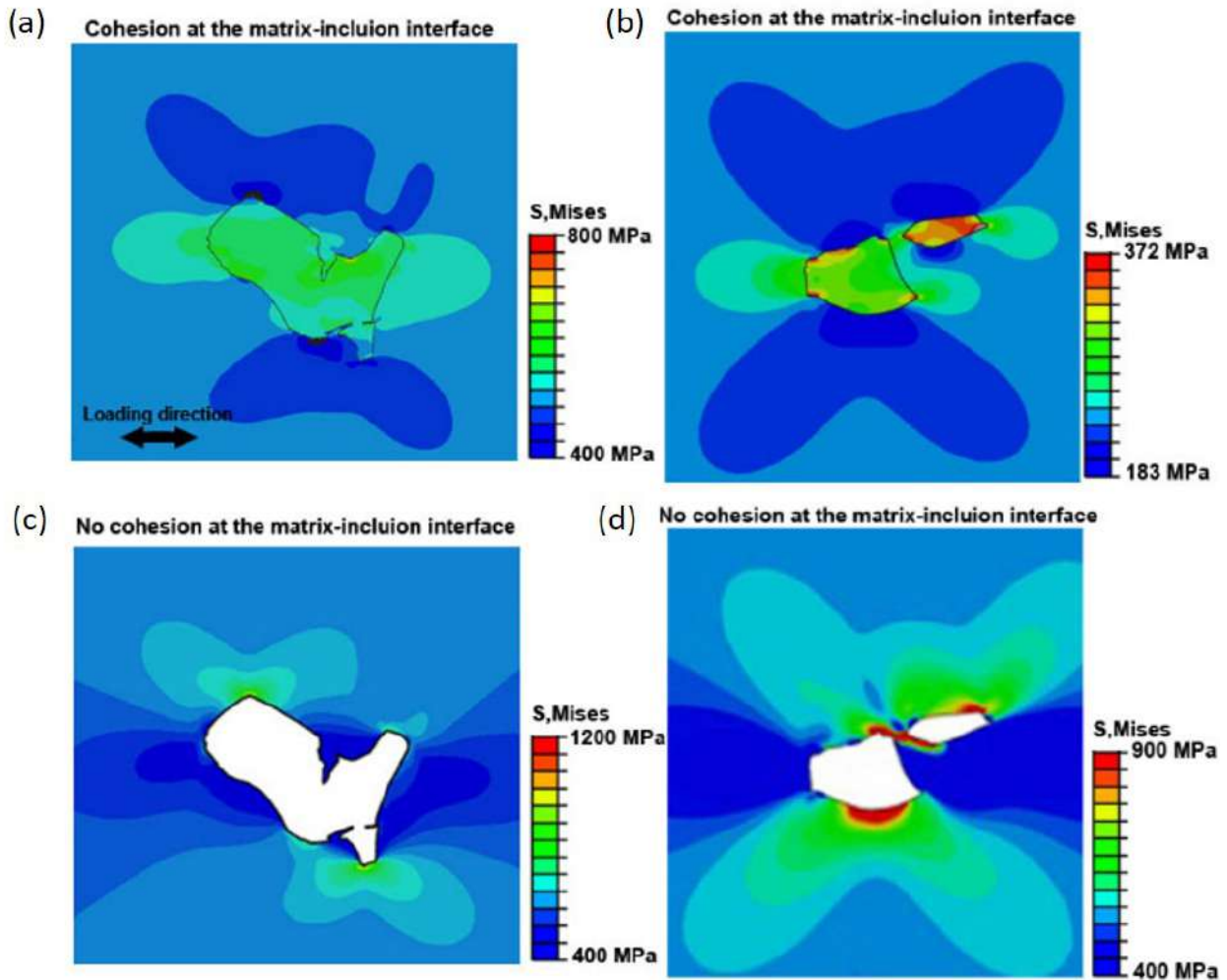


FIGURE 1.21 – Simulation par éléments finis des contraintes de von Mises pour une traction uniaxiale dans le sens horizontal à 950 MPa en considérant (a) et (b) une cohésion parfaite et (c) et (d) pas de cohésion à l'interface inclusion/matrice [64].

Le phénomène de décohésion, illustré en Figure 1.22.b, apparaît quand la contrainte vue par l'inclusion n'est pas suffisante pour la fracturer ou/et que la cohésion à l'interface inclusion/matrice est faible [64,65]. Les dislocations s'accumulent alors à l'interface et l'endommagent progressivement jusqu'à l'apparition d'un vide entre les deux entités (Figures 1.21.c et 1.21.d) [64–67].

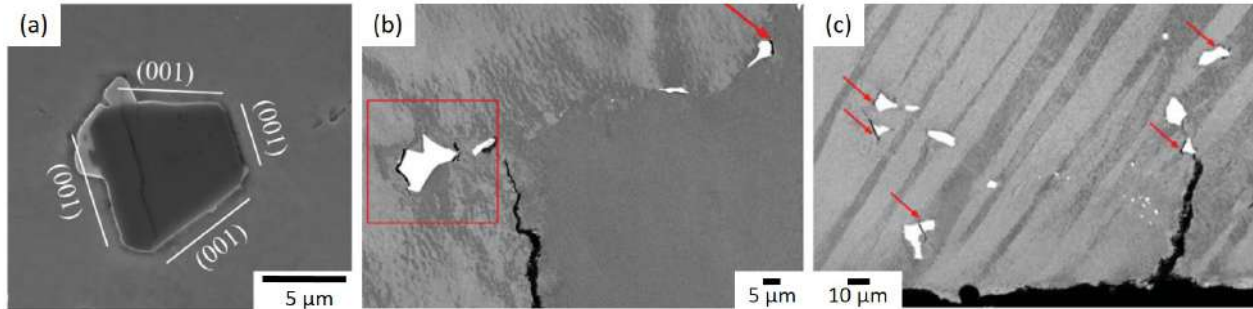


FIGURE 1.22 – Images au MEB (a) en mode SEI et (b) et (c) en mode BSE (a) d'un nitrure clivé le long du plan (001) dans l'Inconel 718DA, (b) de carbures présentant une décohésion à l'interface carbure/matrice dans l'IN792 [6] et (c) de la coexistence des deux phénomènes d'endommagement des carbures dans l'IN792 [6]. Figures adaptées.

Cette interface peut également être fragilisée par l'expansion volumique des inclusions quand elles sont soumises à une variation de température et/ou à l'oxydation [6,68]. Ce phénomène sera détaillé dans le chapitre 4. De plus, comme illustré en Figure 1.22.c, les deux endommagements peuvent coexister [6,51]. Les paramètres gouvernant ces deux types d'endommagement sont la contrainte appliquée et la capacité des grains voisins à accommoder la déformation plastique. Ainsi, selon les caractéristiques intrinsèques des inclusions et de la matrice, l'un ou l'autre des deux phénomènes sera prévalent.

### Influence de l'orientation des grains voisins

Dans le cas des inclusions clivées, la fissure ne se propage pas nécessairement à la matrice [63]. En effet, dans certains cas, la fissure s'arrête à l'interface. La matrice se plastifie néanmoins en pointe de fissure : un ou deux plans de glissement (forme en "V" – cf. pointillé sur la Figure 1.23.a) sont activés dans le grain en contact. Les différences de propriétés élastiques entre les particules et la matrice entraînent un champ de concentration de contraintes local important à leur voisinage ( $E_{inclusions}=250-580$  GPa et  $E_{\gamma'} \simeq 200$  GPa). Néanmoins, pour qu'il y ait propagation de la fissure à la matrice, le grain en contact doit avoir une configuration favorable à la propagation. Il y a deux types de transmission de fissure à la matrice qui ont pu être mis en évidence :

- la propagation transgranulaire avec un ou deux plans de glissement activés. Si un seul plan est activé, la fissure se propage en suivant ce plan (Figure 1.23.c). S'il y en a deux, elle se propagera en "zigzag" (Figure 1.23.d).
- la décohésion de l'interface particule/matrice suivie d'une propagation transgranulaire (Figure 1.23.b).

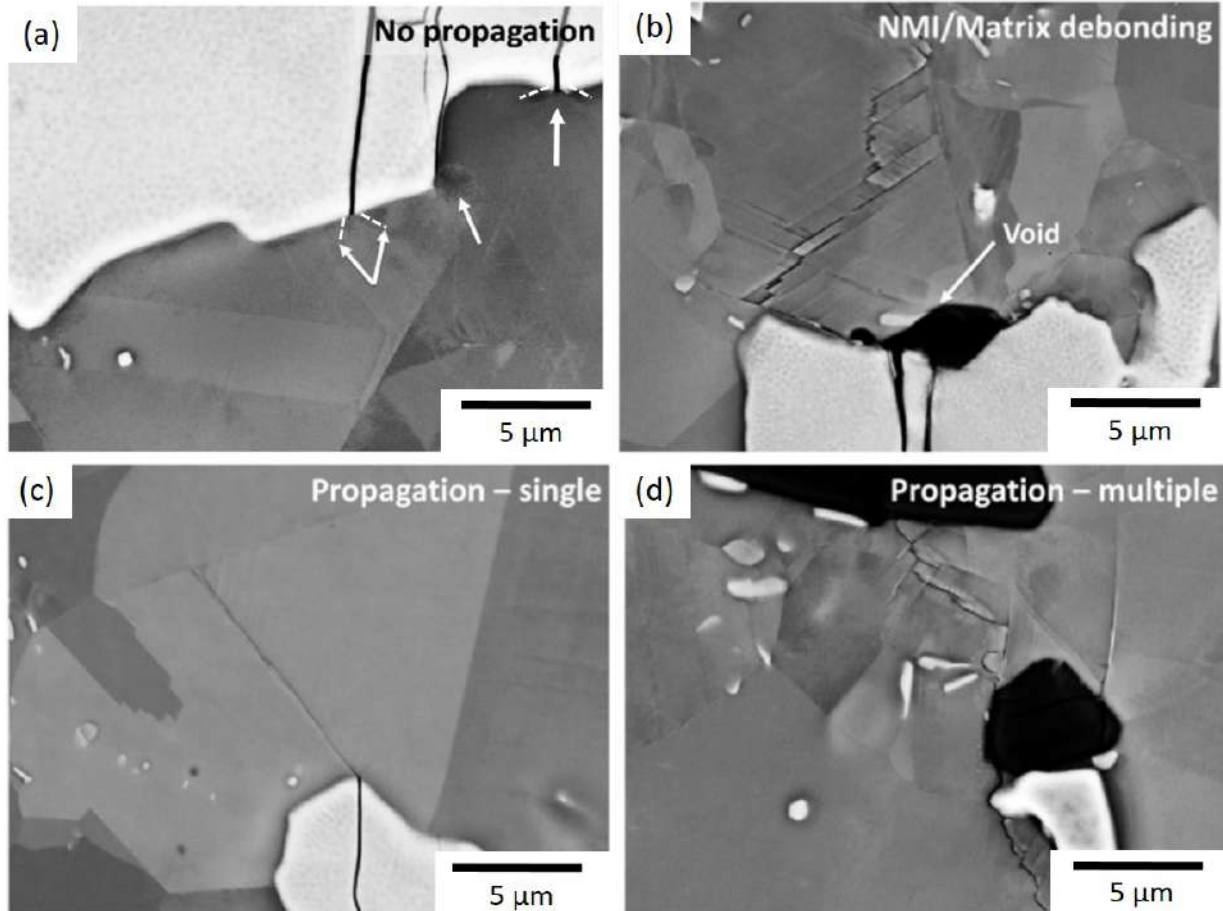


FIGURE 1.23 – Images au MEB en mode BSE des différents modes de propagations observés dans l’Inconel 718DA en LCF à température ambiante. (a) Pas de propagation à la matrice, (b) décohésion de l’interface inclusion/matrice suivie d’une propagation transgranulaire avec plusieurs systèmes de glissement activés. Propagation transgranulaire à la matrice dans le cas (c) d’un seul et (d) de plusieurs systèmes de glissement activés. Figure adaptée de [63].

*Texier et al.* a étudié les configurations favorables à la transmission de fissure dans l’Inconel 718DA en fatigue oligocyclique à température ambiante [63]. Ils ont montré que les fissures se propagent dans les grains parallèlement aux plans  $\{111\}$  (Figure 1.24.a). Ceci est en accord avec des observations faites sur le Rene 88DT [64, 69, 70]. Ces plans correspondent aux plans denses de la structure cubique à faces centrées. La propagation transgranulaire se produit quand il y a une forte densité de dislocations présente dans le grain adjacent et que le facteur de Schmid est élevé. Le champ de déformation localisé au voisinage des inclusions est notamment influencé par leur taille dans le volume (c’est-à-dire dans la profondeur). Concernant les configurations conduisant à une décohésion de l’interface, celles-ci diffèrent selon la nature des particules (nitrures ou carbures). Les interfaces inclusions/grain adjacent sont le long des plans  $\{001\}$  et  $\{111\}$  pour les nitrures et les carbures respectivement. Pour qu’il y ait décohésion, il faut que dans les deux cas, il y ait peu de désorientation entre les plans de glissement  $\{111\}$  du grain adjacent **en surface** et les plans parallèles à l’interface (Figure 1.24.b et (Figure 1.24.d)). Cette condition est également nécessaire **dans le volume** pour les carbures (Figure 1.24.c). Elle ne l’est cependant plus pour les nitrures où la présence d’une désorientation n’empêche pas la décohésion (Figure 1.24.e). L’incompatibilité de déformation à l’interface et l’activité plastique parallèle à celle-ci favorisent la décohésion [63].

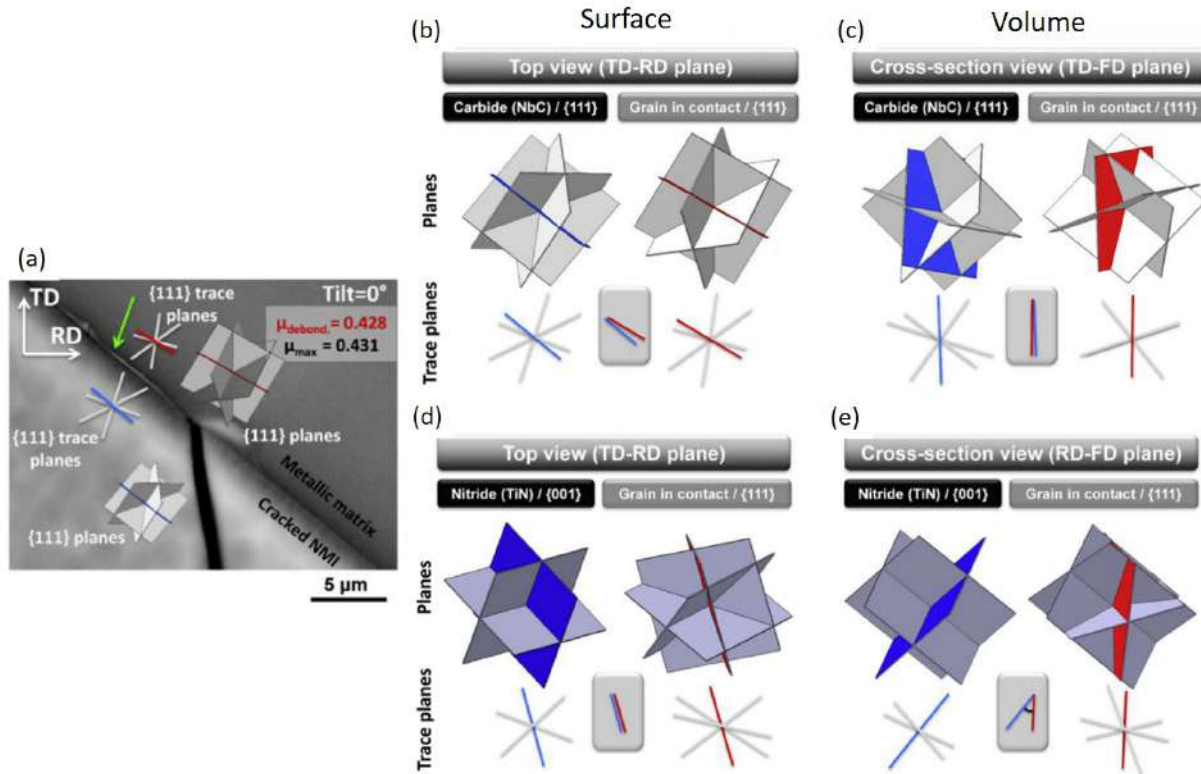


FIGURE 1.24 – (a) Image au MEB en BSE d'une décohésion de l'interface carbure/matrice en surface (flèche verte) avec les plans {111} indiqués. Configurations en surface favorisant une décohésion de l'interface pour (b) un carbure et (d) un nitrure. Configurations dans le volume pour (c) un carbure et (e) un nitrure. Figure adaptée de [63].

Pour finir, la propagation de fissures à la matrice semble être favorisée par la taille de l'inclusion notamment si celle-ci est plus profonde que large par rapport à la surface [8, 60, 63, 71]. Les amas sont également des configurations particulières qui créent des champs de concentration de contraintes locaux très importants et qui favorisent la coalescence de fissures [63, 72, 73].

### Influence de la précipitation au voisinage des inclusions

A hautes températures ou au cours du vieillissement, des inclusions secondaires peuvent précipiter aux joints de grains. *R. Decker et al.* ont montré dans un alliage base nickel que sous sollicitation mécanique à 870°C, une zone appauvrie en précipités  $\gamma'$  apparaît autour des carbures et aux joints de grains. Cette zone est due à la diffusion des éléments  $\gamma'$ -gènes qui vont former les carbures [74]. En fluage, des micro-fissures apparaissent préférentiellement dans cette zone appauvrie en précipités et se propagent intergranulairement. Elles sont responsables de la rupture prématurée de ces éprouvettes. Il est intéressant de noter qu'une zone appauvrie en précipités  $\gamma'$  n'apparaît pas s'il n'y a pas de sollicitation mécanique. Par conséquent, ce mécanisme n'est pas uniquement dû à la diffusion des atomes. Il doit être assisté par une contrainte mécanique qui va entraîner un champ de déformation local au niveau des joints de grains. En théorie, ce phénomène peut également se produire pour les précipités  $\gamma''$  dans les alliages  $\gamma'/\gamma''$ . En effet, la précipitation de carbures de niobium NbC entraînerait un appauvrissement en  $\gamma''$  autour de ceux-ci [75].

### 1.3 Conclusion

L'intérêt porté à l'AD730<sup>TM</sup> par rapport à d'autres superalliages a été expliqué en termes de coût, de forgeabilité et de bonnes propriétés mécaniques à haute température. Les notions importantes concernant les procédés d'élaboration des superalliages ainsi que les différents éléments composant leur microstructure ont été présentées dans ce chapitre. Deux procédés majeurs ont été mis en évidence : le forgeage (pour des pièces polycristallines massives et complexes) et la fonderie (pour de plus petites pièces, éventuellement monogranulaires). Les refusions successives permettent de contrôler la composition chimique et la propreté de l'alliage. Différentes phases sont présentes dans les superalliages base nickel : les précipités  $\gamma'$  et/ou  $\gamma''$  ainsi que des inclusions non métalliques. Les phases  $\gamma'$  sont organisées en plusieurs populations de tailles distinctes : les primaires, les secondaires et les tertiaires. Leur taille et leur fraction volumique sont contrôlées par les traitements thermiques. En revanche, pour les inclusions ayant une température de solvus élevée, il est difficile de les dissoudre pendant ces mêmes traitements thermiques sans brûler l'alliage. Elles restent donc présentes dans le matériau et sont source d'endommagement. En effet, leur caractère fragile ainsi que les différences de propriétés élastiques entre ces phases et la matrice favorisent le clivage et la décohésion d'interfaces respectivement. Pour finir, la transmission de fissure à la matrice et les premiers stades de propagation sont fortement dépendants de l'orientation cristalline des grains voisins.

# Chapitre 2

## Protocoles expérimentaux

Les procédures expérimentales mises en œuvre pendant cette étude sont développées dans ce chapitre. Les moyens de caractérisation de la microstructure des matériaux utilisés tels que la préparation d'échantillons ou encore les techniques d'observation et d'identification des inclusions seront détaillés. Les techniques expérimentales seront également exposées.

### 2.1 Moyens de caractérisation de la microstructure

#### 2.1.1 Préparation des échantillons

##### Prélèvements

- Le matériau utilisé pour cette étude est l'AD730<sup>TM</sup>. Différentes versions ont été étudiées :
- la version standard (STD) sous sa forme polycristalline.
  - la version standard sous sa forme monogranulaire (SX).
  - une nuance enrichie en carbone (HC).

Les compositions chimiques de la version standard et haut carbone sont données dans la Table 2.1 :

Eléments (wt.%)	Ni	Cr	Mo	W	Al	Co	Ti	Nb	Fe	B	Zr	C
STD	Base	16.0	3.0	2.7	2.3	8.5	3.5	1.1	4	0.01	0.03	<0.02
HC	Base	16.0	3.0	2.7	2.3	8.5	3.5	1.1	4	0.01	0.03	0.11

TABLE 2.1 – Compositions chimiques de l'AD730<sup>TM</sup> STD et HC.

##### Prélèvements de l'alliage STD

La matière de la version STD a été fournie sous forme d'ébauche de disque de turbine basse pression brute de forge par Safran. Les différentes étapes de forgeage et de matriçage ont été effectuées à partir d'un lingot de 500 mm de diamètre obtenu après une triple refusion (VIM-ESR-VAR). Les ébauches des éprouvettes cylindriques (Figure 2.1) ainsi que les "micro-éprouvettes" ont été prélevées à l'institut Pprime dans la zone de l'alésage, dans le sens tangentiel. Cette zone a été privilégiée parce qu'elle est majoritairement sollicitée en fatigue pure (la jante est plutôt sollicitée en fatigue avec temps de maintien ainsi qu'en fluage). Quant aux éprouvettes pour les essais de fissuration, elles ont été prélevées à mi-rayon comme sur le schéma donné en Figure 2.1.c afin d'avoir une microstructure la plus homogène possible. Les pions pour les essais d'oxydation statique ont été prélevés à mi-rayon.

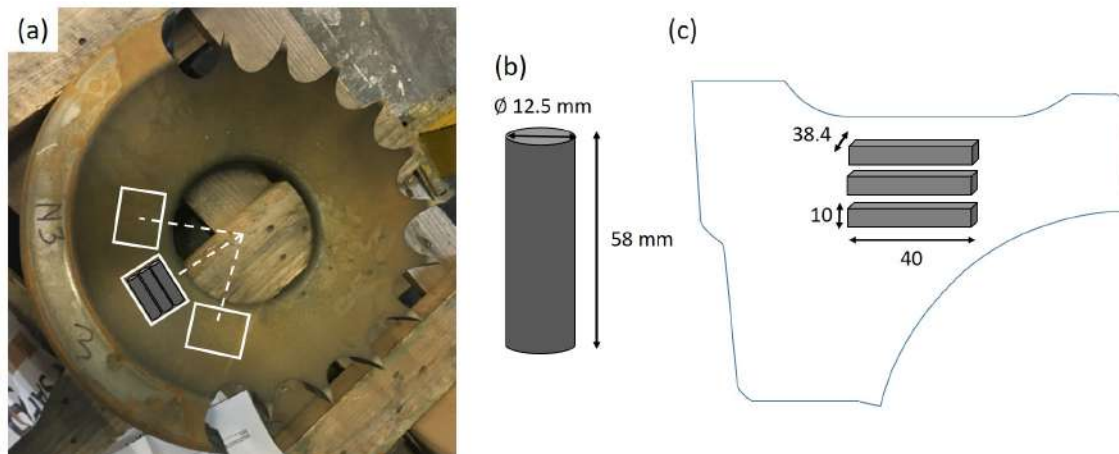


FIGURE 2.1 – (a) Zone et direction de prélèvements des ébauches d'éprouvettes cylindriques dans le disque brut de forge de l'alliage STD, (b) dimensions des ébauches cylindriques et (c) schéma de prélèvement des éprouvettes de fissuration sur une coupe transverse.

### Prélèvements de l'alliage HC et des barreaux monogranulaires

L'alliage HC a été fourni par Aubert & Duval sous la forme d'une billette de diamètre de 62 mm. Celle-ci provient d'un lingot initial de 190 mm de diamètre obtenu après deux refusions VIM-VAR. Pour les éprouvettes cylindriques, certaines ébauches ont été prélevées dans le sens longitudinal et d'autres dans le sens transverse (Figure 2.2). Les abréviations  $HC_L$  et  $HC_T$  feront référence à la direction de prélèvement longitudinale et transversale respectivement. Les pions pour les essais d'oxydation statique ont été prélevés comme sur la Figure 2.2. Pour finir, les ébauches de la version SX ont été prélevées dans des barreaux monogranulaires de direction  $\langle 001 \rangle$ .

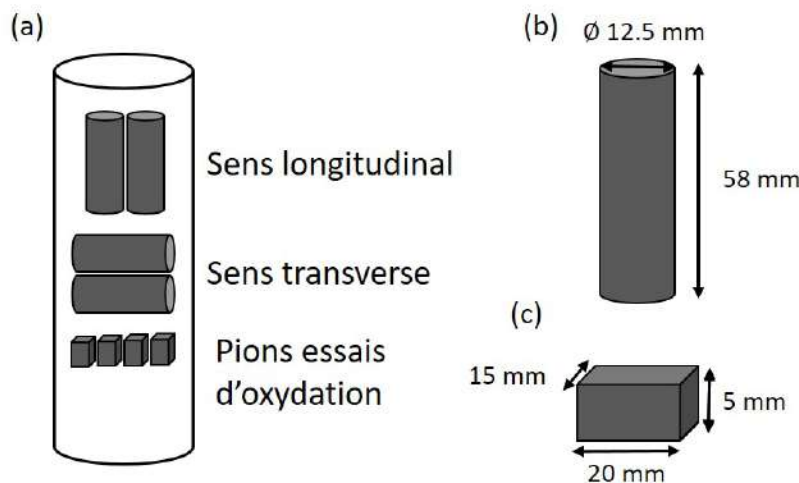


FIGURE 2.2 – (a) Directions de prélèvements des ébauches d'éprouvettes dans la billette de la version HC et dimensions des (b) ébauches cylindriques et des (c) pions pour les essais d'oxydation statique.

### Géométrie des éprouvettes utilisées

Une fois les ébauches prélevées, elles sont traitées thermiquement comme détaillé au paragraphe 1.1.2 puis usinées selon les géométries voulues (Figure 2.3). La géométrie d'éprouvettes choisie pour les essais de traction et de fatigue est cylindrique de type M12 et de type micro-éprouvettes pour les essais de traction in-situ. Les pions des essais d'oxydation statique sont des parallélépipèdes rectangles. Pour finir, les éprouvettes pour les essais de fissuration sont des éprouvettes type CT32.

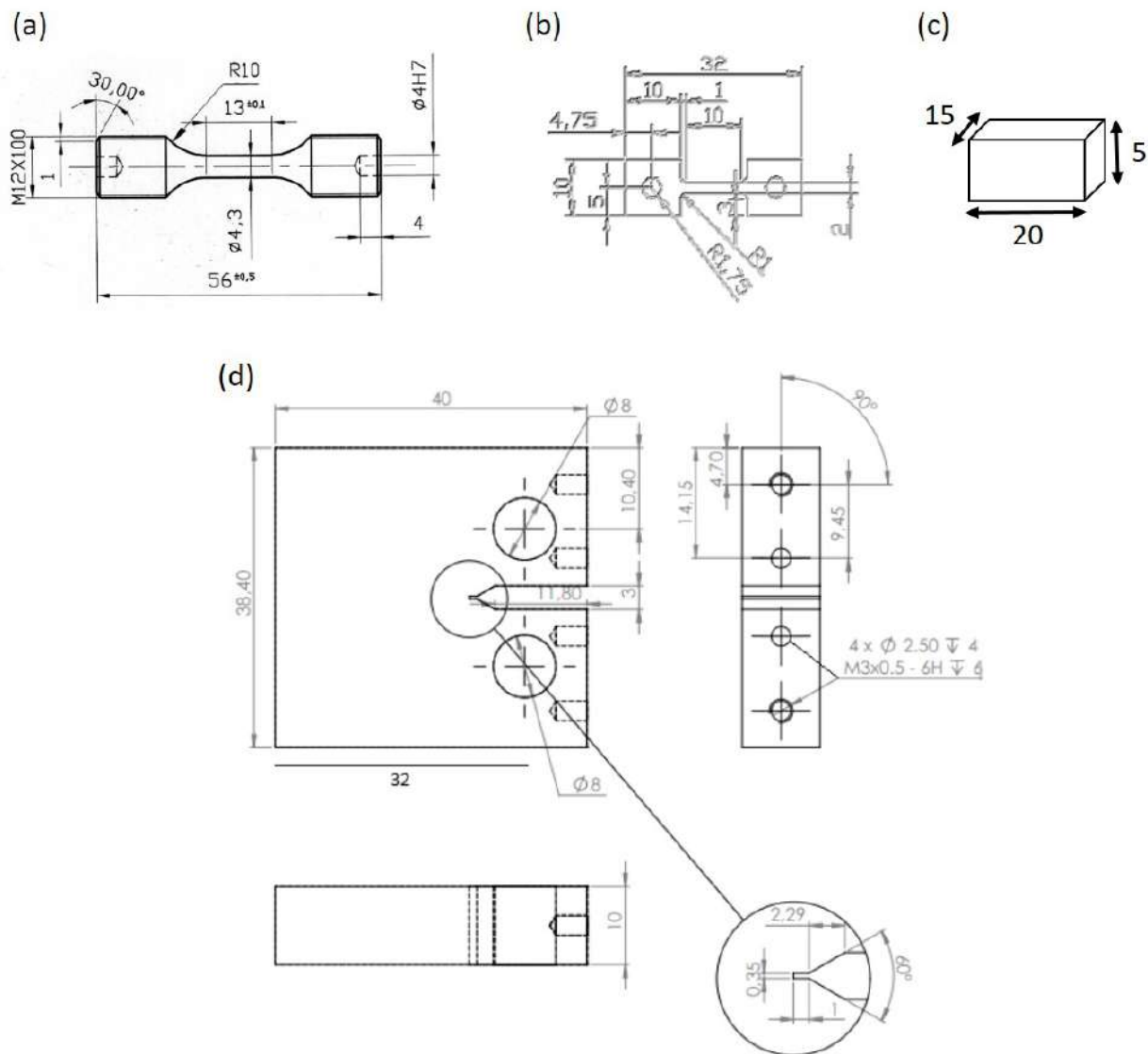


FIGURE 2.3 – Plans (a) d'une éprouvette cylindrique type M12, (b) d'une micro-éprouvette, (c) des parallélépipèdes rectangles et (d) des éprouvettes type CT32.



### Traitements thermiques

Comme vu au paragraphe 1.1.2, les traitements thermiques sont importants pour optimiser la microstructure. Le traitement thermique standard GF pour de l'AD730<sup>TM</sup> polycristallin est : une mise en solution à 1080°C/4h suivi par une trempe à l'huile et un revenu à 760°C/8h suivi d'une trempe à l'air [19,76,77]. Les ébauches étant de petites dimensions, la trempe à l'huile a été remplacée par une trempe à l'air. Dans le cas présent, la mise en solution n'a été appliquée que pendant 1 heure. Pour les monograins, ce traitement thermique est précédé par le traitement de mise en solution détaillé en Figure 2.4 et mis au point à l'Institut Pprime pour réduire au maximum l'hétérogénéité dendritique.

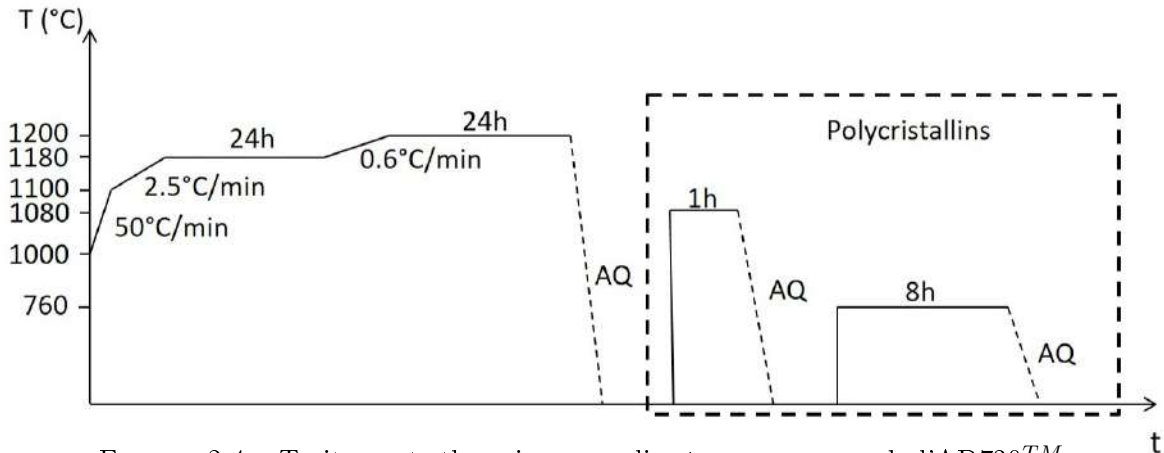


FIGURE 2.4 – Traitements thermiques appliqués aux nuances de l'AD730<sup>TM</sup>.

### Polissage

Il est important dans un premier temps de bien caractériser la matière initiale pour pouvoir ensuite analyser correctement les essais mécaniques. Pour les observations, les échantillons doivent être préparés avec attention. Ils sont au préalable polis avec des papiers abrasifs aux carbures de silicium (SiC) (indices granulométriques de 320 à 4000). Afin d'obtenir une finition dite polie miroir, un polissage sur draps à base de particules diamantées (de 3  $\mu\text{m}$  puis 1  $\mu\text{m}$ ) est effectué. Le type de finition appliquée ensuite dépend de la caractérisation souhaitée. En effet, si l'objectif est de désécrouir la surface et d'obtenir un très léger relief, un polissage à la silice colloïdale (OPS) peut être appliqué. Il permet de creuser légèrement les précipités  $\gamma'$ . Cette finition est notamment utilisée pour les caractérisations faites en diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron Back Scattered Diffraction : EBSD). A l'inverse, afin de mettre en relief les précipités et également pour réduire encore plus l'écrouissage résiduel induit par le polissage mécanique, c'est le polissage électrolytique qui est préféré. La surface d'intérêt de l'échantillon est exposée à une solution d'électrolyte A3 (acide perchlorique, méthanol, 2-butoxyéthanol) et un courant de 45 Volts est appliqué pendant 8 secondes. Cette étape n'est néanmoins pas suffisante pour révéler correctement la microstructure. Une attaque chimique à l'eau régale ( $\frac{2}{3} \text{HCl} + \frac{1}{3} \text{HNO}_3$ ) doit être appliquée par la suite pour dissoudre les précipités  $\gamma'$ , ce qui permettra de quantifier par analyse d'images leur taille et leur fraction surfacique. Il est intéressant de noter que le polissage électrolytique de courte durée (3 secondes) peut également être utilisé pour des analyses EBSD. Cependant, le relief est plus prononcé qu'après un polissage par OPS et des zones d'ombres peuvent apparaître autour de certaines phases et gêner les mesures.

## 2.1.2 Microscopie électronique à balayage (MEB) et traitement d'images

### Principe du MEB

La microscopie électronique à balayage (MEB) analytique est un outil de caractérisation puissant fondé sur la détection de signaux émergeant d'une zone proche de la surface de l'échantillon. L'impact d'un faisceau électronique à la surface du matériau provoque l'émission de particules et des rayonnements qui peuvent renseigner à la fois sur la topographie de la surface de l'échantillon, l'hétérogénéité chimique du matériau, les éléments présents dans les phases, l'orientation des grains constituant ces phases, les dislocations présentes... Dans la majorité des laboratoires impliqués dans des études métallurgiques, la plupart des MEB sont équipés d'imagerie d'électrons secondaires, donnant un contraste principalement topographique, et d'électrons rétro-diffusés, mettant surtout en évidence un contraste de numéro atomique et un contraste d'orientation cristalline. Ils peuvent également être couplés à un détecteur d'EDS (Energy Dispersive Spectrometry) qui permet l'analyse des éléments présents et parfois d'EBSD qui permet l'étude de l'orientation des grains du matériau.

Le Microscope Electronique à Balayage (MEB) est constitué :

- d'un canon à électrons qui produit et accélère les électrons.
- d'une colonne qui met en forme le faisceau pour le focaliser sur l'échantillon et jouer sur plusieurs caractéristiques comme la largeur de la zone balayée, le courant de sonde, la profondeur de champ des images...
- d'une chambre contenant l'échantillon et les détecteurs spécifiques aux différents signaux. Il est important de noter que le canon, la colonne et la chambre sont sous vide. Le niveau de vide est adapté aux technologies ou au besoin (selon le type de canon par exemple).

L'interaction des électrons primaires avec les atomes de la surface entraîne une ionisation locale et des électrons secondaires sont éjectés. Ils ont une très faible énergie et proviennent des couches supérieures (des quelques premiers nanomètres de la surface) de l'échantillon. Les images effectuées à partir du détecteur d'électrons secondaires (mode SEI) permettent de principalement apprécier la topographie de la surface avec une bonne résolution spatiale – de l'ordre de la taille du spot d'électrons focalisé à la surface de l'échantillon (qui peut facilement atteindre quelques nanomètres avec les technologies disponibles actuellement (MEB-FEG)). Les électrons primaires peuvent également interagir de façon quasi-élastique avec les noyaux des atomes de l'échantillon avant de voir leur trajectoire fortement déviée et ressortir du matériau : ce sont les électrons rétrodiffusés. Ils proviennent de couches plus profondes que les électrons secondaires et sont sensibles au numéro atomique de l'atome. Ils permettent ainsi de mettre en évidence les différentes phases du matériau. Les images obtenues en mode rétrodiffusé (mode BSE) ont une résolution spatiale moindre que celles obtenues en SEI.

Différents types de MEB ont été utilisés pour cette étude. Pour les éléments d'une taille supérieure à une dizaine de microns ne nécessitant qu'un faible grandissement (jusqu'à x5000), un MEB conventionnel de type JEOL 6400 a été utilisé. L'analyse des faciès de rupture et des pions oxydés a été faite sur ce microscope. Pour l'observation d'éléments plus petits, un MEB-FEG (Field Emission Gun : canon à émission de champ) de type JEOL 7000F a été utilisé. La taille de sonde étant plus petite, il permet la réalisation d'images de bonne résolution à grandissement plus élevé (jusqu'à x100 000). La caractérisation des microstructures initiales a été faite sur cet appareil. La tension d'accélération a été fixée à 25 kV et les courants de sonde ont été adaptés en fonction du mode d'observation (un courant de sonde plus élevé dans le cas du mode BSE). Le MEB peut être couplé à d'autres techniques de mesure comme l'EBSD (Paragraphe 2.1.3) ou l'EDS (Paragraphe 2.2.2). Dans ce cas, il est équipé de détecteurs spécifiques adaptés.

### Traitement d'images avec le logiciel Fiji

Une fois la surface des échantillons polie puis attaquée à l'eau régale (Protocole présenté au paragraphe 2.1.1), les images en électrons secondaires sont acquises au MEB-FEG avec un contraste élevé. Ainsi, les précipités dissous apparaissent en noir et la matrice en plus clair. Les images peuvent alors être traitées. C'est le logiciel Fiji, une extension du logiciel ImageJ<sup>®</sup>, qui a été utilisé. Tout d'abord, si besoin, les paramètres de contraste/brillance doivent être ajustés de sorte à exalter le contraste des précipités mais sans perdre d'information. Comme observé sur la Figure 2.5.a, les précipités sont entourés d'un halo plus clair. Celui-ci est dû à l'attaque chimique ou à un effet de pointe en imagerie en rétrodiffusé. Sa prise en compte comme appartenant au précipité ou non va entraîner des sur- ou sous-évaluations de la taille des précipités. Le module "Trainable Weka Segmentation" est ensuite utilisé. Il est basé sur plusieurs algorithmes de machine learning permettant de segmenter l'image et de créer deux classes de pixels selon leur seuil de contraste. Les précipités sont ainsi placés dans une classe et la matrice dans l'autre. L'image est ensuite binarisée (Figure 2.5.b). Les outils "Fill holes" et "Watershed" permettent d'homogénéiser les objets en remplissant les zones incomplètes et de diviser les agglomérats respectivement. L'outil "Analyze particles" détecte les éléments (Figure 2.5.c) et crée deux tableaux : un tableau de résultats répertoriant l'aire de chaque objet et un deuxième résumant l'aire moyenne des objets et la fraction surfacique. Il est important de noter que les éléments coupés par les bords de l'image doivent être retirés pour l'analyse des tailles de précipités mais intégrés pour la mesure de la fraction surfacique. Afin d'éviter le bruit de mesure, il est possible de donner une aire minimum pour les objets à mesurer. Cette technique peut être appliquée dès que des éléments ont des contraintes/couleurs très différentes les unes des autres.

Ces analyses d'images ont été systématiquement faites sur 15 images (15 images pour les  $\gamma'_I$  et 15 autres pour les  $\gamma''_I$ ) afin d'avoir une statistique suffisante et significative. Par exemple, pour l'alliage STD GF, cela correspond à la mesure d'environ 215 précipités primaires et 1200 précipités secondaires. Par ailleurs, les erreurs de mesure dépendent notamment de la qualité de l'image et des paramètres de contraste/brillance.

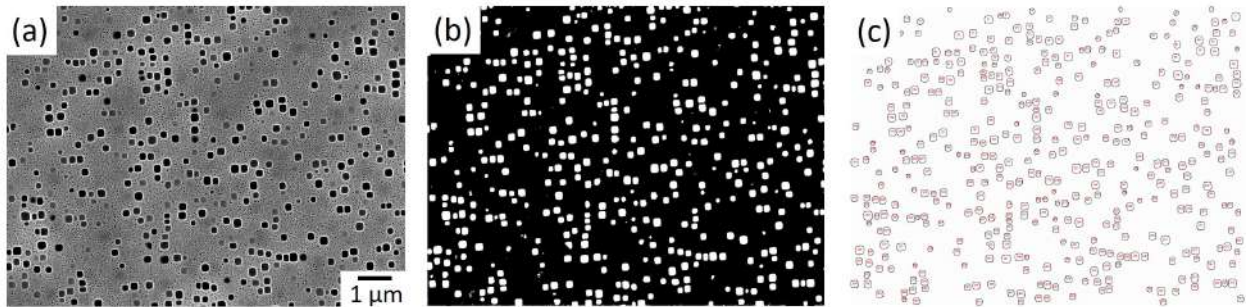


FIGURE 2.5 – Traitement d'images avec Fiji. Images (a) initiale, (b) binarisée et (c) obtenue avec l'analyse de particules.

### 2.1.3 EBSD

Cette technique permet d'identifier la structure cristalline (les phases) et d'obtenir l'orientation cristallographique des grains. Elle est basée sur l'acquisition des diagrammes de diffraction (ou diagrammes de Kikuchi) obtenus par l'interaction des électrons diffusés avec le cristal. Les diagrammes sont composés de multiples bandes, chacune correspondant à une famille de plans du réseau cristallin qui a diffracté. Les diagrammes sont ensuite indexés : ils mènent à l'identification de la phase et de l'orientation cristalline. Des cartographies d'orientation peuvent être réalisées moyennant l'acquisition de mesures sur un quadrillage de points, le plus généralement rectangulaire. Cet ensemble de mesures ponctuelles permet d'extraire des informations telles que l'orientation des grains par rapport aux directions de l'échantillon ou des variations d'orientation intragranulaires ou intergranulaires... Il est ensuite possible de remonter à la taille de grains, à la texture cristallographique et ainsi faciliter la compréhension des mécanismes de déformation et d'endommagement.

Les échantillons à analyser doivent être dépourvus d'une couche écrouie provoquée par le polissage mécanique et un polissage de finition à l'OPS ou un polissage électrolytique est nécessaire (cf. paragraphe 2.1.1). Dans cette étude, les cartographies EBSD ont été faites avec un MEB conventionnel de type JEOL<sup>TM</sup> 6100 équipé d'un détecteur EBSD avec une tension d'accélération de 25 kV et un pas de 0.1  $\mu\text{m}$ . Les données ont été traitées avec le logiciel OIM<sup>TM</sup> de la société EDAX<sup>®</sup>. De plus, l'échantillon doit être tilté à 70° par rapport à l'horizontale pour être dans les conditions optimales vis à vis du détecteur.

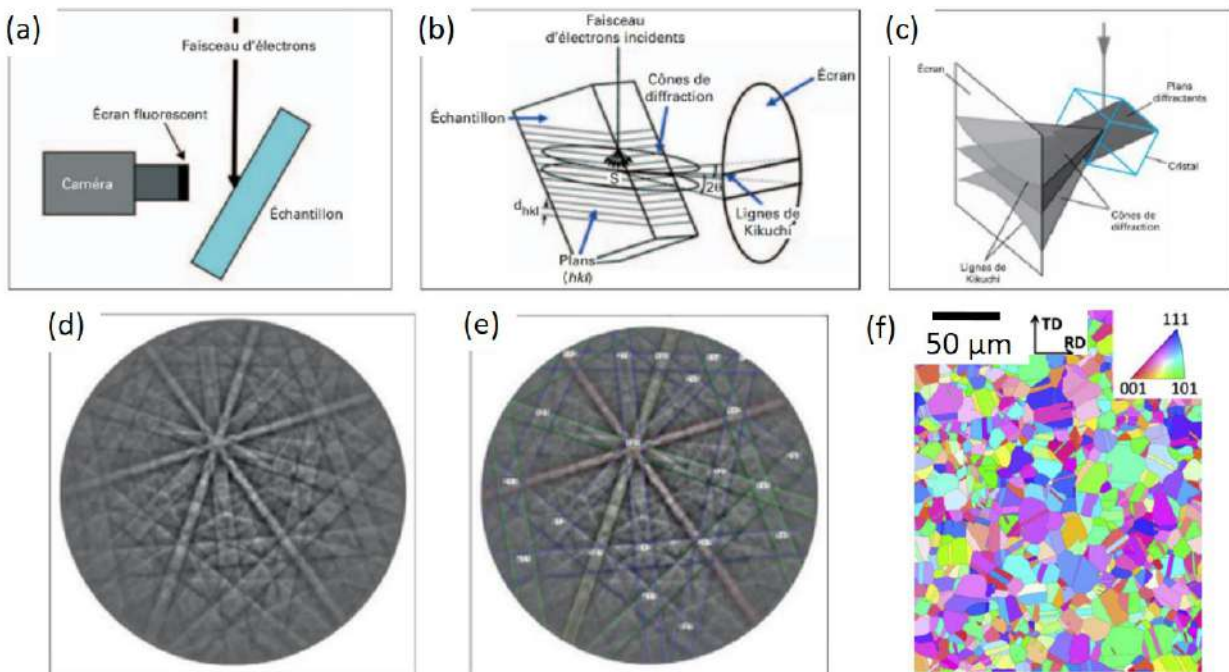


FIGURE 2.6 – (a) Schéma de la technique EBSD, (b) et (c) Schémas du principe d'obtention des diagrammes de Kikuchi [78]. Diagrammes de Kikuchi du cuivre pur (d) sans indexation et (e) avec indexation [79]. (f) Image d'orientation de type IPFZ (chaque pixel est colorisé selon la direction du cristal parallèle à la normale de l'échantillon). [63].

## 2.2 Moyens de caractérisation des inclusions non métalliques

### 2.2.1 Microscopie optique

#### Microscope optique et binoculaire

Ces deux moyens de mesure ont été utilisés pour détecter uniquement les plus grands éléments de microstructure. Ils ont notamment été appliqués aux échantillons de la version SX pour les populations de particules et de pores. Les échantillons doivent être polis miroir. Les inclusions présentes dans l'AD730<sup>TM</sup> prennent une coloration orangée au microscope optique. Des images ont été prises à faible grossissement puis traitées avec Fiji selon le protocole détaillé au paragraphe 2.1.2 (Figures 2.7.a et 2.7.b). Le microscope optique utilisé est un Zeiss<sup>TM</sup> Imager Vario Z2.

À la binoculaire, les pores apparaissent blancs et le reste de la matrice en noir. Avec des bons paramètres de contraste/brillance, l'image peut directement être binarisée et les objets mesurés avec Fiji (Figures 2.7.c et 2.7.d).

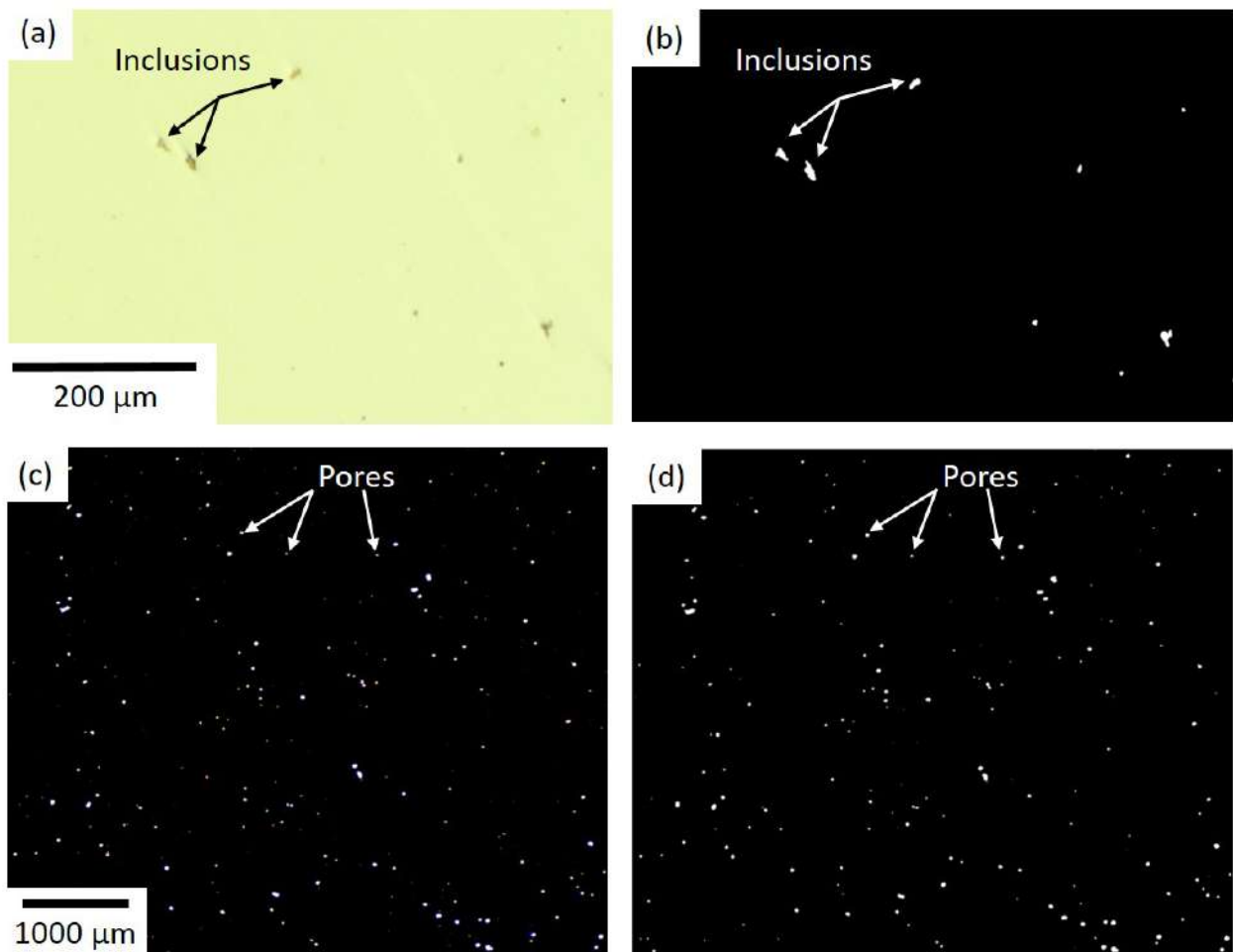


FIGURE 2.7 – (a) Image prise au microscope optique avec les inclusions en orangé (b) image après traitement sur Fiji. (c) Image prise à la binoculaire avec les pores en blanc et (d) image obtenue après binarisation sur Fiji.

### Microscope de mesure 3D

Un microscope de mesure 3D a été utilisé pour obtenir le relief des inclusions après polissage et après oxydation à différentes températures et durées d'exposition. Les irrégularités de surface sont mesurées sans contact selon le principe de la variation focale. Une faible profondeur de champ d'un système optique associée à un balayage vertical (déplacement en  $z$ ) permet d'obtenir une série d'images qui après traitement donne la topographie de la surface de l'objet analysé. Il est ensuite possible de produire des cartographies et de tracer des profils (Figure 2.8). Le microscope utilisé dans cette étude est l'Alicona InfiniteFocus G5 de la société Bruker.

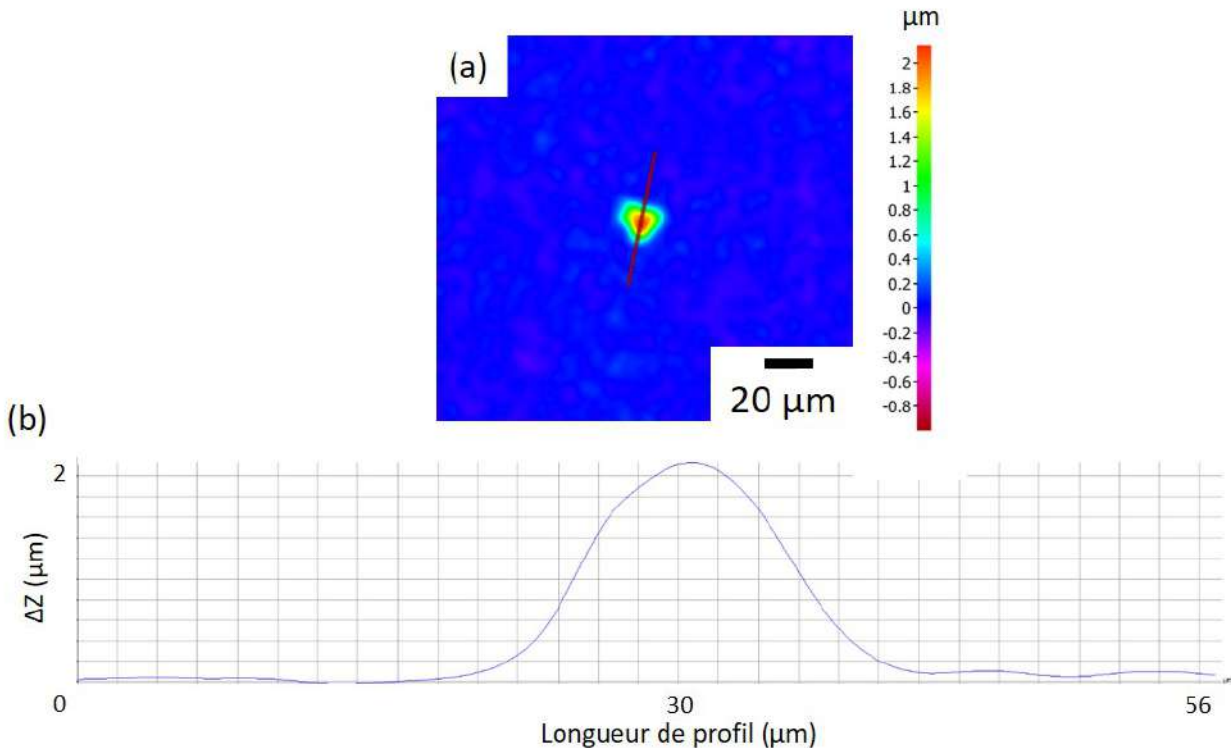


FIGURE 2.8 – (a) Type de cartographie obtenue et (b) profil tracé selon la ligne définie sur la cartographie.

### 2.2.2 Obtention de la composition chimique

Comme vu au paragraphe 1.2.1, il existe plusieurs types d'inclusions non métalliques. Leur composition chimique est dépendante de celle de l'alliage. Il est nécessaire de bien la connaître pour comprendre son impact sur l'endommagement et les phénomènes de diffusion. Deux techniques ont été utilisées dans cette étude : par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie et par sonde atomique tomographique (Atom Probe Tomography : APT).

## EDS

L'analyse EDS est basée sur la mesure de l'énergie des photons X émis par l'échantillon, en particulier les rayons X caractéristiques des éléments présents dans les phases du matériau. Les électrons d'un atome sont répartis sur des couches électroniques. Chaque couche électronique (de type K, L, M...) est caractérisée par une énergie de liaison propre à l'atome. Un électron énergétique provenant du faisceau peut engendrer l'ionisation de l'atome, c'est-à-dire qu'un électron est arraché. S'il s'agit d'un niveau profond, il s'ensuit une désexcitation de l'atome : un électron moins lié vient remplacer l'électron sur la couche incomplète. Cette désexcitation peut être radiative et dans ce cas un photon est émis. Son énergie est alors caractéristique de l'atome puisqu'elle est égale à la différence d'énergie de liaison entre le niveau final et le niveau initial.

Cette technique permet des mesures qualitatives et quantitatives, il est donc possible d'identifier et d'accéder aux teneurs des éléments présents. L'analyse de la teneur des éléments dont les raies caractéristiques sont supérieures à 1 keV nécessitent un échantillon plan, poli dont la surface est horizontale. Les résultats sont justes lorsque des modèles de correction de matrice sont appliqués et quand des matériaux de référence sont utilisés (ils sont appelés "matériaux témoins"). Pour les éléments dont les raies sont d'énergie plus faible que le keV (en particulier les éléments légers comme le bore, le carbone, l'azote et l'oxygène), l'analyse quantitative à partir de leurs raies caractéristiques est hasardeuse. En effet, ces raies sont très facilement absorbées par les autres éléments en présence. Il en résulte des pics faiblement intenses et une intensité qui varie avec la couche de carbone présente à la surface de l'objet à analyser (que ce soit une couche de contamination ou une couche déposée pour rendre la surface conductrice) ou qui varie avec la topographie de l'objet. C'est pourquoi, pour déterminer la nature exacte des inclusions (carbures, nitrures ou carbonitrures), la caractérisation par EDS n'est pas suffisante.

Les mesures EDS ont été réalisées à partir du MEB-FEG de type Zeiss Merlin couplé à un détecteur EDS SDD (Silicon Drift Detector : détecteur à dérive au silicium) de type X-Flash 6 de Bruker. Les éléments à analyser (Ti, Nb, Mo...) présentant des seuils d'absorption inférieurs à 6 keV, la tension d'accélération ( $E_0$ ) a été choisie à 10 kV. La taille de la cascade électronique produite dans le matériau par le faisceau électronique a été estimée à partir du modèle de Castaing (Equation 2.1) qui approxime cette cascade à une sphère sous la surface de diamètre  $Z_{max}$  (Table 2.2) [80] :

$$Z_{max} = 0.066 \frac{E_0^{1.7}}{\rho} \quad (2.1)$$

avec  $Z_{max}$  le diamètre de la cascade électronique,  $E_0$  la tension d'accélération et  $\rho$  la densité de la phase.

L'intensité du courant de sonde a été fixé à 3 nA afin d'obtenir un taux de comptage inférieur à 50000 coups par seconde dans un mode de comptage qui permet d'avoir la meilleure résolution spectrale tout en ayant un temps mort raisonnable (mode "60 kcps").

Les analyses quantitatives ont été réalisées avec le modèle de corrections de matrice " $\Phi(\rho.z)$ " du logiciel "Esprit" et à partir de spectres "témoins", acquis dans les mêmes conditions opératoires sur les matériaux certifiés de la platine #10340 fournie par Micro-Analysis Consultants. Les échantillons ont été recouverts de la même épaisseur de carbone présentes sur les "témoins", c'est-à-dire environ 15 nm. Ensuite, tous les spectres ont été acquis en sonde fixe centrée sur l'objet à analyser. Ils intègrent  $10^6$  photons mesurés : cette statistique de comptage élevée permet d'obtenir une précision de mesure meilleure que le pourcent. Précisons enfin qu'une analyse quantitative d'élément léger (C, N, O) n'a pas été produite à partir de l'intensité de leur raie mais uniquement "par stœchiométrie", c'est-à-dire en faisant l'hypothèse d'un oxyde ou d'un mélange d'oxydes. Dans tous les cas, les résultats quantitatifs n'ont été validés que si la somme des teneurs élémentaires était de 100%. Enfin, pour éviter tout effet de charge lors des mesures (notamment pour les échantillons oxydés et assurer un contact électrique entre la platine du MEB et le dépôt de carbone), les échantillons ont été collés sur le porte-objet avec de la laque d'argent afin d'assurer un contact électrique et éviter l'effet de charge.

Eléments	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	$E_0$ (kV)	$Z_{max}$ ( $\mu\text{m}$ )
Ni	9.00	20	1.2
TiN	5.39	20	2.0
NbC	7.79	20	1.4
TiC	4.91	20	2.2
Ni	9.00	<b>10</b>	0.4
TiN	5.39	<b>10</b>	0.6
NbC	7.79	<b>10</b>	0.4
TiC	4.91	<b>10</b>	0.7

TABLE 2.2 – Profondeur de la cascade électronique en fonction de la phase (densités tirées du livre de *H. Pierson* [44]) et de la tension d'accélération.

## APT

Comme vu précédemment, l'EDS ne permet pas de déterminer avec précision la nature des inclusions. C'est pourquoi, des mesures par APT ont été effectuées. Cette technique permet d'obtenir la distribution spatiale en trois dimensions des atomes. Un potentiel électrique intense est créé pour ioniser la surface atome par atome. Les ions sont alors arrachés par "effet de pointe" et collectés par un détecteur. Leurs trajectoires sont ensuite reconstruites et le temps de vol des atomes permet de déterminer leur nature.

Ces mesures ont été effectuées à l'Institut Max Planck de Düsseldorf par le Dr. S. Katnagullu sur des pions polis miroir. Les pointes ont tout d'abord été préparées dans un MEB FEI Helios 600 équipé d'une colonne ionique délivrant un faisceau d'ions focalisés (Focused Ion Beam : FIB). Les données APT ont été collectées dans un microscope ionique Cameca LEAP 5000 XR avec une impulsion laser à 60K et une fréquence de répétition de 200 kHz et une énergie laser de 60 pJ. La reconstruction et l'analyse des données ont été faites en utilisant le logiciel Cameca IVAS 3.8.4.



### 2.2.3 Comptage inclusionnaire assisté par le logiciel MeTiS

Une technique permettant de déterminer de façon automatisée la répartition spatiale ainsi que la taille des différentes phases présentes dans les matériaux a été mise en place par la compagnie DATAMET avec le logiciel MeTiS. Bien qu'initialement conçu pour les aciers, ce moyen mis en place à Safran Tech a été utilisé pour l'appliquer au comptage des inclusions non métalliques dans l'AD730<sup>TM</sup>. Les échantillons doivent être polis miroirs, plans et la face arrière de l'échantillon parallèle à la face avant. Les coordonnées (en x, y et z) de la zone de mesures sont ensuite enregistrées. Les paramètres permettant la détection des différentes phases sont ensuite à déterminer. Un grandissement de balayage et d'analyse est à choisir. Une taille minimale d'objet est également à définir. Il est conseillé de ne mesurer que des objets ayant un diamètre équivalent supérieur à 2-3  $\mu\text{m}$  pour s'assurer d'une bonne résolution spatiale. Cependant, il reste performant – après adaptation de la tension d'accélération des électrons pour des seuils inférieurs et des tests ont été faits avec un seuil minimal de 0.5–1  $\mu\text{m}$ . La dissociation des inclusions par rapport à la matrice se fait par seuillage (en mode SEI ou BSE au choix). Par conséquent, il est primordial que les paramètres de contraste/brillance soient optimisés. Ainsi, seules les phases ayant un contraste différent (plus sombre ou plus clair) de la matrice peuvent être détectées. Il est intéressant de noter que le logiciel peut détecter des objets plus foncés et des objets plus clairs pendant un même essai. Une analyse ponctuelle en EDS est ensuite réalisée au centre des objets détectés. Une fois l'essai paramétré, la zone de mesures de l'échantillon va être balayée en combinant balayage faisceau et balayage platine. Les images (prises en modes SEI et BSE), les coordonnées, la taille et les concentrations massiques des éléments chimiques sont enregistrées.

Le déroulement de la manipulation est alors le suivant :

- Une étude préalable des particules présentes dans l'échantillon : acquisition de spectres et analyses quantitatives.
- La définition des classes chimiques (gamme de teneur pour chaque élément).
- L'acquisition des données.
- Le traitement des données (cartographies de répartition, nombre pour chaque phase...).

Le traitement des données se fait sur le logiciel d'analyse MeTiS. Il se fait en plusieurs étapes :

- L'identification des inclusions. Cela correspond à définir plusieurs classes chimiques pour catégoriser les différents types de particules (Figure 2.9.a). Pour chaque spectre, les éléments sont identifiés puis quantifiés.
- La création d'un fichier de règles. Il va déterminer les conditions (en taille, composition chimique...) pour classer les objets dans les catégories créées précédemment (Figure 2.9.b). Il est possible de classer manuellement les objets qui n'ont pas pu être répertoriés ou ceux qui ont été référencés dans deux catégories à la fois. Il est important de noter que les intervalles sont du type ouvert-fermé "]"- , -]". Par conséquent, pour que la valeur 0 soit prise en compte, il faut remplir ]-1, -].
- La création de cartographies (mise en évidence d'amas ou d'alignements) et de fichiers statistiques (distribution de taille, fraction surfacique, densité de particules ...) est ensuite possible.

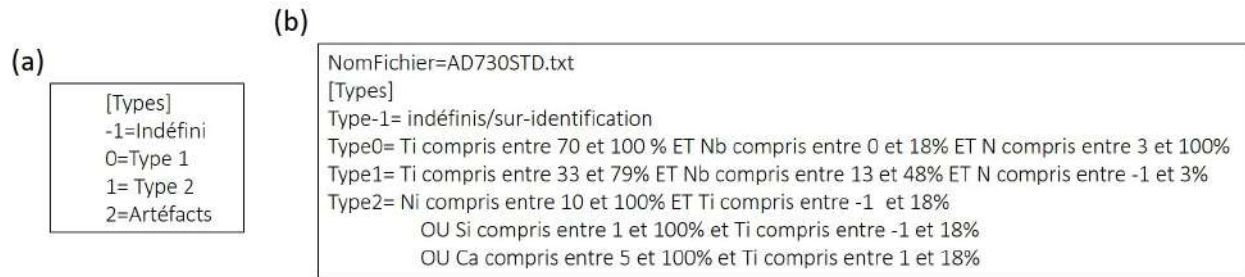


FIGURE 2.9 – Exemples de fichiers (a) "Identification des inclusions" et (b) "Règles d'identification".

Cette technique a également été utilisée sur des éprouvettes oxydées et déformées en traction. L'objectif était d'obtenir une statistique d'inclusions fissurées à différents taux de déformation totale. Les résultats ont été probants.

Ces essais ont été effectués au laboratoire de Safran Tech avec un MEB Zeiss Merlin couplé à un détecteur EDS SDD de type X-Flash 6 de Bruker et associé au logiciel Esprit. Les paramètres microscope à utiliser sont conseillés par le logiciel. Afin d'être dans les meilleures conditions de résolution spatiale (cf. Paragraphe 2.2.2), la tension d'accélération a été fixée à 10 kV, l'intensité du courant de sonde à 3 nA et une distance de travail comprise entre 8.5 et 9.5 mm.

## 2.3 Moyens expérimentaux

Plusieurs types d'essais ont été effectués pour cette étude : fatigue oligocyclique (LCF), traction, traction in-situ dans la chambre d'un MEB, fissuration ou encore oxydation statique. Les essais mécaniques ont été réalisés à 450°C et 700°C. Actuellement, les températures vues par les moteurs sont comprises entre 450°C et 650°C selon les phases de vol. L'un des objectifs majeurs pour les futures générations de moteurs d'avions étant d'augmenter la température de fonctionnement jusqu'à 700°C, cette température cible a été choisie. De plus, ce sont pour des températures intermédiaires que les superalliages montrent une plus grande variabilité de propriétés mécaniques [4, 81]. C'est pourquoi, la température de 450°C a également été retenue. Les différents moyens d'essais utilisés sont décrits dans cette section.

### 2.3.1 Essais de traction monotone et LCF

#### Essais sous air

Les essais de traction et de LCF sous air ont été réalisés sur une machine électromécanique Instron 8862, équipée d'un four composé de quatre lampes de puissance 2000 W chacune et d'une cellule de charge de capacité dynamique de 100 kN (Figure 2.10.a). La géométrie d'éprouvettes choisie pour ces essais est de type M12 (Figure 2.3.a) et elles ont été polies miroir.

Les essais de traction ont été effectués avec une vitesse de déformation de  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$  à 450°C et 700°C. Le logiciel Wavematrix d'Instron a été utilisé pour piloter ces essais. La majorité des essais de LCF a été pilotée en déformation. Cependant, des essais complémentaires pilotés en force ont également été réalisés (cf. paragraphe suivant). Pour ceux pilotés en déformation, un extensomètre à couteaux en carbure de silicium a été installé pour contrôler la déformation (Figure 2.10.b). Afin de protéger la surface de l'éprouvette et s'assurer que les couteaux ne glissent pas pendant l'essai, des plots en céramique ont été déposés sur le fût de l'éprouvette pour servir d'interface. Les paramètres d'essais pilotés **en déformation** sont : un signal triangulaire avec une fréquence de 0.5 Hz, un rapport de déformation ( $R_\epsilon = \frac{\epsilon_{min}}{\epsilon_{max}}$ ) de 0.05 et des amplitudes de déformation comprises entre 0.76% et 1.14% ont été appliquées (Figure 2.10.c). Pour les essais pilotés **en force**, le type de signal et la fréquence restent les mêmes. Mais les rapports de charge et les amplitudes de contrainte appliquées sont calculés selon les valeurs de crêtes des essais pilotés en déformation. Ces valeurs utilisées pour piloter les essais en force sont celles relevées à mi-durée de vie à 450°C et au deuxième cycle à 700°C. Le logiciel LCF d'Instron a été utilisé pour piloter les essais en LCF.

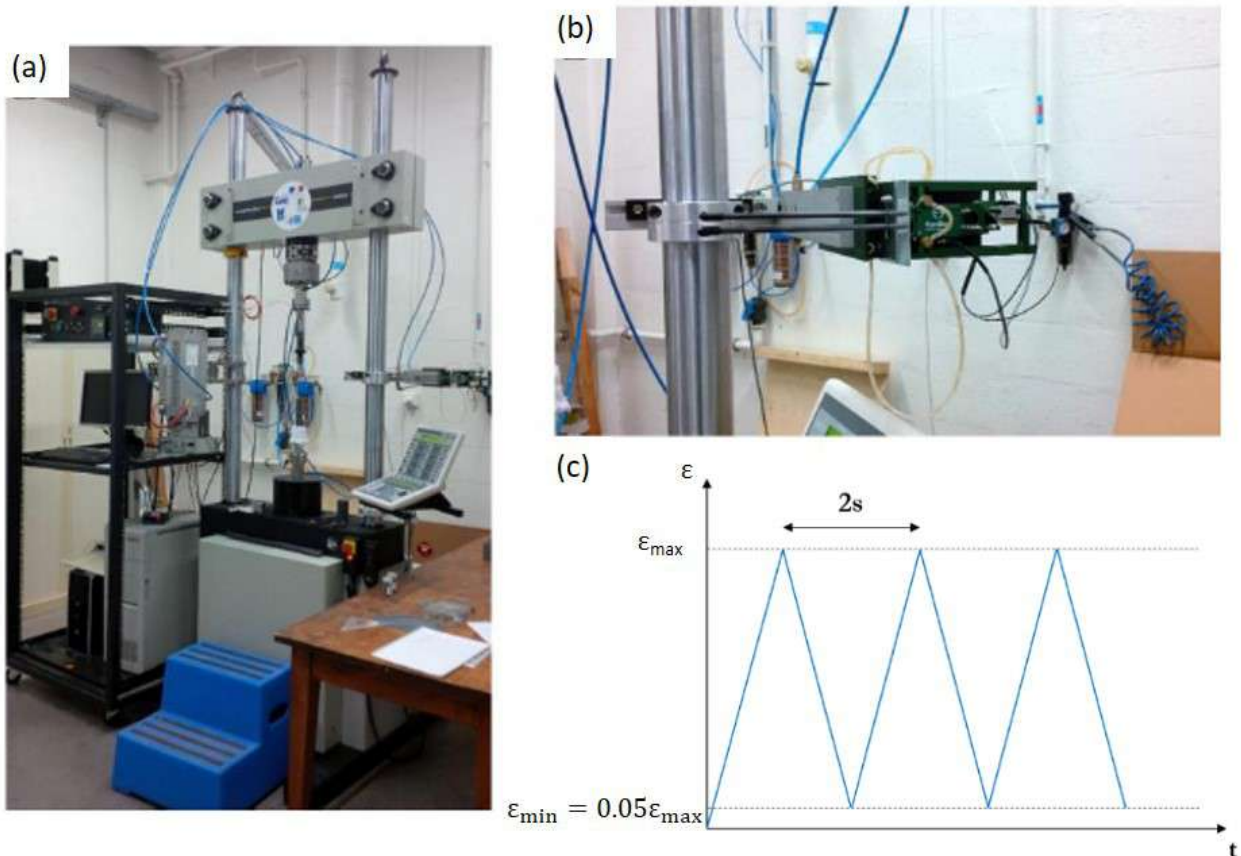


FIGURE 2.10 – (a) Machine électromécanique Instron 8862 utilisée pour les essais de traction et de LCF sous air, (b) extensomètre à couteaux céramiques utilisé pour suivre la déformation et (c) type de signal généré par le logiciel LCF d'Instron.

### Essais sous vide

Des essais de LCF ont été effectués sous vide pour pouvoir décorrélérer les effets liés à l'environnement des mécanismes de déformation et d'endommagement. Certaines éprouvettes ont également été pré-oxydées (cf. paragraphe 2.3.4). Ces essais ont été réalisés sur une machine hydraulique Instron 1271 équipée d'un four à rayonnement situé dans l'enceinte sous vide. Celle-ci permet d'atteindre un vide poussé ( $P \simeq 10^{-7}$  mbar). Elle empêche cependant l'installation d'un extensomètre. Par conséquent, des essais pilotés en déformation ne sont pas possibles sur cette machine. Afin de comparer les résultats obtenus sous vide avec ceux obtenus sous air, des essais pilotés en force ont été faits en complément sous air. Le logiciel Wavematrix a été utilisé.



FIGURE 2.11 – Machine hydraulique Instron 1271 utilisée pour les essais de LCF sous vide.

### 2.3.2 Essais de traction in-situ

Les essais de traction in-situ sont réalisés dans la chambre d'un MEB, sous vide à température ambiante. Les éprouvettes utilisées pour ce type d'essai sont des micro-éprouvettes (Figure 2.3.b) polies électrolytiquement (cf. paragraphe 2.1.1). Certaines ont été par la suite pré-oxydées (cf. paragraphe 2.3.4). Elles sont installées sur une machine de traction in-situ Deben adaptée à la taille de la chambre du MEB. Celle-ci est pilotée en déplacement de traverse par un logiciel. Celui-ci donne également la charge équivalente appliquée. Dans un premier temps, avant de débiter l'essai, plusieurs inclusions sont sélectionnées de manière à avoir une variété de configurations (amas, taille et géométrie différentes). Des images sont prises pour avoir leur état initial sans chargement mécanique appliqué. Ces mêmes particules vont être suivies pendant tout l'essai. Afin de remonter à la déformation totale de l'éprouvette et au module d'Young, deux méthodes ont été mises en place. La première est l'écriture d'un code MATLAB<sup>®</sup> destiné à tracer la courbe de traction en utilisant les données fournies par le logiciel (déplacement transverse et force). La seconde consiste à relever les coordonnées et mesurer la distance entre deux repères métallurgiques pré-choisis aux limites de la partie utile de l'éprouvette à chaque palier. Il est alors possible de remonter à l'allongement et donc à la déformation totale vue par l'éprouvette. Les deux méthodes ont montré des résultats similaires (Figure 2.12). La deuxième méthode a été retenue et sera celle appliquée dans la suite de l'étude.

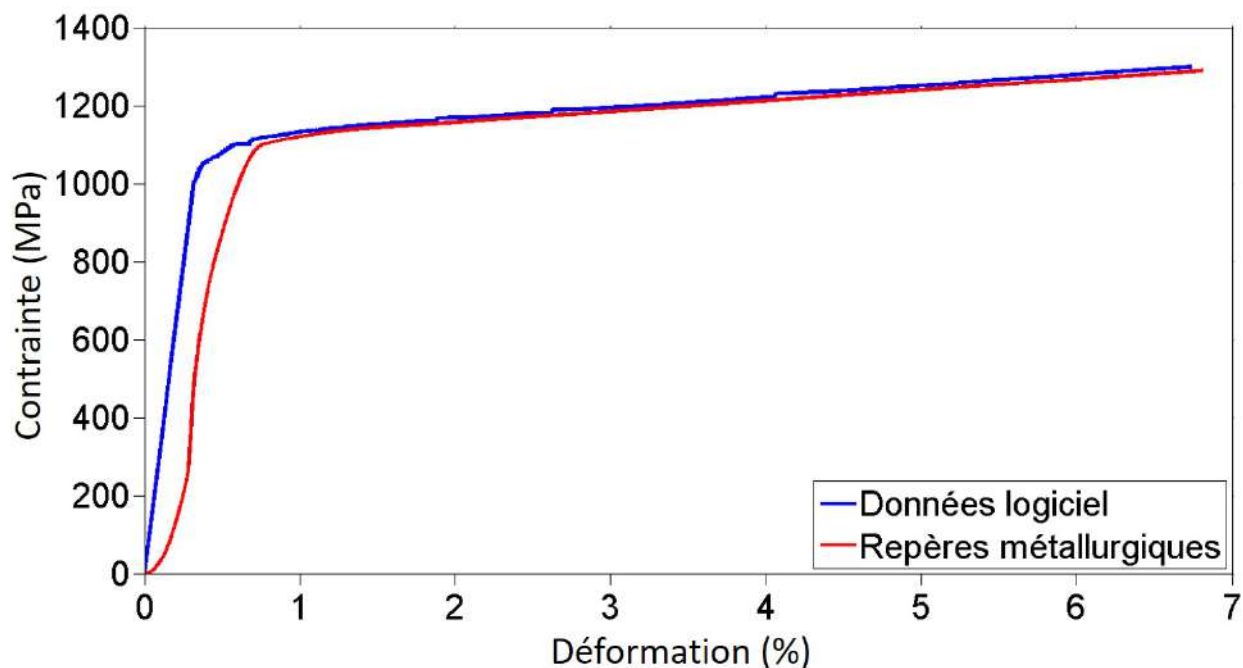


FIGURE 2.12 – Courbes de traction obtenues avec les données logiciel et avec les repères métallurgiques.

Après ces étapes, l'éprouvette peut alors être déformée en traction jusqu'à une valeur de charge choisie et une fois atteinte, elle sera maintenue le temps de la prise d'images des différentes inclusions. Les effets de fluage associés à cette procédure de maintien de la charge seront négligés lors du traitement des résultats. Ces essais ont été réalisés dans la chambre d'un MEB JEOL 6100 et un déplacement de traverse de la machine de traction in-situ réglé à 0.02 mm/min.

### 2.3.3 Essais de fissuration

Des essais de fissuration ont été effectués sous air et sous vide à 450°C et 700°C. Les éprouvettes sont de type CT32 polies miroir (Figure 2.3.d). Avant de lancer les essais de fissuration, il est nécessaire de faire une pré-fissuration. Elle a pour objectif de propager la fissure (symétriquement sur environ 1-2 mm) afin de quitter la zone plastique créée par l'usinage. Ces pré-fissurations sont réalisées à température ambiante à une fréquence de 20 Hz. Le suivi et les mesures de la longueur de fissure sont effectués à l'aide d'une loupe binoculaire graduée. Les essais de fissuration peuvent ensuite être effectués.

Les essais sous air ont été réalisés sur différentes machines hydrauliques : une Creusot-Loire, une MTS 80 et une Instron 8501 DRET. Les essais sous vide ont été réalisés sur la machine Instron 1270 présentée au paragraphe 2.3.1. Les pré-fissurations ont été faites à température ambiante avec un facteur d'intensité de contrainte  $\Delta K$  égal à 20 MPa.m<sup>0.5</sup> et une fréquence de 20 Hz. Les essais de fissuration ont été pilotés avec un  $\Delta K$  décroissant (partant de 20 MPa.m<sup>0.5</sup>) et avec un signal triangulaire, un rapport de charge de 0.05 et une fréquence de 20 Hz. La longueur de fissure a été mesurée par variation de potentiel électrique entre les deux côtés de la fissure.

### 2.3.4 Essais d'oxydation statique

#### Essais

Les essais d'oxydation statique ont été faits sous air dans des fours à résistances au laboratoire Pprime. Le refroidissement s'est fait à l'air. Les éprouvettes sont des parallélépipèdes rectangles (Figure 2.3.c) polis avec du papier abrasif SiC jusqu'au grade 4000. Elles ont été oxydées pour des températures comprises entre 350°C et 800°C et pour des durées allant de 10 min à 24h. Certains pions ont subi une oxydation interrompue à 450°C et 700°C (ces températures correspondant à celles des essais mécaniques).

Pour les besoins de certains essais, des éprouvettes cylindriques ont également été oxydées. Les mêmes fours ont été utilisés et les refroidissements ont été faits à l'air.

#### Coupes transverses

Deux techniques ont été utilisées pour faire des coupes transverses des échantillons oxydés. La première consiste à métalliser la surface de l'échantillon oxydé et de faire un dépôt électrolytique d'une couche de nickel protectrice. Les échantillons sont ensuite découpés et enrobés dans de la résine conductrice. Ils sont ensuite polis jusqu'à obtenir une ou plusieurs inclusions oxydées en surface. Elles sont alors observées au MEB avant de polir de nouveau pour observer une nouvelle inclusion. Comme il y a peu de particules dans la version STD, cette méthode est très laborieuse. De plus, un décollement de la couche de nickel électro-déposée peut se produire lors de la découpe. Par conséquent, la couche d'oxyde n'est pas bien protégée et les particules peuvent être endommagées lors des étapes suivantes. C'est pourquoi, une autre méthode a été mise en place.

Des coupes transverses ont été réalisées à l'aide d'un FIB au laboratoire du Centre de Mise En Forme de Matériaux (CEMEF) à Sophia Antipolis. Pour commencer, les échantillons sont tiltés à 55° et un dépôt de platine sur le carbonitride choisi est effectué aux électrons puis un dépôt aux ions est réalisé pour une obtenir une couche plus épaisse. Ensuite, la première découpe est réalisée assez loin de l'inclusion à une intensité de courant élevée. Cette intensité est diminuée progressivement pour améliorer l'état de surface jusqu'à atteindre la particule. Le polissage est ensuite affiné jusqu'à la section choisie pour diminuer l'effet rideau. Pour finir, les images sont post-traitées sur Fiji.

## 2.4 Conclusion

Le plan expérimental et les moyens à disposition ont été exposés dans ce chapitre. Plusieurs nuances de l'AD730<sup>TM</sup> ont été choisies pour cette étude : la version standard (STD) et une version enrichie en carbone (HC). Seules les microstructures grains fins seront étudiées à l'exception de quelques essais sur monograin STD. La région du disque étudiée est la zone de l'alésage car elle est principalement sollicitée en fatigue pure.

Les différentes microstructures et populations d'inclusions non métalliques sont caractérisées afin d'analyser correctement les résultats des essais mécaniques. Les propriétés en fatigue sont étudiées à 450°C et 700°C. Afin de découpler les effets de l'environnement de ceux intrinsèques au chargement de fatigue, des essais sous vide ont également été réalisés. Des essais d'oxydation statique sont faits avec l'objectif d'étudier l'influence de la température et du temps d'exposition à l'oxydation sur les inclusions afin de mieux comprendre les mécanismes d'amorçage de fissures.

Ces mécanismes d'amorçage de fissures sont également étudiés à l'aide des essais de traction in-situ dans la chambre d'un MEB. Ils vont permettre d'observer à l'état initial les inclusions et de définir une plage de déformation et de contrainte nécessaire pour fissurer les inclusions sous chargement monotone, à température ambiante et sous vide. Les mécanismes d'endommagement des inclusions sont également étudiés avec des analyses EBSD.

Les seuils de propagation sont déterminés sous air et sous vide afin d'estimer les durées de vie en propagation de fissure et d'analyser les conséquences d'un amorçage de fissures précoce.

## Chapitre 3

# Microstructures initiales et caractérisation des inclusions présentes dans l'AD730<sup>TM</sup>

L'état initial des microstructures des alliages étudiés (STD, HC et SX) avant essai est caractérisé. Pour rappel, les lingots initiaux de l'AD730<sup>TM</sup> STD et HC n'ont pas été élaborés de manière identique (tailles et refusions effectuées différentes). Les détails ainsi que les traitements thermiques associés à chaque matériau ont été donnés au paragraphe 2.1.1.

### 3.1 Microstructures initiales

#### 3.1.1 Compositions chimiques des précipités primaires et des espaces inter-précipités primaires

Afin de vérifier les compositions chimiques des alliages STD et HC, des analyses EDS ont été réalisées sur les précipités primaires ainsi que dans les espaces inter-précipités primaires (composés de la matrice  $\gamma$  et des précipités secondaires  $\gamma'_{II}$ ). Les précautions nécessaires ont été prises pour pouvoir faire de l'analyse quantitative soignée (cf. paragraphe 2.2.2). Les spectres obtenus sont donnés en Figures 3.1 et 3.2.

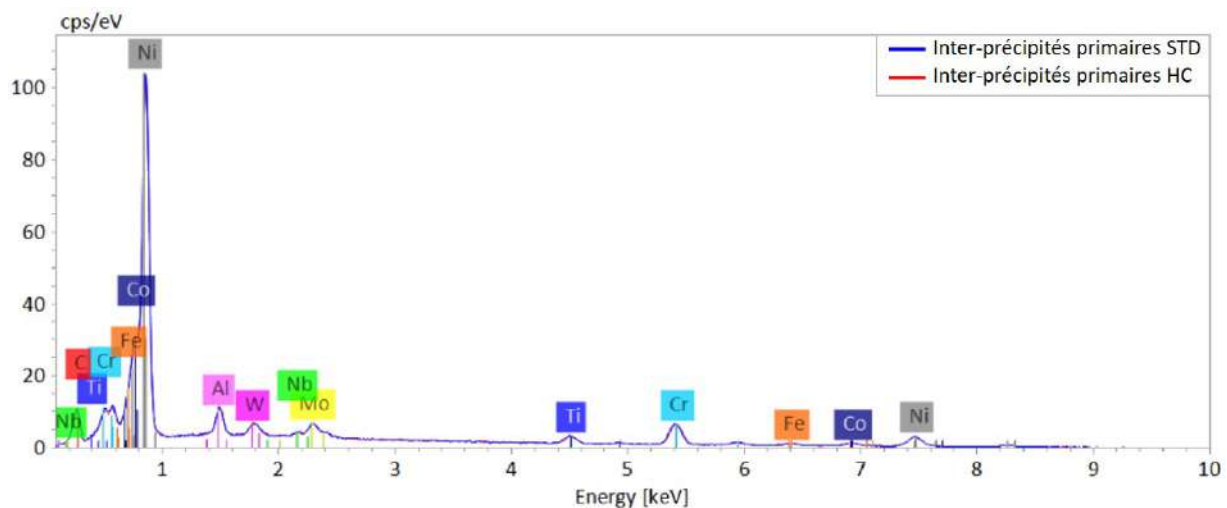


FIGURE 3.1 – Spectres EDS des espaces inter-précipités primaires des alliages STD et HC



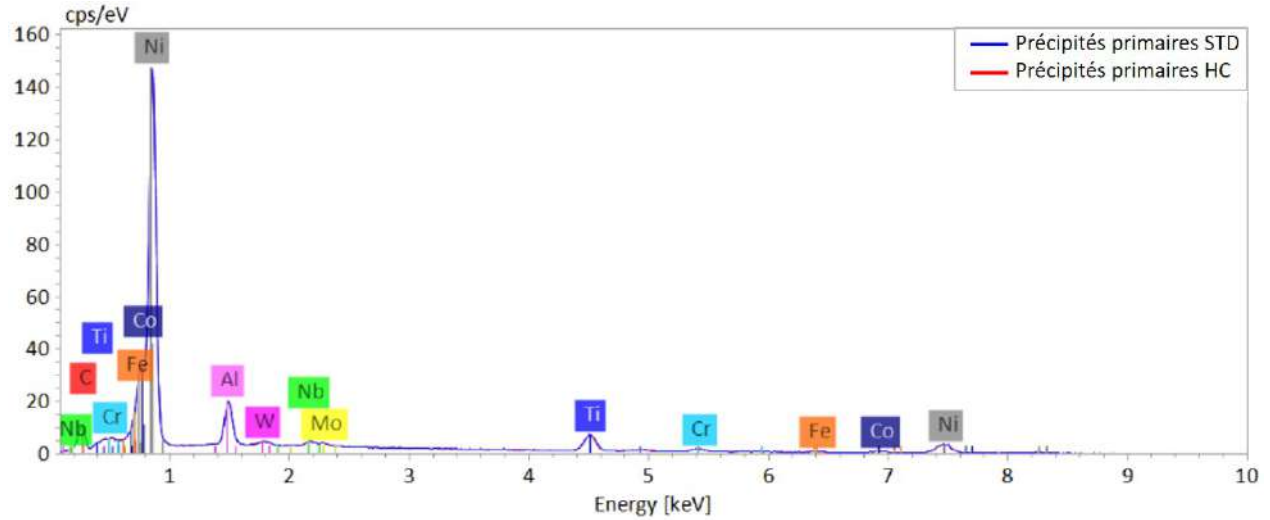


FIGURE 3.2 – Spectres EDS des précipités primaires des alliages STD et HC

Que ce soit pour la composition chimique des précipités  $\gamma'_I$  ou des espaces inter-précipités primaires, les spectres des alliages STD et HC se superposent très bien. Leur chimie est donc très proche. Les résultats de l'analyse quantitative comparés aux teneurs fournies par Aubert & Duval sont donnés en Table 3.1. Les valeurs obtenues sont bien dans les plages fournies par l'élaborateur.

Element		Ni	Cr	Mo	W	Al	Co	Ti	Nb	Fe	B	Zr	C
STD/ HC Ref	(wt.%) min/max	Base	15/17	2.5/3.5	2/3	2/2.6	8/10	3.2/3.8	0.8/1.4	3/5	0.005/0.03	0.01/0.05	0/0.02 (STD) 0.07/0.11 (HC)
STD EDS	(wt.%)	71.4	17.3	3.2	2.6	2.1	8.4	3.3	0.9	3.9	N/Q	N/Q	N/Q
STD HC	(wt.%)	70.1	16.9	3.2	2.8	2.2	8.1	3.3	0.7	3.6	N/Q	N/Q	N/Q

TABLE 3.1 – Résultats de l'analyse quantitative de la teneur en éléments des espaces inter-précipités primaires des nuances STD et HC comparés aux compositions chimiques fournies par Aubert & Duval.

### 3.1.2 Caractérisation des populations de précipités

Ces caractérisations ont été faites sur des petits pions (Figure 2.3.c) attaqués à l'eau régale. Les images prises au MEB-FEG présentées en Figure 3.3 montrent que la population de précipités est bimodale dans les trois nuances étudiées.

Les précipités primaires ont une taille moyenne d'environ  $1.6 \pm 1.4 \mu\text{m}$  et  $0.9 \pm 0.6 \mu\text{m}$  de diamètre équivalent pour l'AD730<sup>TM</sup> STD et HC, respectivement (Figures 3.4.a et 3.4.c). Ils correspondent à environ 10% et 7% de la fraction surfacique, respectivement. Les précipités secondaires sont sphériques et beaucoup plus petits. Ils ont la même taille dans les deux versions polycristallines de l'alliage : environ  $20 \pm 16 \text{ nm}$  de diamètre pour une fraction de surface de 30% et 35% pour les nuances STD et HC, respectivement (Figures 3.4.b et 3.4.d). La fraction surfacique totale des précipités est donc d'environ 40% dans l'AD730<sup>TM</sup>.

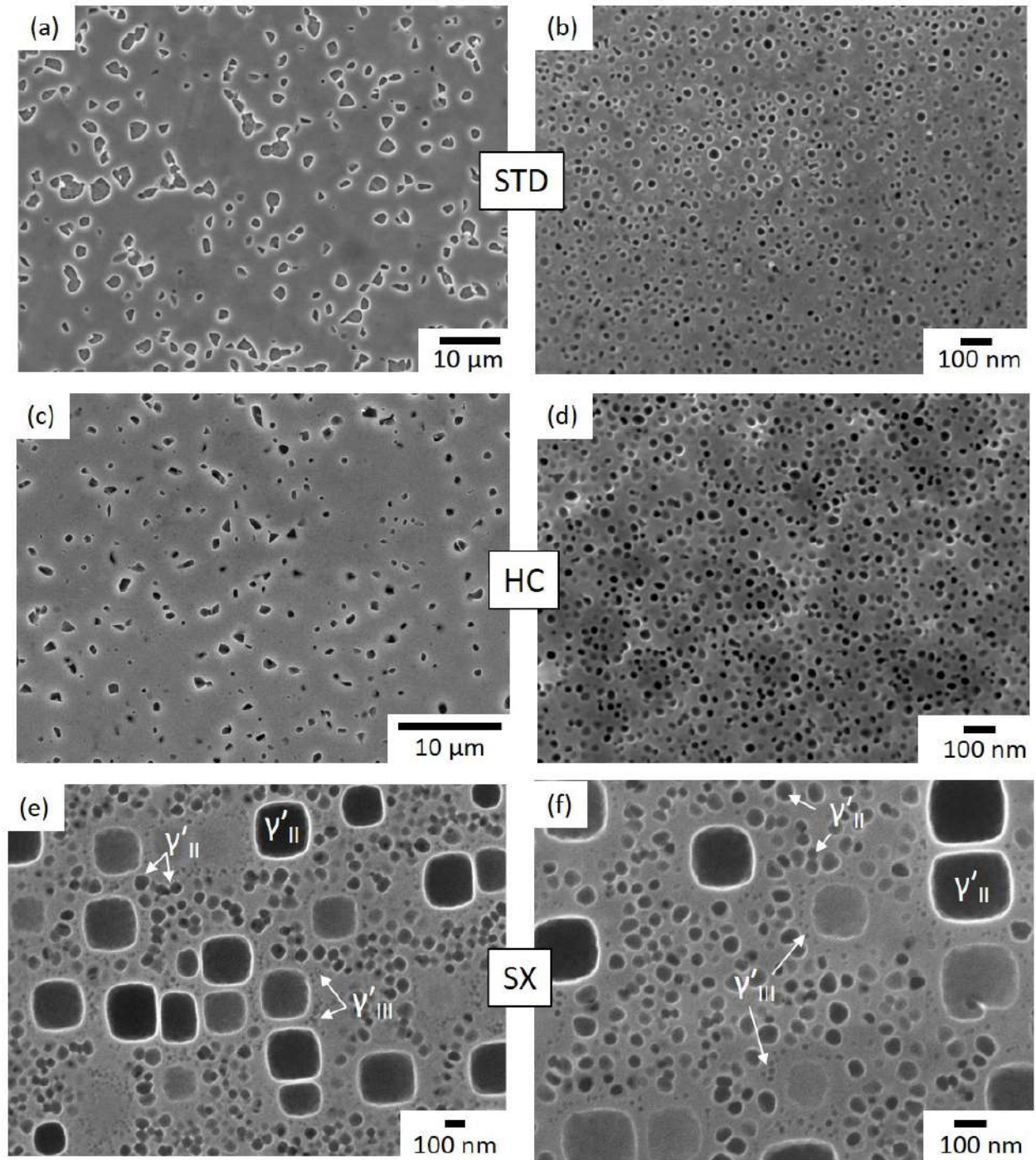


FIGURE 3.3 – Images au MEB-FEG en mode SEI des précipités primaires dans les alliages (a) STD et (c) HC, des précipités secondaires dans les alliages (b) STD et (d) HC. (e) Microstructure de la version SX montrant deux populations de précipités secondaires et une de précipités tertiaires.

En ce qui concerne l'alliage SX, trois tailles de précipités sont observées. Pour rappel, le traitement thermique mis en place pour la version monogranulaire est différente que pour les versions polycristallines (cf. Figure 2.4). En effet, la mise en solution se fait à une température supérieure ou égale à 1180°C (1180°C/24h + 1200°C/24h), ce qui est supérieur à la température du solvus des précipités  $\gamma'$  ( $T_{solvus\gamma'} \sim 1100^\circ\text{C}$ ). Par conséquent, les primaires sont dissous lors de la mise en solution. Il y a donc deux populations de secondaires et une de tertiaires. Les plus gros précipités  $\gamma'_{II}$  sont de forme cuboïdale de côté moyen de 0.2  $\mu\text{m}$  pour une fraction de surface d'environ 13%. Ils se forment lors du palier à 1080°C pendant 1h. Les plus petits précipités  $\gamma'_{III}$  sont sphériques de diamètre moyen de 44 nm et de fraction surfacique d'environ 25%. Les précipités  $\gamma'_{III}$  sont plus difficiles à mesurer de par leur petite taille. Ils sont sphériques et ont une taille inférieure à 16 nm.

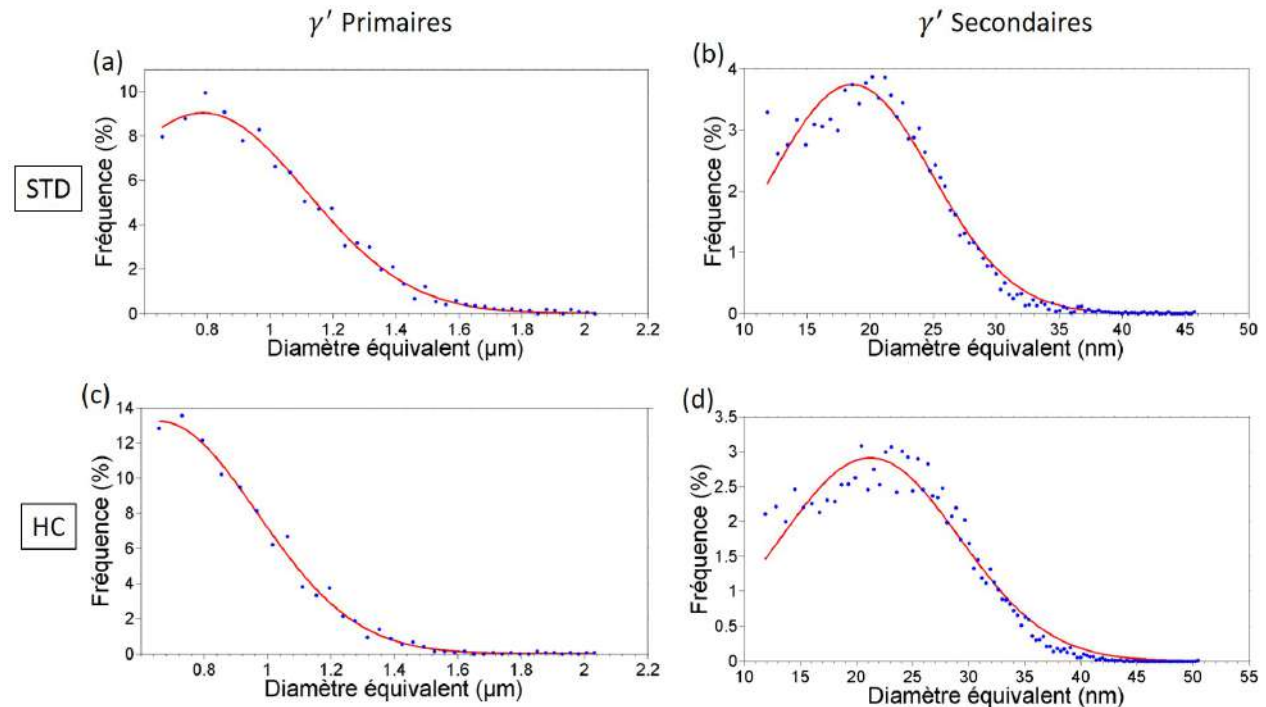


FIGURE 3.4 – Distributions des tailles de précipités primaires pour les alliages (a) STD et (c) HC et secondaires pour les alliages (b) STD et (d) HC.

### 3.1.3 Taille de grains

Des cartographies EBSD ont été effectuées pour obtenir la taille de grains. La Figure 3.5 donne les cartes d'orientation du type IPF (Inverse Pole Figure) où le pixel est colorisé selon l'orientation du cristal parallèle à la normale de l'échantillon et où les macles sont considérées comme des grains. La Figure 3.6 donne les cartographies où les macles ne sont cette fois-ci pas considérées. Pour obtenir ces dernières cartographies, les grains ont été reconstruits en associant les macles aux grains parents. Bien que dans la réalité les macles sont présentes dans la microstructure, il peut être intéressant de ne pas les considérer. En effet, les bandes de glissement traversant tout le grain lors d'une déformation à basse température pour cette classe d'alliage ( $T \leq 700^\circ\text{C}$ ) (cf. Section 7.2), la distribution de tailles de grains "démaclés" semble pertinente pour l'analyse des mécanismes d'amorçage de fatigue. Il est ainsi plus judicieux de considérer le diamètre des grains parents pour analyser les mécanismes d'amorçage lors des essais de LCF par exemple (cf. Chapitre 8).

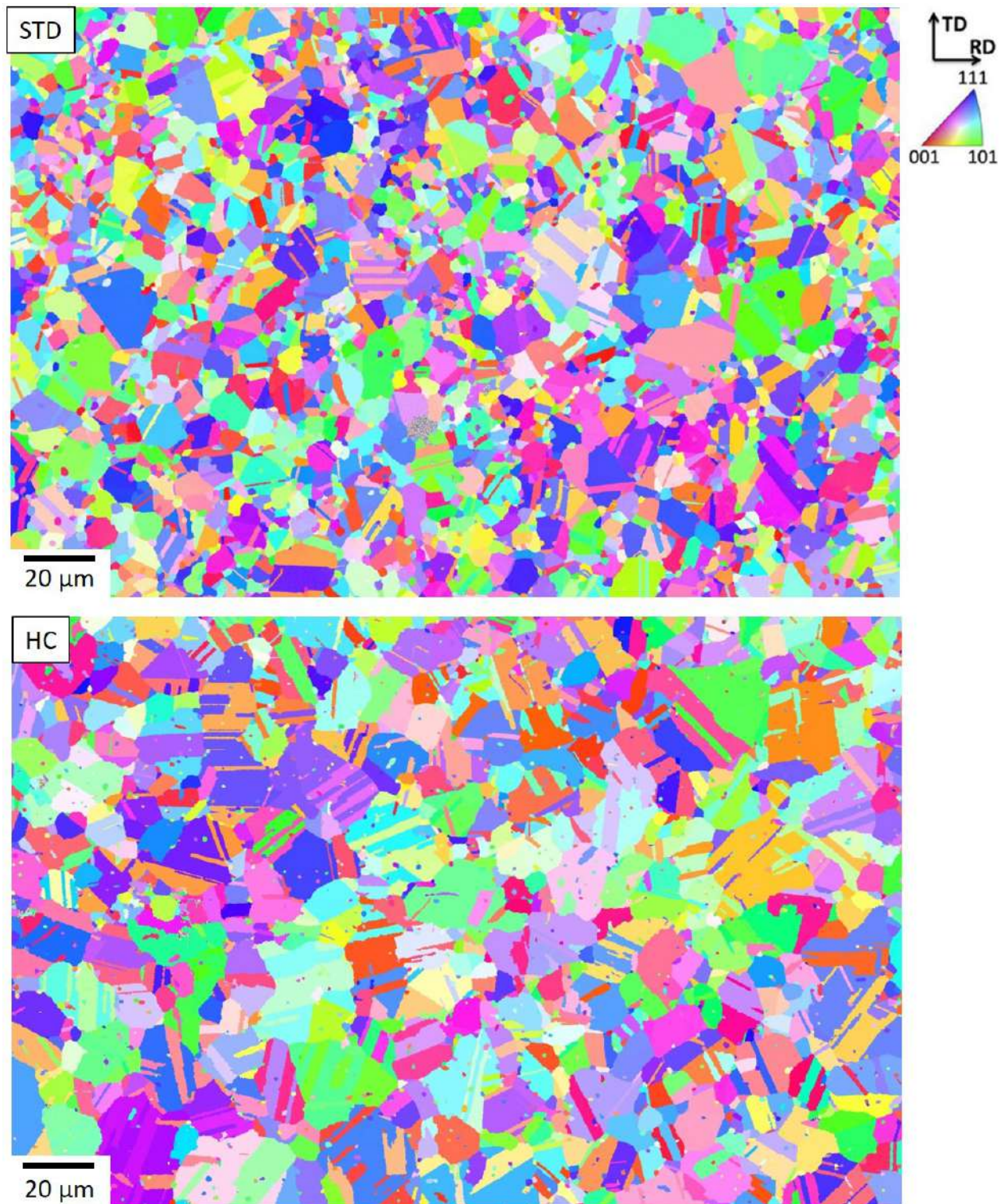


FIGURE 3.5 – Cartographies EBSD avec macles des orientations cristallographiques des alliages STD et HC.

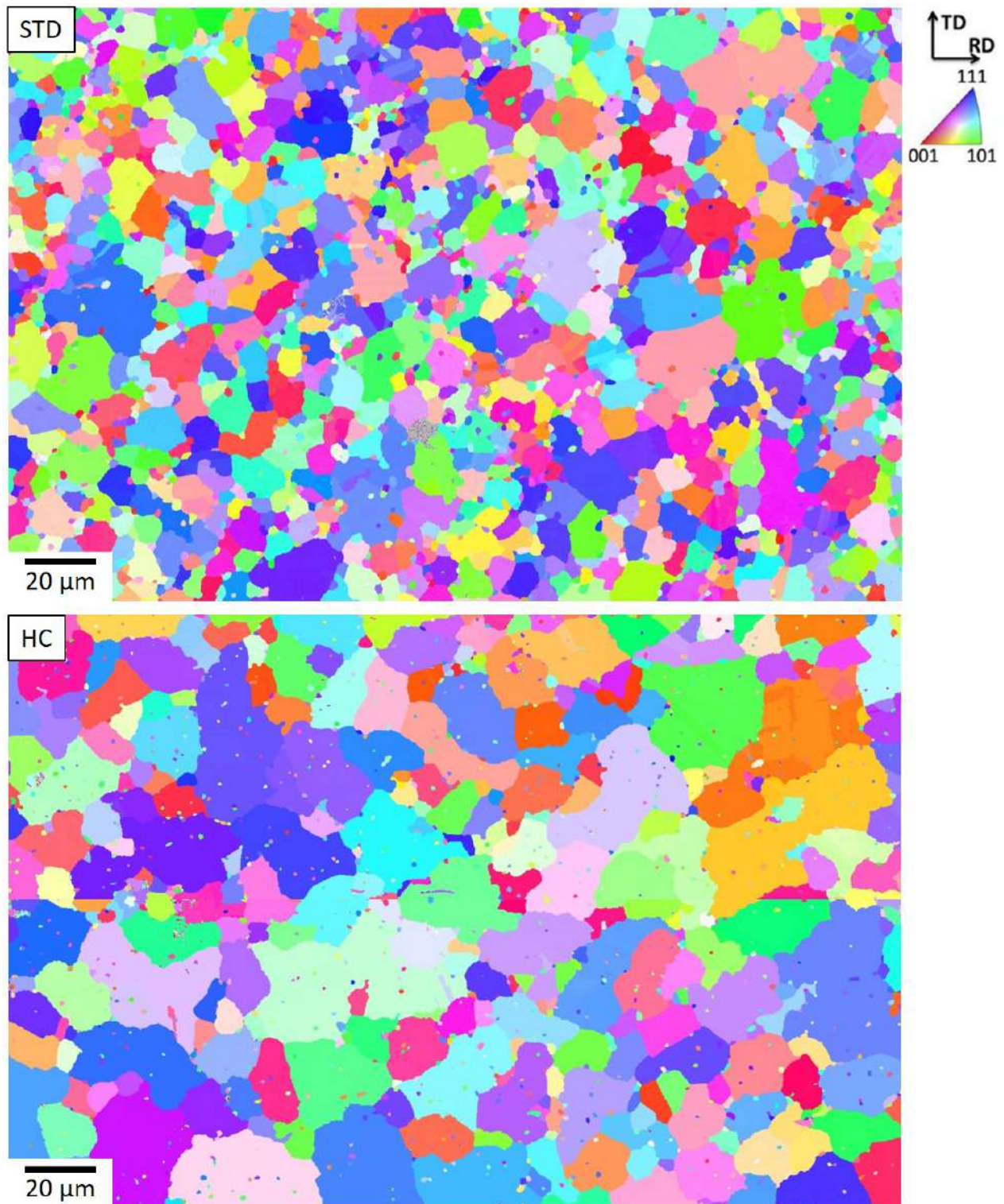


FIGURE 3.6 – Cartographies EBSD sans macles des orientations cristallographiques des alliages STD et HC.

Les distributions de taille de grains en considérant les macles comme étant des grains sont données en Figures 3.7.a pour les versions STD et HC. La Figure 3.7.b donne les distributions quand les macles ne sont pas considérées. Comme vu en Figure 3.4, les précipités primaires ont une taille inférieure ou égale à 1.8  $\mu\text{m}$  et 1.6  $\mu\text{m}$  pour les alliages STD et HC, respectivement. Les grains de tailles inférieures à ces seuils ont donc été retirés des distributions de taille de grains. Dans le cas où les macles sont analysées, la taille moyenne est d'environ 6  $\mu\text{m}$  et 9.1  $\mu\text{m}$  et les plus gros grains mesurés sont d'environ 20  $\mu\text{m}$  et 27  $\mu\text{m}$  pour l'AD730<sup>TM</sup> STD et HC, respectivement. Quand les macles sont retirées de l'analyse, les grains ont une taille moyenne d'environ 10  $\mu\text{m}$  et 20  $\mu\text{m}$  et les plus gros grains ont un diamètre d'environ 25  $\mu\text{m}$  et 40  $\mu\text{m}$  pour les nuances STD et HC, respectivement. Dans les deux cas, la taille de grains est supérieure pour la version HC. Dans la suite du manuscrit, les grains seront mesurés comme s'il n'y avait pas de macles.

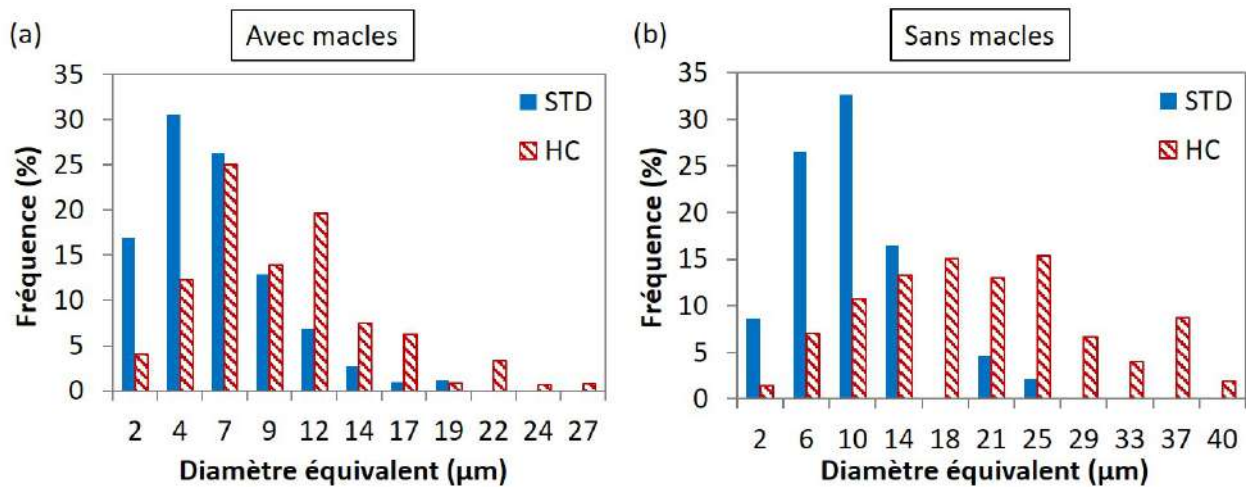


FIGURE 3.7 – Distributions de taille de grains des alliages STD et HC quand les macles sont (a) analysées et (b) non analysées.

### 3.1.4 Taille des pores dans l'alliage SX

Des pores de mise en solution sont présents dans la version SX (Figure 3.8.a). Ils apparaissent relativement sphériques dans ce plan de coupe (ils ne le sont pas en réalité (cf. Paragraphe 9.1.1)) et ont une taille comprise entre 10 et 82  $\mu\text{m}$  de diamètre pour une moyenne d'environ 35  $\mu\text{m}$ . Leur distribution de taille est donnée en Figure 3.8.b. Elle a été obtenue en traitant une image prise à la binoculaire à faible grossissement selon le protocole détaillé au paragraphe 2.2.1.

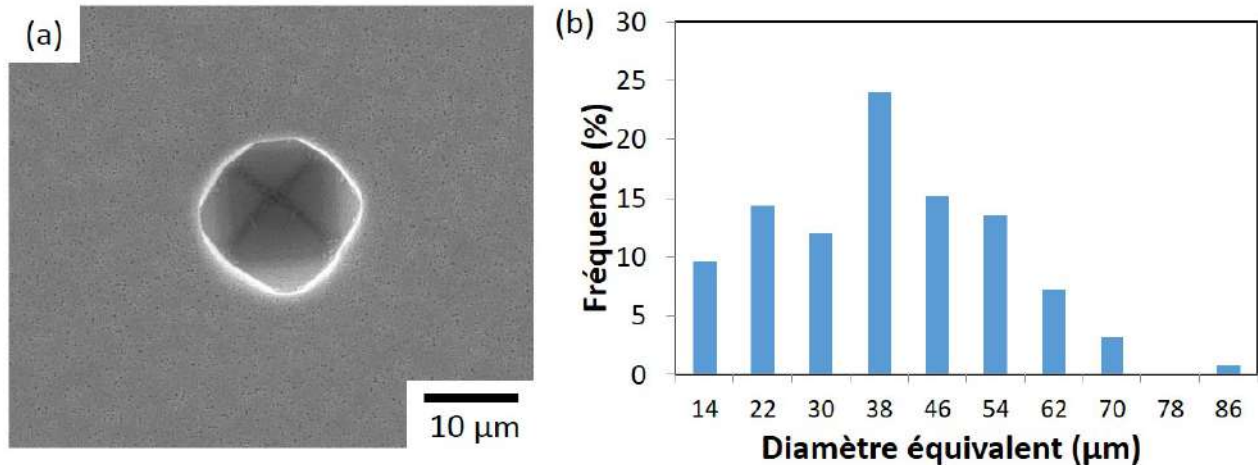


FIGURE 3.8 – (a) Image MEB-FEG en mode SEI d'un pore de mise en solution dans la version SX. Echantillon attaqué à l'eau régale et (b) la distribution de taille.

## 3.2 Caractérisation des inclusions non métalliques

La composition chimique des inclusions, leur taille ainsi que leur distribution spatiale sont caractérisées dans cette section.

### 3.2.1 Nature et composition chimique

#### Observations préliminaires au MEB

Afin de distinguer plusieurs populations, les inclusions ont été observées au préalable au MEB en mode BSE sur différentes finitions de polissage. Pour l'AD730<sup>TM</sup> STD, les éprouvettes polies électrolytiquement ont montré des petites particules très brillantes en forme de demi-lune de diamètre compris entre 1 et 2 µm (Figure 3.9.a). Celles-ci ne sont pas visibles avec la finition polie miroir étant donné qu'elles ont le même contraste que la matrice. Une étude préliminaire a montré que ces particules sont des borures de type  $M_3B_2$  riches en titane, niobium et molybdène [82]. Un autre type d'inclusions a également été observé. Certaines sont de la même taille que les borures et d'autres sont beaucoup plus grandes. Elles sont composées de deux éléments contrastés par rapport à la matrice : un cœur au contraste foncé et une gangue fine qui l'entoure plus claire (Figures 3.9.b et 3.9.c).

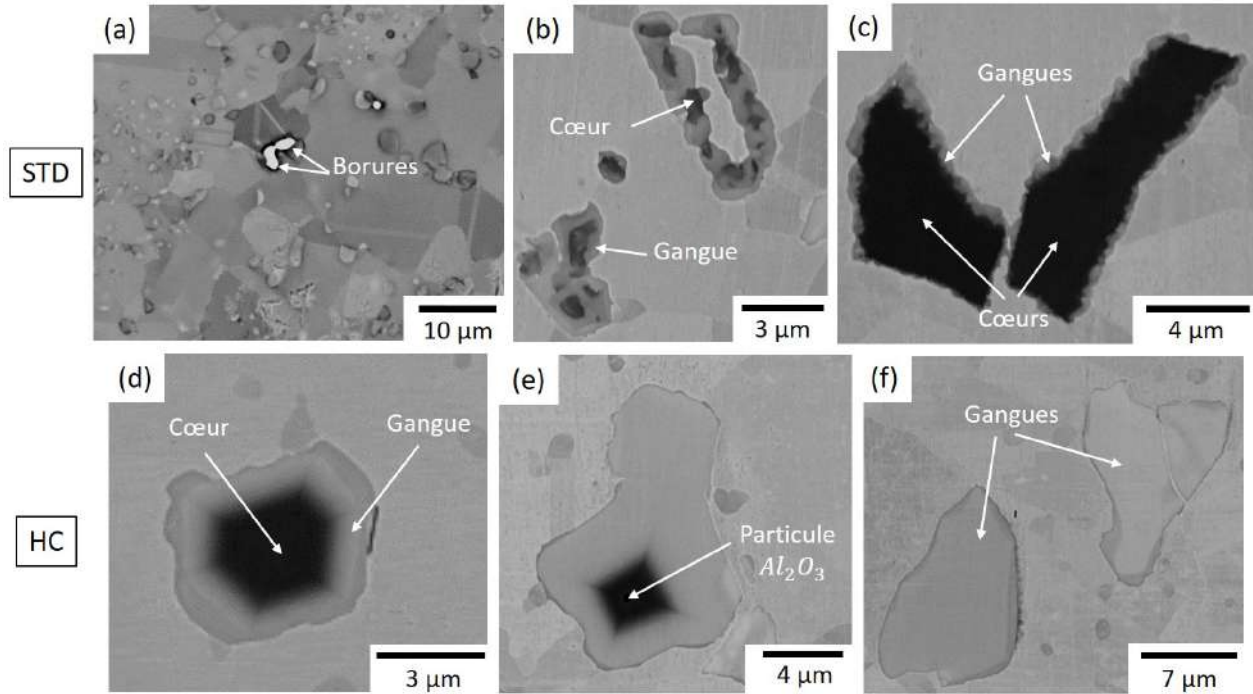


FIGURE 3.9 – Images MEB en mode BSE des inclusions présentes dans l'AD730<sup>TM</sup> STD et HC. (a) Borures, (b) petites et (c) grandes inclusions présentant un cœur et une gangue dans la nuance STD. Inclusions ayant un cœur et une gangue (d) sans et (e) avec une particule noire dans le cœur et (f) particules interceptées à la surface dans la gangue.

Des particules similaires ont été observées dans la version HC à l'exception que la gangue est significativement plus large (Figures 3.9.d et 3.9.e). De plus, certaines particules présentent dans le cœur une petite particule sphérique noire (Figure 3.9.e). Il est difficile de savoir si elles sont en réalité présentes dans tous ou non. Il est également intéressant de noter que les cœurs sont très géométriques avec des coins aigus (Figures 3.9.d et 3.9.e). Par ailleurs, des contrastes sont visibles au sein des gangues. Les analyses EDS de ces hétérogénéités sont présentées dans la section suivante.

En surface, certaines inclusions n'ont qu'un seul contraste plus clair (Figure 3.9.f). Il est cependant possible qu'elles soient de la même nature que les précédentes. En effet, la gangue étant plus large, l'interception avec la surface a une plus grande probabilité de se faire dans celle-ci. Pour le confirmer, des analyses EDS et des coupes transverses ont été effectuées.

**Seules les plus grandes inclusions seront étudiées dans la suite de l'étude.**

### 3.2.2 Par analyse EDS

Les compositions chimiques des inclusions présentes dans les alliages STD et HC ont été obtenues par analyse EDS. Seules les plus grandes particules ont été analysées. Un seul type d'inclusions a été observé dans les deux alliages polycristallins.



### Inclusions dans l'AD730<sup>TM</sup> STD

Les spectres EDS sont donnés en Figure 3.10. La raie K de l'azote interférant avec les raies L du titane et les raies L du Mo avec celles du Nb, les spectres ont été comparés avec ceux des témoins (pris dans les mêmes conditions). Les spectre en Figure 3.10.d a été normalisé autour de la raie L<sub>α</sub> du Nb pour déterminer la présence du Mo. La présence de carbone a quant à elle été évaluée en comparant l'intensité des pics du cœur et de la gangue avec celui de la matrice. Il est alors possible de déduire qualitativement que le cœur des inclusions est riche en Ti et en N avec peut-être très peu de C et les gangues riches en Ti, Nb, W, Mo et C. Il est important de noter que des analyses EDS ont été réalisées pour plusieurs inclusions et que les spectres des cœurs et des gangues se superposent parfaitement pour les différents cas. Par conséquent, ces inclusions sont composées **d'un nitrure de titane TiN enrobé d'un carbure riche en titane et niobium (Ti, Nb)C contenant également un peu de W et de Mo.**

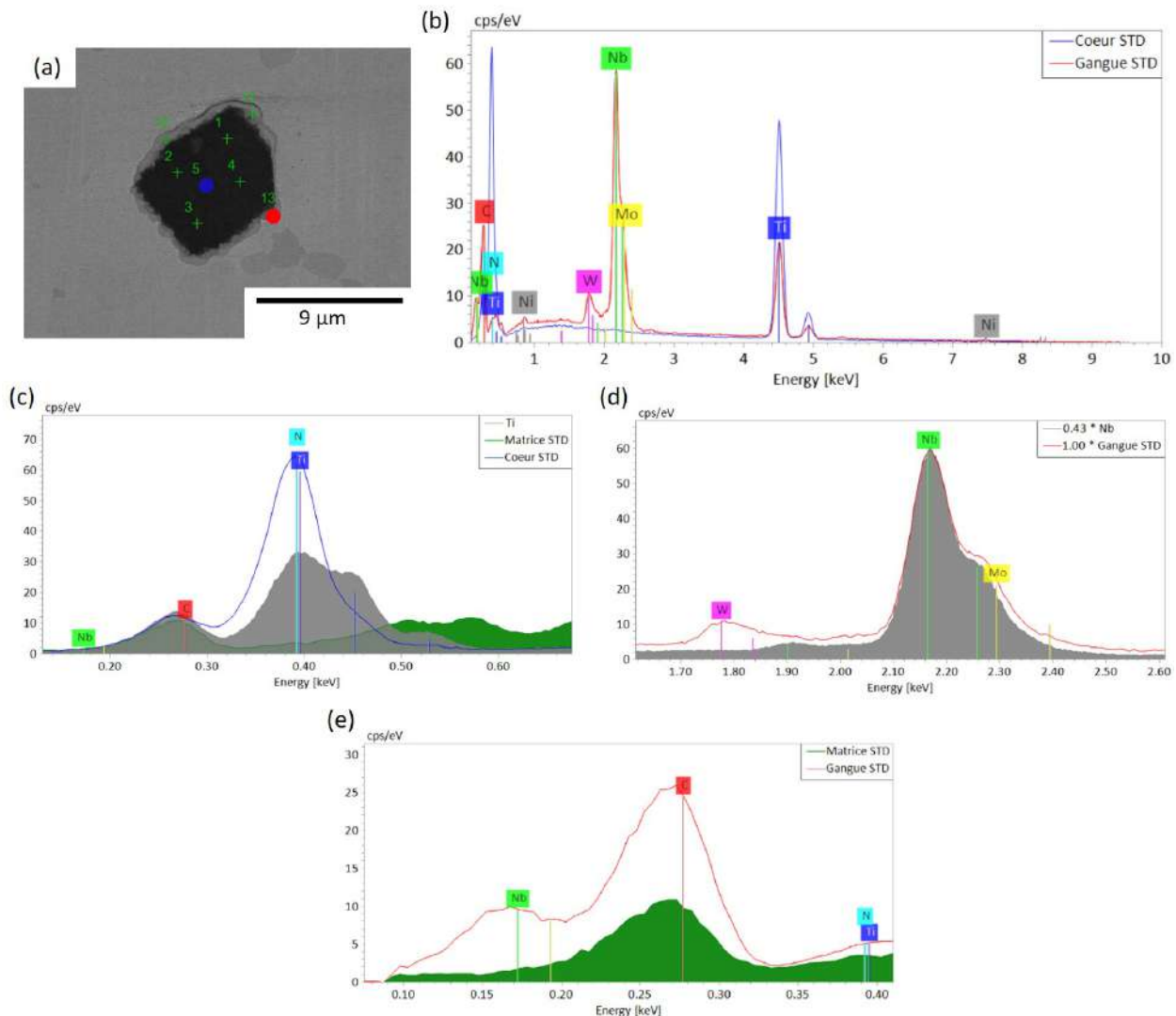


FIGURE 3.10 – (a) Image MEB en mode BSE avec la localisation des pointés EDS sur les inclusions de l'AD730<sup>TM</sup> STD. Spectres EDS (b) du cœur et de la gangue, (c) d'un zoom du spectre du coeur comparé à ceux du témoin de titane pur et à la matrice, (d) d'un zoom du spectre de la gangue comparé à celui du témoin de niobium pur normalisé sur la raie L<sub>α</sub> du niobium et (e) d'un zoom du spectre de la gangue comparé à celui de la matrice.

Les cartographies EDS et le profil des teneurs des différents éléments chimiques en Figure 3.11 illustrent très bien la présence de cette gangue. Il est important de noter que celle-ci est de taille micronique et que les pointés EDS peuvent avoir intercepté la matrice dans le volume. De plus, l'EDS n'est pas adapté à une analyse précise des éléments légers tels que le carbone et l'azote. A cause de ces incertitudes, il a alors été décidé de faire des analyses par sonde atomique tomographique (cf. Paragraphe 3.2.3).

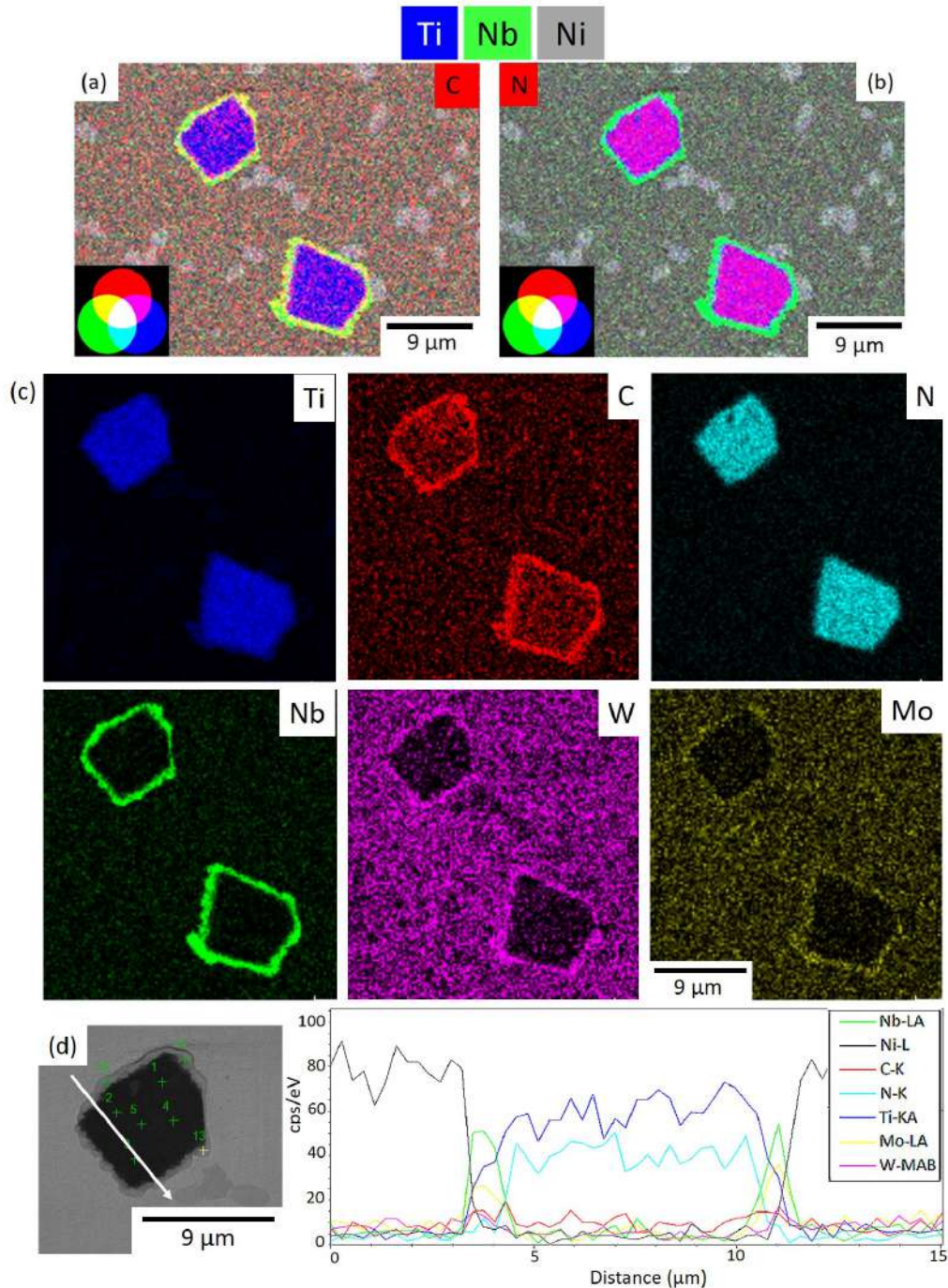


FIGURE 3.11 – Cartographies avec les éléments de titane (bleu), niobium (vert) et nickel (gris) affichés avec le (a) carbone (rouge) et (b) l'azote (rouge). (c) Cartographies des éléments présents dans les inclusions de l'alliage STD. (d) Profils des intensités des raies des éléments chimiques obtenus le long de la flèche.

Pour mieux comprendre la formation de ces inclusions complexes, un diagramme d'évolution de fraction de phase à l'équilibre thermodynamique a été tracé avec le logiciel Thermo-Calc<sup>®</sup>. Il est donné en Figure 3.12. Il indique que lors de la solidification, les nitrures de titane sont les premiers à précipiter (entre environ 1320°C et 1290°C) et ce même en phase liquide. Ensuite, ce sont les carbures riches en titane et en niobium qui précipitent (vers 1290°C). Ce diagramme montre donc que les nitrures de titane servent vraisemblablement de sites de germination aux carbures riches en titane et en niobium. Ceci est en accord avec les analyses MEB et EDS. Il est néanmoins très important de rappeler que ce diagramme ne donne que des tendances étant donné que les effets cinétiques sont totalement négligés.

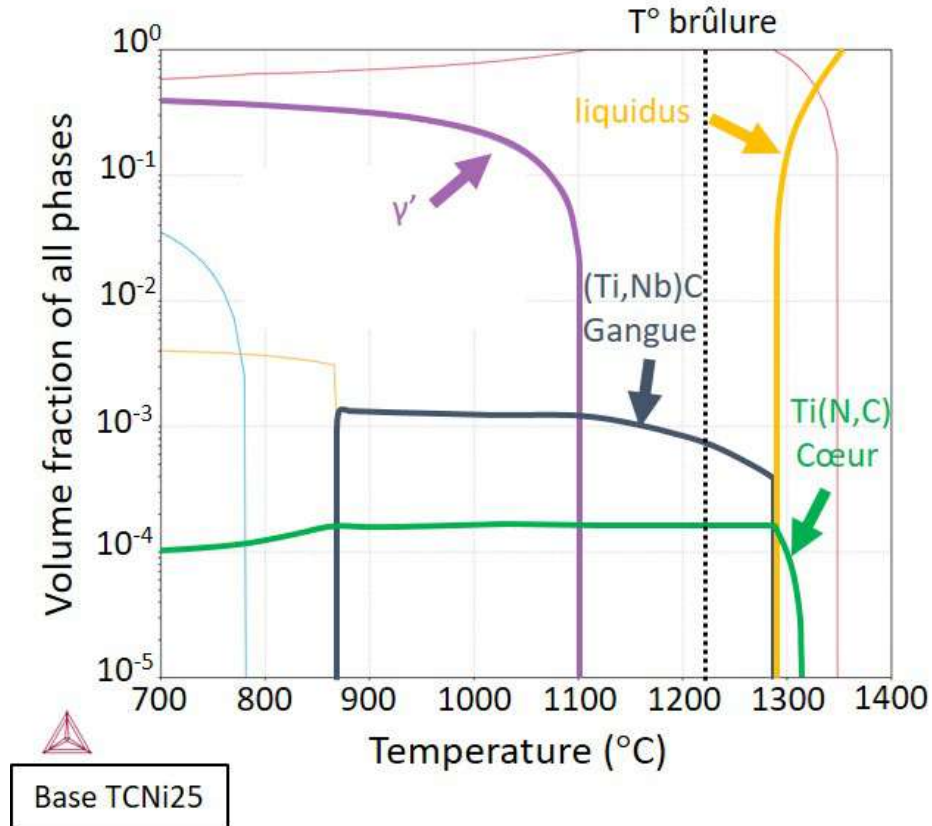


FIGURE 3.12 – Diagramme Thermo-Calc<sup>®</sup> dans la base TCNi25 pour l'alliage STD.

### Inclusions dans l'AD730<sup>TM</sup> HC

Les mêmes analyses que pour les inclusions présentes dans l'AD730<sup>TM</sup> STD ont été réalisées pour la version HC. Les spectres EDS types d'une inclusion contenant une particule noire dans le cœur ainsi que les comparaisons avec les témoins et la matrice sont donnés en Figure 3.13. Les particules présentes sont **des carbonitrides de titane et niobium (Ti, Nb)(C, N) enrobés d'un carbure riche en titane et niobium (Ti, Nb)C contenant également un peu de W et de Mo**. Les petites particules sphériques noires présentes dans certains cœurs ont été identifiées comme étant de l'alumine Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Elles ont probablement servi de site de germination aux carbonitrides. De plus, des contrastes sont visibles dans les gangues : certaines zones sont plus claires ou plus foncées. Une légère variation dans la composition chimique a été relevée. En effet, les zones plus claires sont plus riches en W, Mo et Ti et moins riches en Nb (Figure 3.13.d). Des hétérogénéités de chimie au sein des inclusions ont déjà été observées dans d'autres alliages (cf. section 1.2.1).

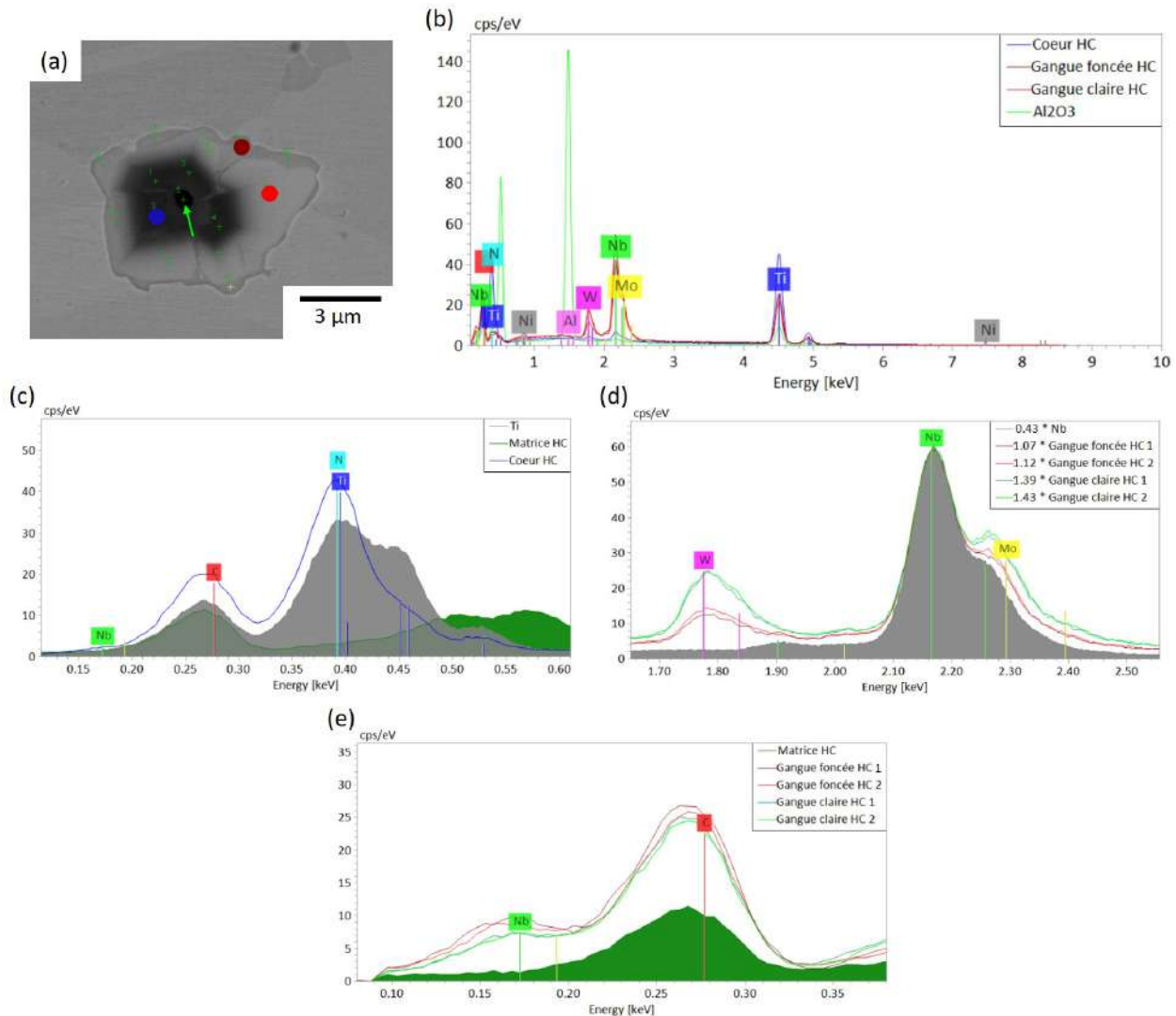


FIGURE 3.13 – (a) Image MEB en mode BSE avec la localisation des pointés EDS sur les inclusions de l'AD730<sup>TM</sup> HC. Spectres EDS (b) du cœur et de la gangue, (c) d'un zoom du spectre du coeur comparé à ceux du témoin de titane pur et à la matrice, (d) d'un zoom du spectre de la gangue comparé à celui du témoin de niobium pur normalisé sur la raie L<sub>α</sub> du niobium et (e) d'un zoom du spectre de la gangue comparé à celui de la matrice.

La chimie des différentes inclusions présentes dans l'alliage HC sont comparées en Figure 3.14. La chimie des cœurs qui contiennent une particule d'alumine est équivalente à ceux qui n'en ont pas. La chimie des gangues est également similaire, notamment pour les zones au contraste plus foncé. Concernant les zones claires, une plus grande variabilité est visible entre les différents types d'inclusions.

De plus, comme vu précédemment, l'image d'électrons rétrodiffusés de certaines inclusions ne présente que les niveaux de gris des gangues, sans cœur sombre (Figure 3.9.f). Les spectres EDS montrent que la chimie est identique à la gangue des autres inclusions. L'hypothèse qu'elles aient un cœur mais que l'interception avec la surface se soit faite dans la gangue semble plausible. Pour le confirmer, des coupes transverses ont été effectuées. Les résultats sont présentés au Paragraphe 5.1.3.

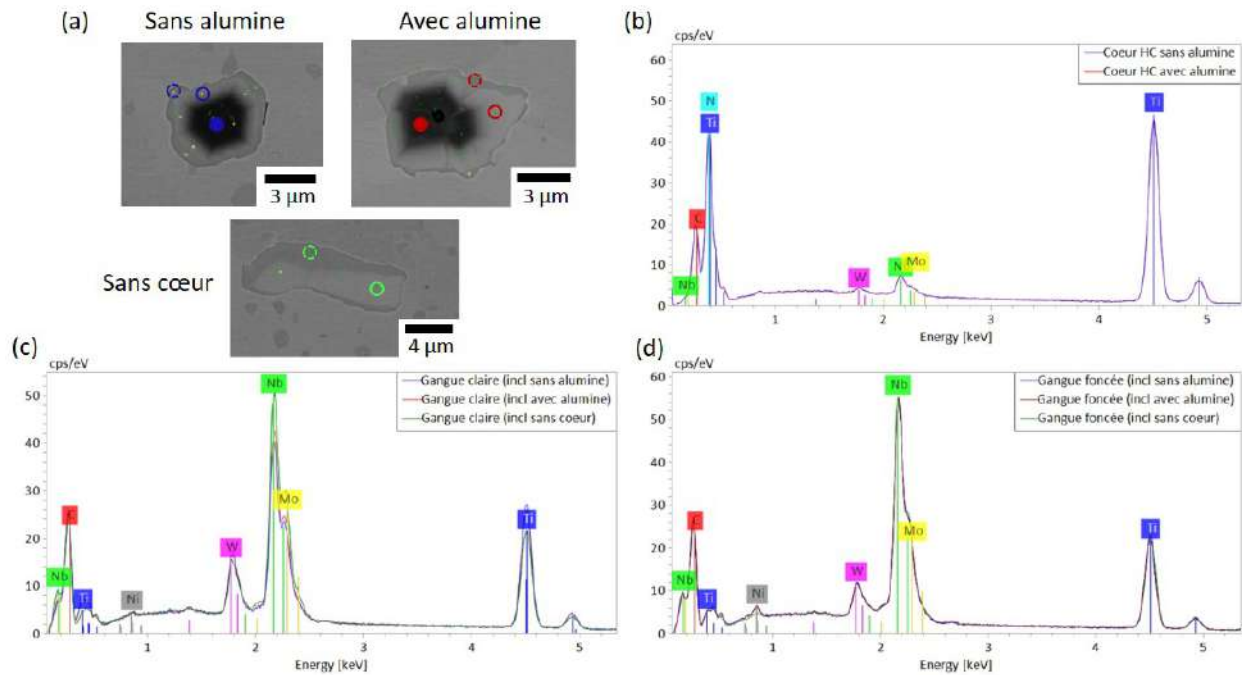


FIGURE 3.14 – (a) Images MEB en mode BSE des 3 types d'inclusions présents dans l'AD730<sup>TM</sup> HC (symboles pleins : cœurs, symboles vides en continu : gangues claires et symboles vides en pointillé : gangues foncées). Comparaisons des spectres EDS (zoom) de ces inclusions pour les (b) cœurs et les gangues (c) foncées et (d) claires.

La figure 3.15 donne les cartographies associées à deux inclusions dont le cœur est visible. Ces deux inclusions semblent avoir leur gangue fusionnée entre elles. Il est donc difficile de distinguer la limite entre les deux particules. Néanmoins, la présence de deux cœurs bien distincts – dont l'un comporte une particule d'alumine et l'autre non – confirme qu'il y avait initialement deux inclusions. La particule d'alumine est également bien visible sur les cartographies et le profil 1 en Figure 3.15.e.

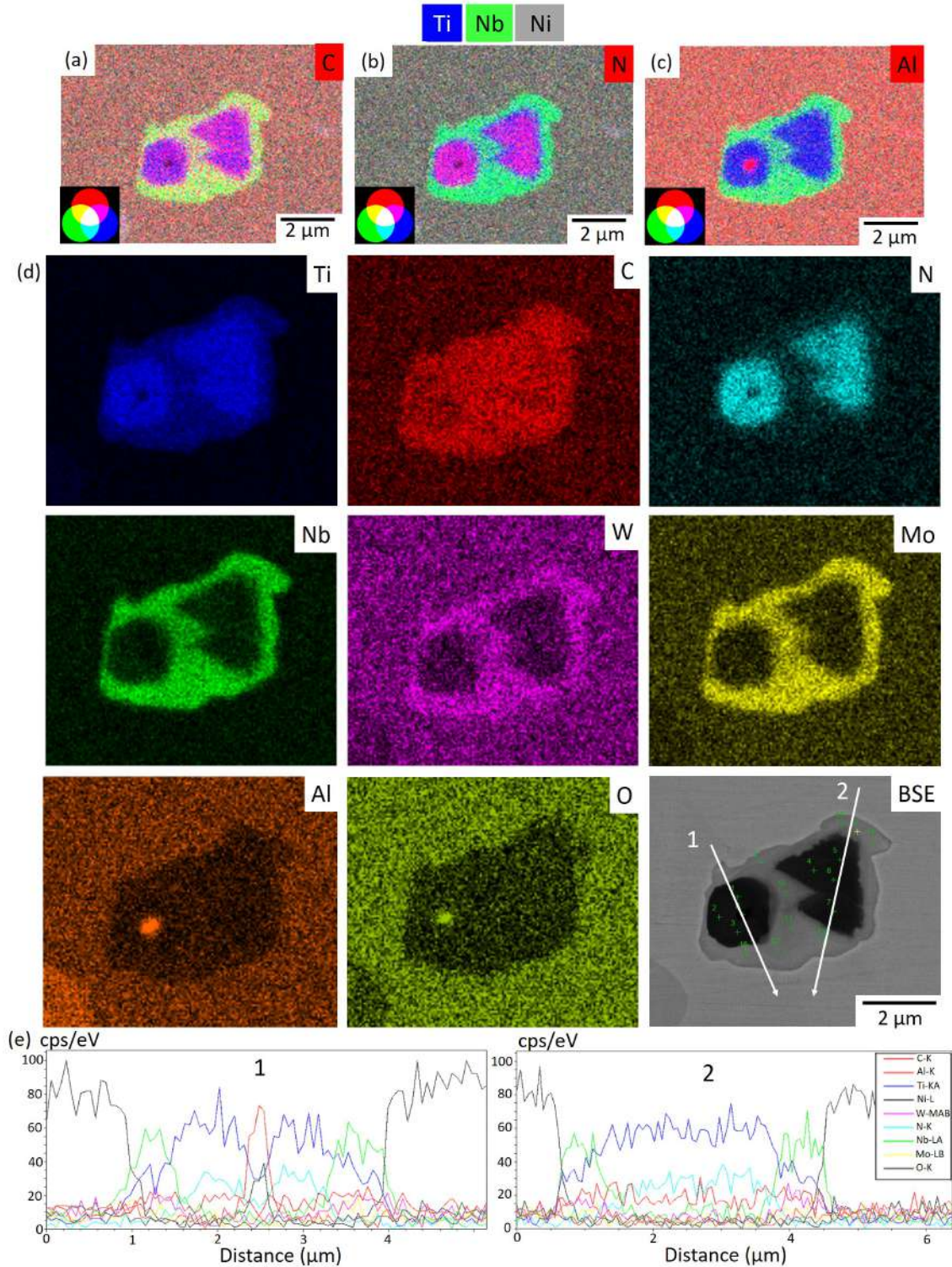


FIGURE 3.15 – Combinaison de cartographies avec les éléments de titane (bleu), niobium (vert) et nickel (gris) affichés avec le (a) carbone (rouge), (b) l'azote (rouge) et (c) l'aluminium (rouge). (d) Cartographies des éléments présents dans les inclusions de la nuance HC. (e) Profils des intensités des raies des éléments chimiques obtenus le long des flèches.

Le diagramme d'évolution de fraction de phase à l'équilibre thermodynamique obtenu avec Thermo-Calc<sup>®</sup> est donné en Figure 3.16. Celui-ci est plus difficile à lire que pour l'AD730<sup>TM</sup> STD. En effet, les cœurs et les gangues de la version HC semblent précipiter en même temps lors de la solidification (vers 1320 °C). Les analyses MEB et EDS permettent néanmoins de conclure que ce sont bien les carbonitrides de titane qui précipitent en premier et servent de sites de germination aux carbures riches en titane et en niobium.

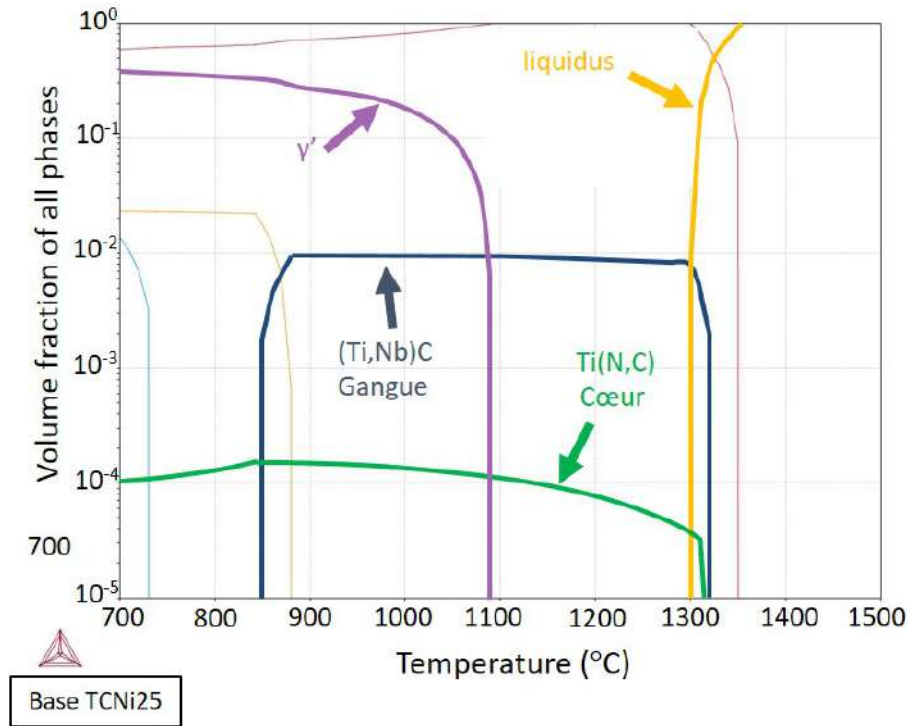


FIGURE 3.16 – Diagramme Thermo-Calc<sup>®</sup> dans la base TCNI25 pour l'alliage HC.

### Comparaisons des inclusions dans les versions STD et HC

Les spectres des inclusions présentes dans l'AD730<sup>TM</sup> STD ont été comparés à ceux obtenus pour la version HC. Les cœurs sont de composition différente de par la présence de Nb et de C dans les cœurs des inclusions de l'alliage HC. Cependant, la composition de la gangue dans l'alliage STD est similaire aux zones foncées de la gangue de la version du HC. **Les inclusions sont donc de nature différente – notamment les cœurs – dans les deux nuances STD et HC.** Cette différence peut être expliquée par :

- la teneur en carbone. En effet, des études ont montré que les TiN s'enrichissent progressivement en C lors de la solidification [83–85]. Les sites occupés par les atomes de C et de N sont semblables dans la structure de maille cubique faces centrées, ils peuvent alors se substituer l'un l'autre. L'alliage HC ayant plus de carbone, les cœurs vont s'enrichir d'une plus forte teneur que pour la nuance STD. De plus, les NbC étant plus stables que les TiC à très haute température, les NbC vont alors précipiter dans les cœurs. Ceci peut expliquer pourquoi la teneur en Nb est plus élevée dans les cœurs des inclusions de la version HC.
- la taille du lingot initial. En effet, la billette de l'alliage HC provient d'un lingot beaucoup plus petit que celui de l'AD730<sup>TM</sup> STD. Par conséquent, il en résulte une structure dendritique plus fine pour la version HC. Le gradient chimique et les degrés de ségrégation sont alors modifiés lors de la solidification et peut entraîner de légères variations dans la chimie, du fait de longueurs de diffusion plus faibles dans la version HC de l'alliage.

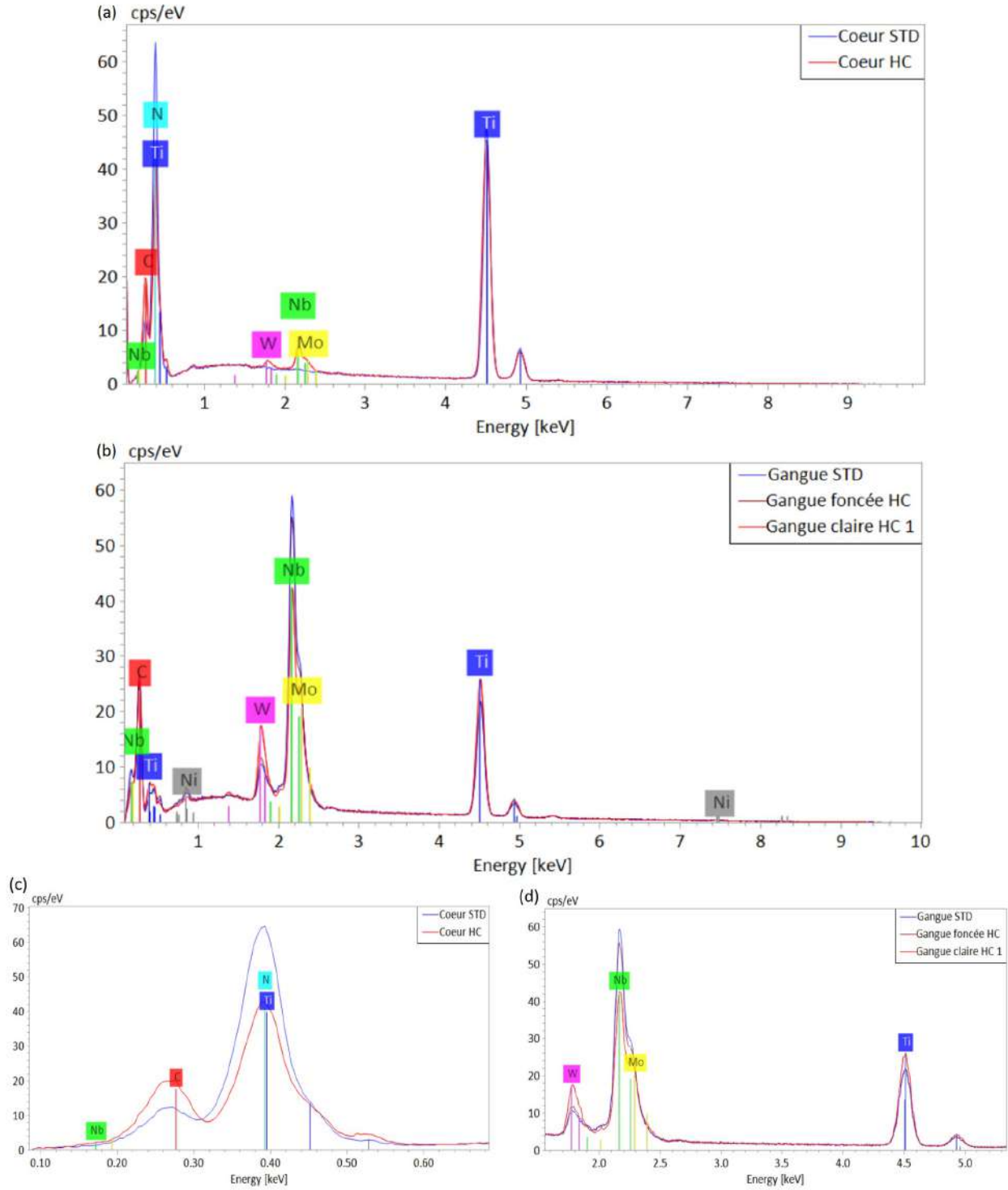


FIGURE 3.17 – Spectres EDS des alliages STD et HC pour les (a) cœurs et (b) les gangues. (c) et (d) sont des zooms des parties d'intérêt des spectres des cœurs et des gangues, respectivement.



### 3.2.3 Analyses par sonde atomique tomographique

Comme vu précédemment, les analyses EDS ne sont pas adaptées à la mesure précise de la teneur des éléments légers. De plus, les gangues présentes dans l'AD730<sup>TM</sup> STD étant très fines, la matrice alentour et/ou le cœur peuvent être interceptés par la cascade électronique (Table 2.2) et parasiter l'analyse de la gangue. Pour plus de précision, des caractérisations par APT ont été réalisées pour les inclusions de l'alliage STD (Figure 3.18). Les compositions chimiques obtenues pour les cœurs et les gangues sont de 44N-51Ti-3C et 13N-28C-47Ti-8Nb-1Mo-1W (at.%), respectivement. Ces résultats permettent de compléter les analyses EDS. **Les inclusions sont donc des carbonitrides de titane Ti(C, N) enrobés de carbonitrides riches en titane, niobium (Ti, Nb)(C, N) contenant un peu de W et de Mo.**

Pour finir, la stœchiométrie associée à la gangue ne correspond pas tout à fait à un type M(C, N). En effet, le rapport  $\frac{[C+N]}{[Ti+Nb]} \approx 0.75 \ll 1$  (contre 0.93 pour le cœur) indique qu'elle n'est pas stœchiométrique.

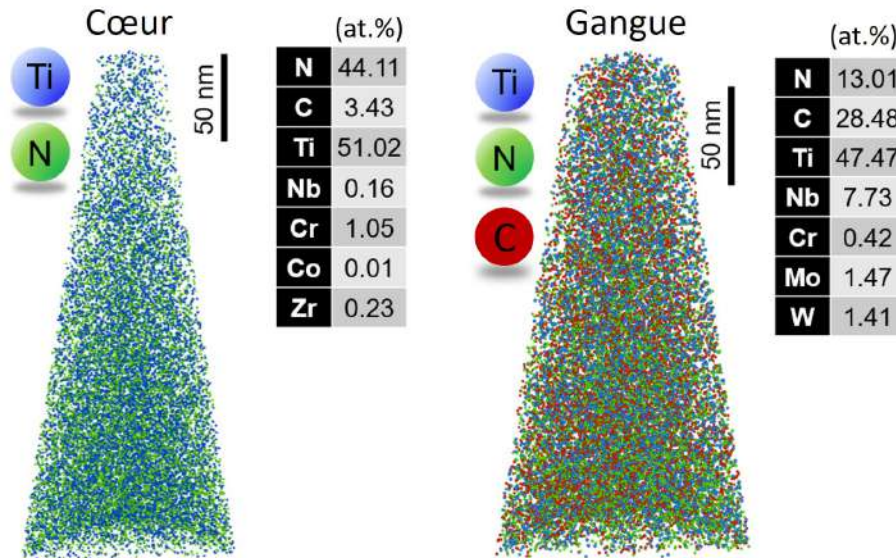


FIGURE 3.18 – Résultats APT pour le cœur et la gangue des inclusions de l'AD730<sup>TM</sup> STD.

### 3.2.4 Distribution de taille et répartition spatiale

#### Pour les alliages STD et HC

Le comptage inclusionnaire piloté par le logiciel MeTiS permet d'obtenir la taille et la position des inclusions sur une surface plane (cf. paragraphe 2.2.3). La condition nécessaire est qu'il y ait un contraste marqué entre la particule et la matrice. Les cœurs sont donc facilement détectés. Ce n'est néanmoins pas le cas des gangues (Figure 3.9). Par conséquent, seuls les cœurs sont mesurés par le logiciel et la distribution de taille est sous-estimée (notamment pour la nuance HC). C'est pourquoi, les inclusions – environ 200 pour chaque matériau – ont été mesurées à la main en utilisant le logiciel Fiji (cf. paragraphe 2.1.2). De par leur morphologie aléatoire, le grand diamètre de Féret a été choisi comme longueur caractéristique des inclusions. Les distributions de taille obtenues pour les alliages STD et HC sont données en Figure 3.19. Les inclusions dans la version STD ont un diamètre de Féret compris entre 2  $\mu\text{m}$  et 28  $\mu\text{m}$  pour une moyenne d'environ 9.5  $\mu\text{m}$ . Celles dans la version HC sont plus petites. Elles sont comprises entre 2  $\mu\text{m}$  et 12  $\mu\text{m}$  pour une moyenne d'environ 5  $\mu\text{m}$ .

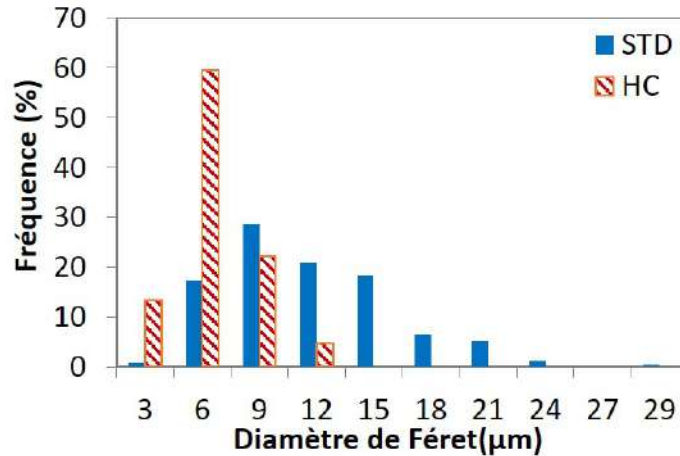


FIGURE 3.19 – Distributions de taille des inclusions dans les alliages STD et HC.

De plus, les inclusions ne présentant qu'un seul contraste dans l'alliage HC ne sont quant à elles pas du tout détectées. Etant présentes en très grand nombre, elles doivent être quantifiées. Afin de les "révéler", une oxydation à 450°C pendant 3h a été effectuée. L'oxydation de ces particules renforce le contraste avec la matrice et elles peuvent alors être détectées pendant l'essai (Figure 3.20). La taille initiale est évidemment altérée par l'expansion volumique induite et les distributions de taille données par le logiciel ne peuvent pas être utilisées. La position obtenue est néanmoins correcte.

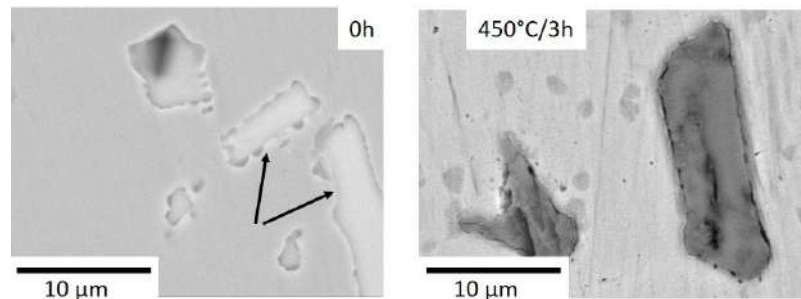


FIGURE 3.20 – Images MEB en mode BSE d'inclusions ne présentant qu'un seul contraste dans la nuance HC (a) avant et (b) après oxydation à 450°C pendant 3h.

Les cartographies tracées en Figure 3.21 donnent la position des inclusions en fonction de leur taille sur une surface de 10.5 mm<sup>2</sup>. Pour ces cartographies, le seuil de détection choisi est de 1 μm. Les inclusions sont considérées en amas s'il y a au minimum 3 particules et qu'elles sont séparées par une distance inférieure à 25 μm (Figure 3.22.a). Cette dernière valeur a été choisie d'après les calculs de *F. Alexandre* pour estimer la distance entre carbures premiers voisins dans un amas dans le cas de l'Inconel 718 [61]. Les alignements sont définis comme étant composés de minimum 3 particules séparées par une distance longitudinale inférieure à 25 μm et une distance transversale inférieure à 10 μm (Figure 3.22.b). Certaines configurations sont comptées en tant qu'amas et en tant qu'alignements. Elles sont donc comptées deux fois par le logiciel. Afin d'éviter les doublons, un code MATLAB<sup>®</sup> a été écrit pour ne les compter qu'en tant qu'alignements. Ainsi 3 amas et 1 alignement ont été trouvés dans la nuance STD contre 133 amas et 211 alignements dans la version HC. La densité d'inclusions étant beaucoup plus grande dans l'alliage HC – 293 inclusions/mm<sup>2</sup> contre 14 inclusions/mm<sup>2</sup> pour la nuance STD – il est normal de trouver ces configurations plus nombreuses. Ces alignements sont parallèles au sens longitudinal de la billette. La version HC présente donc une anisotropie très marquée. Quant à l'AD730<sup>TM</sup> STD, il est plus homogène.

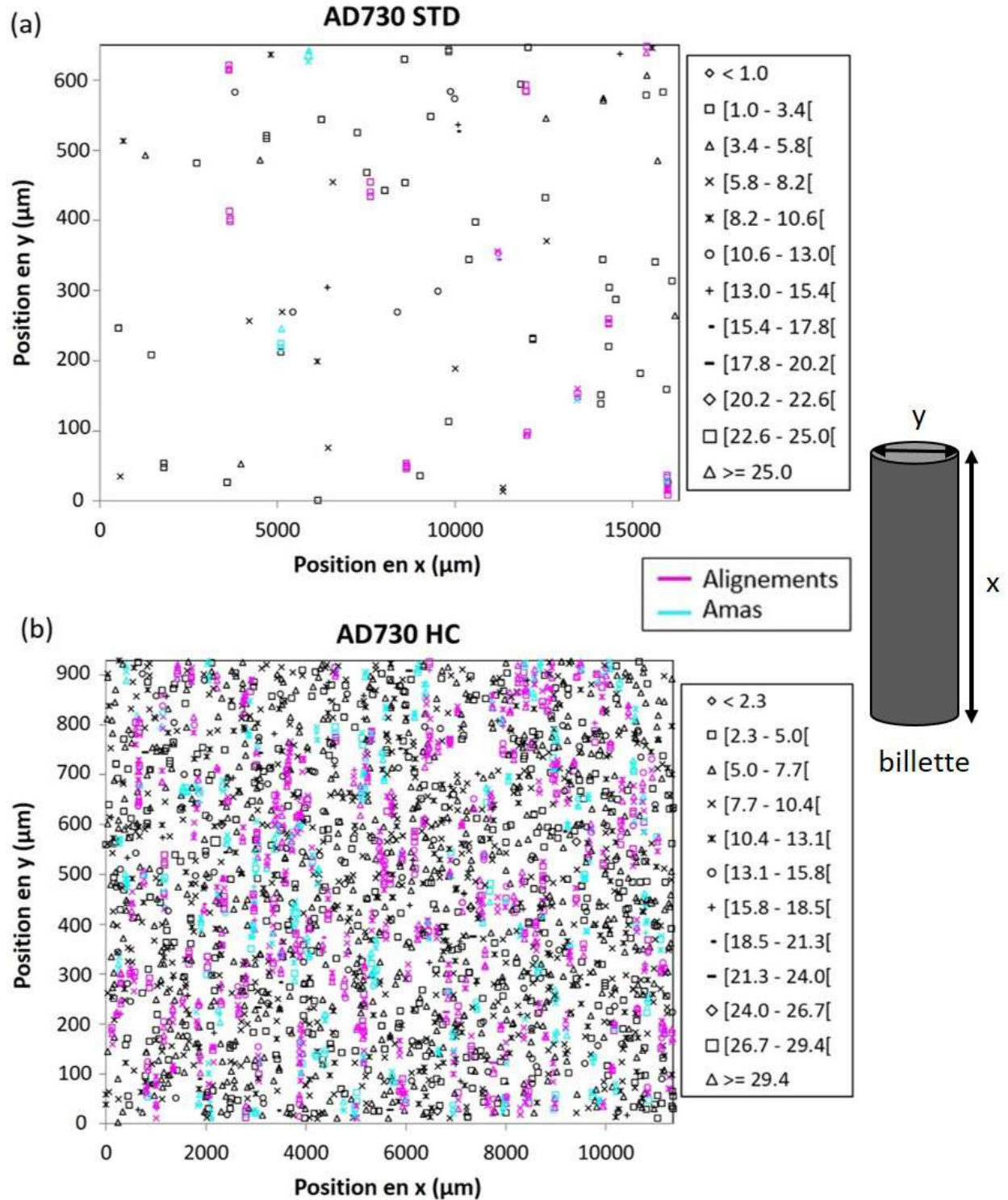


FIGURE 3.21 – Distributions spatiales des inclusions dans les alliages (a) STD et (b) HC en fonction de leur taille.

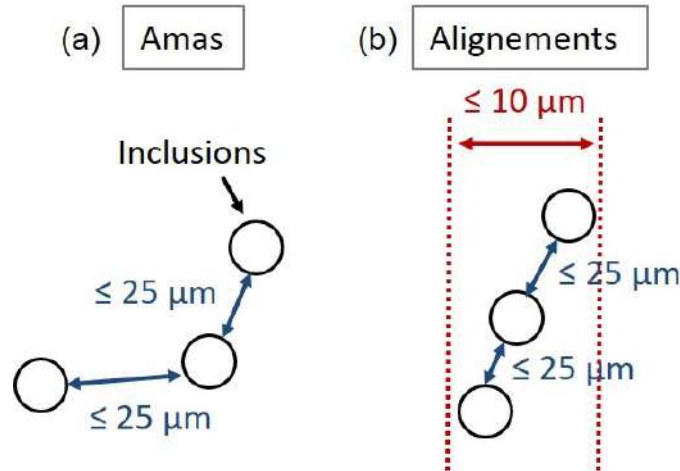


FIGURE 3.22 – Schémas explicatifs (a) d'un amas et (b) d'un alignement.

### Pour l'alliage SX

Pour cette étude, une analyse approfondie de la population d'inclusions n'est pas nécessaire. Seule une estimation de la taille des éléments les plus larges est requise. Pour cela, des images ont été prises à faible grossissement au microscope optique puis traitées sur Fiji (cf. protocole 2.2.1). Les plus grandes particules détectées ont un diamètre de Féret d'environ 24  $\mu\text{m}$ .

La Figure 3.23 donne des images en électrons rétrodiffusés de quelques inclusions observées dans l'alliage SX. Il est intéressant de noter que ces particules n'ont pas de gangue. Ceci est probablement lié au procédé. En effet, la matière première du lingot a tout d'abord subi une triple refusion puis les barreaux monogranulaires ont été élaborés selon le procédé "Bridgman" dans un moule en céramique (cf. Paragraphe 1.1.3). Par conséquent, la matière a subi quatre refusions et non trois et les barreaux étant de petit diamètre, le refroidissement a été beaucoup plus rapide que pour les lingots utilisés pour le forgeage des disques.

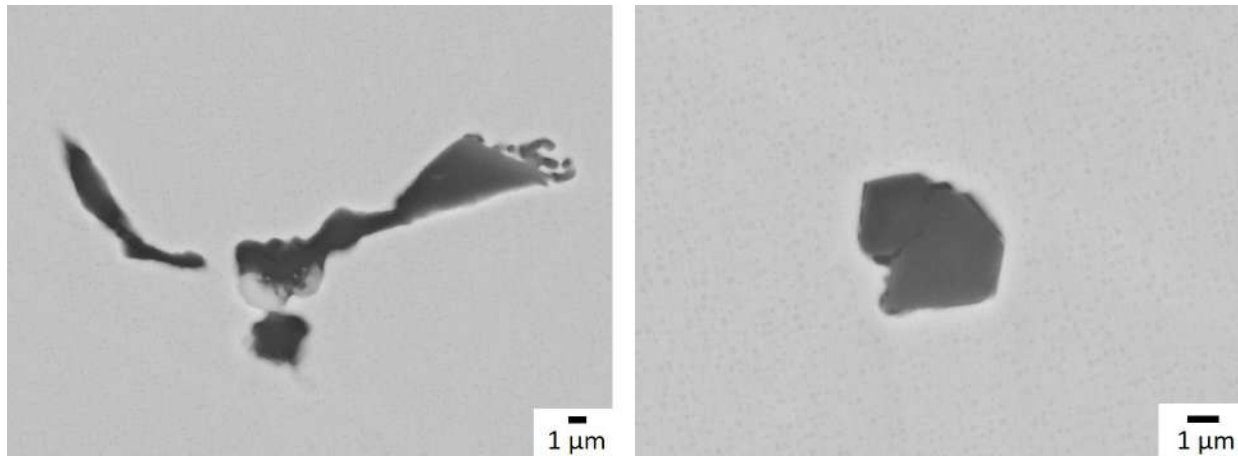


FIGURE 3.23 – Images MEB-FEG en mode BSE d'inclusions observées dans l'alliage monogranulaire SX.

### 3.3 Conclusion

Dans ce chapitre, la microstructure initiale ainsi que les populations d'inclusions non métalliques ont été caractérisées pour chaque nuance d'AD730<sup>TM</sup> étudiée (STD, HC et SX). Les caractéristiques sont synthétisées dans la Table 3.2.

Nuance	Taille moyenne			Nature des inclusions	Taille moyenne/maximum		
	$\gamma'_I$	$\gamma'_{II}$	$\gamma'_{III}$		Grains sans macles	Inclusions	Pores
STD	1.6 $\mu\text{m}$	20 nm	--	Ti(C, N) enrobés de (Ti, Nb)C	10/25 $\mu\text{m}$	9.5/30 $\mu\text{m}$	--
HC	0.9 $\mu\text{m}$	23 nm	--	(Ti, Nb)(C, N) enrobés de (Ti, Nb)C	20/40 $\mu\text{m}$	5/14 $\mu\text{m}$	--
SX	--	200 nm et 44 nm	< 16 nm	NQ	--	NQ/24 $\mu\text{m}$	35/82 $\mu\text{m}$

TABLE 3.2 – Synthèse des éléments de microstructures dans les alliages STD, HC et SX. NQ : Non Quantifié.

La population de précipités est bimodale dans les trois microstructures. Les précipités primaires  $\gamma'_I$  et les précipités secondaires  $\gamma'_{II}$  sphériques composent les versions polycristallines GF. La microstructure monogranulaire est constituée de deux populations de  $\gamma'_{II}$  (des cuboïdaux et des plus petits sphériques) et d'une de tertiaires  $\gamma'_{III}$  sphériques. Des pores sont également observés dans la version SX et ils constituent les plus grands éléments de cette microstructure.

Les inclusions non métalliques ont été caractérisées pour les alliages STD et HC. Ce sont les objets les plus grands de ces microstructures. Ils sont de taille et de nature différentes selon la nuance. Cependant, elles sont toutes composées de deux phases distinctes formant un cœur et une gangue. Ces particules ont été définies comme des carbonitrides. Les différences majeures identifiées dans la nuance HC par rapport à la version STD sont :

- des carbonitrides plus petits.
- une gangue plus large.
- la présence de niobium dans le cœur.

Deuxième partie

Effet de l'oxydation sur les inclusions  
non métalliques

## Chapitre 4

# Bibliographie : Oxydation de la matrice et des inclusions

Dans cette étude, les essais mécaniques sont réalisés à chaud (450°C et 700°C). Or, les éléments microstructuraux et notamment les inclusions non métalliques sont sensibles à l'environnement et ce particulièrement à hautes températures. Ce chapitre permet de recenser les effets de l'environnement sur ces particules et leur voisinage.

### 4.1 Cinétique d'oxydation de la matrice

#### 4.1.1 Prise de masse surfacique

A chaud, les inclusions non métalliques sont particulièrement sensibles à l'oxydation. Ce phénomène est lié au transfert d'électrons entre deux espèces chimiques lors d'une réaction d'oxydo-réduction. Dans l'air, les éléments vont réagir avec les atomes d'oxygène et former des oxydes. La matrice, les précipités ainsi que les inclusions sont concernés par l'oxydation. La croissance d'une couche d'oxyde s'accompagne d'une prise de masse surfacique qui peut être suivie et mesurée au cours du temps par Analyse Thermogravimétrique (ATG). Elle peut s'écrire sous la forme d'une loi parabolique (Equation 4.1) [86–89]. La vitesse d'oxydation peut alors être calculée selon l'Equation 4.2.

$$\left(\frac{\Delta m}{A}\right)^2 = k_p t \quad (4.1)$$

$$\frac{d(\Delta m)}{dt} = \frac{k_p A^2}{2\Delta m} \quad (4.2)$$

où  $\Delta m$  est la prise de masse surfacique à l'instant  $t$ ,  $A$  l'aire de l'échantillon et  $k_p$  la constante parabolique.

La technique de l'ATG permet de mesurer la prise de masse d'un échantillon global. Par conséquent, elle est efficace pour estimer la croissance de la couche d'oxyde formée sur la matrice. Mais elle ne permet pas d'obtenir des informations sur les mécanismes d'oxydation des inclusions. De nombreuses études ont été faites sur l'oxydation des superalliages base nickel [23, 90–92]. *L. Thébaud* a étudié la cinétique d'oxydation de l'AD730<sup>TM</sup> dans ses versions GF et GG dans un environnement d'air sec reconstitué pendant 100h aux températures suivantes : 700°C, 850°C et 900°C [38]. La Figure 4.1 montre que les cinétiques observées sont bien de type paraboliques et que la cinétique de formation de la couche d'oxyde augmente avec la température. Il est intéressant de noter que les cinétiques d'oxydation de l'alliage GG sont plus élevées. La figure 4.2 positionne le gain de masse de l'AD730<sup>TM</sup> à 900°C par rapport à d'autres superalliages base nickel [93].

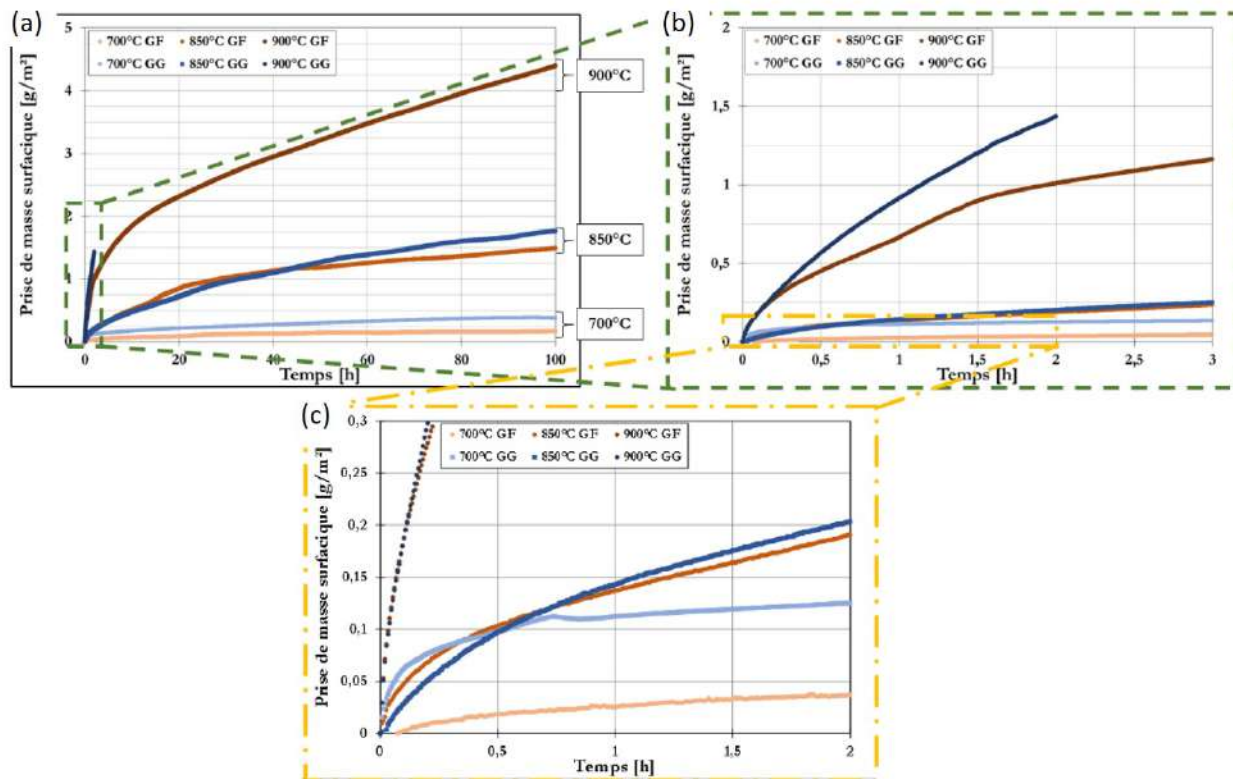


FIGURE 4.1 – Courbes de prise de masse surfacique en fonction du temps obtenues par ATG pour l'AD730<sup>TM</sup> GF et GG à 700°C, 850°C et 900°C [38].

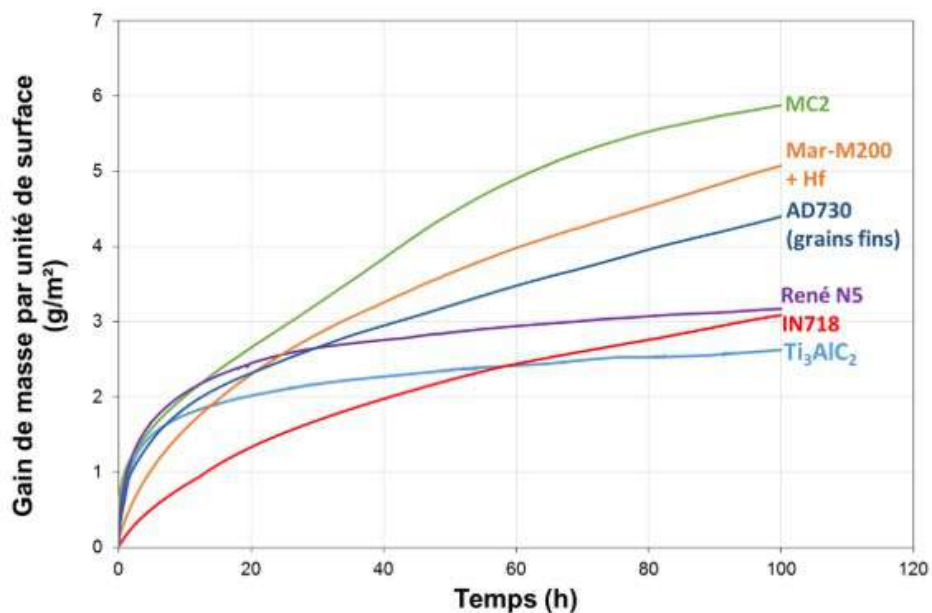


FIGURE 4.2 – Comparaison de l'évolution des gains de masse par unité de surface de l'alliage  $Ti_3AlC_2$  et de plusieurs superalliages base nickel monogranulaires et polycristallins pour une oxydation à 900°C [93].



### 4.1.2 Mécanismes d'oxydation

#### En statique

*L. Thébaud* propose un scénario d'oxydation de l'AD730<sup>TM</sup>. Il y aurait coexistence de deux mécanismes [38] :

- une oxydation externe de la matrice à l'interface oxyde/air.
- une corrosion interne à l'interface oxyde/alliage.

Il y a donc superposition de plusieurs couches d'oxydes. La première, en surface est une couche poreuse d'oxyde de nickel NiO qui se forme rapidement. Sa formation entraîne une diminution de la pression partielle en oxygène  $P_{O_2}$  en dessous et va entraîner la formation d'une couche de chromine  $Cr_2O_3$  protectrice (Figure 4.3.a) [94]. Celle-ci va alors favoriser la création d'aiguilles d' $Al_2O_3$  en dessous. Une zone appauvrie en précipités  $\gamma'$  apparaît donc à proximité à cause de la diffusion des éléments  $\gamma'$ -gènes. De plus, la formation d'aiguilles d' $Al_2O_3$  semble être privilégiée au niveau des joints de grains. L'alumine sous sa forme allotropique  $\alpha$  peut avoir des propriétés protectrices [88,91]. Par conséquent, elle limiterait la croissance d'oxydes. L'alliage GF ayant une densité de joints de grains plus importante que la version GG, cela expliquerait pourquoi la cinétique d'oxydation du GF est plus faible (Figure 4.1). Le scénario du processus d'oxydation de l'AD730<sup>TM</sup> est présenté en Figures 4.3.b à 4.3.e. Les coupes transverses et les cartographies EDS d'échantillons testés en ATG mettent en évidence ce scénario en Figure 4.4. Ces observations sont en accord avec la thermodynamique [90,95,96] ainsi qu'avec les analyses de *Giggins et al.* effectuées sur l'Udimet 720Li [90].

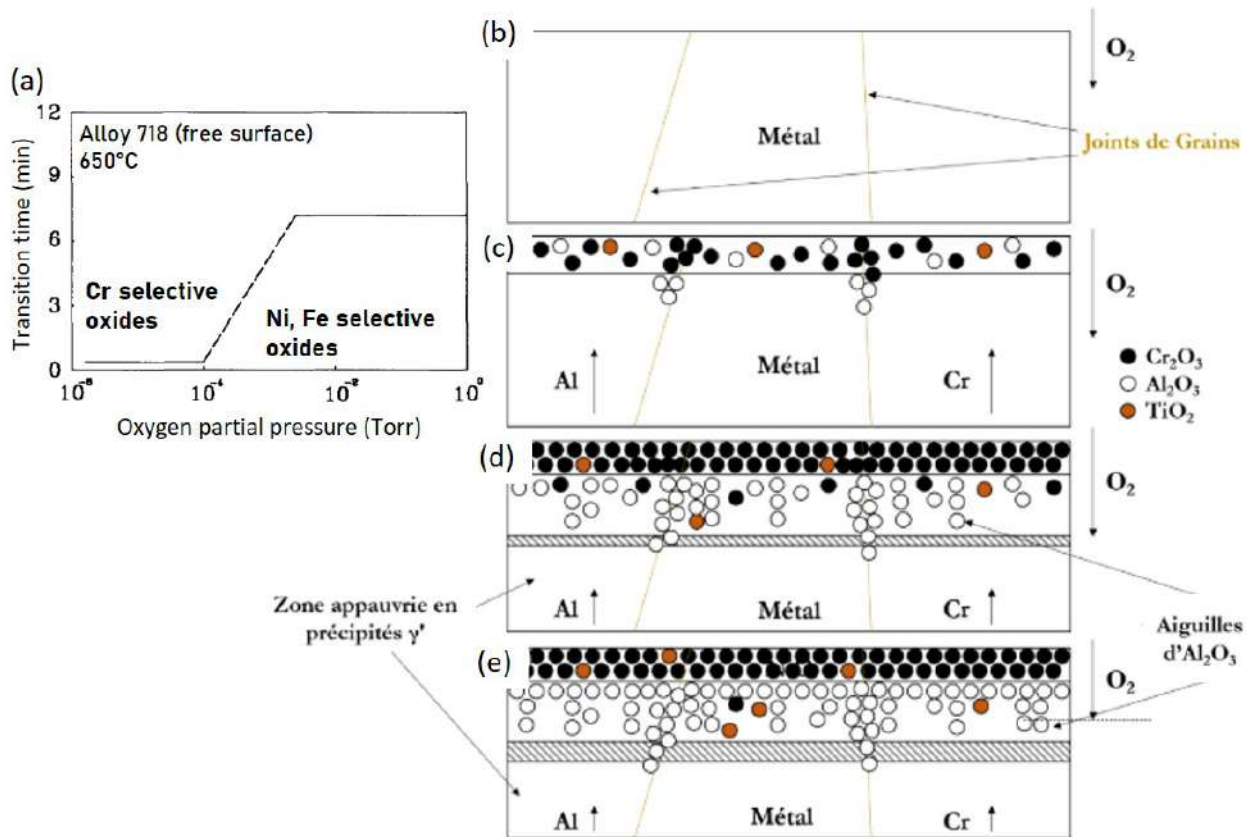


FIGURE 4.3 – (a) Types d'oxydes formés en fonction de la pression partielle en oxygène et du temps de transition dans l'Inconel 718 à 650°C [94]. (b), (c), (d) et (e) Etapes du scénario du processus d'oxydation de l'AD730<sup>TM</sup> en présence de joints de grains [38].

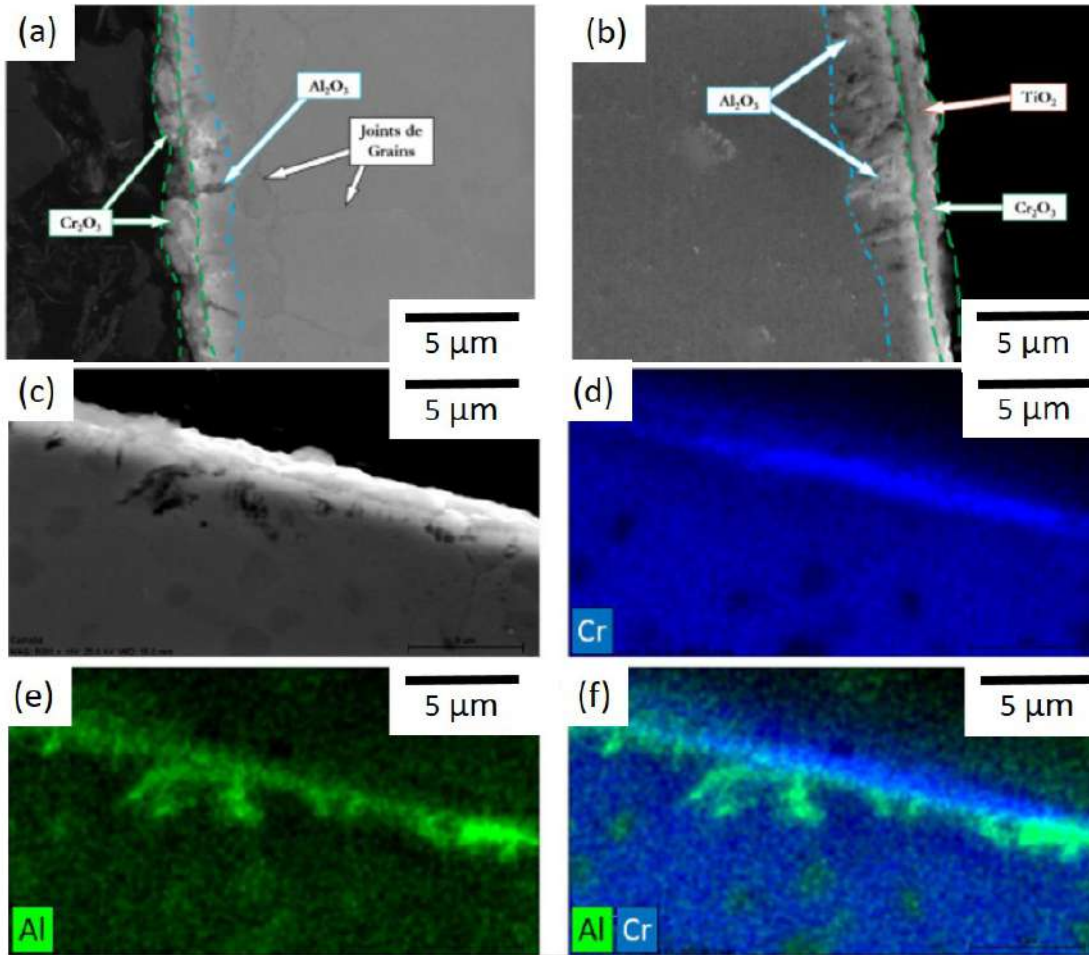


FIGURE 4.4 – Coupes transverses d'échantillons testés en ATG à 850°C pendant 100h pour l'AD730 <sup>TM</sup> (a) GF et (b) GG. (c) Image MEB en mode BSE de la surface oxydée. Cartographies EDS d'un échantillon GF testé en ATG à 850°C pendant 100h montrant les éléments riches (d) en Cr, (e) en Al et (f) superposition en Cr et Al [38].

## Sous chargement

### Fragilisation dynamique des joints de grains

Les joints de grains sont des éléments microstructuraux particuliers qui peuvent, sous certaines conditions, causer des abattements dans les propriétés mécaniques. Comme vu précédemment, ils sont sensibles à l'oxydation et donc à la température. Or une oxydation préférentielle de ces joints de grains peut entraîner leur fragilisation dynamique (dynamic embrittlement). *Molins et al.* ont étudié ce phénomène dans l'Inconel 718 à 650°C et ont montré qu'il est dépendant de la pression partielle d'oxygène, de la fréquence d'essai, et de la teneur en chrome du matériau [97]. Pour l'Inconel 718, une couche passivante de  $Cr_2O_3$  se forme pour une pression partielle en oxygène inférieure à  $10^{-1}$  Pa qui va limiter la diffusion des atomes d'oxygène. En revanche, pour une pression supérieure, c'est une couche poreuse de NiO qui se crée (Figures 4.3.a et 4.5.a) [94, 97]. Dans ce cas, les éléments fragilisants tels que l'oxygène, le niobium ou le molybdène ségrèguent et pénètrent le long des joints de grains et y forment des oxydes fragiles [98–101]. Ils vont alors entraîner la décohésion et l'ouverture des joints de grains. Ce mécanisme de diffusion est dit continu dans le temps.

*Gao et al.* montrent aussi que des carbures de Nb peuvent également précipiter aux joints de grains [99]. En effet, les atomes de Nb diffusent facilement pour des températures supérieures à 525°C (800K) (Figure 4.5.b). Ces carbures s'oxydent alors en  $Nb_2O_5$  et engendrent une expansion volumique qui contribuerait à l'ouverture des joints de grains (Figure 4.5.c) [102].

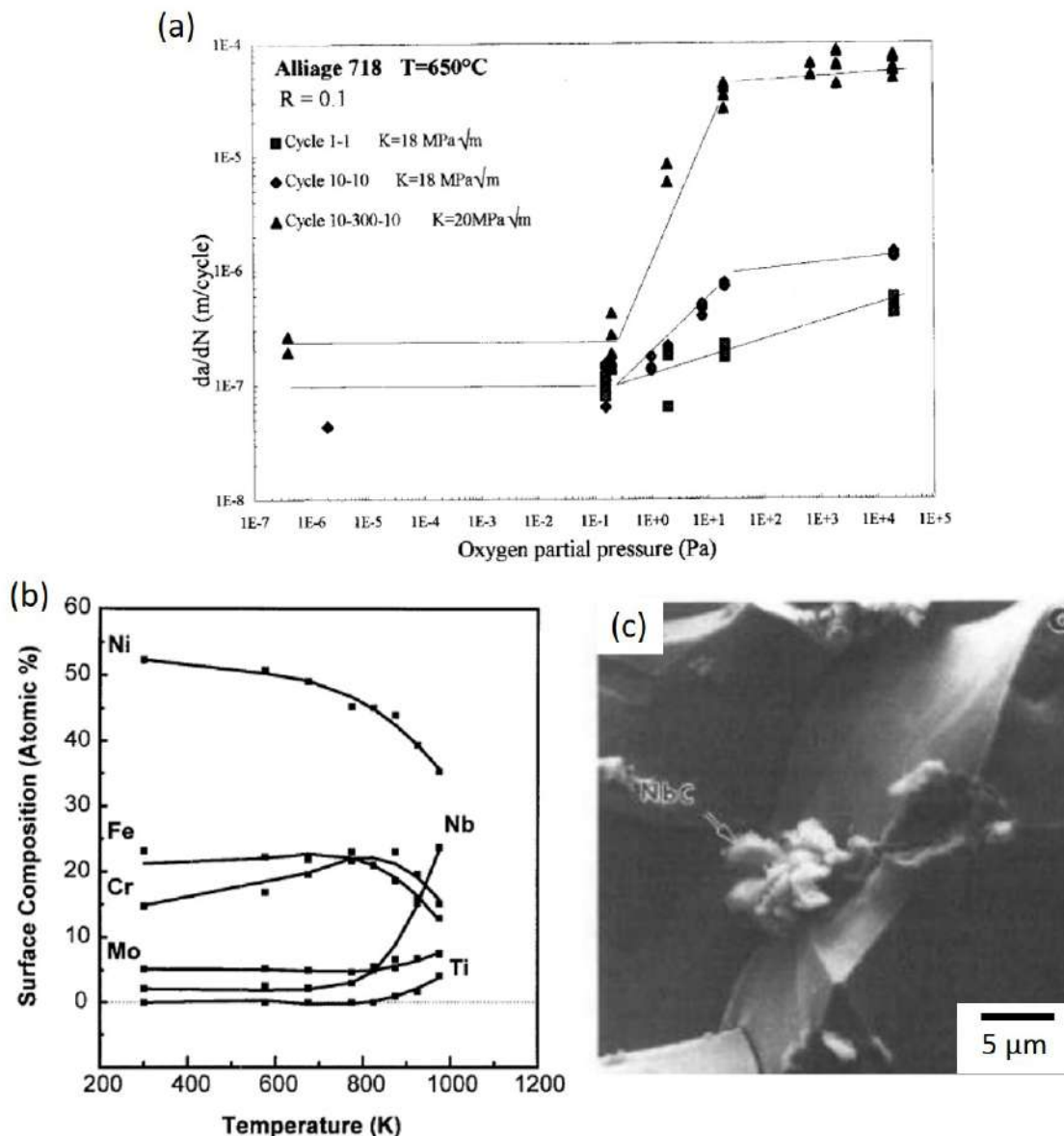


FIGURE 4.5 – (a) Vitesses de propagation de fissure en fonction de la pression partielle d'oxygène et de la fréquence d'essai pour l'Inconel 718 lors d'un essai de fatigue à 650°C avec une fréquence de 50 Hz pendant le temps de charge et de décharge [97]. (b) Effets de la température sur la diffusion des atomes à la surface d'un monograin en Inconel 718 pour 1h d'exposition et (c) faciès de rupture en fluage sous 100kPa d' $O_2$  à 700°C montrant un carbure de Nb oxydé à un joint de grains [99].

La diffusion peut être encouragée par le chargement appliqué. En fatigue, des fréquences faibles ou la présence de temps de maintien longs permettent l'installation des oxydes aux joints de grains et entraînent leur fragilisation et leur décohésion [97,103]. Ces oxydes limitent également la capacité des joints de grains à s'accommoder à la concentration de contrainte locale, ce qui entrave leur glissement et favorise l'amorçage de fissures – notamment à température intermédiaire [104]. Les joints de grains deviennent alors des chemins préférentiels pour la propagation de fissures intergranulaires. La figure 4.5 montre par exemple qu'une augmentation du temps de maintien entraîne une accélération de la propagation de fissures pour des pressions partielles en oxygène supérieures à  $10^{-1}$  Pa [97]. En revanche, pour des fréquences élevées, la formation de ces oxydes n'a pas le temps de se faire et la fragilisation des joints de grains est moindre. La propagation est alors transgranulaire. L'influence de l'environnement sur les mécanismes de propagation sera développée au Paragraphe 6.3.3.

Pour finir, afin de favoriser la formation de la couche de  $Cr_2O_3$  protectrice et ainsi éviter la fragilisation des joints de grains, augmenter la teneur en chrome dans les matériaux peut être envisagé. En effet, aucun seuil de transition de pression partielle en oxygène favorisant la formation de NiO n'a été observé dans les alliages à haute teneur en Cr (30 wt%) [97].

#### Accélération sous charge de la cinétique d'oxydation intergranulaire

L'oxydation affecte également les comportements mécaniques en pointe de fissure. En effet, des oxydes (NiO, oxydes de Nb) peuvent s'y former puis se fissurer sous l'intensité de contraintes induite pendant l'essai. Ce phénomène est appelé accélération sous charge de la cinétique d'oxydation intergranulaire (SAGBO : Stress Accelerated Grain Boundary Oxidation) [104,105]. Ce phénomène est dépendant de la température et de la contrainte appliquée [106]. La fissuration de ces oxydes entraîne alors l'apparition d'une nouvelle surface exposée qui va elle aussi s'oxyder puis se fissurer... Contrairement à la fragilisation dynamique des joints de grains, le SAGBO n'est pas un mécanisme continu. Le schéma en Figure 4.6 illustre les différences entre ces deux phénomènes [104].

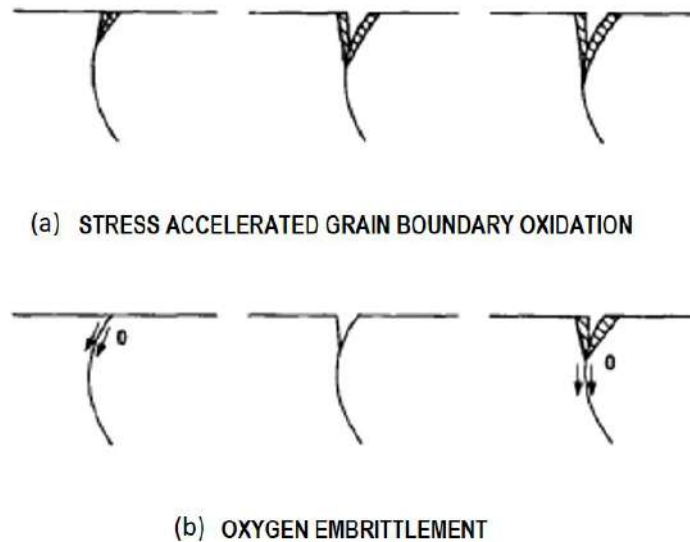


FIGURE 4.6 – Schémas illustrant les mécanismes de (a) SAGBO et (b) fragilisation dynamique des joints de grains. Adaptés de [104].

### Oxydation en pointe de fissure

Pour des fréquences ou taux de déformation faibles, des oxydes peuvent croître dans les fissures. Ils vont alors contribuer :

- à l’émoussement de la pointe de fissure. Dans ce cas, l’oxydation a un effet bénéfique sur la propagation (Figures 4.7.d à f). En effet, l’intensité de contrainte induite par ce type de pointe de fissure est inférieure à celle générée par une pointe aiguë [54, 107].
- aux phénomènes de fermeture de fissure [73]. Ces effets de fermeture ont quant à eux des conséquences néfastes sur la propagation de fissures qui est accélérée [108, 109].

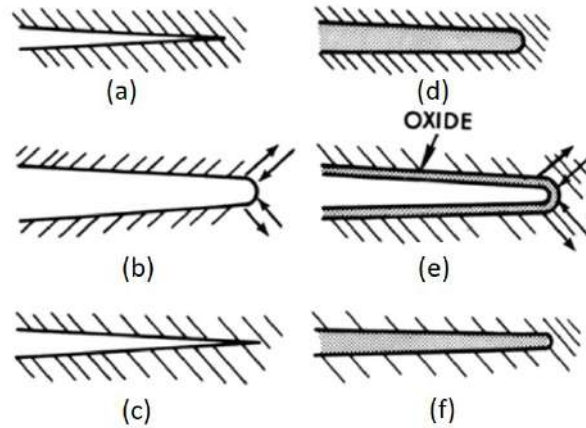


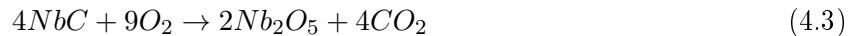
FIGURE 4.7 – Schémas du modèle de Laird d’une propagation de fissure par succession d’émoussement et d’aiguïsement de la pointe de fissure (a) à (c) sous vide et (d) à (f) sous air [107].

## 4.2 Expansion volumique des inclusions et champs de contraintes induits

### 4.2.1 Expansion volumique

#### Cas des carbures de niobium

*T. Connolley* a étudié l’oxydation des carbures de niobium dans l’Inconel 718 [102]. En effet, ceux-ci sont préférentiellement impactés par les effets de l’environnement comparativement aux autres inclusions présentes dans le matériau. A 600°C et pour des temps relativement courts – entre 30 minutes et 1 heure – ces particules sont déjà affectées. Sous l’effet de l’oxydation, elles se transforment en pentoxydes de niobium  $Nb_2O_5$  selon l’équation 4.3 :



Cette transformation s’accompagne d’une expansion volumique des carbures. Cette expansion volumique est clairement visible sur les images MEB données en Figure 4.8). Selon leur position initiale par rapport à la surface, ils réagissent différemment à l’oxygène. Les carbures surfaciques se présentent sous forme de strates (Figure 4.8.a) et sous forme d’éruptions (Figure 4.8.b) une fois oxydés. Pour le cas d’une particule en sous-couche, un gonflement à la surface est visible (Figure 4.8.c) [102]. Dans cette dernière configuration, le volume autour de l’inclusion est maintenu en tension contrairement aux autres cas où une partie des contraintes a pu être libérée à la surface. C’est donc la plus néfaste pour l’amorçage de fissures. Des observations similaires ont été également faites dans d’autres alliages comme l’IN792 [7], le STAL15-CC [110], le Rene 88DT [111] ou encore le DS200+Hf [55].

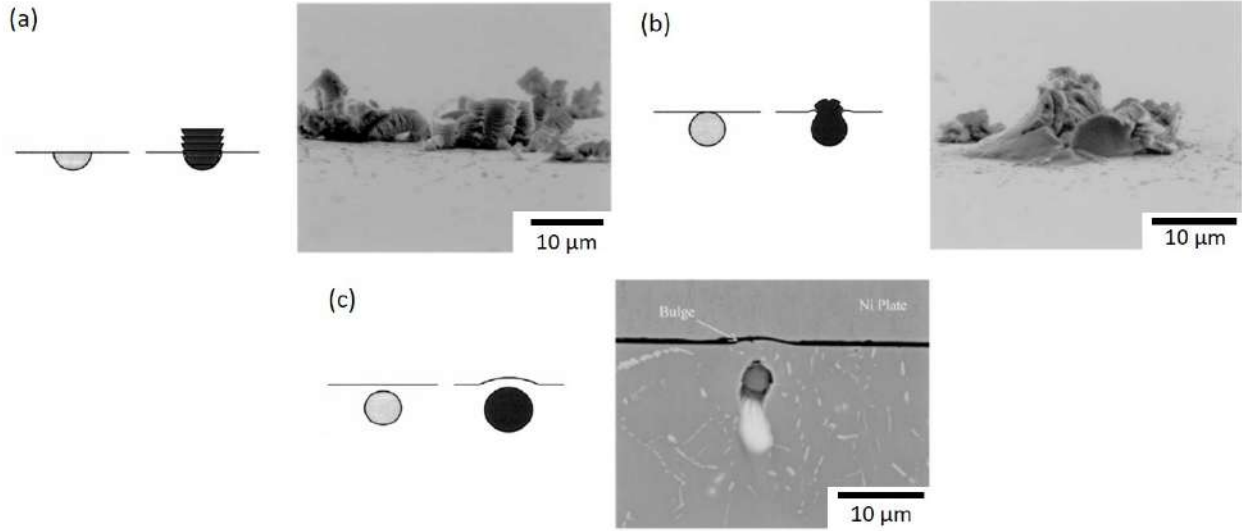


FIGURE 4.8 – Images MEB en mode BSE de carbures de niobium surfacique oxydés dans l’Inconel 718 en forme (a) de strates après 16h à 550°C et (b) d’éruptions. (c) Image en mode SEI d’une coupe transverse d’un carbure oxydé en sous-couche. Adapté de [102].

Le coefficient d’expansion volumique  $\delta_v$  est défini par le rapport entre le volume initial et le volume après oxydation ou bien par le rapport de volume molaire défini dans l’équation 4.4. Le coefficient de mismatch thermique  $\varepsilon_m$  engendré peut alors être calculé avec l’équation 4.5

$$\delta_v = \frac{\sum n_{produits} V_m \text{ produits}}{\sum n_{réactifs} V_m \text{ réactifs}} = \frac{V_m \text{ Nb}_2\text{O}_5}{2V_m \text{ NbC}} \quad (4.4)$$

$$\varepsilon_m = \sqrt[3]{\delta_v} - 1 \quad (4.5)$$

où  $n_{produits}$  et  $n_{réactifs}$  sont les nombres stoechiométriques des produits et des réactifs, respectivement.  $V_m \text{ produits}$  et  $V_m \text{ réactifs}$  les volumes molaires des produits et des réactifs, respectivement.

Pour les carbures de niobium, le coefficient d’expansion volumique est à peu près de 2 [102], ce qui donne un paramètre de mismatch thermique d’environ 0.26.

### Cas des carbures et des nitrures de titane

Contrairement aux carbures, les nitrures sont thermodynamiquement stables à ces températures et ne sont pas supposés être affectés par l’oxydation. Cependant, *F. Alexandre* a montré que dans l’Inconel 718DA, certains nitrures de titane se fissurent après une exposition à 550°C et 650°C [72]. En réalité, ils ne se fissurent pas directement à cause de l’oxydation. En effet, comme ils servent de site de germination aux carbures de niobium, les nitrures de titane sont généralement recouverts d’une fine couche de NbC. Ce sont ces carbures qui vont s’oxyder et mettre le nitrure en flexion et ainsi provoquer sa fissuration (Figure 4.9).

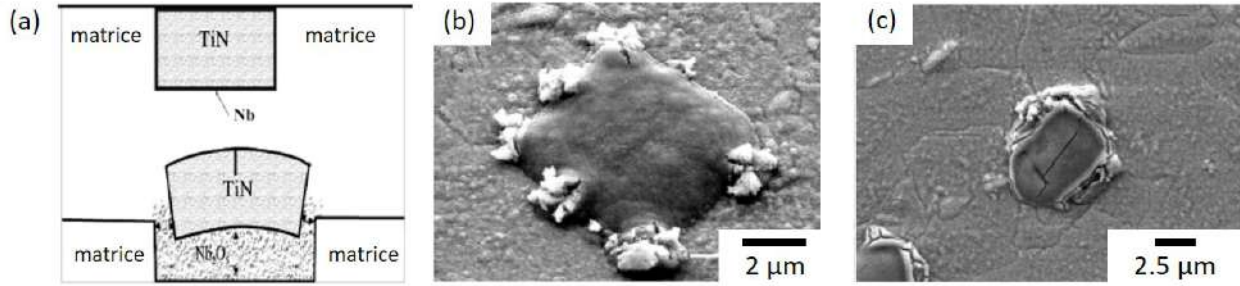


FIGURE 4.9 – (a) Schéma de la mise en flexion d'un nitrure recouvert d'une fine couche de carbure de niobium. Images MEB (mode SEI) de (a) la formation d'oxydes de niobium autour d'un nitrure et (b) de la fissuration du nitrure. Adapté de [72].

Cependant pour des températures plus élevées, ces nitrures de titane s'oxydent en dioxyde de titane ( $TiO_2$ ) selon la réaction donnée en Equation 4.6 [112]. La transformation des carbures de titane est donnée en Equation 4.7. Ces derniers ont une vitesse d'oxydation élevée. A  $900^\circ C$  par exemple, la constante parabolique  $k_p$  est de l'ordre de  $3.0 \times 10^{-8} kg^2/m^4/s$  [113] contre  $4.9 \times 10^{-11} kg^2/m^4/s$  pour l'AD730<sup>TM</sup> GF [38].



Le  $TiO_2$  est polymorphe, c'est-à-dire qu'il n'a pas la même structure cristalline selon les conditions de température et de pression. En effet, en dessous de  $700^\circ C$ , il se présente généralement sous la forme d'anatase qui est de structure quadratique avec quatre  $TiO_2$  par cellule unitaire et se caractérise par des petits cristaux pseudo-octaédriques/bipyramidales striés. Au dessus de  $700^\circ C$ , il se présente sous la forme de rutile qui est également de structure quadratique mais avec deux  $TiO_2$  par cellule unitaire et se caractérise par de longs cristaux striés octaédriques. La transformation d'anatase en rutile se fait généralement pour des températures comprises entre  $500^\circ C$  et  $900^\circ C$  où les deux formes peuvent alors cohabiter [113, 114]. Le ratio  $\frac{anatase}{rutile}$  diminue cependant avec la hausse de la température. Les deux phases allotropiques de  $TiO_2$  ayant des coefficients de dilatation thermique  $\alpha$  différents [115], des fissures peuvent apparaître pendant la transformation [116]. Les coefficients de dilatation thermique de l'anatase et du rutile à  $700^\circ C$  sont donnés dans la Table 4.1 [115]. Celui du  $Nb_2O_5$  est également donné pour comparaison [117].

Oxydes	Anatase	Rutile	$Nb_2O_5$
$\alpha$ ( $10^{-6} \text{ }^\circ C^{-1}$ )	9.5 – 20.5	9.0 – 14.5	3.9 – 5.2

TABLE 4.1 – Coefficients de dilatation thermique à  $700^\circ C$  des formes allotropiques de  $TiO_2$  [115] et de  $Nb_2O_5$  [117].

En appliquant les Equations 4.4 et 4.5, les coefficients d'expansion volumique ainsi que les coefficients de mismatch thermique peuvent être calculés pour le cas d'une transformation des TiN et TiC en anatase ou en rutile. Les données sont répertoriées dans la Table 4.2. Le  $TiO_2$  – quelle que soit sa forme allotropique – a donc une expansion volumique moindre par rapport au  $Nb_2O_5$  ( $\delta_v = 2$  et  $\varepsilon_m = 0.26$ ).

	$\delta_v$		$\epsilon_m$	
	Anatase	Rutile	Anatase	Rutile
TiN	1.84	1.64	0.23	0.18
TiC	1.74	1.55	0.20	0.16

TABLE 4.2 – Synthèse des coefficients d’expansion volumique et de mismatch thermique après la transformation des TiN et TiC en anatase ou rutile.

### 4.2.2 Dilatation thermique

Il est possible de suivre la variation de volume d’un corps en fonction de l’élévation de la température. La capacité d’un élément à se dilater en température est définie par le coefficient de dilatation thermique  $\alpha$ . Ceux-ci sont donnés à 20°C dans la Table 4.3 pour l’AD730<sup>TM</sup> ( $\gamma/\gamma'$ ) et pour des inclusions dites pures [44]. La matrice se dilate donc 2 fois plus que les NbC par exemple.

Inclusions	$\gamma/\gamma'$	TiN	NbC	TiC	TaC	HfC
$\alpha$ ( $10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ )	13.4	9.35	6.6	7.4	6.3	6.6

TABLE 4.3 – Coefficients de dilatation thermique à 20°C de l’AD730<sup>TM</sup> et d’inclusions pures [44].

La dilatation thermique volumique pour les matériaux isotropes peut alors être calculée par l’Equation 4.8 :

$$\Delta V = 3\alpha V_0 \Delta T \quad (4.8)$$

$$V_{final} = V_0 + \Delta V \quad (4.9)$$

où  $\Delta V$  est la variation de volume,  $V_0$  le volume initial,  $\alpha$  le coefficient de dilatation thermique,  $\Delta T$  la variation de température et  $V_{final}$  le volume final.

### 4.2.3 Loi d’Eshelby

Ces modifications en composition chimique et en volume des carbures entraînent des contraintes locales à l’interface inclusion/matrice. Celles-ci peuvent être estimées par la théorie d’Eshelby [118]. Avec l’hypothèse d’inclusions pures (purs NbC, TaC, TiN...) sphériques incrustées dans une matrice infinie, la distribution de contraintes induite par la différence de coefficients de dilatation thermique entre l’inclusion et la matrice autour peut être calculée. Dans le cas particulier d’une matrice  $\gamma/\gamma'$  isotrope, la loi d’Eshelby peut être simplifiée par l’équation de Selsing donnée en Equation 4.10 [119].

$$p_{incl} = \frac{(\alpha_{incl} - \alpha_{\gamma/\gamma'})\Delta T}{\frac{1+\nu_{\gamma/\gamma'}}{2E_{\gamma/\gamma'}} + \frac{1-2\nu_{incl}}{E_{incl}}} \quad (4.10)$$

où  $p_{inc}$  est la pression hydrostatique vue par chaque inclusion (incl), E et  $\nu$  sont le module d’Young et le coefficient de Poisson, respectivement.  $\alpha$  le coefficient de dilatation thermique et  $\Delta T$  la plage de température du refroidissement.



Dans certaines conditions, une zone plastique peut se former autour des inclusions oxydées [110]. Le rayon  $r_p$  de la zone plastique peut être calculé avec l'équation donnée par *Lee et al.* (Equation 4.11) [120]. Les conditions sont les mêmes que pour la loi d'Eshelby.

$$r_p = r_{incl} \exp\left(-\frac{p_{incl}}{2\sigma_y} - \frac{1}{3}\right) \quad (4.11)$$

où  $r_{incl}$  est le rayon de l'inclusion,  $\sigma_y$  la limite d'élasticité de la matrice.

La zone plastique induite est donc directement dépendante de la taille des inclusions.

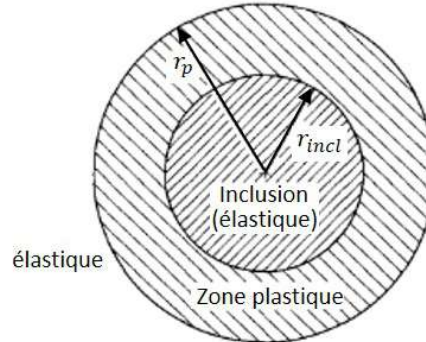


FIGURE 4.10 – Schéma de la présence d'une zone plastique autour d'une inclusion sphérique. Adapté de [120].

### 4.3 Conséquences du désaccord de dilatation thermique

#### 4.3.1 Recristallisation au voisinage des inclusions

Les contraintes locales induites pas la dilatation thermique des inclusions peuvent entraîner l'apparition d'une forte densité de dislocations géométriquement nécessaires à l'interface particule/matrice [7]. *Kontis et al.* montrent que ces dislocations entraînent la recristallisation des grains voisins aux particules après une oxydation statique à 750°C pendant 50h dans l'IN792 (Figure 4.11) [7].

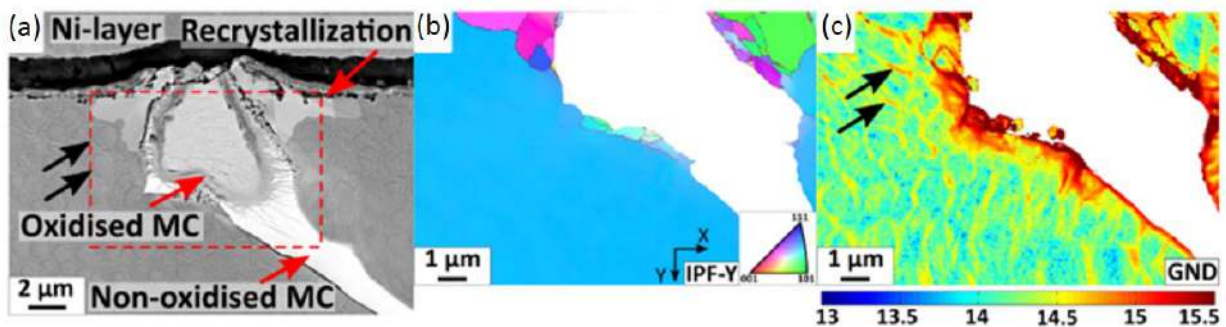


FIGURE 4.11 – (a) Images en mode BSE d'une coupe transverse d'un carbure surfacique oxydé avec une zone de recristallisation à son voisinage dans l'IN792 exposé à 750°C pendant 50h. (b) Cartographie EBSD confirmant la recristallisation. (c) Cartographie en EBSD-HR montrant la densité de dislocations géométriquement nécessaires (Geometrically Necessary Dislocations : GND) [7].

*Kontis et al.* ont également observé dans l'alliage STAL15-CC que sous chargement thermo-mécanique à 850°C, des ségrégations en chrome et cobalt se développent le long des segments de dislocations [110]. Ce changement de composition chimique local entraîne la dissolution des précipités  $\gamma'$  alentour. Une zone appauvrie en précipités apparaît donc au voisinage des inclusions, résultant en une région plus adoucie que la matrice. L'impact de ces zones appauvries en précipités a été discuté au paragraphe 1.2.4. De plus, les grains recrystallisés ont une composition chimique différente de celle de la matrice  $\gamma$ . Comme le montre la Figure 4.12.d, ils sont appauvris en chrome et enrichis en nickel.

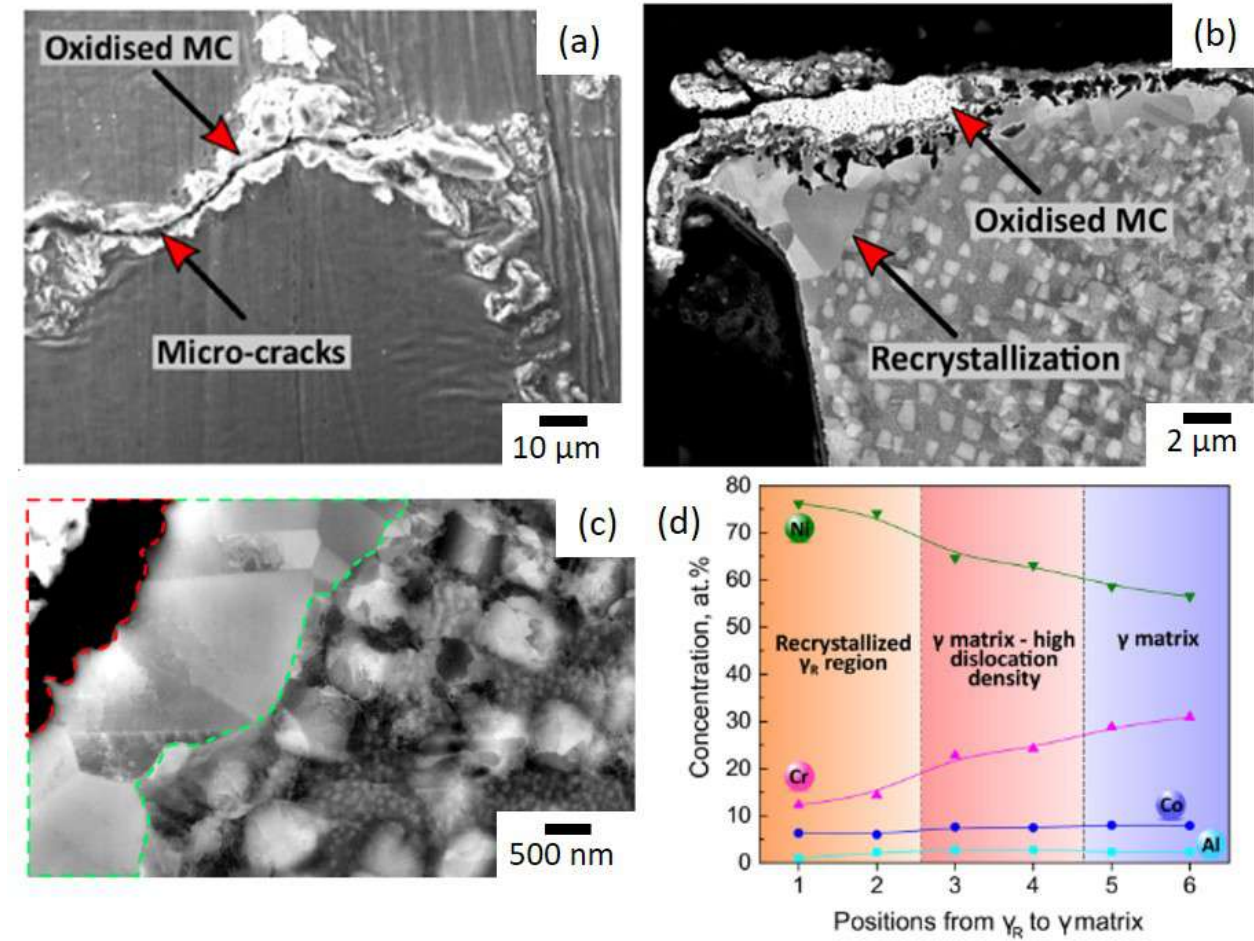


FIGURE 4.12 – Images MEB obtenues après essai de fatigue thermomécanique à 850°C sur le STAL15-CC (a) d’inclusions oxydées en surface (mode SEI) et (b) d’une coupe transverse montrant les carbures oxydés, l’éruption à la surface formée due à l’oxydation et la zone recrystallisée à leur voisinage (mode BSE). (c) Micrographie par ECCI obtenue après un essai de fatigue thermomécanique à 850°C du carbure oxydé (délimité par les pointillés en rouge), de la zone recrystallisée présentant une haute densité de dislocations causée par la contrainte appliquée (pointillés en vert) et de la zone où un appauvrissement en précipités  $\gamma'$  survient. (d) Graphique montrant les variations de composition chimique obtenues par APT après une exposition à 850°C pendant 30h dans les zones recrystallisées et à hautes densités de dislocations ainsi que dans la matrice  $\gamma$ . Adapté de [110].

### 4.3.2 Amorçage de fissures

Comme vu au paragraphe 4.2.1, les nitrures dans l'Inconel 718 sont fissurés après avoir été mis en flexion par l'oxydation des carbures de niobium qui les recouvrent (Figure 4.9.c). De plus, l'expansion volumique des carbures engendre des contraintes internes qui peuvent mener à leur fissuration. Ceux-ci étant fragiles, ils peuvent alors s'endommager par clivage ou par décohésion de l'interface avec la matrice (cf. paragraphe 1.2.4). Le clivage permet de relaxer instantanément les contraintes. La décohésion est quant à elle assistée par l'accumulation de dislocations à l'interface. En effet, une zone plastique est engendrée autour des carbures à cause du désaccord de dilatation thermique entre ceux-ci et la matrice. Ce phénomène contribue avec les différences de propriétés élastiques entre l'inclusion et les grains adjacents à la fragilisation de l'interface. Par conséquent, l'oxydation est à l'origine de l'amorçage de fissures sur inclusions (Figures 4.13 et 4.12.a) sans présence nécessaire d'un chargement macroscopique.

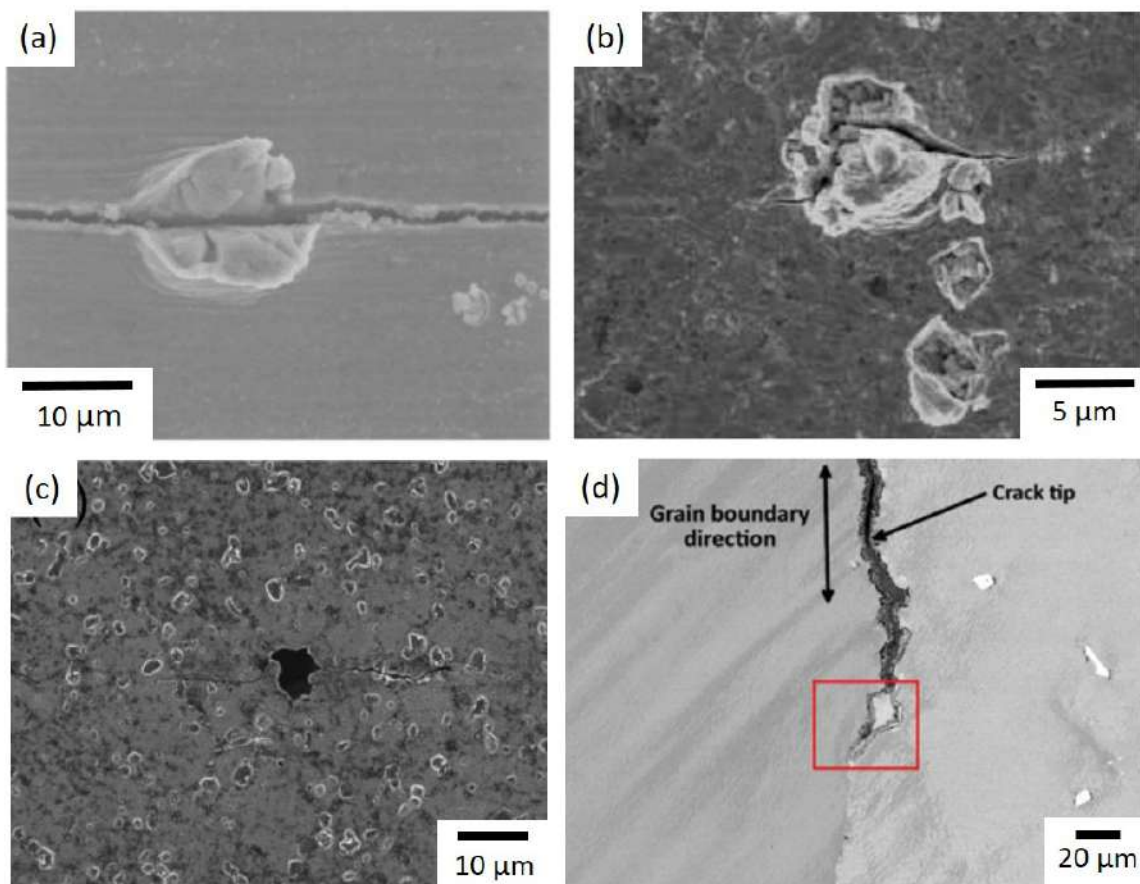


FIGURE 4.13 – Images MEB (a) et (b) en mode SEI et (c) et (d) en mode BSE d'amorçage de fissures sur inclusions fissurées après des essais de fatigue à (a) 600°C [102] et (b) 607°C sur l'Inconel 718 [121], (c) après un essai de flexion en trois points à 650°C sur le RR1000 [122] et (d) après un essai en phase de fatigue thermomécanique entre 100°C et 750°C sur l'IN792 [6].

Les premiers stades de propagation de fissure peuvent également être influencés par l'oxydation du fait de la présence d'une zone recristallisée et/ou d'une région appauvrie en précipités  $\gamma'$ . Les conséquences sur les propriétés mécaniques de ces amorçages de fissures sur inclusions oxydées seront étudiées dans le chapitre 6.

## 4.4 Conclusion

Les mécanismes d'oxydation de la matrice de l'AD730<sup>TM</sup> en statique et sous chargement ont été mis en évidence. Une superposition de couches d'oxydes est visible sur les coupes transverses :

- une couche poreuse de NiO qui se forme en premier et très rapidement.
- une couche de chromine  $Cr_2O_3$  protectrice en dessous.
- des aiguilles d' $Al_2O_3$  formées en interne sous la couche de  $Cr_2O_3$  et préférentiellement aux joints de grains.

La formation préférentielle de NiO ou de  $Cr_2O_3$  dépend de la pression partielle d'oxygène et de la teneur en Cr.

Sous chargement, les joints de grains se fragilisent et favorisent les fissures intergranulaires selon deux mécanismes :

- par fragilisation dynamique. Ce phénomène repose sur la diffusion continue de l'oxygène le long des joints de grains.
- par SAGBO. Ce mécanisme repose sur la fissuration d'oxydes fragiles formés en pointe de fissure.

Les carbures sont très sensibles à l'oxydation et notamment ceux riches en niobium. La formation d'oxyde entraîne une expansion volumique importante du carbure. Par exemple, la transformation des NbC en  $Nb_2O_5$  multiplie par deux le volume initial du carbure. Cette expansion s'accompagne d'un désaccord de dilatation thermique qui va générer des contraintes localisées à l'interface inclusion/matrice et engendrer une zone plastique. Les dislocations s'empilent alors à l'interface et la fragilisent. Les carbures peuvent alors se fissurer par clivage ou par décohésion de l'interface avec la matrice.

Quant aux nitrures, à températures intermédiaires, ils se fissurent à cause de l'oxydation des carbures qui se sont formés à leur surface. Ils sont alors mis en flexion. A plus hautes températures, les TiN se transforment en  $TiO_2$  sous forme d'anatase ou de rutile. La transition d'une phase à l'autre peut créer des fissures du fait de l'écart de coefficient de dilatation thermique entre ces deux phases allotropiques. Pour finir, l'expansion volumique engendrée par la formation de rutile est inférieure à celle générée par le  $Nb_2O_5$ .

Les inclusions oxydées sont donc des sites d'amorçage de fissures et ce, même sans chargement appliqué. Pour finir, la matrice est aussi affectée par l'expansion volumique du fait de l'apparition d'une zone de grains recristallisés à l'interface.

# Chapitre 5

## Essais d'oxydation statique

Les résultats obtenus pour les essais d'oxydation statique pour les deux nuances STD et HC sont présentés dans ce chapitre. Une attention particulière a été portée à la compréhension des mécanismes d'oxydation à 450°C et 700°C (températures d'essais). Les essais en statique permettent de découpler les effets liés à l'oxydation de ceux liés au chargement. De plus, la stabilisation thermique des équipements d'essais de fatigue nécessite un maintien en température d'environ 3h avant le lancement de l'essai. Ainsi, ces essais d'oxydation statique permettent également de statuer sur l'état initial des particules avant essai.

Les essais ont été conduits pour des températures  $T$  comprises entre 350°C et 800°C à différents temps d'exposition  $t$  et suivis d'un refroidissement à l'air (cf. paragraphe 2.3.4). La Table 5.1 synthétise les essais effectués sur les versions STD et HC :

T (°C)	350	450	500	600	650	700	800
STD t (h)	5	[1, 24]	1	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	$[\frac{1}{6}, 24]$	$\frac{1}{4}$
HC	–	[1, 16]	–	–	–	$[\frac{1}{2}, 24]$	–

TABLE 5.1 – Températures et temps d'exposition des essais d'oxydation statique des alliages STD et HC.

### 5.1 Influence de la température sur les mécanismes d'endommagement des inclusions non métalliques

#### 5.1.1 Nature des oxydes formés à 450°C et 700°C

Afin d'analyser uniquement la nature des oxydes formés, il est nécessaire d'avoir une couche oxydée épaisse. Pour cela, les pions ont été oxydés pendant 24h. Des analyses ponctuelles ont été effectuées dans le cœur et dans la gangue de plusieurs inclusions. Des relevés ont également été réalisés sur les précipités primaires et les espaces inter-précipités primaires.

### Oxydation des précipités primaires et des espaces inter-précipités primaires

Les spectres EDS obtenus pour les espaces inter-précipités primaires et les précipités  $\gamma'_1$  de l'AD730<sup>TM</sup> STD sont donnés en Figures 5.1 et 5.2, respectivement. La présence du pic d'oxygène confirme l'oxydation de la matrice. D'après la littérature, la matrice des superalliages base nickel s'oxyde en formant une succession de couches d'oxydes de natures différentes (cf. paragraphe 4.1.2) [38,90]. L'analyse EDS en surface n'est donc pas adaptée pour ce genre de mesures, il faudrait étudier des coupes transverses. Néanmoins, les données obtenues associées sont en accord avec l'étude menée par *L. Thébaud* [38]. En effet, des teneurs plus importantes en Al et en Cr sont mesurées dans les échantillons oxydés. Cela suggère la diffusion de ces atomes vers la surface pour vraisemblablement former de l' $Al_2O_3$  et du  $Cr_2O_3$ . Les mêmes observations ont été faites pour la version HC de l'alliage.

Les pics de chrome (traduisant la formation de chromine) sont plus intenses pour les précipités primaires  $\gamma'_1$  oxydés que pour les espaces inter-précipités primaires. Par conséquent la couche d'oxyde formée sur les précipités  $\gamma'_1$  est plus importante que sur les espaces inter-précipités primaires. Ils s'oxydent donc plus rapidement. Néanmoins, la couche d'oxyde formée n'est pas suffisamment épaisse et l'analyse par stœchiométrie n'est pas possible et la nature des oxydes formés ne peut pas être déterminée.

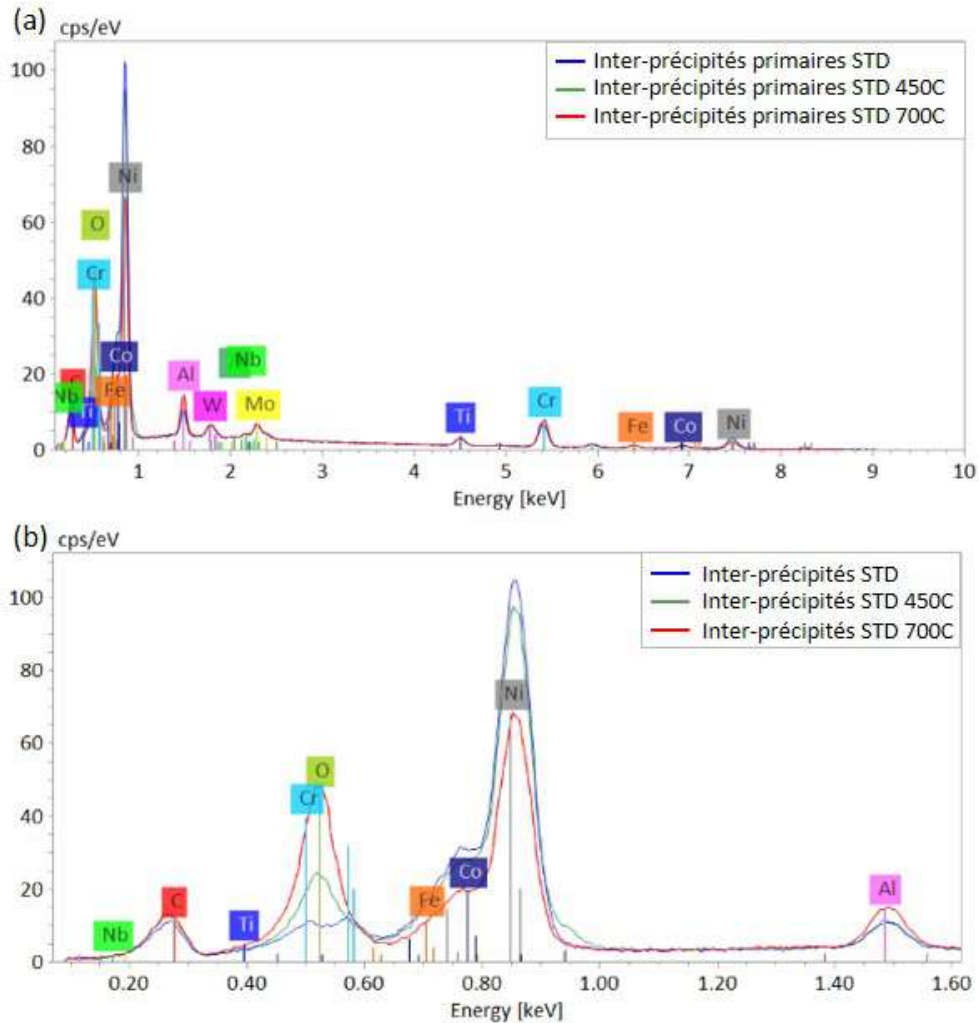


FIGURE 5.1 – (a) Spectres EDS des espaces inter-précipités primaires après une oxydation de 24h à 450°C et 700°C de l'alliage STD. (b) Zoom dans les basses énergies.

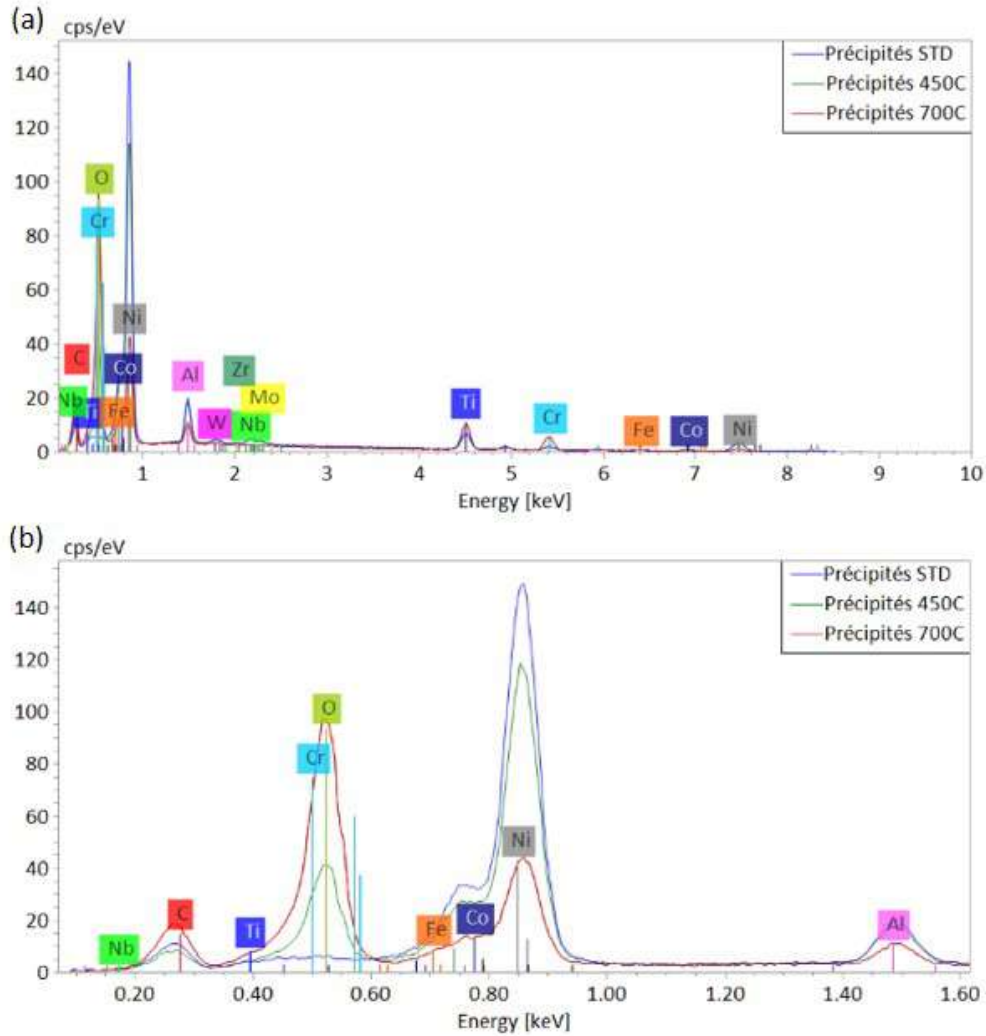


FIGURE 5.2 – (a) Spectres EDS des précipités  $\gamma'$  primaires après une oxydation de 24h à 450°C et 700°C de l'alliage STD. (b) Zoom dans les basses énergies.

## Oxydation des inclusions dans l'alliage STD

### A 450°C

Les spectres EDS réalisés sur les cœurs des inclusions montrent l'apparition d'un pic d'oxygène peu intense après une oxydation à 450°C (Figures 5.3.b et 5.3.d). De plus, le pic d'azote est toujours très élevé. En effet, il est du même ordre de grandeur que celui de l'état initial. Par conséquent, le carbonitruure en-dessous des couches d'oxydes est toujours intercepté par la cascade électronique. Le cœur est donc peu oxydé et l'épaisseur de la couche d'oxyde formée est inférieure à la profondeur de la cascade électronique.

En revanche, le pic d'oxygène pour les pointés sur les gangues qui enveloppent les inclusions est beaucoup plus intense. Celles-ci s'oxydent donc plus rapidement que les cœurs des inclusions. L'analyse quantitative par stœchiométrie indique ici que la couche d'oxyde formée est toujours inférieure à la profondeur de la poire d'interaction des électrons. Il n'est donc pas possible de déduire la nature des oxydes dans le cas présent.

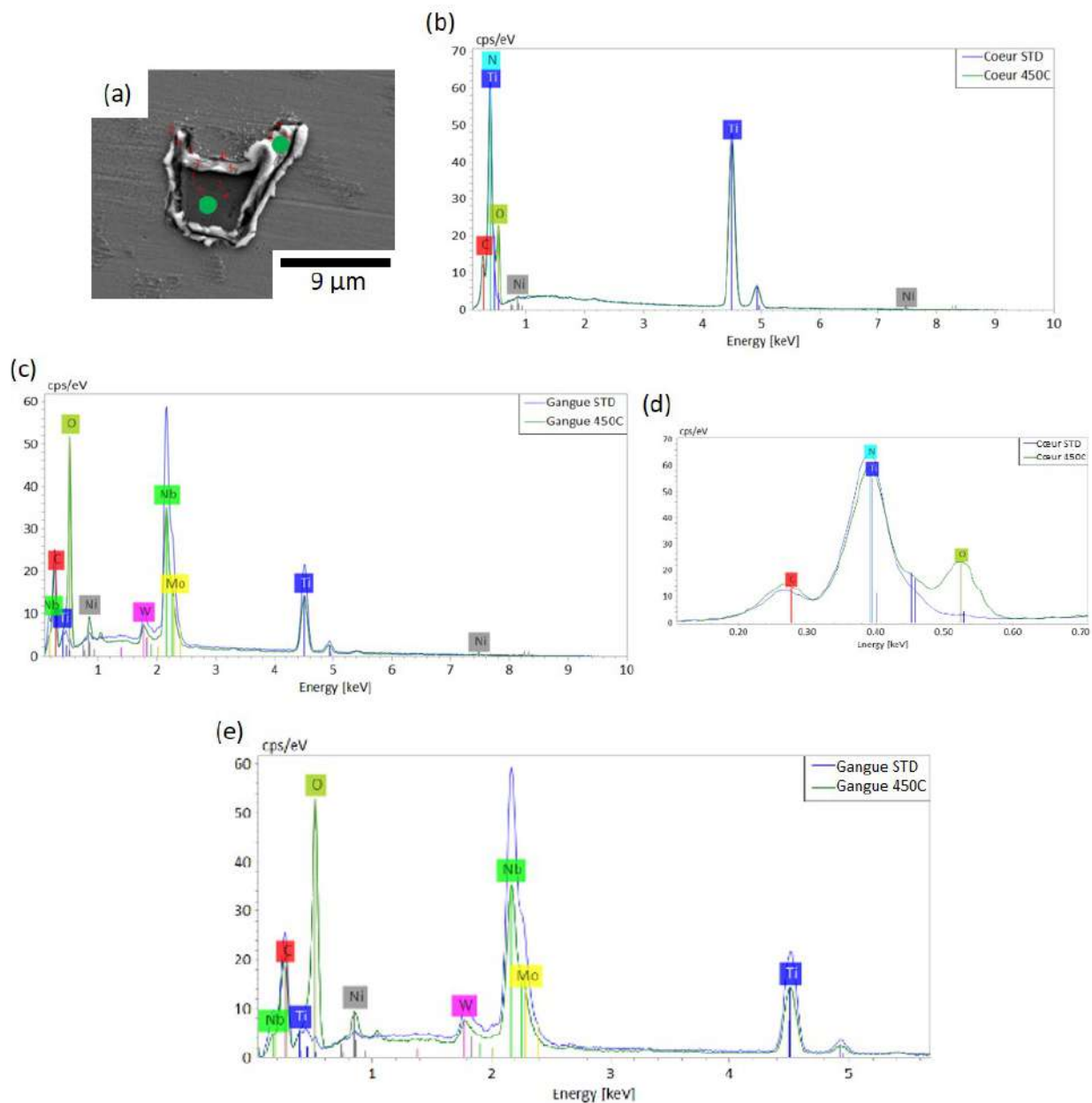


FIGURE 5.3 – (a) Image MEB en mode SEI d’une inclusion de la version STD oxydée à 450°C pendant 24h. Spectres EDS associés (b) des cœurs et (c) des gangues comparés aux spectres des particules non pré-oxydées. Zoom dans les basses énergies des (d) cœurs et des (e) gangues.

### A 700°C

La morphologie des oxydes formés à 700°C est très irrégulière (cf. paragraphe 5.1.2). Cela peut avoir un impact majeur sur l’intensité des pics des éléments légers. En effet, une inclinaison de la surface mal orientée par rapport au détecteur ainsi que les phénomènes d’absorption peuvent limiter le signal de photons collectés (phénomènes d’ombrage). Les analyses des éléments plus lourds comme le Ti et le Nb sont néanmoins fiables malgré ce phénomène, étant donné que les phénomènes d’absorption sont moindres sur les raies de forte énergie. La superposition des spectres obtenus à l’état initial et après une oxydation de 24h à 450°C et 700°C est donnée en Figure 5.4.



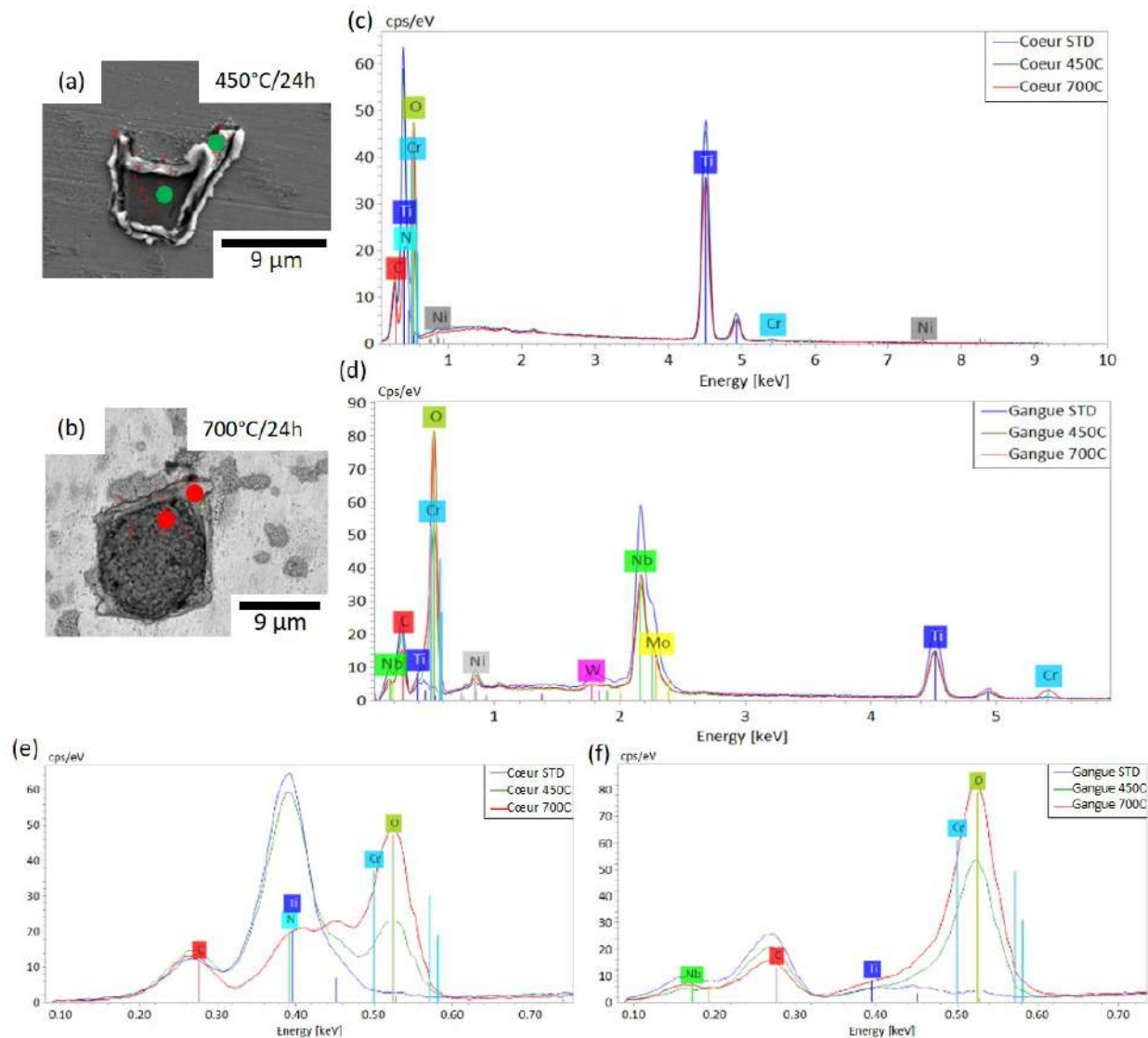


FIGURE 5.4 – Images MEB en mode (a) SEI et (b) BSE de deux inclusions de l’alliage STD oxydées à 450°C et 700°C pendant 24h, respectivement. Spectres EDS associés (c) des cœurs et (d) des gangues comparés aux spectres des particules non pré-oxydées. Zoom dans les basses énergies des (e) cœurs et des (f) gangues.

A 700°C, le spectre du cœur montre un pic intense d’oxygène et un pic d’azote très faible ou nul. Seul l’oxyde est probablement mesuré. La présence de Cr est également détectée. L’analyse quantitative par stœchiométrie permet de conclure sur la présence d’oxydes de  $TiO_2$  et de  $Cr_2O_3$ . La gangue est également très oxydée à cette température. L’analyse quantitative par stœchiométrie révèle la présence de  $TiO_2$ ,  $Nb_2O_5$  et  $Cr_2O_3$ .

Le temps d’exposition étant le même pour les deux températures, une comparaison entre les spectres obtenus après oxydation à 450°C et 700°C montre qu’une **augmentation de la température entraîne une oxydation plus rapide**. De plus, les pics de Ti et de Nb ont des intensités presque identiques à 450°C et 700°C. Ceci confirme la présence de Ti et de Nb dans les oxydes formés dans la gangue à 450°C. Il est possible de faire l’hypothèse que ce sont les mêmes qui se forment à ces deux températures – soit  $TiO_2$  et  $Nb_2O_5$ .

## Oxydation des inclusions dans l'alliage HC

Les spectres des relevés EDS des cœurs des inclusions de la version HC oxydées à 450°C et 700°C pendant 24h sont donnés en Figure 5.5. A 450°C, le pic d'oxygène dans les cœurs est très intense et celui d'azote faible. L'oxyde est donc suffisamment épais pour être mesuré sans interception du carbonitruure en dessous. Les oxydes déterminés sont du  $TiO_2$  et du  $Nb_2O_5$ . Les mêmes oxydes ont été identifiés dans les gangues des inclusions (Figure 5.6). A 700°C, les oxydes formés dans les cœurs et les gangues des inclusions sont du  $TiO_2$ , du  $Nb_2O_5$  et du  $Cr_2O_3$ .

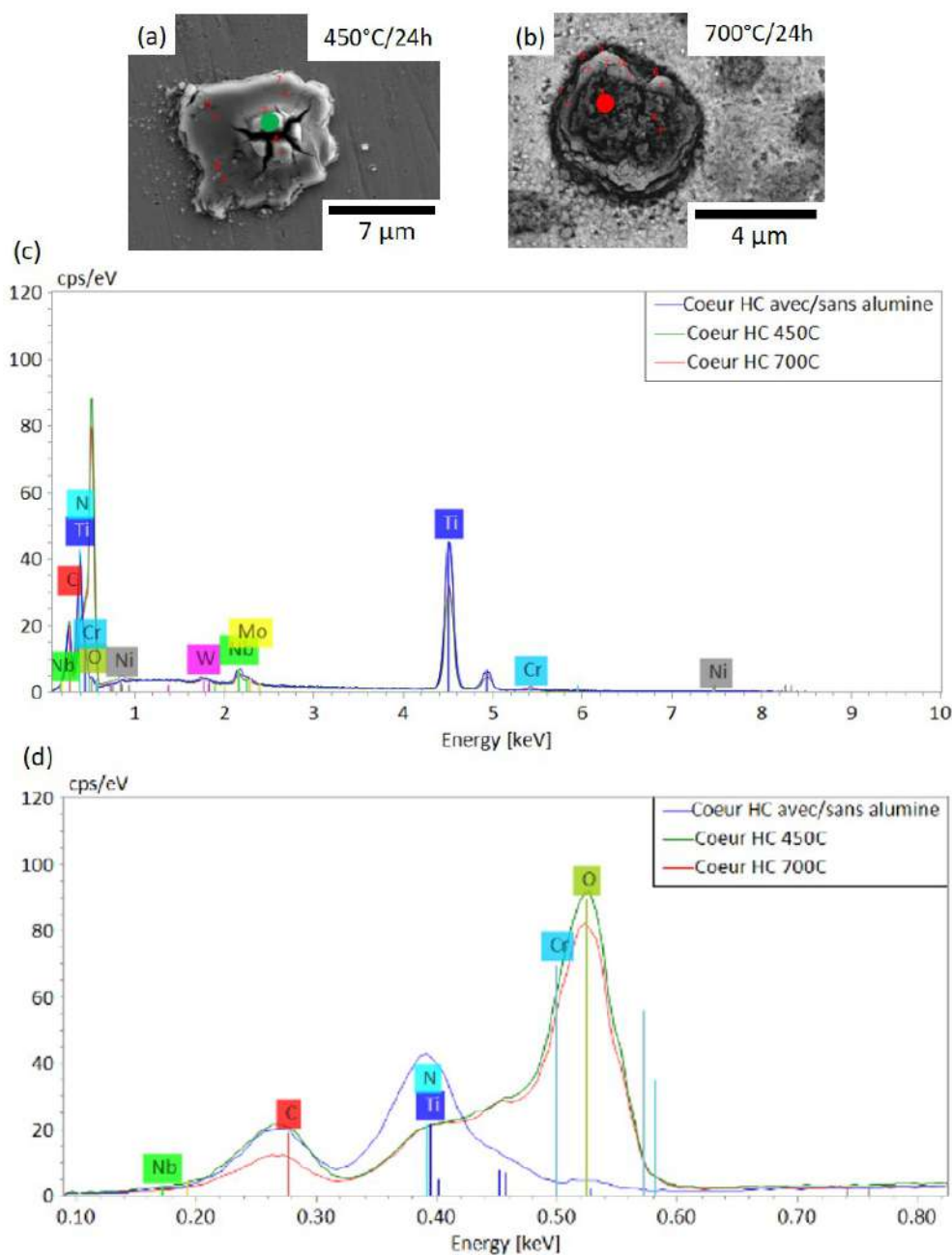


FIGURE 5.5 – Images MEB en mode (a) SEI et (b) BSE de deux inclusions de la version HC oxydées à 450°C et 700°C pendant 24h, respectivement. (c) Spectres EDS associés des cœurs. (d) Zoom dans les basses énergies.

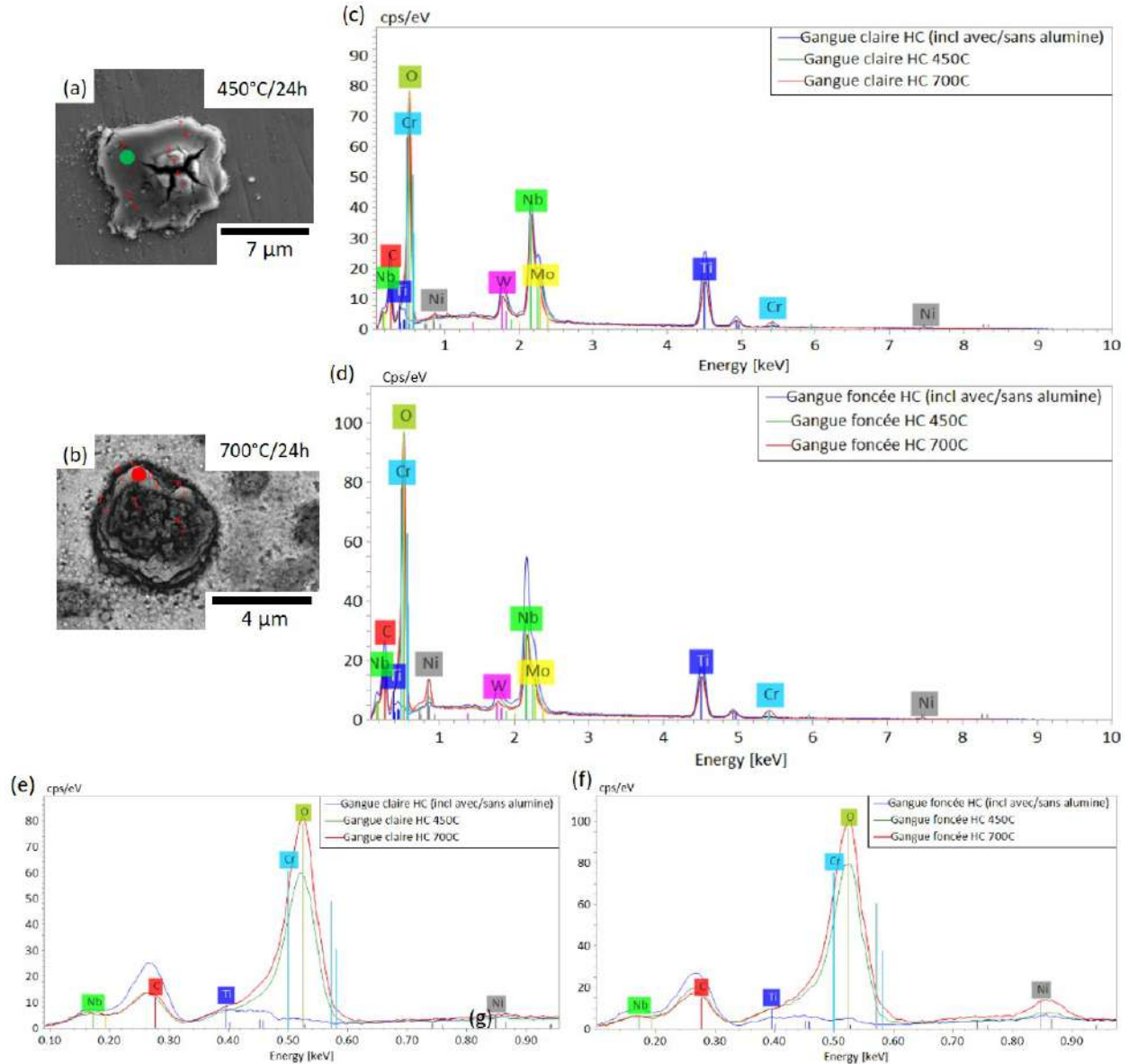


FIGURE 5.6 – Images MEB en mode (a) SEI et (b) BSE de deux inclusions de la version HC oxydées à 450°C et 700°C pendant 24h, respectivement. Spectres EDS associés des gangues (c) claires et (d) foncées comparés aux spectres des particules non pré-oxydées. Zoom dans les basses énergies des (e) gangues claires et (f) foncées.

### Comparaison entre les alliages STD et HC

La figure 5.7 présente les spectres EDS des cœurs et des gangues des alliages STD et HC après oxydation à 450°C et 700°C. Pour rappel, les gangues de la nuance STD sont similaires aux zones contrastées plus foncées des gangues de la version HC (cf. Paragraphe 3.2.2). C'est pourquoi, elles sont comparées entre elles en Figure 5.7.c. La teneur en oxygène peut-être mesurée par analyse quantitative par stœchiométrie pour les cas où la couche d'oxyde est suffisamment épaisse (tous à l'exception de l'AD730<sup>TM</sup> STD oxydé à 450°C). Cette teneur est identique à 700°C pour les cœurs des alliages STD et HC. La même observation peut être faite pour les gangues.

Il est alors possible d'en déduire que :

- une augmentation de la température entraîne une cinétique d'oxydation plus rapide.
- les cœurs et les gangues de la version HC s'oxydent plus rapidement que ceux de la nuance STD à 450°C.
- les cœurs et les gangues des alliages STD et HC s'oxydent à la même vitesse à 700°C.

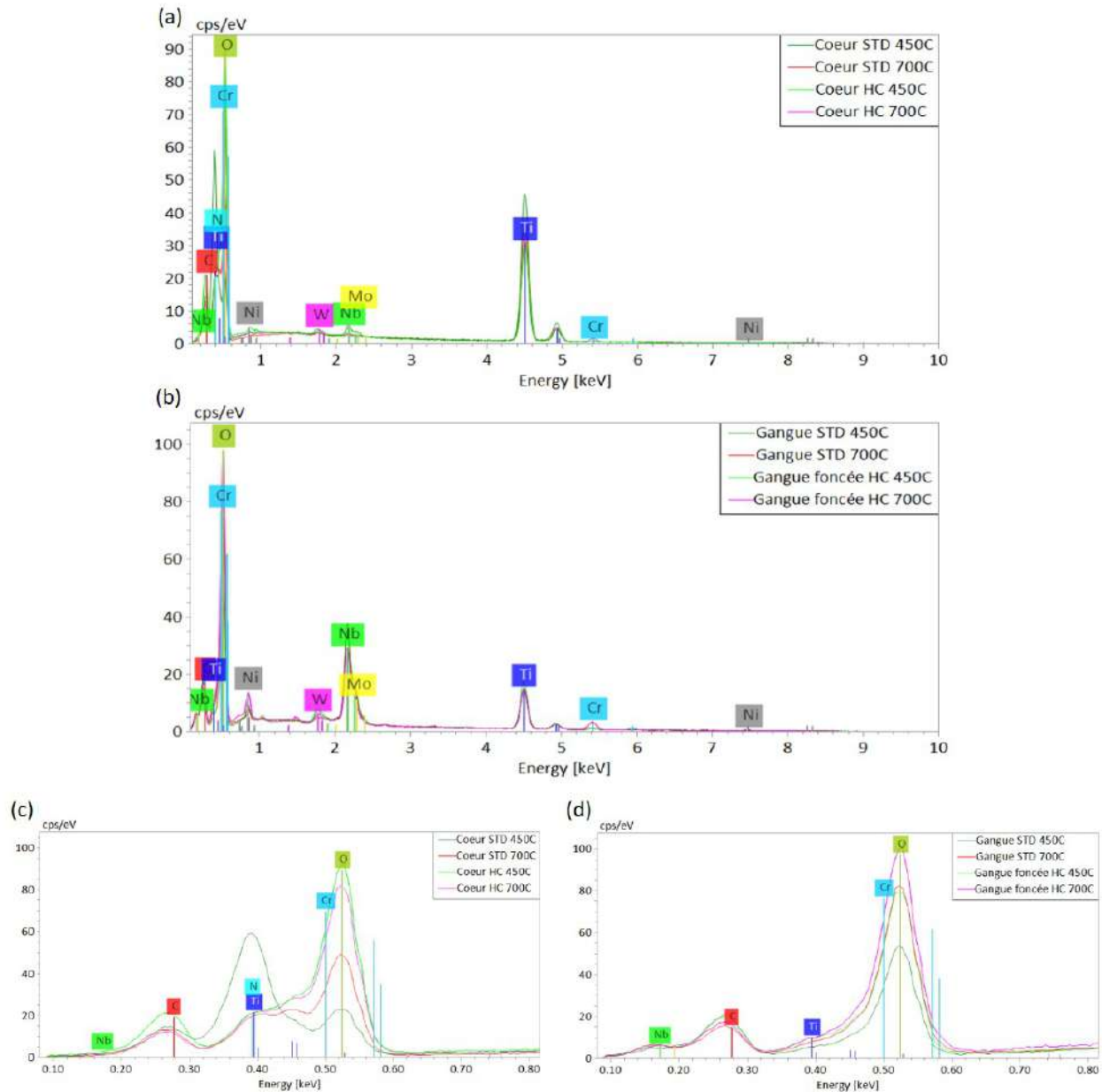


FIGURE 5.7 – Spectres EDS des (a) cœurs et des (b) gangues des inclusions oxydées à 450°C et 700°C dans les alliages STD et HC. (c) et (d) Zoom dans les basses énergies des cœurs et des gangues, respectivement.

### Nature des oxydes

Les analyses EDS ont donc révélé la présence de :

- $TiO_2$  dans les cœurs de la nuance STD à 450°C et 700°C.
- $TiO_2$  et de  $Nb_2O_5$  dans les cœurs de la version HC à 450°C et 700°C.
- $TiO_2$  et de  $Nb_2O_5$  dans les gangues des alliages STD et HC à 450°C et 700°C.
- $Cr_2O_3$  dans les cœurs et les gangues des alliages STD et HC à 700°C.

### 5.1.2 Morphologie des oxydes – Observations MEB

La Table 5.1 synthétise les différents essais d'oxydation statique réalisés. Les échantillons ont ensuite été observés au MEB. 25 à 30 inclusions sont observées pour chaque échantillon. Une température de transition dans les mécanismes d'oxydation a été observée entre 600°C et 650°C dans l'AD730<sup>TM</sup> STD.

#### Pour 350°C < T ≤ 600°C

##### Dans l'alliage STD

La figure 5.8 montre les morphologies d'oxydes obtenues pour des températures d'oxydation comprises entre 350°C et 600°C. Aucun effet de l'oxydation n'est visible après une exposition de 5h à 350°C (Figure 5.8.a). Pour les températures supérieures, une expansion volumique de la gangue riche en Nb est clairement identifiée. D'après les analyses EDS (cf. Paragraphe 5.1.1), elle est causée par la formation de  $Nb_2O_5$  qui a un coefficient d'expansion volumique deux fois supérieur au NbC (cf. paragraphe 4.2.1) [102]. La couche d'oxyde semble épaissir avec la durée d'exposition (Figures 5.8.b à 5.8.d) – ce qui devrait être confirmé par les mesures réalisées sur les coupes transverses – et entraîne vraisemblablement la fissuration de la gangue le long de l'interface gangue/cœur. L'expansion volumique des inclusions en fonction de la température et de la durée d'exposition sera étudiée plus en détails à la section 5.2.

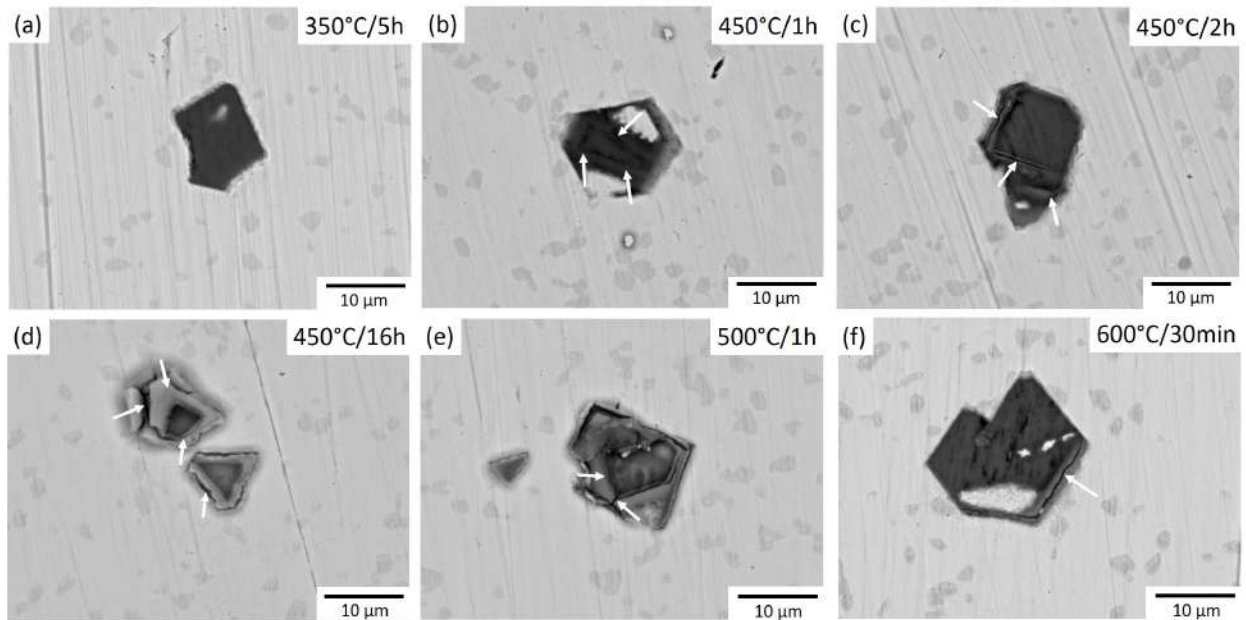


FIGURE 5.8 – Images MEB en mode BSE des inclusions oxydées après (a) 5h à 350°C, (b) 1h, (c) 2h, (d) 16h à 450°C, (e) 1h à 500°C et (f) 30 min à 600°C. Les fissures sont montrées par les flèches blanches.

Dès 1h d'exposition à 450°C, les premiers stades de fissuration (sous forme de fissures partielles) sont déjà visibles sur certaines inclusions (Figure 5.8.b). Il est intéressant de noter que la fissuration ne se fait pas par clivage ici, contrairement aux endommagements sous chargement (cf. section 1.2.4). Après 2h, les fissures traversent de part en part les inclusions (Figure 5.8.c). Par conséquent, la durée d'amorçage<sup>1</sup> est comprise entre 1h et 2h lors d'une oxydation à 450°C. En revanche, les cœurs riches en titane ne semblent pas être affectés par l'oxydation pour cette plage de température. Ceci est en accord avec les observations faites à 550°C et 650°C de *F. Alexandre* dans l'Inconel 718DA [72] [72] (cf. paragraphe 4.2.1) et avec les analyses EDS (cf. Paragraphe 5.1.1) montrant que le TiN ne s'oxyde presque pas (une très fine couche de  $TiO_2$  est néanmoins présente). Par conséquent, les parties riches en Nb des inclusions sont les plus affectées par l'oxydation entre 450°C et 600°C.

Le pourcentage d'inclusions/oxydes fissurés en fonction du temps d'exposition et de la température est tracé en Figure 5.9. Il ne faut que 1h à 500°C pour fissurer autant d'inclusions qu'après 5h à 450°C. Et il ne faut que 30 min d'exposition à 600°C pour fissurer la moitié des particules. La température a donc une influence directe sur la vitesse de fissuration des inclusions. De plus, 80% des particules observées après 3h d'exposition à 450°C sont fissurées et elles le sont en totalité après 16h. Le temps d'exposition est donc également un facteur important sur la vitesse d'amorçage de fissures sur inclusions.

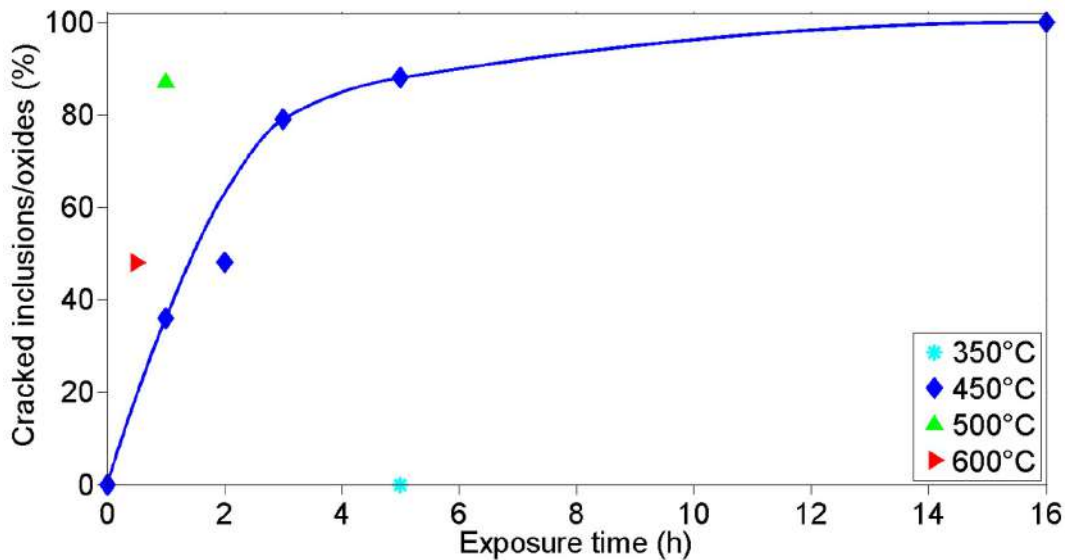


FIGURE 5.9 – Pourcentage d'inclusions fissurées en fonction du temps d'exposition et de la température.

1. Durée nécessaire pour que la taille de la fissure soit égale à la taille de l'inclusion

**Dans l'alliage HC**

Dans cette plage de température, seule 450°C a été étudiée pour la version HC de l'alliage. Pour les particules où le cœur est visible en surface, une expansion volumique de la gangue ainsi que du cœur est observée sur les images en Figures 5.10.a à 5.10.c. Pour rappel, le niobium est présent dans ces deux parties. Par conséquent le  $Nb_2O_5$  se forme dans la totalité du carbonitride, tout comme le  $TiO_2$  (cf. Paragraphe 5.1.1). Dans ce cas, la fissuration survient dans le cœur le long des interfaces avec la gangue (Figure 5.10.a) et/ou du centre vers les coins aigus du cœur (Figure 5.10.b). Après une exposition plus longue, les fissures se propagent alors à la gangue (Figure 5.10.c). Les mécanismes d'amorçage et de propagation seront plus détaillés pendant l'étude des essais d'oxydation interrompus au paragraphe 5.2.1. Une expansion volumique est aussi observée pour les particules où seule la gangue est visible (Figures 5.10.d et 5.10.e). Elles s'endommagent le long des interfaces gangue/matrice.

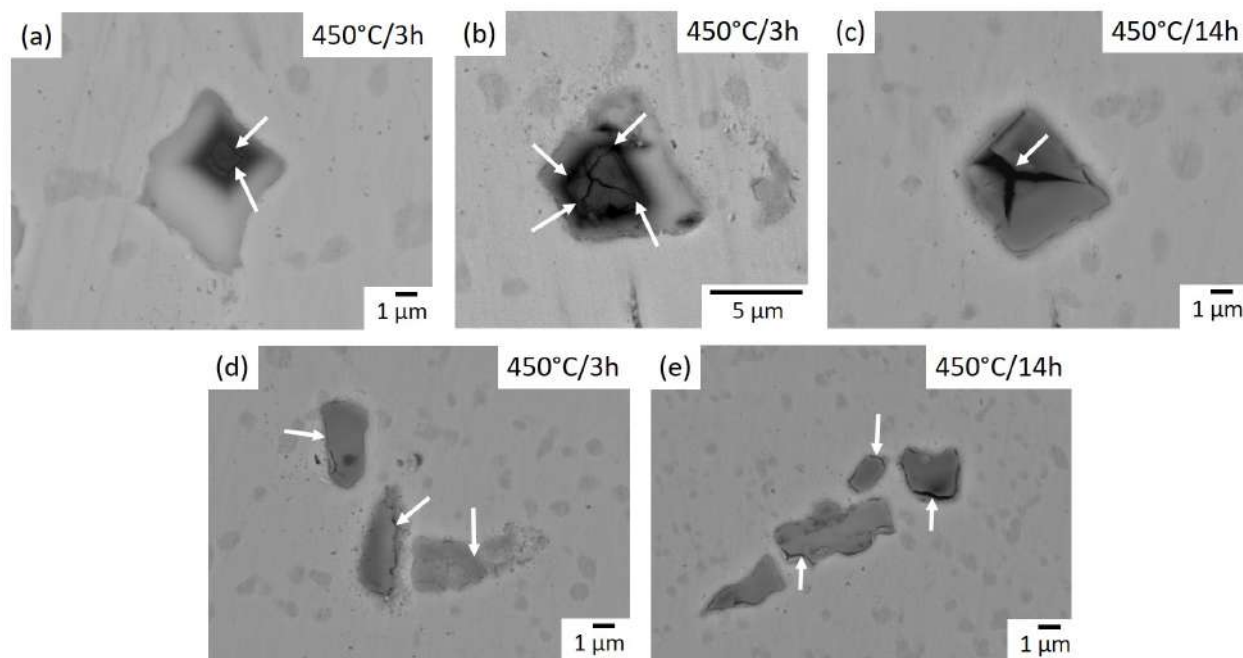


FIGURE 5.10 – Images MEB en mode BSE des inclusions avec le cœur visible oxydées après (a) et (b) 3h, (c) 14h à 450°C. Images après oxydation des inclusions où seule la gangue est visible après (d) 3h et (e) 14h à 450°C. Les fissures sont montrées par les flèches blanches.

**Pour  $650^{\circ}\text{C} \leq T \leq 800^{\circ}\text{C}$** **Dans l'alliage STD**

Pour des températures supérieures à 650°C, une toute autre morphologie d'oxydes a été observée pour les inclusions. La figure 5.11 montre que dans cette plage de température, ce sont les cœurs riches en titane qui s'oxydent préférentiellement. Ils prennent rapidement un aspect "granuleux" et gonflent (figure 5.11). En effet, dès 30 min d'exposition à 700°C par exemple, les effets d'oxydation sont déjà visibles. A partir de 9h d'exposition, certaines particules prennent une forme de "champignons" (Figure 5.11.c) traduisant une expansion volumique importante et les premiers endommagements de la matrice apparaissent (Figures 5.11.d à 5.11.f). Par ailleurs, la morphologie des oxydes de titane formés ici ne permet pas de conclure sur la présence ou non de fissures. Des coupes transverses ont alors été réalisées et observées pour pouvoir statuer (cf. paragraphe 5.1.3).

Les précipités primaires  $\gamma'_I$  étant également riches en Ti, ils sont aussi affectés par l'oxydation. Des pores de décohesion (petits points noirs montrés par les flèches noires continues) apparaissent à l'interface précipités  $\gamma'_I$ /joints de grains après 9h à 700°C et 15 min à 800°C entraînant alors des fissures intergranulaires (flèches noires en pointillé). Ce phénomène a été observé dans le Rene 65 à 700°C par *A. Laurence* [45]. Le schéma explicatif de la formation de ces fissures intergranulaires depuis les pores de décohesion est donné en Figure 5.12. Le fait que ce phénomène arrive beaucoup plus rapidement à 800°C traduit ici aussi une accélération de la cinétique d'oxydation avec l'augmentation de la température.

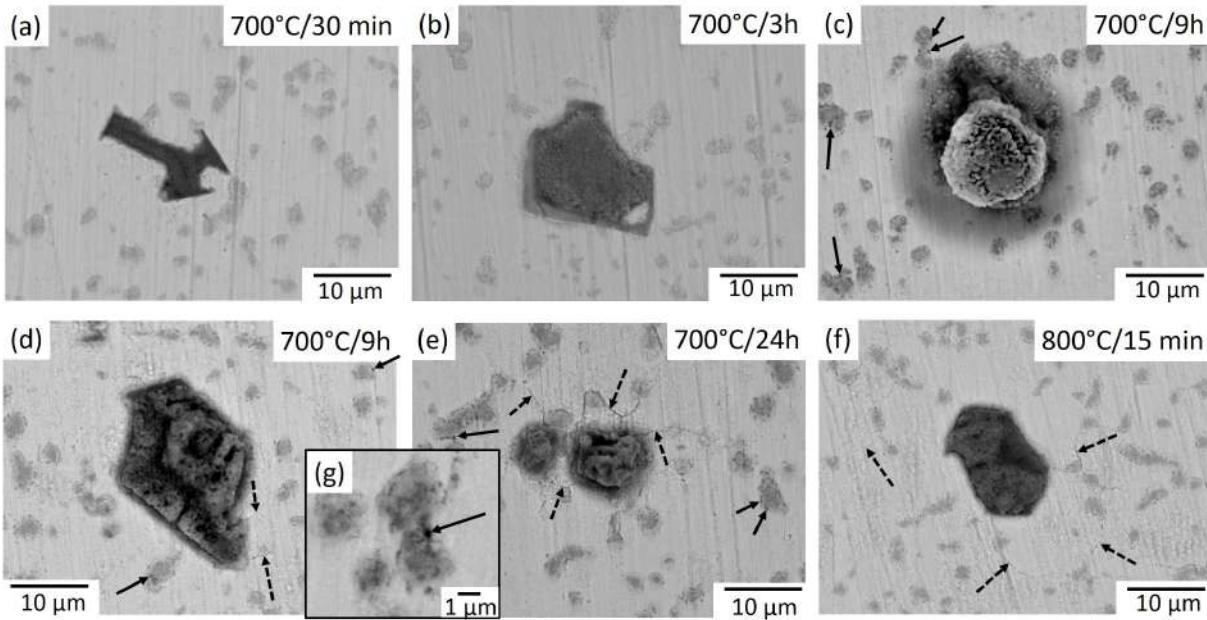


FIGURE 5.11 – Images MEB en mode BSE des inclusions oxydées après (a) 30 min, (b) 3h, (c) et (d) 9h, (e) 24h à 700°C et (f) 15 min à 800°C. (g) Zoom sur un pore de décohesion formé après 9h à 700°C. Les flèches noires continues montrent les pores de décohesion à l'interface précipités  $\gamma'_I$ /joints de grains. Les flèches noires en pointillé montrent les fissures intergranulaires.

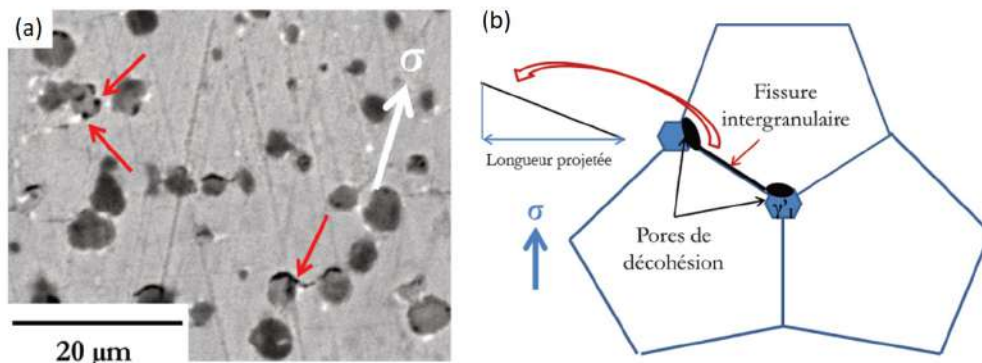


FIGURE 5.12 – (a) Image MEB en mode SEI montrant les pores de décohesion autour des précipités primaires et un amorçage de fissures intergranulaires (flèches rouges) dans le Rene 65 vieilli pendant 500h à 800°C. (b) Mécanisme de formation de fissures intergranulaires depuis des pores de décohesion situés à l'interface précipités  $\gamma'_I$ /joints de grains après une oxydation à haute température [45].



Des images au MEB-FEG en mode SEI ont été réalisées afin d'avoir une meilleure résolution de la morphologie des oxydes de titane formés dans le cœur des inclusions. La Figure 5.13 montre les oxydes de Ti formés sur les cœurs après une exposition de 24h à 700°C. Ils se présentent sous forme de cristaux octaédriques striés. Or, les analyses EDS montrées au paragraphe 5.1.1 ont révélé que c'est du  $TiO_2$  qui se forme. Compte tenu de la plage de température et de la morphologie des cristaux, il s'agit donc vraisemblablement de rutile (cf. paragraphe 4.2.1).

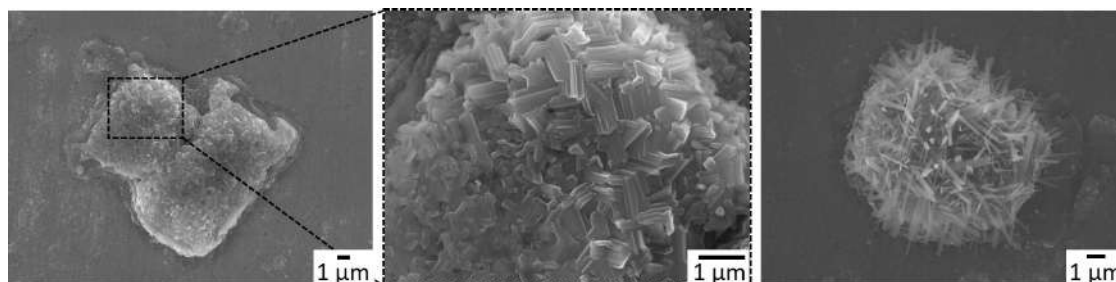


FIGURE 5.13 – Images au MEB-FEG en mode SEI des oxydes de titane formés après 24h à 700°C.

Une expansion volumique de la gangue semble également s'opérer mais dans une bien moindre mesure par rapport à l'expansion du cœur. Étonnamment, elle semble être également moins importante à 700°C qu'à 450°C. La Figure 5.14 illustre cette observation. En effet, à l'état initial, les inclusions ont une gangue ayant une épaisseur d'environ 0.7–0.8 μm. Après oxydation pendant 9h à 450°C, l'épaisseur de la gangue a augmenté jusqu'à 2.3 μm pour la plus large partie contre seulement 1 μm après oxydation à 700°C. Ceci est lié au fait que les cœurs étant thermodynamiquement stables à 450°C, ce sont les NbC qui réagissent avec l'oxygène. En revanche, à 700°C, l'oxydation des TiN est activée et il y a formation de  $TiO_2$ . Or d'après les diagrammes d'Ellingham, l'enthalpie libre de  $TiO_2$  est plus faible que celle de  $Nb_2O_5$  à 700°C (environ  $-891 \text{ kJ.mol}^{-1}$  et  $-588 \text{ kJ.mol}^{-1}$  à  $P_{O_2}=1 \text{ atm}$ , respectivement) (cf. Figure 5.15). Par conséquent, le rutile est plus stable et les cœurs vont s'oxyder préférentiellement.

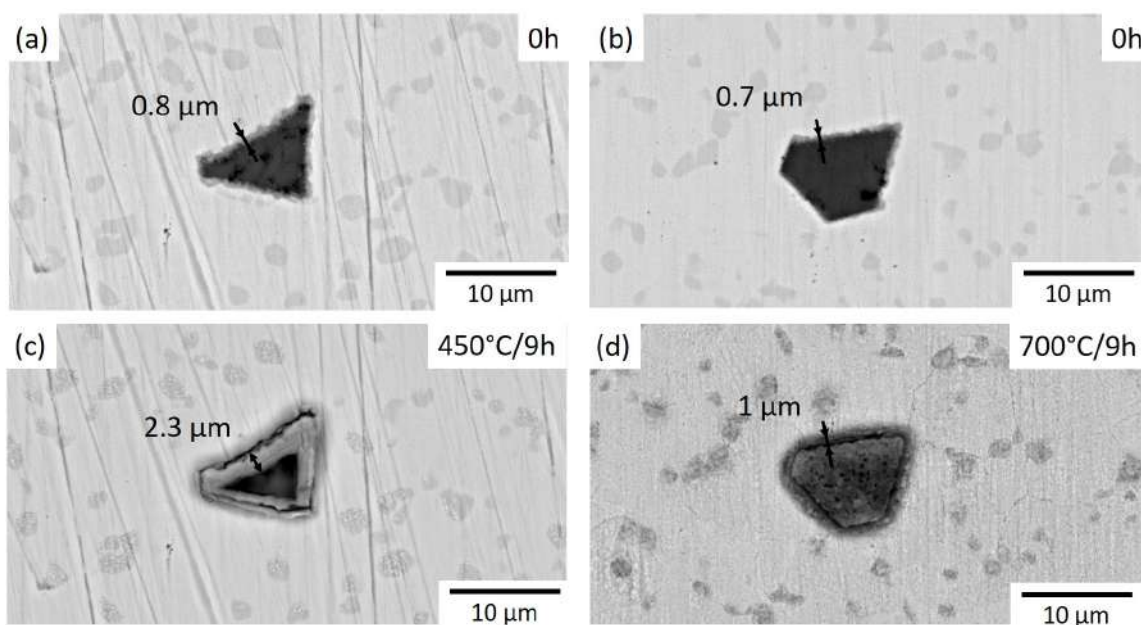


FIGURE 5.14 – Images MEB en mode BSE de (a) et (b) l'état initial des inclusions et de leur état après oxydation pendant 9h à (c) 450°C et (d) 700°C. L'épaisseur des gangues est indiquée.

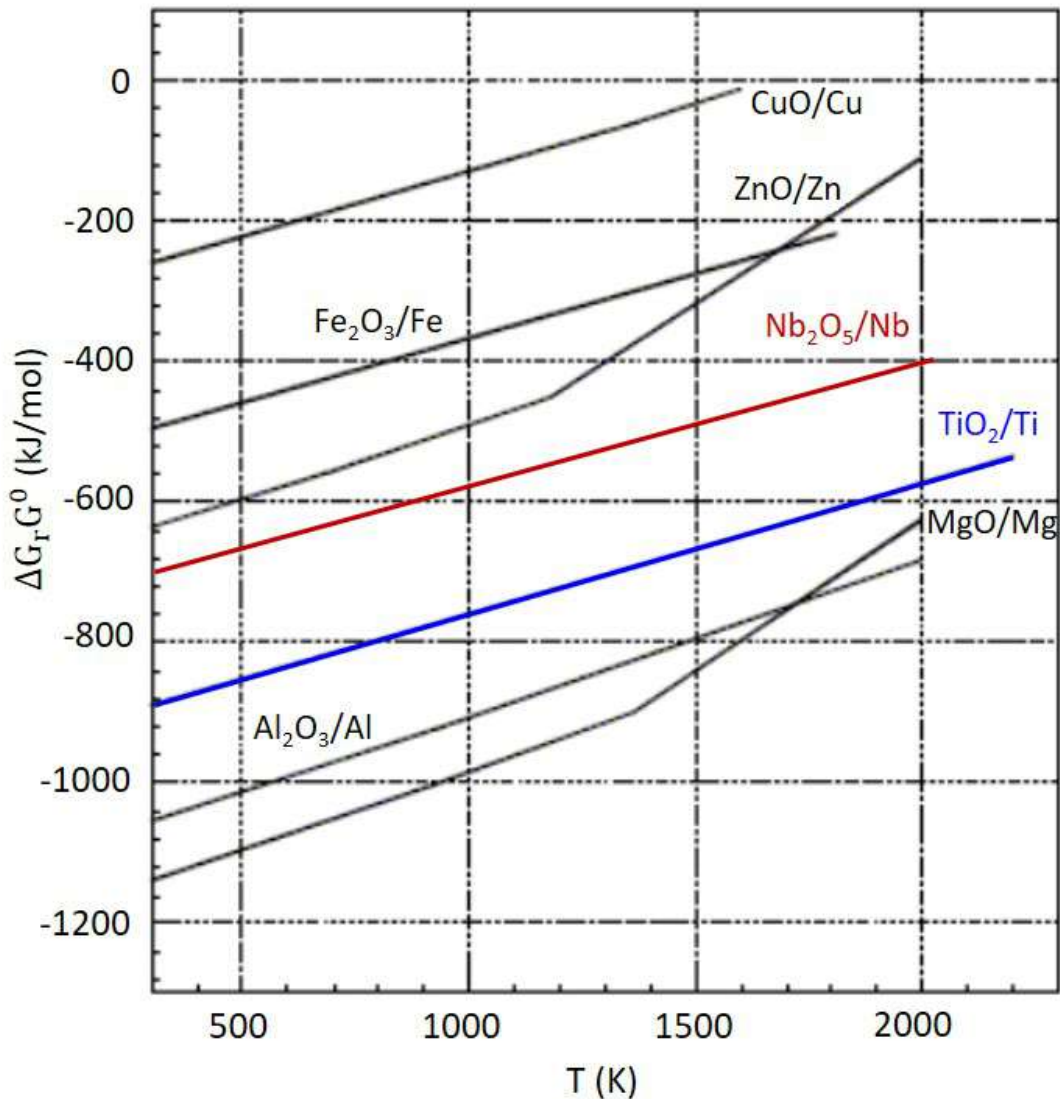


FIGURE 5.15 – Diagramme d’Ellingham libre standard de quelques réactions d’oxydation des couples oxydant/réducteur. Les couples  $Ti/TiO_2$  et  $Nb/Nb_2O_5$  sont mis en valeur.

### Dans l’alliage HC

Des observations similaires sont faites à 700°C dans la version HC de l’alliage : les cœurs s’oxydent et des cristaux de  $TiO_2$  se forment (Figures 5.16.a et 5.16.b). La gangue gonfle également et certaines fissures y sont visibles dès 3h (montrées par les flèches blanches sur la Figure 5.16). Elles sont parallèles aux interfaces gangue/matrice. Il est intéressant de noter que la gangue prend aussi cet aspect un peu granuleux. Du Ti étant également présent dans la gangue, il s’oxyde lui aussi en  $TiO_2$ . En revanche, aucun endommagement au niveau du cœur n’a été observé, contrairement aux observations faites sur les inclusions oxydées à 450°C.

Les précipités primaires sont affectés de la même manière que dans la version STD. En effet, des pores de décohesion aux interfaces précipités  $\gamma'_I$ /joints de grains sont également observés dans l’alliage HC (montrés par les flèches noires en Figure 5.16.d)

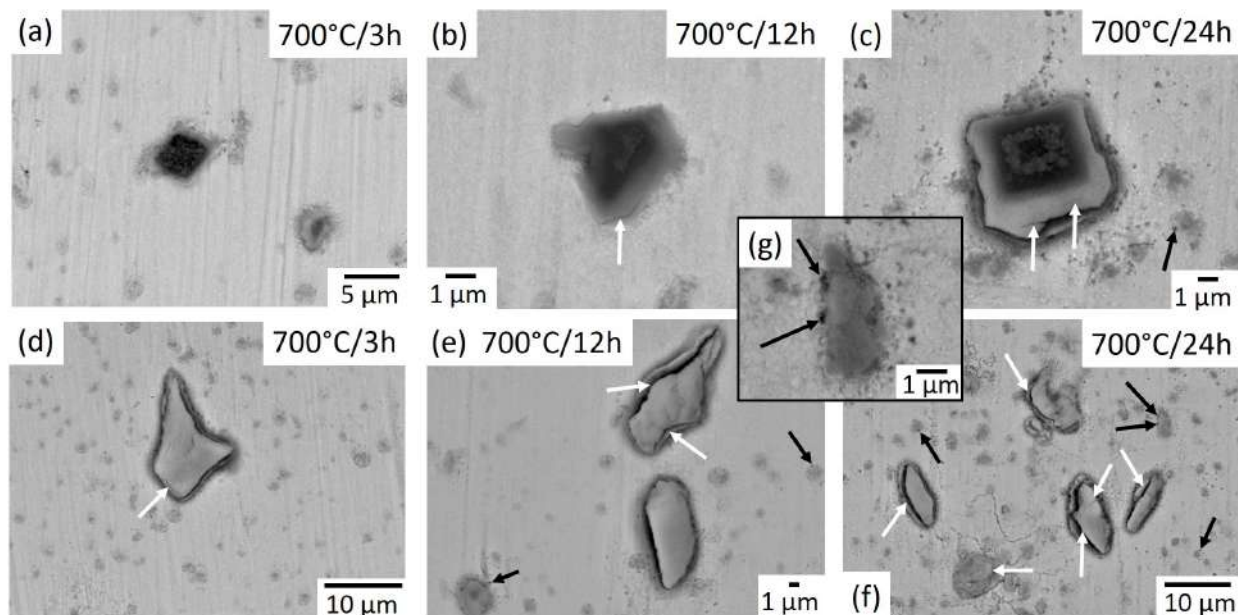


FIGURE 5.16 – Images MEB en mode BSE des inclusions avec le cœur visible oxydées après (a) 3h, (b) 12h et (c) 24h à 700°C. Images après oxydation des inclusions où seule la gangue est visible après (d) 3h, (e) 12h et (f) 24h à 700°C. (g) Zoom de pores de décohesion apparus après 24h à 700°C. Les flèches noires continues montrent les pores de décohesion et celles en pointillés indiquent les fissures intergranulaires. Les flèches blanches montrent les fissures.

Bien que la vitesse d'oxydation augmente avec la température, le degré d'endommagement des inclusions à 700°C est beaucoup moins avancé qu'à 450°C. La Figure 5.17 montre les particules oxydées après 12h d'exposition à 450°C et 700°C. A 450°C, les fissures se propagent depuis le cœur vers la gangue. Certaines atteignent même déjà l'interface avec la matrice. Elles sont également largement ouvertes, ce qui "éclate" la particule en plusieurs parties. A 700°C, seules quelques petites fissures partielles sont observées dans la gangue.

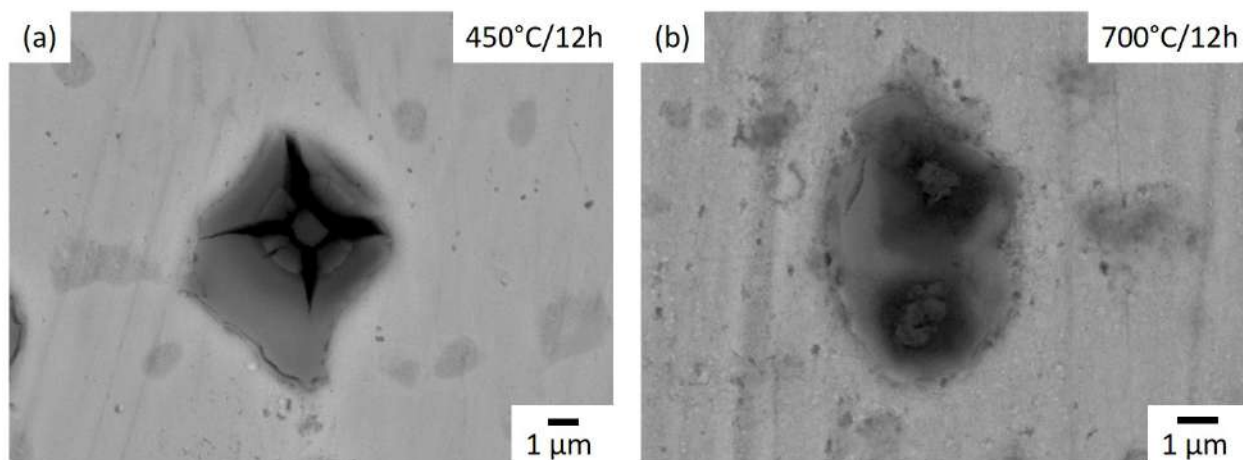


FIGURE 5.17 – Images MEB en mode BSE des inclusions oxydées pendant 12h à (a) 450°C et (b) 700°C.

D'après les diagrammes d'Ellingham (Figure 5.15), la formation de  $Nb_2O_5$  est favorisée comparativement à  $TiO_2$ . Par conséquent, d'après la thermodynamique, Ti va réduire  $Nb_2O_5$  pour s'oxyder en  $TiO_2$  dans la gangue et dans le cœur. Or, le rutile ayant un coefficient de mismatch thermique plus faible que l'oxyde de niobium (0.16–0.18 et 0.26, respectivement), le mismatch thermique induit est plus faible à 700°C qu'à 450°C. Les contraintes générées sont donc moins importantes. Ceci expliquerait les différences majeures de mécanismes de fissuration observées entre ces deux températures.

### Comparaison entre les alliages STD et HC

Les mêmes mécanismes d'oxydation des inclusions ont lieu pour les alliages STD et HC :

- oxydation préférentielle du Nb en  $Nb_2O_5$  pour  $T < 650^\circ\text{C}$ .
- oxydation préférentielle du Ti en rutile pour  $T \geq 650^\circ\text{C}$ .

L'oxydation des particules apparaît pour des temps d'exposition très courts dans les deux nuances : dès 2h à 450°C et dès 30 min à 700°C. A cause de la morphologie du rutile formé à 700°C, il n'est pas possible de conclure sur un éventuel endommagement des particules sous cet oxyde. En revanche, des fissures sont clairement visibles à 450°C.

Les mécanismes de fissuration liés à l'oxydation ne sont cependant pas identiques dans les alliages STD et HC à 450°C. En effet, les observations ont montré que :

- dans la nuance STD, les fissures apparaissent dans la gangue.
- dans la version HC, les fissures apparaissent dans le cœur et se propagent rapidement vers la gangue.

Ces différences sont liées au fait que la composition chimique des inclusions dans les alliages STD et HC ne sont pas identiques (cf. paragraphe 3.2.2). La divergence majeure est la présence de Nb dans le cœur des particules de la version HC. Ceux-ci vont donc également s'oxyder à 450°C, contrairement à ceux de l'alliage STD.

### Influence de l'état de surface et de la vitesse de refroidissement

Afin de valider que la fissuration des inclusions est bien due à l'effet de l'oxydation pure, la vitesse de refroidissement ainsi que l'influence de l'état de surface ont été étudiées. Lors d'un refroidissement rapide – trempe à l'air ici – des pions après oxydation, le choc thermique pourrait être à l'origine de la fissuration des inclusions. Pour évaluer cet effet, un refroidissement lent de 50°C/h a été appliqué après une oxydation de 3h à 450°C. Une fissuration des particules a été observée selon les mêmes mécanismes que pour les échantillons trempés à l'air (Figure 5.18.a). L'endommagement des inclusions semble donc principalement lié à l'effet d'oxydation ou bien la vitesse de refroidissement n'affecte pas les contraintes d'incompatibilité de dilatation thermique (qui pourraient être les mêmes dans les deux cas, l'alliage ne fluant pas vite à cette température).

Deux états de surface ont été analysés : une finition polie miroir (Figure 5.18.b) et une finition polie électrolytiquement (Figures 5.18.c et 5.18.d). Aucune différence sur les mécanismes d'oxydation et le pourcentage de particules fissurées en fonction du temps n'a été remarquée. En revanche, les joints de grains sont significativement plus affectés après une oxydation à 700°C sur pions polis électrolytiquement (Figure 5.18.d).

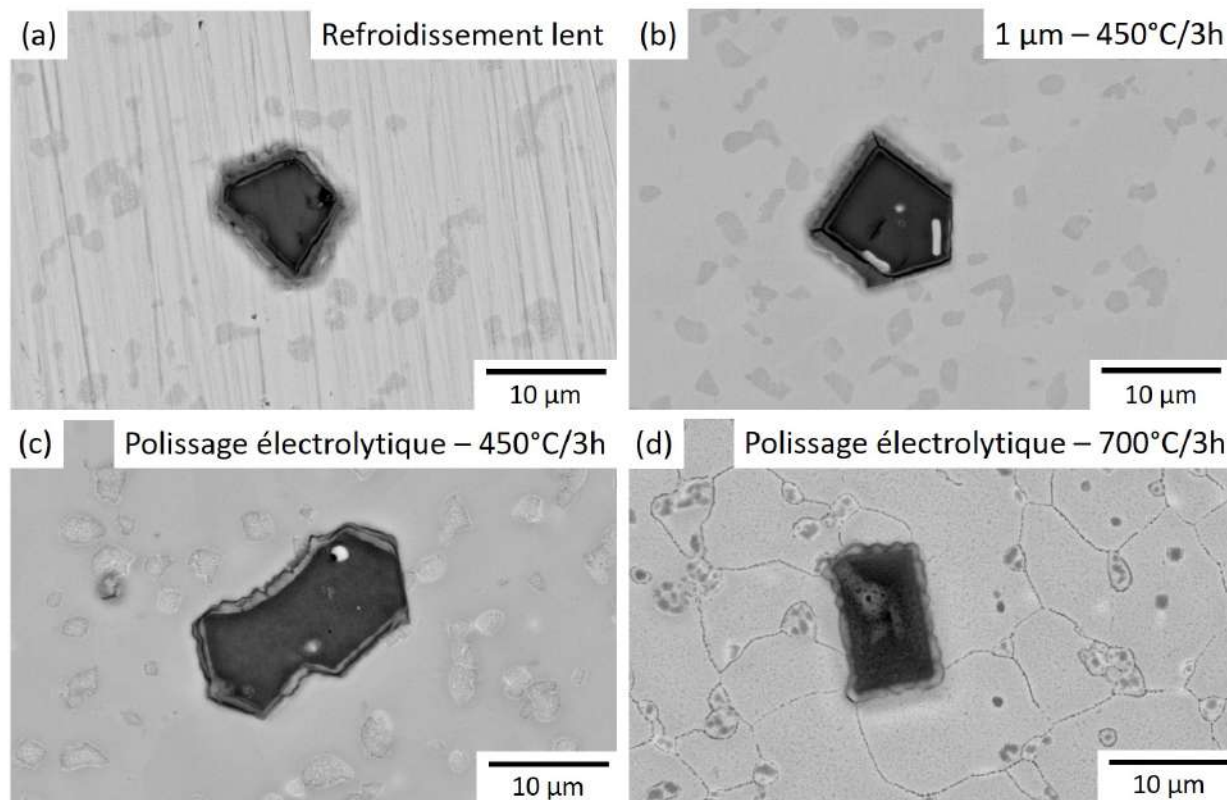


FIGURE 5.18 – Images MEB en mode BSE des inclusions oxydées. (a) Impact d'un refroidissement lent après une oxydation à 450°C. Influence de l'état de surface : (b) poli miroir – 450°C/3h et polis électrolytiquement à (c) 450°C/3h et (d) 700°C/3h.

### 5.1.3 Endommagement des inclusions

#### Dans l'alliage STD

##### A 450°C

Comme vu au paragraphe précédent, les carbonitrides oxydés à 450°C se fissurent. Afin de mieux comprendre les mécanismes impliqués et de mieux évaluer l'épaisseur des oxydes formés sur les inclusions, des échantillons ont été tiltés à 45° dans le MEB. La Figure 5.19 montre les images acquises pour un échantillon oxydé pendant 16h à 450°C. L'expansion volumique de la gangue par rapport à la matrice et au cœur est clairement visible. Cela confirme que c'est bien cette partie des particules qui s'oxyde préférentiellement à cette température. Cette expansion volumique des NbC en  $Nb_2O_5$  semble causer plusieurs événements :

- la fissuration de la gangue oxydée (flèches blanches continues sur la Figure 5.19).
- la décohésion des interfaces cœurs/gangue et gangue/matrice (flèches blanches en pointillé sur la Figure 5.19).
- le détachement de certaines zones de la gangue oxydée (cercles noirs sur la Figure 5.19).

Il est possible que ce soit la fissuration de la couche d'oxyde qui cause ce détachement ou encore que l'expansion volumique soit devenue tellement importante que l'oxyde est expulsé. A ce phénomène s'ajoute le fait que la gangue est non stœchiométrique (cf. Paragraphe 3.2.3), ce qui peut conférer une ténacité des interfaces faible. Une fois le détachement produit, le champ de contrainte locale engendré par la formation de cet oxyde doit diminuer.

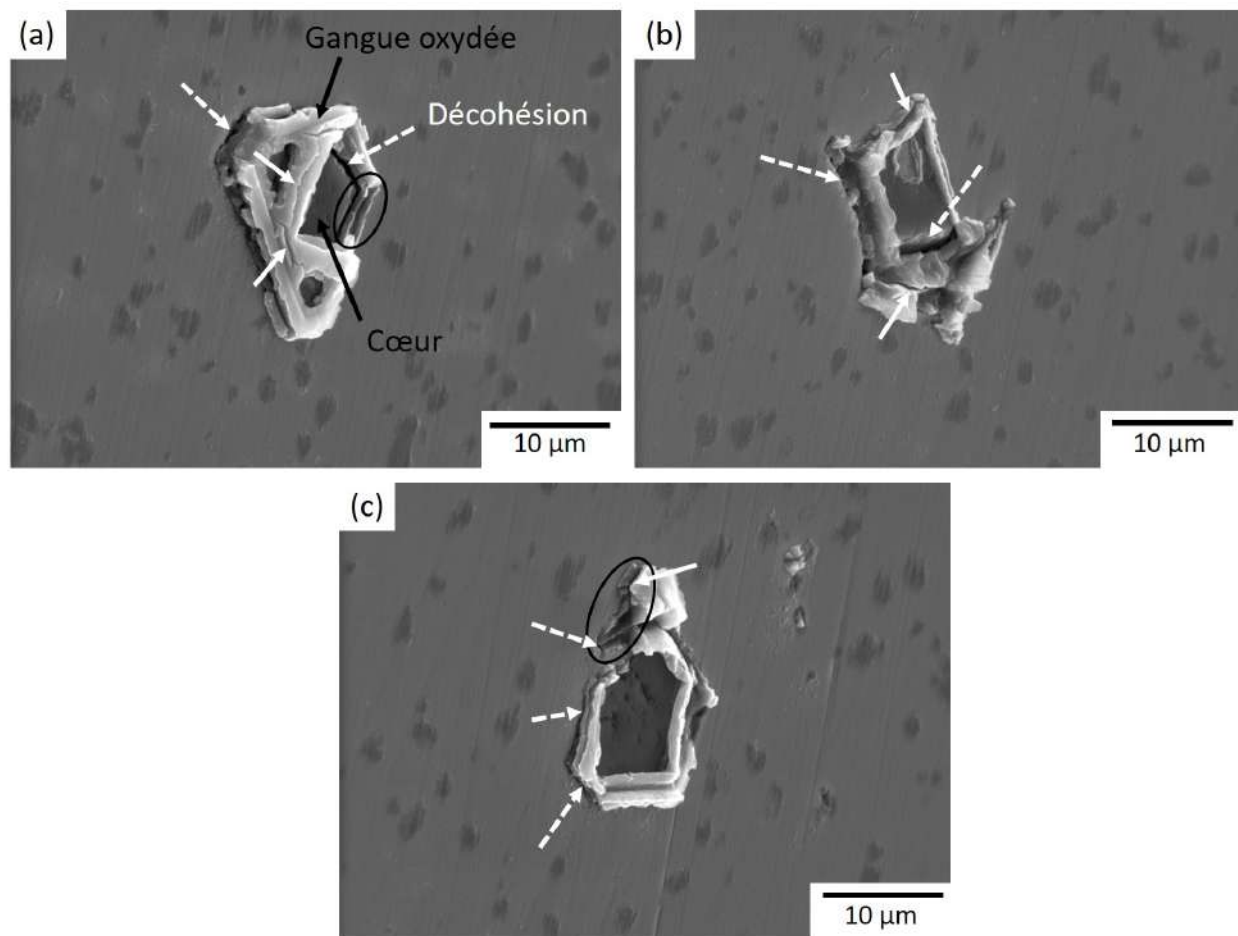


FIGURE 5.19 – Images MEB en mode SEI des inclusions oxydées à 450°C/16h – Observations avec un Tilt de 45°. Les flèches blanches continues montrent les fissures et celles en pointillé indiquent les décohésions d’interfaces. Le cercle noir montre un détachement d’oxyde.

Des coupes transverses ont également été effectuées afin d’évaluer la couche d’oxyde et déterminer si le carbonitride est fissuré dans la profondeur. La première technique utilisée consiste à déposer une couche de nickel à la surface de l’échantillon pour protéger les oxydes lors de la découpe et de la préparation des échantillons. Or celle-ci se décolle lors de la découpe. Par conséquent, il est possible que les oxydes superficiels aient été endommagés lors de la préparation. Il est donc difficile de conclure avec cette méthode. Afin d’éviter cela, des découpes à l’aide d’un FIB ont été réalisées au CEMEF par le Dr A. Nicolay (cf. Paragraphe 2.3.4).

La Figure 5.20 montre les coupes transverses d’un carbonitride oxydé pendant 12h à 450°C selon deux plans de découpe CS1 et CS2. Elles révèlent que seules les gangues sont significativement oxydées. Les éruptions de niobium en surface sont fissurées et l’oxydation pénètre en profondeur sur une distance allant jusqu’à 1.5 µm après une exposition de 12h. Le cœur est quant à lui très peu affecté par l’oxydation. Ces propos sont en accord avec les observations surfaciques en Figure 5.8 et les analyses EDS en Figure 5.3 affirmant que ce sont les gangues qui s’oxydent préférentiellement à 450°C. De plus, aucune fissure n’a été observée dans la profondeur. Par conséquent, la fissuration des oxydes de la gangue n’est que superficielle et l’inclusion en dessous reste quant à elle intacte.

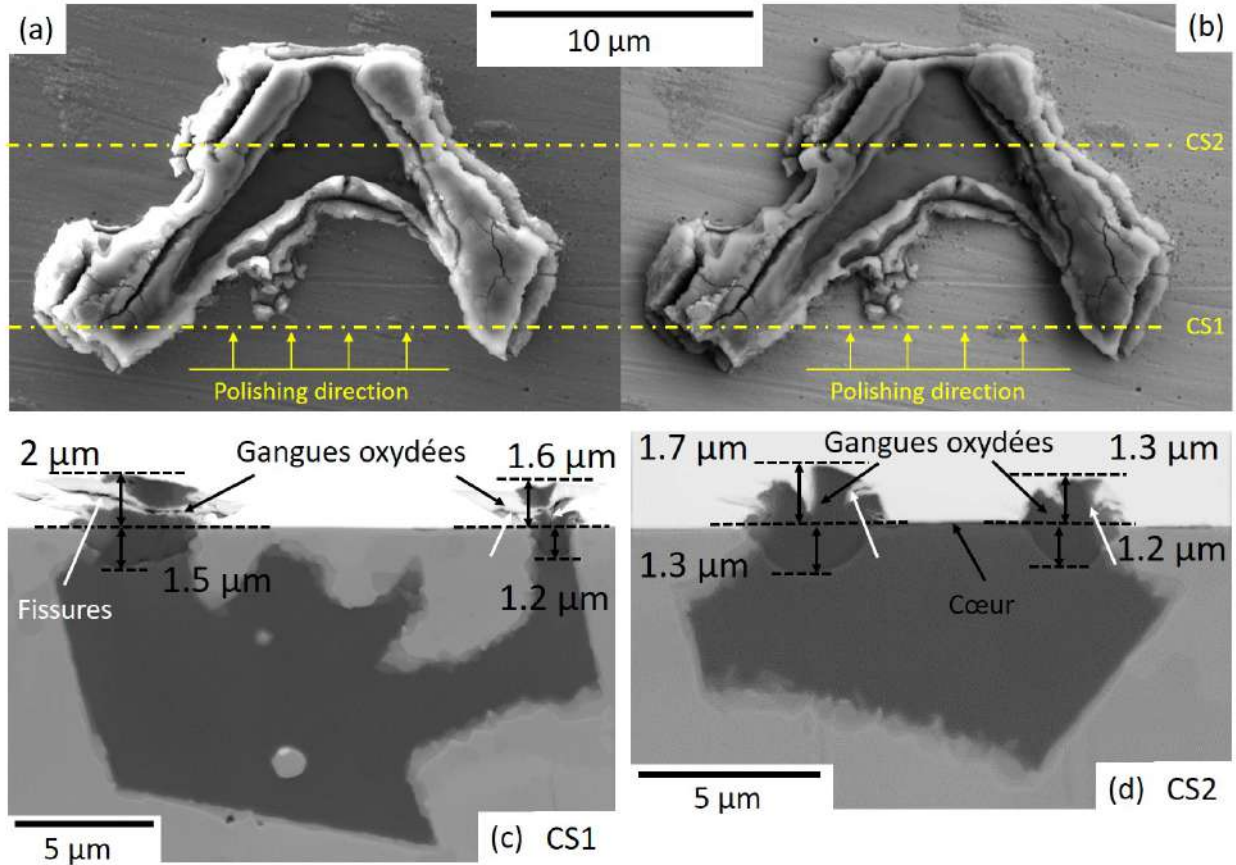


FIGURE 5.20 – Images MEB en mode (a) BSE et (b) SEI d'une inclusion oxydée à 450°C/12h. Images MEB en mode BSE des coupes transverses obtenues le long des plans de coupes (c) CS1 et (d) CD2. Les flèches noires en continu montrent les couches d'oxyde créées.

Même si ces particules ne sont pas endommagées dans la profondeur, le fait qu'il y ait la couche d'oxyde fissurée et des décohésions aux différentes interfaces, elles seront considérées comme étant fissurées dans la suite du manuscrit.

### A 700°C

De la même manière, des échantillons oxydés à 700°C ont été tiltés à 45°. Une expansion volumique importante des cœurs est mise en évidence. Les gangues gonflent également mais dans une moindre mesure. Des décohésions aux interfaces cœur/gangue et gangue/matrice sont également visibles à 700°C (Figures 5.21.a et 5.21.b). Elles apparaissent dès 3h d'exposition (Figure 5.21.a). De plus, la Figure 5.21.c atteste de la fissuration des gangues à cette température. Ces fissures n'étaient pas apparentes sur les images MEB prises sans tilt, du fait de l'expansion volumique très importante du rutile qui masquait alors les gangues.

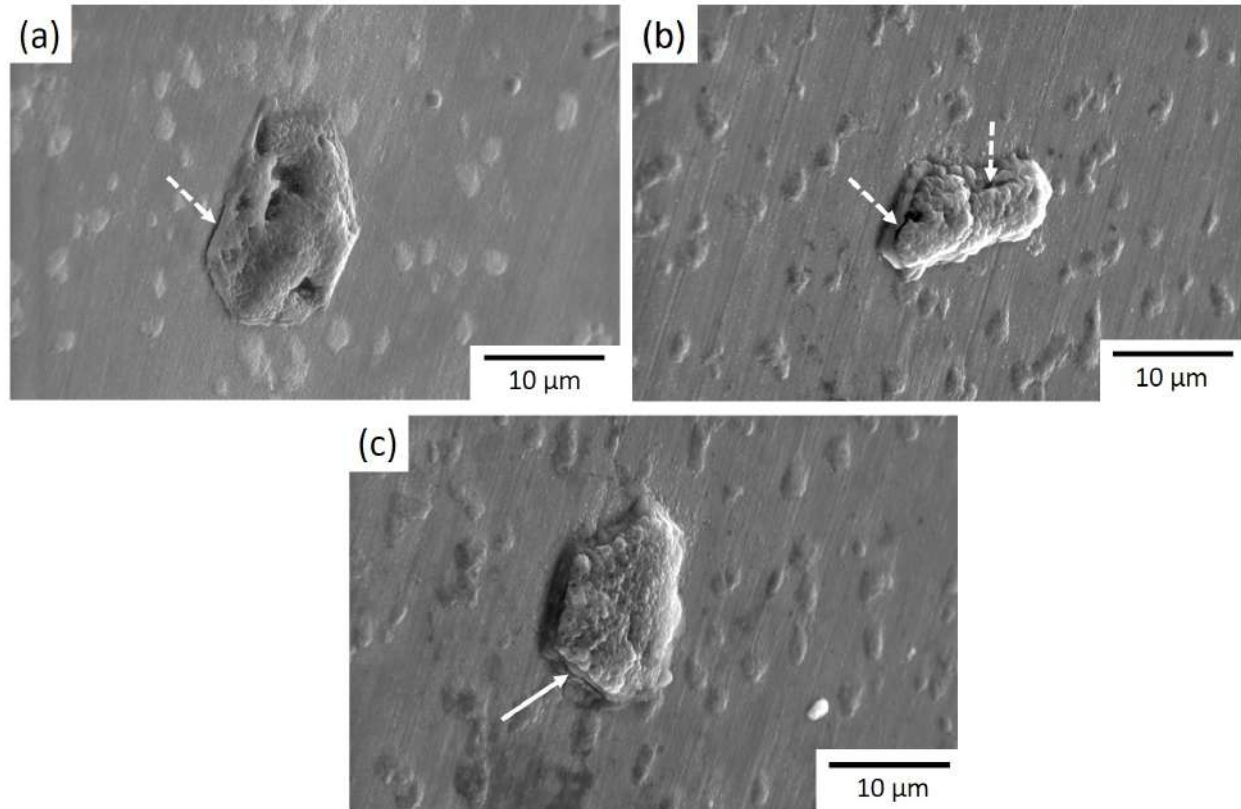


FIGURE 5.21 – Images MEB en mode SEI des inclusions oxydées de la version STD à 700°C pendant (a) 3h et (b) et (c) 16h – Observations avec un Tilt de 45°. Les flèches blanches continues montrent les fissures et celles en pointillé indiquent les décohésions d’interfaces.

Les coupes transverses réalisées sur une inclusion oxydée à 700°C pendant 3h à l’aide d’un FIB, selon les plans de découpe CS1 et CS2, sont présentées en Figure 5.22. Elles confirment que les particules gonflent en surface comme observé sur les images en Figure 5.11. Le cœur et la gangue sont affectés par l’oxydation à 700°C. En effet, la formation d’une couche d’oxyde en surface est bien visible tout le long du carbonitride. Une couche est également visible sur la matrice (flèches blanches en Figure 5.22.d). Il y a également pénétration des atomes d’oxygène en profondeur. Par conséquent, la particule est oxydée sur une certaine profondeur par rapport à la surface de l’échantillon. La couche de  $TiO_2$  formée est poreuse (Figure 5.22.e), permettant alors la diffusion des atomes d’oxygène. Il semblerait également qu’il y ait diffusion le long des interfaces cœur/gangue (flèches noires en pointillé). En effet, un trait de contraste identique à celui de la couche d’oxyde est visible le long de certaines de ces interfaces (flèches noires en pointillé en Figures 5.22.d et 5.22.f). L’expansion volumique pouvant entraîner une décohésion de ces interfaces (Figure 5.21), ces observations sont en accord. De plus, il semblerait que la couche d’oxyde ne soit pas uniforme. En effet, elle est plus épaisse – en hauteur et en profondeur selon l’axe  $z$  – au centre de l’inclusion (Figure 5.22.d à 5.22.f). Une étude de cette augmentation de volume en surface est détaillée à la section 5.2. Après 3h d’exposition à 700°C, une épaisseur de couche d’oxyde d’environ 1.5  $\mu\text{m}$  s’est formée sur ce carbonitride et la diffusion d’oxygène s’est faite jusqu’à 1.3  $\mu\text{m}$  de profondeur.



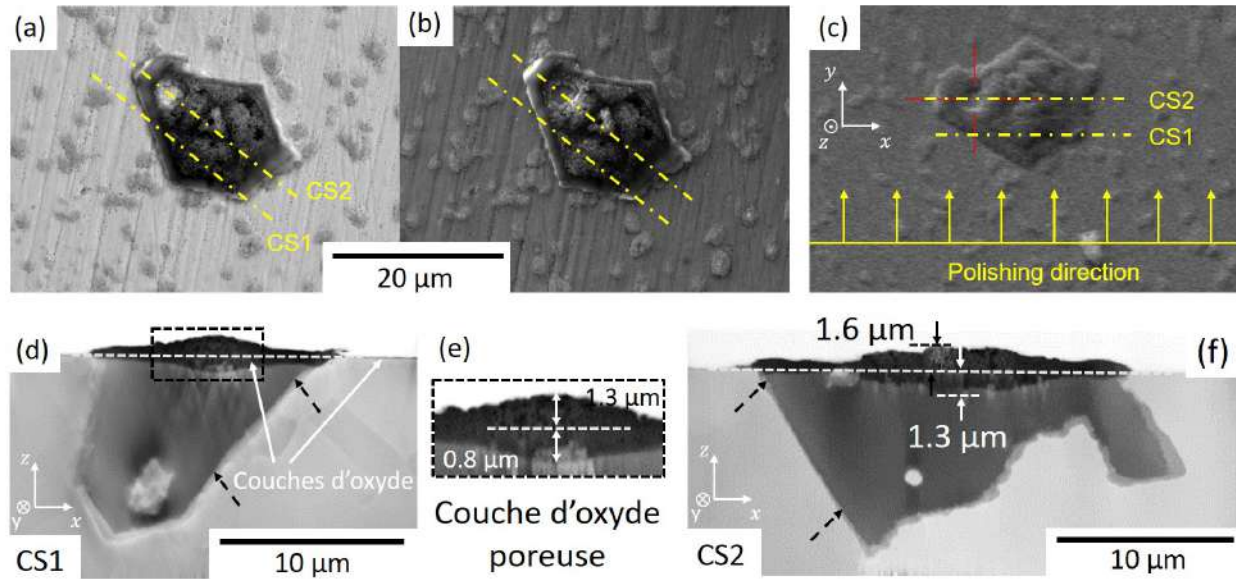


FIGURE 5.22 – Images MEB en mode (a) BSE et (b) SEI d'une inclusion oxydée à 700°C/3h. (c) Plans de coupes transverses CS1 et CS2 et direction de polissage de la découpe par FIB. (d) et (f) Images MEB en mode BSE des coupes transverses obtenues le long des plans de coupe. Les flèches blanches en continu montrent les couches d'oxyde créées. (e) Zoom de la couche d'oxyde de la coupe transverse CS1. Les flèches noires en pointillé montrent un fin film d'oxydes le long des interfaces cœur/gangue.

## Dans l'alliage HC

### A 450°C

Comme pour l'AD730<sup>TM</sup> STD, un échantillon oxydé à 450°C pendant 24h a été tilté à 45°. Les images présentées en Figure 5.23 allant de (a) à (c) montrent les inclusions ayant le cœur visible en surface. Il est intéressant de noter que la Figure 5.23.a correspond à l'inclusion suivie lors de l'oxydation interrompue apparaissant en Figure 5.28. Les clichés allant de (d) à (f) montrent les particules où seule la gangue est visible en surface. Ces observations confirment l'expansion volumique importante des inclusions. Elle entraîne une fissuration des cœurs et des gangues (flèches blanches continues). Les inclusions dont le cœur est visible en surface sont bien plus endommagées que les autres : elles sont "éventrées". De plus, des décohésions aux interfaces gangue/matrice ont été observées (flèches blanches en pointillé) ainsi que quelques détachements d'oxyde (cercle noir). En revanche, contrairement à la version STD, aucune décohésion aux interfaces cœurs/gangue n'a été observée. Ceci est vraisemblablement dû à une meilleure continuité chimique entre les deux parties – notamment grâce à la présence de Nb dans le cœur et la gangue.

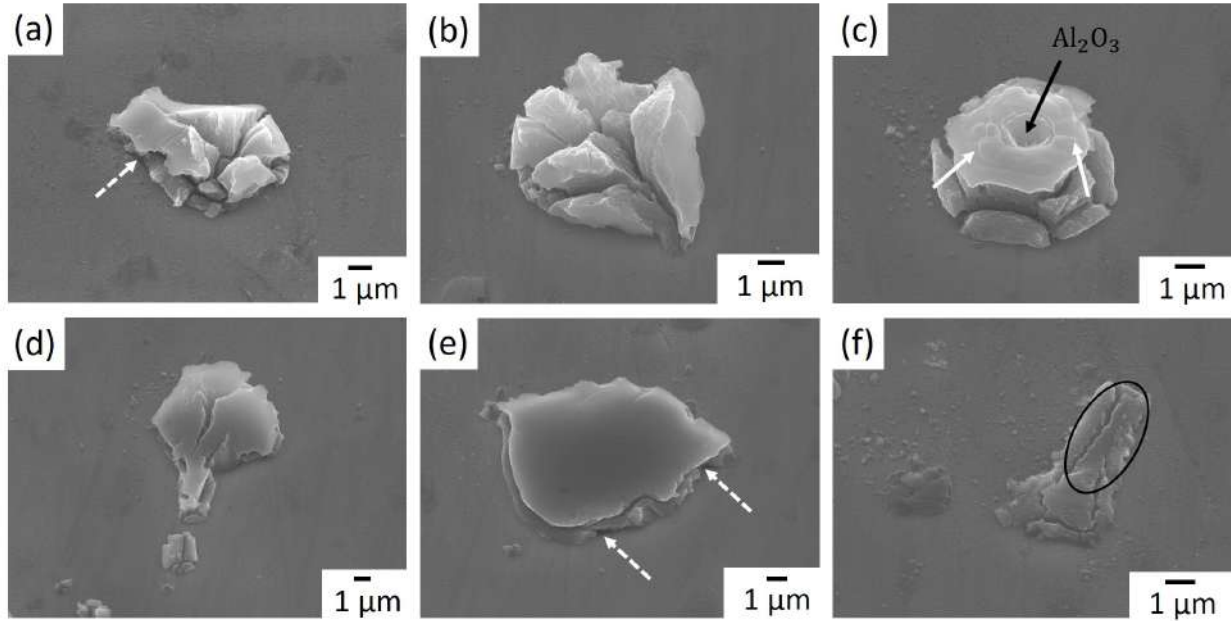


FIGURE 5.23 – Images MEB en mode SEI des inclusions de l'AD730<sup>TM</sup> HC oxydées à 450°C/24h – Observations avec un Tilt de 45°. Les flèches blanches continues montrent les fissures et celles en pointillé indiquent les décohésions d'interfaces. Le cercle noir montre un détachement d'oxyde.

Afin d'obtenir une information dans la profondeur, des coupes transverses des inclusions oxydées à 450°C pendant 24h ont été réalisées (selon le protocole de dépôt électrolytique de nickel à la surface (cf. Paragraphe 2.3.4)). Les images sont données en Figure 5.24. Les inclusions s'oxydent en surface et en profondeur. Contrairement aux observations faites sur l'AD730<sup>TM</sup> STD, l'oxydation est clairement visible sur toute la longueur de la particule. Il est néanmoins difficile ici de déterminer si les inclusions observées ont le cœur visible en surface ou non. De plus, il est intéressant de noter que la couche d'oxyde formée à la surface n'est pas d'épaisseur uniforme sur toute la longueur du carbonitride. Elle a été mesurée au maximum entre 0.4 et 0.8 μm d'épaisseur par rapport à la surface. De même, elle fait environ 0.5 μm de profondeur sous la surface.

Cependant, bien que les oxydes en surface présentent de nombreuses fissures – parfois très ouvertes, aucun endommagement n'a été observé dans la profondeur. La fissuration ne touche alors que la couche d'oxyde superficielle. Les carbonitrides restent donc intacts en dessous.

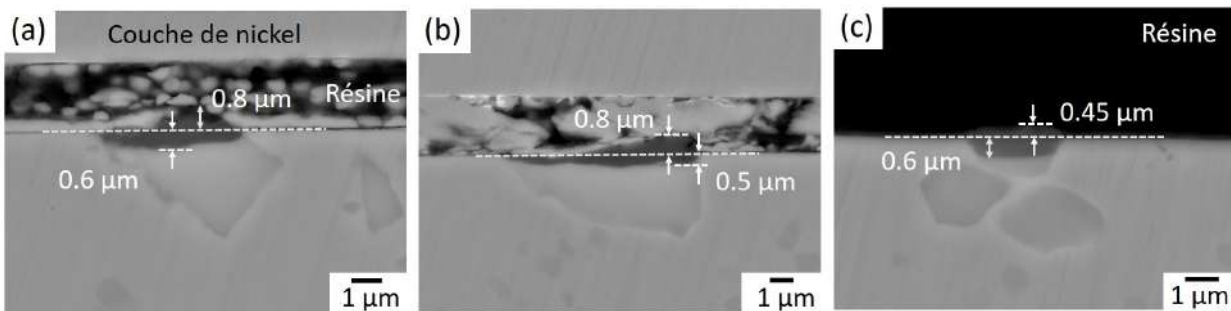


FIGURE 5.24 – Images MEB en mode BSE de coupes transverses d'échantillons de l'alliage HC oxydés à 450°C/24h.

**A 700°C**

Les images des inclusions de l'alliage HC oxydées à 700°C pendant 24h et tiltées à 45° dans le MEB sont présentées en Figure 5.25. Les Figures 5.25.a à 5.25.c montrent des inclusions dont le cœur est visible à la surface. Les clichés révèlent que son expansion volumique est plus importante que celle de la gangue. Contrairement aux observations faites à 450°C, les fissures sont uniquement visibles ici dans les gangues (flèches blanches continues). Les figures 5.25.d à 5.25.f montrent les particules où seule la gangue est visible en surface. Celles-ci gonflent et se fissurent. Des décohésions aux interfaces gangue/matrice ont été observées pour les deux types de carbonitrures (flèches blanches en pointillé). Certains semblent même se déchausser (Figure 5.25.e). De même qu'à 450°C, aucune décohésion entre le cœur et la gangue n'a été observée. Il est également intéressant de noter l'oxydation et l'expansion volumique des précipités primaires  $\gamma'_i$ .

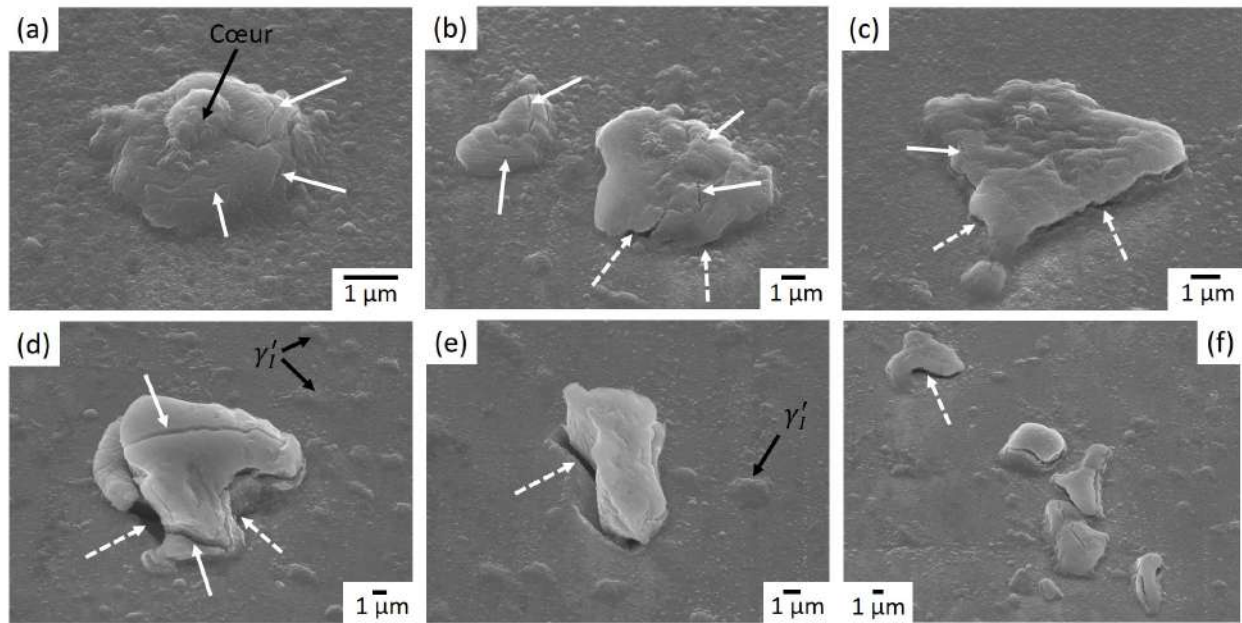


FIGURE 5.25 – Images MEB en mode SEI des inclusions oxydées à 700°C/24h dans la version HC de l'alliage – Observations avec un Tilt de 45°. Les flèches blanches continues montrent les fissures et celles en pointillé indiquent les décohésions d'interfaces.

Les clichés MEB des coupes transverses des inclusions après exposition à 700°C pendant 24h sont donnés en Figure 5.26. Il est évident ici que la couche d'oxyde a été altérée durant la préparation. Néanmoins, les mêmes observations que pour l'alliage STD sont faites : il y a oxydation en surface et en profondeur. La couche d'oxyde formée semble également être poreuse. Pour la nuance HC, les carbonitrures observés ici s'oxydent sur une épaisseur allant jusqu'à 1  $\mu\text{m}$  à la surface et de 2 à 2.5  $\mu\text{m}$  de profondeur par rapport à la surface. Une mesure plus fine des couches d'oxyde formées a été réalisée à l'aide d'un microscope 3D et est détaillée au Paragraphe 5.2. En revanche, aucune fissure n'a été observée sur les inclusions – ni en surface ni en profondeur. Par conséquent, l'oxydation pure n'entraîne pas d'amorçage de fissures sur les inclusions à 700°C.

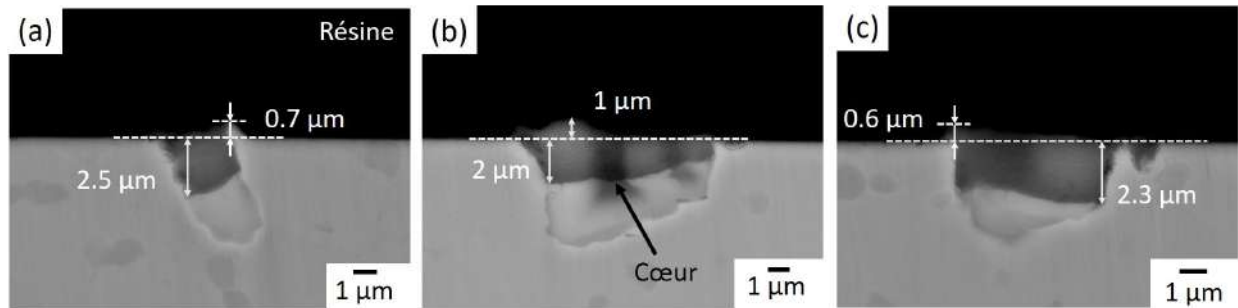


FIGURE 5.26 – Images MEB en mode BSE de coupes transverses d'échantillons de l'alliage HC oxydés à 700°C/24h.

## 5.2 Influence du temps d'oxydation

Afin de mieux évaluer l'impact du temps d'exposition, des essais interrompus ont été réalisés à 450°C et 700°C pour les alliages STD et HC. Plusieurs inclusions ont été au préalable choisies et leur état initial a été caractérisé par leur morphologie (images MEB) et leur relief 3D (Alicona). Ensuite, à des durées déterminées, les pions sont sortis du four et les mêmes caractérisations sont faites. Les essais sont arrêtés après avoir atteint 24h d'exposition. Une quinzaine d'inclusions ont été suivies pour chaque essai.

### 5.2.1 Oxydation multi-interrompue

#### A 450°C

##### Dans l'alliage STD

Un exemple d'évolution des morphologies obtenues lors des essais interrompus à 450°C pour la version STD est donné en Figure 5.27. Les premières fissures (flèches blanches) sont visibles après 2h dans le cas présenté. Cependant, comme vu en Figure 5.8, elles peuvent se former dès 1h d'exposition. L'oxydation de la gangue se poursuit ensuite et s'accompagne d'une expansion volumique importante et l'apparition de longues fissures. Après 14h, une grande partie des oxydes s'est détachée (flèches noires). Comme vu précédemment, il est possible que l'expansion volumique de la gangue soit devenue tellement importante que l'oxyde est expulsé. Ce détachement de certaines parties semble se produire entre 12h et 14h d'exposition pour la majorité des inclusions observées.

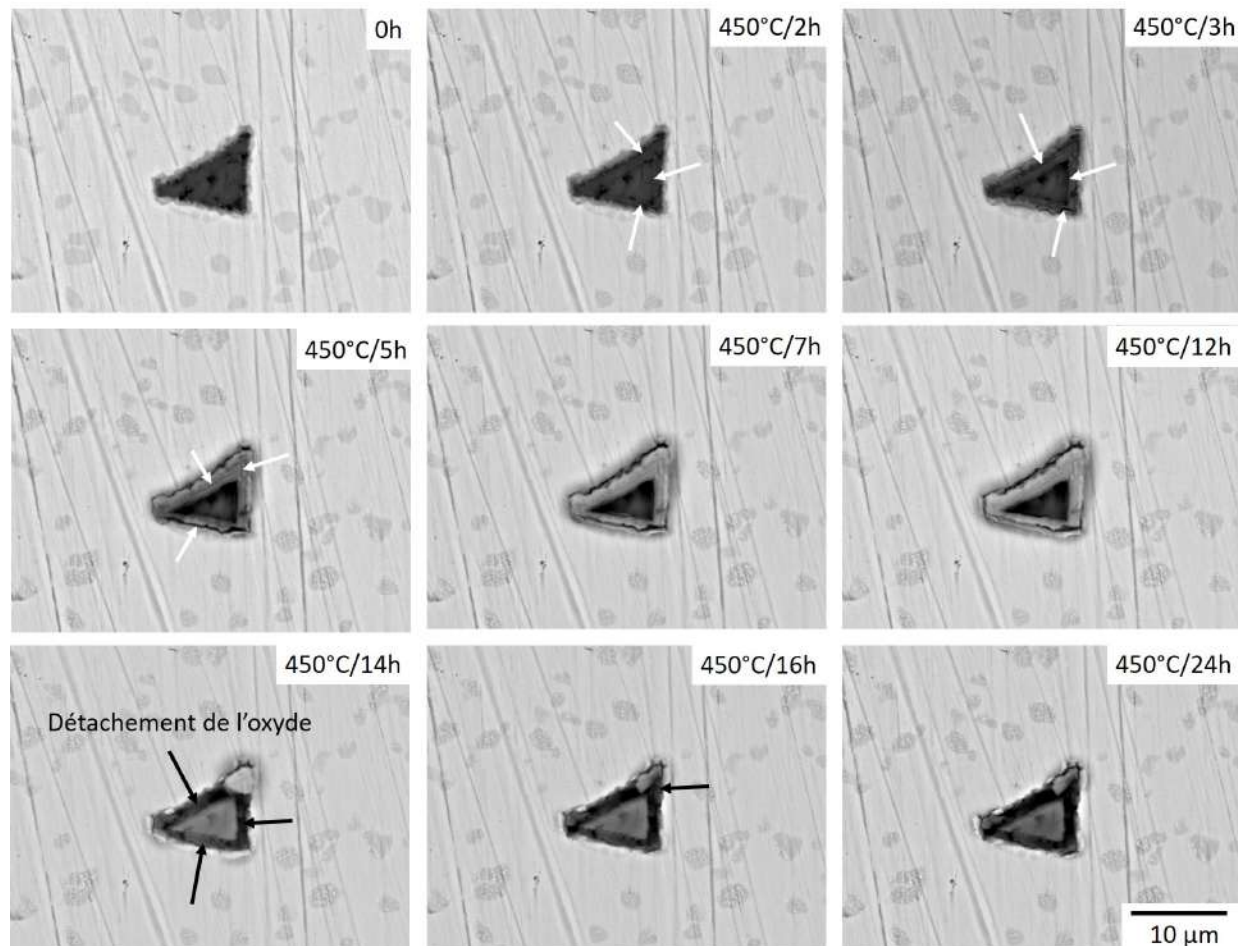


FIGURE 5.27 – Images MEB en mode BSE d'un essai d'oxydation interrompu sur la version STD à 450°C. Les fissures sont indiquées par les flèches blanches et les détachements d'oxyde par les flèches noires.

### Dans l'alliage HC

Le même protocole a été respecté pour l'AD730<sup>TM</sup> HC. La Figure 5.28 donne un exemple d'une inclusion dont le cœur est visible. Les fissures apparaissent très rapidement le long des interfaces cœur/gangue. La propagation à la gangue se fait systématiquement par les coins aigus du cœur (flèches noires sur la Figure 5.28). Elle se fait transgranulairement, aucune décohésion de l'interface cœur/gangue n'a été observée. Les fissures sont largement ouvertes dès 12h d'exposition. Elles atteignent ensuite rapidement l'interface gangue/matrice là où l'épaisseur de la gangue est la plus fine. Par conséquent, cette épaisseur a une influence directe sur la durée d'amorçage. En effet, plus celle-ci est large, plus la durée nécessaire pour que la fissure se propage jusqu'à l'interface gangue/matrice sera longue. De plus, il semblerait également que la taille initiale du cœur – et donc du site d'amorçage – ait une influence sur la durée d'amorçage et le degré d'endommagement. En effet, plus celui-ci est petit, plus les fissures semblent fines et leur propagation retardée. Les configurations suivantes peuvent être déduites :

- la durée d'amorçage est plus longue pour les inclusions ayant un petit cœur et une large gangue (Figures 5.29.a et 5.29.b).
- la durée d'amorçage est plus courte pour les inclusions ayant un grand cœur et une fine gangue (Figures 5.29.c et 5.29.d).

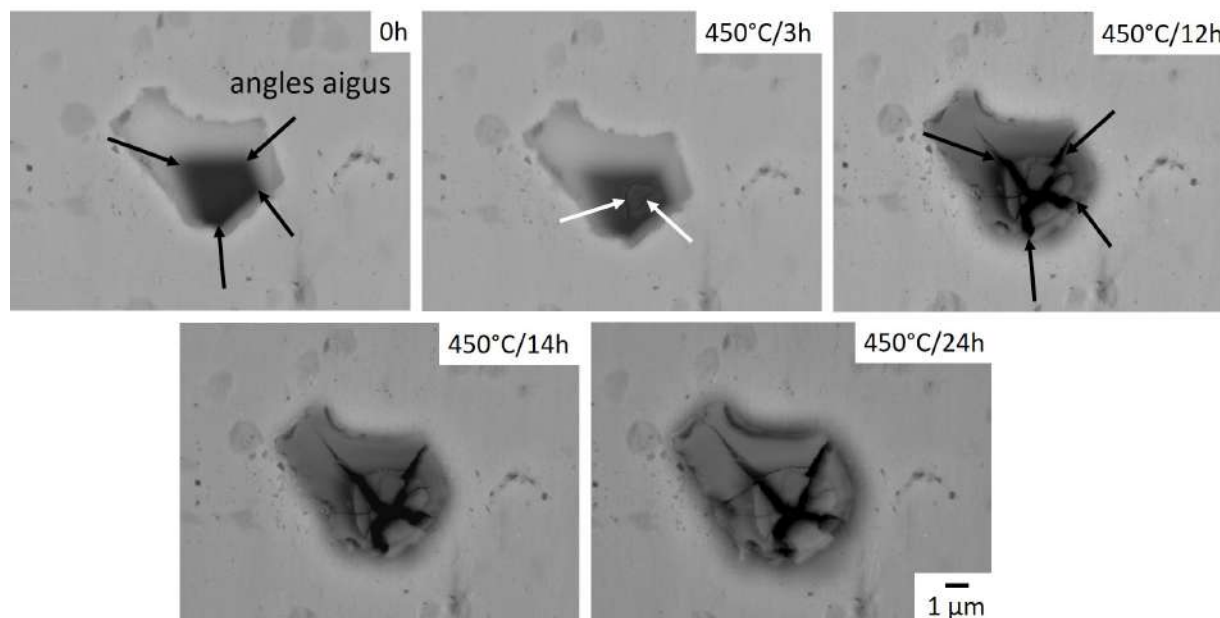


FIGURE 5.28 – Images MEB en mode BSE d'un essai d'oxydation interrompu sur la nuance HC à 450°C. Les fissures sont indiquées par les flèches blanches et les angles aigus du cœur par les flèches noires.

De la même manière, la taille de l'inclusion joue donc un rôle : les petites particules se retrouvent fissurées de part en part plus rapidement. Cependant, bien que de nombreuses fissures aient atteint l'interface gangue/ $\gamma$ , aucune transmission à la matrice n'a été observée. Pour finir, aucun détachement d'oxyde n'a été observé dans la version HC de l'alliage. Ceci est probablement encore une fois lié à la différence de chimie entre les particules des alliages STD et HC. L'interface cœur/gangue semble donc être plus solide ou moins sollicitée dans l'AD730<sup>TM</sup> HC. Ce qui est cohérent avec l'absence d'observation de décohésion à cette interface.

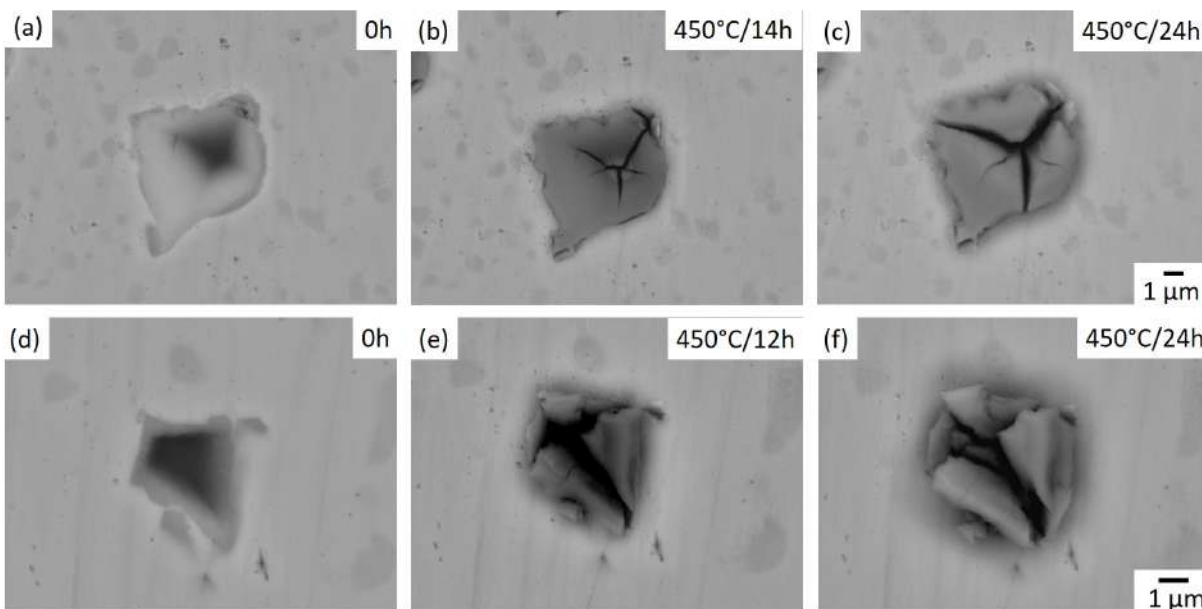


FIGURE 5.29 – Images MEB en mode BSE d'inclusions ayant des configurations menant à (a) à (c) une longue et (d) à (f) une courte durée d'amorçage pour une oxydation à 450°C.

## A 700°C

## Dans l'alliage STD

La Figure 5.30 donne un exemple des étapes d'oxydation à 700°C vues par une inclusion au cours du temps. Dès 30 min d'exposition, le cœur présente cet aspect "granuleux" typique de la formation de cristaux de  $TiO_2$ . L'oxydation est donc très rapide à cette température. La couche d'oxyde continue ensuite de s'épaissir au cours du temps. La dernière image est prise en mode SEI et montre la morphologie typique du rutile. La fissuration de la gangue est difficile à détecter à cause de l'expansion du cœur. Les premières fissures ont été observées à 12h d'exposition (flèches blanches) mais il est possible qu'elles apparaissent plus tôt.

Les précipités primaires s'oxydent également très rapidement. Les premiers pores de décohesion (flèches noires continues) ainsi que la fragilisation des joints de grains (flèches noires en pointillé) sont observés dès 3h d'exposition. Ce phénomène s'accroît à partir de 12h.

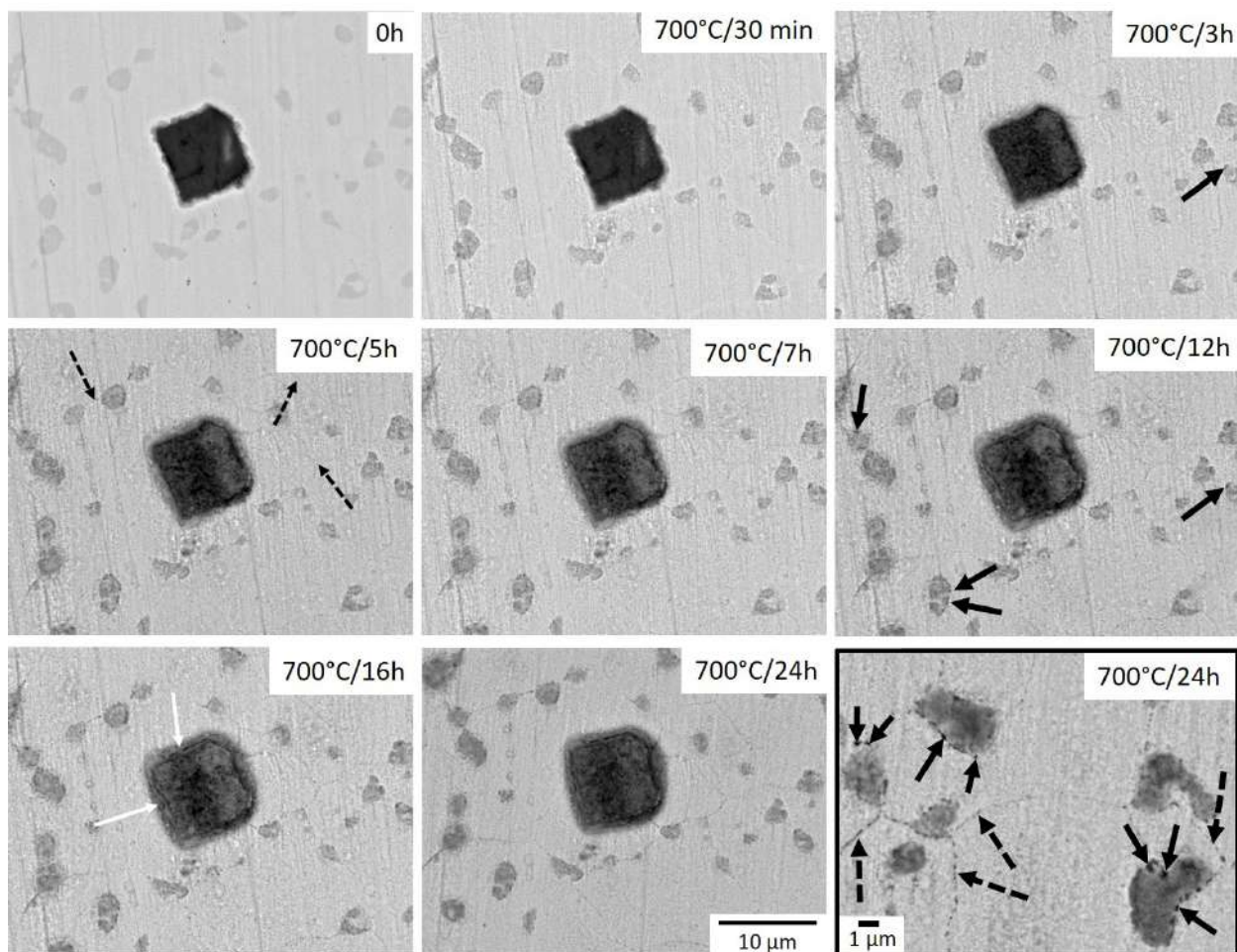


FIGURE 5.30 – Images MEB en mode BSE d'un essai d'oxydation interrompu sur la nuance STD à 700°C. La dernière image montre un zoom des pores de décohesion et des fissures intergranulaires apparus après 24h à 700°C. Les flèches blanches montrent les fissures, les flèches noires continues indiquent les pores de décohesion et celles en pointillé indiquent les joints de grains fragilisés par l'oxydation.

### Dans l'alliage HC

La Figure 5.31.a montre l'évolution de l'oxydation à 700°C au cours du temps d'une inclusion dans la version HC dont le cœur est visible et où une particule d' $Al_2O_3$  est présente. Le cœur s'oxyde rapidement en rutile. En effet, les cristaux sont déjà bien présents après 3h d'exposition. La gangue semble également s'oxyder et se dilater, des petites fissures y apparaissent dès 3h (flèches blanches). Les oxydes se développent ensuite avec le temps d'exposition. Il est intéressant de noter que le  $TiO_2$  se forme bien autour de la particule d'alumine, ce qui rend l'oxydation du cœur hétérogène.

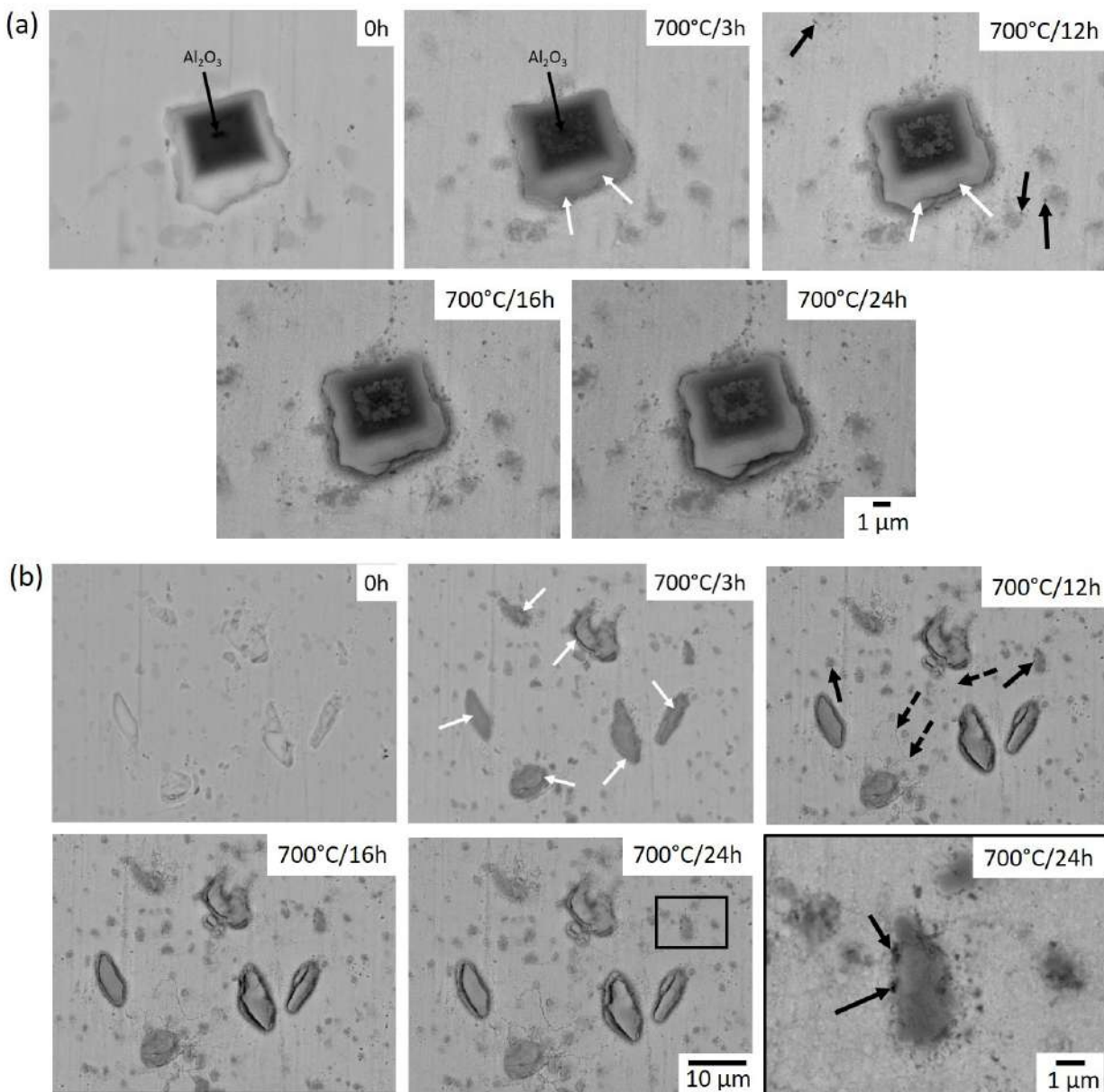


FIGURE 5.31 – Images MEB mode BSE d'essais d'oxydation interrompus sur l'alliage HC à 700°C pour (a) une inclusion dont le cœur contient une particule d'alumine et (b) des inclusions dont seule la gangue est visible. La dernière image montre un zoom des pores de décohesion apparus après 24h à 700°C. Les flèches blanches montrent les fissures, les flèches noires continues indiquent les pores de décohesion et celles en pointillé indiquent les joints de grains fragilisés par l'oxydation.



La Figure 5.31.b présente l'oxydation d'inclusions dont seule la gangue est visible à la surface. Elles s'oxydent et se fissurent avant 3h d'exposition. La formation de  $Nb_2O_5$  et de  $TiO_2$  entraîne l'expansion volumique de la gangue et leur fissuration le long des interfaces gangue/matrice. Les fissures se multiplient ensuite et s'élargissent avec le temps. Les pores de décohesion (flèches noires continues) ainsi que la fragilisation des joints de grains (flèches noires en pointillé) sont visibles à 12h, ces deux phénomènes apparaissent donc entre 3h et 12h dans l'AD730<sup>TM</sup> HC.

## 5.2.2 Expansion volumique et cinétique d'oxydation

### Influence de l'oxydation sur l'aire des inclusions

Afin d'estimer l'effet de l'oxydation sur la surface des inclusions, leur aire a été mesurée aux différents temps d'exposition à l'aide du logiciel Fiji. Cependant, les erreurs de mesures peuvent être importantes. En effet, l'expansion des oxydes crée des ombres, ce qui altère les paramètres de contraste/brillance et peut fausser les délimitations des particules. La Figure 5.32.a donne la moyenne des aires mesurées  $A$  en fonction du temps d'exposition  $t$  pour les inclusions de l'AD730<sup>TM</sup> STD. La Figure 5.32.b trace la différence des aires entre deux interruptions de l'essai en fonction du temps écoulé entre ces deux arrêts ( $\frac{\Delta A}{\Delta t} = \frac{A(i) - A(j)}{t(i) - t(j)}$  avec  $i = 3, 12, 14, 24$  et  $j = 0, 3, 12, 14$  à 450°C et  $i = 3, 9, 12, 16, 24$  et  $j = 0, 3, 9, 12, 16$  à 700°C).

D'après la Figure 5.32.a, la surface des carbonitrides augmente rapidement jusqu'à 12h à 450°C ( $\simeq 1.2 \times A(0)$ ). Par la suite, l'aire se stabilise. Ce plateau est dû aux détachements des oxydes qui se produisent après 12h (Figure 5.27). Il est possible que pour des temps d'exposition plus longs, l'aire diminue du fait de la multiplication des détachements. A 700°C, l'oxydation des particules s'accompagne d'un élargissement continu de la surface. L'aire augmente quasi-linéairement jusqu'à 12h ( $\simeq 1.4 \times A(0)$ ) puis croît plus lentement ensuite.

La Figure 5.32.b montre que la croissance de la couche d'oxyde est la plus importante pendant les trois premières heures à 450°C et 700°C. Elle diminue ensuite à 450°C. A partir de 14h, le ratio  $\frac{\Delta A}{\Delta t}$  devient négatif, ce qui correspond à une diminution de l'aire des inclusions entre 12h et 14h. Il y a donc une perte de matière entre ces deux interruptions correspondant aux détachements d'oxydes (Figure 5.27). Une légère augmentation est ensuite observée. Elle est probablement due à l'oxydation des parties non détachées et aussi peut-être à la contribution de la ré-oxydation de la gangue de nouveau exposée à l'air. A 700°C, le ratio continue d'augmenter jusqu'à 14h avant de diminuer. La croissance de l'oxyde se fait donc majoritairement pendant les 3 premières heures à 450°C et les 14 premières à 700°C.

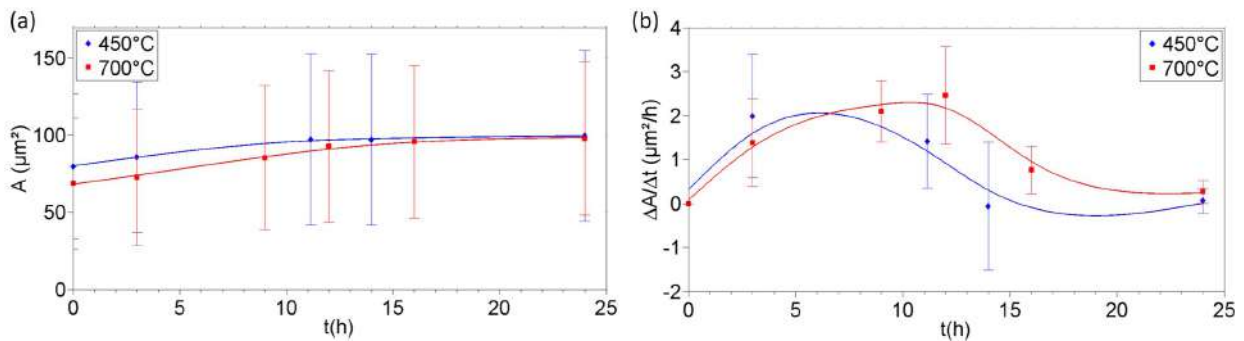


FIGURE 5.32 – (a) Moyenne des surfaces mesurées et (b) ratio  $\frac{\Delta A}{\Delta t}$  en fonction du temps d'exposition à 450°C et 700°C pour l'alliage STD.

### Influence du temps d'oxydation sur l'épaisseur de la couche d'oxyde formée à la surface des inclusions

Tout d'abord, le relief des inclusions par rapport à la matrice a été mesuré avec un équipement Alicona InfiniteFocus G5 à l'état initial. Elles sont déjà surélevées par rapport à la matrice. En effet, elles ont en moyenne une épaisseur de  $0.2 \mu\text{m}$  dans la nuance STD et  $0.1 \mu\text{m}$  dans la version HC. Cela est lié au fait que les inclusions sont significativement plus dures ( $1530 - 3569 \text{ HV}$  [44]) que la matrice ( $\approx 500 \text{ HV}$ ). Elles se polissent donc moins vite lors des étapes de préparation métallographique.

Les mesures ont ensuite été faites à différentes étapes d'oxydation. La différence de hauteur causée par l'expansion volumique due à l'oxydation par rapport à l'état initial est mesurée à l'aide du logiciel. En effet, il permet de superposer deux images – des repères métallurgiques sont utilisés pour s'assurer de la bonne superposition – et de les soustraire. Une cartographie des différences topographiques est alors créée. Des profils moyennés sont ensuite tracés au même endroit à chaque étape pour ainsi comparer les différences de hauteur à chaque interruption d'essai. La Figure 5.33 montre un exemple de cartographies et de profils obtenus dans l'AD730<sup>TM</sup> STD à  $450^\circ\text{C}$  et  $700^\circ\text{C}$ .

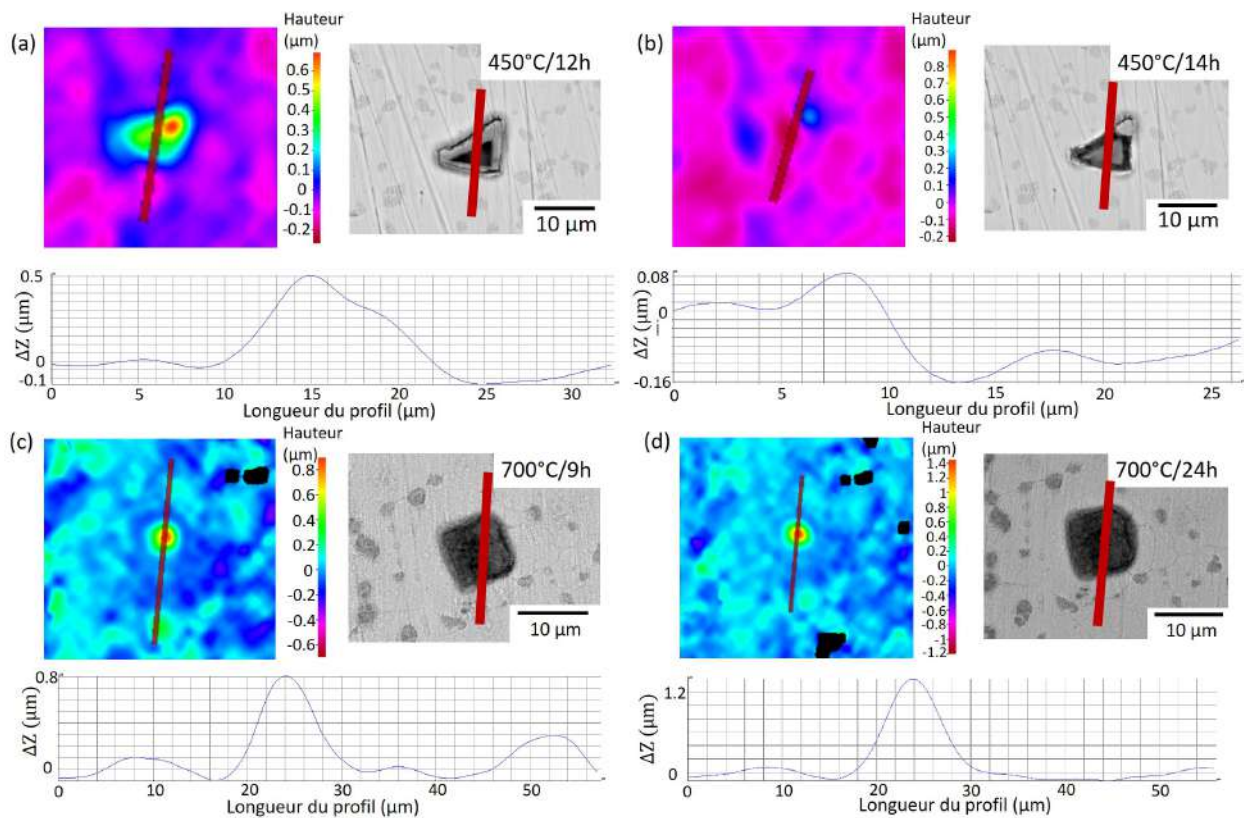


FIGURE 5.33 – Cartographies des différences de topographie obtenues après superposition avec l'état initial (à gauche), images MEB en mode BSE de l'inclusion observée (à droite) et profil moyenné obtenu le long de la droite tracée sur la cartographie (en bas) pour les conditions suivantes : (a)  $450^\circ\text{C}/12\text{h}$ , (b)  $450^\circ\text{C}/14\text{h}$ , (c)  $700^\circ\text{C}/9\text{h}$  et (d)  $700^\circ\text{C}/24\text{h}$  pour l'alliage STD.

Il est alors possible de tracer l'épaisseur relative de la couche d'oxyde formée ainsi que la vitesse à chaque arrêt. La figure 5.34.a montre l'épaisseur  $Z$  de la couche d'oxyde formée en fonction du temps d'exposition  $t$ . La figure 5.34.b montre la cinétique de formation d'oxyde selon l'axe  $z$  entre deux interruptions en fonction du temps écoulé entre ces deux arrêts ( $\frac{\Delta Z}{\Delta t} = \frac{Z(i) - Z(j)}{t(i) - t(j)}$  avec  $i = 3, 12, 14, 24$  et  $j = 0, 3, 12, 14$  à  $450^\circ\text{C}$  et  $i = 3, 9, 12, 16, 24$  et  $j = 0, 3, 9, 12, 16$  à  $700^\circ\text{C}$ ). Il est important de noter que les barres d'erreur sont conséquentes. Ceci est dû au fait que toutes les inclusions ne semblent pas s'oxyder à la même vitesse (cf. Paragraphe 5.1.2). Cela peut être dû à la chimie exacte de chaque particule. Les résultats donnent donc ici uniquement une tendance.

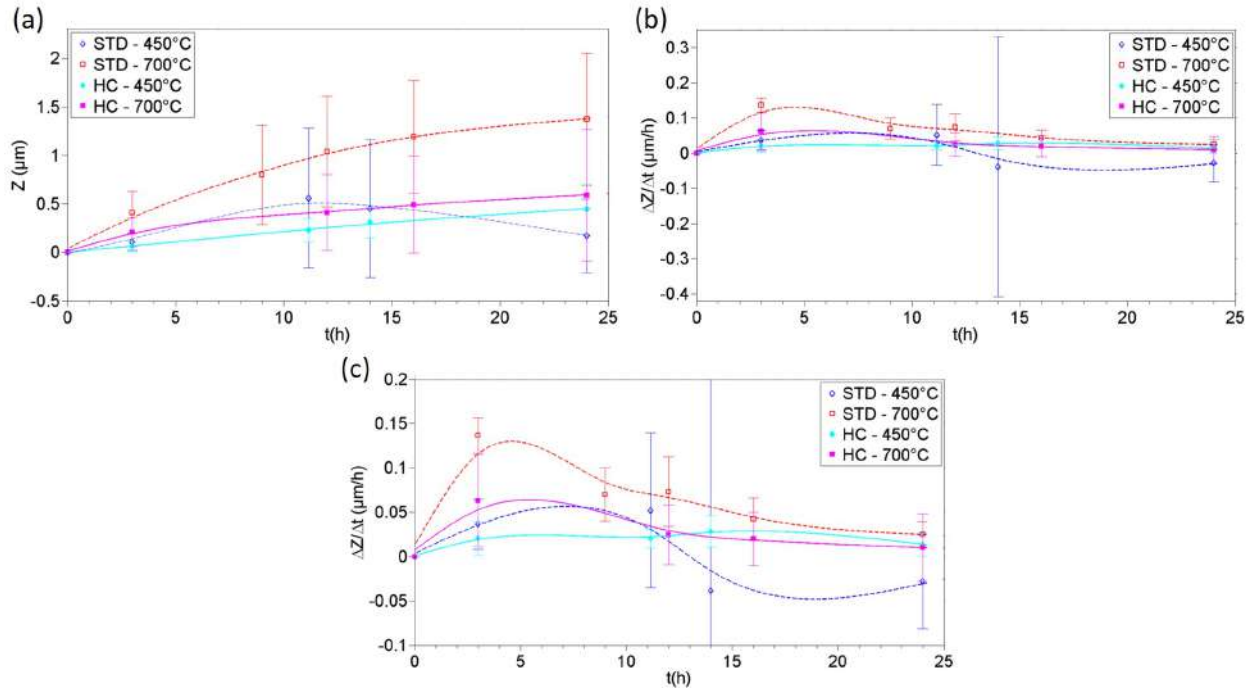


FIGURE 5.34 – (a) Moyenne des épaisseurs de la couche d'oxyde  $Z$  et (b) cinétique de formation de la couche d'oxyde selon l'axe  $z$  en fonction du temps d'exposition à  $450^\circ\text{C}$  et  $700^\circ\text{C}$  pour les alliages STD (symboles vides et lignes en pointillé) et HC (symboles pleins et lignes continues). (c) Zoom du (b).

### A $450^\circ\text{C}$

Dans l'alliage STD, l'épaisseur de la couche d'oxyde augmente jusqu'à 12h d'exposition puis diminue (Figure 5.34.a). Cette observation est bien en accord avec les analyses faites sur l'aire des inclusions (cf. paragraphe 5.2.2) et les détachements d'oxydes observés après 12h (cf. Figure 5.27). Dans l'alliage HC, l'oxyde croît quasi-linéairement tout le long de l'essai. C'est également cohérent avec les observations faites au MEB en Figure 5.28. De plus, l'épaisseur de la couche d'oxyde formée dans la nuance STD est légèrement supérieure à celle créée sur les carbonitrures de la version HC.

La figure 5.34.b montre que les oxydes se forment rapidement dans l'AD730<sup>TM</sup> STD jusqu'à 12h. Au-delà, la vitesse devient négative à cause du détachement des oxydes. Dans la nuance HC, la cinétique augmente pendant les 3 premières heures puis se stabilise. Il est difficile de comparer les cinétiques d'oxydation entre les deux nuances car la dispersion est très importante dans l'alliage STD.

**A 700°C**

A 700°C, la couche d'oxyde croît continuellement au cours du temps dans les alliages STD et HC. La cinétique d'oxydation est la plus rapide pendant les trois premières heures. Par la suite, les oxydes continuent de se former mais de plus en plus lentement jusqu'à atteindre une vitesse plateau. L'épaisseur de la couche d'oxyde est plus importante sur les inclusions de la nuance STD que sur celles de la version HC. A cette température, c'est la formation de  $TiO_2$  qui est privilégiée. Le Ti est présent dans les cœurs et les gangues. Le rutil semble cependant se former majoritairement dans les cœurs et entraîne une expansion volumique importante (cf. Figures 5.11, 5.16, 5.30 et 5.31). Or ils sont plus petits dans la nuance HC, ce qui pourrait expliquer cette différence de cinétique. Concernant les inclusions où seule la gange est interceptée avec la matrice, certaines gonflent rapidement alors que d'autres non. Il est possible que cela dépende de la localisation en profondeur du cœur. En effet, il a été montré en Figure 5.26 que l'oxydation pénètre en profondeur sur environ 2–2.5  $\mu\text{m}$  après 24h à 700°C.

Il semblerait également que la taille des inclusions joue un rôle sur la cinétique d'oxydation. La Figure 5.35 donne l'épaisseur de la couche d'oxyde en fonction de l'aire initiale de l'inclusion et du temps d'exposition à 700°C dans l'alliage STD. Il semblerait que plus le carbonitruure est grand, plus la couche d'oxyde formée est épaisse. Par exemple, le carbonitruure M(C,N) 15 a une aire surfacique initiale d'environ 23  $\mu\text{m}^2$ . Après 9h d'oxydation à 700°C, une couche d'oxyde d'épaisseur  $Z$  de 0.13  $\mu\text{m}$  se forme et après 24h, elle atteint 0.68  $\mu\text{m}$ . En revanche, le carbonitruure M(C,N) 3 a une surface initiale de 182  $\mu\text{m}^2$  et l'épaisseur de sa couche d'oxyde atteint 1.68  $\mu\text{m}$  et 2.5  $\mu\text{m}$  après 9h et 24h d'exposition à 700°C, respectivement. Par conséquent, l'épaisseur de la couche d'oxyde semble être proportionnelle à la taille de l'inclusion. Ceci peut s'expliquer par le fait que pour les grandes inclusions, la quantité de titane disponible pour former les oxydes est plus importante. En effet, pour les petits carbonitruures, la totalité des atomes de titane disponibles dans le cœur des inclusions est rapidement utilisée pour former des oxydes de  $TiO_2$ . Une fois le cœur complètement oxydé, le "réservoir" de titane disponible pour former les oxydes est vide et la couche d'oxyde ne peut plus croître. Pour les grandes inclusions, ce "réservoir" est plus grand et la couche d'oxyde peut continuer de se former tant qu'il reste des atomes de titane dans le cœur des carbonitruures.

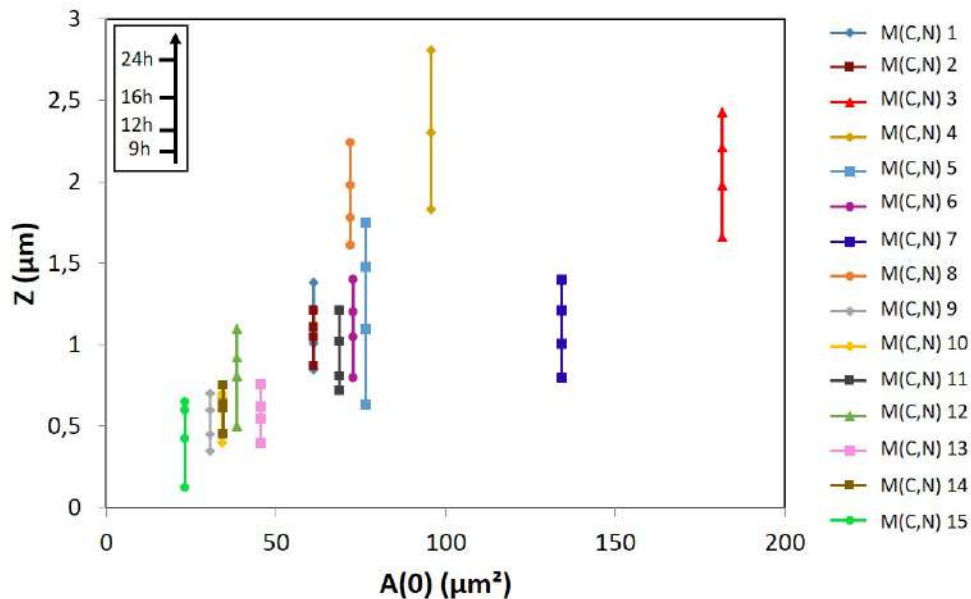


FIGURE 5.35 – Epaisseur de la couche d'oxyde formée en fonction de l'aire initiale de l'inclusion et du temps d'exposition à 700°C dans l'alliage STD.

Il est important de noter que l'information accessible ici est seulement en 2D. Certaines particules peuvent apparaître petites en surface mais grandes en profondeur et inversement. C'est probablement le cas des carbonitrides M(C,N) 4 et M(C,N) 7. Le premier est vraisemblablement très grand dans la profondeur alors que le second doit être peu profond. Néanmoins, une tendance semble se dégager. Ce phénomène expliquerait également pourquoi les inclusions de la version HC s'oxydent moins vite que celles de la nuance STD (les diamètres de Féret moyens sont de 9.5  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$  pour les alliages STD et HC, respectivement (cf. Paragraphe 3.2.4)).

## 5.3 Discussion

### 5.3.1 Mécanismes d'amorçage de fissures

#### Contraintes induites par l'expansion volumique dans les inclusions après oxydation et refroidissement

Comme vu aux paragraphes précédents, une exposition – même courte – en température entraîne l'oxydation des inclusions. La formation d'oxydes engendre une expansion volumique importante. Les écarts de coefficient de dilatation thermique entre les oxydes et la matrice créent des contraintes locales qui peuvent être suffisantes pour causer la fissuration de la particule. Dans le but d'avoir un ordre de grandeur, les pressions hydrostatiques induites peuvent être estimées à l'aide de l'équation de Selsing (Equation 4.10 donnée au Paragraphe 4.2.3). Les résultats sont répertoriés dans la Table 5.2. La première partie du tableau correspond à une inclusion pure incrustée dans une matrice base nickel infinie isotrope. La seconde donne une inclusion pure 1 incrustée dans une inclusion pure 2 infinie isotrope. Cette partie permet d'évaluer ce qu'il se passe à l'interface cœur/gangue. Dans un objectif de simplification, les carbonitrides présents dans les deux nuances d'AD730<sup>TM</sup> ont été assimilés à :

- un cœur en TiN et une gangue en NbC ou TiC dans l'alliage STD.
- un cœur en TiN ou TiC et une gangue en NbC ou TiC dans l'alliage HC.

Incl/ $\gamma$	$\alpha_{incl}/\alpha_{\gamma}$ ( $10^{-6}/K$ )	$E_{incl}/E_{\gamma}$ (GPa)	$\nu_{incl}/\nu_{\gamma}$ (-)	$\Delta T$ (K)	p (MPa)	$\sigma_y$ (MPa)	$r_{incl}$ ( $\mu\text{m}$ )	$r_p$ ( $\mu\text{m}$ )
TiN/ $\gamma$	9.35/13.4	251/219	0.23/0.3		-340		0.5 – 5	0.41 – 4.1
NbC/ $\gamma$	6.6/13.4	459/219	0.21/0.3	430	<b>-691</b>	1200	0.5 – 5	0.48 – 4.8
TiC/ $\gamma$	7.4/13.4	460/219	0.191/0.3		-598		0.5 – 5	0.46 – 4.6
TiN/ $\gamma$	9.35/13.4	251/219	0.23/0.3		-538		0.5 – 5	0.44 – 4.5
NbC/ $\gamma$	6.6/13.4	459/219	0.21/0.3	680	<b>-1092</b>	1200	0.5 – 5	0.56 – 5.6
TiC/ $\gamma$	7.4/13.4	460/219	0.191/0.3		-946		0.5 – 5	0.53 – 5.3
TiN/NbC	9.35/6.6	251/459	0.23/0.21		340			
TiC/NbC	7.4/6.6	460/459	0.191/0.21	430	129	–	–	–
TiN/TiC	9.35/7.4	251/460	0.23/0.191		243			
TiN/NbC	9.35/6.6	251/459	0.23/0.21		539			
TiC/NbC	7.4/6.6	460/459	0.191/0.21	680	204	–	–	–
TiN/TiC	9.35/7.4	251/460	0.23/0.191		385			

TABLE 5.2 – Pressions hydrostatiques induites par l'expansion volumique dans chaque inclusion pour différentes conditions.

Les résultats montrent que les inclusions – quelle que soit leur nature – sont mises en compression par rapport à la matrice lors du refroidissement. Par exemple, l'expansion volumique d'une particule NbC incrusté dans de l'AD730<sup>TM</sup> après un chauffage à 450°C à partir de la température ambiante de 20°C engendre une pression hydrostatique de compression d'environ -691 MPa dans la particule. C'est la valeur la plus élevée en comparaison des contraintes induites dans les TiN et TiC (-340 MPa et -598 MPa, respectivement). La même observation est faite après une oxydation à 700°C. Les contraintes engendrées sont cependant plus élevées à cette température qu'à 450°C. De la même manière, c'est le NbC qui est le plus affecté à l'interface cœur/gangue après une oxydation à 450°C et 700°C (-340 MPa et -539 MPa, respectivement avec l'hypothèse d'une matrice TiN). Ainsi, ce sont les parties riches en NbC qui sont les plus susceptibles de se fissurer. Ces résultats expliquent pourquoi la fissuration se produit dans la gangue des carbonitrides de l'AD730<sup>TM</sup> STD à 450°C et 700°C (Figures 5.27 et 5.30). A ce phénomène s'ajoutent aussi les différences de coefficient d'expansion volumique du Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et du TiO<sub>2</sub> à ces températures (Table 5.3). Ces deux oxydes coexistant dans la gangue (cf. Paragraphe 5.1.1), le mismatch d'expansion thermique entre ces deux éléments peut alors contribuer à sa fissuration.

Oxydes	T (°C)	Anatase	Rutile	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
$\alpha$ (10 <sup>-6</sup> °C <sup>-1</sup> )	450	7 – 14	8.5 – 11.5	3.0 – 4.4
	700	9.5 – 20.5	9.0 – 14.5	3.9 – 5.2

TABLE 5.3 – Coefficients de dilatation thermique à 450 °C et 700°C des formes allotropiques de TiO<sub>2</sub> [115] et de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> [117].

En revanche, dans la version HC, la fissuration se produit dans les cœurs. La différence majeure avec l'alliage STD est la présence de Nb dans les cœurs. Il y est cependant en une bien plus faible teneur que dans les gangues. Par conséquent, la fissuration serait plutôt attendue dans celles-ci, ce qui n'est pas le cas. Plusieurs paramètres peuvent expliquer ce phénomène :

- la présence d'une teneur élevée en carbone dans la version HC va favoriser la formation de carbures et utiliser les éléments  $\gamma'$ -gènes et notamment le Ti. Cela explique une plus faible densité de précipités  $\gamma'_I$  dans la nuance HC par rapport à l'alliage STD (7% et 10%, respectivement (cf. Paragraphe 3.1.2)), même si un même et unique traitement thermique de mise en solution a été effectué pour les deux nuances de l'alliage. Cette différence microstructurale peut modifier les mécanismes de relaxation au voisinage des inclusions.
- la taille du lingot initial étant différente entre les alliages STD et HC, la structure dendritique ainsi que les degrés de ségrégation sont différents. La chimie et la stœchiométrie des inclusions sont alors différentes dans les deux nuances. Si les proportions stœchiométriques ne sont pas respectées, la cristallographie peut alors être altérée et la stabilité des inclusions vis-à-vis de l'oxydation modifiée. C'est le cas de la gangue dans l'AD730<sup>TM</sup> STD (cf. les analyses APT au Paragraphe 3.2.3). Elle serait alors plus sensible à l'oxydation et les interfaces avec la matrice et le cœur fragilisées. Ceci pourrait expliquer le détachement de certaines parties de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> au cours de l'oxydation. Concernant l'alliage HC, les cœurs apparaissent très géométriques sur les images MEB en mode BSE (Figure 5.10), ce qui traduit une structure polyédrique plutôt que cubique. Cela les rendrait moins stables et plus sujets à l'oxydation. Les contraintes induites sont probablement également modifiées. Ceci pourrait expliquer la fissuration du cœur et non de la gangue des carbonitrides de la version HC.

L'environnement des inclusions ainsi que leur chimie – notamment la teneur en Nb – ainsi que leur cristallographie sont donc des paramètres majeurs influençant leurs mécanismes d'oxydation et de fissuration.

### Zone de plasticité générée par l'expansion volumique

De plus, l'expansion volumique génère une zone plastique autour de l'inclusion selon l'Equation 4.11 (cf. Paragraphe 4.2.3). Les résultats sont donnés dans la Table 5.2. Ils correspondent à des cas simplifiés où plusieurs hypothèses ont été posées : les inclusions sont considérées comme étant pures et la matrice infinie et isotrope. Néanmoins, ils permettent de dégager des tendances :

- le rayon de plasticité généré à 700°C est plus grand qu'à 450°C – quelle que soit la nature de l'inclusion.
- les NbC sont les particules entraînant la plus grande plasticité de la matrice. Selon la taille initiale de l'inclusion, la matrice est plastifiée sur une zone plus ou moins large. Par exemple, dans le cas d'un NbC et d'un TiC ayant un rayon de 5  $\mu\text{m}$ , la matrice est plastifiée sur environ 0.6  $\mu\text{m}$  et 0.3  $\mu\text{m}$  autour de la particule, respectivement.

Cette zone plastifiée peut favoriser la propagation de fissures selon le principe de décohesion ou de propagation transgranulaire (cf. Paragraphe 1.2.4).

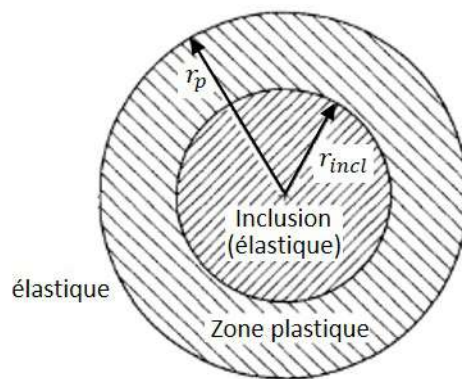


FIGURE 5.36 – Schéma de la présence d'une zone plastique autour d'une inclusion sphérique. Adapté de [120].

### 5.3.2 Impact de l'épaisseur de la gangue sur les mécanismes de fissuration

Une autre différence majeure que la chimie entre les carbonitrides des alliages STD et HC est la largeur de la gangue. Elle est très fine dans la nuance STD et ne varie presque pas d'une inclusion à l'autre. En revanche, dans la version HC, son épaisseur est très variable.

#### Dans l'alliage HC

Il est important de rappeler que toute cette analyse est faite pour des essais d'oxydation statique. Par conséquent, aucun chargement n'est appliqué et les résultats sont liés à l'oxydation pure et aux cycles thermiques liés aux observations à 20°C. Les images MEB en Figure 5.29 ont déjà montré que l'épaisseur de la gangue joue un rôle sur la durée d'amorçage de fissures pour les inclusions de l'AD730<sup>TM</sup> HC à 450°C. Une large gangue serait bénéfique car elle aurait tendance à ralentir la durée d'amorçage. En effet, l'amorçage de fissure se réalisant dans les cœurs, la fissure doit ensuite se propager à travers toute la gangue pour atteindre l'interface gangue/matrice. Or, d'après les essais interrompus (Figure 5.28), cette propagation ne se fait pas instantanément comme lors d'un clivage. Elle est progressive et dépend du temps d'exposition. Cependant, comme vu au paragraphe précédent, la zone plastique générée par l'expansion volumique d'une inclusion est dépendante de sa

taille. Ainsi, plus la gangue de NbC est large, plus la matrice sera affectée sur une zone étendue. Or, cette plasticité peut favoriser la propagation des fissures depuis le carbonitruure vers la matrice selon le phénomène de décohésion ou de propagation transgranulaire (cf. Paragraphe 1.2.4). Une large gangue serait alors propice à la propagation de fissures et diminuerait la durée de propagation<sup>2</sup>, ce qui serait défavorable pour la durée de vie. L'influence bénéfique ou néfaste de la présence d'une large gangue dépendrait donc de la compétition entre la durée d'amorçage et la durée de propagation. Néanmoins, les calculs donnés en Figure 5.4 montrent que la matrice est plastifiée uniquement pour des températures supérieures à 520°C pour l'AD730<sup>TM</sup>. A titre indicatif, le seuil est de 570°C pour l'Inconel 718. Par conséquent, **des carbonitruures ayant une large gangue dans l'alliage HC seraient bénéfiques pour la durée de vie à 450°C.**

Matériau	Incl/ $\gamma$	$\Delta T$ (K)	p (MPa)	$\sigma_y$ (MPa)	$r_{incl}$ ( $\mu\text{m}$ )	$r_p$ ( $\mu\text{m}$ )
AD730 <sup>TM</sup> STD	NbC/ $\gamma$	500	-803	1200	0.5 – 5.0	0.5 – 5.0
Inconel 718	NbC/ $\gamma$	550	-771	1150	0.5 – 5.0	0.5 – 5.0

TABLE 5.4 – Pressions hydrostatiques induites par l'expansion volumique dans un carbure de niobium pour différentes conditions dans l'AD730<sup>TM</sup> STD et l'Inconel 718.

A 700°C, quelques fissures apparaissent dans la gangue le long des interfaces gangue/matrice, peu importe son épaisseur. Celle-ci n'a donc pas d'influence particulière sur l'amorçage de fissures. Ce serait plutôt la longueur de la gangue et donc de l'inclusion qui jouerait un rôle ici. En revanche, à cette température, la matrice est plastifiée sur une plus ou moins large zone selon la taille de la gangue. La transmission de fissure ainsi que la vitesse de propagation seraient donc dépendantes de la largeur de gangue à 700°C. Par conséquent, **des carbonitruures ayant une large gangue dans l'alliage HC seraient néfastes pour la durée de vie à 700°C.**

#### Dans l'alliage STD

La fissuration se produit dans la gangue le long des interfaces gangue/matrice à 450°C et à 700°C. Les conclusions sont donc les mêmes que pour la version HC : la largeur de gangue n'a pas d'impact sur l'amorçage de fissures aux deux températures et la propagation est favorisée à 700°C.

---

2. Durée nécessaire pour que la fissure se propage depuis la taille de l'inclusion jusqu'à la rupture de l'éprouvette



## 5.4 Conclusion

Les effets de l'oxydation pure sur les inclusions des alliages STD et HC ont été étudiés dans ce chapitre. Les mécanismes d'oxydation activés sont dépendants de la température. Le  $Nb_2O_5$  se forme préférentiellement à 450°C alors que c'est le  $TiO_2$  à 700°C. L'oxydation s'accompagne d'une expansion volumique qui se caractérise par des éruptions en surface. En effet, l'aire des inclusions ainsi que leur épaisseur augmentent avec le temps d'exposition et également avec la température. De plus, la cinétique de formation des oxydes est la plus rapide pendant les 3 premières heures d'exposition et tend à se stabiliser avec le temps. L'oxydation pénètre aussi en profondeur et peut atteindre jusqu'à 2.5  $\mu m$  après 24h. Il est intéressant de noter qu'à temps constant, une hétérogénéité importante sur l'épaisseur des inclusions a été observée.

Les mécanismes de fissuration liés à l'oxydation pure ne sont pas les mêmes selon la température et la nuance de l'alliage. En effet, ce sont les gangues oxydées qui se fissurent à 450°C dans la version STD alors que ce sont les cœurs dans l'alliage HC. Pour les deux nuances, les premières fissures s'amorcent dès 3h d'exposition. Dans la nuance HC, la propagation des fissures vers la gangue se fait par les coins aigus du cœur. Les fissures se propagent ensuite dans la gangue progressivement en fonction du temps d'exposition. Ainsi, une large gangue va allonger la durée d'amorçage de fissures. De plus, des détachements de morceaux d'oxydes de  $Nb_2O_5$  ont été observés dans les alliages STD et HC après 12h et 24h, respectivement. A 700°C, le mécanisme de fissuration est le même dans les deux alliages STD et HC : ce sont les gangues oxydées qui se fissurent. Néanmoins, bien que les couches d'oxydes visibles en surface soient fissurées, les coupes transverses ont révélé que les carbonitrides des alliages STD et HC restent intacts en-dessous. Par conséquent, la fissuration est superficielle.

De plus, la fissuration des couches oxydées n'est pas le seul endommagement qui a été observé. En effet, des décohésions des interfaces gangue/matrice ont été mises en évidence à 450°C et 700°C dans les deux versions STD et HC. Des décohésions des interfaces cœur/gangue ont également été observées dans l'alliage STD aux deux températures étudiées.

L'équation de Selsing a permis d'estimer les pressions hydrostatiques induites, par les différences de coefficients de dilatation thermique, dans des inclusions pures incrustées dans une matrice infinie isotrope après chauffage. Les résultats montrent que ce sont les parties riches en niobium qui sont les plus affectées par l'expansion volumique après exposition à 450°C et 700°C. Par conséquent, la fissuration se fait préférentiellement dans ces parties qui correspondent aux gangues des inclusions. Le changement de mécanisme dans l'alliage HC est probablement lié à la différence de chimie et de cristallographie entre les carbonitrides de l'AD730<sup>TM</sup> STD et HC. Pour finir, une zone plastifiée autour des inclusions peut être générée par l'expansion volumique. Cette plasticité en périphérie des carbonitrides peut favoriser la propagation de fissures. Les résultats ont montré que ce sont les carbures de niobium qui entraînent le plus grande zone plastifiée. Celui-ci est d'autant plus large que la particule est grande et la température élevée. Ainsi, une large gangue riche en niobium oxydée à 700°C favoriserait la propagation de fissure vers la matrice.

Pour finir, les inclusions ne sont pas les seuls éléments microstructuraux à être sensibles à l'oxydation. En effet, la matrice et les précipités sont également affectés, notamment à 700°C. Des pores de décohésion à l'interface précipités  $\gamma_2'$ /joints de grains apparaissent après 3h d'exposition. Ils conduisent ensuite à l'apparition de fissures intergranulaires. Ces observations sont très importantes pour l'interprétation des faciès de rupture des essais de LCF à 700°C (cf. Chapitre 8).

## Troisième partie

# Impacts de la présence d'inclusions pré-fissurées/oxydées sur les propriétés mécaniques

## Chapitre 6

# Bibliographie : Conditions favorisant l'amorçage de fissures sur inclusions

Dans la littérature, la présence d'inclusions ainsi que leurs impacts sur les propriétés mécaniques ont largement été étudiés. Il a été montré que de nombreux paramètres sont impliqués dans les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissures depuis ces inclusions. Ce chapitre introduit des éléments clés favorisant l'amorçage de fissures sur particules et leur transfert à la matrice lorsque le matériau est soumis à une sollicitation de type fatigue.

### 6.1 En fatigue

#### 6.1.1 Endommagement des inclusions lors des opérations de forgeage et de préparation des éprouvettes

Pour commencer, des études ont montré que certaines inclusions peuvent s'endommager pendant le processus de fabrication et de mise en forme. Cet endommagement peut être causé par les opérations de forgeage, d'usinage ou de polissage. En effet, lors du forgeage les taux de déformation subis par la pièce sont très élevés, ce qui peut fissurer les inclusions. Statistiquement, certaines seront éclatées en plusieurs petites particules puis redistribuées pour former des amas ou des alignements alors que d'autres se fissureront simplement. Lors de l'usinage ou du polissage, l'intégrité de l'état de surface peut être altérée de différentes manières : dureté surfacique modifiée [123], formation de cavités et détachement de matière [124, 125], contraintes résiduelles [126], déformation plastique et recristallisation en sous-couche [127] mais également fissuration des inclusions [125, 126, 128]. Par conséquent, chaque matériau contient statistiquement un certain nombre d'inclusions déjà fissurées, dont l'éventuel impact est pris en compte dans les très nombreux essais mécaniques réalisés.

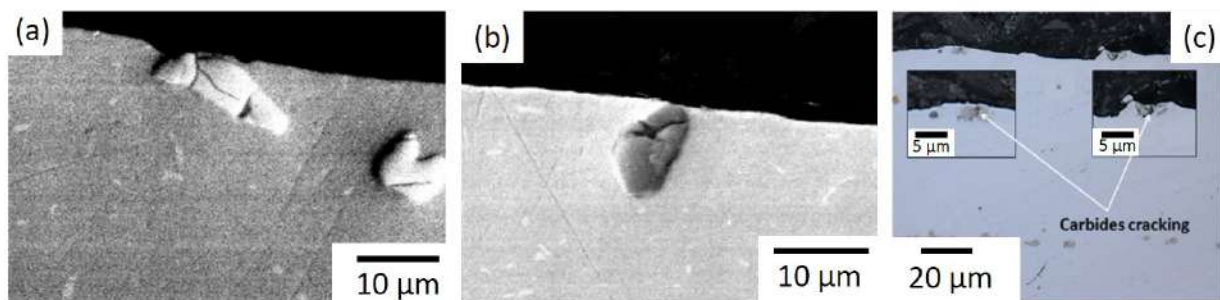


FIGURE 6.1 – Microscopies de coupes transverses montrant des carbures fissurés dans l'Inconel 718 après (a) et (b) des opérations d'usinage [126] et (c) de polissage [128].

### 6.1.2 Impact d'un amorçage de fissures sur inclusions sur la durée de vie en fatigue

#### Cas des inclusions pré-fissurées

##### Après usinage

Comme vu précédemment, des inclusions peuvent être pré-fissurées après des opérations de préparation des éprouvettes. *Bhowal et. al* ont comparé les durées de vie en LCF de deux états de surface de l'Inconel 718 : l'un après usinage par alésage avec de nombreuses inclusions fissurées en surface et en sous-couche (Figure 6.1) et l'autre après polissage par papier abrasif [121,126]. Ils ont montré, qu'à faibles températures, les sites d'amorçage identifiés sur l'état brut d'usinage sont des inclusions et que les durées de vie sont réduites d'un facteur de 2 à 15 par rapport à l'état poli (Figure 6.2.a et 6.2.b) selon les conditions. Un amorçage précoce de fissure sur particules peut donc mener à un abattement drastique de la durée de vie. Ils ont également montré que – quel que soit l'état de surface – l'amorçage de fissures sur inclusions menant à la rupture de l'éprouvette est plus susceptible de se produire à basses températures et à hauts taux de contraintes/déformations appliqués. Ces observations sont en accord avec d'autres résultats obtenus dans la littérature [4,5,64,129].

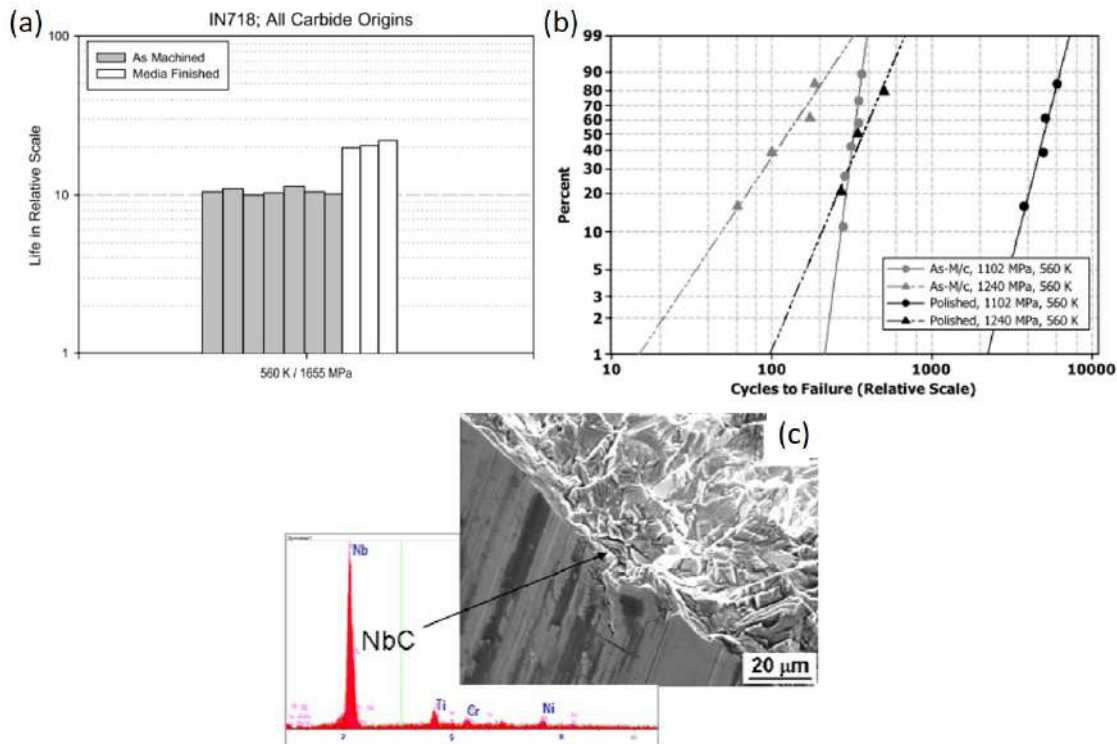


FIGURE 6.2 – (a) et (b) Durées de vie en fatigue de l'Inconel 718 à 287°C pour l'état brut d'usinage comparés à l'état poli [121,126]. (c) Image MEB en mode SEI d'un site d'amorçage d'une éprouvette brut d'usinage. Analyse EDS identifiant l'amorce sur inclusion [126].

##### Après micro-indentation et pré-traction

Afin d'étudier l'impact d'inclusions pré-fissurées sur un état poli et ainsi s'affranchir des autres effets liés à un état brut d'usinage (cf. Paragraphe 6.1.1), *Texier et. al* ont pré-endommagé les particules par [51,63] :

- micro-indentation.
- pré-traction dans le domaine plastique.

Trois microstructures de l'Inconel 718DA ont été étudiées en fatigue à très grand nombre de cycles (Very High Cycle Fatigue : VHCF) [51] à température ambiante. Elles varient notamment en taille de grains et en densité de joints de macles. Les inclusions ont été identifiées comme sites d'amorçage dans les cas où elles ont été pré-fissurées mais également quand elles ne l'ont pas été (Figure 6.3.a). De plus, les durées de vie des structures grains fins sont très peu affectées par la présence des inclusions pré-fissurées – quel que soit le type d'endommagement (Figure 6.3.a). En revanche, les durées de vie de la structure contenant des plus gros grains sont fortement réduites, notamment dans le cas d'une pré-traction. Ceci est probablement dû à la plastification de larges grains voisins des inclusions qui n'est pas présente lors de la micro-indentation. En effet, le transfert de fissure de la particule à la matrice est facilitée par cette plasticité préalable comme le montrent les résultats en Figure 6.3.c.

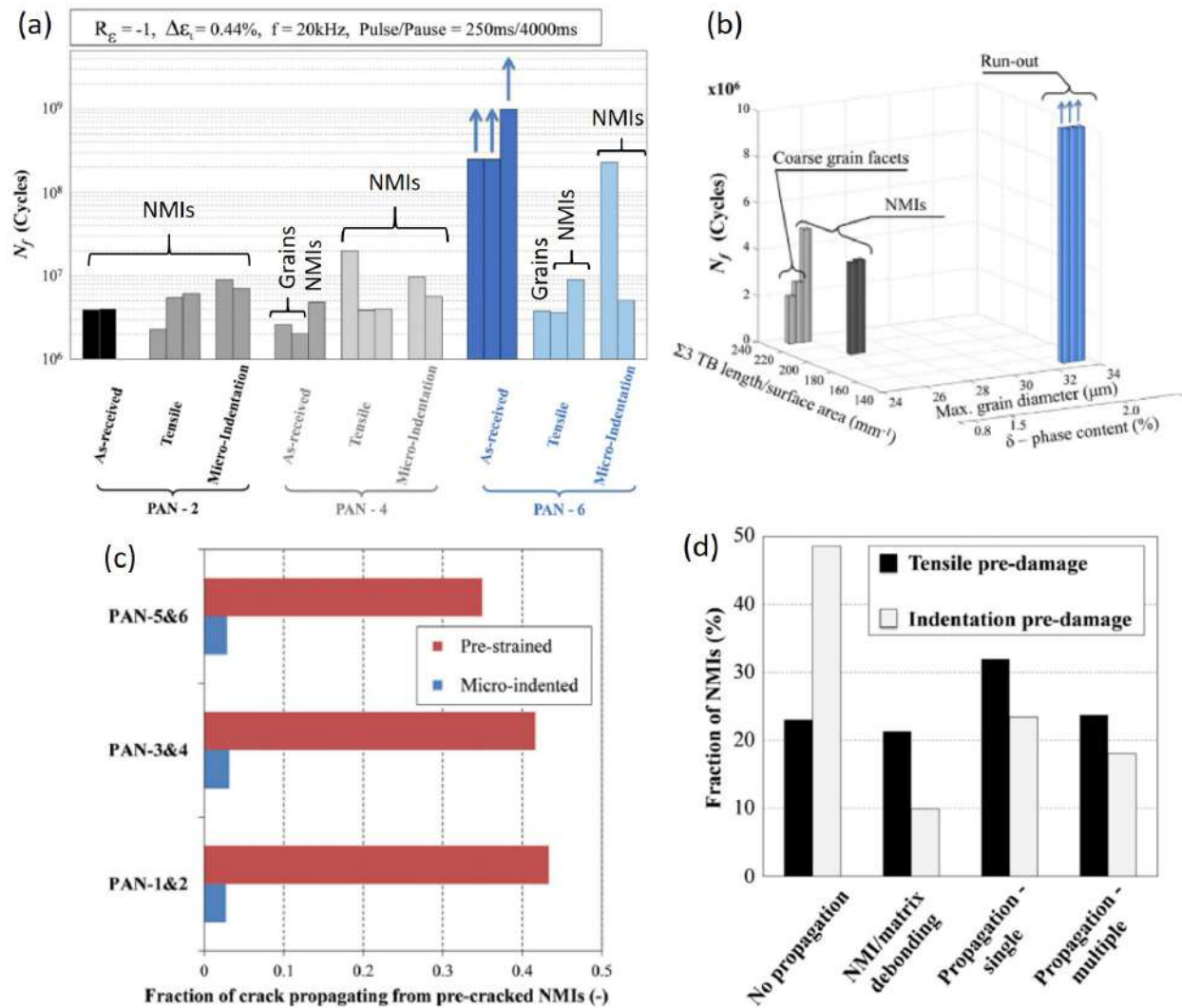


FIGURE 6.3 – Durées de vie en VHCF des différentes microstructures de l'Inconel 718DA (a) avec et sans pré-fissuration des inclusions (Non-metallic Inclusions : NMIs) et (b) en fonction de différents paramètres microstructuraux (Les flèches correspondent à des essais non menés à rupture). Effets du type de pré-fissuration sur la fraction de propagation de fissure depuis une inclusion pré-endommagée en (c) VHCF et (d) LCF. (a) à (c) Adaptés de [51]. (d) Adapté de [63].

De plus, une grande proportion des fissures présentes dans les inclusions ne se propage pas à la matrice. Ceci traduit une bonne résistance de l'Inconel 718DA à la croissance de fissures. Les mêmes tendances ont été observées en LCF (Figure 6.3.d) [63]. Pour finir, les microstructures comprenant une longueur surfacique de joints de macles élevée sont plus sensibles aux amorçages sur macle (Figure 6.3.b). Cela met en évidence une compétition entre ces deux types d'amorçage de fissures dans les superalliages base nickel. Les conditions favorisant l'un ou l'autre amorçage seront détaillés dans le Paragraphe 6.1.3.

La présence d'inclusions pré-fissurées et donc, d'un amorçage de fissures précoce, n'a pas forcément d'impact aussi direct sur la durée de vie en fatigue qu'on pourrait l'intuiter. En revanche, les propriétés et la plasticité des grains avoisinants semblent avoir un rôle primordial sur les premiers stades de propagation et la durée de vie résultante.

### Dans le cas où les inclusions ne sont pas pré-fissurées

Il a été vu dans le paragraphe précédent que la présence d'inclusions pré-fissurées n'entraîne pas nécessairement d'abatement de la durée de vie en fatigue. Et étonnamment, des durées de vie anormalement courtes en LCF ont été observées à 500°C dans l'Inconel 718DA sans pré-fissuration des inclusions [4]. *Texier et. al* ont montré que les durées de vie pouvaient être jusqu'à 30 fois plus courtes que les durées de vie attendues et que tous ces points bas correspondaient à un amorçage sur inclusions (sub)-surfaiques – isolées ou en amas. En revanche, un amorçage sur particules n'entraîne pas nécessairement une durée de vie plus courte (Figure 6.4). Ce type d'amorçage entraîne donc une plus grande variabilité [8, 130]. *N. Fargues* a également fait les mêmes observations sur l'Inconel 718DA à 350°C et 450°C [5]. Il associe cet abatement à un amorçage précoce. A faibles taux de contraintes appliqués, la durée d'amorçage et les premiers stades de propagation comptent pour l'essentiel de la durée de vie totale du matériau [131]. Par conséquent, une réduction de ce temps entraînerait des points bas.

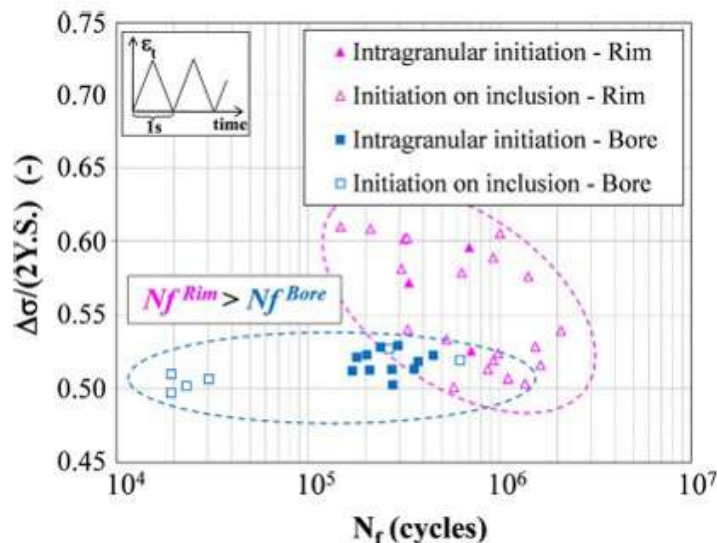


FIGURE 6.4 – Durées de vie en LCF pour de faibles taux de contraintes à 450°C des zones de l'alésage (en bleu) et de la jante (en rose) d'un disque en Inconel 718DA. La nature des sites est indiquée pour chaque essai (symboles pleins et vides pour les amorçages sur grains et sur inclusions, respectivement) [4].

Les paramètres qui semblent favoriser ces durées de vie anormales sont la taille des inclusions et la fraction de phase  $\delta$  [4]. En effet, les particules identifiées sur ces sites d'amorçage font partie des plus grandes présentes dans le matériau (Figure 6.5.b). C'est en accord avec les observations faites sur l'influence de la taille des inclusions sur les mécanismes de propagation de fissures à la matrice dans les superalliages [8,60,63,71]. Ensuite, d'après la Figure 6.5.c, une faible fraction surfacique de phase  $\delta$  ( $\delta < 3\%$ ) semble être associée aux points bas. En effet, la fraction de phases  $\delta + \gamma''$  étant constante pour un taux de niobium fixé, un plus faible taux de phase  $\delta$  induit une fraction volumique de précipités  $\gamma''$  plus élevée, limitant ainsi la relaxation de contraintes au voisinage des inclusions et favorisant le transfert de fissure vers la matrice. Ces résultats confirment le rôle prépondérant des propriétés des grains voisins sur l'endurance des pièces (cf. Paragraphe 1.2.4). Il y a également une compétition entre les différents éléments microstructuraux. Pour des conditions d'essais identiques, deux types d'amorçage de fissures ont été observés : l'amorçage sur inclusions et l'amorçage sur joints de macles. Certaines configurations semblent favoriser l'un ou l'autre.

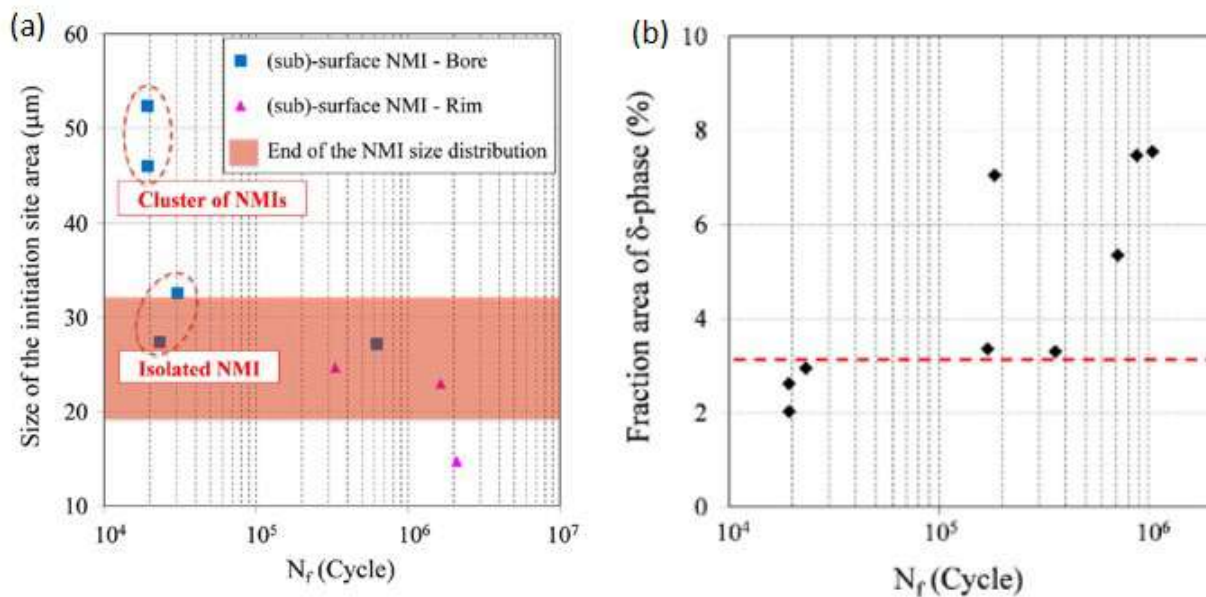


FIGURE 6.5 – (a) Taille des inclusions des sites d'amorçage et (b) fraction surfacique de la phase  $\delta$  en fonction de la durée de vie [4].

### 6.1.3 Compétition entre amorçage sur inclusions et amorçage sur joints de macles

Dans les superalliages base nickel, deux modes d'amorçage de fissures principaux ont été mis en évidence :

- sur inclusions (Figures 6.6.a et 6.6.b).
- le long des joints de macles (Figure 6.6.c).

Il y a compétition entre ces deux mécanismes d'amorçage de fissures et selon l'état intrinsèque du matériau ainsi que les conditions d'essai, l'un sera prédominant sur l'autre [4,8,72,121,130,132]. La température et l'amplitude de contrainte ou de déformation appliquée sont deux paramètres d'essais importants qui vont influencer le type d'amorçage. L'état initial des inclusions (après usinage ou polissage) est également un paramètre important (cf. Paragraphe 6.1.2).

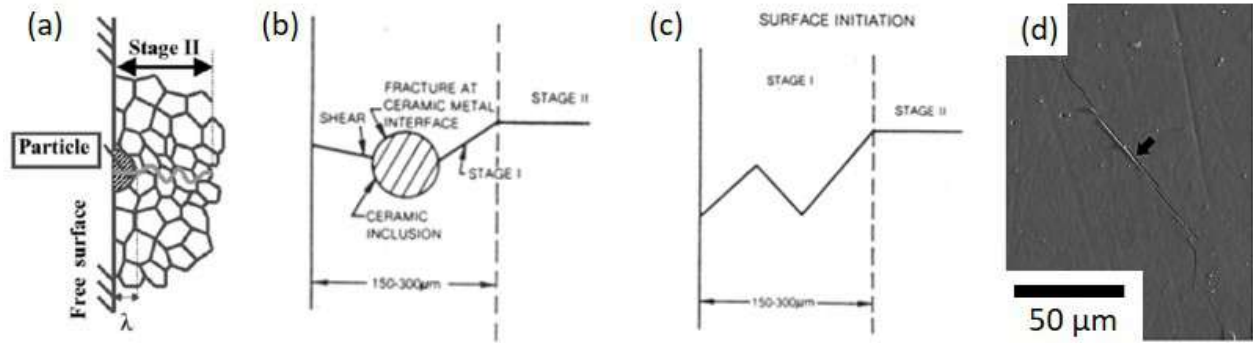


FIGURE 6.6 – Schémas d'un amorçage de fissures sur inclusions (a) surfacique et (b) sub-surfacique et (c) d'un amorçage sur grain en stade I suivi d'une propagation en stade II [71]. (d) Image MEB en mode SEI d'un amorçage sur grain le long de bandes de glissement dans le Rene 88DT [131].

Tout d'abord, comme pour les inclusions (cf. Paragraphe 1.2.4), certaines configurations favorisent l'amorçage sur grains. *Stinville et al* ont observé que les fissures sont les plus susceptibles de se former le long des joints de macles quand les trois conditions suivantes sont réunies [131] :

- un facteur de Schmid élevé dans la macle et le grain parent pour les systèmes de glissement parallèle aux plans  $\{111\}$ .
- une différence de modules d'élasticité élevée entre la macle et le grain parent.
- une longueur de joint de macle importante (par extension, liée à un gros grain).

Quand ces trois conditions sont réunies, les grains sont dits favorablement orientés.

A faibles amplitudes de contrainte appliquées, c'est l'amorçage sur grains favorablement orientés qui est favorisé. En effet, le champ de contrainte local à l'interface inclusions/matrice n'est pas suffisant pour fissurer la particule et/ou propager la fissure à la matrice [64]. En revanche, si le plan de glissement activé  $\{111\}$  dans la macle ou le grain parent est parallèle au plan du joint de macle, la transmission du glissement à travers ce joint ne peut pas se faire (Figure 6.7.a) [69, 70]. Par conséquent, les bandes de glissement vont s'accumuler localement le long du joint de macle (flèches noires sur la Figure 6.7.c). De plus, les différences de propriétés d'élasticité entre la macle et le grain parent entraînent des hétérogénéités de concentrations de contrainte d'un grain à l'autre [133, 134], particulièrement à faibles amplitudes de contraintes [135]. Ceci favorise la localisation de la plasticité. Cette accumulation apparaît très rapidement – notamment dans les gros grains – dans la durée de vie en fatigue et contrôle alors les mécanismes d'amorçage de fissures [131, 132].



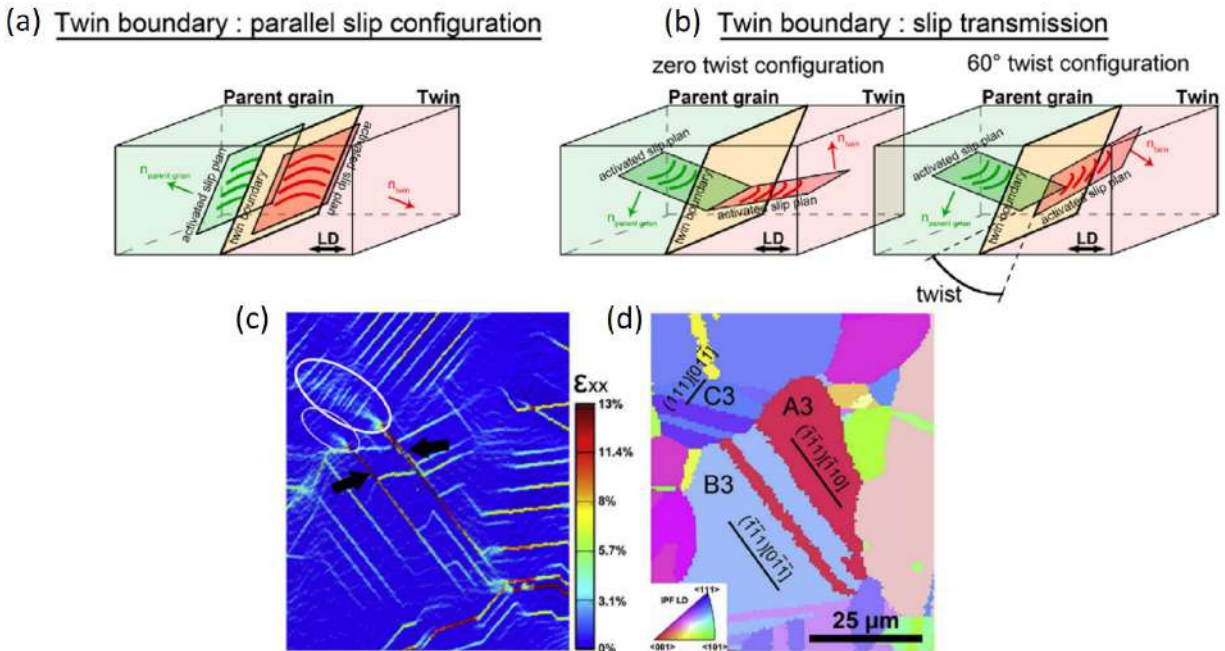


FIGURE 6.7 – Configurations de l'orientation des plans du joint de macle et des plans de glissement activés dans le grain parent (a) n'entraînant pas et (b) entraînant la transmission du glissement à travers le joint de macle vers le grain voisin. (c) Champ de déformation obtenu dans les grains après traction d'une éprouvette en Rene 88DT et (d) la cartographie EBSD associée. Les flèches noires montrent l'accumulation de déformation plastique dans un grain favorablement orienté. Les cercles montrent le transfert de déformation plastique à travers un joint de macle permettant le transfert. Adapté de [69].

A l'inverse, à fortes amplitudes de contrainte appliquées, les inclusions vont se fissurer et la propagation à la matrice se fera très tôt dans la durée de vie. Ce sera alors ce mécanisme qui va contrôler l'amorçage de fissures. *Stinville et al.* ont montré que sous sollicitation à forte amplitude de contrainte, une localisation plastique dans les zones de concentration de contrainte au voisinage des inclusions va s'installer (Figures 6.8.b et 6.8.c) [64]. Pour comparaison, le champ de déformation obtenu au voisinage d'une inclusion pour un faible taux de contrainte appliqué est donné en Figures 6.8.f à 6.8.h. De plus, le clivage et le transfert de la fissure se fait également dans cette direction perpendiculaire à celle du chargement (Figure 6.8.d). Ainsi, selon l'amplitude de contrainte appliquée, soit l'amorçage sur inclusions est privilégié, soit c'est l'amorçage sur grains favorablement orientés. Les deux mécanismes peuvent également coexister. *Stinville et al.* ont observé une transition d'un amorçage le long de joints de macles vers un amorçage sur inclusions aux alentours de 650 MPa en fatigue à grand nombre de cycles (High Cycle Fatigue : HCF) pour le Rene 88DT à 400°C et 650°C [132].

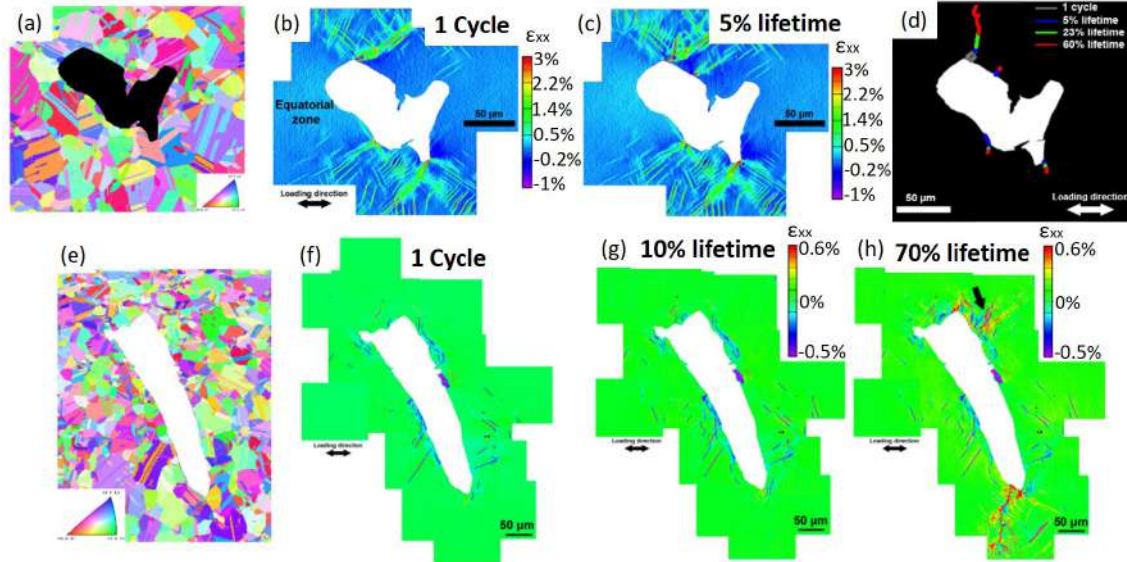


FIGURE 6.8 – (a) et (e) Cartographies EBSD de deux inclusions dans le Rene 88DT. Champs de déformation obtenu par HR-DIC sous MEB à l'échelle du grain pour différentes étapes de la durée de vie pour des essais en LCF à 400°C pour une amplitude de contrainte appliquée (b) à (d) élevée et (f) à (h) faible. Adapté de [132].

La température joue également un rôle sur les mécanismes d'amorçage. *Stinville et al.* ont montré qu'en HCF une augmentation de la température entraîne des durées de vie plus longues [134]. Cela est dû au fait qu'avec la température, des nouveaux systèmes de glissement vont être thermiquement activés. La plasticité sera donc moins localisée aux interfaces et la durée d'amorçage de fissures sera plus longue. En revanche, cette tendance n'est pas observée en LCF car les mécanismes d'endommagement sont assistés par l'oxydation. La Figure 6.9 synthétise les paramètres influant sur les mécanismes d'amorçage et la durée de vie du Rene 88DT pour des températures comprises entre 540°C et 650°C en LCF, HCF et VHCF [134]. Une bonne compréhension des mécanismes de déformation en fonction de la température est donc important pour comprendre le comportement mécanique macroscopique des matériaux.

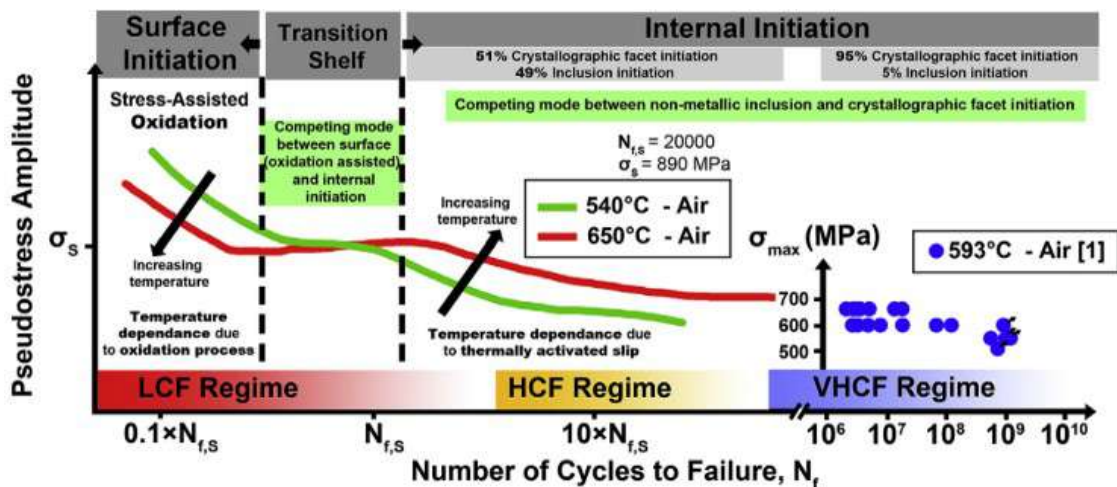


FIGURE 6.9 – Synthèse des paramètres influant sur les mécanismes d'amorçage et la durée de vie du Rene 88DT pour des températures comprises entre 540°C et 650°C en LCF (0.5 et 1 Hz), HCF (1 kHz) et VHCF (20 kHz) [134].

## 6.2 Mécanismes de déformation

### 6.2.1 Réponse du matériau

Etudier le comportement du matériau et sa réponse aux sollicitations en température permet de suivre l'évolution des mécanismes de déformation au cours du temps. En fatigue, deux réponses du matériau ont été mises en évidence :

- l'adoucissement cyclique.
- le durcissement cyclique.

L'adoucissement cyclique du matériau correspond à une diminution de la résistance du matériau tout au long de l'essai. Pour un essai piloté en déformation, l'amplitude de la contrainte diminuera avec l'augmentation du nombre de cycles. Pour un essai piloté en contrainte, l'amplitude de la déformation plastique augmentera avec le nombre de cycles conduisant à du rochet plastique le plus souvent. Le durcissement correspond à la situation inverse de l'adoucissement (Figure 6.10).

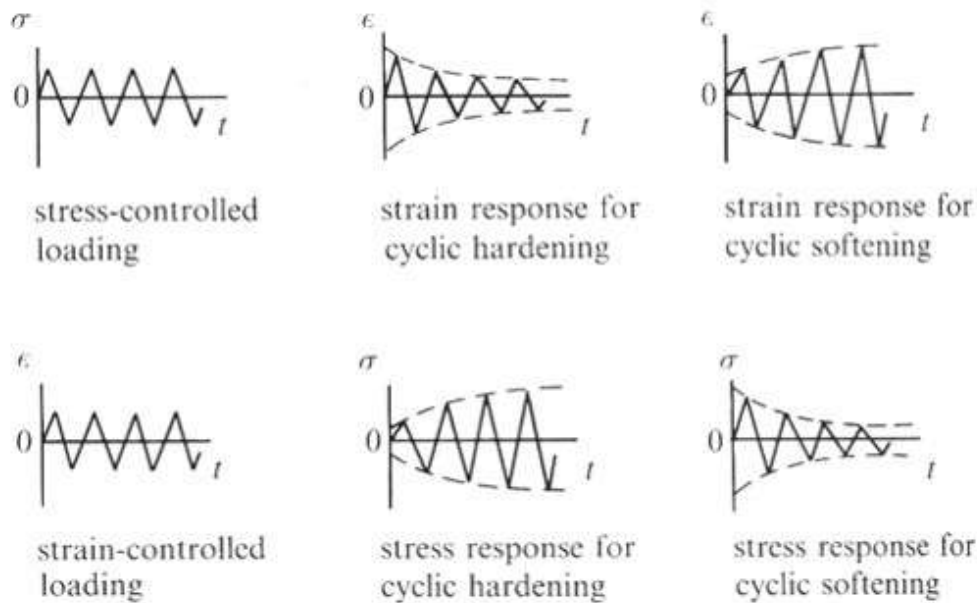


FIGURE 6.10 – Effets du type de chargement sur la réponse cyclique du matériau [136].

La réponse du matériau est étroitement liée aux mécanismes d'interaction des dislocations avec les éléments microstructuraux tels que les joints de grains et les précipités  $\gamma'$ . Par exemple, les dislocations ont tendance à être bloquées par les joints de grains. Leur densité étant plus élevée dans le cas des structures grains fins, elles ont de meilleures propriétés en fatigue et en traction que les gros grains. La précipitation est également déterminante [20,137]. Deux principaux modes de déformation en présence de précipités  $\gamma'$  ont été mis en évidence :

- le cisaillement.
- le contournement d'Orowan.

### 6.2.2 Cisaillement des précipités

Ces deux mécanismes d'interaction dépendent de la taille du précipité  $\gamma'$  ainsi que de la distance inter-précipités. En effet, si les précipités sont relativement petits, cohérents avec la matrice et que la distance entre eux est assez faible, les dislocations peuvent les traverser et les cisailer. Quand les dislocations de matrice  $(a/2)\langle 110 \rangle$  vont franchir les précipités, elles vont modifier leur ordre chimique et créer un défaut d'empilement, ce qui va former une paroi d'antiphase (Anti-Phase Boundary : APB). Si la deuxième dislocation a le même vecteur de Burgers, elle peut rétablir l'ordre et annuler la paroi d'antiphase, il y a alors cisaillement par superdislocation [138–141].

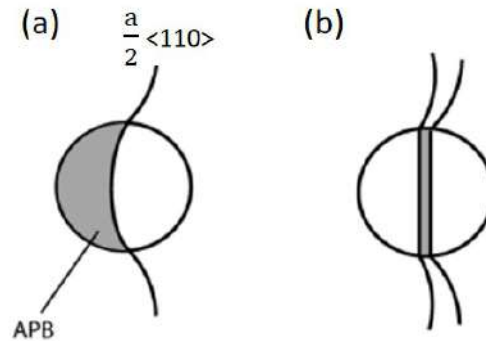


FIGURE 6.11 – Schémas des mécanismes de cisaillement par (a) une dislocation matrice entraînant la formation d'une paroi d'antiphase et (b) par une superdislocation [142].

A fraction volumique constante, pour qu'un précipité soit cisailé, la contrainte de cisaillement résolue (Critical Resolved Shear Stress : CRSS) induite par une paire de dislocations doit être atteinte. Celle-ci dépend de la taille des précipités  $\gamma'$  [143]. Quand leur diamètre est petit, ils sont cisailés par paires de dislocations faiblement couplées [144, 145]. Les deux dislocations sont alors séparées par une certaine distance (Figure 6.12.a). Quand le diamètre est plus important, les paires sont fortement couplées [143]. Dans ce cas-là, les deux dislocations franchissent le précipité en même temps (Figure 6.12.b).

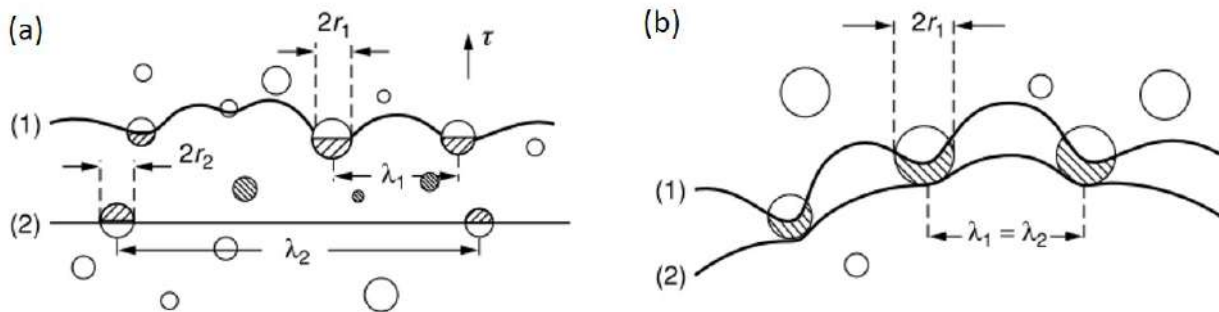


FIGURE 6.12 – Schémas des mécanismes de cisaillement par paires de dislocations (a) faiblement et (b) fortement couplées [143].

Les contraintes nécessaires au cisaillement dans le cas d'un couplage faible et fort sont données en Equation 6.1 (Adaptation de [146] par [23]) et Equation 6.2 [147], respectivement. Les précipités étant cisailés, le matériau a plutôt tendance à s'adoucir.

$$\tau_{weak} = \frac{\gamma_{APB}}{2b} \left[ \left( \frac{6\gamma_{APB}fr}{2\pi T_{ten}} \right)^{1/2} - f \right] \quad (6.1)$$

où  $\gamma_{APB}$  est l'énergie de la paroi d'antiphase créée dans les plans  $\{111\}$ ,  $b$  la norme du vecteur de Burgers,  $r$  le rayon moyen des précipités,  $f$  leur fraction volumique et  $T_{ten}$  la tension de ligne ( $T_{ten} = \frac{1}{2}\mu b^2$  avec  $\mu$  le module de cisaillement).

$$\tau_{strong} = \sqrt{\frac{3}{2}} \left( \frac{\mu b}{\pi^{3/2}} \right) \frac{f^{1/2}}{r} \left( \frac{2\pi\gamma_{APB}r}{\mu b^2} - 1 \right)^{1/2} \quad (6.2)$$

### 6.2.3 Contournement d'Orowan

Quand les précipités sont plus gros ou incohérents et que la distance inter-précipités est suffisamment grande, les dislocations peuvent alors contourner les précipités. Si la contrainte appliquée est supérieure à la contrainte d'Orowan  $\tau_{OR}$  (Equation 6.3) [148], les dislocations "s'enroulent" alors autour des précipités  $\gamma'$  et une boucle de dislocation appelée boucle d'Orowan reste piégée (Figure 6.13). Ce phénomène entraîne le durcissement structural du matériau.

$$\tau_{OR} = \alpha \frac{\mu b}{l} \quad (6.3)$$

où  $\alpha$  est une constante géométrique dépendant de la morphologie des précipités du matériau (comprise entre 0.4 et 0.8. Cas des monograins :  $\alpha = \sqrt{\frac{2}{3}}$ ) et  $l$  est la distance inter-précipités dans le plan  $\{111\}$

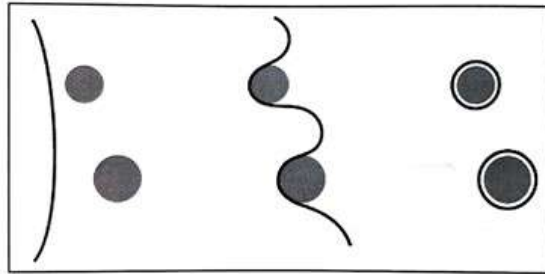


FIGURE 6.13 – Schémas du mécanisme du contournement d'Orowan [142].

## 6.2.4 Seuil de transition des mécanismes de déformation

### Influence de la taille des précipités

Il existe un seuil de transition entre ces trois mécanismes de déformation. Il dépend du diamètre des précipités, de l'espace inter-précipités, de la température, de la contrainte/déformation appliquée et de l'énergie de paroi d'antiphase. La Figure 6.14 donne l'évolution typique de la contrainte de cisaillement résolue CRSS en fonction du diamètre des précipités [17, 143]. Les domaines de prédominance des mécanismes sont également précisés. D'après la Figure 6.14.b, *Jackson et al.* ont montré que la transition d'un cisaillement par dislocations faiblement couplées à fortement couplées se fait pour des précipités ayant un diamètre d'environ 40 nm pour l'Udimet 720Li à 700°C [17]. La figure 6.15 montre les traces de dislocations obtenues par microscopie électronique en transmission (MET) pour les mécanismes de cisaillement dans le Nimonic 105 et le Nimonic PE 16 [138] et la Figure 6.16 montre les traces de contournement d'Orowan dans le NR3 [142] et le Nimonic 105 [138]. A noter que les différents mécanismes de déformation peuvent coexister (Figure 6.16.c).

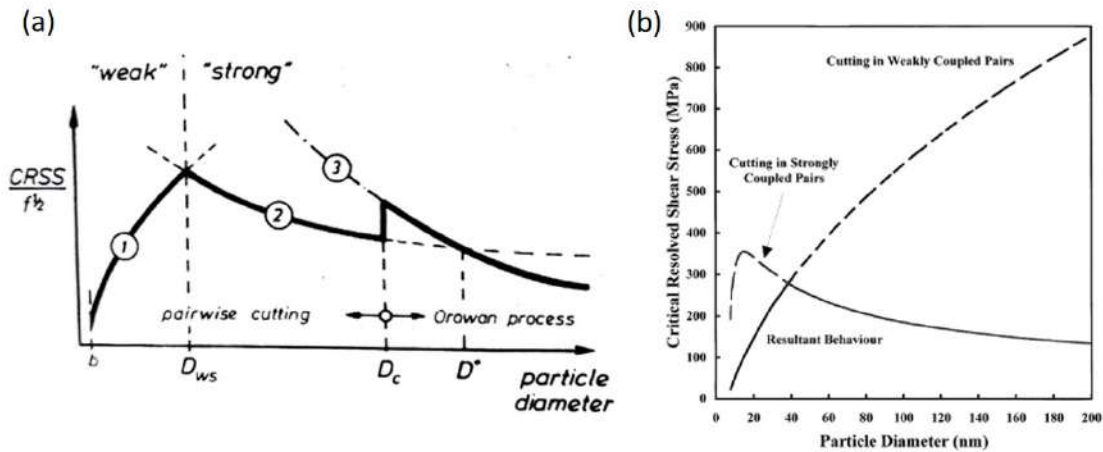


FIGURE 6.14 – CRSS en fonction du diamètre des précipités. (a) Domaine de prédominance des mécanismes de cisaillement et de contournement d'Orowan [143]. (b) Transition des mécanismes de cisaillement avec dislocations faiblement couplées à fortement couplées dans l'Udimet 720Li forgé [17].

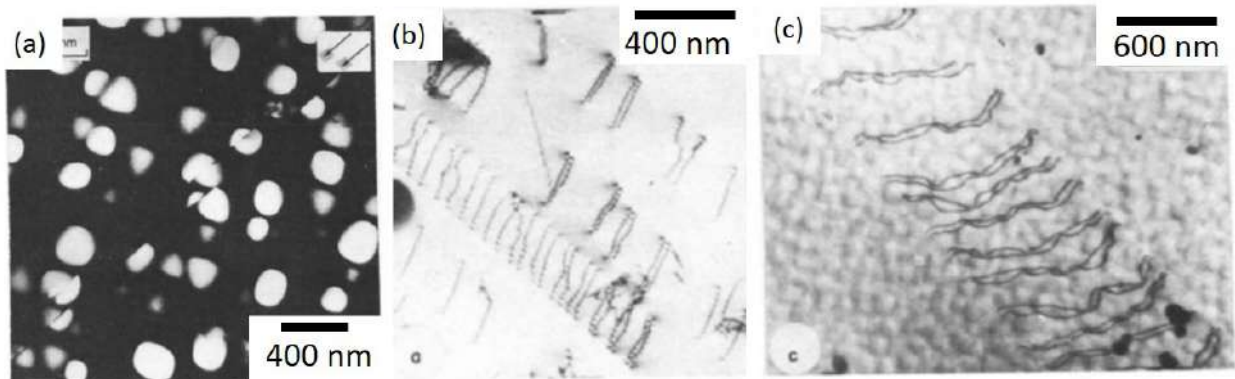


FIGURE 6.15 – Observations par MET (a) en champ sombre de précipités cisailés dans le Nimonic 105, des marques de dislocations dans le cas d'un cisaillement par des paires (b) faiblement et (c) fortement couplées dans le Nimonic PE 16 [138].

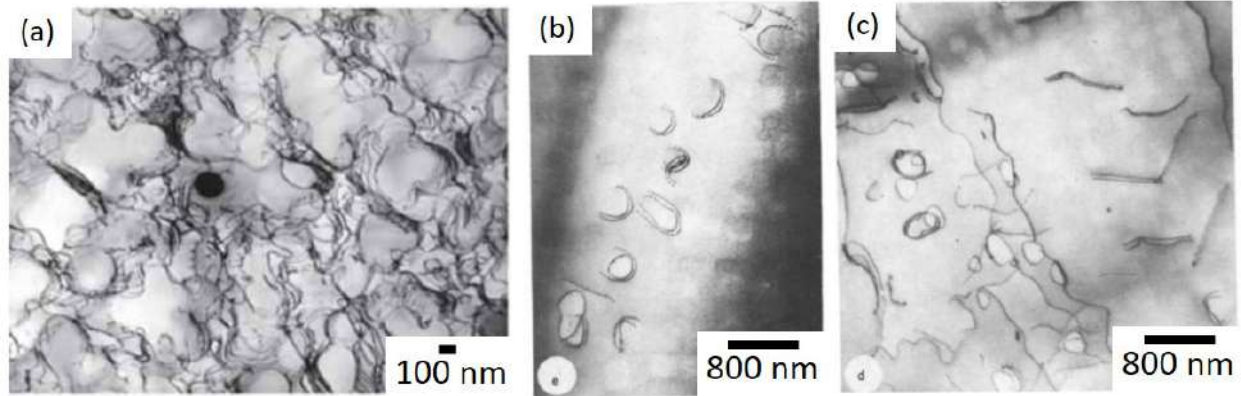


FIGURE 6.16 – Marques de dislocations obtenues par contournement d'Orowan dans le (a) NR3 [142] et le (b) Nimonic 105 [138]. Coexistence des mécanismes de cisaillement et de contournement d'Orowan des précipités dans le Nimonic 105 [138].

### Influence de l'amplitude de contrainte/déformation appliquée

La CRSS est également sensible à l'amplitude de contrainte ou de déformation appliquée. Il peut alors y avoir un seuil de transition des mécanismes de déformation. Selon le mécanisme activé, la durée de vie peut être affectée [149,150]. La Figure 6.17.a montre une rupture de pente sur les courbes de Manson Coffin liée à un changement de mécanisme de déformation de l'Inconel 718 à température ambiante [150]. Il y a une transition qui s'effectue à un seuil d'amplitude de déformation plastique (à environ 0.08 % en Figure 6.17.a par exemple). La Figure 6.17.b montre que la température est également un paramètre influant sur les mécanismes de déformation.

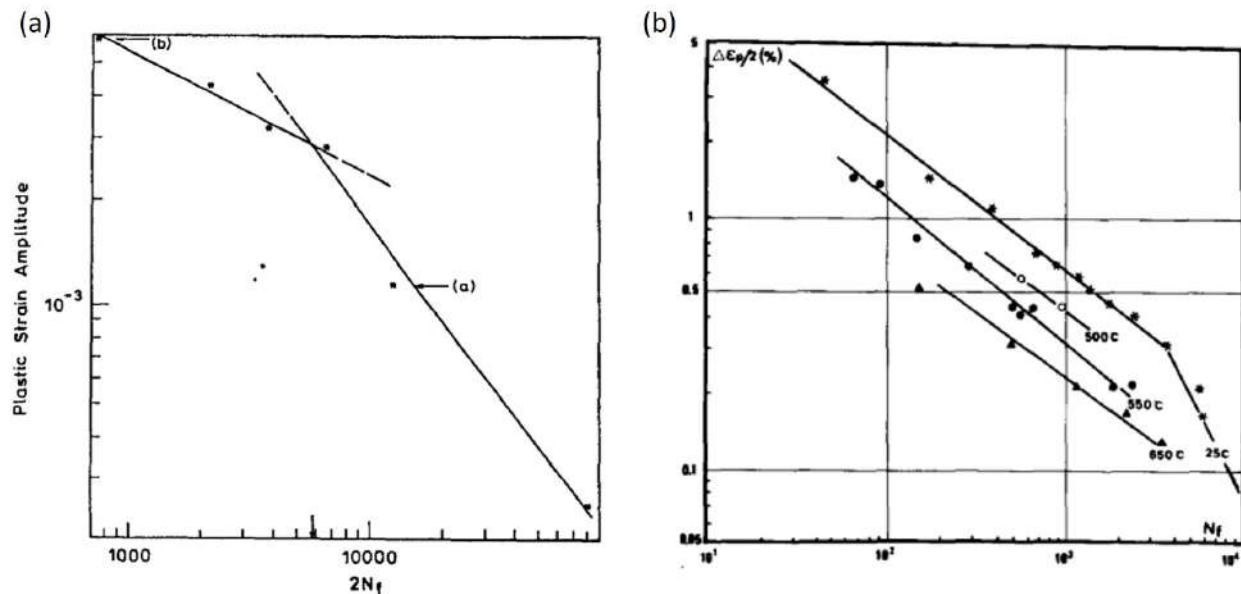


FIGURE 6.17 – Courbes de Manson Coffin pour l'Inconel 718 (a) à température ambiante [150] et (b) à différentes températures [149].

### 6.3 Influence de la température et de l'environnement

L'environnement peut avoir des effets importants sur la microstructure et le comportement des matériaux quand ils sont soumis à des sollicitations mécaniques. Selon les conditions d'essais (telles que la température, la fréquence, l'amplitude de contrainte ou de déformation appliquée), le matériau ne sera pas affecté de la même manière. L'environnement peut affecter les mécanismes d'oxydation, de déformation, d'amorçage et de propagation de fissures. Ces effets sont également dépendants du matériau.

#### 6.3.1 Sur les mécanismes de déformation

La température joue un rôle clé sur les mécanismes de déformation et la durée de vie. L'effet de l'oxydation sur les joints de grains lors d'un chargement mécanique est détaillé au Paragraphe 4.1.2. Selon les conditions de fonctionnement vues par le matériau (température, chargement, durée...), les microstructures peuvent évoluer. En effet, les précipités  $\gamma'$  peuvent grossir et/ou se dissoudre et des phases comme les carbures ou les phases topologiquement compactes (Topologically Closed Packed Phases : TCP) peuvent précipiter (Figure 6.18.a). Ce phénomène est appelé le sur-vieillessement microstructural. Cette évolution microstructurale peut entraîner des changements dans les mécanismes de déformation et impacter fortement les propriétés mécaniques (Figure 6.18.b) [18, 19, 142, 151].

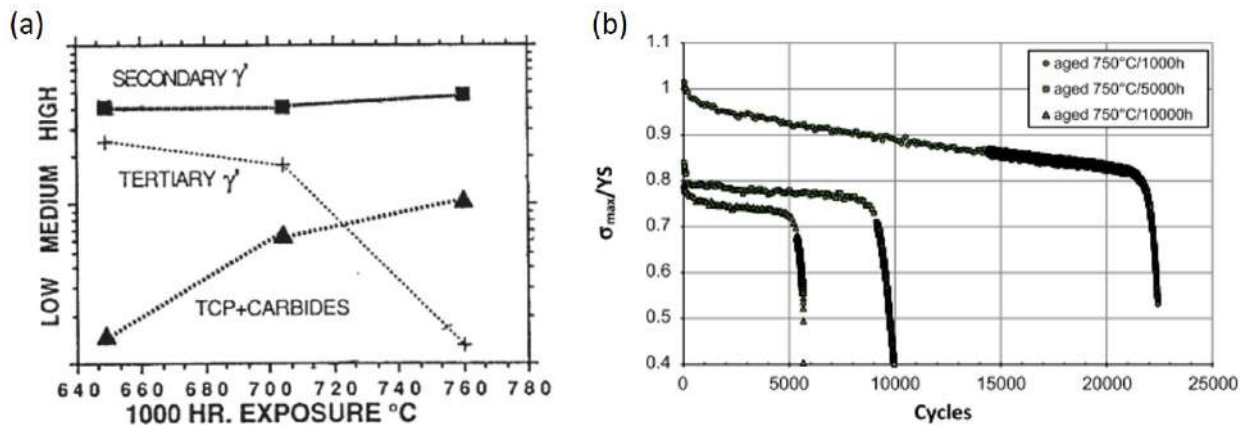


FIGURE 6.18 – (a) Evolution de la fraction volumique des précipités secondaires et tertiaires ainsi que des carbures et des phases TCP [152]. (b) Influence du vieillissement sur le comportement en LCF du Waspaloy à 750°C [18].

Comme vu précédemment, à fortes amplitudes de contrainte appliquées et à température ambiante, le cisaillement est prédominant car l'espace inter-précipités est faible. A température intermédiaire (400-650°C), les deux mécanismes de déformation cohabitent. Il y a donc compétition entre les deux mécanismes et l'amplitude de contrainte ou de déformation appliquée est déterminant. A haute température ( $T > 800^\circ\text{C}$ ), le phénomène de viscoplasticité ne peut plus être négligé. La diffusion des éléments chimiques joue un rôle important sur le comportement des dislocations et la réponse plastique du matériau. En effet, elle va activer le glissement dévié des dislocations vis et la montée des dislocations coins (Figure 6.19) [153]. Par conséquent, les mécanismes de dislocations thermiquement activés résultent du fait que les dislocations peuvent changer de plan de glissement et éviter les obstacles par montée et/ou contournement. Elles ne restent donc plus piégées, ce qui les rend plus mobiles et réparties plus uniformément dans les grains. Les interactions entre les dislocations et les précipités sont donc modifiées à hautes températures.



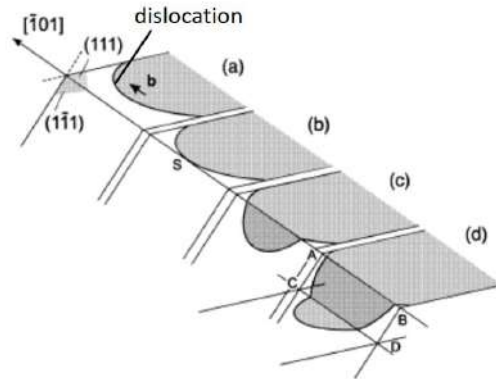


FIGURE 6.19 – Schéma du glissement dévié [153].

Selon le comportement viscoplastique et les phénomènes thermiquement activés, la réponse d'un matériau à l'autre peut être complètement différente. La microstructure intrinsèque (taille de grains, fraction volumique et distribution des précipités, population des inclusions) ainsi que la chimie de l'alliage va favoriser certains mécanismes de déformation. Par exemple, à hautes températures :

- certains matériaux durcissent comme l'IN 100 (à 650°C) [154].
- certains s'adoucissent comme le Rene 77 (à 871°C et 982°C) [155].
- certains présentent les deux comportements pendant leur durée de vie comme le Waspaloy [154, 156] ou le Nimonic 80A [157] qui durcissent jusqu'à une valeur maximale de contrainte avant de s'adoucir.

Dans le premier cas, le durcissement est plutôt lié à l'activation du glissement dévié. Ce phénomène entraîne une répartition plus homogène des dislocations et leurs interactions entre elles sont accrues. Dans le deuxième cas, les dislocations se réarrangent rapidement et s'annihilent [158]. Le réseau de dislocations ainsi créé s'accommode mieux à la déformation. *Pineau et al.* proposent une autre théorie : des dislocations coin sont stockées aux interfaces  $\gamma/\gamma'$  (ou plus généralement précipités/matrice), ce qui diminue l'énergie de déformation élastique résultant de la cohérence précipité/matrice. Ainsi, elles ne contribuent pas à l'endommagement et permettent également d'accommoder le grossissement des précipités [81].

### 6.3.2 Sur la localisation des sites d'amorçage

L'environnement peut avoir un impact sur la localisation du site d'amorçage principal de fissures. En effet, l'oxydation des inclusions surfaciques et en pointe de fissures peut favoriser l'amorçage sur sites en surface ou proche surface [54, 110, 159, 160]. Comme vu au Paragraphe 4.2.1, l'expansion volumique ainsi que les différences de coefficients de dilatation thermique liées à l'oxydation des inclusions affaiblissent l'interface inclusion/matrice et engendrent des champs de contraintes locaux plus importants. Ceci favorise l'amorçage de fissures sur ces particules surfaciques, même si ce ne sont pas les plus grandes présentes dans le volume. La durée d'amorçage et des premiers stades de propagation est donc plus courte, ce qui entraîne généralement des durées de vie plus faibles. Une fois la fissure amorcée, sa propagation est ensuite assistée par la fragilisation des joints de grains (cf. Paragraphe 4.1.2). L'influence de l'environnement sur les vitesses de propagation sera détaillée au Paragraphe 6.3.3. Dans le cas d'un amorçage sur pore pour un alliage de fonderie, c'est l'oxydation en pointe de fissure qui va encourager la propagation des fissures provenant des pores en (sub)-surface (Figure 6.20). De la même manière que pour les inclusions, ce ne sont pas nécessairement les plus grands présents dans le volume qui vont causer la rupture de l'éprouvette en conditions oxydantes [159, 161, 162].

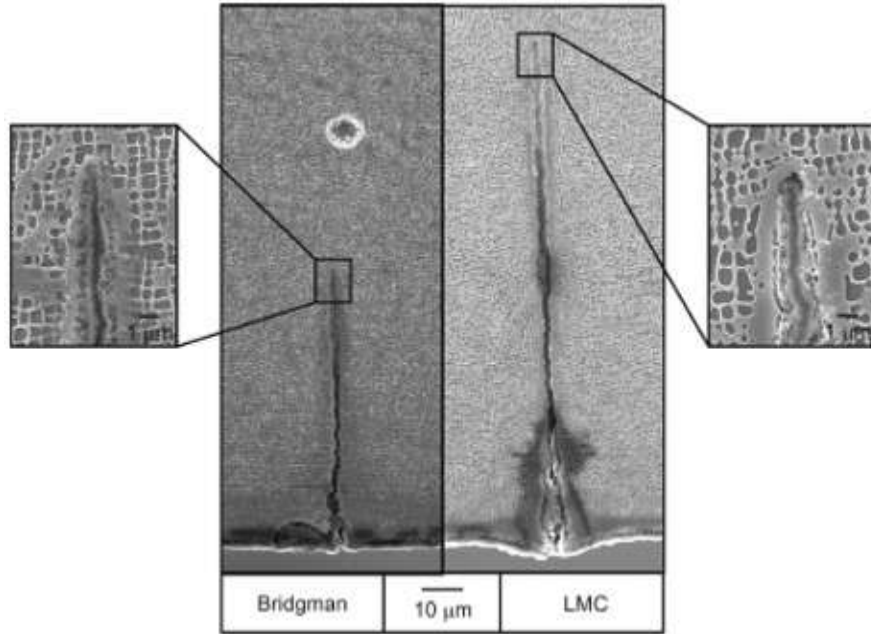


FIGURE 6.20 – Coupes longitudinales interceptant des fissures secondaires développées en surface dans l'AM1 sollicité en LCF à 950°C,  $R_\sigma = -1$ ,  $f=0.5$  Hz sous air. Oxydation visible en pointe de fissures [159].

Néanmoins, l'oxydation n'est pas le seul paramètre à avoir un effet sur la localisation des sites d'amorçage. Le taux de déformation appliqué joue également un rôle important [162]. En effet, il existe un seuil de transition du taux de déformation entre les amorçages en surface/sous-couche et ceux en interne (Figure 6.21.a). Pour des taux de déformation élevés, il se fait majoritairement en surface ou en sous-couche. Si l'amorçage se fait sur inclusions (sub)-surfaiques, il se produit aussi bien sur des amas que sur des particules isolées [4]. Le champ de déformation local est suffisant pour fissurer la particule ou entraîner sa décohésion rapidement. Par conséquent, la durée d'amorçage est relativement courte. Il est intéressant de noter qu'un amorçage de fissures sur inclusions en sous-couche peut parfois être plus néfaste que sur inclusions surfaiques [102, 161]. Pour des taux de déformation plus faibles, l'amorçage de fissures se fait plutôt en interne [162]. Dans ce cas, ce sont les éléments microstructuraux les plus grands qui sont touchés (Figure 6.21.b) [161, 162]. En effet, ce sont ces éléments qui vont engendrer un champ de contrainte local suffisant pour amorcer dans ce régime. Or la probabilité de trouver ces éléments est plus importante en interne qu'en surface, compte tenu du ratio  $\frac{n_{elementsV}}{Volume_{total}}$  par rapport à celui de  $\frac{n_{elementsS}}{Volume_{total}}$  (où  $n_{elementsV}$  et  $n_{elementsS}$  sont les nombres d'éléments microstructuraux les plus grands présents dans le volume et en surface, respectivement).

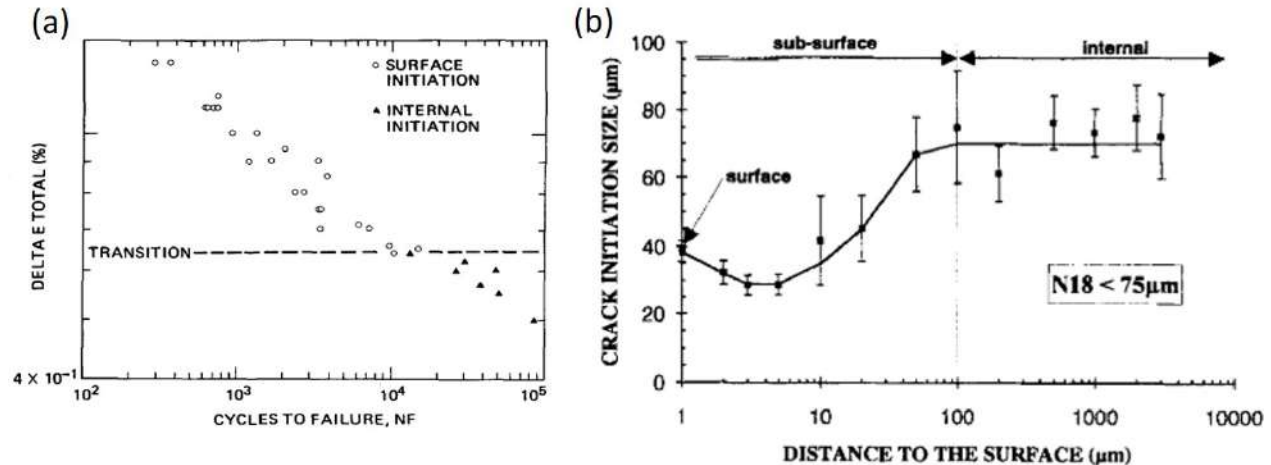


FIGURE 6.21 – (a) Localisation des sites d'amorçages sur l'AF2-1DA pour des essais en LCF à 760°C [162]. (b) Taille de l'élément microstructural à l'origine de l'amorçage en fonction de sa localisation pour des essais en LCF [161].

### 6.3.3 Sur les mécanismes de propagation et la durée de vie

L'effet de l'environnement impacte également les mécanismes de propagation. Deux types de propagation ont été mis en évidence :

- la propagation transgranulaire : la fissure se propage à travers les grains (Figure 6.22.a).
- la propagation intergranulaire : la fissure se propage le long des joints de grains (Figure 6.22.b).

Ces deux mécanismes de propagation présentent des caractéristiques visuelles très différentes sur les faciès de rupture. La propagation intergranulaire est notamment caractérisée par une surface plus rugueuse et la présence de marques laissées par les précipités primaires dans le cas d'une mise en solution sub-solvus [54, 81, 163].

### Influence de l'environnement, de la fréquence et du temps de maintien

#### Sur les modes de propagation

Plusieurs paramètres peuvent favoriser l'un ou l'autre mode et le principal est l'oxydation. C'est un mécanisme basé sur le principe de la diffusion des atomes, il est donc dépendant de la température et du temps et ainsi de la fréquence d'essai (Figure 6.22.c) [164]. La propagation intergranulaire est favorisée par l'oxydation. En effet, l'oxygène fragilise les joints de grains (cf. Paragraphe 4.1.2) et ils deviennent alors des chemins préférentiels pour les fissures. Ainsi, plus la diffusion a le temps de se faire, plus les joints de grains sont fragilisés. Une fréquence faible favorise alors l'oxydation des joints de grains et la propagation intergranulaire dans le cas d'un amorçage (sub)-surfaccique. Les essais de fatigue avec temps de maintien confirment l'importance du temps de diffusion [97, 164]. En effet, sous air, plus le temps de maintien est long, plus l'oxydation a le temps de fragiliser les joints de grains et plus la vitesse de propagation est élevée (Figure 6.22.d). Par conséquent, ce mode de propagation est associé à des vitesses de propagation plus rapides que pour le mode transgranulaire. A hautes fréquences ou sous vide, l'oxydation n'a pas le temps de s'installer aux joints de grains et de les fragiliser. La vitesse de propagation est donc quasi-indépendante du temps. Le mode de propagation favorisé en HCF ou VHCF est alors transgranulaire, même pour des températures élevées.

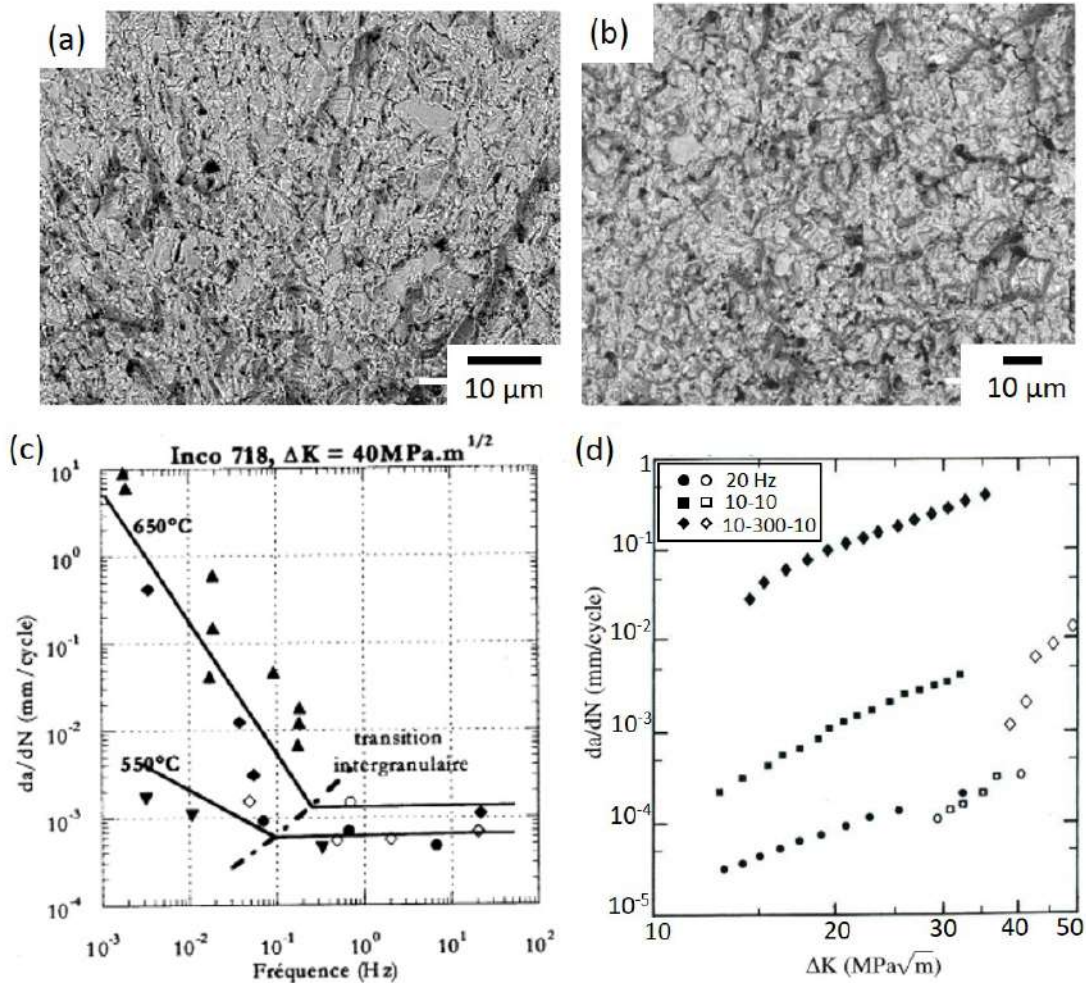


FIGURE 6.22 – Faciès de rupture d’une éprouvette en Inconel 718 observé au MEB en mode BSE montrant une propagation (a) intergranulaire et (b) transgranulaire [72]. (c) Impact de la fréquence et de la température sur le mode de propagation de fissure et (d) influence du temps de maintien et de l’environnement sur les vitesses de propagation de fissure dans l’Inconel 718 à 650°C (symboles vides et pleins : sous vide et sous air, respectivement) [164].

### Sur la durée de vie

Ce résultat peut être validé par des essais réalisés sous vide. En effet, ils permettent de s’affranchir de l’oxydation et ainsi de mieux comprendre l’impact de ces deux modes de propagation sur la durée de vie. Ainsi, les durées de vie sont généralement plus longues sous vide que sous air (Figure 6.23.a) [165]. Cet écart est bien lié à un changement des mécanisme de propagation des fissures. Sous air, le mode de propagation favorisé est intergranulaire et ce type de mécanisme est associé à une vitesse de propagation plus élevée (Figure 6.23.b) [103, 163, 164]. Bien que l’oxydation semble accélérer la propagation de fissure, elle peut néanmoins, dans certains cas, avoir un effet bénéfique sur la vitesse de propagation par des effets d’émoussement et de dissolution des précipités en pointe de fissure, conduisant ainsi à une plus forte relaxation des contraintes [54, 162]. Sous vide, le mécanisme dominant est la propagation transgranulaire qui est généralement plus lente que l’intergranulaire. La microstructure joue également un rôle sur les vitesses de propagation sous air. Les différences observées sont liées à la densité de joints de grains (Figure 6.23.c). Pour finir, le seuil de fissuration peut également être impacté par l’environnement [166]. Il est généralement plus élevé sous vide.

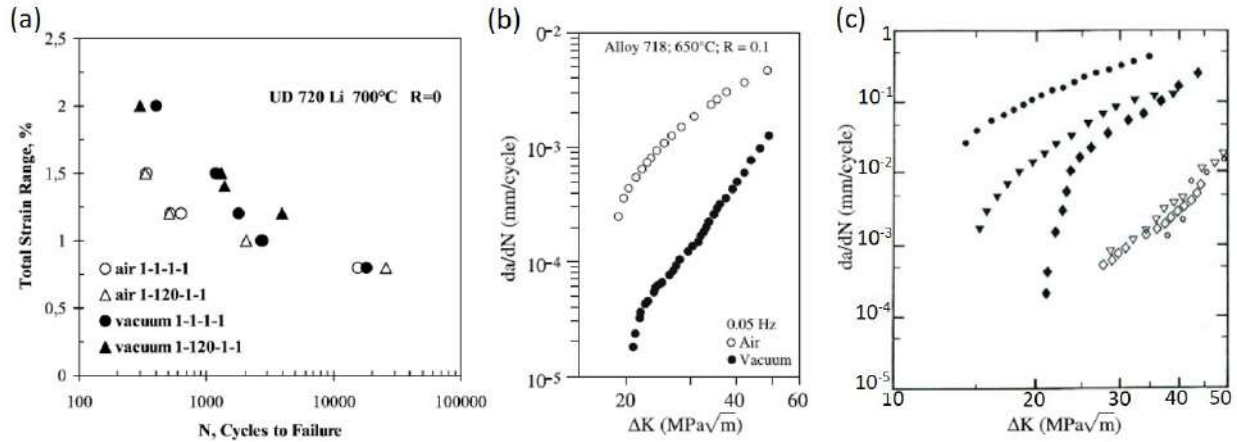


FIGURE 6.23 – (a) Diagramme S-N pour des essais sous air et sous vide sur l’Udimet 720Li à 700°C [165]. (b) Effets de l’environnement sur la vitesse de propagation sur l’Inconel 718 à 650°C en LCF sous air et sous vide [163]. Influence de la microstructure et de l’environnement sur la vitesse de propagation lors d’un essai de fatigue avec temps de maintien 10-300-10 à 650°C (symboles vides et pleins : sous vide et sous air, respectivement, cercles : GF, triangles : GG, losanges : structure à collier) [164].

### Influence de l’amplitude de contrainte/déformation appliquée sur la durée de propagation

L’amplitude de contrainte/déformation appliquée est également un paramètre agissant sur la vitesse de propagation. Comme vu au Paragraphe 6.3.2, la durée d’amorçage est très courte pour des taux de déformation élevés. La durée de vie totale en fatigue est donc contrôlée par la durée de propagation des fissures. Par ailleurs, les fissures se propagent généralement plus rapidement depuis la surface à cause de l’oxydation des joints de grains et d’un facteur d’intensité de contrainte plus important associé aux défauts surfaciques. Néanmoins, l’oxydation peut également avoir un effet bénéfique et ralentir la vitesse de propagation des fissures. En effet, des oxydes peuvent se former à l’intérieur de la fissure et émousser la pointe, le tout participe aux effets de fermeture de fissure, en plus de la plasticité en pointe de fissure. Dans ce cas, l’amplitude du facteur d’intensité de contrainte  $\Delta K$  en pointe de fissure est plus faible et la vitesse de propagation est ralentie. Ce phénomène est dépendant de la température et de la chimie de l’alliage. Il apparaît notamment lorsque la couche d’oxyde formée est dense et continue (par exemple du type  $\alpha - Al_2O_3$ ) [167]. Ainsi, la fissuration sous vide n’est pas toujours plus lente que sous air et ce même à taux de déformation élevés [54]. Pour des taux de déformation plus faibles, la durée de vie est à ce moment contrôlée par la durée d’amorçage des fissures [165].

## 6.4 Conclusion

D'après la littérature, il apparaît qu'il peut y avoir une petite fraction d'inclusions qui sont déjà fissurées après forgeage, usinage et/ou polissage. Cette population peut avoir un impact – bénéfique ou néfaste – sur la durée de vie totale de la pièce si la matrice autour est également affectée (écrouissage, recristallisation...). En revanche, sur éprouvette polie, l'impact de ces inclusions pré-fissurées est négligeable sur les structures grains fins. C'est le niveau de déformation et l'orientation des grains voisins qui sont les plus déterminants pour la durée de vie. Des configurations spéciales vont alors favoriser le transfert de la fissure à la matrice.

Néanmoins, des durées de vie anormalement courtes liées à un amorçage sur inclusion ont été observées dans l'Inconel 718DA. Elles semblent être liées à la taille des inclusions et à un ratio de fraction volumique de phase  $\delta$  sur une fraction volumique de phase  $\gamma$  faible. Ce serait donc encore une fois le voisinage des inclusions et la durée des premiers stades de propagation qui seraient déterminants. Ils sont donc à étudier soigneusement dans le cas de l'AD730<sup>TM</sup>.

Deux principaux modes d'amorçage de fissures ont été observés dans les superalliages coulés/forgés pour des températures inférieures à 650°C :

- sur inclusions.
- le long des joints de macle.

Il y a compétition entre ces deux modes. Le taux de contrainte/déformation, la température, la présence de gros grains ou larges inclusions ou encore la longueur des joints de macles sont des paramètres favorisant l'un ou l'autre des mécanismes d'amorçage. En effet, un amorçage sur inclusions se fera préférentiellement à amplitude de contrainte/déformation appliquée élevée, à haute température et quand la taille des plus grandes particules est supérieure aux plus gros grains. En revanche, pour des essais à températures intermédiaires avec des amplitudes de contrainte/déformation faibles, l'amorçage se fait sur gros grains ou sur de longs joints de macles.

La température et le type d'environnement (sous air ou sous vide) sont des facteurs importants qui vont impacter les mécanismes d'amorçage et de propagation des fissures. Les vitesses de propagation sont particulièrement sensibles à ces facteurs. La fragilisation des joints de grains par l'oxydation favorise la propagation intergranulaire associée à des vitesses élevées. A faibles taux de déformation, la durée de vie est pilotée par la durée d'amorçage alors qu'à taux élevés, elle est déterminée par la durée de propagation.

Les interactions dislocation/précipités sont également modifiées. Selon les mécanismes de déformation thermiquement activés, la réponse du matériau sera différente. En effet, l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte en pointe de fissures va être modifiée. Les premiers stades de propagation des fissures ainsi que leur vitesses peuvent alors être impactés.

# Chapitre 7

## Essais de traction

Ce chapitre présente les résultats des différents essais de traction réalisés. Ils permettent de caractériser les alliages STD et HC et ainsi comparer les différences de propriétés en traction et ainsi évaluer l'influence de l'addition de carbone. Les essais in situ donnent une première compréhension du comportement des inclusions quand elles sont soumises à une traction pure à l'ambiante et sous vide. Des éprouvettes pré-oxydées ont également été testées pour évaluer l'impact de l'oxydation sur les inclusions (parfois pré-fissurées) et sur la matrice environnante. Les protocoles expérimentaux ont été présentés auparavant en Section 2.3.

### 7.1 Traction monotone

#### 7.1.1 Courbes

##### Comparaison entre les alliages STD et HC

Les propriétés en traction monotone ont été obtenues à 450°C et 700°C. Les courbes sont tracées en Figure 7.1. Elles montrent un comportement classique des matériaux ductiles : un domaine élastique suivi d'une légère augmentation de la contrainte jusqu'à un maximum puis à une diminution de la contrainte traduisant la striction jusqu'à la rupture finale. A 450°C, les propriétés obtenues en terme de module d'Young ( $E$ ), limite d'élasticité  $Rp_{0.2}$  et résistance à la traction  $R_m$  sont légèrement supérieures pour l'AD730<sup>TM</sup> STD par rapport à la version HC. En revanche, l'allongement à la rupture  $A$  est significativement plus petit pour l'alliage HC. De plus, des sauts plus ou moins périodiques sont visibles sur les deux courbes de la contrainte en fonction de la déformation, dans la zone d'écrouissage (Zoom sur la Figure 7.1). Ce phénomène est caractéristique de l'effet Portevin-Le Chatelier. Celui-ci est lié au fait que les atomes de solutés diffusent vers les dislocations mobiles et les épinglent. Elles sont donc momentanément bloquées. Plus le temps nécessaire pour les désancrer est long et plus elles s'accumulent. Pour les remettre en mouvement, la contrainte doit alors augmenter. Quand une dislocation se libère, elle perturbe les autres dislocations épinglées et entraîne une réaction en chaîne. La contrainte nécessaire à la mobilité des dislocations diminue alors rapidement. Ce phénomène a été observé dans plusieurs superalliages à des températures intermédiaires (jusqu'à 500°C) [54, 168, 169].

A 700°C, la même observation concernant l'allongement est faite. Il est beaucoup plus petit pour l'alliage HC. Les limites d'élasticité sont équivalentes pour les deux nuances et la résistance à la traction est plus élevée dans la version HC. Les valeurs conventionnelles sont synthétisées dans la Table 7.1. Pour finir, la striction est beaucoup plus marquée à 700°C qu'à 450°C. Elle est liée à un phénomène de viscoplasticité -- fluage de l'éprouvette -- plus important à 700°C.

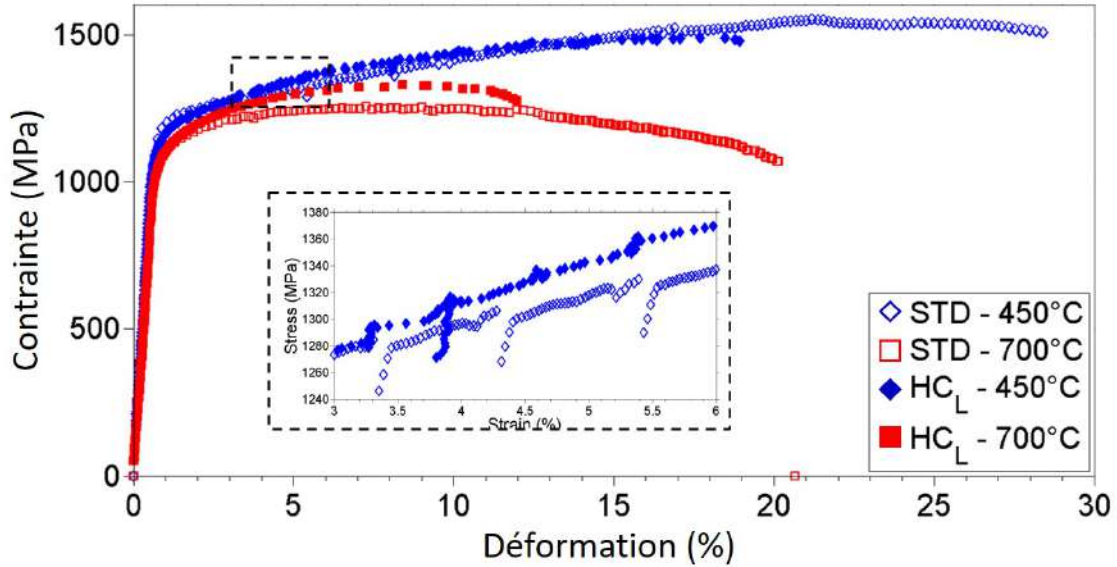


FIGURE 7.1 – Comportement en traction monotone des alliages STD et HC à 450°C et 700°C pour une vitesse de déformation appliquée de  $10^{-3}s^{-1}$ . Courbes tracées en valeurs conventionnelles.

Propriétés	STD		HC	
	450°C	700°C	450°C	700°C
E (GPa)	179	164	183	156
$R_{p0.2}$ (MPa)	1176	1082	1129	1077
$R_m$ (MPa)	1552	1255	1480	1328
A (%)	37	23	18	11

TABLE 7.1 – Synthèse des propriétés en traction monotone des alliages STD et HC à 450°C et 700°C pour une vitesse de déformation appliquée de  $10^{-3}s^{-1}$ .

### Influence de la température

D'après la Figure 7.1 et la Table 7.1, une augmentation de la température entraîne une diminution des propriétés en traction. Ceci est dû au phénomène de viscoplasticité qui ne peut plus être négligé à 700°C. Pour mettre en évidence ce phénomène, des essais peuvent être faits à différentes vitesses de déformation. *L. Thébaud* a montré que pour des vitesses de déformation de  $5 \cdot 10^{-3}$ ,  $10^{-4}$  et  $10^{-5}s^{-1}$ , la contrainte maximale de traction et l'allongement sont significativement impactées pour l'alliage STD à 700°C (Figure 7.2) [38]. En effet, la valeur de ces trois paramètres diminue en même temps que la vitesse de déformation. Ceci est dû aux effets de fluage qui sont plus marqués à des vitesses de déformation faibles. Logiquement, le module d'Young est quant à lui peu impacté. Il montre également que la taille de grains impacte fortement les résultats : plus ils sont fins, meilleures sont les propriétés en traction (excepté pour  $\dot{\epsilon} = 10^{-5}s^{-1}$ ).



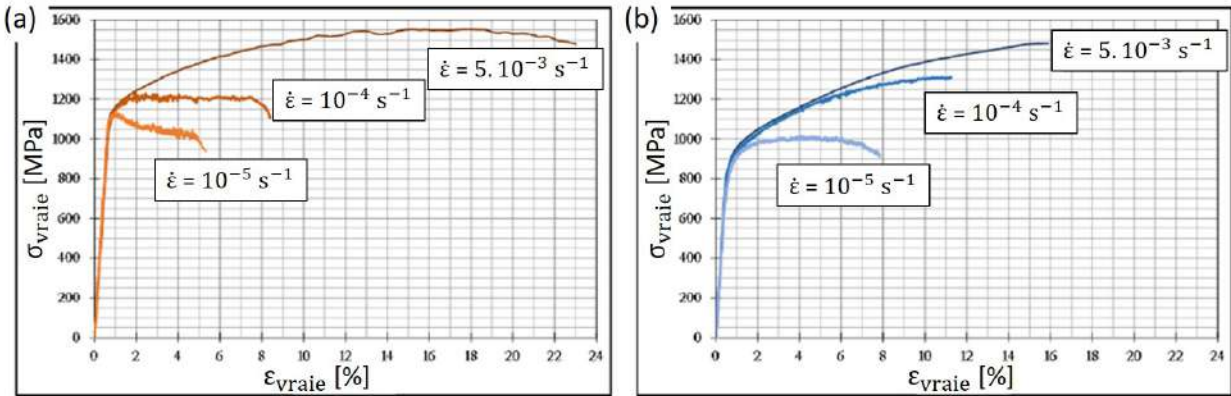


FIGURE 7.2 – Comportement en traction monotone de l’alliage STD à 700°C pour différentes vitesses de déformation appliquées pour la structure (a) GF et (b) GG. Courbes tracées en valeurs vraies [38].

### 7.1.2 Faciès de rupture

#### Observations à la binoculaire

Les fûts des éprouvettes après rupture ont tout d’abord été observés à la binoculaire. La rupture finale des éprouvettes est très différente selon la température d’essai. En effet, pour les essais à 450°C, la rupture se fait de manière oblique autour d’un angle de 45° pour les alliages STD et HC (Figure 7.3) alors qu’à 700°C, la rupture est relativement plane et perpendiculaire à l’axe de traction (Figure 7.4). Cela traduit des mécanismes de déformation activés différents selon la température. En effet, une rupture le long d’un plan à 45° traduit une rupture liée à du cisaillement macroscopique. En revanche, il est plus difficile de conclure à 700°C. Néanmoins, des amorçages de fissures secondaires assistées par oxydation sont visibles à la surface. Les effets de l’environnement sont donc plus marqués à 700°C.

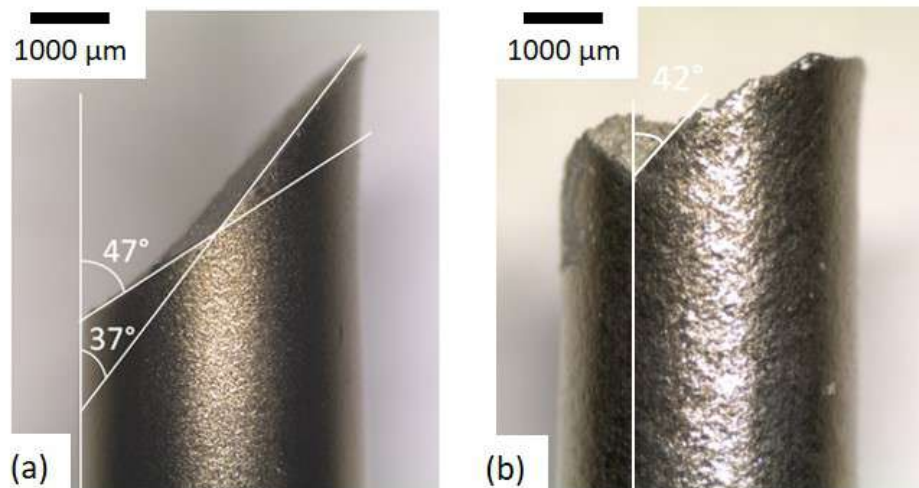


FIGURE 7.3 – Profils à la binoculaire des faciès de rupture des éprouvettes testées en traction monotone à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  à 450°C pour les alliages (a) STD et (b) HC.

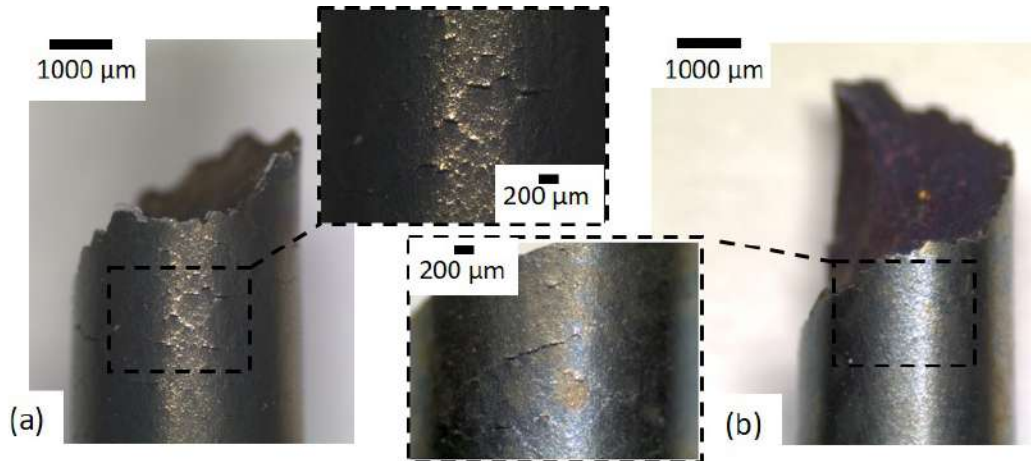


FIGURE 7.4 – Profils à la binoculaire des faciès de rupture des éprouvettes testées en traction monotone à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$  à  $700^{\circ}C$  pour les alliages (a) STD et (b) HC.

### Observations au MEB

Les observations au MEB montrent la présence de multiples sites d'amorçage aux deux températures. La rupture est ductile pour les deux températures d'essai et pour les deux matériaux, comme en atteste la présence de cupules. L'analyse des faciès permet également de conclure sur le mode de propagation des fissures. Il est :

- transgranulaire à  $450^{\circ}C$  (Figures 7.5.b et 7.5.d).
- mixte à  $700^{\circ}C$  : intergranulaire autour des sites d'amorçage surfaciques (Figures 7.6.b et 7.5.e) et transgranulaire ailleurs (Figure 7.5.c).

La propagation intergranulaire est caractérisée par la présence des traces des précipités primaires sur les images du MEB – mises en évidence par les flèches blanches (Figures 7.5.g, 7.5.i).

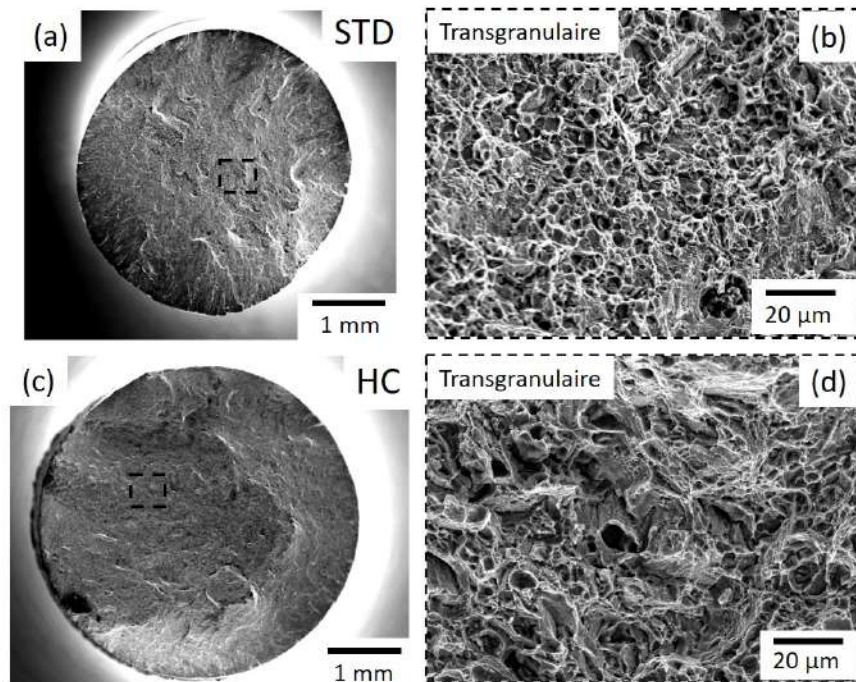


FIGURE 7.5 – Faciès de rupture observés au MEB en mode SEI à  $450^{\circ}C$  pour les alliages (a) STD et (c) HC. (b) et (d) Zooms montrant les modes de propagation de fissures.

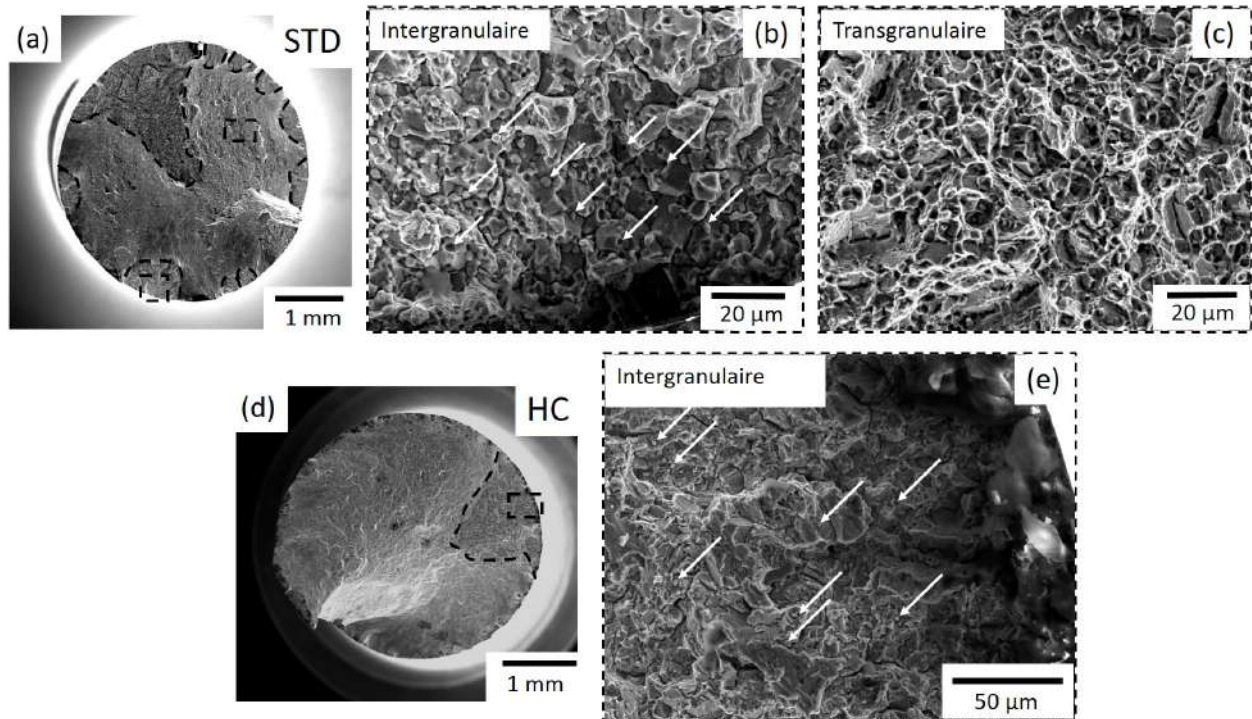


FIGURE 7.6 – Faciès de rupture observés au MEB en mode SEI à 700°C pour les alliages (a) STD et (b) HC. (b), (c) et (e) Zooms montrant les modes de propagation de fissures (courbes en pointillé noirs sur (a) et (b) délimitant les zones de propagation intergranulaires, flèches blanches montrant les traces de précipités).

## 7.2 Traction in situ

Les essais de traction in situ sont réalisés dans la chambre d'un MEB et permettent d'observer à l'état initial les inclusions et de définir une plage de déformation et de contrainte nécessaire pour fissurer les inclusions sous chargement monotone, à température ambiante et sous vide (cf. Protocole au Paragraphe 2.3.2).

### 7.2.1 Influence de la taille des inclusions

Seuls des essais sur la version STD ont été effectués. Deux populations d'inclusions ont été suivies (cf. Paragraphe 3.2.1) :

- les petites particules sphériques d'un diamètre d'environ 2  $\mu\text{m}$ .
- les plus grandes particules composées d'un cœur et d'une gangue.

Environ 180 inclusions de petite taille et 28 de grande taille ont été suivies.

### Suivi des petites inclusions

Comme vu au Paragraphe 3.2.1, les petites inclusions très brillantes sont des borures riches en titane, niobium et molybdène. Les autres sont composées de deux parties (présence d'un cœur noir et d'une gangue brillante) et sont des carbonitrides de Ti(N, C) enrobés d'un (Ti, Nb)C. Cette population se trouve fréquemment en amas mais également de manière isolée. Les images ont été prises à différentes amplitudes de contrainte appliquées entre 0 MPa et 1290 MPa, correspondant à des taux de déformation totale compris entre 0% et 6.81%.

Les premiers événements de plasticité ont été observés dans la matrice sous forme de bandes de glissement. Les premières ont été détectées à 1100 MPa (flèches blanches sur la Figure 7.7.c), soit juste avant la limite d'élasticité macroscopique qui a été mesurée à 1110 MPa. Ce résultat est en accord avec la limite d'élasticité de 1176 MPa obtenue avec les essais de traction fait à 450°C (cf. Section 7.1) et la littérature [32,38]. Par conséquent, elles apparaissent entre 800 MPa et 1100 MPa. Elles s'intensifient et se multiplient ensuite avec l'augmentation de la charge (Figures 7.7.d à 7.7.f). A 1160 MPa, des micro-volumes sont observés (cercle blanc sur la Figure 7.7.d). Ils correspondent à la non transmission des bandes d'un grain à l'autre. Ceci est dû à l'orientation défavorable au transfert de la dislocation au joint de grain [170]. Ils disparaissent entre 1180 MPa et 1220 MPa.

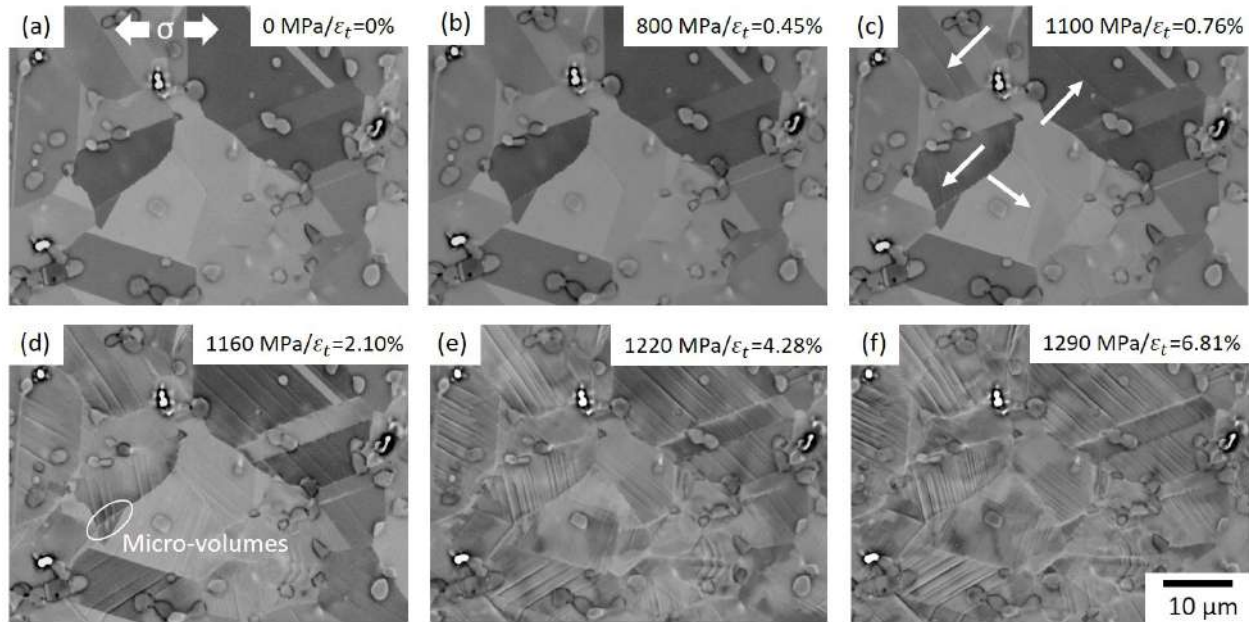


FIGURE 7.7 – Images MEB en mode BSE-SEI des petites inclusions de l'alliage STD lors d'un essai de traction in situ à (a) l'état initial, (b) 800 MPa/ $\varepsilon_t=0.45\%$  (c) 1100 MPa/ $\varepsilon_t=0.76\%$ , (d) 1160 MPa/ $\varepsilon_t=2.10\%$ , (e) 1220 MPa/ $\varepsilon_t=4.28\%$  et (f) 1290 MPa/ $\varepsilon_t=6.81\%$ . Les flèches blanches montrent les premières bandes de glissement observées. Le cercle indique la zone où des micro-volumes sont observés. Direction de chargement horizontale.

Les premiers endommagements sur les inclusions ont été observés à 1220 MPa, ce qui correspond à une déformation totale  $\varepsilon_t$  de 4.28% bien au-delà du domaine élastique macroscopique. A la fin de l'essai – soit  $\varepsilon_t = 6.81\%$  – moins de 2% de cette population de particules est fissurée. Les deux modes d'endommagement observés sont :

- le clivage des inclusions (Figure 7.8.a).
- la décohésion de l'interface inclusion/matrice (Figure 7.8.b).

La fissuration des particules est orientée à  $90^\circ$  par rapport à la direction de chargement. A la fin de l'essai, bien que la matrice soit fortement déformée en pointe de fissure (flèches noires en pointillé en Figure 7.8), aucune propagation n'a été observée. Cela traduit une bonne ductilité de la matrice  $\gamma/\gamma'$  sous chargement monotone. Ces observations sont en bon accord avec des essais similaires faits sur l'Inconel 718DA [4].

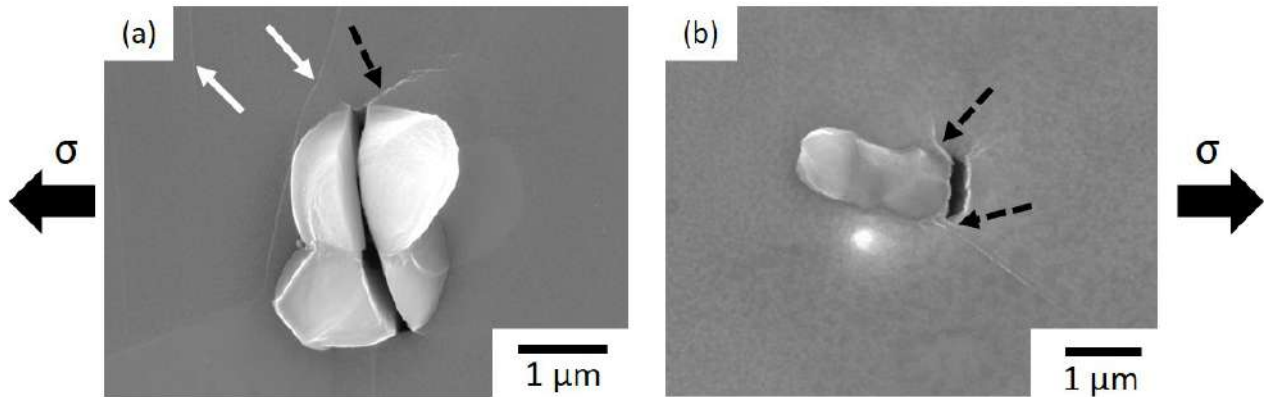


FIGURE 7.8 – Images MEB-FEG en mode SEI après essai (éprouvette déchargée) (a) d'une inclusion clivée et (b) d'une décohésion de l'interface inclusion/matrice. Les flèches blanches indiquent les bandes de glissement et les noires en pointillé la matrice fortement déformée en pointe de fissure.

### Suivi des grandes inclusions

Un autre essai a été réalisé pour suivre cette fois-ci les plus grandes inclusions. Elles sont toutes constituées d'un cœur et d'une gangue. Deux d'entre elles étaient déjà pré-fissurées avant essai (soit suite aux opérations de forgeage, soit suite à la préparation des éprouvettes). L'évolution de ces pré-fissures a pu être suivie au cours de l'essai. Les contraintes appliquées sont comprises entre 0 MPa et 1100 MPa soit pour des déformations totales allant de 0% à 1.85%.

Les premières bandes de glissement ont été observées à 850 MPa tout comme les premiers endommagements des inclusions, soit en dessous de la limite d'élasticité macroscopique. **Les grandes inclusions fissurent donc à une amplitude de contrainte plus faible que les petites.** Lors de l'essai précédent, il a été déterminé que les bandes de glissement sont apparues entre 800 MPa et 1100 MPa. Elles sont néanmoins déjà bien marquées à 1100 MPa (Figure 7.7.c). Elles sont donc vraisemblablement apparues à une valeur de contrainte bien inférieure. Ainsi, pour l'essai précédent, une apparition des bandes de glissement pour une contrainte appliquée proche de 850 MPa est cohérente.

Malgré une fissuration des inclusions dans le domaine macroscopiquement élastique, seules 25% des particules endommagées ont fissuré dans le domaine élastique. A 1100 MPa, presque 70% des particules sont fissurées. Il est également intéressant de constater que les inclusions les plus grandes et les plus géométriques – en 2D – n'ont pas été endommagées à la fin de l'essai (Figure 7.9). Sur la Figure 7.9.a, aucune bande de glissement dans les grains voisins n'a été repérée. La zone où se trouve l'inclusion semble donc bien s'accommoder localement à la déformation. En revanche, sur la Figure 7.9.b, la plasticité est activée (flèches blanches) et ce même dans les grains adjacents. Il est possible que l'inclusion soit en réalité peu profonde, ce qui engendrerait un champ de déformation plus faible et expliquerait pourquoi elle ne s'est pas fissurée.

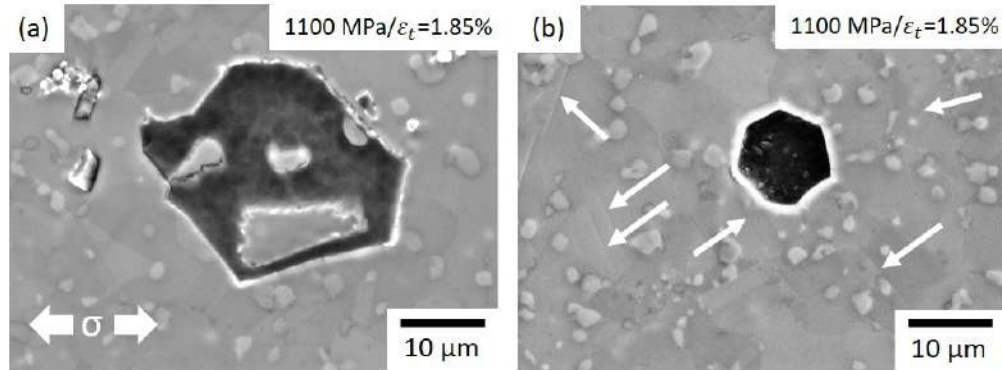


FIGURE 7.9 – Exemples de deux inclusions géométriques de grande taille n’ayant pas fissuré après l’essai. Les flèches blanches indiquent les bandes de glissement. Images au MEB en mode BSE-SEI.

Les modes d’endommagement observés sur les particules sont le clivage, parfois multiple, et la décohésion de l’interface matrice/particule. Le clivage semble cependant prédominant : plus de 90% des inclusions fissurées sont clivées. De même que précédemment, l’endommagement se fait perpendiculairement à la direction de chargement. La première particule observée à s’être endommagée entre 800 MPa et 850 MPa est celle présentée Figure 7.10. Il est intéressant de noter qu’il y a très peu de plasticité à son voisinage. Il est donc possible qu’elle soit grande dans la profondeur.

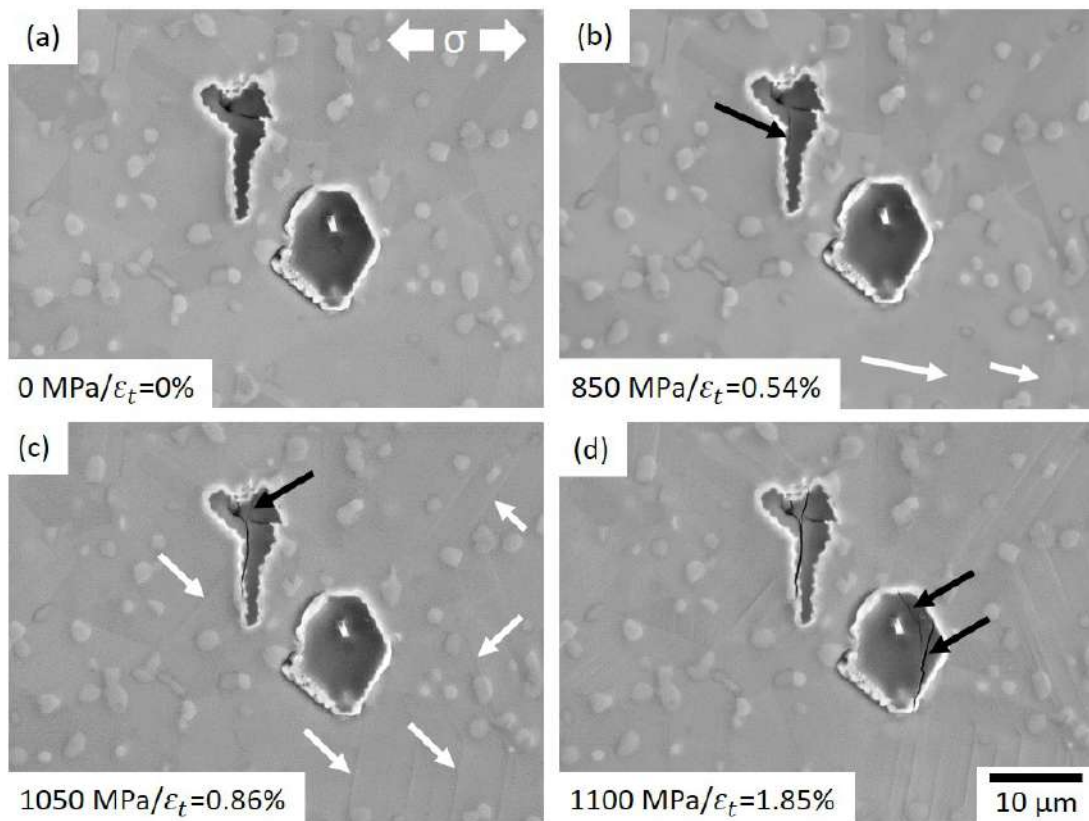


FIGURE 7.10 – Images MEB en mode BSE-SEI de grandes inclusions de la nuance STD lors d’un essai de traction in situ à (a) l’état initial, 850 MPa/ $\varepsilon_t = 0.54\%$ , (c) 1050 MPa/ $\varepsilon_t = 0.86\%$  et (d) 1100 MPa/ $\varepsilon_t = 1.85\%$ . Les flèches blanches montrent les premières bandes de glissement observées et les noires indiquent les fissures.

Cette première fissure observée correspond donc à l'amorçage le plus précoce de toutes les inclusions suivies. Elle ne semble cependant pas particulièrement nocive à 1100 MPa – soit  $\varepsilon_t = 1.85\%$ . En effet, la matrice ne semble pas être affectée par la présence de cette fissure et aucun début de propagation ni de forte déformation locale n'est visible (Figure 7.10.d). De plus, la flèche noire sur la Figure 7.11.a montre une particule pré-fissurée avant essai. Cette fissure est orientée perpendiculairement à la direction de chargement. Elle peut donc apparaître comme favorablement orientée pour se propager rapidement. Cependant aucune évolution (ni élargissement, ni transfert à la matrice) n'est observée à la fin de l'essai (Figure 7.11.d) et les grains voisins ne semblent pas déformés. Il est possible que la fissuration de cette inclusion avant essai ait permis de relaxer les contraintes locales et ainsi de retarder la propagation, ce qui serait alors bénéfique pour le matériau. En revanche, la matrice est fortement déformée autour de l'inclusion clivée de la Figure 7.11.d. Elle correspond à un amorçage qui est apparu assez tardivement, entre 1050 et 1100 MPa. La matrice est fortement plastifiée en pointe de fissure (forme en "V"). Néanmoins, aucune propagation à la matrice n'a été observée. Par conséquent, ces résultats montrent qu'un amorçage précoce n'implique pas nécessairement une propagation de fissure à la matrice rapide. Il n'est donc pas nécessairement néfaste lors d'un essai de traction monotone.

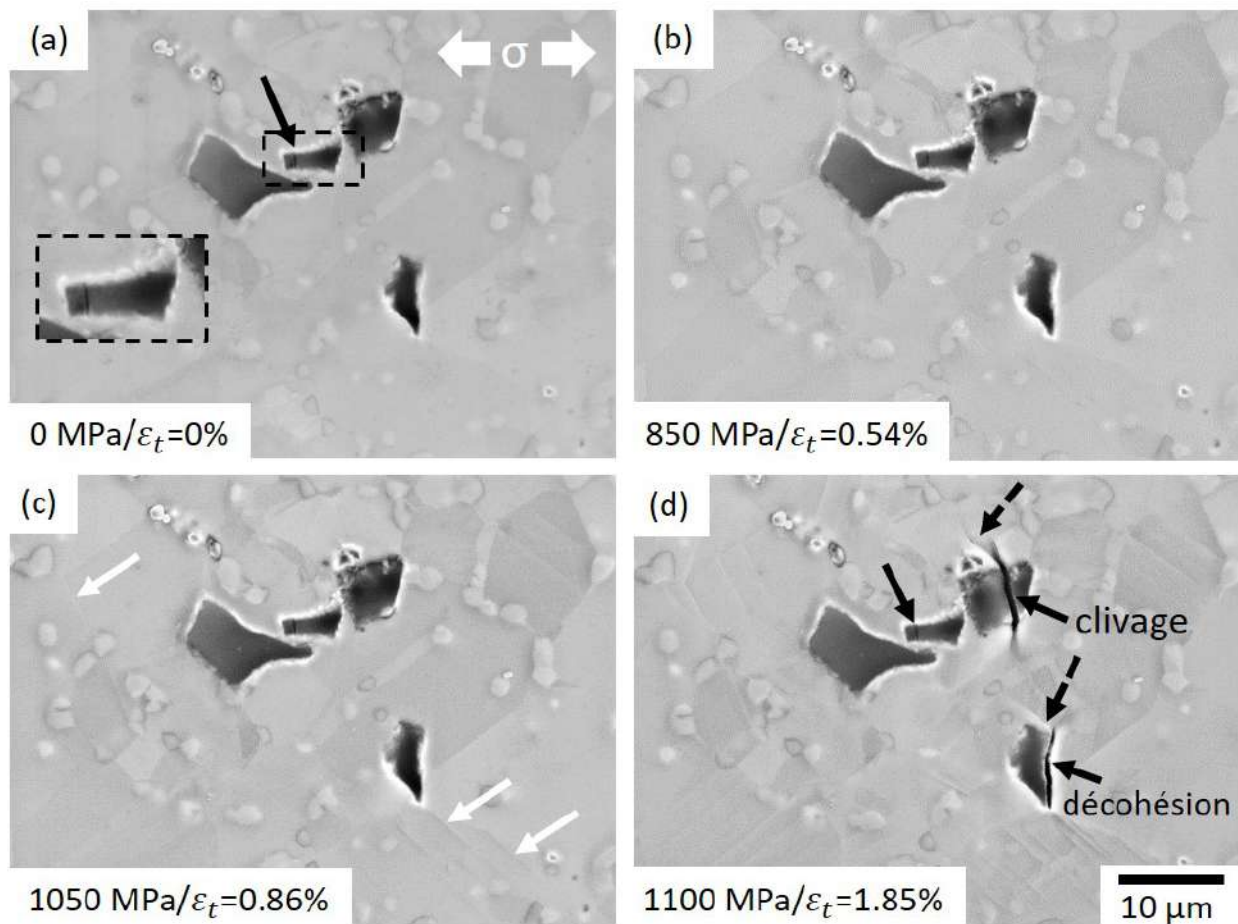


FIGURE 7.11 – Images MEB en mode BSE-SEI de grandes inclusions de l'alliage STD lors d'un essai de traction in situ à (a) l'état initial, (b) 850 MPa/ $\varepsilon_t = 0.54\%$ , (c) 1050 MPa/ $\varepsilon_t = 0.86\%$  et (d) 1100 MPa/ $\varepsilon_t = 1.85\%$ . Les flèches blanches montrent les premières bandes de glissement observées, les flèches noires continues indiquent les fissures et les flèches noires en pointillé la matrice déformée en pointe de fissure.

Afin de mieux comprendre les mécanismes de transfert de la fissure depuis l'inclusion vers la matrice, les grandes inclusions ont également été observées après l'essai qui a permis de suivre les petites. La contrainte finale appliquée étant supérieure ( $1290 \text{ MPa} > 1100 \text{ MPa}$ ), les premiers stades de propagation seront plus avancés. Les flèches noires en pointillé sur la Figure 7.12 montrent la plastification de la matrice en pointe de fissure. Sur la Figure 7.12.a, les tout premiers stades de propagation à la matrice sont visibles. Deux plans de glissement semblent activés dans les grains voisins aux deux extrémités de la fissure (voir les lignes blanches en pointillé en Figure 7.12.a). Ceci entraînera vraisemblablement une propagation en "zigzag" (cf. Paragraphe 1.2.4). Sur la Figure 7.12.b, seul un plan de glissement est activé en pointe de fissure. C'est particulièrement visible sur le carbonitruure du bas où une bande de glissement débouche de chaque fissure. Un changement de direction de ces bandes indique le transfert de la bande de glissement d'un grain à un autre indiquant que leur orientation y est favorable. Néanmoins, bien que la plastification en pointe de fissure soit observée sur presque toutes les inclusions à ce stade de l'essai, très peu de transferts de fissures à la matrice ont été observés, ce qui traduit une matrice ductile.

La Figure 7.12.c montre la présence d'une inclusion fissurée et d'un amas de petites particules juste au-dessus. La fissure en contact avec cet amas s'est propagée à travers celui-ci, probablement favorisée par un champ de contrainte locale fort et par coalescence de fissures. C'est la fissure la plus longue observée sur cette éprouvette. Les amas composés d'au moins une grande inclusion semblent être des configurations propices à la propagation de fissures.

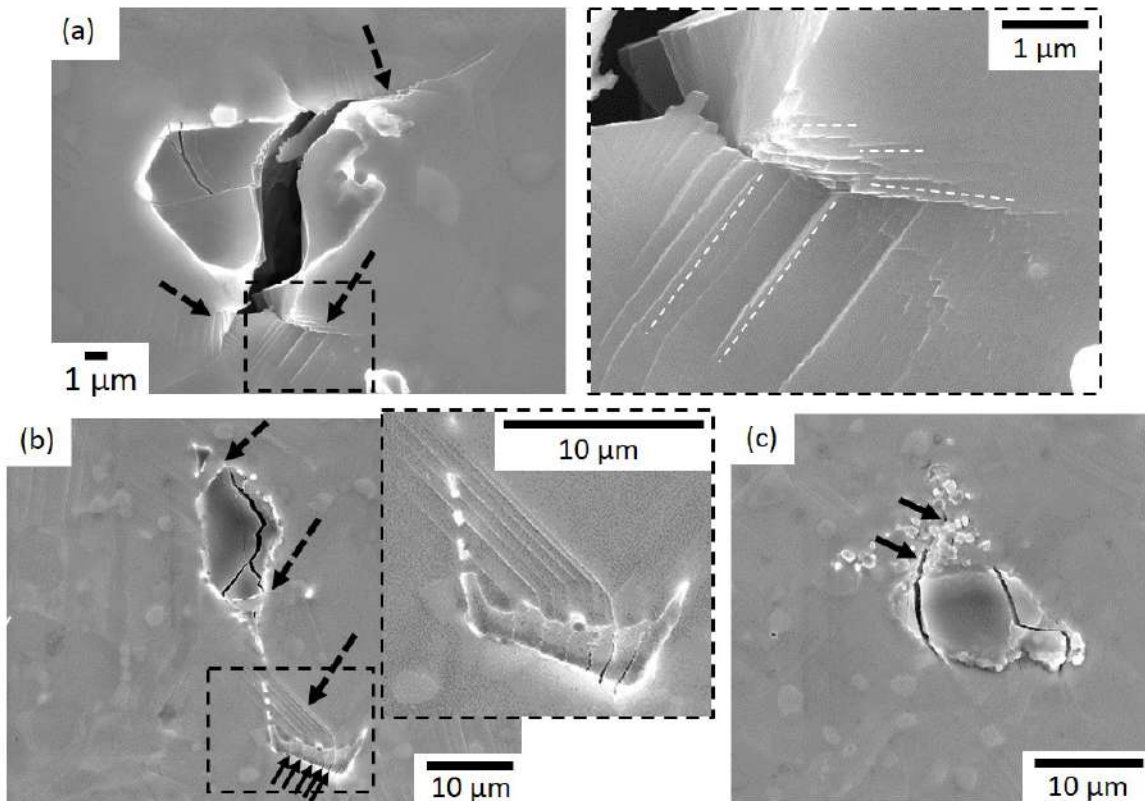


FIGURE 7.12 – Images MEB en mode SEI des grandes particules après un essai de traction in situ jusqu'à une contrainte appliquée de  $1290 \text{ MPa}$  ( $\varepsilon_t = 6.81\%$ ). Observations faites sur éprouvette déchargée. Les flèches noires en pointillé montrent la plasticité en pointe de fissure, les flèches noires continues indiquent les fissures et les lignes blanches en pointillé soulignent les directions des bandes de glissement.



### Comparaison avec l’Inconel 718DA

Des travaux similaires ont été menés à l’institut Pprime sur l’Inconel 718DA [171]. Tout d’abord, les deux matériaux ont des modules d’Young différents. Le module d’Young à température ambiante de l’alliage STD (220 GPa) est environ 20 GPa supérieur à celui de l’Inconel 718DA. Par conséquent, l’AD730<sup>TM</sup> est plus rigide et se déforme moins à contrainte égale. Pour les deux matériaux, les premières bandes de glissement apparaissent dans le domaine élastique macroscopique. Cependant, contrairement à l’Inconel 718DA, les premières fissurations des inclusions se font dans le domaine élastique pour l’AD730<sup>TM</sup> STD (Figure 7.13). La taille des particules étant du même ordre de grandeur pour les deux superalliages, plus de données concernant la nature (chimique et cristallographique notamment) des inclusions ainsi que sur la matrice environnante sont nécessaires pour comprendre cette différence.

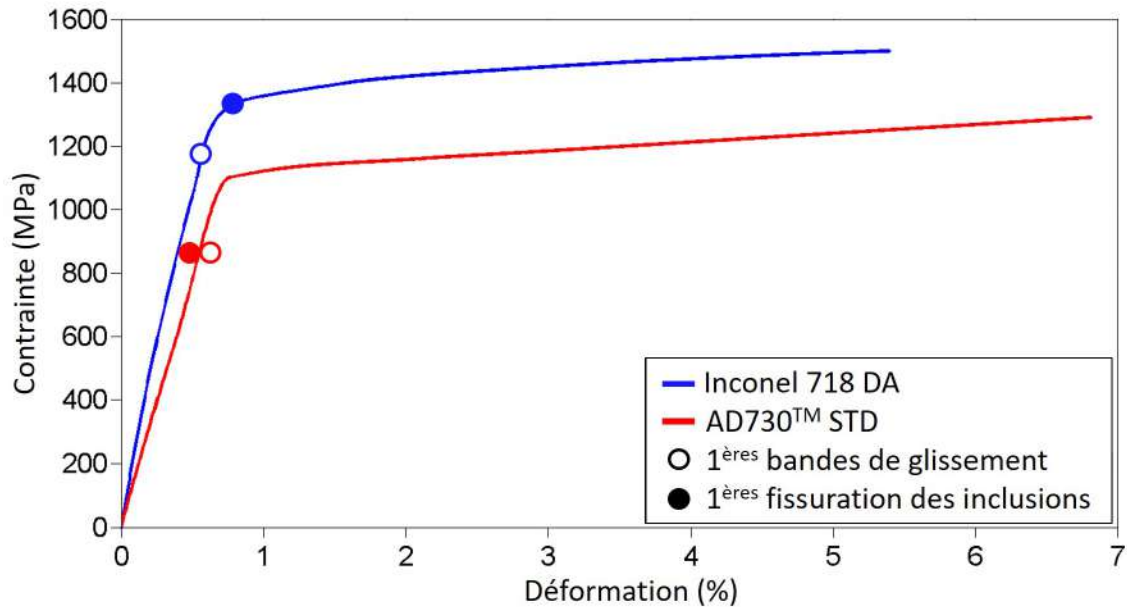


FIGURE 7.13 – Courbes de traction obtenues lors des essais in situ de l’Inconel 718 DA et de l’alliage STD montrant l’apparition des premières bandes de glissement et des premières inclusions fissurées.

La Figure 7.14 donne la fraction d’inclusions fissurées (toutes natures confondues) en fonction de la déformation totale pour l’Inconel 718DA [171] et l’AD730<sup>TM</sup> STD (essai suivant les particules de grande taille). Les deux courbes suivent la même tendance : celle d’une sigmoïde. A déformation fixée, les fractions d’inclusions fissurées sont proches pour les deux alliages. Par conséquent, **la fissuration des inclusions semble surtout pilotée par la déformation que par la contrainte**. Ainsi, bien que l’amorçage de fissures intervienne plus tôt pour l’AD730<sup>TM</sup> STD, cela ne semble pas accélérer la tendance. Cet amorçage précoce dans le domaine élastique concerne environ 26% des particules fissurées soit 18% du nombre total de particules observées. Ces inclusions se situent probablement dans une zone de concentration de contraintes locales plus fortes que dans le reste de l’éprouvette. A la fin de l’essai réalisé sur l’AD730<sup>TM</sup> STD, presque 70% des inclusions suivies sont fissurées. Il est important de préciser qu’il est impossible d’atteindre les 100% de particules fissurées à cause de la relaxation de contraintes à leur voisinage qui suit la fissuration d’une inclusion. Par conséquent, des particules proches d’une ou plusieurs particules déjà endommagées n’atteindront jamais le niveau de contraintes locales suffisant pour pouvoir se fissurer.

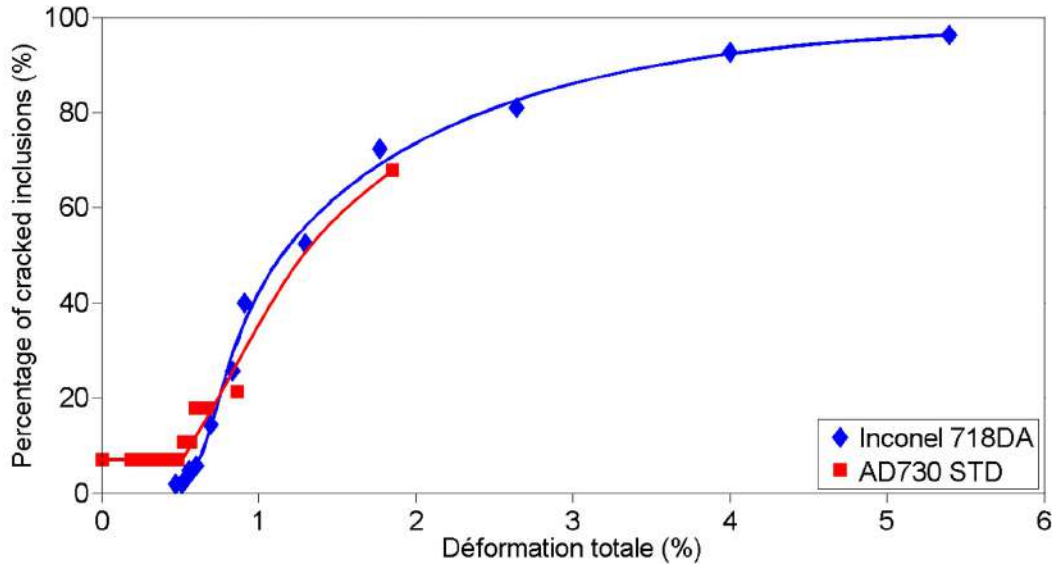


FIGURE 7.14 – Pourcentage d’inclusions fissurées en fonction de la déformation totale pour l’Inconel 718DA et l’alliage STD.

### 7.2.2 Effet de l’oxydation

Afin d’étudier l’effet de l’oxydation sur les mécanismes d’amorçage et de propagation de fissures lors d’un essai de traction in situ, des éprouvettes ont été pré-oxydées pendant 3h à 450°C et à 700°C après le polissage électrolytique. Comme vu au Chapitre 5, de nombreuses inclusions sont fissurées à la suite de cette opération.

#### A 450°C pendant 3h

Cet essai a été réalisé pour des contraintes appliquées entre 0 MPa et 1125 MPa soit pour des déformations totales comprises entre 0% et 2%. Durant cet essai, 24 inclusions ont été suivies dont 5 pré-fissurées. L’essai commence donc avec 21% de particules endommagées. Les premiers évènements de plasticité de la matrice ont été repérés à 950 MPa – soit  $\varepsilon_t = 0.55\%$  – et pas à 900 MPa. Cela suggère qu’ils surviennent entre 900 MPa et 950 MPa. Il est important de noter que la couche d’oxyde présente sur la matrice peut rendre plus difficile la détection des bandes de glissement. Ensuite, la première fissuration causée par la traction est observée à 700 MPa – soit  $\varepsilon_t = 0.44\%$  (flèches noires en Figure 7.15.b). Cet amorçage précoce, dans le domaine élastique macroscopique, survient au sein d’une inclusion fine et allongée le long de l’axe perpendiculaire à la direction de chargement. Cette orientation et cette morphologie particulières sont tout à fait propices à l’amorçage de fissures, étant donné que celui-ci se fait à 90° de l’axe de sollicitation. Au cours de l’essai, la fissure initiale s’élargit et d’autres fissures apparaissent (Figures 7.15.c et 7.15.d).

Aucune propagation de fissure transgranulaire à la matrice n’a été observée lors de cet essai. En revanche, une propagation par décohésion de l’interface inclusion/matrice a été repérée (Figure 7.15.h). Néanmoins, des bandes de glissement en pointe de fissure sont visibles dans certains cas (flèches noires en pointillé en Figures 7.15.d et 7.15.h).

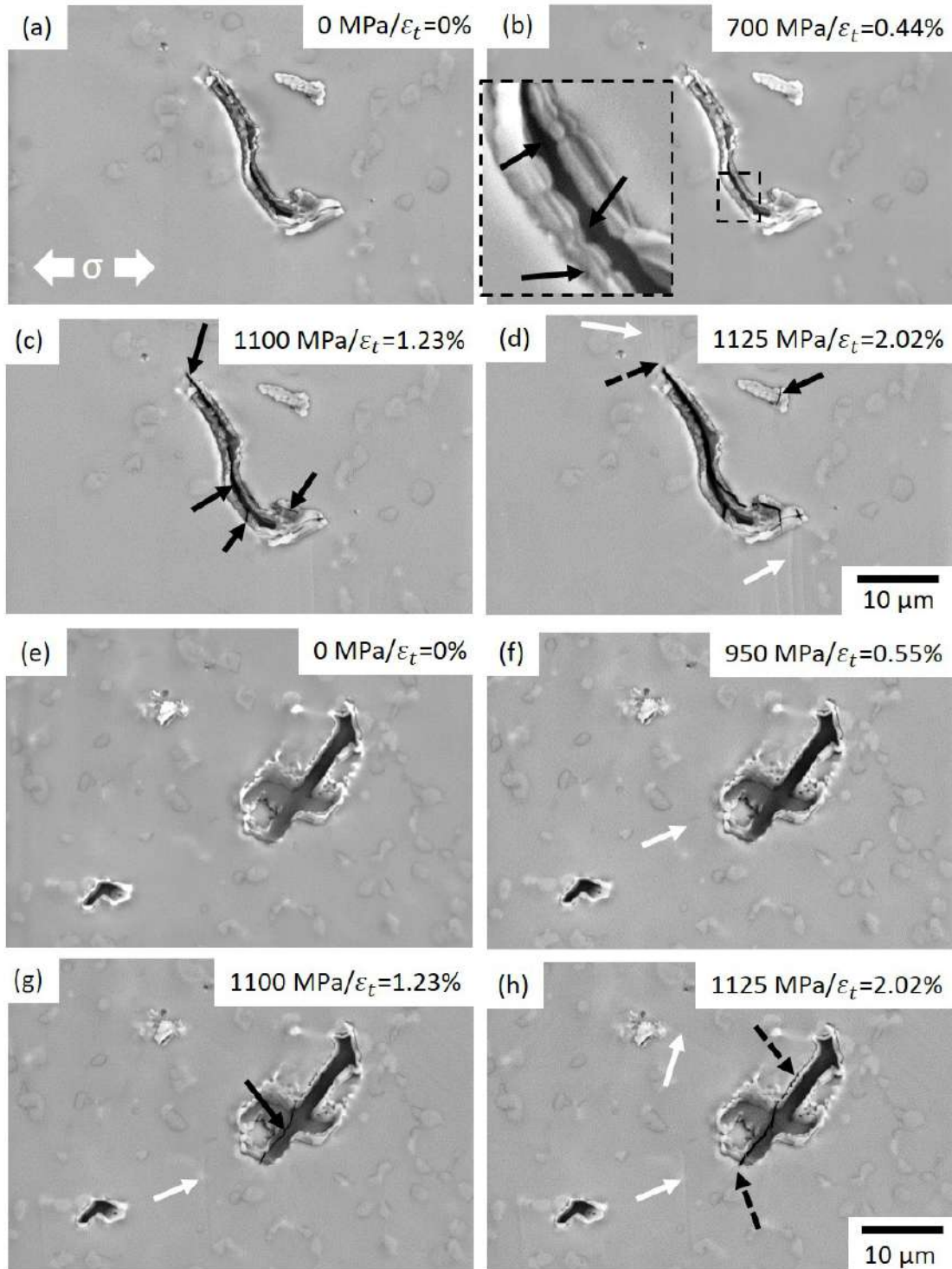


FIGURE 7.15 – Images MEB en mode BSE-SEI de deux inclusions de grande taille de l’alliage STD oxydé à 450°C pendant 3h lors d’un essai de traction in situ à (a) et (e) l’état initial, (b) 700 MPa/ $\epsilon_t = 0.44\%$ , (f) 950 MPa/ $\epsilon_t = 0.55\%$ , (c) et (g) 1100 MPa/ $\epsilon_t = 1.23\%$  et (d) et (h) 1125 MPa/ $\epsilon_t = 2.02\%$ . Les flèches blanches montrent des bandes de glissement, les flèches noires continues indiquent les fissures et celles en pointillé la plasticité en pointe de fissure.

Seul le clivage a été observé comme mode d'amorçage. A la fin de l'essai ( $\varepsilon_t = 2.02\%$ ), environ 55% des inclusions sont fissurées – en comptant celles déjà pré-fissurées. Il est intéressant de noter que seulement 1 particule (montrée en Figures 7.16.a et 7.16.b) sur les 5 pré-fissurées s'endommage de nouveau pendant l'essai. Aucune évolution n'est à observer sur les autres (Figures 7.16.c et 7.16.d). Si on ne compte pas ces dernières inclusions, seules 37% des particules sont endommagées à la fin de l'essai dont 8% ont clivé dans le domaine élastique. La pré-fissuration des inclusions n'est pas néfaste dans le cas présent. Les résultats suggèrent même qu'elle est bénéfique étant donné que le clivage des inclusions semble retardé. En effet, peu de particules s'endommagent pendant l'essai et les fissures créées ou déjà présentes n'évoluent pas (pas d'élargissement ni de propagation, absence de déformation en pointe de fissure). **La fissuration des oxydes de  $Nb_2O_5$  de la gangue causée par la pré-oxydation à 450°C pendant 3h permettrait alors de relaxer les contraintes internes des inclusions.**

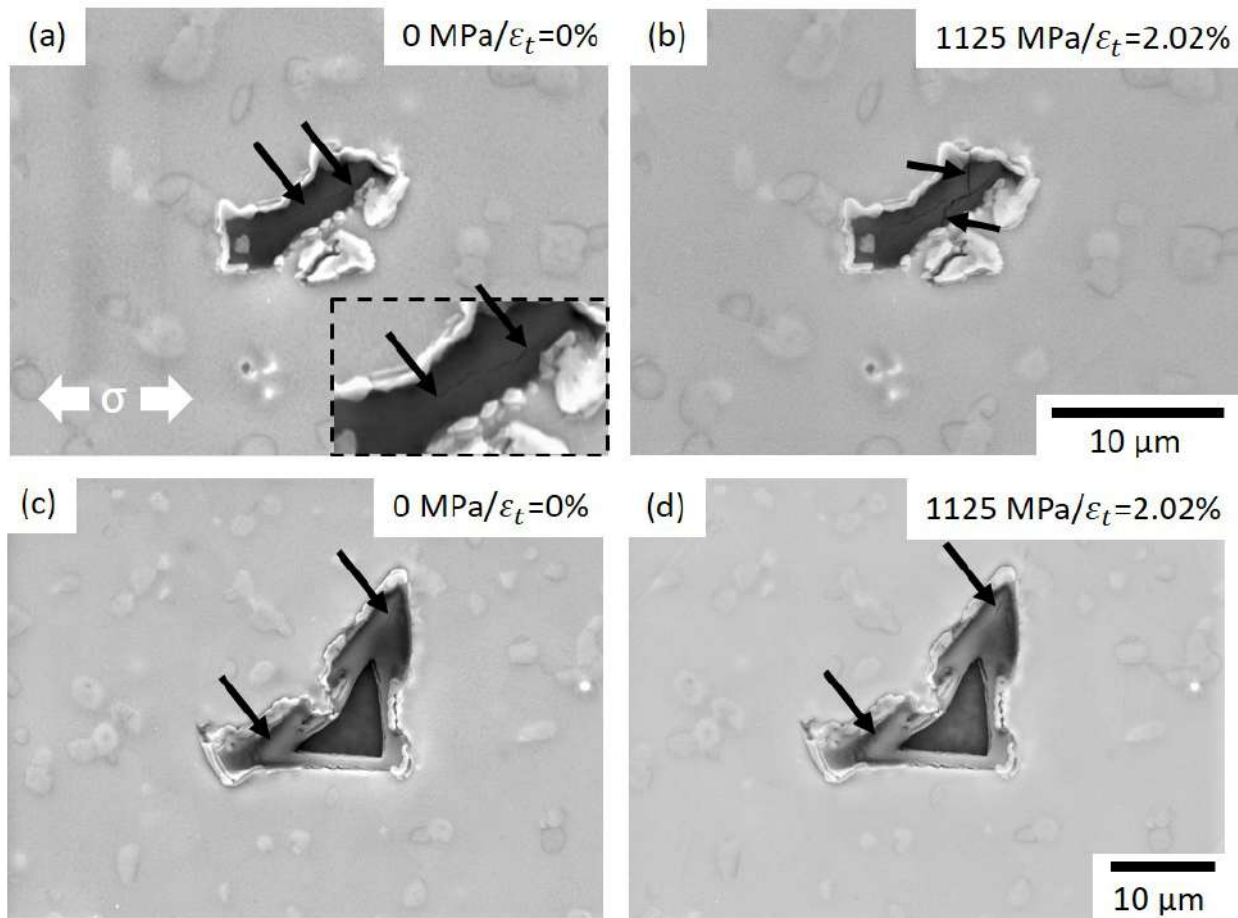


FIGURE 7.16 – Images MEB en mode BSE-SEI de grandes inclusions de l'alliage STD oxydées à 450°C pendant 3h et pré-fissurées lors d'un essai de traction in situ à (a) et (c) l'état initial et (b) et (d) 1125 MPa. Les flèches noires indiquent les fissures.

**A 700°C pendant 3h**

Pour cet essai, les éprouvettes ont été oxydées à 700°C pendant 3h. Les contraintes appliquées sont comprises entre 0 MPa et 1125 MPa, soit 0% et 2.8% de déformation totale. 19 inclusions sont suivies et aucune d'entre elles n'est endommagée avant essai. Les premières bandes de glissement sont observées à 900 MPa. Et elles n'ont pas été repérées à 850 MPa. Ces observations suggèrent donc qu'elles apparaissent entre 850 MPa et 900 MPa. La première fissuration d'inclusion a été observée à 750 MPa – soit  $\varepsilon_t = 0.45\%$ . Elle apparaît alors dans le domaine élastique macroscopique entre 700 MPa et 750 MPa. De la même manière que pour l'essai sur éprouvette oxydée à 450°C, cet amorçage précoce se fait sur une particule allongée le long de l'axe perpendiculaire à la direction de chargement (Figure 7.17). Une seconde fissure apparaît à 1050 MPa ( $\varepsilon_t = 0.82\%$ ). Elles s'élargissent largement par la suite. La matrice est fortement déformée en pointes de fissures (flèches noires en pointillé en Figures 7.17.e et 7.17.f). A la fin de l'essai ( $\varepsilon_t = 2.78\%$ ), la fissure principale est très largement ouverte ( $\simeq 1.7 \mu\text{m}$ ) (Figure 7.17.f). Néanmoins, le transfert à la matrice se fait difficilement. Elle est très déformée en pointes de fissures comme le révèlent les zones brillantes en forme de "V" (indiquées par les flèches en pointillé). Ce changement de contraste est significatif d'un relief important. La fissure ne se propage cependant pas à la matrice dans le cas présent.

En revanche, des fissures intergranulaires sont observées (flèches en petits pointillé en Figures 7.17.e et 7.17.f). Après une oxydation à 700°C, les joints de grains sont clairement visibles (Figure 7.17.a). Ceci est significatif de leur oxydation et ainsi de leur fragilisation (cf. Paragraphe 4.1.2). Ils deviennent donc des chemins préférentiels pour les fissures. De plus, les précipités primaires  $\gamma'_I$  se fissurent également entre 950 MPa et 1000 MPa. Par conséquent, à cette température, les éléments microstructuraux sont impactés par l'oxydation et s'endommagent plus rapidement.

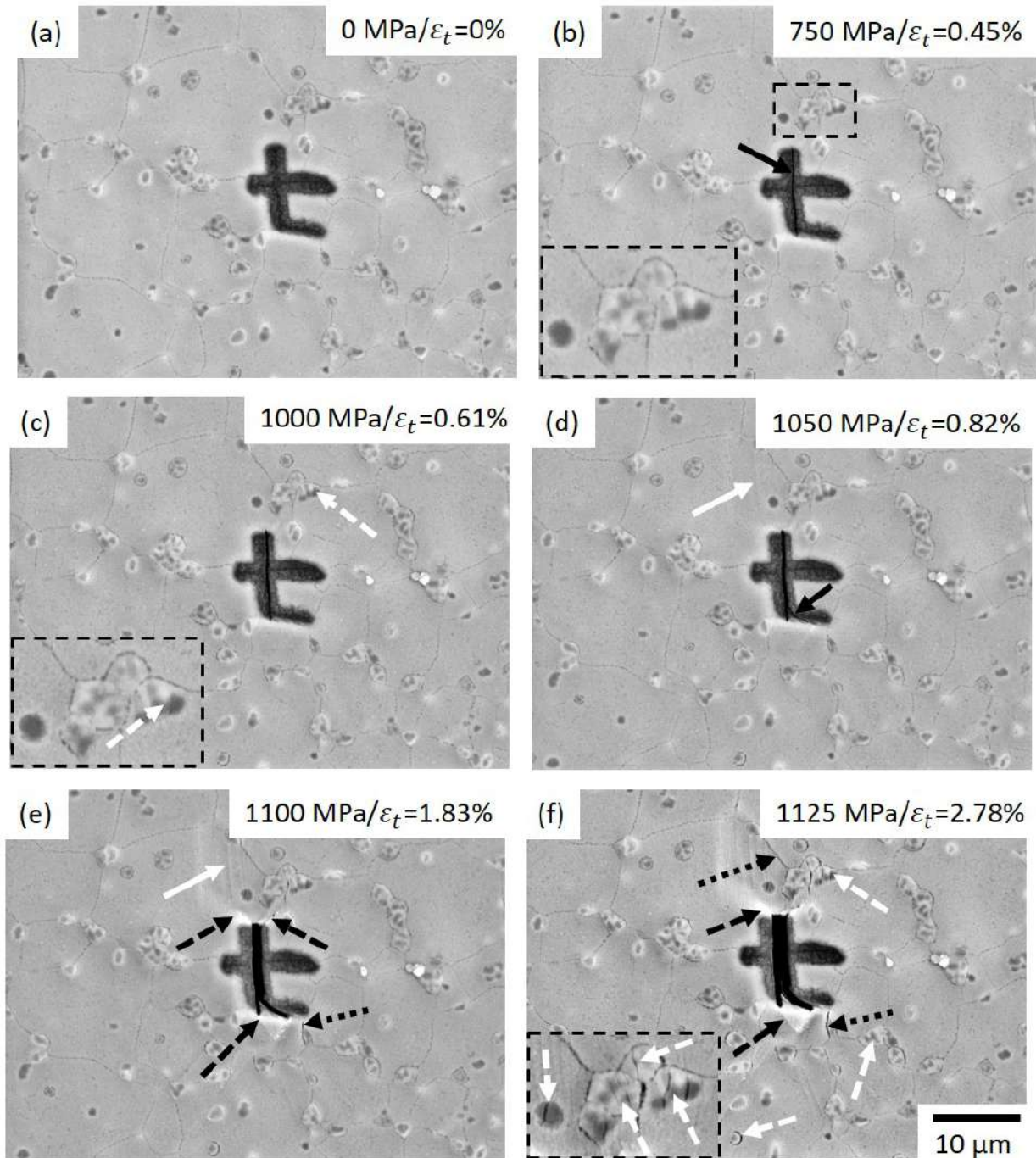


FIGURE 7.17 – Images MEB en mode BSE-SEI d’une grande inclusion de l’AD730<sup>TM</sup> STD oxydée à 700°C pendant 3h lors d’un essai de traction in situ à (a) l’état initial, (b) 750 MPa/ $\epsilon_t = 0.45\%$ , (c) 1000 MPa/ $\epsilon_t = 0.61\%$ , (d) 1050 MPa/ $\epsilon_t = 0.82\%$ , (e) 1100 MPa/ $\epsilon_t = 1.83\%$  et (d) 1125 MPa/ $\epsilon_t = 2.78\%$ . Les flèches blanches continues montrent des bandes de glissement, celles en pointillé l’endommagement des précipités primaires, les flèches noires continues indiquent les fissures et celles en pointillé la plasticité en pointe de fissure. Les flèches en petits pointillé montrent les fissures intergranulaires.

Trois modes d'amorçage ont été observés durant cet essai :

- le clivage.
- la décohésion de l'interface gangue/matrice.
- la décohésion de l'interface cœur/gangue.

Les différents modes peuvent coexister au sein d'une même particule. A la fin de l'essai, 100% des particules observées sont fissurées et environ 26% d'entre elles se fissurent dans le domaine élastique macroscopique. C'est l'essai pour lequel la décohésion a été observée le plus fréquemment, bien que le clivage reste encore le mode dominant. En effet, environ 53% des inclusions clivent (Figure 7.18.a), 5% se fissurent par décohésion de l'interface gangue/matrice (Figure 7.18.b), 16% par décohésion de l'interface cœur/gangue (Figure 7.18.c) et 26% présentent un clivage et l'un des deux modes de décohésion (Figure 7.18.c). Il est possible que les décohésions d'interface soient favorisées par l'expansion volumique causée par l'oxydation, celle-ci étant déjà importante après seulement 3h d'exposition (cf. Chapitre 5).

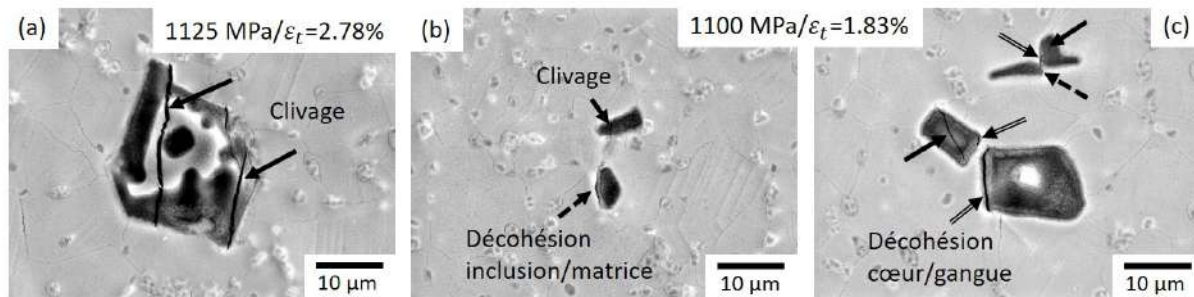


FIGURE 7.18 – Images MEB en mode BSE-SEI de grandes inclusions de l'alliage STD oxydées à 700°C pendant 3h lors d'un essai de traction in situ montrant les différents modes d'amorçage observés. Les flèches noires continues montrent le clivage, celles en pointillé la décohésion gangue/matrice et celles en traits doubles la décohésion cœur/gangue.

Deux modes de propagation de fissures ont été observés :

- par décohésion (flèches noires en pointillé en Figures 7.19.b et 7.19.c).
- intergranulaire (flèches noires en traits doubles pointillé en Figures 7.19.a et 7.19.b).

Environ 21% des inclusions fissurées présentent un transfert de fissures à la matrice dont 15% par décohésion. Il n'est pas facile de distinguer les amorçages par décohésion de l'interface inclusion/matrice des propagations de fissure par décohésion. Quand une même fissure passe d'un clivage ou d'une décohésion cœur/gangue à une décohésion gangue/matrice, la fissure est considérée comme s'étant propagée (Figures 7.19.b et 7.19.c).

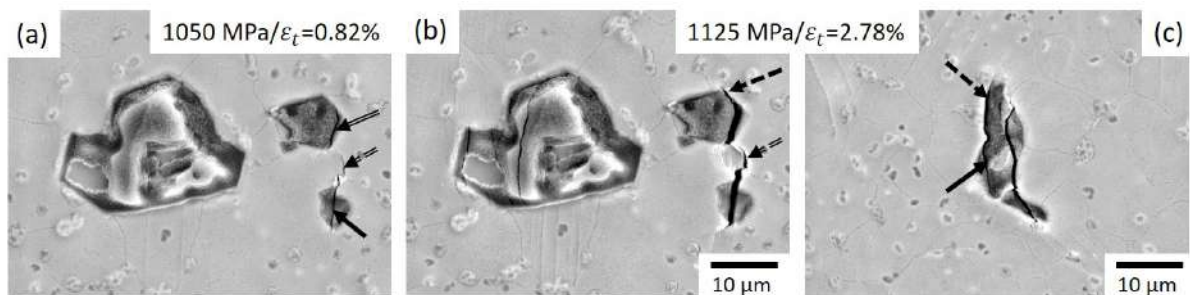


FIGURE 7.19 – Images MEB en mode BSE-SEI de grandes inclusions de l'alliage STD oxydées à 700°C pendant 3h lors d'un essai de traction in situ montrant les différents modes de propagation observés. Les flèches noires en pointillé montrent la propagation par décohésion et celles en traits doubles pointillé la propagation intergranulaire.

### 7.2.3 Discussion des essais de traction in situ

#### Comparaison des essais

Les détections des premiers événements de plasticité de la matrice et de fissuration des inclusions selon les différents essais sont reportées sur la courbe de traction en Figure 7.20. Les premières bandes de glissement observées pour les trois essais de traction in situ surviennent à peu près au même moment : à la fin du domaine élastique macroscopique. Le fait qu'elles aient été observées plus tard pour les échantillons oxydés est probablement dû à la couche d'oxyde formée en surface des échantillons, ce qui rend leur détection plus difficile. La fissuration des inclusions intervient dans les trois cas dans le domaine élastique et avant les premières bandes de glissement pour les éprouvettes oxydées. L'amorçage le plus précoce a été observé pour l'échantillon oxydé à 450°C, suivi de près par celui oxydé à 700°C. Ils correspondent dans les deux cas à un amorçage sur une inclusion qui a une morphologie et une orientation favorable. En effet, les particules sont fines et allongées dans la direction perpendiculaire à la sollicitation.

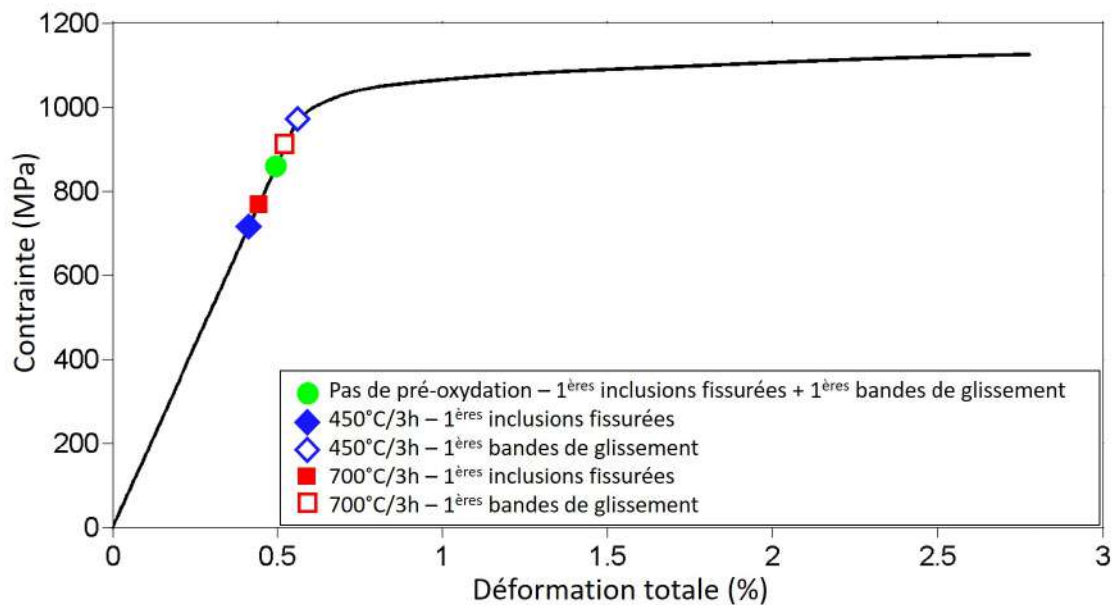


FIGURE 7.20 – Courbe de traction à l'ambiante obtenue lors des essais in situ sur des éprouvettes non pré-oxydées et pré-oxydées à 450°C et 700°C pendant 3h indiquant l'apparition des premières bandes de glissement et des premières inclusions fissurées.

La Figure 7.21 donne le pourcentage d'inclusions fissurées en fonction de la déformation totale. La population analysée ne fait pas de distinction sur la nature exacte des inclusions. Bien que les premiers amorçages de fissure sur inclusions se font dans le domaine élastique, le pourcentage reste faible (< 25%). Leur nombre augmente rapidement pour l'essai sans pré-oxydation et celui avec oxydation à 700°C une fois le domaine plastique atteint. En revanche, pour l'essai sur éprouvette oxydée à 450°C, un plateau est visible jusqu'à environ 2% de déformation totale et le pourcentage de particules fissurées est en dessous de la référence sans pré-oxydation. Comme vu précédemment, c'est pourtant l'éprouvette présentant le plus de particules pré-fissurées avant essai et l'amorçage détecté le plus précoce. L'oxydation à cette température fissure les inclusions au niveau de la gangue (cf. Chapitre 5), ce qui semble ultérieurement limiter l'amorçage de fissures sur inclusions dans les conditions d'essai de traction in situ. A l'inverse, une oxydation à 700°C semble être néfaste et favoriser l'amorçage de fissures sur inclusions.



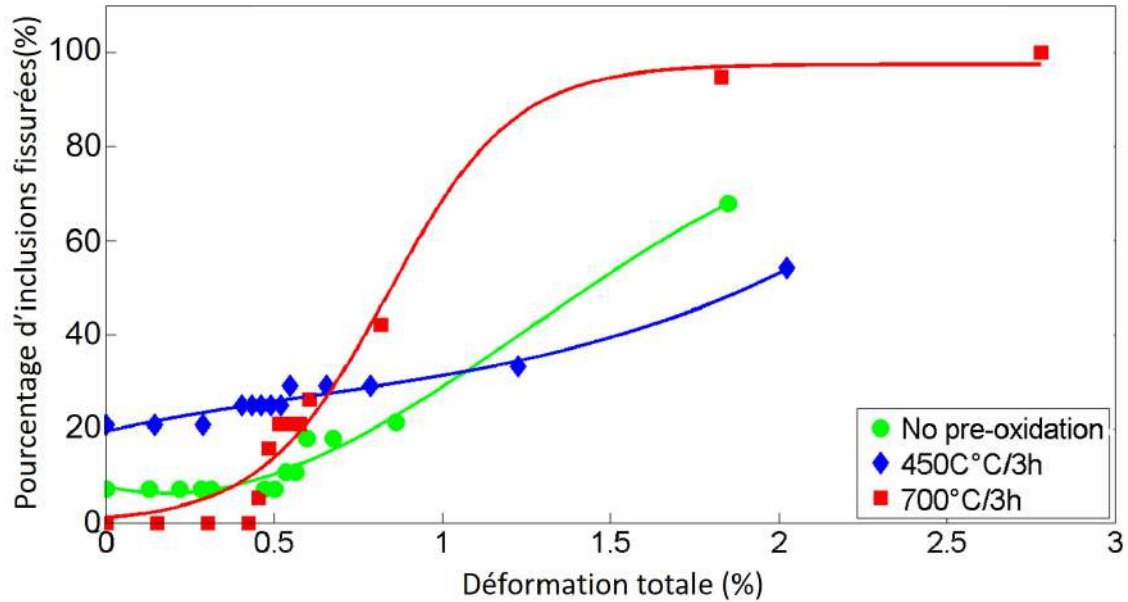


FIGURE 7.21 – Pourcentage d'inclusions fissurées en fonction de la déformation totale. La population analysée ne fait pas de distinction sur la nature exacte des inclusions.

### Tableaux récapitulatifs

La Table 7.2 synthétise les événements majeurs survenus lors des différents essais en fonction de la contrainte et de la déformation plastique. La Table 7.3 résume différents pourcentages liés à l'amorçage de fissures sur inclusions et leur propagation.

Essais	Petites inclusions		Grandes inclusions		450°C/3h		700°C/3h	
	$\sigma$ (MPa)	$\varepsilon_t$ (%)	$\sigma$ (MPa)	$\varepsilon_t$ (%)	$\sigma$ (MPa)	$\varepsilon_t$ (%)	$\sigma$ (MPa)	$\varepsilon_t$ (%)
Bandes de glissement	1100	0.76	850	0.54	950	0.54	900	0.54
Fissuration inclusions	1220	4.28	850	0.54	700	0.44	750	0.45
Fissuration $\gamma'_I$	–	–	–	–	–	–	1000	0.15
Fissures inter-granulaires	–	–	–	–	–	–	1050	0.34

TABLE 7.2 – Récapitulatif de l'apparition des premiers événements pour les différents essais de traction in situ réalisés.

Essais	Petites inclusions	Grandes inclusions	450°C/3h	700°C/3h
Inclusions fissurées – domaine élastique (%)	0	7	8	26
Inclusions fissurées – fin essai (%)	<2	70	37	100
Clivage (%)	66	90	100	42
Décohésion (%)	33	10	0	21
Clivage + décohésion (%)	0	0	0	37
Propagation – fin de l’essai (%)	0	0	4	21

TABLE 7.3 – Récapitulatif de différentes données sur l’amorçage et la propagation de fissures pour les différents essais de traction in situ réalisés.

#### 7.2.4 Pourcentage d’inclusions fissurées compté avec le logiciel MeTiS en fonction de la déformation plastique

Afin d’obtenir une plus grande statistique, les éprouvettes déformées par traction in situ sous MEB ont été passées au comptage inclusionnaire assisté par le logiciel MeTiS (Protocole au Paragraphe 2.2.3). Ainsi, la totalité des grandes particules présentes sur la partie utile a été détectée. L’éprouvette ayant servi à suivre les petites inclusions a également été observée. Les données dans la Table 7.4 (colonne Essai Grandes inclusions 1) font cependant référence aux grandes particules. Les images de chaque inclusion sont enregistrées et les inclusions fissurées en fin d’essai ont pu être comptées. Le logiciel ne permet pas de différencier les inclusions fissurées de celles qui ne le sont pas. Par conséquent, le comptage se fait manuellement. La Table 7.4 donne notamment le pourcentage d’inclusions fissurées en fonction de la déformation plastique avec un comptage MeTiS et le suivi in situ. Un écart important entre les deux méthodes de comptage est observée. Il met en évidence les limites des essais de traction in situ. Ces essais étant très consommateurs en temps, seule une petite portion de la population inclusionnaire peut être suivie, ce qui peut être restrictif.

Les déformations plastiques atteintes en fin d’essai sont différentes pour chaque éprouvette. Il est donc difficile de comparer les résultats entre eux. Néanmoins, l’oxydation à 700°C semble favoriser la décohésion et la propagation de fissures. Il est intéressant de noter qu’il n’est pas possible d’obtenir plus de données sur les pourcentages concernant les modes d’amorçage et de propagation pour l’éprouvette oxydée à 450°C. En effet, sans les images des inclusions à l’état initial, il est difficile de conclure si la fissuration est liée à l’oxydation ou à la traction.

Comptage	Essais	Grandes inclusions – Essai 1	Grandes inclusions – Essai 2	450°C/3h	700°C/3h
	Déformation totale – fin essai (%)	6.81	1.85	2.02	2.78
MeTiS	Inclusions fissurées – fin essai (%)	93	44	71	83
	Nombre total d'inclusions comptées	80	96	120	118
	Clivage (%)	90	94	–	62
	Décohésion (%)	4	3	–	20
	Clivage + décohésion (%)	5	3	–	18
	Propagation (%)	40	13	–	40
In situ	Inclusions fissurées – fin essai (%)	–	68	54	100
	Nombre total d'inclusions comptées	–	28	24	19
	Clivage (%)	–	90	100	42
	Décohésion (%)	–	10	0	21
	Clivage + décohésion (%)	–	0	0	37
	Propagation (%)	–	0	7	21

TABLE 7.4 – Différentes données sur l'amorçage et la propagation de fissures après les différents essais de traction in situ réalisés en fonction de la déformation plastique et de la méthode de comptage.

### 7.3 EBSD sur éprouvette déformée en traction

Afin d'essayer de dégager des configurations cristallographiques favorables au transfert de la fissure depuis les inclusions à la matrice, une micro-éprouvette a été déformée par traction et des cartographies EBSD ont été réalisées sur quelques inclusions. L'objectif est d'observer les tout premiers stades de propagation de la fissure depuis un carbonitruure. C'est pourquoi, l'essai de traction a été réalisé dans le domaine macroscopiquement élastique afin d'atteindre une déformation totale d'environ 0.5%. L'éprouvette a ensuite été observée au MEB pour déterminer les inclusions qui se sont fissurées pendant l'essai. Pour certains carbonitruures, un endommagement de la matrice est visible en pointe de fissure. Afin de déterminer si cet endommagement correspond ou non à du glissement dans le grain voisin, des cartographies EBSD ont été effectuées.

Tout d'abord, les cartographies ont révélé que le clivage des inclusions se fait le long des plans  $\{100\}$ . Ensuite, les facteurs de Schmid ont été calculés dans les grains voisins de la pointe de fissure. Les résultats ont révélé qu'un ou plusieurs systèmes de glissement sont activés dans le grain voisin lorsque le facteur de Schmid est élevé ( $\mu > 0.45$ ). La Figure 7.22 montre une inclusion fissurée où le système de glissement D6 a été activé en pointe de fissure dans le grain G1 (ligne noire en pointillé). Néanmoins, cette condition n'est pas suffisante pour expliquer l'activation de systèmes de glissement. En effet, dans certains cas, les facteurs de Schmid sont élevés dans les grains voisins de la pointe de fissure et aucune plasticité n'est visible dans les grains. Le carbonitruure MC1 montré en Figure 7.23 en est un exemple.

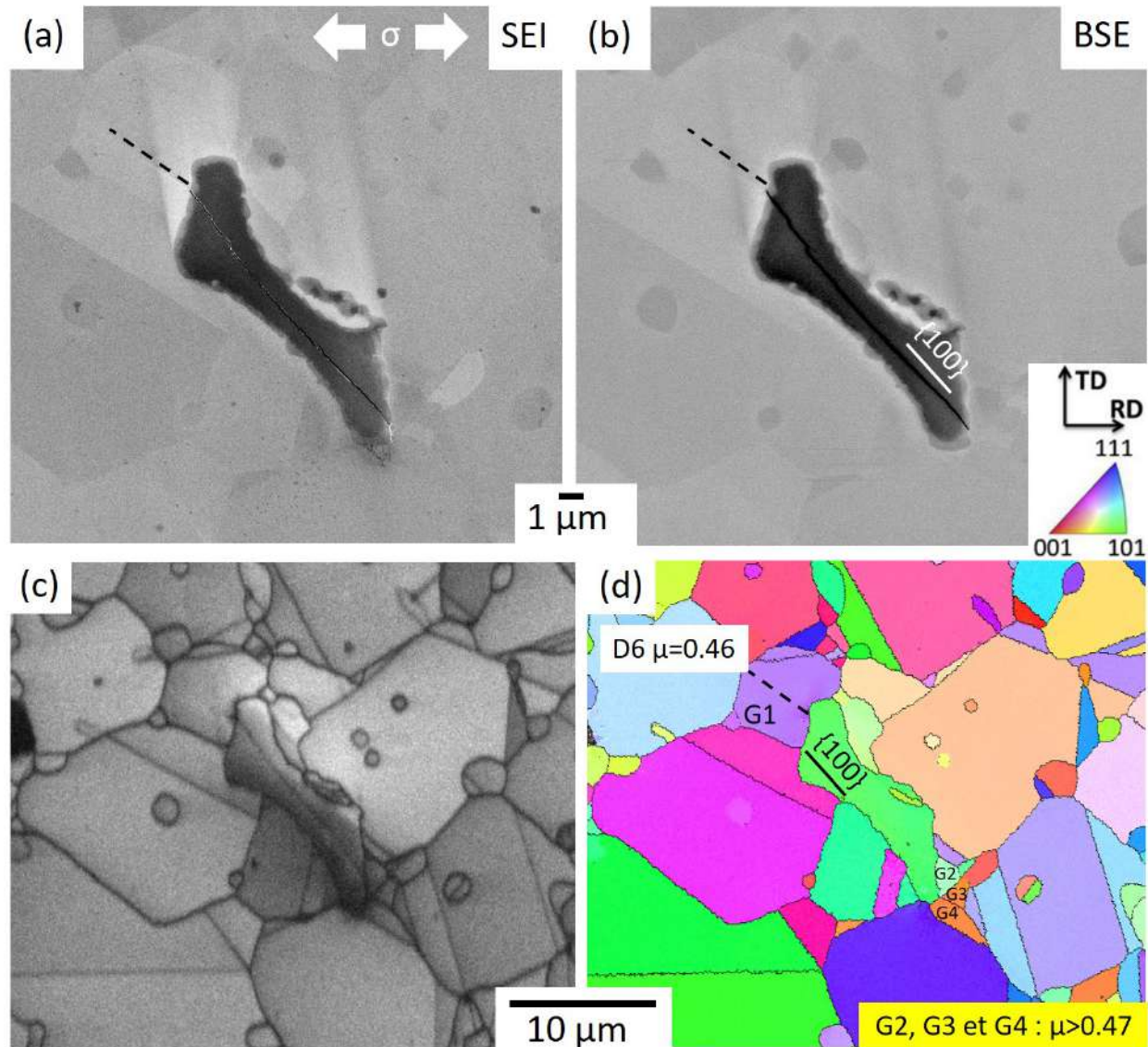


FIGURE 7.22 – Inclusion fissurée observée au MEB en mode (a) SEI et (b) BSE. (c) Cartographie de la qualité de l'image (Image Quality : IQ) et (d) cartographie d'orientation du type IPF (Inverse Pole Figure) associée, selon la direction transversale.

Pour finir, un dernier cas a été observé : un endommagement est visible au voisinage de la pointe de fissure mais il ne correspond pas à un système de glissement. Les facteurs de Schmid calculés dans les grains voisins sont pourtant élevés. Un exemple est donné avec le carbonitride MC2 en Figure 7.23 et un autre en Figure 7.24. Ces traces peuvent correspondre à :

- un endommagement entre la matrice et le carbonitride (par exemple, entre l'inclusion MC2 et le grain G6 en Figure 7.23).
- un endommagement du joint de grain (par exemple, entre les grains G1 et G2 en Figure 7.24).

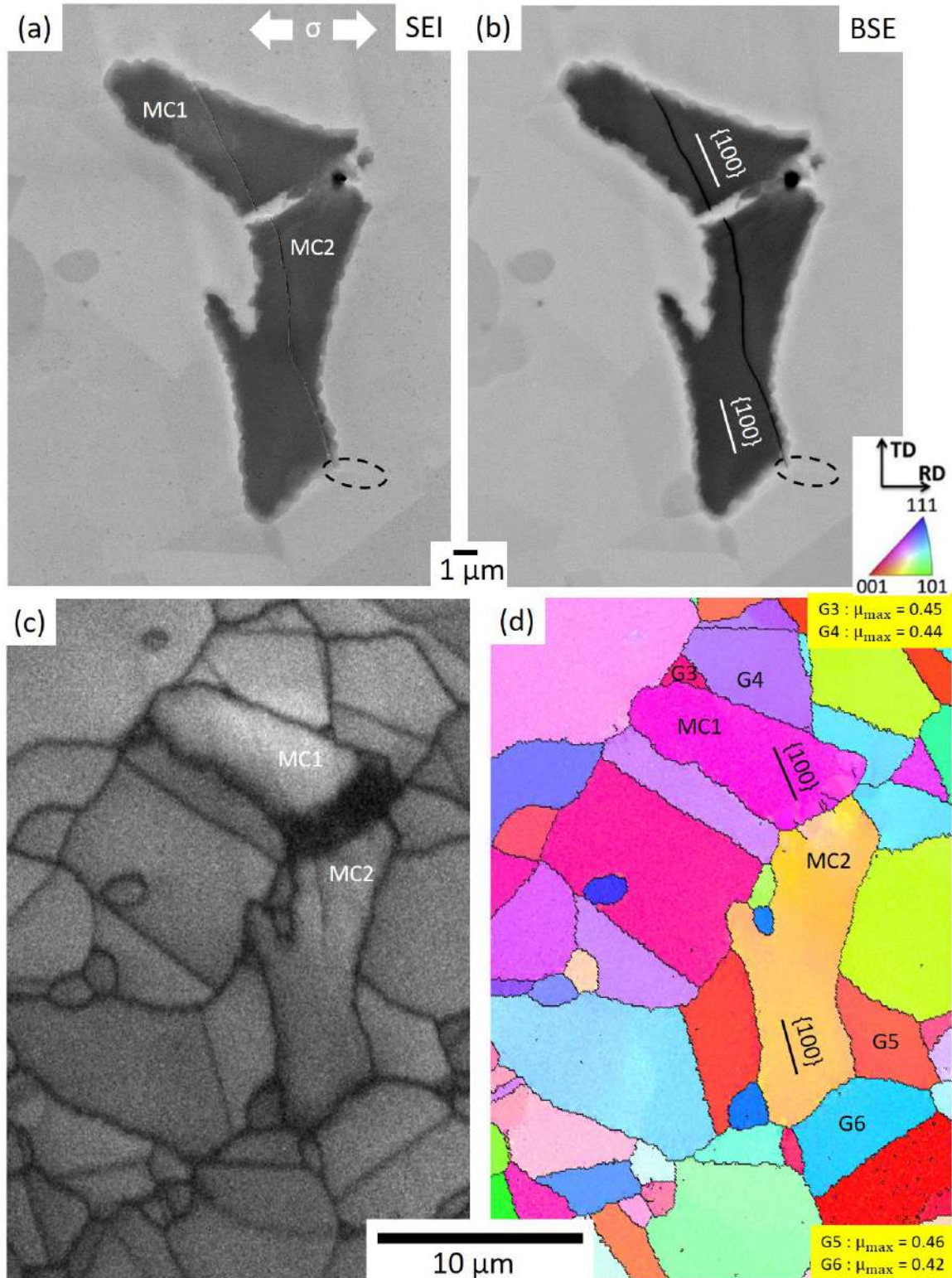


FIGURE 7.23 – Inclusions fissurées observées au MEB en mode (a) SEI et (b) BSE. (c) Cartographie de la qualité de l'image (Image Quality : IQ) et (d) cartographie d'orientation du type IPF (Inverse Pole Figure : IPF) associée, selon la direction transversale.

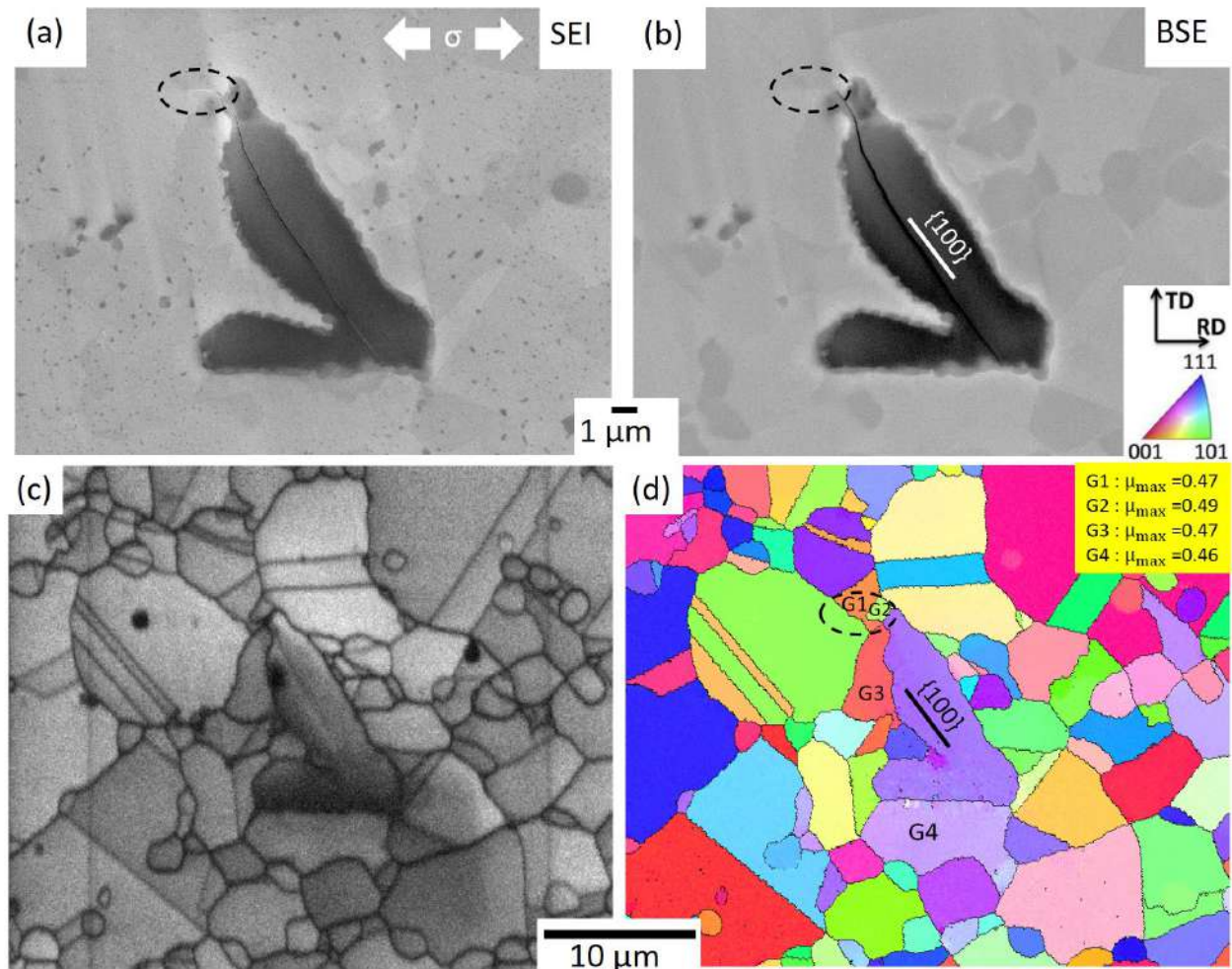


FIGURE 7.24 – Inclusion fissurée observée au MEB en mode (a) SEI et (b) BSE. (c) Cartographie de la qualité de l'image (Image Quality : IQ) et (d) cartographie d'orientation du type IPF (Inverse Pole Figure : IPF) associée, selon la direction transversale.

Les cartographies EBSD ont permis de distinguer trois configurations :

- l'inclusion est fissurée mais il n'y a aucun endommagement de la matrice.
- l'inclusion est fissurée et un endommagement différent du glissement est visible en pointe de fissure.
- l'inclusion est fissurée et du glissement est visible en pointe de fissure.

Pour ces trois cas, des facteurs de Schmid élevés ont été calculés dans les grains voisins de la pointe de fissure. Par conséquent, ce facteur n'est pas suffisant pour expliquer l'activation des systèmes de glissement.

Les inclusions fissurées après l'essai de traction dans le domaine macroscopiquement élastique ont un diamètre de Féret compris entre 10 et 15  $\mu\text{m}$ . Ce sont donc les premiers carbonitrides à s'être fissurés. Ils ne font pas partie de la queue de distribution de taille (tout du moins en 2D). Néanmoins, ils sont nombreux à être relativement allongés dans la direction perpendiculaire à la sollicitation.

## 7.4 Conclusion

Les essais de traction monotone réalisés sur l'AD730<sup>TM</sup> STD et HC à 450°C et 700°C ont montré que les propriétés obtenues sont équivalentes pour les deux matériaux à l'exception de l'allongement qui est significativement plus faible pour la version HC. L'étude des faciès de rupture a révélé que les effets de l'environnement sont visibles à 700°C. En effet, des amorçages de fissures surfaciques assistés par oxydation sont observés sur le fût de l'éprouvette et la propagation est mixte (intergranulaire proche du site d'amorçage et transgranulaire ailleurs).

Les essais de traction in situ effectués dans la chambre d'un MEB à température ambiante ont été réalisés avec l'objectif de définir un seuil de contrainte et de déformation nécessaire pour fissurer les premières inclusions. L'impact d'une pré-oxydation à 450°C et 700°C pendant 3h a également été investigué. Les résultats montrent que les premiers événements de plasticité de la matrice et les premières fissuration de particules apparaissent dans le domaine macroscopiquement élastique ( $\varepsilon_p = 0\%$ ) qu'il y ait pré-oxydation des éprouvettes ou non. Cependant, la pré-oxydation semble jouer un rôle sur les modes de fissuration des carbonitrides et sur l'évolution de l'endommagement en fonction de la déformation plastique. En effet, une pré-oxydation à 700°C favorise la décohésion des interfaces cœurs/gangues et gangues/matrice. Ceci est probablement dû à l'expansion volumique importante générée par la formation d'une couche d'oxyde de  $TiO_2$  sur les cœurs. Pour les éprouvettes non-pré-oxydées ou pré-oxydées à 450°C, le clivage est le mode d'endommagement principal. La pré-oxydation à 700°C semble également accélérer la fissuration des inclusions. A l'inverse, une pré-oxydation à 450°C semble la ralentir.

De plus, les joints de grains sont beaucoup plus affectés après une exposition à 700°C et un endommagement des précipités primaires  $\gamma_I'$  apparaît dans le domaine macroscopiquement élastique. Ces deux événements favorisent la propagation de la fissure par les joints de grains. Quand il y a pas une pré-oxydation à 450°C ou aucune oxydation, le transfert de la fissure depuis le carbonitride vers la matrice se fait très difficilement sous cette sollicitation de traction monotone.

Les cartographies EBSD réalisées sur les premières inclusions fissurées après un essai de traction dans le domaine macroscopiquement élastique ont permis de montrer que le clivage se fait selon les plans  $\{100\}$ . Elles permettent également de conclure qu'un facteur de Schmid élevé dans les grains voisins de la pointe de fissure n'est pas suffisant pour activer les systèmes de glissement.

## Chapitre 8

# Essais de fatigue oligocyclique et de fissuration

Les différentes campagnes d'essais de LCF réalisées sont présentées dans ce chapitre. Afin d'étudier l'impact de la température et du taux de déformation appliqué, des essais ont été effectués sous air à 450°C et 700°C à faibles et hauts taux de déformation totale  $\Delta\varepsilon_t$  appliqués. Pour évaluer l'impact de l'environnement, des essais dans les mêmes conditions ont été faits sous vide. Pour finir, afin de déterminer l'impact de la présence d'inclusions pré-endommagées dans la matière, des essais sur éprouvettes pré-oxydées ou pré-déformées par traction ont été réalisés. Les protocoles de préparation des éprouvettes et d'essais sont détaillés au Chapitre 2.

### 8.1 Essais de LCF sous air – Cas des alliages polycristallins

#### 8.1.1 Réponse du matériau

Quand le matériau est soumis à un essai de fatigue oligocyclique LCF, il décrit une boucle d'hystérésis suivant la charge et la décharge. La Figure 8.1 trace un exemple de boucle avec les grandeurs caractéristiques annotées. Le suivi de ces boucles au cours de l'essai permet de suivre le comportement et la réponse du matériau en fonction du temps. Comme vu au Paragraphe 6.2.1, selon les mécanismes de déformation actifs, il y a deux comportements spécifiques des matériaux identifiés : le durcissement et l'adoucissement.

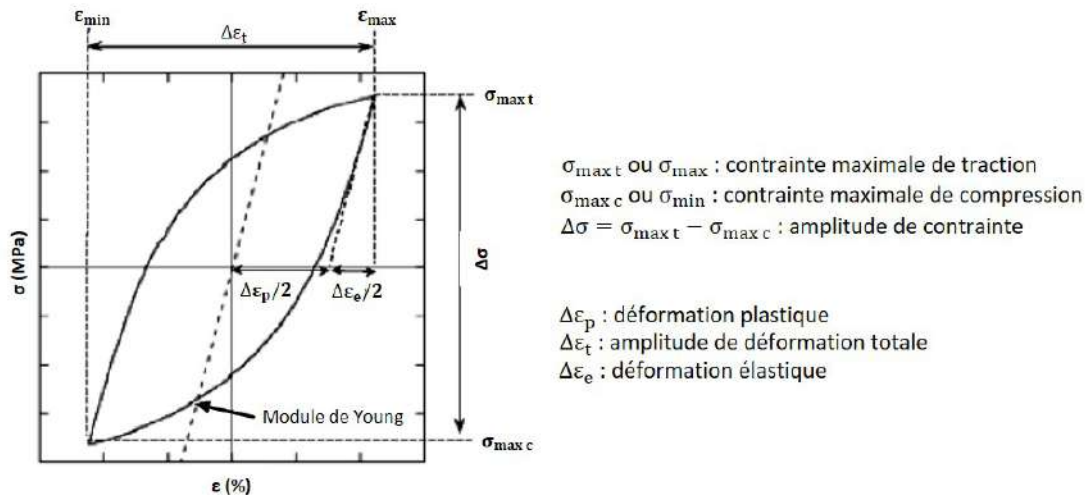


FIGURE 8.1 – Exemple d'une boucle d'hystérésis et de ses grandeurs caractéristiques obtenues lors d'un essai de LCF.



Les Figures 8.2.a et 8.2.b donnent les premières et les dernières boucles d'hystérésis enregistrées pour un essai piloté en déformation à 450°C et à 700°C de l'AD730<sup>TM</sup> STD. Elles montrent que la première boucle est largement ouverte quel que soit le taux de déformation appliqué ou la température. Cette ouverture traduit une valeur de déformation plastique  $\varepsilon_p$  élevée. A taux de déformation constant, la déformation plastique induite est plus élevée à 700°C qu'à 450°C. Ce phénomène est dû à un module d'Young plus faible à 700°C. En revanche, dès le deuxième cycle,  $\varepsilon_p$  diminue fortement jusqu'à devenir nul dans certain cas. A 450°C, les boucles s'ouvrent très peu au cours de l'essai, quel que soit le taux de déformation appliqué. A 700°C, elles sont largement ouvertes en fin d'essai. La valeur de  $\varepsilon_p$  mesurée en fin d'essai augmente avec le taux appliqué. Les mêmes observations ont été faites pour l'alliage HC.

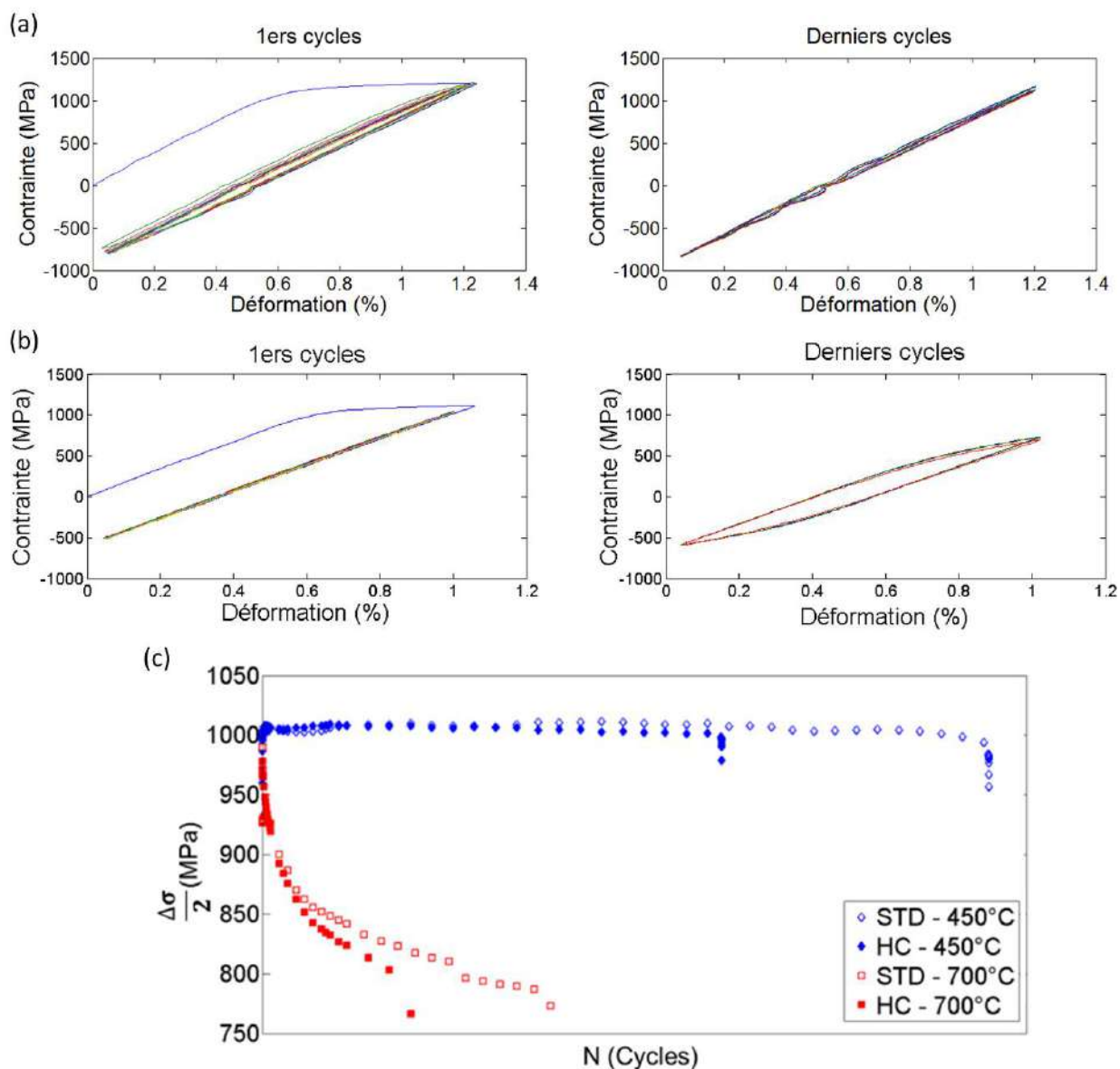


FIGURE 8.2 – Tracés des premières et dernières boucles d'hystérésis lors d'un essai à taux de déformation appliqué élevé à (a) 450°C et à (b) 700°C. (c) Demi-amplitude de contrainte tracée en fonction du nombre de cycles.

Les boucles d'hystérésis mettent également en évidence un adoucissement marqué à 700°C. Pour mieux l'illustrer, la demi-amplitude de contrainte  $\frac{\Delta\sigma}{2}$  est tracée en fonction du nombre de cycles en Figure 8.2.c, pour des essais à taux de déformation appliqués élevés pour les alliages STD et HC. Pour des raisons de confidentialité, les nombres de cycles ne sont pas donnés. La demi-amplitude de contrainte  $\frac{\Delta\sigma}{2}$  peut par exemple diminuer de 240 MPa entre le premier et le dernier cycle pour un essai à taux de déformation  $\Delta\varepsilon_t$  appliqué élevé. L'adoucissement est d'autant plus marqué que  $\Delta\varepsilon_t$  est élevé. En revanche,  $\Delta\sigma$  reste stable presque tout le long de la durée de vie de l'éprouvette à 450°C avant de diminuer légèrement sur les derniers cycles, ce qui correspond à la propagation macroscopique de la fissure fatale.

### 8.1.2 Durée de vie

Comme vu précédemment, le comportement du matériau est stable pendant presque la totalité des essais à 450°C. La demi-amplitude de contrainte  $\frac{\Delta\sigma}{2}$  peut alors être relevée à demi-vie. L'adoucissement étant très marqué à 700°C, il a été choisi de relever  $\frac{\Delta\sigma}{2}$  au deuxième cycle afin d'avoir les valeurs les plus élevées atteintes lors de l'essai. En effet, l'un des objectifs principaux étant de déterminer quand les inclusions se fissurent lors des essais de LCF (cf. Chapitre 9), il est plus judicieux de relever les valeurs de  $\frac{\Delta\sigma}{2}$  en début d'essais. Il est cependant important de noter qu'en fonction du cycle où elles sont relevées, l'emplacement de l'intersection des courbes va changer. Les courbes de Wöhler sont tracées pour les alliages STD et HC en Figures 8.3 et 8.4. Pour des raisons de confidentialité, les durées de vie ont été divisées par les durées de vie maximales obtenue à 450°C et à 700°C pour les Figures 8.3 et 8.4, respectivement.

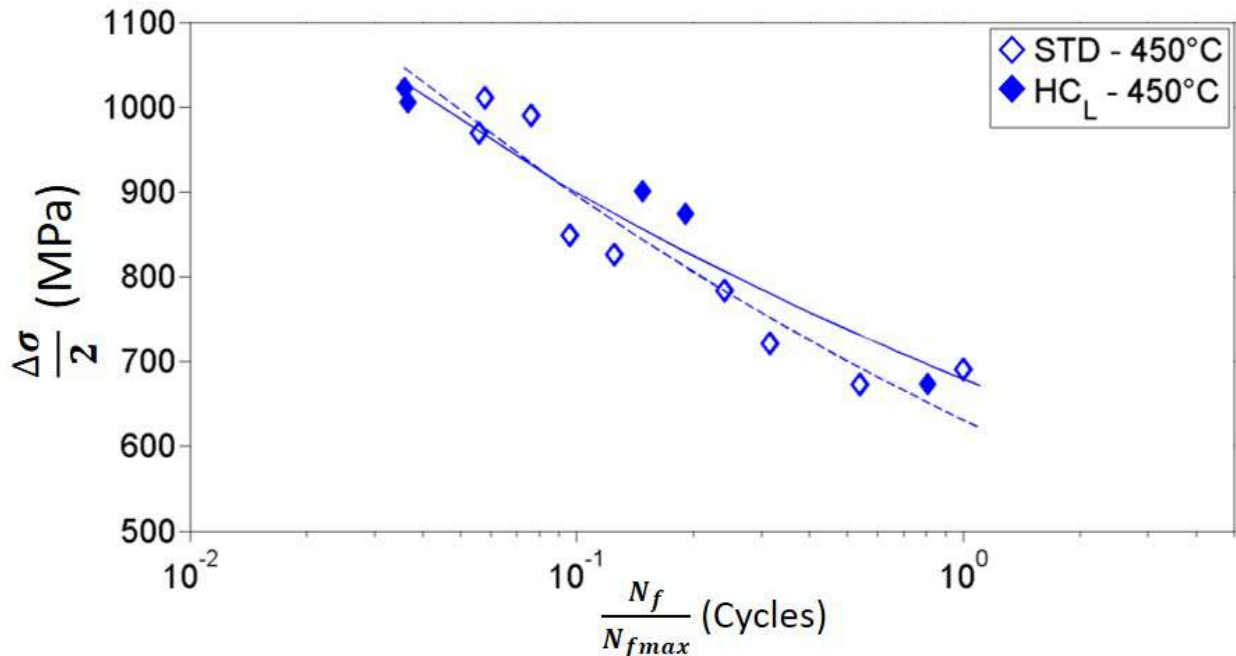


FIGURE 8.3 – Courbes de Wöhler obtenues pour les alliages STD (symboles vides) et HC (symboles pleins) à 450°C.

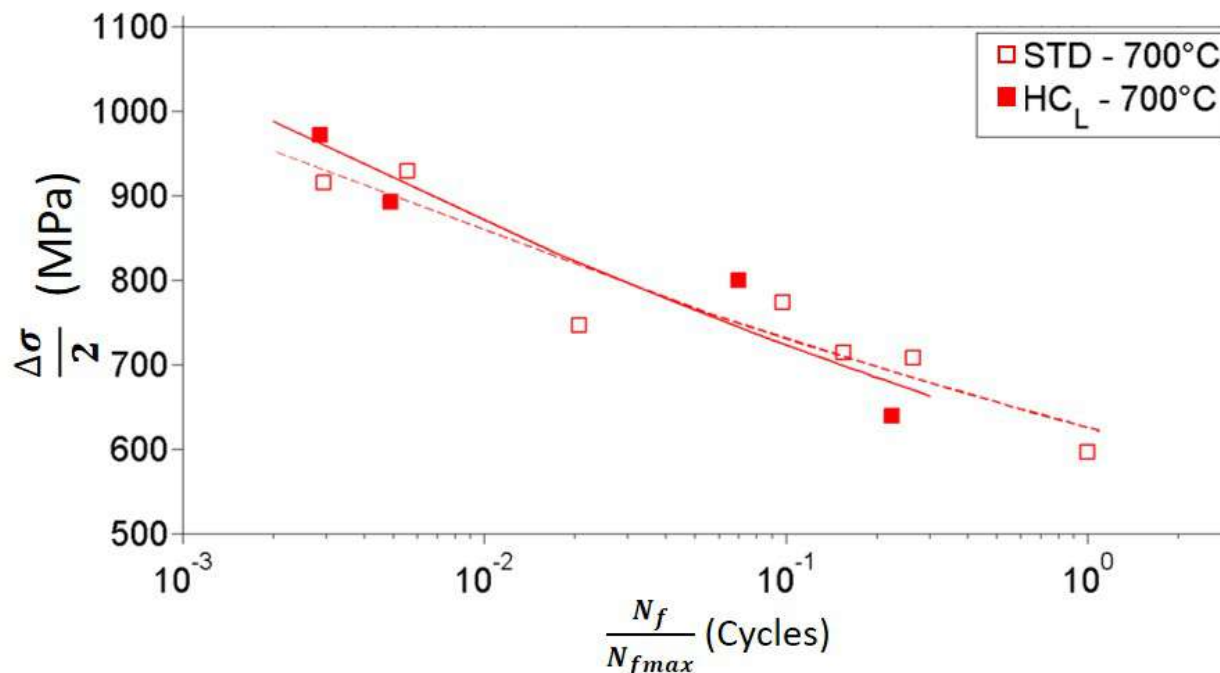


FIGURE 8.4 – Courbes de Wöhler obtenues pour les alliages STD (symboles vides) et HC (symboles pleins) à 700°C.

A 450°C ainsi qu'à 700°C, les durées de vie obtenues pour les alliages STD et HC sont relativement équivalentes. Pour rappel, les alignements d'inclusions dans la version HC sont dans le sens longitudinal de l'éprouvette – soit parallèles à la direction de chargement. Dans ces conditions d'essais, la densité plus élevée et la présence de nombreuses configurations d'alignements et d'amas dans l'AD730<sup>TM</sup> HC ne sont pas néfastes pour la durée de vie de l'éprouvette. De plus, les durées de vie les plus courtes sont observées pour le taux de déformation appliqué le plus élevé.

Les quatre courbes de Wöhler obtenues pour les alliages STD et HC à 450°C et 700°C sont superposées en Figure 8.5. Les durées ont été normalisées par la durée de vie maximale obtenue à 700°C pour l'AD730<sup>TM</sup> STD. Une intersection des courbes à 450°C et 700°C est visible pour les deux nuances. Cette intersection se produit pour des taux de déformation plus élevés pour la nuance STD que pour la version HC (intersection des deux courbes en pointillé et de celles en continu en Figure 8.5, respectivement). Pour des taux  $\Delta\varepsilon_t$  appliqués élevés, les durées de vie à 700°C sont significativement plus courtes qu'à 450°C. La tendance est inversée pour des taux plus faibles. Ce phénomène est lié aux effets d'environnement. En effet, à  $\Delta\varepsilon_t$  élevés, la durée d'amorçage est courte et les amorçages en surface sont favorisés (cf. Paragraphe 6.3.2). La durée de vie de l'éprouvette est alors gouvernée par la durée de propagation. Or, si le site d'amorçage se situe en surface, la propagation intergranulaire sera favorisée par la fragilisation des joints de grains à 700°C (cf. Paragraphe 4.1.2), alors qu'à 450°C, les effets de l'oxydation sont moindres et la propagation est transgranulaire. La propagation intergranulaire étant associée à des vitesses de propagation de fissures plus élevées (cf. Paragraphe 6.3.3), les durées de vie sont significativement plus courtes à 700°C. A l'inverse, à faibles  $\Delta\varepsilon_t$ , la durée d'amorçage est plus longue et c'est celle-ci qui va piloter la durée de vie. Les essais de fissuration présentés en Section 8.4 et en Annexe A vont permettre de mieux évaluer les durées de vie à l'amorçage et en propagation.

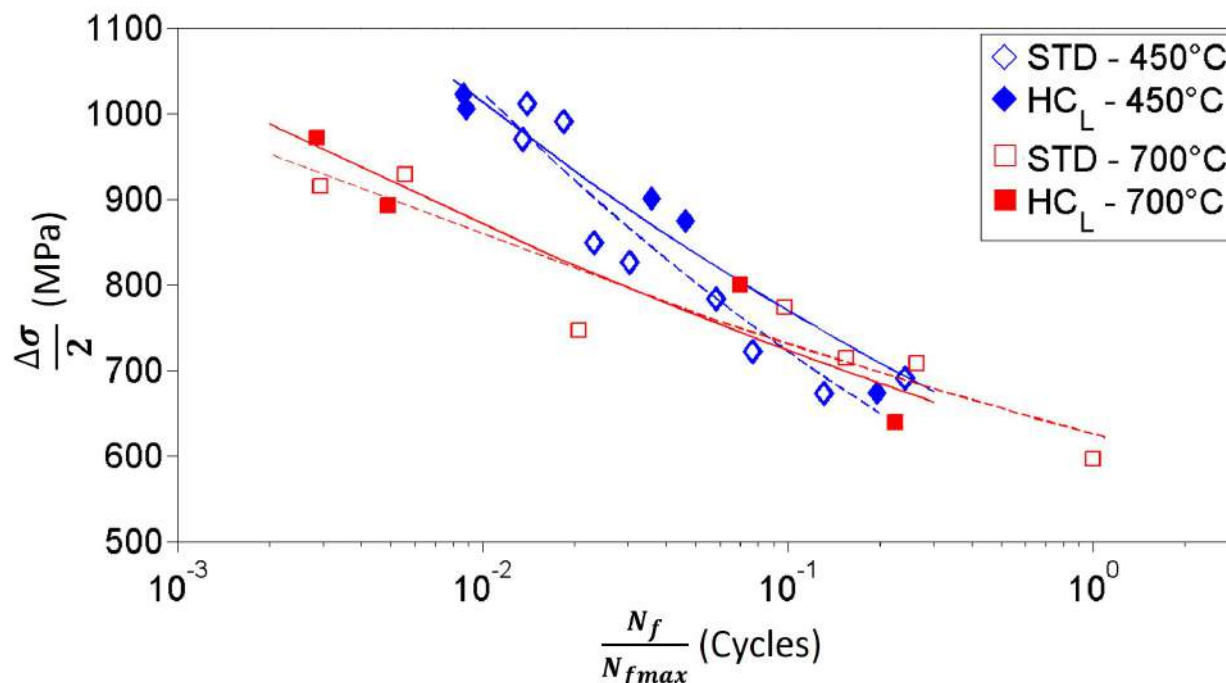


FIGURE 8.5 – Courbes de Wöhler obtenues pour les alliages STD (symboles vides) et HC (symboles pleins) à 450°C et à 700°C.

### 8.1.3 Faciès de rupture

Afin d'identifier les sites d'amorçage – l'origine de la fissure ayant mené à la rupture, la localisation ou encore la taille initiale du site d'amorçage – les faciès de rupture ont tous été observés au MEB.

#### A 450 °C

##### Pour l'alliage STD

Pour les éprouvettes de l'AD730<sup>TM</sup> STD testées à 450°C, un seuil de transition entre deux mécanismes d'amorçage a été mis en évidence. A faibles taux de déformation appliqués, l'amorçage de fissures se fait sur de gros grains en sous-couche où un joint de macle est parfois visible. Ces grains font entre 25  $\mu\text{m}$  et 37  $\mu\text{m}$  de diamètre équivalent (macles non considérées). Ils appartiennent donc à la queue de distribution de taille des grains (cf. Figure 3.7.b). Concernant le mode de propagation, il est mixte au voisinage des facettes cristallographiques et transgranulaire sur le reste de la propagation. La Figure 8.6 donne un exemple de faciès de rupture et du site d'amorçage correspondant pour un essai de LCF réalisé à un faible taux de déformation appliqué à 450°C.

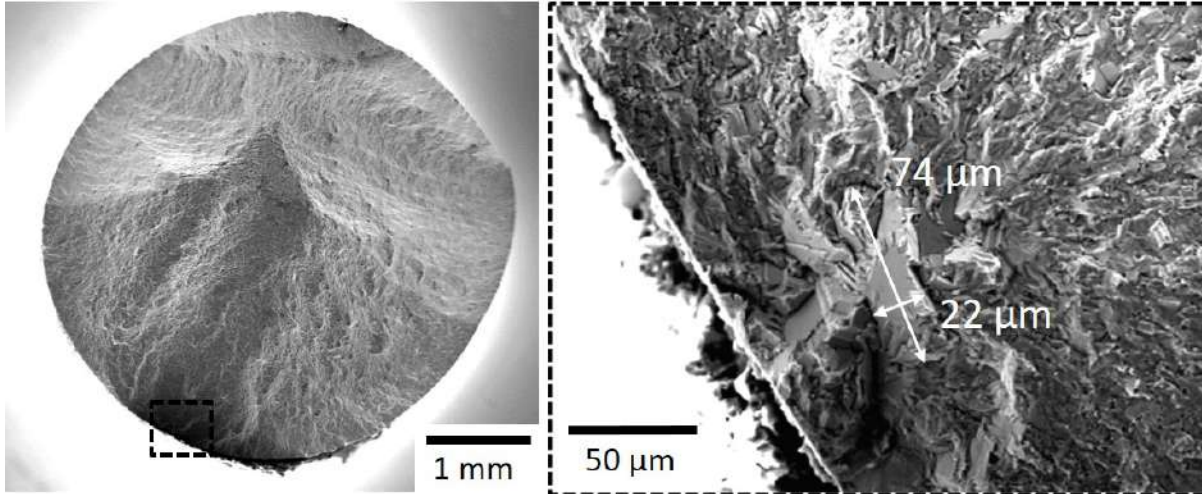


FIGURE 8.6 – Observations au MEB en mode SEI d'un faciès de rupture obtenu et du site d'amorçage principal identifié pour un essai de LCF sur la version STD à 450°C pour un taux de déformation appliqué faible.

A taux de déformation plus élevés, l'amorçage se fait cette fois sur inclusions. Elles sont soit en amas soit isolées. Toutes les particules identifiées comme étant à l'origine de l'amorçage ont un grand diamètre de Féret supérieur ou égal à 20 µm et se situent en surface ou en sous-couche. De plus, comme montré en Figure 8.6.b, la grande majorité de ces inclusions observées ont une grande dimension le long de la profondeur. En effet, vues en surface de l'éprouvette, elles apparaîtraient comme étant de petites tailles (5 µm ou 7 µm par exemple en Figure 8.7). Cette configuration semble donc être la plus néfaste pour la tenue en fatigue. Ce résultat est en accord avec les observations faites par *Connolley et al.* [102]. En effet, les inclusions en sous-couche forment un gonflement à la surface lorsqu'elles sont soumises à l'oxydation. Cette situation peut également s'appliquer aux inclusions ne débouchant que très légèrement en surface et s'étendant dans la profondeur. Dans ces cas-là, la matrice avoisinante reste en tension et ces types d'inclusions deviennent alors des sites privilégiés d'amorçage de fissures. Une fois les particules endommagées, la fissure se propage généralement rapidement vers la surface puis vers le cœur de l'éprouvette par la suite. Pour finir, le nombre de sites d'amorçage secondaires augmente avec le taux de  $\Delta\varepsilon_t$  appliqué. Concernant le mode de propagation, il est mixte (transgranulaire et intergranulaire) au voisinage des inclusions (fissures courtes) et transgranulaire sur le reste de la propagation.

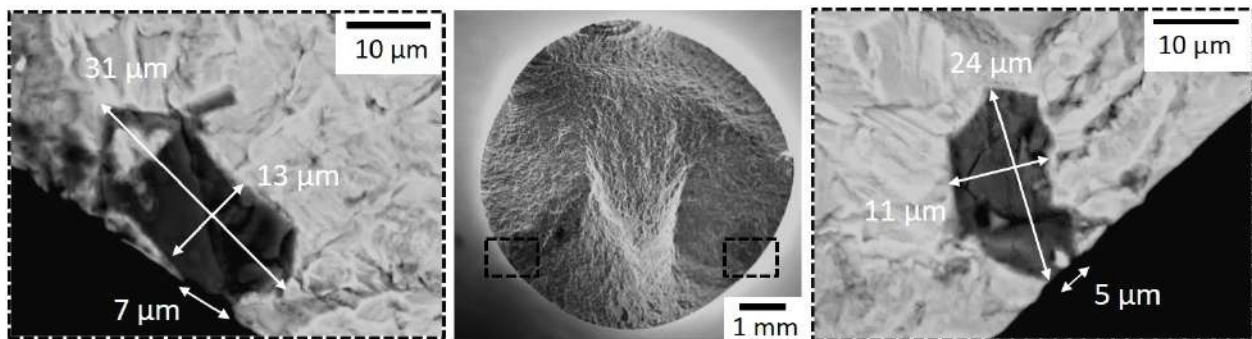


FIGURE 8.7 – Observations au MEB d'un faciès de rupture obtenu (mode SEI) et les sites d'amorçage identifiés (mode BSE) pour un essai de LCF sur l'alliage STD à 450°C pour un taux de déformation appliqué élevé.

La présence d'un changement de mécanisme d'amorçage en fonction du taux de déformation appliqué a été observé dans d'autres superalliages, notamment dans le Rene 88DT (cf. Paragraphe 6.1.3) [8, 64, 130, 162, 172]. A faibles taux, la contrainte vue par les inclusions n'est pas suffisante pour les fissurer. C'est donc l'accumulation des bandes de glissement – notamment dans les gros grains ou le long des joints de macles – qui pilote le mécanisme d'amorçage. En revanche, à taux de  $\Delta\varepsilon_t$  appliqués élevés, la contrainte est suffisante pour entraîner rapidement le clivage ou la décohésion de l'interface inclusion/matrice. Ce sont alors les inclusions – qui sont les éléments microstructuraux les plus grands – qui deviennent le mode d'amorçage prédominant.

### Pour l'alliage HC

Contrairement aux observations faites sur la nuance STD, aucun seuil de transition de mécanismes d'amorçage n'a été remarqué. Dans le cas où les alignements sont orientés parallèlement à la direction de chargement, les fissures s'amorcent en surface ou en sous-couche au sein de gros grains ou le long des joints de macle. Les grains identifiés (macles non considérées) comme sites d'amorçage ont tous une taille supérieure à  $34\ \mu\text{m}$  de diamètre équivalent. Un exemple est donné en Figure 8.8. Bien que la densité des inclusions soit beaucoup plus importante dans la version HC, aucun amorçage sur particules n'a été observé. Ceci pourrait être expliqué par le fait que leur taille est globalement plus petite que celle des grains. Cependant, de longs alignements sont présents et ceux-ci peuvent être considérés comme étant équivalents à une grande inclusion. Il est dans ce cas surprenant de ne pas observer d'amorçage sur carbonitrides. Une analyse sera faite au Chapitre 9 pour mieux comprendre ce point. Le mode de propagation observé est mixte au voisinage des facettes cristallographiques (zone délimitée par la ligne blanche en pointillé correspondant à la propagation des fissures courtes) et transgranulaire sur le reste de la propagation.

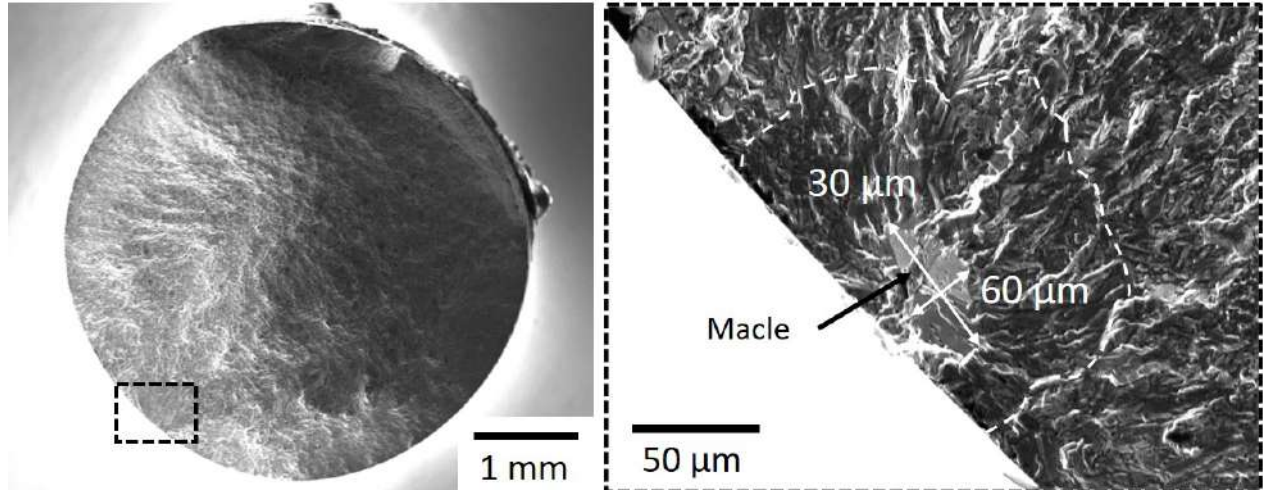


FIGURE 8.8 – Observations MEB en mode SEI d'un faciès de rupture obtenu et le site d'amorçage principal identifié pour un essai de LCF sur l'alliage HC à  $450^\circ\text{C}$ . La ligne blanche en pointillé délimite la propagation mixte de la propagation transgranulaire.

## A 700 °C

Le mode d'amorçage identifié à 700°C pour les alliages STD et HC est le même. Les fissures s'amorcent à l'interface des précipités primaires  $\gamma'_I$ /joints de grains. Comme vu aux Paragraphes 5.1.2 et 7.2.2, des pores de décohesion autour des précipités  $\gamma'_I$  apparaissent rapidement sous l'effet de l'oxydation à 700°C. A ce phénomène s'ajoute l'endommagement de ces précipités lorsqu'ils sont soumis à une sollicitation. En effet, les essais de traction in situ sur micro-éprouvettes oxydées à 700°C pendant 3h ont révélé cet endommagement. Les essais de LCF en température étant plus extrêmes que les essais de traction in situ, il est fortement possible que ce phénomène soit également présent lors des essais de fatigue à chaud. Ce mécanisme d'amorçage a également été observé sur le Rene 65 à 700°C par A. Laurence [45]. La figure 8.9 montre les faciès de rupture et les sites d'amorçage identifiés pour les alliages STD et HC. Les flèches blanches continues indiquent les précipités primaires  $\gamma'_I$  qui sont à l'origine des fissures intergranulaires. Celles en pointillé montrent les traces des précipités  $\gamma'_I$  caractéristiques d'une propagation intergranulaire. La propagation devient ensuite transgranulaire lorsque la fissure devient suffisamment longue.

L'amorçage se fait donc sur des petits éléments microstructuraux à 700°C et non plus sur les plus grands. Les effets de l'environnement sont donc prédominants à cette température.

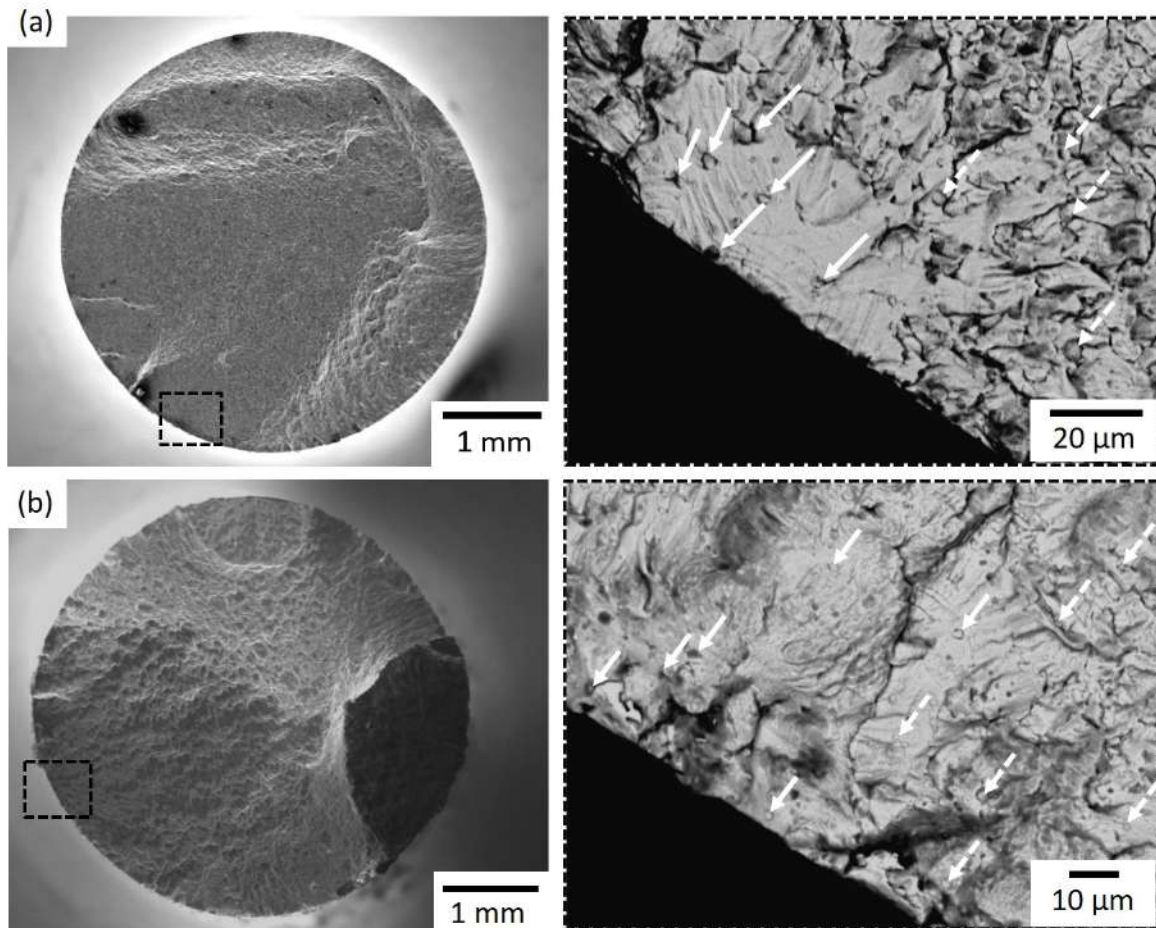


FIGURE 8.9 – Observations MEB en mode SEI des faciès de rupture obtenus et des sites d'amorçage principaux identifiés (mode BSE) pour des essais de LCF à 700°C pour les alliages (a) STD et (b) HC. Les flèches blanches continues indiquent les précipités primaires  $\gamma'_I$  qui sont à l'origine des fissures intergranulaires. Celles en pointillé montrent les traces des précipités  $\gamma'_I$  caractéristiques d'une propagation intergranulaire.

Afin de mieux voir les pores de décohésions aux interfaces précipités primaires  $\gamma'_I$ /joints de grains ainsi que la propagation intergranulaire, les fûts des éprouvettes ont été observés au MEB (vue depuis la surface). Les Figures 8.10 et 8.11 montrent des sites d'amorçage de fissures observés sur les fûts de l'éprouvette. Les précipités primaires  $\gamma'_I$  responsables de l'amorçage de fissures intergranulaires sont indiqués par les flèches blanches continues. La fissure s'ayant déjà propagée, il est difficile de distinguer les pores de décohésions. Néanmoins, certains sont visibles sur d'autres précipités (flèches noires continues). Pour finir, la propagation intergranulaire est évidente. En effet, les fissures se propagent le long des joints de grains fragilisés par l'oxydation (flèches noires en pointillé). Pour finir, il est intéressant de remarquer que de nombreuses bandes de glissement sont visibles dans les grains.

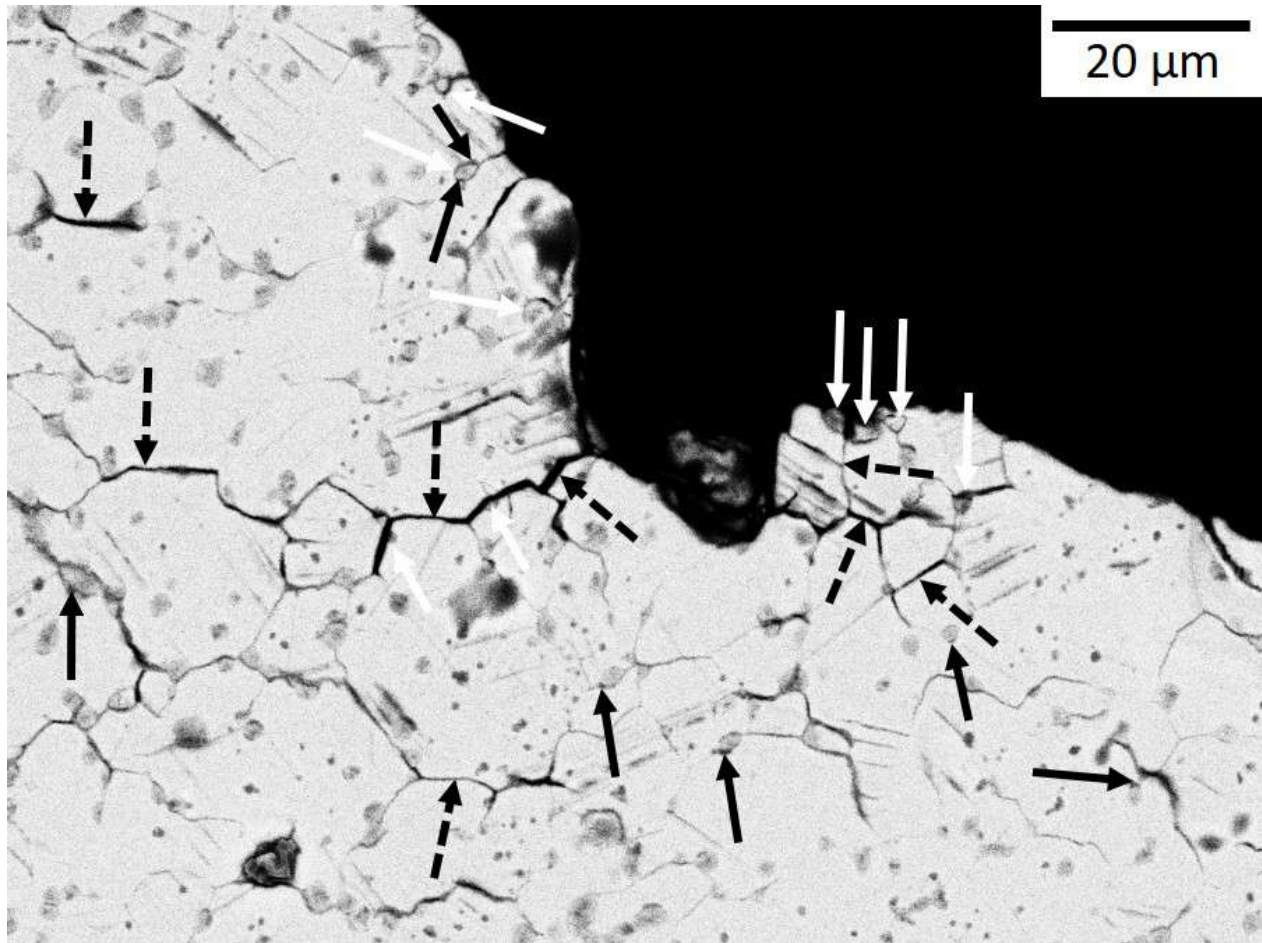


FIGURE 8.10 – Observations MEB en mode BSE au voisinage d'un site d'amorçage de fissures à la surface d'un fût d'éprouvette testée en LCF à 700°C pour un taux de déformation élevé. Les flèches blanches continues indiquent les précipités primaires  $\gamma'_I$  qui sont à l'origine des fissures intergranulaires. Les flèches noires continues montrent les pores de décohésion et celles en pointillé indiquent les fissures intergranulaires.



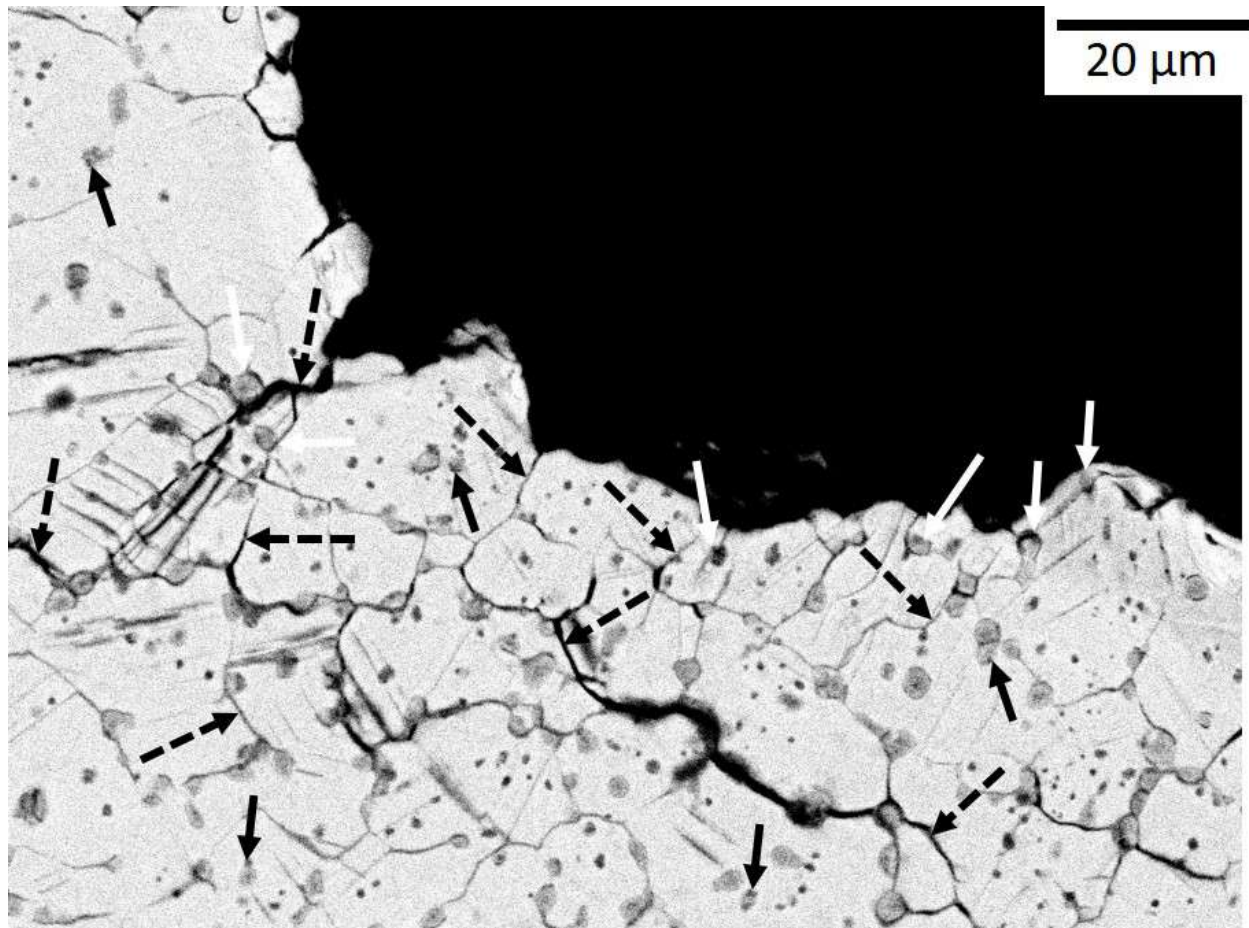


FIGURE 8.11 – Observations MEB en mode BSE au voisinage d'un site d'amorçage de fissures à la surface d'un fût d'éprouvette testée en LCF à 700°C pour un taux de déformation élevé. Les flèches blanches continues indiquent les précipités primaires  $\gamma'_I$  qui sont à l'origine des fissures intergranulaires. Les flèches noires continues montrent les pores de décohesion et celles en pointillé indiquent les fissures intergranulaires.

Des fissures secondaires ont également été observées à la surface des fûts. Certaines s'amorcent sur des inclusions comme montré en Figures 8.12.a et 8.12.b. Les deux modes d'endommagement des inclusions sont observés : le clivage et la décohesion de l'interface carbonitruure/matrice. Ensuite, les premiers stades de propagation de la fissure de la particule vers la matrice sont mixtes. En revanche, ils sont intergranulaires lorsque la fissure se propage depuis un pore de décohesion à l'interface précipités primaires  $\gamma'_I$ /joints de grains. La Figure 8.12.c illustre ce phénomène.

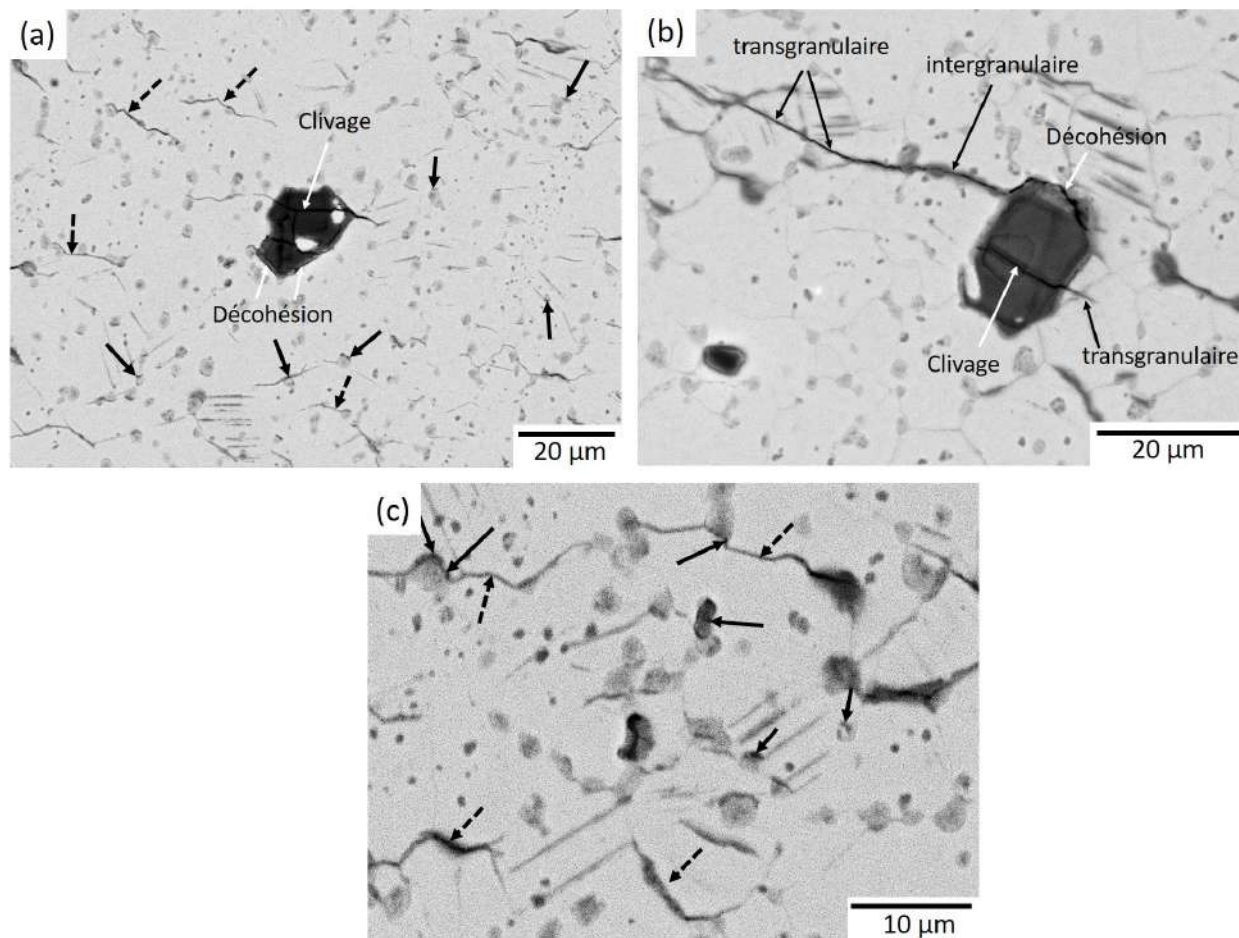


FIGURE 8.12 – Observations MEB en mode BSE de sites d'amorçage de fissures secondaires à la surface d'un fût d'éprouvette testée en LCF à 700°C pour un taux de déformation élevé. Les flèches noires continues montrent les pores de décohésion et celles en pointillé indiquent les fissures intergranulaires.

## 8.2 Essais de LCF sous vide

Afin de s'affranchir des effets de l'environnement, des essais ont été réalisés sous vide. L'enceinte sous vide ne permettant pas de mettre en place l'installation d'un extensomètre, les essais sont cette fois pilotés en charge (cf. Paragraphe 2.3). Afin d'avoir une référence sous air, des essais pilotés en charge ont également été effectués sous air. Pour les essais réalisés à 450°C, la charge a été relevée à mi-vie étant donné que le comportement du matériau est stable à cette température. En revanche, comme il s'adoucit à 700°C, le niveau de charge varie lorsque les essais sont pilotés en déformation. Il a été choisi ici de relever la charge au deuxième cycle pour les essais pilotés en force à 700°C. Dans ce cas, le niveau de charge est constant et reste élevé. Par conséquent, les essais pilotés en force sous vide à 700°C sont plus sévères que ceux pilotés en déformation. Il est donc important de ne les comparer qu'avec les essais pilotés en charge sous air.

### 8.2.1 Pour l'AD730<sup>TM</sup> Standard

Les durées de vie obtenues sous air et sous vide à 450°C et 700°C sont relativement équivalentes pour la version STD. L'environnement a donc peu d'impact sur la durée de vie, aussi surprenant que cela puisse paraître, notamment à 700°C. L'étude des faciès de rupture a montré que les mécanismes d'amorçage et de propagation sont identiques à 450°C sous air et sous vide. En effet, les sites d'amorçage identifiés sont de larges grains et la propagation est transgranulaire (Figure 8.13). La localisation des sites d'amorçage est également identique et se fait en interne.

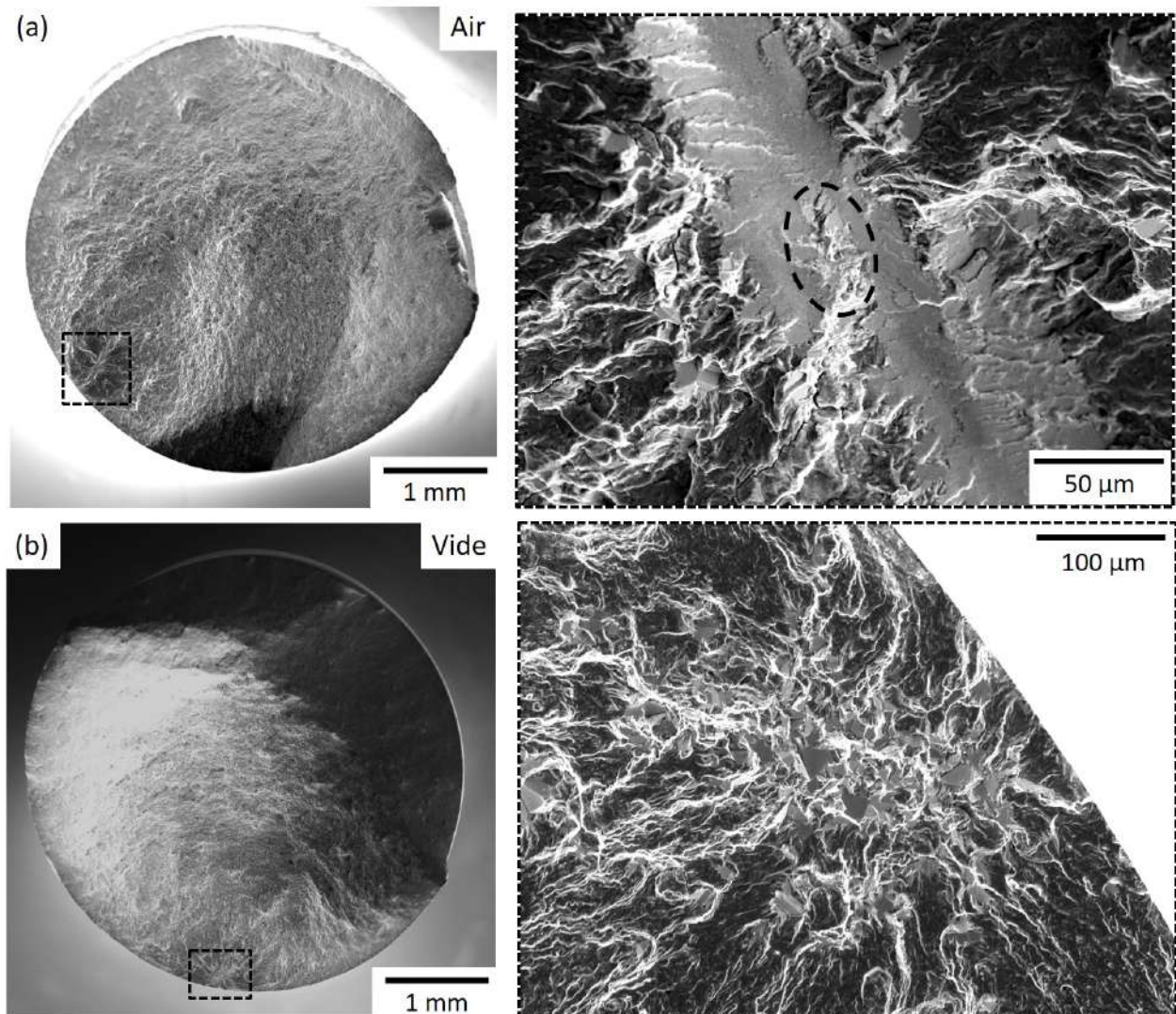


FIGURE 8.13 – Observations MEB en mode SEI des faciès de rupture obtenus et des sites d'amorçage principaux identifiés pour des essais de LCF à amplitude de contrainte élevée sur l'alliage STD à 450°C (a) sous air et (b) sous vide.

En revanche, à 700°C, une différence des mécanismes d'amorçage et de propagation est observée. En effet, sous air, les fissures s'amorcent aux interfaces précipités  $\gamma'_I$ /joints de grains et se propagent intergranulairement puis transgranulairement, comme déjà observé. Sous vide, l'amorçage de fissures se fait sur grandes inclusions et la propagation est mixte à leur voisinage puis transgranulaire lorsque la fissure devient suffisamment longue (Figure 8.14). Néanmoins, la localisation des sites est identique : ils se situent en surface/sous-couche. Ces résultats confirment l'impact important de l'environnement à 700°C.

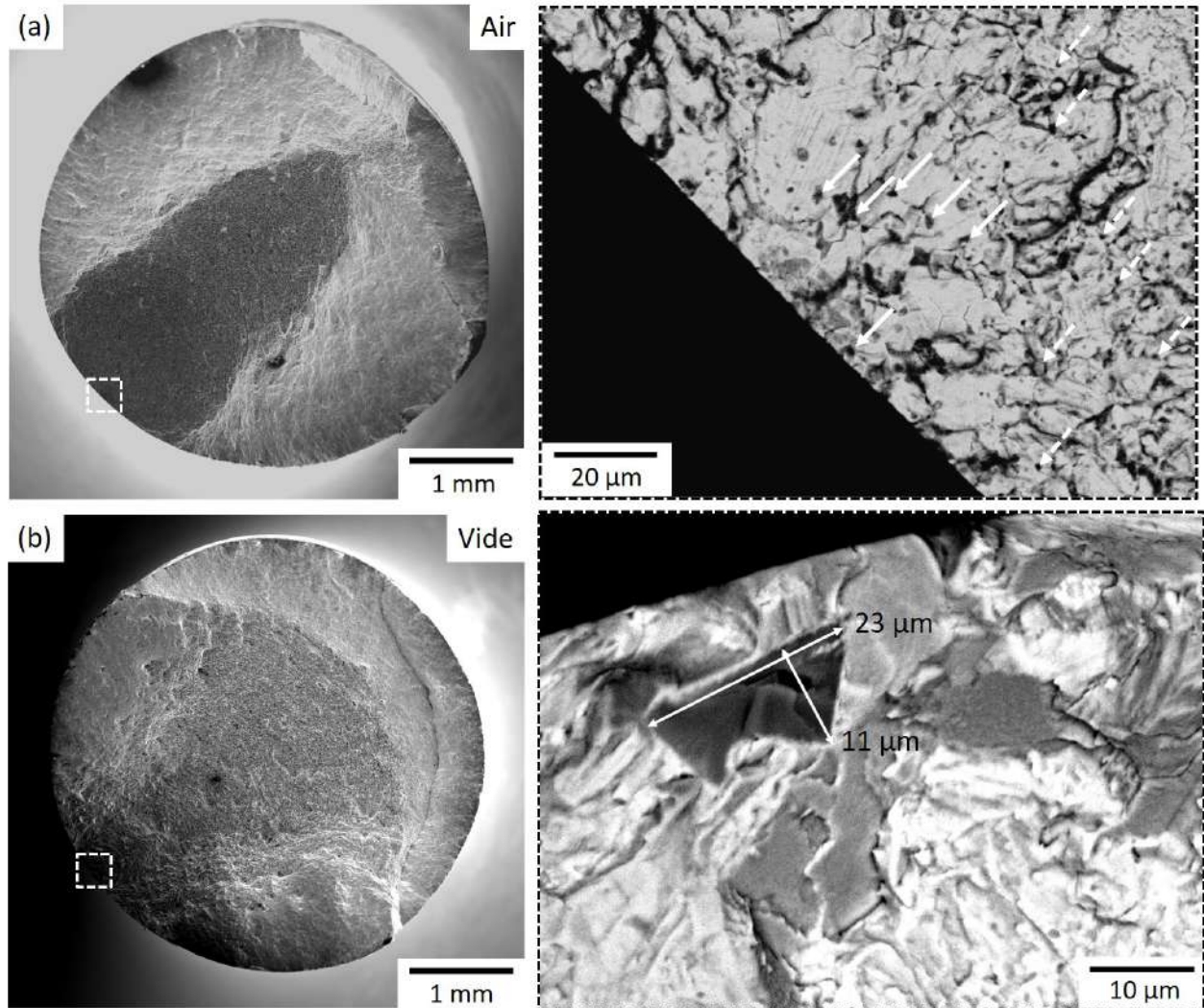


FIGURE 8.14 – Observations MEB des faciès de rupture obtenus (en mode SEI) et des sites d'amorçage principaux identifiés (mode BSE) pour des essais de LCF à amplitude de contrainte élevée sur la version STD à 700°C (a) sous air et (b) sous vide. Les flèches blanches continues indiquent les précipités primaires  $\gamma'_I$  qui sont à l'origine des fissures intergranulaires. Celles en pointillé montrent les traces des précipités  $\gamma'_I$  caractéristiques d'une propagation intergranulaire.

Cependant, malgré un changement de mode d'amorçage et de propagation, les durées de vie sont équivalentes sous air et sous vide. Une propagation intergranulaire est pourtant associée à des vitesses de propagation plus élevées (cf. Paragraphe 6.3.3). Il aurait donc été attendu que la durée de vie soit plus courte sous air. Ce phénomène a également été observé par *L. Mataveli Suave* sur le DS200+Hf sous sa version monogranulaire à 650°C et 900°C [54]. Généralement, sous air, la durée d'amorçage est très courte voire même quasi-nulle à cause de l'oxydation des carbures de ce matériau. La durée de vie est donc gouvernée par la durée de propagation alors que sous vide, elle est contrôlée par la durée d'amorçage. Or, *L. Mataveli Suave* montre que l'oxydation peut avoir un effet bénéfique en terme de propagation. En effet, l'oxydation peut entraîner des effets de fermeture en pointe de fissure et ainsi ralentir la propagation. Elle peut également augmenter le seuil de fissuration. Ce ralentissement va alors compenser une durée d'amorçage courte et donner des durées de vie équivalentes sous air et sous vide. Ce résultat est alors fortuit étant donné que les mécanismes impliqués sont différents. Des essais à d'autres températures auraient conduit très certainement à des durées de vie différentes. Afin d'établir si ce même phénomène s'applique ici, des essais de fissuration ont été réalisés. Ils seront détaillés en Section 8.4 et en Annexe A.

### 8.2.2 Pour l'AD730<sup>TM</sup> Haut Carbone

Concernant l'alliage HC, la durée de vie sous vide est presque quatre fois plus longue que sous air à 450°C. Les mécanismes d'amorçage et de propagation sont pourtant les mêmes. En effet, l'amorçage des fissures se fait sur de grandes facettes cristallines en surface et la propagation est transgranulaire. La seule différence observée est qu'il n'y a qu'un unique site d'amorçage sous air alors qu'ils sont multiples sous vide (Figure 8.15).

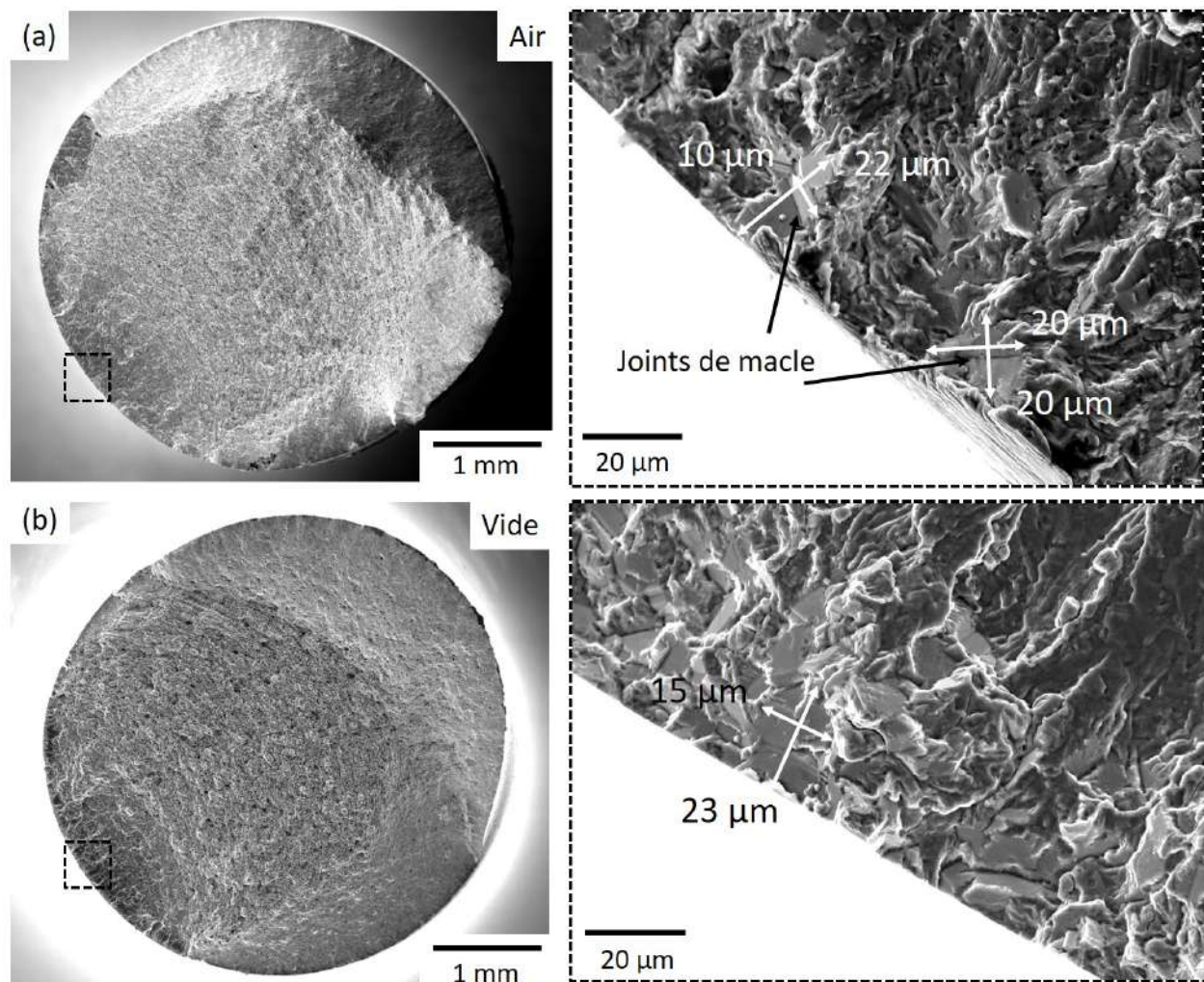


FIGURE 8.15 – Observations MEB en mode SEI des faciès de rupture obtenus et des sites d’amorçage principaux identifiés pour des essais de LCF à amplitude de contrainte élevée sur l’alliage HC à 450°C (a) sous air et (b) sous vide.

A 700°C, les durées de vie sont équivalentes sous air et sous vide. Néanmoins, les mécanismes d’amorçage et de propagation sont différents. En effet, les fissures s’amorcent aux interfaces précipités  $\gamma'_I$ /joints de grains sous air et la propagation est mixte dans les zones proches de l’amorçage puis transgranulaire. Sous vide, ce sont les inclusions en surface ou en sous-couche qui ont été identifiées comme les sites d’amorçage. Étonnement, ces particules responsables de l’amorçage sont isolées ou en duo. De plus, elles ont toutes un diamètre de Féret supérieur ou égal à 15  $\mu\text{m}$  (Figure 8.16). Aucune inclusion de cette taille n’avait été mesurée parmi celles choisies pour faire la distribution de taille. Par conséquent, elles font partie des rares inclusions de cette taille présentes dans la version HC.

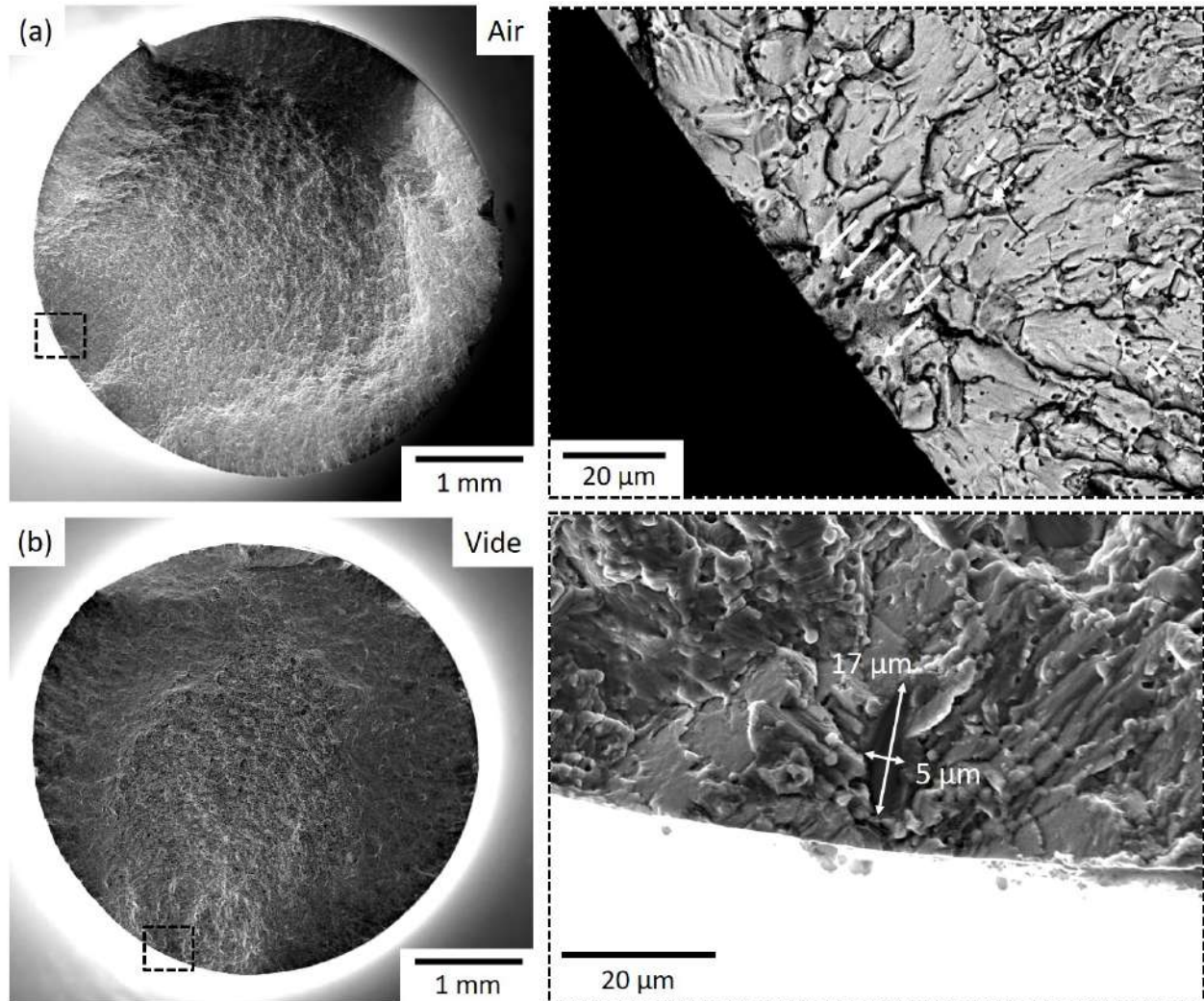


FIGURE 8.16 – Observations MEB des faciès de rupture obtenus (mode SEI) et des sites d’amorçage principaux identifiés pour des essais de LCF à amplitude de contrainte élevée sur l’alliage HC à 700°C (a) sous air (mode SEI) et (b) sous vide (mode BSE). Les flèches blanches continues indiquent les précipités primaires  $\gamma'_I$  qui sont à l’origine des fissures intergranulaires. Celles en pointillé montrent les traces des précipités  $\gamma'_I$  caractéristiques d’une propagation intergranulaire.

### 8.2.3 Effet de la pré-oxydation sur la durée de vie

L’impact de l’oxydation et de la présence d’inclusions oxydées (expansion volumique et/ou fissuration des couches d’oxydes) a également été investigué. Afin d’obtenir différentes fractions de particules fissurées et plusieurs degrés d’avancement d’oxydation, des éprouvettes ont été pré-oxydées à 450°C et 700°C à divers temps d’exposition. Elles ont ensuite été testées sous vide à la température d’oxydation. Les durées de vie sont ensuite comparées à celles obtenues sur les éprouvettes non pré-oxydées. L’objectif de ces essais est de découpler, si possible, l’endommagement lié à l’environnement de celui induit par la sollicitation cyclique de fatigue.

**Pour l'alliage STD**

A 450°C, les éprouvettes ont été pré-oxydées pendant 1h, 3h et 16h. D'après la Figure 5.9, cela correspond à environ 36%, 79% et 100% des inclusions fissurées en surface, respectivement. Pour rappel, l'oxydation à 450°C entraîne la formation de  $Nb_2O_5$  et une expansion volumique de la gangue. Les fissures apparaissent dans celle-ci, le long des interfaces avec la matrice. Néanmoins, seules les couches d'oxydes sont fissurées, les carbonitrides restent intacts en profondeur. Des décohésions au niveau des différentes interfaces sont également présentes (cf. Paragraphes 5.1.2 et 5.1.3).

Les demi-amplitudes de contraintes en fonction de la durée de vie ( $N_f$ ) normalisée par la durée de vie maximale ( $N_{max}$ ) et des temps de pré-oxydation sont données en Figure 8.17. Les résultats obtenus sous air sont également ajoutés pour référence (symboles pleins). Les durées de vie obtenues sous vide (symboles vides) sur les éprouvettes pré-oxydées sont équivalentes à celles obtenues sans oxydation quel que soit le temps d'exposition. Elles sont également équivalentes à celles obtenues sous air. Par conséquent, il n'y a pas d'influence néfaste de la pré-oxydation ni de la présence d'inclusions fissurées sur la durée de vie en LCF dans ces conditions d'essais. Ce résultat est étonnant étant donné que la durée de vie sous vide est majoritairement contrôlée par la durée d'amorçage. Or cette durée de vie à l'amorçage est nulle pour les inclusions après oxydation des éprouvettes, de part la présence de décohésion au niveau des différentes interfaces. L'étude des faciès de rupture et des essais de fissuration est donc nécessaire pour expliquer ce phénomène.

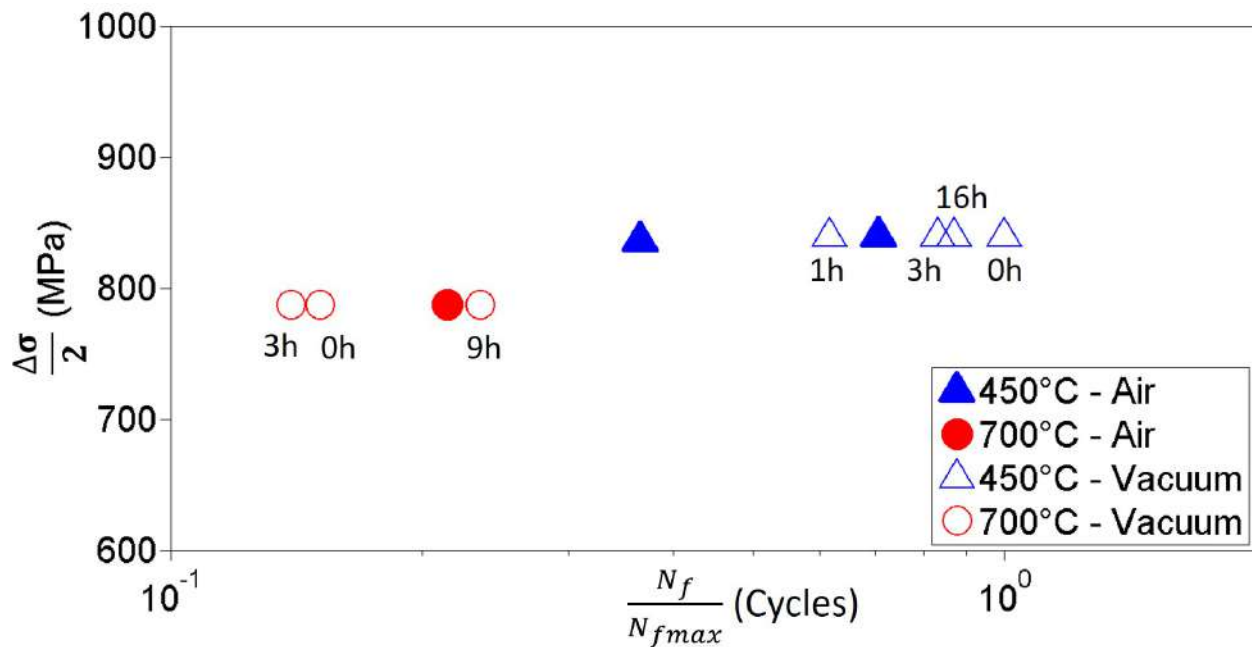


FIGURE 8.17 – Demi-amplitudes de contrainte en fonction de la durée de vie normalisée pour les essais de LCF à 450°C et 700°C sous vide (symboles vides) sur éprouvettes de l'AD730<sup>TM</sup> STD pré-oxydées à ces températures à différents temps d'exposition et sur éprouvettes non pré-oxydées.

Les références sous air sont également ajoutées (symboles pleins).



De la même manière, des éprouvettes ont été pré-oxydées à 700°C pendant 3h et 9h. D'après les Paragraphes 5.1.2 et 5.1.3, l'oxydation entraîne une expansion volumique importante des cœurs et quelques petites fissures sont observées dans les gangues ainsi que des décohésions aux interfaces. De même que pour les essais à 450°C, les durées de vie des éprouvettes pré-oxydées sont équivalentes à celles de l'éprouvette non pré-oxydée et à celles testées sous air (Figure 8.17). La présence d'inclusions pré-oxydées n'a donc pas d'impact sur la durée de vie à 700°C.

### Pour l'alliage HC

Des essais similaires ont été réalisés sur l'AD730<sup>TM</sup> HC. Des éprouvettes ont été pré-oxydées pendant 3h à 450°C et 700°C. Les demi-amplitudes de contrainte en fonction de la durée de vie normalisée et des temps de pré-oxydation sont données en Figure 8.18. Les résultats obtenus sous air sont également ajoutés pour référence (symboles pleins). A 450°C, il y a un abattement de la durée de vie par quatre pour l'éprouvette pré-oxydée. Il est intéressant de noter que la durée de vie de l'éprouvette pré-oxydée pendant 3h à 450°C est équivalente à celle de l'essai sous air. Ce résultat est cohérent étant donné que les essais sous air débutent par une phase de stabilisation thermique préalable au chargement mécanique d'environ 3h. La pré-oxydation semble donc avoir un impact néfaste à 450°C.

En revanche, les durées de vie entre les éprouvettes pré-oxydées et non pré-oxydées sont équivalentes à 700°C. Il n'y a donc aucun impact de la pré-oxydation sur la durée de vie à 700°C. Ce résultat est très étonnant étant donné qu'un effet est visible à 450°C. L'étude des faciès de rupture et des essais de fissuration est donc nécessaire pour comprendre cette observation.

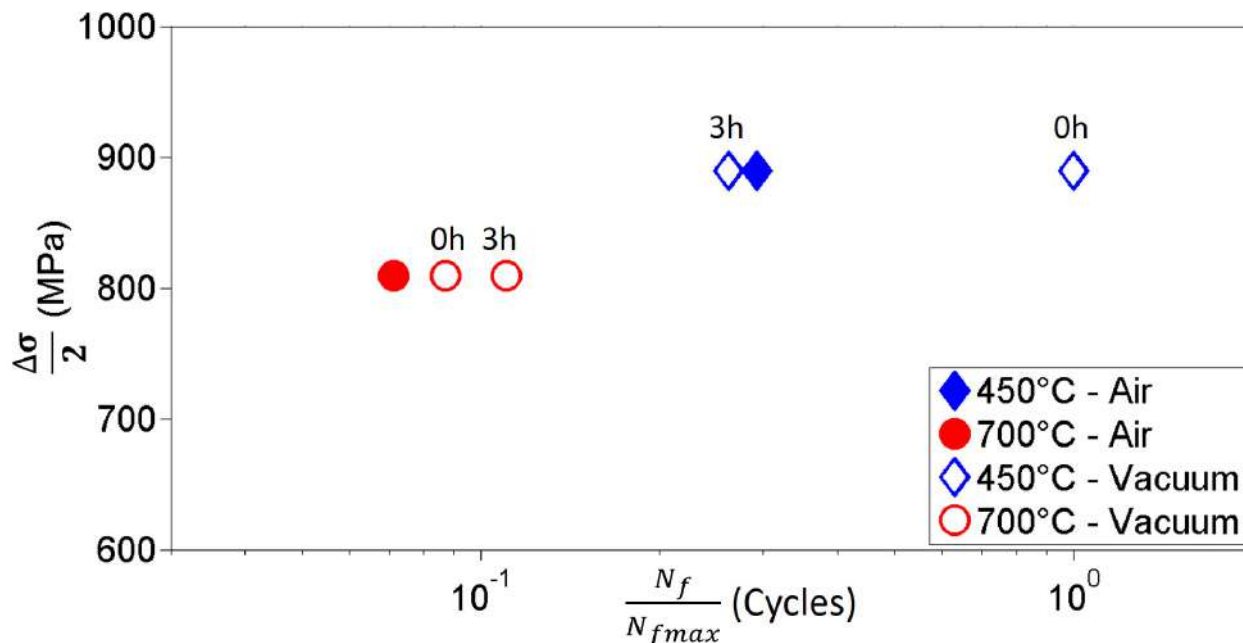


FIGURE 8.18 – Demi-amplitudes de contrainte en fonction de la durée de vie normalisée pour les essais de LCF à 450°C et 700°C sous vide (symboles vides) sur éprouvettes de l'alliage HC pré-oxydées à ces températures à différents temps d'exposition et sur éprouvettes non pré-oxydées. Les références sous air sont également ajoutées (symboles pleins).

### 8.2.4 Faciès de rupture

#### Pour l'alliage STD

L'observation des faciès de rupture des essais sous vide à 450°C a révélé que les fissures s'amorcent sur des facettes cristallines en interne, quel que soit le temps d'exposition (Figure 8.19). Par conséquent, le mécanisme d'amorçage ainsi que la localisation des sites d'amorçage sont identiques sous vide, que les éprouvettes soient pré-oxydées ou non. De même, le mode de propagation observé est transgranulaire durant toute la propagation. Ainsi, les mécanismes d'amorçage et de propagation sont identiques, quel que soit le temps de pré-oxydation. Les fissures ne s'amorçant pas sur les inclusions oxydées en surface, la durée d'amorçage semble donc contrôlée par l'accumulation des bandes de glissement dans les gros grains. Compte tenu de la taille de grains qui est très fine ( $\simeq 6 \mu\text{m}$ ), il y a statistiquement plus de grains se situant en queue de distribution de taille dans le volume plutôt qu'interceptés en surface. Ceci explique que les sites soient localisés en interne. La pré-oxydation n'a donc aucune influence sur les mécanismes d'amorçage et de propagation dans ces conditions d'essais sous vide à 450°C. Ces observations sont en accord avec les essais sous air étant donné que les modes d'amorçage et de propagation sont les mêmes (cf. Paragraphe 8.2.1). Les essais sous vide confirment donc que les effets de l'environnement sont limités à 450°C et que la présence d'inclusions pré-fissurées n'est pas néfaste pour la durée de vie de l'alliage STD dans ces conditions de LCF.

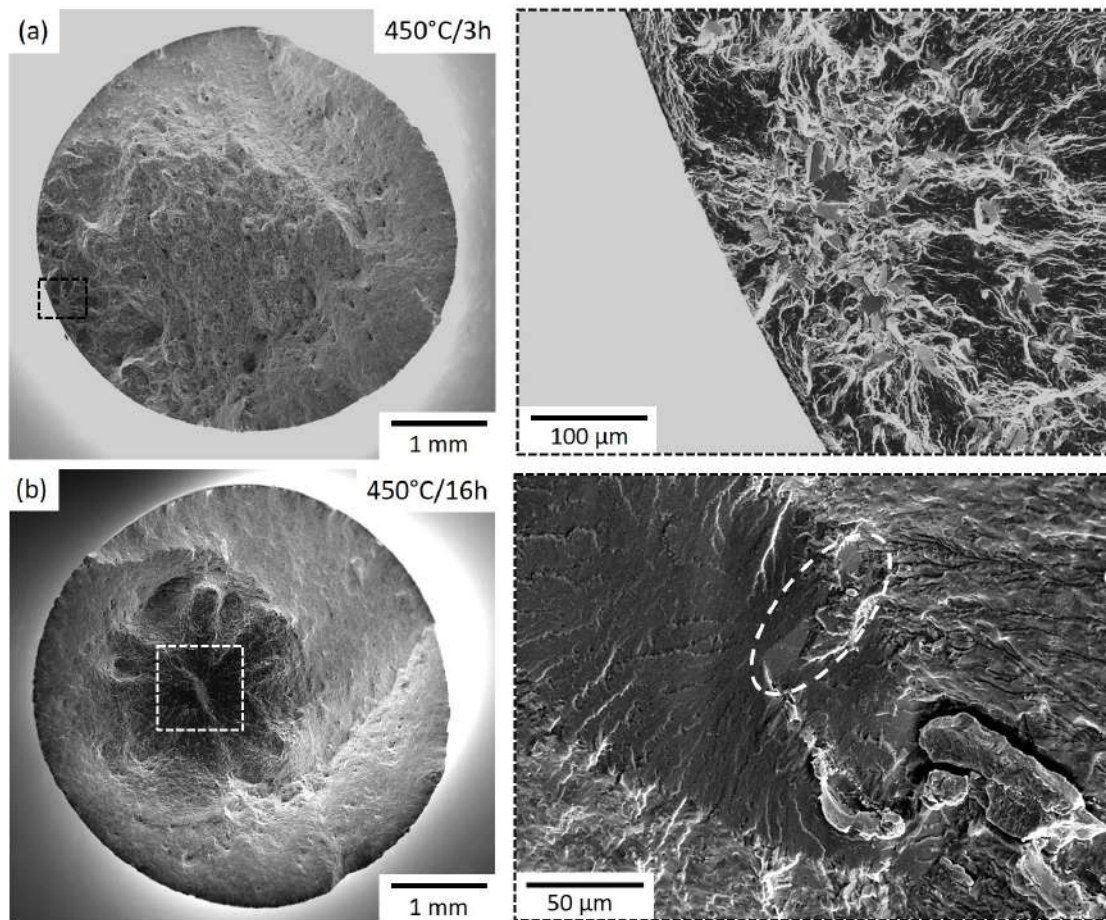


FIGURE 8.19 – Observations MEB en mode SEI des faciès de rupture obtenus et des sites d'amorçage principaux identifiés pour des essais de LCF à amplitude élevée sous vide sur des éprouvettes de la version STD pré-oxydées à 450°C pendant (a) 3h et (b) 16h.

Concernant les éprouvettes pré-oxydées à 700°C et testées sous vide à cette même température, le mode d'amorçage observé est le même, quel que soit le temps d'exposition. En effet, les sites d'amorçage identifiés correspondent à de grandes inclusions (grand diamètre de Feret supérieur ou égal à 20µm) situées en surface ou en sous-couche (Figure 8.20). Si l'inclusion responsable de l'amorce est localisée en surface, elle est grande dans la profondeur et la partie débouchante en surface est petite (par exemple, elle est de 3 µm en Figure 8.20.a). Cette configuration des inclusions surfaciques est la plus néfaste, au même titre que les particules en sous-couche (cf. Paragraphe 8.1.3). De plus, les premiers stades de propagation sont mixtes (zones délimitées par les lignes blanches en pointillé) puis transgranulaire sur le reste de la propagation. Par conséquent, les mécanismes d'amorçage et de propagation sont identiques pour les éprouvettes pré-oxydées et non pré-oxydées sous vide à 700°C.

De plus, la durée de vie sous vide est gouvernée par la durée d'amorçage. Par conséquent, le fait que les durées de vie soient équivalentes quel que soit le temps d'exposition (de 0h à 9h) indique que l'oxydation des inclusions à 700°C ne raccourcit pas la durée d'amorçage.

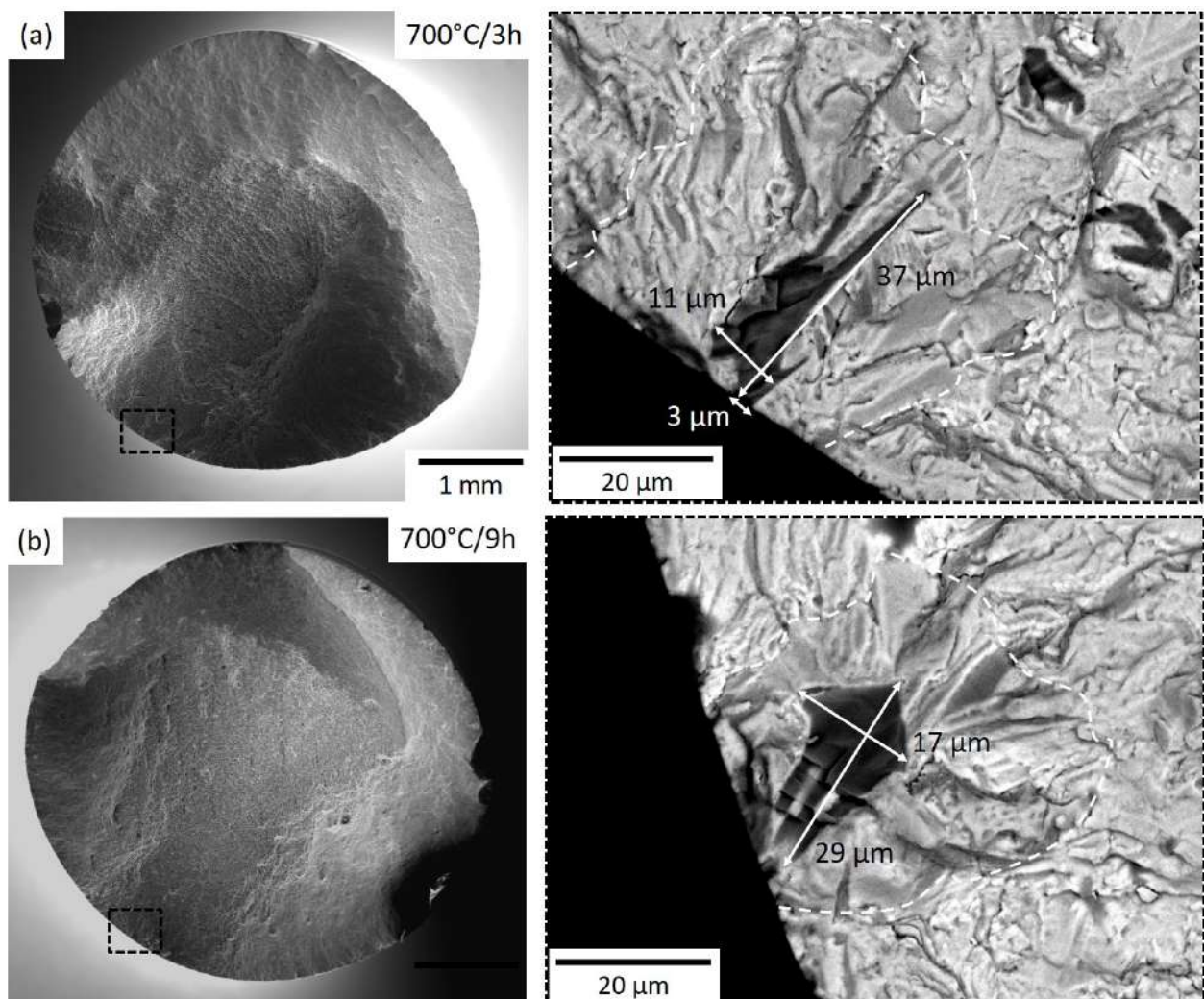


FIGURE 8.20 – Observations MEB des faciès de rupture obtenus (mode SEI) et des sites d'amorçage principaux identifiés (mode BSE) des essais de LCF à amplitude élevée sous vide sur des éprouvettes de la version STD pré-oxydées à 700°C pendant (a) 3h et (b) 9h. Les lignes blanches en pointillé délimitent la propagation mixte de la propagation transgranulaire.

### Pour l'alliage HC

Pour l'AD730<sup>TM</sup> HC, l'étude des faciès de rupture a montré de multiples sites d'amorçage sur l'éprouvette pré-oxydée pendant 3h à 450°C et testée sous vide à cette même température. Ces sites correspondent à des amorçages sur facettes cristallines en interne. Le mode de propagation est transgranulaire. Par conséquent, les mécanismes d'amorçage et de propagation sont les mêmes pour l'éprouvette non pré-oxydée et celle pré-oxydée. La localisation des sites ainsi que leur nature suggèrent que la pré-oxydation à 450°C pendant 3h n'a pas d'effet sur le mode d'amorçage ni celui de propagation. Pourtant, la durée de vie de l'éprouvette non pré-oxydée est presque quatre fois plus longue. L'analyse des faciès de rupture ne permet donc pas d'expliquer cet écart.

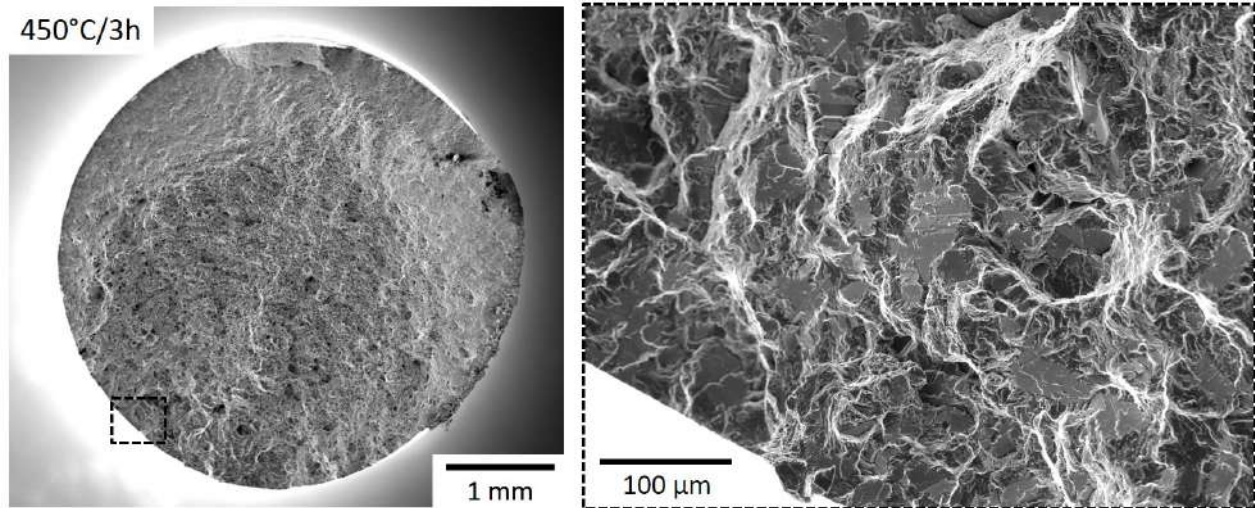


FIGURE 8.21 – Observations MEB en mode SEI des faciès de rupture obtenus et les sites d'amorçage identifiés des essais de LCF à amplitude élevée sous vide sur des éprouvettes de la version HC pré-oxydées à 450°C pendant 3h.

A 700°C, les fissures s'amorcent sur des inclusions en surface ou en sous-couche, quel que soit le temps d'exposition à l'oxydation (cf. Figure 8.22). Ces particules ont un grand diamètre de Féret supérieur ou égale à 14 µm. Elles correspondent donc aux plus grandes inclusions présentes dans l'alliage HC. Étonnamment, ces carbonitrides sont isolés et non pas en amas. Ainsi, bien qu'ils fassent partie de la queue de distribution de taille, il existe de plus gros grains dans le volume. Il est donc surprenant que la cause de la rupture des éprouvettes ne soit pas un gros grain. Ce phénomène sera étudié dans le Chapitre 9. Ensuite, sous vide, la propagation est mixte pour les fissures courtes puis transgranulaire lorsque la fissure devient suffisamment longue. Par conséquent, les mécanismes d'amorçage et de propagation sont identiques pour les éprouvettes avec et sans pré-oxydation. De plus, les durées de vie sont équivalentes. Cela montre qu'une pré-oxydation de 3h à 700°C n'affecte pas la durée d'amorçage. Ce résultat est en accord avec les observations des coupes transverses. En effet, elles ont révélé que les inclusions oxydées à 700°C de la version HC ne se fissurent pas (cf. Figure 5.26 au paragraphe 5.1.3). Par conséquent, la pré-oxydation de 3h n'entraîne pas d'amorçage précoce et n'affecte pas la durée de vie.

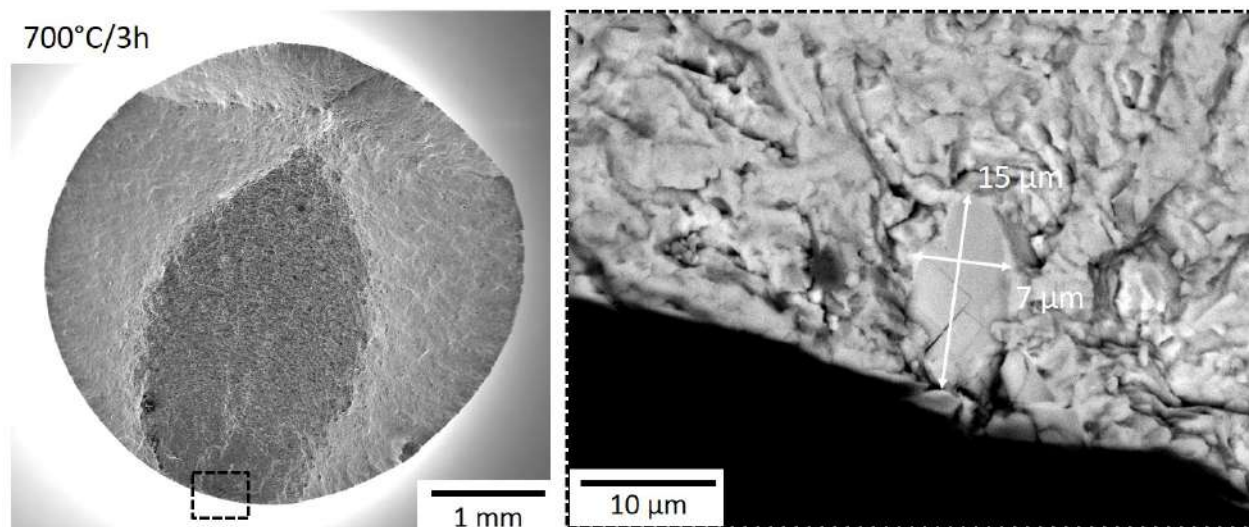


FIGURE 8.22 – Observations MEB des faciès de rupture obtenus (mode SEI) et du site d’amorçage principal identifié (mode BSE) pour un essai de LCF à amplitude élevée sous vide sur une éprouvettes de l’alliage HC pré-oxydée à 700°C pendant 3h.

### 8.3 Essais de LCF avec pré-traction

#### 8.3.1 Influence des inclusions pré-fissurées mécaniquement sur la durée de vie

Afin d’évaluer l’impact sur la durée de vie et les mécanismes d’amorçage des inclusions pré-fissurées mécaniquement, des éprouvettes de l’alliage STD ont été déformées par traction à température ambiante avant d’être testées en LCF. Afin d’avoir une déformation plastique limitée, en restant dans le domaine élastique conventionnelle, l’essai de traction a été réalisé afin d’atteindre une déformation totale d’environ 0.8%. A la suite de la traction, les éprouvettes sont observées au MEB afin d’évaluer l’impact sur les inclusions. Il a été évalué qu’entre 5% et 10% des particules de la partie utile sont fissurées avant l’essai de fatigue. La figure 8.23 montre des carbonitrides fissurés (flèches blanches) observés après l’essai de traction.

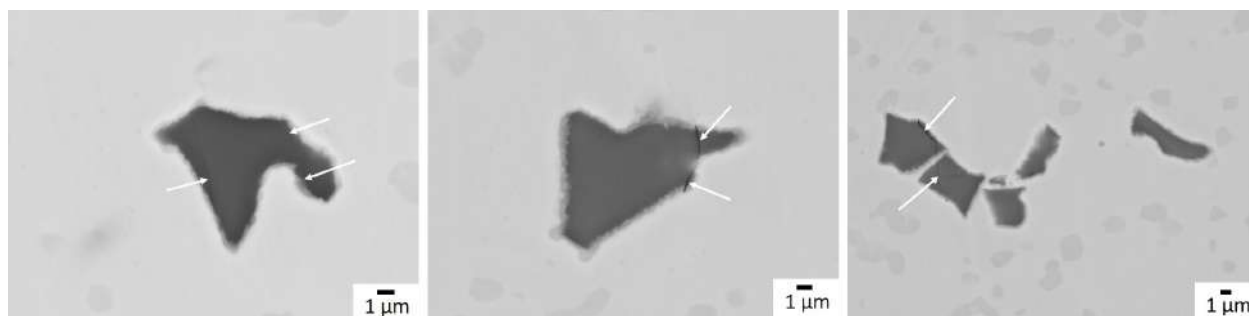


FIGURE 8.23 – Images MEB-FEG en mode BSE d’inclusions fissurées après un essai de traction à déformation totale appliquée d’environ 0.8% pour l’alliage STD.

Les éprouvettes sont ensuite testées en LCF dans les mêmes conditions que pour les essais sous air pilotés en déformation. Comme montré en Figure 8.24, aucun abattement de la durée de vie n'a été observé pour les éprouvettes pré-déformées par traction puis testée en LCF à 450°C et 700°C. **Ces résultats confirment donc que la présence d'inclusions pré-fissurées (mécaniquement ou par oxydation (cf. Paragraphe 8.2.3)) n'affecte pas la durée de vie.** Un amorçage précoce n'est donc pas néfaste ici. Ceci est en accord avec les travaux de *Texier et al.* sur l'Inconel 718 DA [51, 63]. Plusieurs phénomènes peuvent expliquer le fait que la présence d'inclusions pré-fissurées avant essai ne soit pas néfaste sur la durée de vie :

- le transfert de la fissure se fait très difficilement depuis l'inclusion vers la matrice.
- la fissure se propage à la matrice mais s'arrête rapidement. Cela traduit une bonne résistance de la matrice aux fissures courtes.
- la pré-fissuration des inclusions a permis de relaxer les contraintes localement, ce qui retarde la propagation de la fissure.

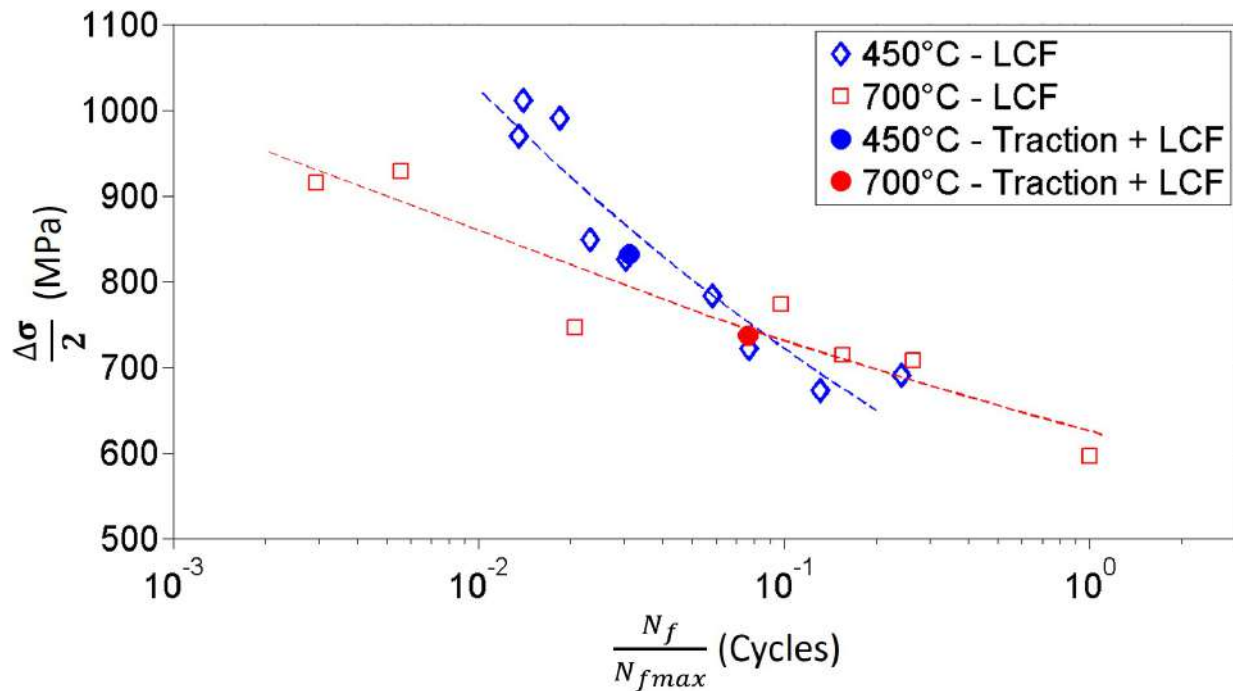


FIGURE 8.24 – Courbes de Wöhler à 450°C et 700°C de l'alliage STD pour des essais de LCF précédés (symboles pleins) ou non (symboles vides) par une pré-traction.

### 8.3.2 Faciès de rupture

L'observation des faciès de rupture a dévoilé que la propagation est majoritairement transgranulaire à 450°C et mixte à 700°C. Concernant les sites d'amorçage, ils ont été identifiés comme étant :

- des inclusions de grande taille à 450°C (Figure 8.25.a). Il est intéressant de noter que, comme observé au Paragraphe 8.1.3, la particule est plus grande en profondeur qu'en surface.
- des interfaces précipités primaires  $\gamma'_1$ /joints de grains à 700°C (Figure 8.25.b).

Les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissures sont donc identiques aux essais de LCF sans pré-traction dans ces conditions d'essais. Par conséquent, le fait de pré-déformer par traction et ainsi d'introduire une petite proportion d'inclusions fissurées n'a pas provoqué un amorçage précoce sur ces particules à 450°C, étant donné qu'aucun abattement de la durée de vie n'a été observé. Cela n'a également pas favorisé une amorce sur inclusion à 700°C. Les effets de l'environnement sont toujours prédominants à cette température.

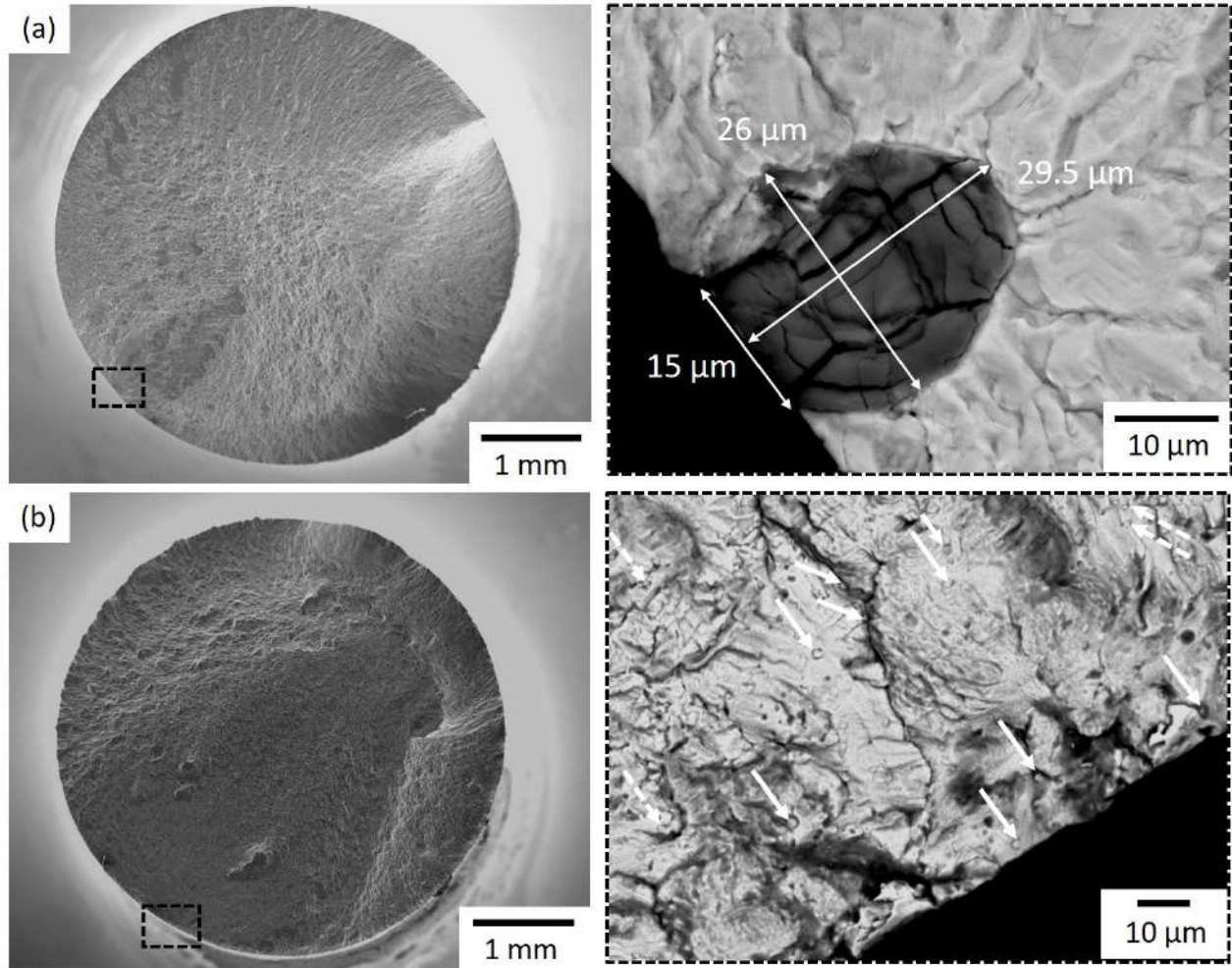


FIGURE 8.25 – Observations MEB des faciès de rupture (en mode SEI) obtenus et les sites d'amorçage identifiés (mode BSE) pour des essais de LCF précédés d'une traction à  $\varepsilon_p \simeq 0.17\%$  sur l'AD730<sup>TM</sup> STD à (a) 450°C et (b) 700°C. Les flèches blanches continues indiquent les précipités primaires  $\gamma_I$  qui sont à l'origine des fissures intergranulaires. Celles en pointillé montrent les traces des précipités  $\gamma_{II}$  caractéristiques d'une propagation intergranulaire.

## 8.4 Essais de Fissuration

Le protocole décrivant les essais de fissuration est donné au Paragraphe 2.3.3. Ils sont réalisés en  $\Delta K$  décroissant (depuis un  $\Delta K$  initial de  $20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) sur l'alliage STD à 20 Hz pour éviter des temps d'essais trop longs. Pour rappel, les essais de LCF ont été faits à 0.5 Hz. Par conséquent, ces essais de fissuration ne sont pas tout à fait représentatifs des conditions de LCF, surtout à 700°C. En effet, à cette température, la contribution du fluage entraînent des effets de fréquence non négligeables [103, 164]. Pour ces travaux, ces effets seront négligés. Les données ont ensuite été analysées avec le logiciel Afgrow. Il permet de prendre en compte la longueur de fissure, notamment au travers de son impact sur le facteur de forme présent dans l'expression du facteur d'intensité de contraintes. Le comportement des petites fissures au voisinage du seuil est alors également pris en compte. Les résultats obtenus sont donnés en Annexe A et discutés au Chapitre 9.

Les essais de fissuration ont permis de mieux comprendre les résultats obtenus des essais de LCF et d'évaluer les effets de l'environnement. La durée passée en propagation de fissure a alors pu être estimée pour ces essais. Ils ont révélé que les effets de l'environnement ont un impact fort sur ces paramètres et sur la vitesse de propagation dans le domaine de Paris. En effet, la durée de vie est gouvernée par :

- la durée d'amorçage critique<sup>1</sup> à faibles amplitudes de déformation/contrainte à 450°C et 700°C sous air.
- la durée de propagation à hautes amplitudes de déformation/contrainte à 450°C et 700°C sous air.
- la durée d'amorçage critique sous air.
- la durée de propagation sous vide.

Par conséquent, les durées de vie équivalentes obtenues pour les essais de LCF sont fortuites.

---

1. Durée nécessaire pour que la taille de la fissure soit égale à la longueur de fissure critique



## 8.5 Conclusion

La campagne d'essais LCF menée a permis de mieux comprendre les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissures dominants selon les taux de déformation appliqués et la température. Tout d'abord, aucune durée de vie anormalement basse n'a été observée dans l'AD730<sup>TM</sup> STD et la version HC dont le prélèvement des éprouvettes a été réalisé longitudinalement à 450°C et 700°C. Plusieurs sites d'amorçage de fissures ont été identifiés sur les différents faciès de rupture. Ils sont tous localisés en surface ou en sous-couche. Un seuil de transition de mécanismes d'amorçage est observé dans l'alliage STD à 450°C. En effet, les fissures s'amorcent sur gros grains ou le long de joints de macles à taux de déformations appliqués faibles. En revanche, ce sont sur les inclusions que l'amorçage de fissures se produit à des taux élevés. Pour la version HC, seul l'amorçage de fissures sur grains ou joints de macles a été observé à 450°C, quel que soit le taux de déformation appliqué. Par conséquent, les plus grands éléments microstructuraux des alliages STD et HC sont à l'origine de la rupture des éprouvettes à 450°C. Concernant le mode de propagation, il est majoritairement transgranulaire dans les deux nuances.

A 700°C, les fissures s'amorcent aux interfaces précipités primaires  $\gamma_I$ /joints de grains et la propagation est mixte (intergranulaire dans les zones proches des sites d'amorçage de fissures et transgranulaire ailleurs) pour les alliages STD et HC. Ceci traduit des effets d'environnement prédominants. En effet, l'oxydation affecte les précipités primaires  $\gamma_I$  ainsi que les joints de grains. Des pores de décohesion se forment alors à leur interface et la fragilisation des joints de grains favorise une propagation intergranulaire. Les essais réalisés sous vide confirment l'importance des effets de l'environnement à 700°C. En effet, les fissures s'amorcent sur inclusions et la propagation est transgranulaire pour les alliages STD et HC.

De plus, les durées de vie obtenues sous vide sur éprouvettes pré-oxydées à 450°C et 700°C sont identiques à celles obtenues sur éprouvettes non pré-oxydées. Par conséquent, la présence d'inclusions pré-oxydées/pré-fissurées n'a pas d'influence sur la durée de vie. Pour finir, les durées de vies obtenues sous air et sous vide sont équivalentes pour les deux températures étudiées. Or, les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissure sont différents à 700°C. Par conséquent, ce résultat est inattendu. Des essais de fissuration ont donc été réalisés pour comprendre ce phénomène.

Quatrième partie

Discussion

## Chapitre 9

# Conditions favorisant l'amorçage de fissures sur inclusions et la propagation aux grains voisins

### 9.1 Paramètres favorisant un amorçage sur inclusions

Les différents essais précédents ont permis de dégager des conditions d'essais et des configurations qui favorisent un amorçage de fissures sur inclusions. L'intérêt de connaître ces configurations néfastes est de pouvoir interpréter avec précision les résultats des essais de LCF et de mieux comprendre la dispersion qu'il peut y avoir entre les différents essais réalisés.

#### 9.1.1 L'environnement

Les essais de LCF réalisés sur l'AD730<sup>TM</sup> STD à 450°C et 700°C sous air ont révélé que les amorçages sur inclusions ne se produisent qu'à 450°C pour des taux de déformation élevés. Les sites d'amorçage identifiés à 700°C sont les interfaces précipités primaires  $\gamma'_I$ /joints de grains. Ces éléments microstructuraux sont très petits devant la taille des carbonitrides et la taille des grains. En effet, ils ont un diamètre équivalent d'environ 1.6  $\mu\text{m}$ , ils sont donc en moyenne six fois plus petits que les inclusions et 2 fois plus petits que les grains. L'amorçage ne se fait donc plus sur les plus grands éléments microstructuraux présents dans le volume, comme attendu. Cette particularité est liée aux effets de l'environnement. Les essais d'oxydation statique et de traction in situ ont mis en évidence plusieurs phénomènes liés à une exposition à 700°C :

- l'apparition de pores de décohéation autour des précipités primaires  $\gamma'_I$  (cf. Figures 5.11 et 7.17).
- la fragilisation des joints de grains par l'oxydation (cf. Figures 5.11 et 7.17).
- un endommagement des  $\gamma'_I$  sous chargement (cf. Figure 7.17).
- sous chargement, la décohéation des interfaces gangue/matrice est encouragée par l'expansion volumique importante engendrée par la formation de  $Nb_2O_5$  et de  $TiO_2$  (cf. Figure 5.21).
- la propagation intergranulaire est favorisée (cf. Figure 7.19).

Les précipités primaires sont donc endommagés par l'oxydation et sont source d'amorçage de fissures à 700°C. Les effets de l'environnement ont pu être mis en évidence à l'aide des essais sous vide. Ceux-ci ont révélé que les fissures s'amorcent sur inclusions et donc sur les éléments les plus grands présents dans la microstructure. Ces résultats permettent de confirmer un impact important de l'oxydation sur les mécanismes d'amorçage.

Afin d'évaluer le rôle de la fragilisation des joints de grains sur les mécanismes d'amorçage, des essais sous air à 450°C et 700°C ont été réalisés sur la version monogranulaire SX dans les mêmes conditions que pour les alliages polycristallins. Les courbes de Wöhler pour l'AD730<sup>TM</sup> STD et SX sont présentées en Figure 9.1.

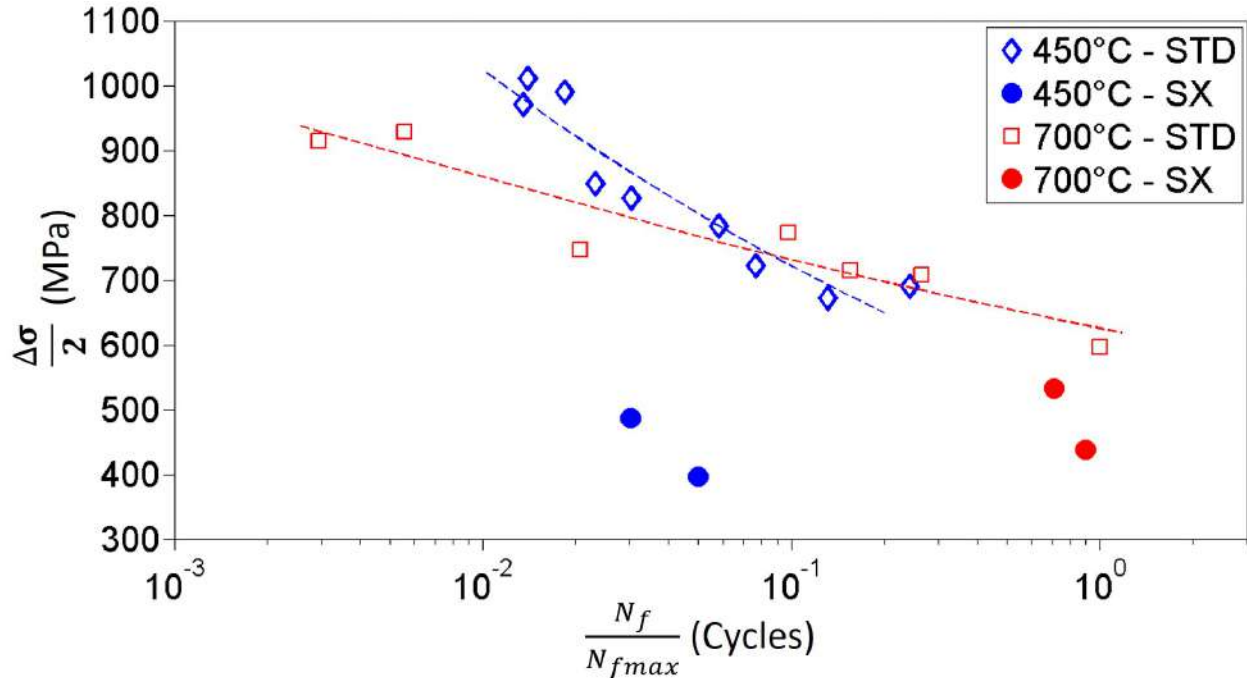


FIGURE 9.1 – Courbes de Wöhler obtenues pour les alliages STD (symboles vides) et SX (symboles pleins) à 450°C et à 700°C.

L'observation des faciès de rupture a révélé des amorçages de fissures sur de larges pores aux deux températures (Figure 9.2). Il est important de noter que ces pores n'apparaissent pas sphériques dans ce plan de coupe. Le diamètre du cercle circonscrit au site d'amorçage a été mesuré entre 60  $\mu\text{m}$  et 180  $\mu\text{m}$ . Les pores responsables de l'amorçage font donc partie de la queue de distribution de taille des pores présents dans la matière (Figure 9.3). Ils correspondent aux éléments microstructuraux les plus grands du matériau. En effet les plus grandes inclusions détectées dans le monograin ont un diamètre équivalent autour de 16  $\mu\text{m}$ . Elles sont donc largement plus petites que les pores. Ces résultats sont en accord avec les travaux réalisés sur le CMSX-4 à 1000°C [160] et l'AM1 à 750°C [159]. L'amorçage sur ces derniers à 700°C confirme l'impact majeur de l'apparition de pores de décohesion aux interfaces précipités primaires  $\gamma'_I$ / joints de grains ainsi que de l'oxydation et de la fragilisation des joints de grains sur les mécanismes d'amorçage et donc sur la durée d'amorçage. Le nombre de cycles passés en amorçage et en propagation sera détaillé au Paragraphe 9.2.2.

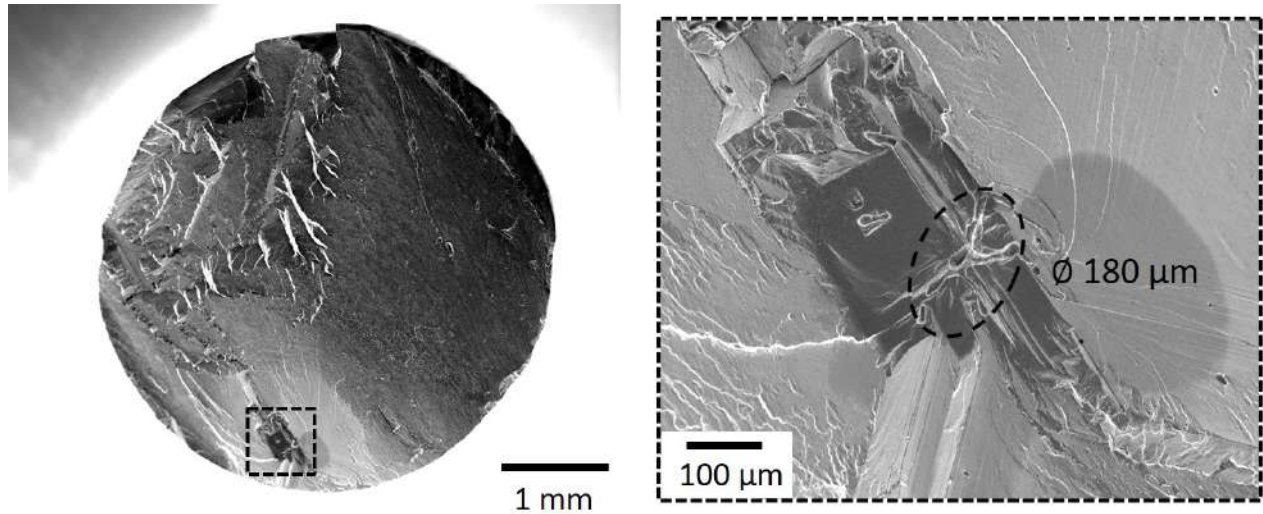


FIGURE 9.2 – Observations MEB-FEG en mode SEI d'un faciès de rupture obtenu et le site d'amorçage identifié pour un essai de LCF à 700°C sur la version SX.

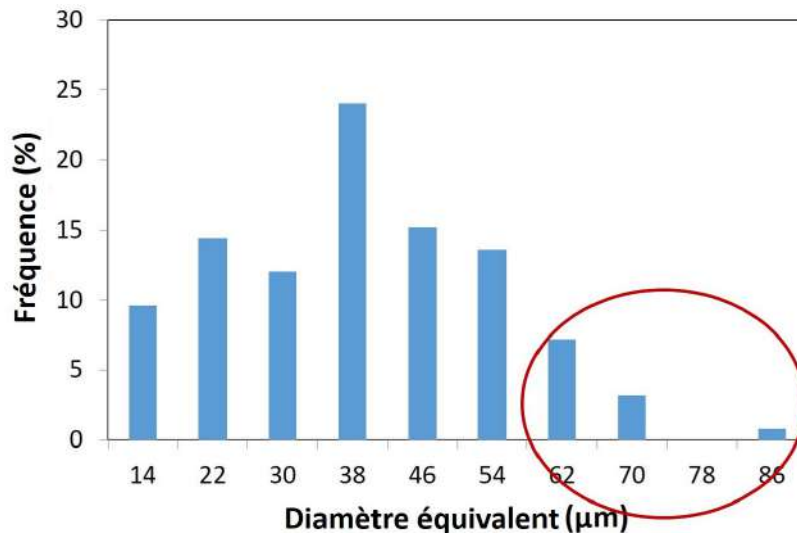


FIGURE 9.3 – Distribution de la taille des pores présents dans la version SX.

Les mêmes conclusions peuvent être faites pour les essais de LCF de l'AD730<sup>TM</sup> HC : l'amorçage se fait sur les plus grands éléments présents dans la microstructure (les grains dans ce cas-là) à 450°C et aux interfaces  $\gamma_I$ /joints de grains à 700°C. **L'un des premiers éléments favorisant l'amorçage de fissures sur inclusions est donc l'environnement. Ces amorçages sur particules ont été observés quand les effets de l'environnement sont peu présents – soit à 450°C et sous vide.**

### 9.1.2 L'oxydation des inclusions

#### Impact sur l'expansion volumique et le champ de contraintes local généré

Dans un premier temps, il est important de rappeler qu'avant de lancer un essai de LCF, un maintien en température est nécessaire pour stabiliser l'ensemble du système. Par conséquent, la montée en température suivie de ce maintien équivaut à environ trois heures. Les inclusions sont donc déjà oxydées avant chargement. Elles ont donc un état correspondant à environ 3 heures d'oxydation statique (cf. Chapitre 5). Selon la température, ce ne sont pas les mêmes éléments chimiques et par conséquent pas les mêmes parties des carbonitrides qui sont affectées. En effet, c'est la gangue riche en Nb qui s'oxyde préférentiellement à 450°C pour l'alliage STD et le cœur et la gangue pour la version HC, alors que c'est plutôt le Ti des cœurs à 700°C. Leur oxydation s'accompagne d'une expansion volumique. Par exemple, le coefficient d'expansion volumique d'un NbC s'oxydant en  $Nb_2O_5$  est d'environ 2. Celui d'un TiN se transformant en rutile est d'environ 1.64. Des champs de contraintes locaux se créent donc au sein des inclusions et à leur voisinage. L'équation de Selsing (Equation 4.10) permet d'avoir un ordre de grandeur des contraintes locales générées par les écarts de dilatation thermique entre les inclusions et la matrice sur une plage de températures donnée. Les calculs révèlent que les inclusions – quelle que soit leur nature – sont mises en compression par rapport à la matrice et que ce sont les NbC qui sont les plus affectés. Les valeurs de pressions hydrostatiques  $p_{Selsing}$  sont calculées avec l'Equation de Selsing pour des NbC purs incrustés dans une matrice infinie isotrope d'AD730<sup>TM</sup> STD ou dans un TiN. Elles peuvent être comparées avec les contraintes seuils  $\sigma_{seuil}$ , au-delà desquelles la fissuration des carbonitrides peut se produire, obtenues avec l'essai de traction in situ réalisé sur éprouvette non pré-oxydée à température ambiante et sous vide. La Table 9.1 répertorie ces données :

T (°C)	$p_{SelsingNbC/\gamma}$ (MPa)	$p_{SelsingNbC/TiN}$ (MPa)	$\sigma_{seuil}$ (MPa)
450	-691	-340	entre 800 et 850
700	-1092	-539	

TABLE 9.1 – Contraintes induites par les écarts de dilatation thermique entre les inclusions pures et la matrice après un chauffage à 450°C et 700°C. Contraintes seuils nécessaires pour fissurer les carbonitrides en traction à température ambiante et sous vide.

D'après l'essai de traction in situ, il faut une contrainte appliquée d'environ 800-850 MPa pour fissurer les carbonitrides sur toute leur longueur (cœur + gangue). Or une oxydation statique d'un NbC inséré dans une matrice à 450°C génère des contraintes internes de compression proches de 700 MPa. En simplifiant la gangue par un NbC et le cœur par un TiN, le seuil de fissuration de la gangue oxydée est donc presque atteint après une simple chauffe à 450°C. Comme celle-ci est également mise en compression par le cœur, la contrainte vue par le NbC oxydé dépasse très probablement le seuil de fissuration de 850 MPa. Ceci expliquerait pourquoi la gangue oxydée se fissure à 450°C dans l'alliage STD. Les mêmes conclusions peuvent être tirées pour les carbonitrides exposés à 700°C : l'oxydation pure est suffisante pour fissurer la couche d'oxyde sur la gangue.

Concernant le cœur, il peut être simplifié par un TiN incrusté dans un NbC. Lors de son oxydation, il est alors mis en traction par ce dernier. La contrainte interne générée est de 340 MPa à 450°C et de 539 MPa à 700°C. La contrainte seuil n'est donc pas atteinte et le cœur oxydé ne se fissure pas. De plus, les différences de coefficients de dilatation thermique et d'expansion volumique entre le cœur et la gangue ainsi qu'entre la gangue oxydée et la matrice affaiblissent probablement les interfaces et des décohésions apparaissent.

Concernant les inclusions présentes dans l'alliage HC, il n'est pas possible de faire le même parallèle avec les essais de traction in situ. En effet, ces essais ont uniquement été réalisés sur l'AD730<sup>TM</sup> STD. Or l'ajout de carbone va favoriser la formation de carbures et consommer les éléments  $\gamma'$ -gènes tels que le Ti. Par conséquent, la fraction volumique et la taille des précipités primaires  $\gamma'_I$  peuvent être modifiées. Les mécanismes de relaxation au voisinage des inclusions peuvent alors être différents et les seuils de contraintes modifiés. Néanmoins, la fissuration se produit dans le cœur oxydé qui contient du Nb à 450°C et dans la gangue à 700°C, qui contient également du Nb. Il est intéressant de noter qu'aucune décohésion aux interfaces cœur/gangue n'a été observée dans la version HC. Ceci est probablement dû à la présence de Nb dans ces deux parties, ce qui assure une certaine continuité de la chimie. Par conséquent, la présence de Nb semble être un paramètre important. En effet, sa présence dans une inclusion entraîne :

- l'oxydation du Nb en  $Nb_2O_5$  dès 450°C.
- la fissuration de ces oxydes.
- la décohésion de l'interface cœur oxydé/gangue oxydée quand il y a du Nb uniquement dans la gangue.

### Conséquence de la fissuration des oxydes de Nb

Les parties riches en Nb s'oxydent rapidement en température et la couche d'oxyde formée se fissure. Néanmoins, bien que les couches d'oxyde soient endommagées, les particules restent intactes en-dessous. Par conséquent, les carbonitrides ne sont pas fissurés dans la profondeur. Des essais de traction in situ ont été réalisés sur éprouvettes pré-oxydées pendant 3h à 450°C et à 700°C afin d'évaluer l'impact de la gangue pré-fissurée sur les seuils de contrainte et les mécanismes d'amorçage. Les résultats ont montré un effet bénéfique de l'oxydation à 450°C et néfaste à 700°C sur l'amorçage de fissures sur les carbonitrides (cf. Paragraphe 7.2.3). En effet, l'amorçage de fissures en fonction de la déformation totale semble être ralenti à 450°C. Il est possible que la fissuration de la couche d'oxyde ait permis de relaxer localement les contraintes. Elle peut alors être comparée à un trou comme illustré en Figure 9.4. Elle ne reprend donc pas la charge mécanique.

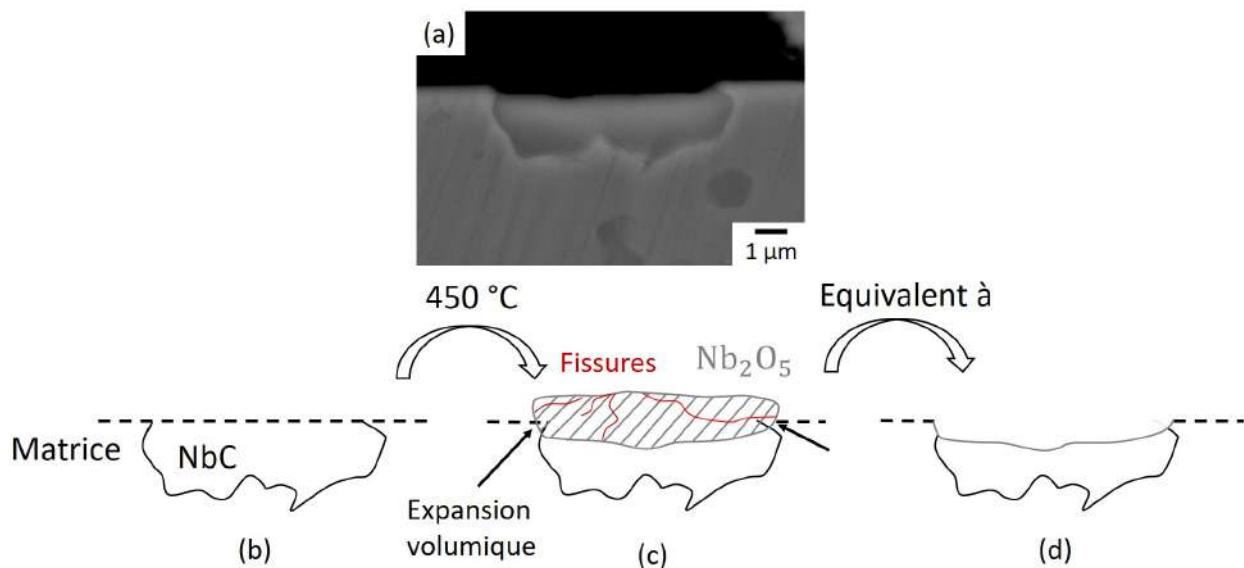


FIGURE 9.4 – (a) Image MEB en mode BSE d'une coupe transverse d'une inclusion de l'alliage HC oxydée pendant 24h à 450°C dont la couche d'oxyde est partie. Scénario montrant (b) le carbure à l'état initial, (c) après oxydation à 450°C et (d) l'état équivalent où la couche d'oxyde correspond à un trou.

A l'inverse, la fissuration des particules semble être accélérée à 700°C. L'oxydation du Ti en rutile  $TiO_2$  résulte en une expansion volumique importante mais n'entraîne pas de fissuration du cœur. Les contraintes ne sont donc pas relaxées dans ce cas-là. Par conséquent, la présence de Nb semble finalement être bénéfique, à l'inverse de celle de Ti. De plus, quand le Nb est présent dans le cœur et la gangue, il permet d'éviter une décohésion de cette interface. Ce qui n'est pas le cas avec le Ti. En effet, celui-ci est présent dans les deux parties du carbonitride et des décohésions de l'interface cœur/gangue ont été observées dans l'alliage STD. **La présence de Nb dans les inclusions serait donc un paramètre retardant l'amorçage de fissures à 450°C.**

### 9.1.3 Impact des amplitudes de déformation/contrainte appliquées

#### A 450°C

##### Sur la durée d'amorçage

Comme vu précédemment, sous air, les amorçages sur inclusions ont uniquement été observés dans l'alliage STD à 450°C à taux de déformation appliqués élevés. En effet, un seuil de transition du mécanisme d'amorçage a été remarqué. A faibles taux de déformation appliqués, les sites d'amorçage identifiés correspondent à des facettes cristallographiques. En revanche, pour des taux plus élevés, les fissures amorcent sur les inclusions. **Le taux de déformation/contrainte appliqué est donc également un facteur pouvant favoriser l'amorçage sur inclusions.**

D'après le Paragraphe 9.1.2, les couches d'oxydes riches en Nb sont déjà fissurées avant essai. Néanmoins, les carbonitrides en-dessous sont intacts. Les essais de traction in situ ont montré qu'il faut appliquer une certaine contrainte pour commencer à les fissurer. Bien qu'il soit difficile de comparer les essais de traction in situ avec ceux de LCF, il est quand même possible d'avoir un ordre de grandeur. D'après les essais de traction in situ réalisés sous vide à température ambiante présentés au Chapitre 7.2, les carbonitrides se fissurent dans le domaine macro-élastique. Pour l'éprouvette pré-oxydée à 450°C pendant 3h, la première inclusion s'est fissurée à 700 MPa, ce qui correspond à une déformation totale  $\varepsilon_t \simeq 0.44\%$ . Ces valeurs seuils peuvent alors permettre d'établir si les inclusions se fissurent ou non lors des différents essais de fatigue effectués. Il convient alors de déterminer la valeur de déformation totale  $\Delta\varepsilon_t$  correspondant à la valeur de contrainte seuil.

A l'aide des essais de traction in situ, le seuil de contrainte a été évalué à 700 MPa à 450°C. La figure 9.5 présente les courbes de traction monotone et de comportement cyclique obtenues pour l'AD730<sup>TM</sup> STD aux deux températures étudiées. Les demi-amplitudes de contrainte ont été relevées à mi-vie à 450°C et au deuxième cycle à 700°C mais également à mi-vie pour mettre en évidence l'adoucissement du matériau. L'objectif étant ici de déterminer quand le seuil de fissuration des inclusions est atteint lors des essais de LCF, il est plus judicieux de considérer les courbes relevées au deuxième cycle plutôt qu'à mi-vie à 700°C étant donné que les valeurs sont plus élevées.

Le seuil de fissuration des inclusions à 450°C équivaut à une déformation totale d'environ 0.39%. Par conséquent, tous les essais réalisés à une déformation totale supérieure à cette valeur verront des carbonitrides se fissurer. Les essais ayant été menés pour  $\Delta\varepsilon_t$  compris entre 0.76% et 1.14%, les inclusions se fissurent quel que soit le taux de déformation appliqué. De plus, la contrainte maximale atteinte lors du premier cycle des différents essais de LCF réalisés est comprise entre 1162 MPa et 1206 MPa. Par conséquent, le seuil est atteint lors du premier quart de cycle. La fissuration des inclusions est donc instantanée à 450°C, quel que soit le taux de déformation appliqué.



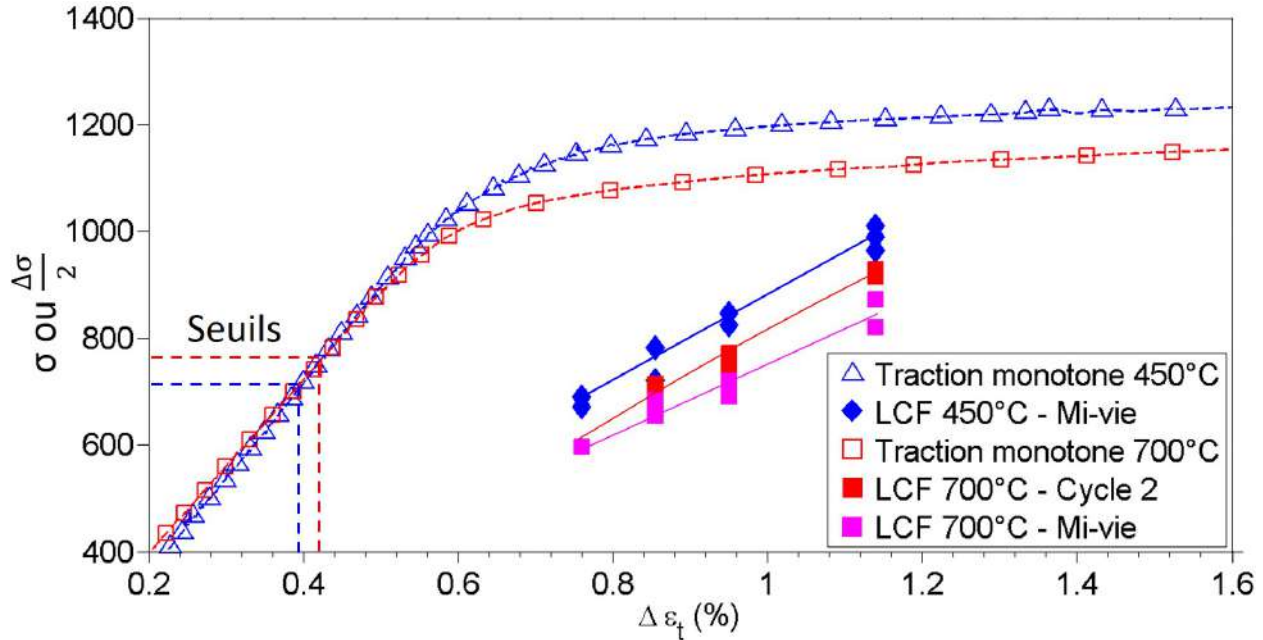


FIGURE 9.5 – Courbes de traction monotone et courbes de comportement cyclique obtenues à 450°C et 700°C pour l’alliage STD.

Ces résultats suggèrent donc que les inclusions se fissurent précocement pour tous les essais de LCF réalisés à 450°C. Il serait alors attendu à ce que les sites d’amorçage identifiés soient tous des carbonitrides. Or, pour de faibles de taux de déformation appliqués, les sites d’amorçage identifiés sont les facettes cristallines. Cette observation indique donc que :

- une fissuration précoce des carbonitrides n’entraîne pas nécessairement un amorçage principal (fissure menant à la rupture) sur inclusions.
- la transmission de la fissure du carbonitride à la matrice se fait très difficilement à faibles taux de  $\Delta\varepsilon_t$ . Dans ce cas, la durée nécessaire pour que la fissure commence à se propager depuis une inclusion est plus longue que la durée nécessaire pour amorcer une fissure par accumulation de bandes de glissement. Le type d’amorçage est donc gouverné par les paramètres favorisant la transmission de la fissure à la matrice. Le taux de déformation/contrainte appliqué en fait donc partie.

Ces observations expliquent également les résultats obtenus sur les éprouvettes pré-déformées en traction à  $\varepsilon_t \simeq 0.8\%$  puis testées en fatigue (cf. Section 8.3). Effectivement, aucun effet de la pré-traction et donc de la pré-fissuration des carbonitrides sur les durées de vie n’avait été observé, en accord avec l’analyse précédente.

#### Sur la durée d’amorçage critique

Les essais de fissuration sur l’AD730<sup>TM</sup> STD présentés au Chapitre 2.3.3 et en Annexe A ont mis en évidence que la durée de vie totale de l’éprouvette est majoritairement gouvernée par :

- la durée d’amorçage critique à faibles amplitudes de déformation/contrainte appliquées.
- la durée de propagation à taux élevés.

L'augmentation de l'amplitude de contrainte a pour conséquence de raccourcir la durée d'amorçage critique. Pour des amplitudes de contrainte faibles, le transfert de la fissure à la matrice ne se fait pas facilement (cf. Chapitre 7.2). Il dépend notamment de la contrainte locale en pointe de fissure et de l'orientation cristallographique des grains voisins. Dans ces conditions, la contrainte en pointe de fissure est assez faible et la fissure passe la majorité de sa durée de vie en amorçage. Pour finir, les sites d'amorçage correspondent à des facettes cristallines à faibles amplitudes (cf. Paragraphe 8.1.3). Par conséquent, la durée pour atteindre la longueur de fissure critique depuis une inclusion est probablement plus longue que celle nécessaire pour l'atteindre par accumulation de bandes de glissement au sein de gros grains.

En revanche, pour des amplitudes de contraintes plus élevées, la propagation de la fissure depuis l'inclusion vers la matrice se fait plus rapidement. En effet, la contrainte en pointe de fissure est plus élevée et la longueur de fissure critique est donc rapidement atteinte. Dans ces conditions, la durée de vie est alors gouvernée par la durée de propagation. Néanmoins, la durée d'amorçage critique intragranulaire reste significativement longue et correspond à une grande partie de la durée de vie totale.

Sous vide, le facteur d'intensité de contraintes seuil est plus élevé que sous air. Par conséquent la longueur de fissure critique à atteindre est très grande. La propagation de la fissure de l'inclusion à la matrice se faisant donc difficilement, c'est l'accumulation des bandes de glissement au sein des gros grains qui gouverne le mécanisme d'amorçage.

## A 700°C

### Sur la durée d'amorçage

Les essais de traction in situ réalisés sur une éprouvette oxydée à 700°C pendant 3h ont permis de déterminer le seuil de contrainte nécessaire pour fissurer les inclusions. Elle est de l'ordre de 750 MPa. D'après la Figure 9.5, ce seuil de contrainte équivaut à environ 0.41% de déformation totale. Par conséquent, le seuil est dépassé pour tous les essais menés et les inclusions se fissurent. Le pourcentage de carbonitrides fissurés augmente rapidement avec le taux de déformation (cf. Figure 7.21). De plus, la contrainte maximale atteinte au premier cycle est comprise entre 1145 MPa et 1172 MPa. Il y a donc également fissuration lors du premier quart de cycle à 700°C. Néanmoins, aucun amorçage sur inclusion n'a été observé à 700°C sous air. En effet, les effets de l'environnement étant prédominants à cette température, les fissures s'amorcent aux interfaces précipités primaires  $\gamma'_I$ /joints de grains. En revanche, elles sont à l'origine de la rupture des éprouvettes sous vide à des amplitudes de contrainte élevées. Aucun essai n'ayant été effectué à faibles taux, il n'est pas possible de conclure sur la présence d'une transition de mode d'amorçage à 700°C sous vide.

### Sur la durée d'amorçage critique

Sous air à 700°C, la durée de vie totale des éprouvettes est majoritairement contrôlée par la durée d'amorçage critique. Les analyses précédentes ont montré que la fissuration des inclusions est également instantanée à cette température. Cependant, la longueur de fissure critique à atteindre est élevée et la propagation de la fissure depuis les inclusions vers la matrice se fait difficilement. Les observations des faciès de rupture ont montré que les fissures s'amorcent aux interfaces  $\gamma'_I$ /joints de grains. Ce sont donc des petits éléments microstructuraux. La longueur de fissure initiale est alors très petite (entre 1  $\mu\text{m}$  et 2  $\mu\text{m}$ ). Néanmoins, les effets de l'environnement ne sont pas négligeables à cette température et les joints de grains sont fragilisés. Par conséquent, ils deviennent des chemins préférentiels pour les fissures et le facteur d'intensité de contrainte en pointe de fissure nécessaire pour s'y propager est plus faible. C'est pourquoi, bien que la taille initiale de l'amorçage soit très petite, la durée d'amorçage critique est vraisemblablement plus courte que dans le cas d'un amorçage sur inclusions. Elle contribue néanmoins à la plus grande majorité de la durée de vie totale.

Sous vide à 700°C, le facteur d'intensité de contraintes seuil est relativement faible. La longueur de fissure critique l'est donc également. Par conséquent, une certaine partie de ces carbonitrides se fissure lors du premier cycle et la propagation peut alors se faire dès le deuxième cycle. La durée de vie est donc gouvernée par la durée de propagation.

#### 9.1.4 Localisation et orientation des inclusions

Les amorçages sur inclusions ont été observés sous air à 450°C dans la version STD et sous vide à 700°C sur éprouvettes pré-oxydées dans les alliages STD et HC. Ils ont tous eu lieu en surface ou en sous-couche, quel que soit le taux de déformation appliqué. Il a été remarqué que quand il se produit en surface, les inclusions responsables de l'amorçage ont une longueur débouchante bien inférieure à leur longueur dans la profondeur. La Figure 9.6 montre les carbonitrides surfaciques responsables de la rupture de l'éprouvette. Par exemple, la Figure 9.6.b montre une particule qui, vue depuis la surface, ne ferait que 3 µm de longueur. Elle est cependant douze fois plus longue dans la profondeur. Ces configurations semblent donc être particulièrement propices à l'amorçage et à la propagation de fissures. C'est vraisemblablement lié à l'oxydation de ces inclusions. En effet, comme les coupes transverses l'ont montré, une couche d'oxyde se forme sur plusieurs micromètres dans la profondeur des carbonitrides. Dans cette configuration, l'expansion volumique alors engendrée en sous-couche met la matrice en tension et favoriserait la propagation de la fissure.

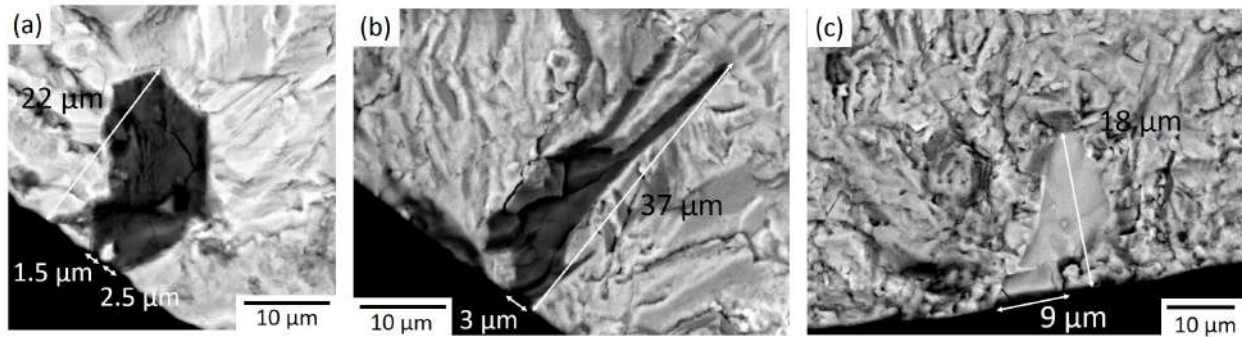


FIGURE 9.6 – Images MEB en mode BSE de sites d'amorçage sur inclusions pour des essais sur la nuance STD (a) à 450°C sous air et à 700°C sous vide sur éprouvettes pré-oxydées des alliages (b) STD et (c) HC.

Les premiers endommagements de carbonitrides ont pu être observés avec les essais de traction in situ. Ils ont révélé que les premières inclusions à se fissurer sont celles qui apparaissent à la surface comme étant très allongées selon la perpendiculaire à la direction de sollicitation. La Figure 9.7 montre les premières inclusions à s'être fissurées sur les éprouvettes avec et sans pré-oxydation. La direction de sollicitation est indiquée. Ces configurations sont donc favorables à un amorçage de fissures précoce. **La localisation ainsi que la morphologie et l'orientation des inclusions par rapport à la direction de sollicitation sont des paramètres qui favorisent un amorçage sur ces particules. Les carbonitrides peu débouchants en surface et allongés dans la profondeur perpendiculairement à la direction de chargement sont des sites privilégiés.**

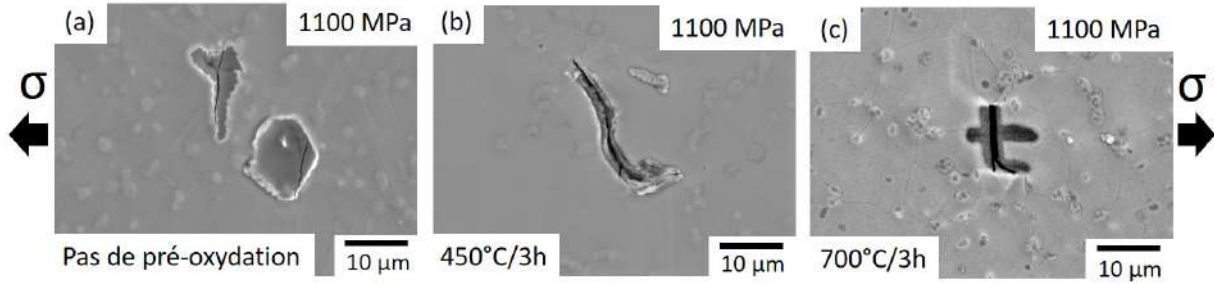


FIGURE 9.7 – Images MEB en mode BSE + SEI des premières inclusions observées qui se sont fissurées lors d'un essai de traction in situ pour les éprouvettes (a) non-pré-oxydées (flèche noire) et pré-oxydées à (b) 450°C et (c) 700°C. Images prises pour une contrainte appliquée de 1100 MPa.

### 9.1.5 Taille des inclusions

L'étude des sites d'amorçage dans l'alliage STD a révélé que toutes les inclusions à l'origine de la rupture des éprouvettes ont un diamètre de Féret supérieur ou égal à 20 μm. D'après la Figure 9.8.a, elles font partie de la queue de distribution de taille des particules et les plus grandes peuvent atteindre jusqu'à 30 μm. Elles sont également les éléments microstructuraux les plus grands présents dans la version STD, étant donné que les plus gros grains ont été mesurés à 25 μm de diamètre équivalent (Figure 9.8.b).

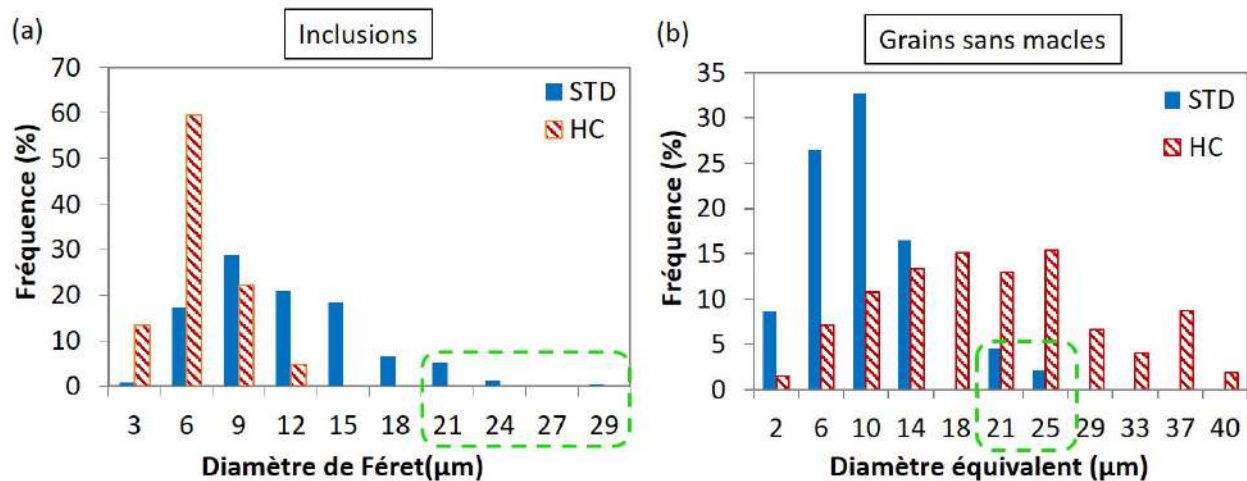


FIGURE 9.8 – Distributions de taille (a) des inclusions et (b) des grains pour les alliages STD et HC.

Dans la version HC, bien que la densit  des inclusions soit beaucoup plus importante, aucun amor age sur particules n'a  t  observ . Ceci peut  tre expliqu  par une taille des carbonitrides globalement plus petite, r sultat d'une billette provenant d'un lingot beaucoup plus petit que celui de la nuance STD (190 mm contre 500 mm de diam tre, respectivement). En effet, les plus grandes inclusions pr sentes dans l'alliage HC ont  t  mesur es   14 μm (Figure 9.8.a). En revanche, il existe des grains bien plus grands allant jusqu'  40 μm (Figure 9.8.b). Les plus grands  l ments microstructuraux se trouvent donc parmi les grains dans la version HC. La taille des inclusions par rapport aux autres  l ments microstructuraux – particuli rement les grains – est donc un param tre influen ant l'amor age de fissures sur celles-ci. **Dans l'AD730<sup>TM</sup> STD, les carbonitrides ayant men    la rupture de l' prouvette ont un diam tre de F ret sup rieur ou  gal   20 μm.**

Néanmoins, l'AD730<sup>TM</sup> HC présente de nombreux alignements d'une longueur supérieure à 20  $\mu\text{m}$  qui pourraient apparaître comme des sites d'amorçage privilégiés. De plus, comme vu au Paragraphe 9.1.3, la fissuration des carbonitrides est instantanée. Il est donc étonnant qu'aucune rupture d'éprouvette n'ait été causée par un alignement d'inclusions dans la version HC. L'étude des paramètres favorisant la propagation de fissure est donc nécessaire pour comprendre cette particularité.

## 9.2 Paramètres favorisant la propagation de fissure depuis une inclusion

### 9.2.1 Orientation des alignements par rapport à la direction de sollicitation

#### Coalescence de fissures

*F. Alexandre* distingue deux types d'alignements [72] :

- une configuration bénéfique où la coalescence de fissures est limitée car les fissures vont se superposer et la propagation est ralentie (Figure 9.9.a).
- une configuration néfaste où la coalescence de fissures et la formation de fissures longues sont facilitées (Figure 9.9.b).

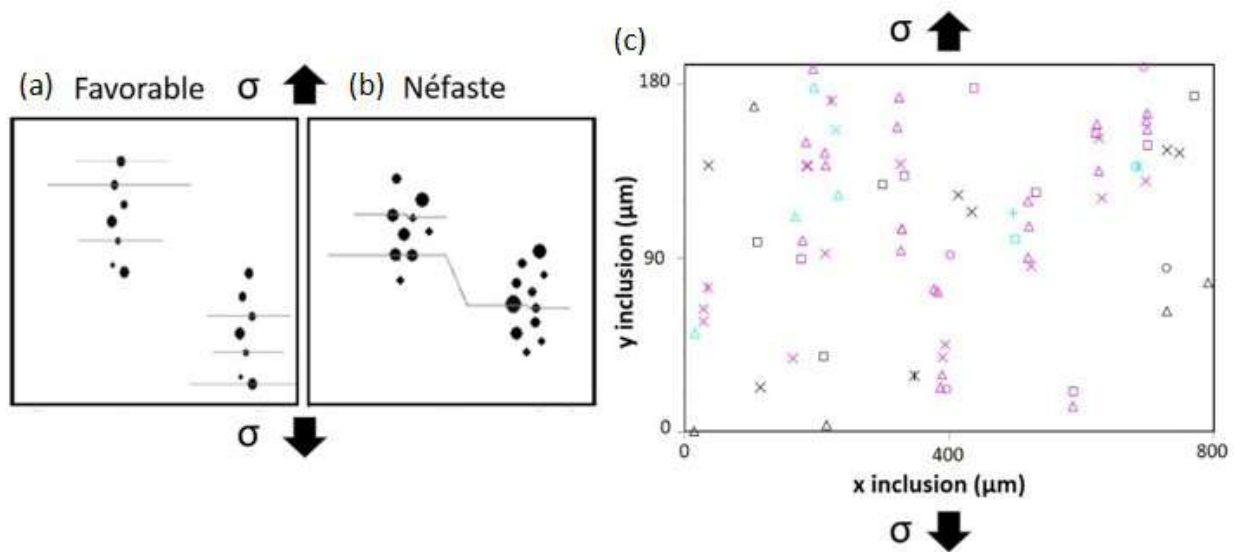


FIGURE 9.9 – Schémas des configurations d'alignements d'inclusions (a) bénéfiques et (b) néfastes à la tenue en fatigue. (c) Distribution spatiale des inclusions selon la direction de chargement dans l'alliage HC correspondant à une configuration bénéfique.

Pour les résultats de LCF précédemment présentés à 450°C et 700°C (sous air et sous vide) sur l'AD730<sup>TM</sup> HC, les alignement d'inclusions étaient tous orientés parallèlement à la direction de sollicitation mécanique (Figure 9.10). Pour rappel, les fissures s'amorcent et se propagent perpendiculairement à la direction de chargement  $\sigma$ . Elles correspondent donc à la configuration bénéfique. Et c'est l'accumulation des bandes de glissement dans les gros grains ou aux joints de macles qui contrôle le mécanisme d'amorçage.

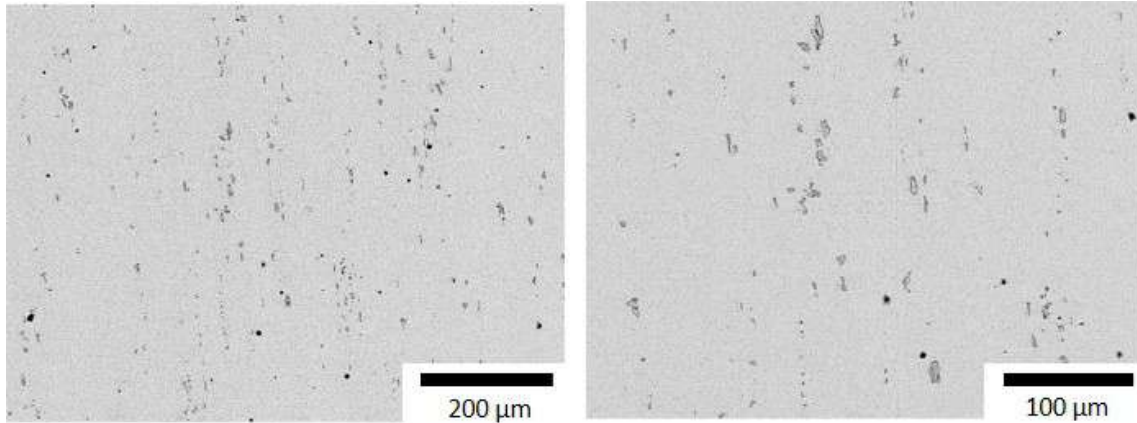


FIGURE 9.10 – Images MEB en mode BSE montrant les alignements d'inclusions dans l'alliage HC après une oxydation à 450°C pendant 3h.

Afin d'évaluer l'impact d'une configuration néfaste d'alignements d'inclusions, des éprouvettes ont été prélevées dans le sens transverse. Les alignements sont donc perpendiculaires à la direction de chargement et parallèles à la direction de propagation des fissures. Pour déterminer l'effet sur la durée de vie, des essais de LCF ont ensuite été réalisés dans les mêmes conditions que précédemment.

#### Influence de l'anisotropie de l'alliage HC

Le Figure 9.11 donne les courbes de Wöhler obtenues pour des essais de LCF réalisés à 450°C et 700°C sur des éprouvettes de l'alliage HC prélevées dans le sens longitudinal ( $HC_L$ ) et dans le sens transversal ( $HC_T$ ) de la billette. Les essais effectués sur les éprouvettes où les alignements sont dans la configuration néfaste ont montré un abattement significatif de la durée de vie :

- A 450°C, la durée de vie est divisée de moitié.
- A 700°C, un abattement de 10 à 30 fois la durée de vie des éprouvettes correspondant au cas bénéfique.

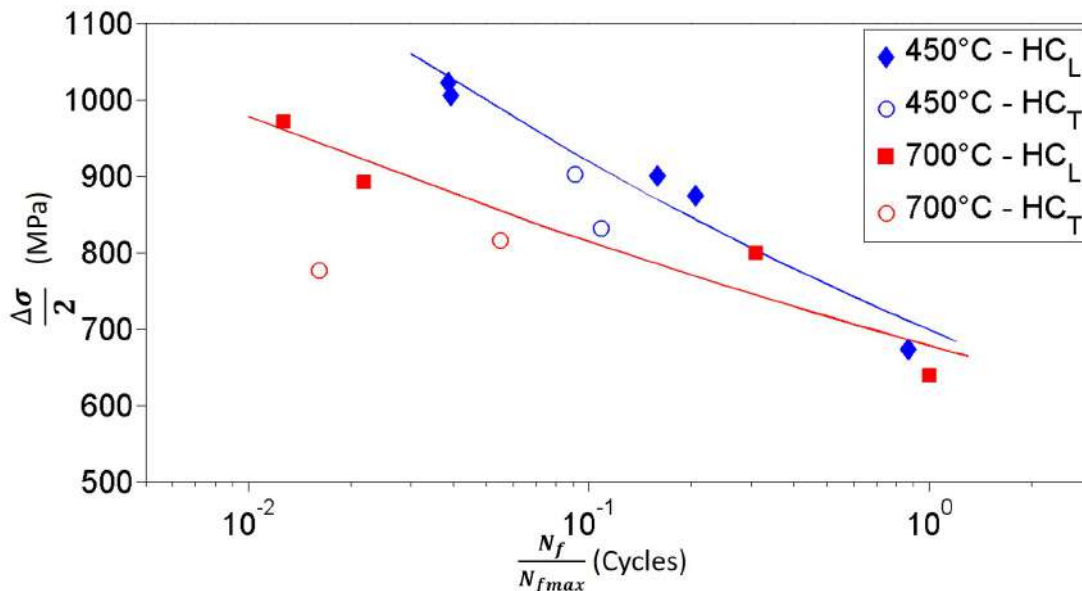


FIGURE 9.11 – Courbes de Wöhler obtenues pour des essais de LCF réalisés sur des éprouvettes d'AD730<sup>TM</sup> HC prélevées dans le sens longitudinal (symboles pleins) et transverse (symboles vides) de la billette.

L'observation des faciès de rupture a révélé que pour les deux températures étudiées, les sites d'amorçage principaux correspondent à des alignements d'inclusions allant de 38  $\mu\text{m}$  à 360  $\mu\text{m}$ . Il est intéressant de remarquer que les alignements responsables de la rupture des éprouvettes à 450°C sont significativement plus longs que ceux à 700°C. Ce phénomène est vraisemblablement dû aux effets de l'environnement qui fragilisent les joints de grains et favorisent la propagation intergranulaire. Le transfert de la fissure à la matrice se fait donc plus facilement via ces chemins. De plus, sur certaines éprouvettes testées à 700°C, des sites d'amorçage secondaires correspondant à une amorce de fissure aux interfaces  $\gamma'_I$ /joints de grains ont été observés. Il y a donc compétition entre ces deux mécanismes à 700°C. Ces résultats confirment bien que **la configuration des alignements et notamment leur direction est un paramètre clé favorisant la propagation de fissures par coalescence. La durée de vie est fortement impactée quand ils sont alignés perpendiculairement à la direction de chargement.**

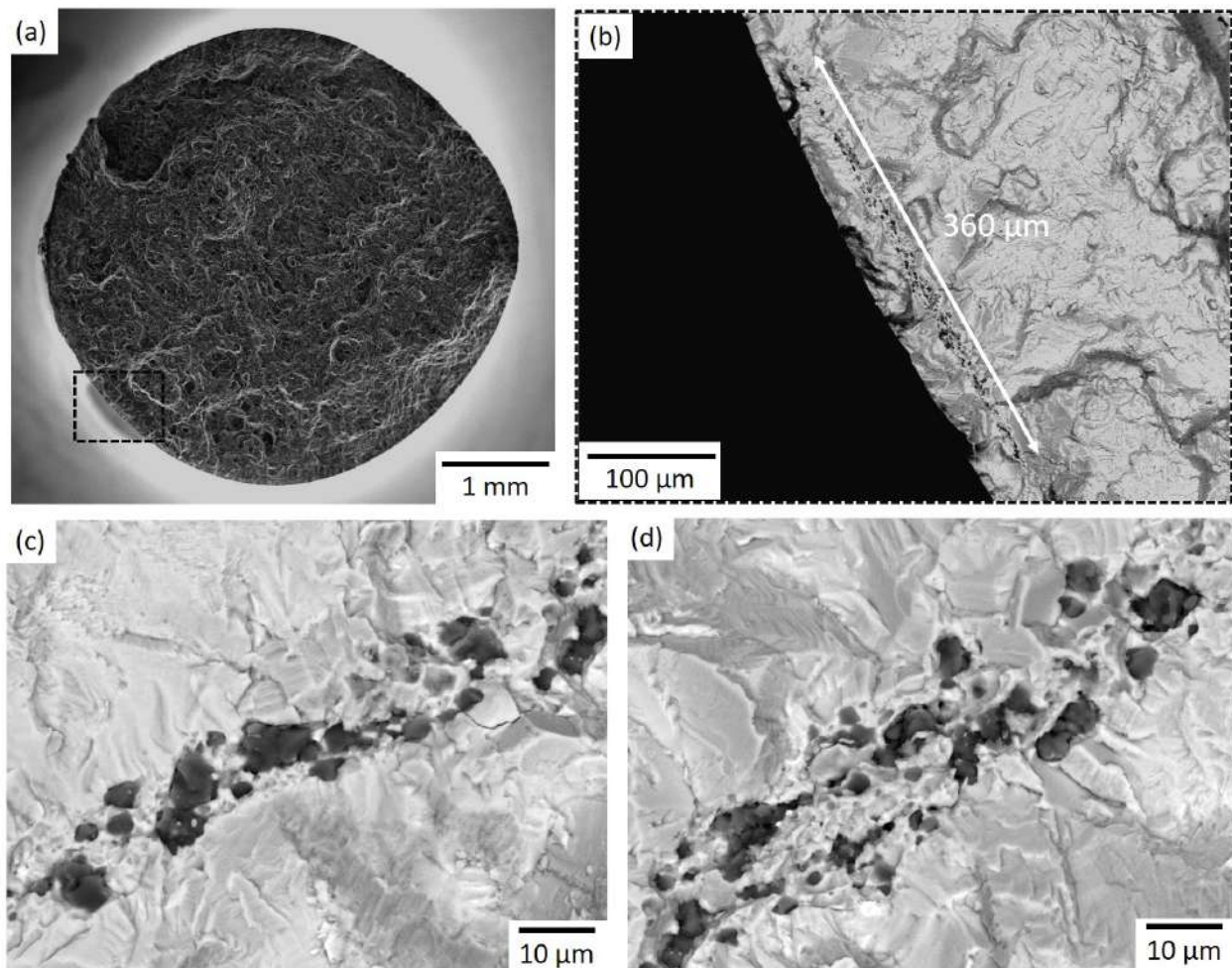


FIGURE 9.12 – Observations MEB (a) d'un faciès de rupture obtenu (en mode SEI) et (b) du site d'amorçage principal identifié (en mode BSE) pour un essai de LCF sur l'alliage HC transverse à 450°C. (c) et (d) Zoom sur les alignements d'inclusions du site d'amorçage principal.

### 9.2.2 L'environnement et le taux de déformation/contrainte appliqué

Les essais de fissuration réalisés sur l'AD730<sup>TM</sup> STD sous air (cf. Section 8.4 et Annexe A) ont montré que :

- le facteur d'intensité de contrainte seuil  $\Delta K_{seuil}$  est plus élevé à 700°C.
- la longueur de fissure critique  $a_c$  à atteindre pour se propager est plus grande à 700°C qu'à 450°C.
- la durée de vie est gouvernée par la durée d'amorçage critique à faibles amplitudes de contrainte  $\Delta\sigma$  à 450°C et 700°C.
- la durée de vie est gouvernée par la durée de propagation à  $\Delta\sigma$  élevés à 450°C et 700°C.
- la vitesse de propagation dans le domaine de Paris est plus élevée à 700°C.

A faibles taux de déformation/amplitude de contrainte appliqués, la durée de vie est largement dominée par la durée d'amorçage critique. A  $\Delta\varepsilon_t$  constant, elle est plus longue à 700°C qu'à 450°C. Ceci est dû au fait que le facteur d'intensité de contrainte seuil  $\Delta K_{seuil}$  est plus élevé à 700°C. Il faut donc que la longueur de fissure critique soit plus grande pour que la fissure commence à se propager. Or, les fissures s'amorcent aux interfaces  $\gamma_I$ /joints de grains à 700°C. Par conséquent, la taille de fissure initiale est très petite comparée à celle à 450°C et la durée d'amorçage critique est plus longue.

A taux de déformation/amplitude de contrainte élevés, la durée de vie est gouvernée par la durée de propagation. A  $\Delta\varepsilon_t$  constant, elle est plus courte à 700°C qu'à 450°C. Néanmoins, la vitesse de propagation dans le domaine de Paris est plus élevée à 700°C et les effets de l'environnement tels que la fragilisation des joints de grains sont également associés à des vitesses de propagation élevées. En effet, la Figure 9.13 montre les faciès obtenus proche du  $\Delta K_{seuil}$  et dans le domaine de Paris après un essai de fissuration sous air à 700°C. La propagation semble intergranulaire et les joints de grains oxydés. Ceci explique l'intersection des deux courbes de LCF à 450°C et à 700°C données en Figure 9.14. **L'environnement et l'amplitude de déformation/contrainte appliquée sont donc des facteurs influençant les vitesses de propagation. Ces vitesses seront plus rapides pour des amplitudes élevées et à hautes températures.**

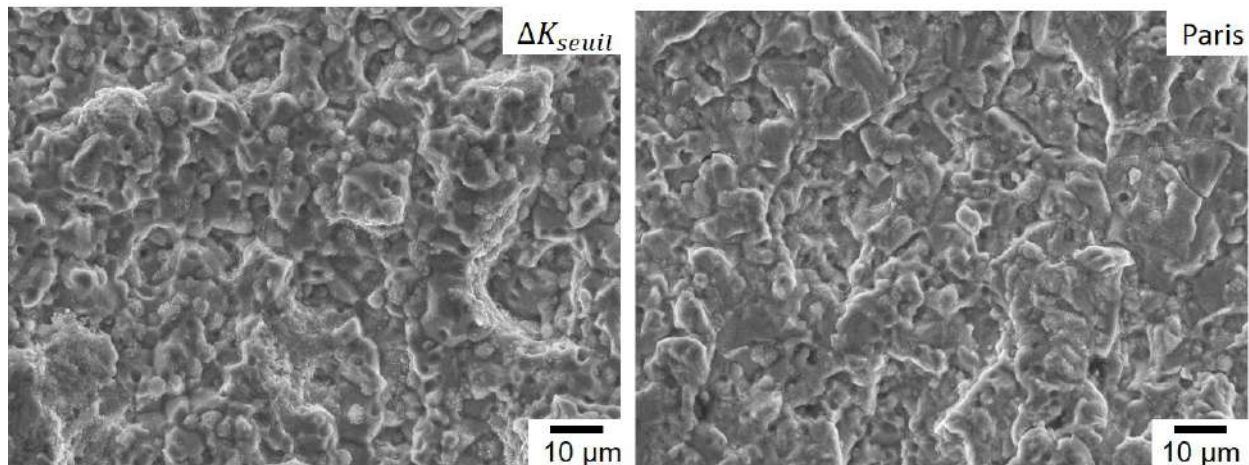


FIGURE 9.13 – Faciès d'une éprouvette CT après un essai de fissuration à 700°C sous air.



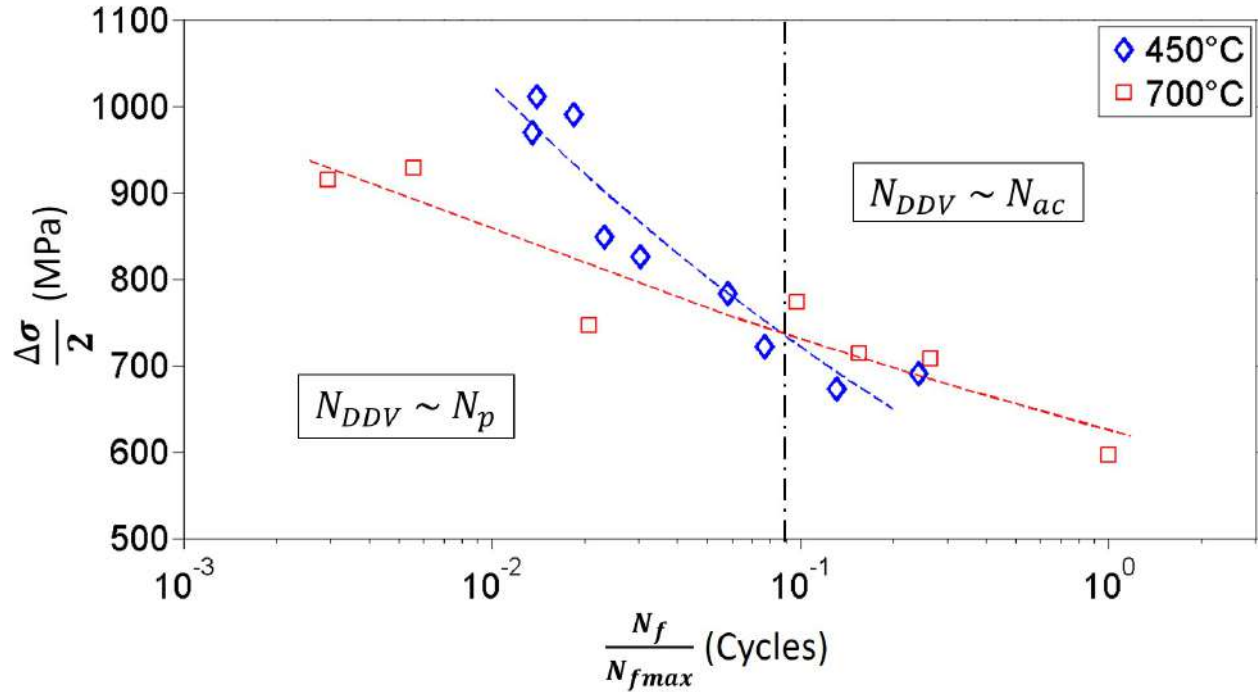


FIGURE 9.14 – Courbes de Wöhler obtenues pour l’alliage STD à 450°C et à 700°C.

### 9.2.3 Taille des inclusions et présence d’une gangue

Que ce soit dans l’alliage STD ou la version HC, les carbonitrides sont enrobés d’une gangue de Nb. Celle-ci gonfle sous l’effet de l’oxydation et met la matrice en tension. Cette expansion volumique peut générer une zone plastique autour de l’inclusion. Les calculs effectués à la Section 5.3 ont montré que :

- le rayon de plasticité généré à 700°C est plus grand qu’à 450°C – quelle que soit la nature de l’inclusion.
- les NbC sont les particules entraînant la plus grande plasticité de la matrice.

Le rayon induit dépend donc de la taille et de la nature de l’inclusion ainsi que de la température. Une grande particule va alors plastifier la matrice sur un rayon plus important. Or, l’interface entre le carbonitride et la matrice se fait par la gangue qui peut être comparée à un NbC. C’est donc la largeur de la gangue qui va jouer un rôle. Plus celle-ci sera large, plus le champ de contraintes local généré sera important. La décohésion de l’interface et la propagation transgranulaire seront alors favorisées. **La taille des inclusions et la largeur de la gangue en NbC sont donc des paramètres favorisant la propagation depuis les carbonitrides.**

## 9.3 Scénarios d'endommagement en fatigue proposés

### 9.3.1 Quand l'impact de l'environnement est limité

Les paramètres favorisant un amorçage sur inclusions et la propagation depuis celles-ci ont pu être dégagés. Ce sont globalement les mêmes facteurs qui régissent les deux mécanismes :

- l'environnement (la température, sous air ou sous vide).
- la composition chimique des inclusions et notamment la teneur en Nb et Ti.
- le taux de déformation/amplitude de contrainte appliqué.
- la taille, la localisation et l'orientation des inclusions.
- l'orientation des alignements par rapport à la direction de chargement.

Le scénario présenté en Figure 9.15 schématise les différentes étapes d'amorçage et de micro-propagation de fissures depuis une inclusion favorablement orientée de l'AD730<sup>TM</sup> STD lors d'un essai de LCF à 450°C sous air. Il est également valable pour les essais à 450°C et 700°C sous vide. Sous vide, pour les éprouvettes non pré-oxydées, la seule différence dans le scénario est l'absence d'oxydation des carbonitrides. Néanmoins, le mécanisme est le même.

Les inclusions ayant un diamètre de Féret supérieur à 20 µm dans la profondeur et débouchant très peu en surface sont des sites favorables à l'amorçage de fissures dans l'alliage STD. Avant chaque essai de LCF, la température est maintenue pendant deux à trois heures afin que tous le système soit en température. La gangue des carbonitrides s'oxyde rapidement à 450°C et une expansion volumique est visible à la surface. Les atomes d'oxygène pénètrent également sur une épaisseur en sous-couche. Cependant, bien que la couche d'oxyde se fissure, le carbonitride en dessous reste intact. A l'issue du premier quart de cycle, il se fissure – généralement par clivage (cf. Figures 7.15 et 8.7). Les premières bandes de glissement apparaissent également. Ensuite, selon le taux de déformation/amplitude de contrainte appliqué, il y a deux cas de figure.

Dans le cas où le taux de déformation/amplitude de contrainte appliqué est faible, l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte en pointe de fissure  $\Delta K$  n'est pas suffisant pour que la fissure se propage depuis le carbonitride. En revanche, les bandes de glissement s'accumulent et s'empilent, notamment dans les gros grains et/ou le long des joints de macles. La fissure se forme alors le long des bandes de glissement et se propage transgranulairement. Le mécanisme d'amorçage est donc l'accumulation des bandes de glissement et la durée de vie est alors pilotée par la durée d'amorçage critique. Dans le cas où  $\Delta K$  est suffisant pour permettre le transfert de la fissure à la matrice, l'amorçage se fait sur les inclusions et c'est la durée de propagation qui gouverne la durée de vie.

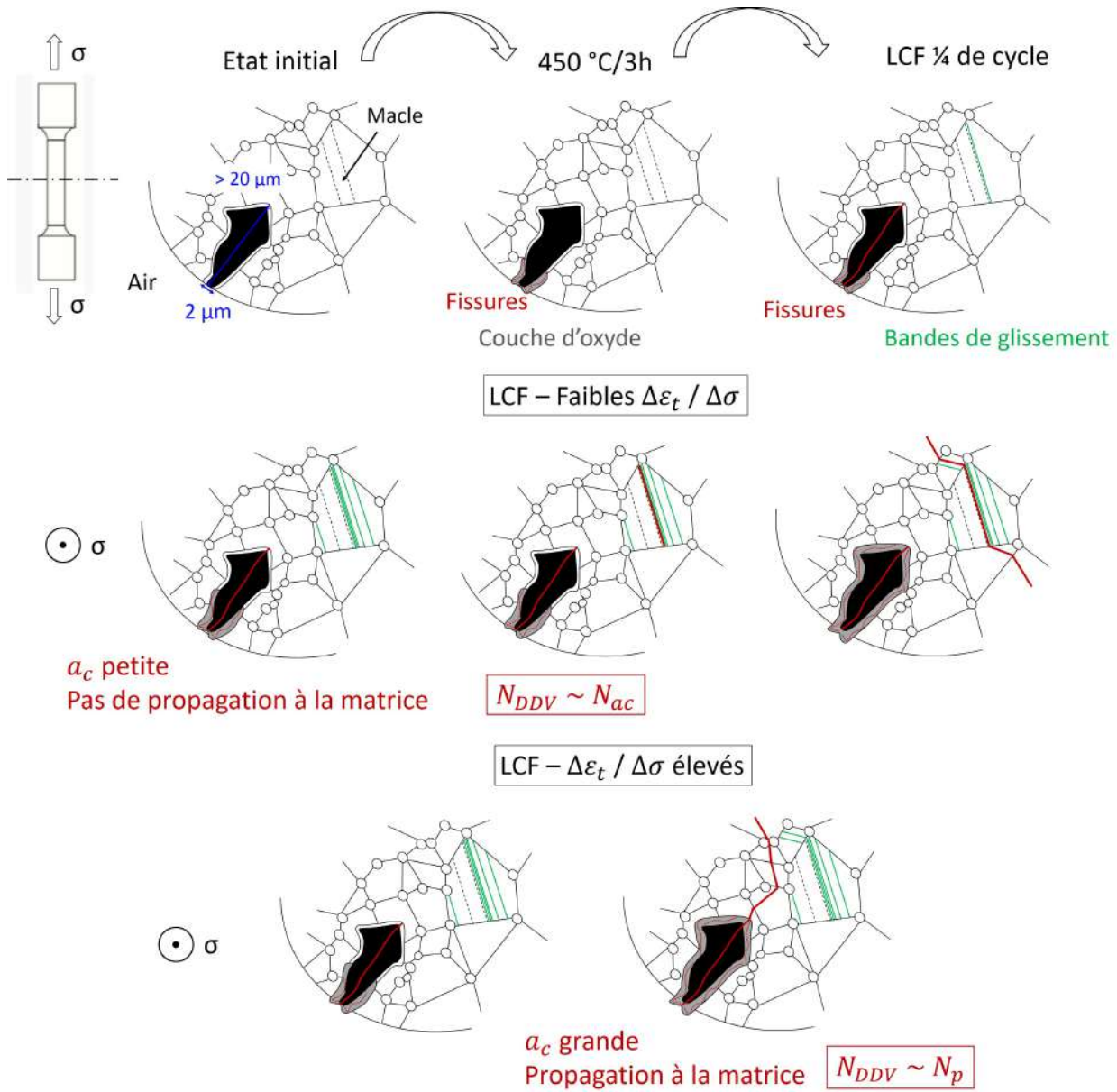


FIGURE 9.15 – Scénario sur l'amorçage de fissures dans l'AD730<sup>TM</sup> STD en LCF à 450°C pour des taux de déformation/amplitudes de contrainte faibles et élevés.

### 9.3.2 Quand l'impact de l'environnement est prédominant

La Figure 9.16 donne le scénario dans le cas d'un essai de LCF à 700°C sous air. De même que précédemment, les carbonitrides s'oxydent rapidement à 700°C mais cette fois ce sont les cœurs qui sont les plus affectés. Des pores de décohesion autour des précipités primaires  $\gamma_I'$  apparaissent également rapidement et l'oxydation fragilise les joints de grains connectés à la surface. Après un quart de cycle, une partie des inclusions se fissure. Cependant, la longueur de fissure critique à atteindre pour se propager est grande devant la taille des carbonitrides et le transfert à la matrice se fait très difficilement. En parallèle, les précipités  $\gamma_I'$  s'endommagent et des fissures intergranulaires s'amorcent depuis les pores de décohesion et se propagent le long des joints de grains fragilisés. Le  $\Delta K$  nécessaire pour se propager via ces chemins préférentiels est alors plus faible. Selon le taux de déformation/amplitude de contrainte appliqué, la durée de vie est pilotée par la durée d'amorçage critique ou la durée de propagation.

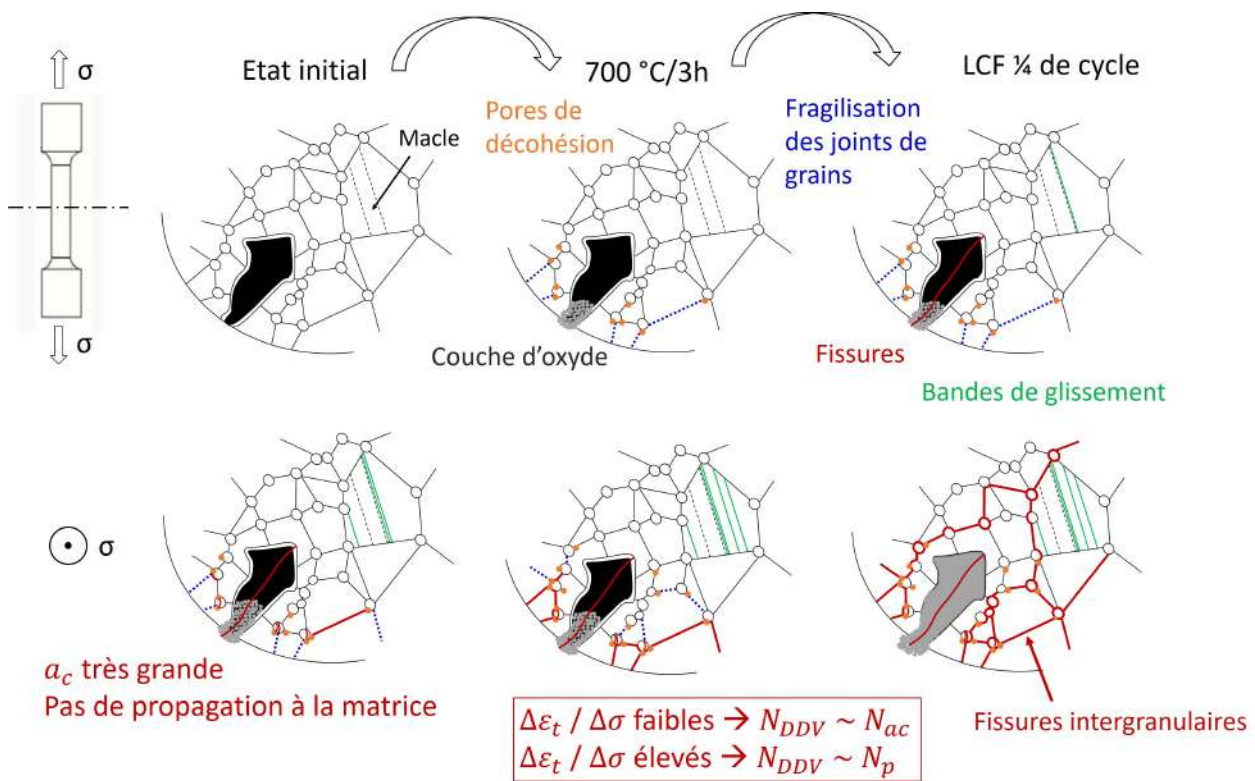


FIGURE 9.16 – Scénario sur l'amorçage de fissures dans l'AD730<sup>TM</sup> STD en LCF à 700°C pour des taux de déformation/amplitude de contrainte faibles et élevés.

## 9.4 Comparaison avec l'Inconel 718

L'objectif de cette section est de proposer une réinterpréter de certains résultats obtenus sur l'Inconel 718 afin d'expliquer pourquoi la dispersion des durées de vie de ce superalliage est plus importante que pour l'AD730<sup>TM</sup> STD aux température intermédiaires (450°C ici) [4]. Les amorçages de fissures sur inclusions semblent jouer un rôle prédominant sur cette dispersion, c'est pourquoi il est intéressant de mettre en évidence les différences de mécanismes d'amorçage et de propagation entre ces deux matériaux qui pourraient expliquer ce phénomène.

Il est important de noter que les microstructures ainsi que les population d'inclusions sont différentes dans les deux matériaux. En effet, en plus des carbonitrides composés d'un cœur en TiN et d'une gangue en NbC, des TiN purs et des (Ti, Nb)C sont observés dans l'Inconel 718 [4,5,49]. Ceci est vraisemblablement lié au fait qu'il y a environ trois fois plus de titane dans l'alliage STD. Il y a alors plus de TiN présents initialement et suffisamment de sites de germination pour les carbures dans l'AD730<sup>TM</sup> STD. Néanmoins, les tailles de grains et de particules sont équivalentes [4,72].

### 9.4.1 Mécanismes d'amorçage

Les durées de vie anormalement courtes observées dans l'Inconel 718 sont liées à des amorçages sur inclusions [4]. Les faciès de rupture ont montré que les particules responsables de ces durées de vie anormalement basses font partie des plus grandes présentes dans le matériau (grand diamètre supérieur ou égal à 19  $\mu\text{m}$ ) et quand l'amorçage se produit en surface, elles sont généralement grandes dans la profondeur et peu débouchantes (Figure 9.17). Cependant, ces mêmes configurations ont également été observées pour des cas où la durée de vie était normale. Elles n'expliquent donc pas cette dispersion. Il est intéressant de noter que ce sont les mêmes configurations qui ont été observées dans l'AD730<sup>TM</sup> STD.

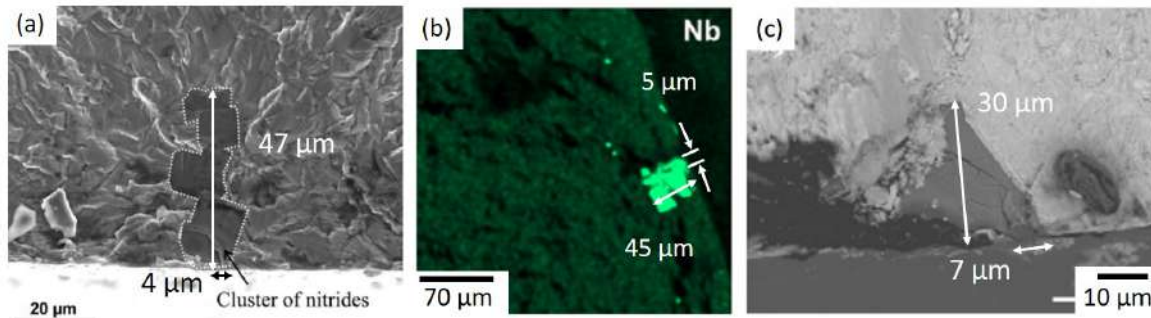


FIGURE 9.17 – (a) Image MEB en mode SEI et (b) cartographie EDS du Nb des sites d'amorçage identifiés pour les éprouvettes aux durées de vie anormalement courtes pour des essais à 450°C dans l'Inconel 718 [4]. (c) Image MEB en mode SEI d'un site d'amorçage sur inclusion pour un essai à 650°C [72].

D'après la littérature, les seuils de fissuration des inclusions présentes dans l'Inconel 718 ont été estimés aux alentours de 1000 MPa à 20°C et 1100 MPa à 600°C (Figures 9.18.a et 9.18.b) [4,72,171]. Ce seuil est donc largement supérieur à celui obtenu pour la version STD. En effet, les premiers carbonitrides se fissurent autour de 850 MPa (cf. Chapitre 7.2). Cependant, en termes de taux de déformation totale, les premiers événements de fissuration apparaissent pour des seuils similaires (Figure 9.18.c). De plus, les types d'endommagements observés dans l'AD730<sup>TM</sup> STD et l'Inconel 718 sont les mêmes : le clivage et la décohésion de l'interface NbC/matrice [4,72,171].

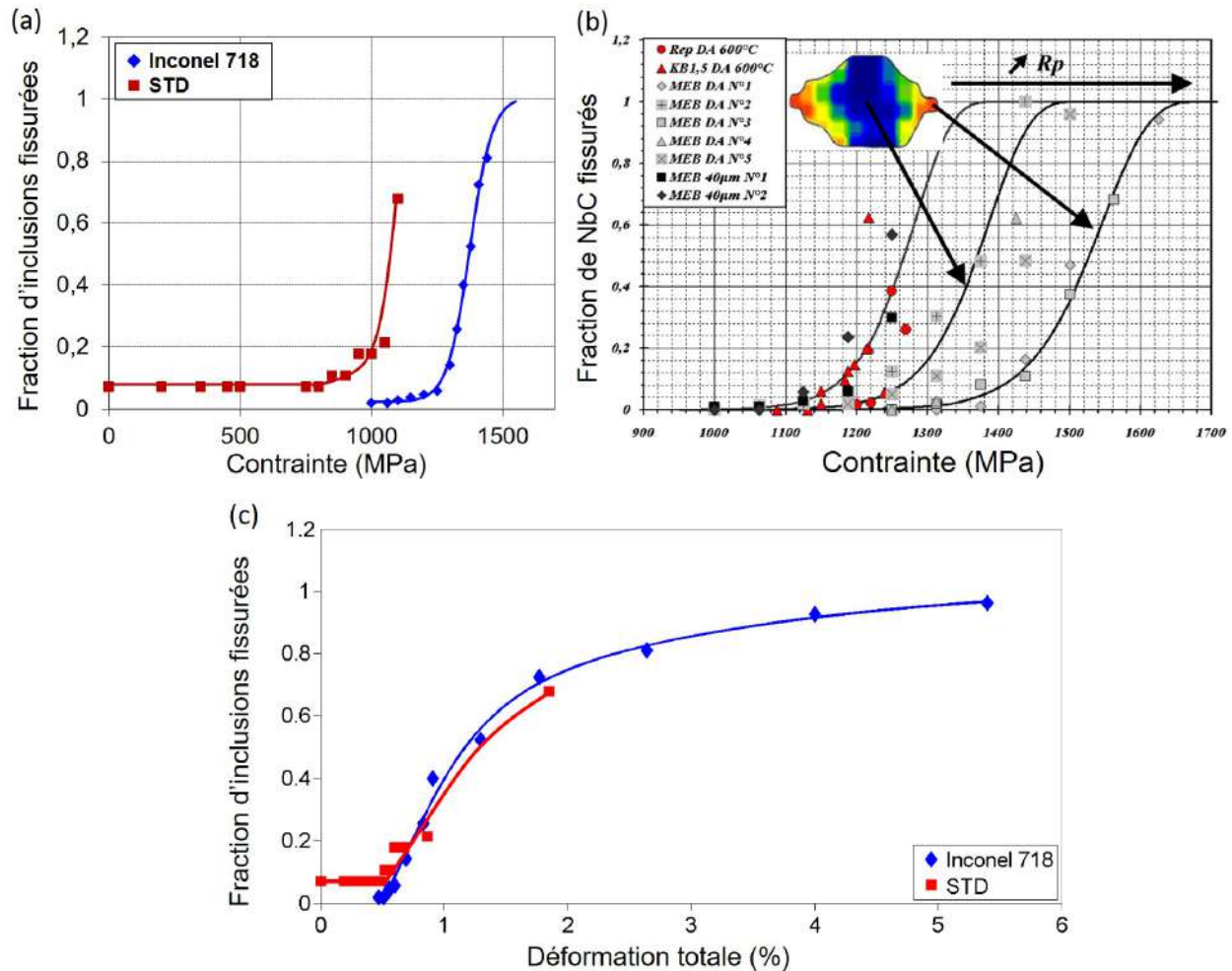


FIGURE 9.18 – Fractions d'inclusions fissurées en fonction de la contrainte (a) à 20°C pour l'AD730<sup>TM</sup> STD et l'Inconel 718 [4] et (b) à 20°C et à 600°C pour l'Inconel 718 [72]. (c) Fractions d'inclusions fissurées en fonction de la déformation totale pour l'AD730<sup>TM</sup> STD et l'Inconel 718 [171].

Connaissant ces valeurs seuils, il est intéressant de voir si les inclusions se fissurent uniquement à cause de l'oxydation. Pour cela, les contraintes induites par l'expansion volumique dans les particules après oxydation peuvent être calculées à l'aide de l'Equation de Selsing (cf. Equation 4.10) pour l'Inconel 718. Les résultats sont présentés dans la Table 9.2. Les rayons de plasticité engendrés à leur voisinage apparaissent également.

Les résultats montrent que l'oxydation statique n'est pas suffisante pour fissurer les TiN et les NbC après un chauffage à 450°C ou à 650°C. Il est donc possible que ces particules soient intactes sous la couche d'oxyde. Dans le cas particulier où le TiN se fissure, cela est lié à la mise en flexion du TiN par la gangue de NbC comme déjà observé par *F. Alexandre* [72]. Ce phénomène s'ajoute aux contraintes générées par l'expansion volumique. Concernant le rayon de zone plastifiée créé, ce sont les NbC qui sont les plus susceptibles d'entraîner la plastification de la matrice avoisinante. En comparant les résultats obtenus entre l'AD730<sup>TM</sup> STD et l'Inconel 718, les inclusions sont plus affectées dans l'alliage STD.

Matériau	Incl/ $\gamma$	$\Delta T$ (K)	p (MPa)	$r_{incl}$ ( $\mu\text{m}$ )	$r_p$ ( $\mu\text{m}$ )
AD730 <sup>TM</sup> STD	TiN/ $\gamma$	430	-340	5 – 10	4.1 – 8.2
	NbC/ $\gamma$		<b>-691</b>		4.8 – 9.5
Inconel 718	TiN/ $\gamma$	430	-288	5 – 10	4.1 – 8.1
	NbC/ $\gamma$		<b>-603</b>		4.6 – 9.3
AD730 <sup>TM</sup> STD	TiN/ $\gamma$	680	-538	5 – 10	4.5 – 9.0
	NbC/ $\gamma$		<b>-1092</b>		5.6 – 11.3
Inconel 718	TiN/ $\gamma$	630	-422	5 – 10	4.3 – 8.6
	NbC/ $\gamma$		<b>-883</b>		5.3 – 10.5

TABLE 9.2 – Pressions hydrostatiques induites par l'expansion volumique dans chaque inclusion pour différentes conditions.

Il est également possible de comparer les valeurs seuils avec les contraintes atteintes lors du premier cycle des essais réalisés par *Texier et al.* et *F. Alexandre*. Les résultats montrent que ces valeurs seuils sont atteintes dès le premier quart de cycle de LCF à 450°C et 600°C [4, 72]. Par conséquent, tout comme dans l'AD730<sup>TM</sup> STD, la fissuration des inclusions est instantanée dans l'Inconel 718. Les particules sont donc dans le même état d'endommagement dans les deux matériaux dès le premier cycle de LCF. Ceci n'explique donc pas la présence de durées anormalement courtes – liées à un amorçage sur inclusions – dans l'Inconel 718. Il est donc nécessaire de comparer les valeurs des seuils de transition de mécanismes d'amorçage à 450°C et 600°C. Ce seuil a été estimé à 0.5% et 0.75% de déformation totale à 450°C et 600°C, respectivement [72, 171]. Or, tous les essais de LCF réalisés à 450°C par *Texier et al.* avaient une déformation totale appliquée supérieure à 0.5% et des amorçages sur grains ont été observés [4]. Ce phénomène a également été remarqué pour la version STD. En effet, le seuil a été relevé à 0.39% à 450°C mais il a été observé expérimentalement à environ 0.9%. Cette observation confirme donc que la présence d'inclusions fissurées dès le début de l'essai n'entraîne pas nécessairement un amorçage sur particules.

**La fissuration précoce des inclusions n'est donc pas la cause des durées de vie anormalement basses. C'est donc vraisemblablement lié au transfert de la fissure depuis l'inclusion jusqu'à la matrice et aux premiers stades de propagation qui sont déterminants. Le voisinage des particules est donc un élément déterminant.** Ceci est en accord avec les résultats de *Bhowal et al.* [126].

## 9.4.2 Mécanismes de propagation

### Durée d'amorçage critique

Dans l'AD730<sup>TM</sup> STD, la durée d'amorçage critique est un paramètre important dans l'amorçage de fissures sur inclusions. En effet, les résultats ont montré que quand la taille des carbonitrides est équivalente à la longueur de fissure critique, l'amorçage se fait sur inclusions. Les essais de fissuration réalisés sur l'Inconel 718 évaluent une amplitude de facteur d'intensité seuil de  $15 \text{ MPa}\sqrt{m}$  à 450°C [173]. Le seuil de propagation est donc plus faible pour l'alliage STD. Par conséquent, à amplitude de contrainte constante, la longueur de fissure critique à atteindre pour se propager est plus courte dans l'alliage STD. La durée d'amorçage critique est donc plus longue dans l'Inconel 718 et gouverne la durée de vie. Par conséquent, **les durées de vie anormalement courtes seraient liées à une durée d'amorçage critique courte.** Les facteurs pouvant jouer un rôle sur cette durée sont les configurations des grains voisins ainsi que la précipitation (en  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ ).

## Influence de la matrice environnante des inclusions

### Précipitation

Le voisinage direct des inclusions joue un rôle sur les premiers stades de propagation et notamment sur la transmission de la fissure depuis l'inclusion vers la matrice. Une zone appauvrie en précipités secondaires  $\gamma'_{II}$  et/ou tertiaires  $\gamma'_{III}$  à la périphérie des particules pourraient faciliter la propagation de la fissure [174] (cf. Paragraphe 1.2.4). La précipitation au voisinage des carbonitrides a donc été investiguée à l'état initial dans l'AD730<sup>TM</sup> STD et l'Inconel 718DA (Figure 9.19). Une attaque à l'eau régale a été réalisée afin de révéler les précipités et aucune zone appauvrie en précipités  $\gamma'$  n'a été observée. C'est en accord avec les étapes de solidification présentées au Paragraphe 1.2.2 montrant que les NbC se forment avant les  $\gamma'$  et  $\gamma''$ .

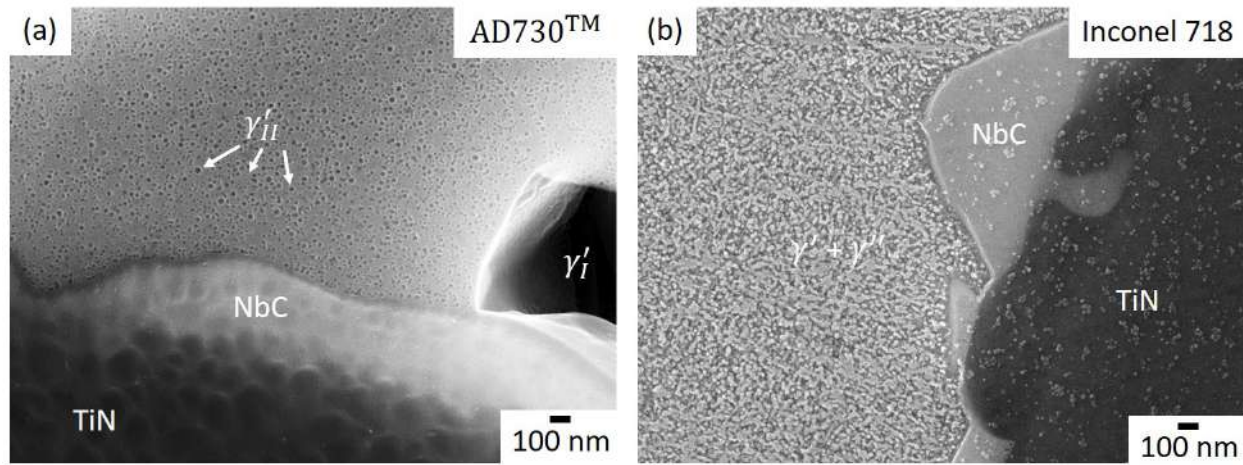


FIGURE 9.19 – Images MEB en mode SEI de la précipitation au voisinage de carbonitrides dans (a) l'AD730<sup>TM</sup> STD et (b) l'Inconel 718.

Cependant, comme vu au Paragraphe 1.2.4, lorsqu'une éprouvette est soumise à une sollicitation à température élevée, des carbures peuvent précipiter aux joints de grains en utilisant des éléments  $\gamma'$ -gènes ou  $\gamma''$ -gènes. Une zone de déplétion à leur voisinage apparaît alors. Néanmoins, ces observations ont uniquement été faites pour des températures élevées. À 450°C, la diffusion et la ségrégation des éléments ne sont pas suffisantes pour que ce phénomène se produise. Une déplétion en précipités autour des inclusions n'est donc pas la cause des points bas dans l'Inconel 718.

En revanche, un lien avec la phase  $\delta$  a été mis en évidence par *Texier et al.* [4]. Tout d'abord, celle-ci n'est pas distribuée de façon homogène dans le volume. Elle est majoritairement présente dans les espaces interdendritiques où la teneur en Nb est plus élevée durant la solidification. Cette hétérogénéité peut entraîner localement des teneurs en  $\delta$  plus faibles. Sa morphologie varie également selon les régions : elle est de forme arrondie, voire globulaire dans les espaces interdendritiques et en forme de plaquette dans les dendrites [4, 5, 171]. Ils ont également mis en évidence une corrélation entre la teneur en phase  $\delta$  et les durées de vie [4]. Les points bas semblent être liés à une faible teneur en phase  $\delta$  ( $\delta < 3.2\%$ ) et donc à une teneur en précipités  $\gamma''$  plus importante. Un faible ratio de fraction de phase  $\frac{\delta}{\gamma''}$  limiterait la relaxation de contrainte en pointe de fissure et favoriserait des champs de déformation locaux importants [4]. De plus, les inclusions (sub)-surfacent sont exposées à l'oxydation et l'expansion volumique engendrée entraîne des champs de contraintes à leur voisinage élevés. Les inclusions en sous-couche ou celles qui s'étendent dans la profondeur et ne débouchent que très peu en surface sont les plus néfastes car leur configuration limite la relaxation de contrainte [102].



Pour finir, plus ces particules sont grandes, plus les champs de contrainte/déformation locaux sont importants. Par conséquent, **la combinaison de ces grandes inclusions avec un ratio de fraction de phase  $\frac{\delta}{\gamma''}$  faible faciliterait la propagation de la fissure depuis l'inclusion vers la matrice, accélérerait l'avancée de la fissure lors des premiers stades de propagation et réduirait la durée d'amorçage critique dans l'Inconel 718.**

Le rôle et l'impact de la précipitation au voisinage des inclusions est d'autant plus vrai pour l'Inconel 718 que la cohérence entre les phases  $\gamma/\gamma''$  est bien plus forte que la cohérence entre les phases  $\gamma/\gamma'$ . En effet, par exemple, le désaccord de paramètre de maille entre les phases  $\gamma/\gamma'$  est proche de zéro à 700°C pour l'AD730<sup>TM</sup> STD et est positif à 450°C [174]. Ainsi, n'ayant pas de phases  $\gamma''$  et  $\delta$  dans l'AD730<sup>TM</sup> STD, aucun paramètre microstructural ne favorise les premiers stades de propagation de la fissure et la durée d'amorçage critique n'est pas raccourcie. Ceci pourrait donc expliquer pourquoi aucune durée de vie anormalement courte n'a été observée dans l'AD730<sup>TM</sup> STD.

## 9.5 Conclusion

Les configurations favorisant l'amorçage de fissures sur inclusions et sa propagation vers la matrice ont été investiguées dans l'AD730<sup>TM</sup> STD. Connaissant ces paramètres, il est alors possible de mieux comprendre la dispersion qui peut être observée entre les différents essais de LCF réalisés. Les fissures s'amorcent sur les carbonitrures lorsque :

- les effets de l'environnement sont limités, soit à 450°C et sous vide dans l'étude présente.
- le taux de déformation/amplitude de contrainte appliqué pour les essais de LCF est élevé.
- la taille des inclusions est du même ordre de grandeur que la longueur de fissure critique.
- les inclusions sont les éléments microstructuraux les plus grands présents dans l'alliage.
- l'expansion volumique induite par l'oxydation des carbonitrures est importante. Le niobium étant le plus affecté par l'oxydation, les couches d'oxydes riches en Nb sont les premières à se fissurer.
- les carbonitrures sont peu débouchants en surface, allongés dans la profondeur et orientés perpendiculairement à la direction de chargement.

Néanmoins, une fissuration précoce des carbonitrures n'entraîne pas nécessairement un amorçage sur inclusions dans l'alliage STD. Il y a donc compétition entre plusieurs modes d'amorçage de fissures : sur inclusions, sur grains ou le long des joints de macles ou encore aux interfaces précipités primaires  $\gamma'_I$ /joints de grains. C'est alors la durée nécessaire pour que la fissure atteigne la longueur critique – soit la durée d'amorçage critique – qui va être déterminante. Pour que le transfert de la fissure depuis le carbonitruve vers la matrice se fasse, le voisinage des inclusions est très important. En effet, la périphérie directe des carbonitrures peut se plastifier à cause de l'expansion volumique engendrée par l'oxydation. Les grandes particules – notamment celles qui ont un diamètre de Féret supérieur ou égal à 20  $\mu\text{m}$  – et les parties riches en niobium sont celles qui génèrent le plus grand rayon de zone plastifiée. Un taux de déformation local élevé va alors augmenter le facteur d'intensité de contrainte en pointe de fissure et ainsi favoriser sa propagation. De plus, des alignements d'inclusions orientés perpendiculairement à la direction de sollicitation vont favoriser la coalescence de fissures et diminuer cette durée d'amorçage critique. Pour finir, à hautes températures, la fragilisation des joints de grains va favoriser une propagation de fissure depuis les pores de décohésion aux interfaces précipités  $\gamma'_I$ /joints de grains.

Ces résultats permettent de réinterpréter les observations faites sur l'Inconel 718DA par *Texier et al.* [4]. Tout d'abord, les configurations favorisant l'amorçage de fissures sur inclusions sont sensiblement les mêmes dans l'AD730<sup>TM</sup> STD et l'Inconel 718DA. Ensuite, l'abatement de certaines durées de vie observé dans l'Inconel 718 est lié à une durée d'amorçage critique anormalement courte. Elle a pu être corrélée avec une teneur en phase  $\delta$  faible qui limiterait la relaxation de contrainte en pointe de fissure. Ce phénomène n'est pas observé dans l'AD730<sup>TM</sup> STD qui est un superalliage  $\gamma/\gamma'$  et où la cohérence entre les phases  $\gamma/\gamma'$  est bien plus faible que la cohérence  $\gamma/\gamma''$ . Ceci expliquerait pourquoi aucune durée de vie anormalement courte n'a été observée dans l'alliage STD.

# Conclusions et perspectives

## Conclusions

### AD730<sup>TM</sup> STD, HC et SX

L'AD730<sup>TM</sup> est un superalliage base nickel  $\gamma/\gamma'$  développé par Aubert & Duval. Il est élaboré par la voie coulé/forgé et est destiné à des applications tournantes de type disques de turbine. Les inclusions non métalliques peuvent être à l'origine d'amorçages de fissures dans les superalliances base nickel. Deux versions polycristallines grains fins de l'AD730<sup>TM</sup> ont été étudiées – la nuance standard (STD) et une version à haute teneur en carbone (HC) – ainsi que la version monogranulaire (SX).

Les inclusions ont été caractérisées dans les alliages STD et HC. Elles sont composées d'un cœur et d'une gangue dans les deux versions. Néanmoins, leur composition chimique sont différentes. Dans l'AD730<sup>TM</sup> STD, ce sont des carbonitrides de titane enrobés d'un carbonitride riche en titane et niobium. Dans la version HC, du niobium est présent dans les cœurs. Leur morphologie et leur taille diffèrent également entre les deux version. En effet, les inclusions sont globalement plus petites dans l'alliage HC et leurs gangues sont significativement plus larges que la nuance STD.

### Oxydation des inclusions

La composition chimique des inclusions étant différentes dans les alliages STD et HC, les effets de l'environnement et notamment de l'oxydation sont modifiés. Tout d'abord, les mécanismes d'oxydation activés sont dépendants de la température. En effet, c'est le niobium qui s'oxyde préférentiellement en  $Nb_2O_5$  à 450°C alors que c'est plutôt le titane qui s'oxyde en  $TiO_2$  à 700°C. Ensuite, la formation des couches d'oxydes engendre une expansion volumique des inclusions qui augmente avec la température, le temps d'exposition et la taille initiale de la particule. Cette expansion volumique entraîne l'apparition de fissures ainsi que des décohésions aux interfaces cœur/gangue et gangue/matrice.

Des fissures ont été observées dans les gangues de l'alliage STD à 450°C et à 700°C. Pour la version HC, elles apparaissent dans les cœurs et les gangues des inclusions à 450°C et uniquement dans les gangues à 700°C. Les parties riches en niobium semblent donc être les plus sensibles à la fissuration. Ces observations sont en accord avec les calculs de pression hydrostatiques induites dans les inclusions par les écarts de coefficient de dilatation thermique entre les oxydes et la matrice. Bien que les oxydes de niobium  $Nb_2O_5$  soient fissurés, les carbonitrides restent intacts en dessous. Pour finir, la matrice et les précipités sont également affectés par l'oxydation, notamment à 700°C. Des pores de décohésion à l'interface précipités  $\gamma'_I$ /joints de grains apparaissent après 3h d'exposition. Ils conduisent ensuite à l'apparition de fissures intergranulaires.

## Propriétés mécaniques

Les essais de traction ont montré que les propriétés obtenues sont équivalentes pour les deux matériaux à 450°C et 700°C à l'exception de l'allongement à rupture qui est significativement plus faible pour la version HC.

Les essais de traction in situ effectués dans la chambre d'un MEB à température ambiante ont permis de déterminer un seuil de contrainte à atteindre pour fissurer les inclusions et commencer à déformer plastiquement la matrice. Ces événements apparaissent dans le domaine macroscopiquement élastique. De plus, la pré-oxydation des éprouvettes semble jouer un rôle sur les modes de fissuration des carbonitrides et sur l'évolution de l'endommagement en fonction de la déformation plastique. Enfin, les joints de grains sont beaucoup plus affectés après une exposition à 700°C et un endommagement des précipités primaires  $\gamma'_I$  apparaît dans le domaine macroscopiquement élastique. Ces deux événements favorisent la propagation de la fissure par les joints de grains. Quand il y a une pré-oxydation à 450°C ou aucune oxydation, le transfert de la fissure depuis le carbonitride vers la matrice se fait difficilement.

Les essais de fatigue oligocyclique à 450°C et 700°C ont permis de mieux comprendre les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissures dominants selon les taux de déformation appliqués et la température. Pour commencer, aucune durée de vie anormalement courte n'a été observée dans l'AD730<sup>TM</sup> STD et la version HC dont le prélèvement des éprouvettes a été prélevées longitudinalement. L'étude des faciès de rupture a mis en évidence un seuil de transition de modes d'amorçage dans l'alliage STD à 450°C. En effet, les fissures amorcent sur des facettes cristallines à faibles taux de déformation appliqués et sur inclusions pour des taux élevés. Lorsque l'amorçage se fait sur inclusions, il se fait sur les plus grandes et sur celles qui sont peu débouchantes en surface, allongées dans la profondeur et orientées perpendiculairement à la direction de chargement. Pour la nuance HC, seul l'amorçage de fissures sur facettes cristallographiques est observé, quel que soit le taux de déformation appliqué. Par conséquent, les plus grands éléments microstructuraux des alliages STD et HC sont à l'origine de la rupture des éprouvettes à 450°C. Dans le cas où les alignements sont orientés perpendiculairement à la direction de sollicitation, les durées de vie sont significativement raccourcies et le mode d'amorçage observé est sur inclusions. En effet, cette configuration favorise la coalescence de fissures et la longueur de fissure augmente rapidement. A 700°C, les fissures s'amorcent aux interfaces précipités primaires  $\gamma'_I$ /joints de grains et la propagation est mixte dans les versions STD et HC. Les effets de l'environnement sont donc prédominants à cette température. Pour valider ceci, des essais sous vide à 700°C ont été réalisés. Les sites d'amorçage de fissure identifiés sont cette fois les inclusions et la propagation est transgranulaire.

Des essais complémentaires ont été réalisés sur des éprouvettes pré-oxydées et testées sous vide ainsi que sur des éprouvettes pré-déformées par traction dans le domaine macroscopiquement élastique. Les résultats ont révélé qu'il n'y a pas d'impact de la pré-oxydation ni de la présence d'inclusions pré-fissurées sur les durées de vie et les modes d'amorçage et de propagation de fissures.

Les essais de fissuration sous air et sous vide à 450°C et 700°C ont révélé que les effets de l'environnement et de la température ont un impact fort. Ils ont également permis d'estimer la durée passée en propagation de fissures et en amorçage critique des essais de fatigue. La durée de vie est gouvernée par la durée d'amorçage critique sous air et par celle de propagation sous vide. Pour finir, l'amplitude de contrainte appliquée joue également sur la durée de propagation. La durée de vie est alors gouvernée par la durée d'amorçage critique pour des amplitudes de contrainte faibles et par la durée de propagation pour des taux élevés.

### Scénarii d’amorçage de fissure proposés

Les différents essais réalisés ont permis de dégager des configurations favorables à l’amorçage de fissure sur inclusions dans l’AD730<sup>TM</sup> STD. Il est alors possible d’établir des scénarii qui détaillent l’influence des paramètres d’essais, de l’environnement et de l’orientation, la morphologie et la taille des inclusions sur les modes d’amorçage et de propagation de fissure. Les essais de fatigue se déroulent en deux étapes. Tout d’abord, le système est maintenu à la température d’essai pendant 2 à 3 heures pour permettre au système de se stabiliser. L’essai est ensuite lancée. A l’issue de la première étape, les inclusions sont oxydées et les couches d’oxydes de niobium (les gangues) sont fissurées. Les carbonitrures restent néanmoins intacts en dessous. Après le premier quart de cycle, une fraction des inclusions se fissurent selon le mécanisme de clivage à 450°C et 700°C.

A 450°C, deux scénarios sont possibles selon le taux de déformation appliqué. Pour de faibles taux appliqués, le transfert de la fissure depuis le carbonitrures vers la matrice se fait difficilement. Ce sont donc les bandes de glissement qui s’accumulent dans les gros grains et le long des joints de macles qui pilotent la durée de vie et le mode d’amorçage. Pour des taux de déformation appliqués plus élevés, la fissure se propage rapidement à la matrice depuis les inclusions et c’est la durée de propagation qui pilote la durée de vie. Les carbonitrures peu débouchants à la surface, allongés dans la profondeur et orientés perpendiculairement à la direction de sollicitation génèrent des champs de contraintes locaux à leur voisinage plus importants que pour les autres configurations. Par conséquent, l’amplitude du facteur d’intensité de contrainte en pointe de fissure est plus grand et la vitesse de propagation plus élevée. C’est pourquoi, ce sont ces inclusions qui sont responsables de la rupture des éprouvettes.

A 700°C, des pores de décohesion aux joints de grains sont déjà présents à la suite de la mise en température et avant le lancement de l’essai. Quel que soit le taux de déformation appliqué, la taille des carbonitrures est très petite devant la longueur de fissure critique. La fissure se propage donc difficilement à la matrice. En revanche, des fissures apparaissent au niveau des pores de décohesion autour des précipités primaires  $\gamma'_I$  et se propagent le long des joints de grains fragilisés par l’oxydation. La vitesse associée à une propagation intergranulaire est plus rapide que pour une propagation transgranulaire. Par conséquent, c’est l’amorçage aux interfaces précipités  $\gamma'_I$ /joints de grains et non l’accumulation des bandes de glissement le long des joints de macles qui va piloter le mode d’amorçage à 700°C.

## Perspectives

Afin de compléter cette étude, plusieurs essais peuvent être réalisés sur les alliages STD et HC. Tout d'abord, afin d'étudier les mécanismes intrinsèques de formation des pores de décohesion et de séparer les effets liés à la température, une même éprouvette peut par exemple être testée en fatigue à 700°C puis à 450°C. De la même manière, une éprouvette peut être testée à 450°C puis à 700°C.

Ensuite, afin de mieux comprendre les premiers stades de propagation dans l'AD730<sup>TM</sup> STD, un essai de traction ou de fatigue interrompu permettrait de suivre l'endommagement de certains carbonitrides depuis le transfert de la fissure vers la matrice à la propagation sur un ou deux grains. Des configurations favorables à la propagation de fissure depuis l'inclusion à la matrice pourraient être dégagées et comparées à celles obtenues dans l'Inconel 718DA. Elles pourraient permettre d'expliquer pourquoi certaines fissures orientées perpendiculairement à la direction de chargement et apparues pour des taux de contraintes faibles ne se propagent pas à la matrice. Afin d'obtenir une bonne statistique, cet essai interrompu peut être couplé au comptage inclusionnaire assisté par le logiciel MeTiS.

La technique de corrélation d'images haute résolution (High Resolution-Digital Image Correlation : HR-DIC) peut également être couplée avec les essais décrits précédemment. Ils permettraient d'obtenir la localisation des champs de contraintes et de déformations élevés et de les comparer avec les configurations des inclusions et de leur grains voisins.

Il est également possible d'envisager de faire de la tomographie afin d'obtenir les configurations réelles (grains, inclusions, précipitation) d'un échantillon. Il est ensuite possible de mailler les images et de les segmenter par éléments finis pour faire une simulation numérique afin d'estimer :

- la dilatation thermique et l'expansion volumique induite pendant une oxydation à 450°C et 700°C
- l'impact d'une augmentation de température sur le mismatch de dilatation thermique induit en champ mécanique local
- les champs de contraintes/déformations autour des inclusions lors d'un essai de traction
- l'impact des configurations des grains voisins des inclusions sur la propagation de la fissure vers la matrice

Pour finir, une approche de modélisation de la durée de vie probabiliste depuis le procédé peut être envisagée. Afin d'approfondir les connaissances sur les facteurs favorisant les amorçages de fissures sur inclusions ou sur facettes cristallines, étudier le comportement en fatigue d'une version de l'AD730<sup>TM</sup> STD élaborée différemment afin de changer la distribution de taille d'inclusions et/ou de grains serait enrichissant.

Concernant la version HC de l'AD730<sup>TM</sup>, des mesures par sonde atomique tomographique peuvent être réalisées afin d'obtenir de manière plus précise la nature des inclusions. Des essais de fissuration peuvent également être effectués pour des éprouvettes prélevées longitudinalement et transversalement dans la billette et ainsi estimer l'impact de l'orientation des alignements et de la coalescence de fissures sur la durée de propagation.

Pour finir, faire une campagne d'essais de LCF sur une version haut carbone qui aurait été élaboré dans les mêmes conditions que l'alliage STD et qui auraient des inclusions du même ordre de grandeur que celles de la nuance STD. Ceci permettrait de comparer des populations de taille semblable à l'exception de la densité d'inclusions. L'impact de celle-ci sur les propriétés mécaniques pourrait alors être étudié.

# Références bibliographiques

- [1] J. Y. Guedou and Y. Honnorat. Endommagement en fatigue oligocyclique des disques de turbomachines. *Matériaux & Techniques*, 77(1-2) :49–55, 1989.
- [2] R. E. Schafrik, D. D. Ward, and J. R. Groh. Application of alloy 718 in GE aircraft engines : past, present and next five years. *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 1–11, 2001.
- [3] A. Devaux, E. Georges, and P. Héritier. Development of New C&W Superalloys for High Temperature Disk Applications. *Advanced Materials Research. Trans Tech Publications Ltd.*, 278 :405–410, 2011.
- [4] D. Texier, A. Casanova Gómez, S. Pierret, J. M. Franchet, T. M. Pollock, P. Villechaise, and J. Cormier. Microstructural Features Controlling the Variability in Low-Cycle Fatigue Properties of Alloy Inconel 718DA at Intermediate Temperature. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 47(3) :1096–1109, 2016.
- [5] N. Fargues. *Analyse métallurgique fine d'un brut de forge en Inconel 718DA*. Internship report, ENSMA, 2009.
- [6] P. Kontis, D. M. Collins, S. Johansson, A. J. Wilkinson, J. J. Moverare, and R. C. Reed. Crack Initiation and Propagation During Thermal-Mechanical Fatigue of IN792 : Effects of Dwell Time. *Superalloys 2016 : Proceedings of the 13th International Symposium on Superalloys, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, pages 763–772, 2016.
- [7] P. Kontis, D. M. Collins, A. J. Wilkinson, R. C. Reed, D. Raabe, and B. Gault. Microstructural degradation of polycrystalline superalloys from oxidized carbides and implications on crack initiation. *Scripta Materialia*, 147 :59–63, 2018.
- [8] E. S. Huron and P. G. Roth. The Influence of Inclusions on Low Cycle Fatigue Life in a P/M Nickel-Base Disk Superalloy. *Superalloys 1996, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, pages 359–368, 1996.
- [9] T. Connolley. Short crack initiation and growth at 600°C in notched specimens of Inconel718. *Materials Science and Engineering A*, 340(1-2) :139–154, 2003.
- [10] B. Max. *Comportement mécanique et couplage mécanique-oxydation dans l'alliage 718 : effet des éléments en solution solide*. PhD thesis, Université de Toulouse, 2014.
- [11] T. Grosdidier, A. Hazotte, and A. Simon. Precipitation and dissolution processes in  $\gamma/\gamma'$  single crystal nickel-based superalloys. *Materials Science and Engineering A*, 256(1-2) :183–196, 1998.
- [12] R. A. Ricks, J Porter, and R. C. Ecob. The growth of  $\gamma'$  precipitates in nickel-base superalloys. *Acta Materialia*, 31 :43–53, 1983.
- [13] R. Y. Zhang, H. L. Qin, Z. N. Bi, J. Li, S. Paul, T. L. Lee, S. Y. Zhang, J. Zhang, and H. B. Dong. Evolution of Lattice Spacing of Gamma Double Prime Precipitates During Aging of Polycrystalline Ni-Base Superalloys : An In Situ Investigation. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 51(2) :574–585, 2020.

- [14] X. Li, N. Saunders, and A.P. Miodownik. The coarsening kinetics of gamma prime particles in Nickel-based alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33A :3367–3373, 2002.
- [15] D. L. Olmsted, S. M. Foiles, and E. A. Holm. Survey of computed grain boundary properties in face-centered cubic metals : I. Grain boundary energy. *Acta Materialia*, 57(13) :3694–3703, 2009.
- [16] F. C. Campbell. *Elements of Metallurgy and Engineering alloys*. ASM International, 2008.
- [17] M. P. Jackson and R. C. Reed. Heat treatment of UDIMET 720Li : The effect of microstructure on properties. *Materials Science and Engineering A*, 259(1) :85–97, 1999.
- [18] A. Agnoli, C. Le Gall, J. Thebault, E. Marin, and J. Cormier. Mechanical Properties Evolution of  $\gamma'/\gamma''$  Nickel-Base Superalloys During Long-Term Thermal Over-Aging. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 49(9) :4290–4300, 2018.
- [19] A. Devaux, A. Helstroffer, J. Cormier, P. Villechaise, J. Douin, M. Hantcherli, and F. Pettinari-Sturmel. Effect of Aging Heat-Treatment on Mechanical Properties of AD730™ Superalloy. *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, pages 521–535, 2014.
- [20] L. Thébaud, P. Villechaise, J. Cormier, C. Crozet, A. Devaux, D. Béchet, J. M. Franchet, A. Organista, and F. Hamon. Relationships between Microstructural Parameters and Time-Dependent Mechanical Properties of a New Nickel-Based Superalloy AD730™. *Metals*, 5(4) :2236–2251, 2015.
- [21] T. Murakumo, T. Kobayashi, Y. Koizumi, and H. Harada. Creep behaviour of Ni-base single-crystal superalloys with various  $\gamma'$  volume fraction. *Acta Materialia*, 52(12) :3737–3744, 2004.
- [22] T. B. Gibbons and B. E. Hopkins. Creep behaviour and microstructure of Ni-Cr base alloys. *Metal Science*, 18 :273–280, 1984.
- [23] R. C Reed. *The Superalloys Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press, 2006.
- [24] Y. C. Fayman. Microstructural characterization and elemental partitioning in a direct-aged superalloy (DA 718). *Materials Science and Engineering*, 92(C) :159–171, 1987.
- [25] W. Horvath, W. Zechner, J. Tockner, M. Berchthaler, G. Weber, and E. A. Werner. The effectiveness of direct aging on Inconel 718 forgings produced at high strain rates as obtained on a screw press. *Superalloy 718, 625, 706 and Various Derivatives, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, 1 :223–228, 2001.
- [26] B. Oberwinkler, A. Fishersworing-Bunk, M. Hüller, and M. Stockinger. Integrated process modeling for the mechanical properties optimization of Direct Aged alloy 718 engine disks. *Superalloys 2016 : Proceedings of the 13th International Symposium on Superalloys, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, pages 513–521, 2016.
- [27] F. Theska, A. Stanojevic, B. Oberwinkler, S. P. Ringer, and S. Primig. On conventional versus direct ageing of alloy 718. *Acta Materialia*, 156 :116–124, 2018.
- [28] A. Nicolay. *Microstructure et propriétés de l'Inconel 718 DA forgé en presse à vis dans le domaine subsolvus  $\delta$* . PhD thesis, MINES Paris Tech, 2019.
- [29] K. Bain, M. L. Hyzak, and M. Thomas. Development of damage tolerant microstructures in Udimet™ 720. *Superalloys 1988*, pages 13–22, 1988.
- [30] B. Flageolet, O. Yousfi, Y. Dahan, P. Villechaise, and J. Cormier. Characterization of microstructure containing abnormal grain growth zones in alloy 718. *Superalloy 718 and Derivatives*, pages 594–606, 2010.



- [31] B. Larrouy. *Mécanismes de déformation et d'amorçage de fissures dans l'alliage Udimet™ 720Li en relation avec les paramètres microstructuraux*. PhD thesis, ISAE-ENSMA, 2015.
- [32] A. Devaux, B. Picqué, M. F. Gervais, E. Georges, T. Poulain, and P. Héritier. AD730™ - A New Nickel-Based Superalloy for High Temperature Engine Rotative Parts. *Superalloys 2012 : 12th International Symposium on Superalloys, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, pages 911–919, 2012.
- [33] J. Mao, K. M. Chang, W. Yang, D. U. Furrer, K. Ray, and S. P. Vaze. Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy Rene88DT. *Materials Science and Engineering A*, 332(1-2) :318–329, 2002.
- [34] G. Tian, C. Jia, Y. Wen, G. Liu, and B. Hu. Cooling  $\gamma'$  precipitation behavior and strengthening in powder metallurgy superalloy FGH4096. *Rare Metals*, 27(4) :410–417, 2008.
- [35] J. R. Vaunois, J. Cormier, P. Villechaise, A. Devaux, and B. Flageolet. Influence of Both  $\gamma'$  Distribution and Grain Size on the Tensile Properties of UDIMET 720Li At Room Temperature. *7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, pages 199–213, 2010.
- [36] A. Laurence, J. Cormier, P. Villechaise, T. Billot, J. M. Franchet, F. Pettinari-Sturmel, M. Hantcherli, F. Momprou, and A. Wessman. Impact of the Solution Cooling Rate and of Thermal Aging on the Creep Properties of the New Cast & Wrought René 65 Ni-Based Superalloy. *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, pages 333–348, 2014.
- [37] A. Devaux, L. Berglin, L. Thebaud, R. Delattre, C. Crozet, and O. Nodin. Mechanical properties and development of supersolvus heat treated new nickel base superalloy AD730™. *MATEC Web of Conferences*, 14 :01004, 2014.
- [38] L. Thébaud. *Etudes des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel AD730™*. PhD thesis, ISAE-ENSMA, 2017.
- [39] G Lesoult. Thermodynamique des matériaux : de l'élaboration des matériaux à la genèse des microstructures. *Traité des matériaux 5*, 2010.
- [40] H. Zhang, X. Zhu, F. Wang, and D. Ma. 2-D selector simulation studies on grain selection for single crystal superalloy of CM247LC. *Materials*, 12(23), 2019.
- [41] H. B. Hamouda. *Modélisation et simulation de la structure de solidification dans les superalliages base-nickel : application AM1*. PhD thesis, MINES Paris Tech, 2015.
- [42] F. Bridier, P. Bocher, J. Cormier, and P. Villechaise. *Method for heat treating by induction an alloy component for generating microstructure gradients and an alloy component heat treated according to the method*. U.S. Patent Application No 16/062, 448, 2018.
- [43] H. Taboada Michel, L. Sasaki Reda, G. Effgen Santos, J. Cormier, C. Dumont, P. Villechaise, P. Bocher, D. Texier, E. Georges, F. Bridier, F. Hamon, and A. Devaux. Mechanical Properties of Cast & Wrought Hybrid Disks. *Superalloys 2016 : Proceedings of the 13th International Symposium on Superalloys, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, pages 539–548, 2016.
- [44] H. O. Pierson. *Handbook of Refractory Carbides and Nitrides : Properties, Characteristics, Processing and Applications*. Noyes Publications, 1996.
- [45] A. Laurence. *Impact du sur-vieillessement métallurgique sur le comportement et la durabilité du nouveau superalliage pour disque de turbine René 65*. PhD thesis, ISAE-ENSMA, 2015.
- [46] M. J. Cieslak, T. J. Headley, T. Kollie, and A. D. Romig. Melting and solidification study of Alloy 625. *Metallurgical Transactions A*, 19 A(9) :2319–2331, 1988.

- [47] S. W. Banovic, J. N. DuPont, and A. R. Marder. Dilution and microsegregation in dissimilar metal welds between super austenitic stainless steel and nickel base alloys. *Science and Technology of Welding and Joining*, 7(6) :374–383, 2002.
- [48] J. N. Dupont, S. W. Banovic, and A. R. Marder. Microstructural evolution and weldability of dissimilar welds between a super austenitic stainless steel and nickel-based alloys. *Welding Journal*, 82(6) :125–135, 2003.
- [49] A. Formenti, A. Eliasson, A. Mitchell, and H. Fredriksson. Solidification sequence and carbide precipitation in Ni-base superalloys IN718, IN625 and IN939. *High Temperature Materials and Processes*, 24(4) :239–258, 2005.
- [50] S. Antonov, W. Chen, J. Huo, Q. Feng, D. Isheim, D. N. Seidman, E. Sun, and S. Tin. MC Carbide Characterization in High Refractory Content Powder-Processed Ni-Based Superalloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 49(6) :2340–2351, 2018.
- [51] D. Texier, J. Cormier, P. Villechaise, J. C. Stinville, C. J. Torbet, S. Pierret, and T. M. Pollock. Crack initiation sensitivity of wrought direct aged alloy 718 in the very high cycle fatigue regime : the role of non-metallic inclusions. *Materials Science and Engineering A*, 678 :122–136, 2016.
- [52] A. J. Wasson and G. E. Fuchs. The effect of carbide morphologies on elevated temperature tensile and fatigue behavior of a modified single crystal Ni-base superalloy. *Superalloys 2008, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, pages 489–497, 2008.
- [53] T. M. Pollock and S. Tin. Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines : Chemistry, Microstructure and Properties. *Journal of Propulsion and Power*, 22(2) :361–374, 2006.
- [54] L. Mataveli Suave. *High Temperature Durability of DS200+Hf Alloy*. PhD thesis, ISAE-ENSMA, 2017.
- [55] L. Mataveli Suave, J. Cormier, P. Villechaise, D. Bertheau, G. Benoit, F. Mauget, G. Cailleaud, and L. Marcin. High Temperature Creep Damage Mechanisms in a Directionally Solidified Alloy : Impact of Crystallography and Environment. *Superalloys 2016 : Proceedings of the 13th International Symposium on Superalloys, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, pages 747–756, 2016.
- [56] C. Carvalho Silva, H. Cordeiro de Miranda, F. Ferreira Motta, J. Pereira Farias, C. R. Moreira Afonso, and A. J. Ramirez. New insight on the solidification path of an alloy 625 weld overlay. *Journal of Materials Research and Technology*, 2(3) :228–237, 2013.
- [57] M. A. Arafin, M. Medraj, D. P. Turner, and P. Bocher. Transient liquid phase bonding of Inconel 718 and Inconel 625 with BNi-2 : Modeling and experimental investigations. *Materials Science and Engineering A*, 447(1-2) :125–133, 2007.
- [58] M. K. Miller, S. S. Babu, and M. G. Burke. Intragranular precipitation in alloy 718. *Materials Science and Engineering A*, 270(1) :14–18, 1999.
- [59] S. Tabaie, D. Shahriari, C. Plouze, A. Devaux, J. Cormier, and M. Jahazi. Hot ductility behavior of AD730™ nickel-base superalloy. *Materials Science & Engineering A*, 766 :138391, 2019.
- [60] T. Denda, P.L. Bretz, and J.K. Tien. Inclusion size effect on the fatigue crack propagation mechanism and fracture mechanics of a superalloy. *Metallurgical Transactions A*, 23(2) :519–526, 1992.
- [61] F. Alexandre, S. Deyber, and A. Pineau. Modelling the optimum grain size on the low cycle fatigue life of a Ni based superalloy in the presence of two possible crack initiation sites. *Scripta Materialia*, 50(1) :25–30, 2004.

- [62] B. Pieraggi and J. F. Uginet. Fatigue and creep properties in relation with alloy 718 microstructure. *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 535–544, 1994.
- [63] D. Texier, J. C. Stinville, M. P. Echlin, S. Pierret, P. Villechaise, T. M. Pollock, and J. Cormier. Short crack propagation from cracked non-metallic inclusions in a Ni-based polycrystalline superalloy. *Acta Materialia*, 165 :241–258, 2019.
- [64] J. C. Stinville, V. M. Miller, and T. M. Pollock. Effect of Non-Metallic Ceramic Inclusions on Strain Localization During Low Cycle Fatigue of a Polycrystalline Superalloy. *Superalloys 2016 : Proceedings of the 13th International Symposium on Superalloys, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, pages 897–905, 2016.
- [65] L. Babout, Y. Brechet, E. Maire, and R. Fougères. On the competition between particle fracture and particle decohesion in metal matrix composites. *Acta Materialia*, 52(15) :4517–4525, 2004.
- [66] M. M. Shenoy, R. S. Kumar, and D. L. McDowell. Modeling effects of nonmetallic inclusions on LCF in DS nickel-base superalloys. *International Journal of Fatigue*, 27(2) :113–127, 2005.
- [67] J. Zhang, R. Prasannavenkatesan, M. M. Shenoy, and D. L. McDowell. Modeling fatigue crack nucleation at primary inclusions in carburized and shot-peened martensitic steel. *Engineering Fracture Mechanics*, 76(3) :315–334, 2009.
- [68] P. S. Karamched and A. J. Wilkinson. High resolution electron back-scatter diffraction analysis of thermally and mechanically induced strains near carbide inclusions in a superalloy. *Acta Materialia*, 59(1) :263–272, 2011.
- [69] J. C. Stinville, N. Vanderesse, F. Bridier, P. Bocher, and T. M. Pollock. High resolution mapping of strain localization near twin boundaries in a nickel-based superalloy. *Acta Materialia*, 98 :29–42, 2015.
- [70] J. Miao, T. M. Pollock, and J. Wayne Jones. Crystallographic fatigue crack initiation in nickel-based superalloy René 88DT at elevated temperature. *Acta Materialia*, 57(20) :5964–5974, 2009.
- [71] D. A. Jablonski. The effect of ceramic inclusions on the low cycle fatigue life of low carbon astroloy subjected to hot isostatic pressing. *Materials Science and Engineering*, 48(2) :189–198, 1981.
- [72] F. Alexandre. *Aspects Probabilistes et Microstructuraux de l’amorçage des Fissures de Fatigue dans l’Alliage Inco 718*. PhD thesis, MINES Paris Tech, 2004.
- [73] X. Huang, H. Yu, M. Xu, and Y. Zhao. Experimental investigation on microcrack initiation process in nickel-based superalloy DAGH4169. *International Journal of Fatigue*, 42 :153–164, 2012.
- [74] R. F. Decker, J. P. Rowe, and J. W. Freeman. *Boron and Zirconium From Crucible Refractories in a Complex Heat-Resistant Alloy*. US Government Printing Office, 1958.
- [75] D. Gheorghe, M. Schwartz, I. Ciuca, and R. Ciocoiu. A comparative microstructure evolution of AISI H21 and inconel 718 in cyclic heating. *Materiale Plastice*, 55(3) :454–459, 2018.
- [76] A. Helstroffer. *Optimisation du traitement thermique de vieillissement d’un superalliage base nickel pour disques de turbines aéronautiques*. Internship report, ISAE-ENSMA, 2011.
- [77] T. Poulain. *Liens entre microstructure, traitements thermiques et caractéristiques mécaniques pour un nouveau superalliage base nickel*. Internship report, Aubert & Duval, 2011.
- [78] T. Baudin. Analyse EBSD - Principe et cartographies d’orientations. *Techniques de l’ingénieur*, 33 :1–17, 2010.

- [79] A. J. Wilkinson and T. B. Britton. Strains, planes, and EBSD in materials science. *Materials Today*, 15(9) :366–376, 2012.
- [80] R. Castaing. *Advances in electronics and electron physics*. Editeur C, 1960.
- [81] A. Pineau and S. D. Antolovich. High temperature fatigue of nickel-base superalloys - A review with special emphasis on deformation modes and oxidation. *Engineering Failure Analysis*, 16(8) :2668–2697, 2009.
- [82] F. Masoumi, M. Jahazi, D. Shahriari, and 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(2016) :981–995, 2016.
- [83] A. J. Craven, K. He, L. A. J. Garvie, and T. N. Baker. Complex heterogeneous precipitation in titanium-niobium microalloyed Al-killed HSLA steels - I. Non-titanium based particles. *Acta Materialia*, 48(15) :3857–3868, 2000.
- [84] A. J. Craven, K. He, L. A. J. Garvie, and T. N. Baker. Complex heterogeneous precipitation in titanium-niobium microalloyed Al-killed HSLA steels - II. Non-titanium based particles. *Acta Materialia*, 48(15) :3869–3878, 2000.
- [85] C. P. Scott, D. Chaleix, P. Barges, and V. Rebischung. Quantitative analysis of complex carbo-nitride precipitates in steels. *Scripta Materialia*, 47(12) :845–849, 2002.
- [86] C. Wagner. Beitrag zur Theorie des Anlaufvorgangs. *Zeitschrift für Physikalische Chemie B*, 21(1) :25–41, 1933.
- [87] C. Wagner. Theoretical Analysis of the Diffusion Processes Determining the Oxidation Rate of Alloys. *Journal of The Electrochemical Society*, 99(10) :369–380, 1952.
- [88] N. Birks, G. H. Meier, and F. S. Pettit. Introduction to the high-temperature oxidation of metals. *Cambridge University Press*, 2006.
- [89] D. Monceau and B. Pieraggi. Determination of parabolic rate constants from a local analysis of mass-gain curves. *Oxidation of Metals*, 50(5-6) :477–493, 1998.
- [90] C. S. Giggins and F. S. Pettit. Oxidation of Ni-Cr-Al Alloys Between 1000°C and 1200°C. *Journal of The Electrochemical Society*, 118(11) :1782, 1971.
- [91] J. L. Smialek and G. H. Meier. High-Temperature Oxidation. *Wiley-Interscience, John Wiley and Sons, Superalloys II - High Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power*, pages 293–326, 1987.
- [92] E. Chateau. *Comportement et endommagement en fluage à haute température du superalliage forgé à base de nickel Udimet 720*. PhD thesis, MINES Paris Tech, 1999.
- [93] E. Drouelle. *Relations microstructure, propriétés mécaniques et résistance à l'oxydation de la phase MAX  $Ti_3AlC_2$* . PhD thesis, Université de Poitiers, 2017.
- [94] E. Andrieu, R. Molins, H. Ghonem, and A. Pineau. Intergranular crack tip oxidation mechanism in a nickel-based superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 154(1) :21–28, 1992.
- [95] J. H. Chen, P. M. Rogers, and J. A. Little. Oxidation behavior of several chromia-forming commercial nickel-base superalloys. *Oxidation of Metals*, 47(5-6) :381–410, 1997.
- [96] H. S. Kitaguchi, H. Y. Li, H. E. Evans, R. G. Ding, I. P. Jones, G. Baxter, and P. Bowen. Oxidation ahead of a crack tip in an advanced Ni-based superalloy. *Acta Materialia*, 61(6) :1968–1981, 2013.

- [97] R. Molins, G. Hochstetter, J. C. Chassaigne, and E. Andrieu. Oxidation effects on the fatigue crack growth behaviour of alloy 718 at high temperature. *Acta Materialia*, 45(2) :663–674, 1997.
- [98] C. T. Liu and C. L. White. Dynamic embrittlement of boron-doped  $Ni_3Al$  alloys at 600°C. *Acta Metallurgica*, 35(3) :643–649, 1987.
- [99] M. Gao, D.J. Dwyer, and R.P. Wei. Chemical and Microstructural Aspects of Creep Crack Growth in Inconel 718 Alloy. *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 581–592, 1994.
- [100] J. A. Pfaendtner and Jr J. McMahon. Oxygen-induced intergranular cracking of a Ni-base alloy at elevated temperatures - An example of dynamic embrittlement. *Acta Materialia*, 49(16) :3369–3377, 2001.
- [101] U. Krupp, W. M. Kane, C. Laird, and C. J. McMahon. Brittle intergranular fracture of a Ni-base superalloy at high temperatures by dynamic embrittlement. *Materials Science and Engineering A*, 387-389(1-2 SPEC. ISS.) :409–413, 2004.
- [102] T. Connolley, P. A. S. Reed, and M. J. Starink. Short crack initiation and growth at 600°C in notched specimens of Inconel718. *Materials Science and Engineering A*, 340(1–2) :139–154, 2003.
- [103] G. A. Osinkolu, G. Onofrio, and M. Marchionni. Fatigue crack growth in polycrystalline IN 718 superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 356(1-2) :425–433, 2003.
- [104] D. A. Woodford. Gas phase embrittlement and time dependent cracking of nickel based superalloys. *Energy Materials : Materials Science and Engineering for Energy Systems*, 1(1) :59–79, 2006.
- [105] W. Carpenter, B.S.-J. Kang, and K.M. Chang. SAGBO Mechanism on High Temperature Cracking Behavior of Ni-base Superalloys. *Superalloy 718 and Derivatives*, pages 679–688, 2012.
- [106] D. A. Woodford. Creep Damage and Remaining Life Concept. *ASME Journal of Engineering Materials and Technology*, 101 :311–316, 1979.
- [107] D.J. Duquette and M Gell. The Effects of Environment on the Elevated Temperature Fatigue Behavior of Nickel-Base Superalloy Single Crystals. *Metallurgical Transactions*, 3(7) :1899–1905, 1972.
- [108] S. Pomnier, C. Prioul, J. C. Lautridou, and P. Bompard. Crack Closure Effect on Crack Growth Rate At 650°C in Double Notched Specimens of a Nickel Base Superalloy. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 19(9) :1117–1128, 1996.
- [109] J. C. Newman, X. R. Wu, M. H. Swain, W. Zhao, E. P. Phillips, and C. F. Ding. Small-crack growth and fatigue life predictions for high-strength aluminum alloys. Part II : Crack closure and fatigue analyses. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 23(1) :59–72, 2000.
- [110] P. Kontis, Z. Li, M. Segersäll, J.J. Moverare, R. C. Reed, D. Raabe, and B. Gault. The Role of Oxidized Carbides on Thermal-Mechanical Performance of Polycrystalline Superalloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 49(9) :4236–4245, 2018.
- [111] J. C. Stinville, M. P. Echlin, P. G. Callahan, V. M. Miller, D. Texier, F. Bridier, P. Bocher, T. M. Pollock, and M. P. Echlin. Measurement of Strain Localization Resulting from Monotonic and Cyclic Loading at 650°C Nickel Base Superalloys. *Experimental Mechanics*, 57(8) :1289–1309, 2017.

- [112] H. Ichimura and A. Kawana. High-temperature oxidation of ion-plated TiN and TiAlN films. *Journal of Materials Research*, 8(5) :1093–1100, 1993.
- [113] V. B. Voitovich. Mechanism of the High Temperature Oxidation of Titanium Carbide. *High Temperature Materials and Processes*, 16(4) :243–254, 1997.
- [114] N. F. Macdonald and C. E. Ransley. The oxidation of hot-pressed titanium carbide and titanium boride in the temperature range 300°–1000° C. *Powder Metallurgy*, 2(3) :172–176, 1959.
- [115] K. V. Krishna Rao, S. V. Nagender Naidu, and L. Iyengar. Thermal Expansion of Rutile and Anatase. *Journal of the American Ceramic Society*, 53(3) :124–126, 1969.
- [116] H. B. Zhang, Y. C. Zhou, Y. W. Bao, and J. Y. Wang. Oxidation behavior of bulk  $Ti_3SiC_2$  at intermediate temperatures in dry air. *Journal of Materials Research*, 21(2) :402–408, 2006.
- [117] W. R. Manning, O. Hunter, F. W. Calderwood, and D. W. Stacy. Thermal Expansion of  $Nb_2O_5$ . *Journal of the American Ceramic Society*, 55(7) :342–347, 1971.
- [118] J. D. Eshelby. The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proceedings of the Royal Society*, 241(1226) :376–396, 1957.
- [119] J. Selsing. Internal Stresses in Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 44(8) :419–419, 1961.
- [120] J. K. Lee, Y. Y. Earmme, H. I. Aaronson, and K. C. Russell. Plastic relaxation of the transformation strain energy of a misfitting spherical precipitate : Ideal plastic behavior. *Metallurgical Transactions A*, 11(11) :1837–1847, 1980.
- [121] P. R. Bhowal and A. M. Wusatowska-Sarnek. Carbides and Their Influence on Notched Low Cycle Fatigue Behavior of Fine-Grained IN718 Gas Turbine. *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 341–349, 2005.
- [122] P. A. S. Reed. Fatigue crack growth mechanisms in superalloys : Overview. *Materials Science and Technology*, 25(2) :258–270, 2009.
- [123] D. W. Schwach and Y. B. Guo. A fundamental study on the impact of surface integrity by hard turning on rolling contact fatigue. *International Journal of Fatigue*, 28(12) :1838–1844, 2006.
- [124] J. M. Zhou, V. Bushlya, and J. E. Stahl. An investigation of surface damage in the high speed turning of Inconel 718 with use of whisker reinforced ceramic tools. *Journal of Materials Processing Technology*, 212(2) :372–384, 2012.
- [125] B. Zou, M. Chen, C. Huang, and Q. An. Study on surface damages caused by turning NiCr20TiAl nickel-based alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, 209(17) :5802–5809, 2009.
- [126] P. R. Bhowal, D. Stolz, A. M. Wusatowska-Sarnek, and R. Montero. Surface Effects on Low Cycle Fatigue Behavior in IN718 Alloy. *Superalloys 2008, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, pages 417–423, 2008.
- [127] J. M. Zhou, V. Bushlya, R. L. Peng, S. Johansson, P. Avdovic, and J. E. Stahl. Effects of tool wear on subsurface deformation of nickel-based superalloy. *Procedia Engineering*, 19 :407–413, 2011.
- [128] H. Touazine, M. Jahazi, and P. Bocher. Accurate determination of damaged subsurface layers in machined Inconel 718. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 88(9-12) :3419–3427, 2017.

- [129] N. Späth, V. Zerrouki, P. Poubanne, and J.Y. Guedou. 718 Superalloy Forging Simulation : a Way To Improve Process and Material. *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 173–183, 2001.
- [130] M. J. Caton, S. K. Jha, A. H. Rosenberger, and J. M. Larse. Divergence of Mechanisms and the Effect on the Fatigue Life Variability of Rene 88 DT. *Superalloys 2004, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, pages 305–312, 2004.
- [131] J. C. Stinville, W. C. Lenthe, J. Miao, and T. M. Pollock. A combined grain scale elastic-plastic criterion for identification of fatigue crack initiation sites in a twin containing polycrystalline nickel-base superalloy. *Acta Materialia*, 103 :461–473, 2016.
- [132] J. C. Stinville, E. Martin, M. Karadge, S. Ismonov, M. Soare, T. Hanlon, S. Sundaram, M. L. P. Echlin, P. G. Callahan, W. C. Lenthe, J. Miao, A. E. Wessman, R. Finlay, A. Loghin, J. Marte, and T. M. Pollock. Competing Modes for Crack Initiation from Non-metallic Inclusions and Intrinsic Microstructural Features During Fatigue in a Polycrystalline Nickel-Based Superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 49(9) :3865–3873, 2018.
- [133] S. L. Wong and P. R. Dawson. Evolution of the crystal stress distributions in face-centered cubic polycrystals subjected to cyclic loading. *Acta Materialia*, 59(18) :6901–6916, 2011.
- [134] J. C. Stinville, E. Martin, M. Karadge, S. Ismonov, M. Soare, T. Hanlon, S. Sundaram, M. P. Echlin, P. G. Callahan, W. C. Lenthe, V. M. Miller, J. Miao, A. E. Wessman, R. Finlay, A. Loghin, J. Marte, and T.M. Pollock. Fatigue deformation in a polycrystalline nickel base superalloy at intermediate and high temperature : Competing failure modes. *Acta Materialia*, 152 :16–33, 2018.
- [135] A. Heinz and P. Neumann. Crack initiation during high cycle fatigue of an austenitic steel. *Acta Metallurgica et Materialia*, 38(10) :1933–1940, 1990.
- [136] S. Suresh. *Fatigue of materials*. Cambridge University Press, 1998.
- [137] D. Locq, P. Caron, S. Raujol, F. Pettinari-Sturmel, A. Coujou, and N. Clément. On the role of tertiary gamma prime precipitates in the creep behaviour at 700oC of a powder metallurgy disk superalloy. *Superalloys 2004, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, pages 179–188, 2004.
- [138] B. Reppich, P. Schepp, and G. Wehner. Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in  $\gamma'$  precipitating nickel-base alloys-II. Experiments. *Acta Metallurgica*, 30(1) :95–104, 1982.
- [139] B. Reppich. Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in  $\gamma'$  precipitating Ni-base alloys-I. Theoretical concept. *Acta Metallurgica*, 30(1) :87–94, 1982.
- [140] E. Nembach, K. Suzuki, M. Ichihara, and S. Takeuchi. In-situ deformation of the gamma prime hardened superalloy Nimonic PE16 in high-voltage electron microscopes. *Philosophical Magazine*, 51A :607–618, 1985.
- [141] E. Nembach. Particle Strengthening of Metals and Alloys. *New York : John Wiley and Sons*, 1997.
- [142] S. Raujol. *Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disques de turbine*. PhD thesis, Université de Toulouse, 2004.
- [143] W. Huther and B. Reppich. Interaction of dislocations with coherent, stress-free, ordered precipitates. *Zeitschrift für Metallkunde*, 69 :628–634, 1978.
- [144] D. Raynor and J. M. Silcock. Strengthening mechanisms in gamma prime precipitating alloys. *Metallurgical Science*, 4(1) :121–130, 1970.

- [145] L. Brown and R. Ham. Strengthening methods in crystals. *Applied Science, London*, 9, 1971.
- [146] A. J. Ardell. Precipitation hardening. *Metallurgical Transactions A*, 16(12) :2131–2165, 1985.
- [147] E. I. Galindo-Nava, L. D. Connor, and C. M.F. Rae. On the prediction of the yield stress of unimodal and multimodal  $\gamma'$  Nickel-base superalloys. *Acta Materialia*, 98 :377–390, 2015.
- [148] T. M. Pollock and A. S. Argon. Creep resistance of CMSX-3 nickel base superalloy single crystals. *Acta Metallurgica et Materialia*, 40(1) :1–30, 1992.
- [149] M. Clavel and A. Pineau. Fatigue behaviour of two nickel-base alloys I : Experimental results on low cycle fatigue, fatigue crack propagation and substructures. *Materials Science and Engineering*, 55(2) :157–171, 1982.
- [150] A. Bhattacharyya, G. V. S. Sastry, and V. V. Kutumbarao. On the dual slope Coffin-Manson relationship during low cycle fatigue of Ni-base alloy in 718. *Scripta Materialia*, 36(4) :411–415, 1997.
- [151] M. Jouiad, E. Marin, R. S. Devarapalli, J. Cormier, F. Ravoux, C. Le Gall, and J. M. Franchet. Microstructure and mechanical properties evolutions of alloy 718 during isothermal and thermal cycling over-aging. *Materials and Design*, 102 :284–296, 2016.
- [152] S.T. Wlodek, M. Kelly, and D. Alden. The Structure of N18. *Superalloys 1992, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, pages 467–476, 1992.
- [153] D. Hull and D. J. Bacon. *Introduction to dislocations*. Butterworth-Heinemann, 2001.
- [154] R. V. Miner, J. Gayda, and R. D. Maier. Fatigue and Creep-Fatigue Deformation of Several Nickel-Base Superalloys at 650°C. *Metallurgical Transactions*, 13A(October) :1755–1765, 1982.
- [155] S. D. Antolovich, S. Liu, and R. Bauer. Low Cycle Fatigue Behavior of René 80 At Elevated Temperature. *Metallurgical Transactions A*, 12 A(3) :473–481, 1981.
- [156] H. F. Merrick. Low Cycle Fatigue of Three Wrought Nickel-Base Alloys. *Metallurgical Transactions*, 5(4) :891–897, 1974.
- [157] B. A. Lerch and V. Gerold. Cyclic hardening mechanisms in NIMONIC 80A. *Metallurgical Transactions A*, 18(12) :2135–2141, 1987.
- [158] S. Terzi. *Comportement à haute température du superalliage Udimet 720 élaboré par Métallurgie des Poudres et optimisé pour la tenue en fluage*. PhD thesis, INP Toulouse, 2006.
- [159] S. Steuer, P. Villechaise, T. M. Pollock, and J. Cormier. Benefits of high gradient solidification for creep and low cycle fatigue of AM1 single crystal superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 645 :109–115, 2015.
- [160] A. Cervellon. *Propriétés en fatigue à grand et très grand nombre de cycles et à haute température des superalliages base nickel monograiniers*. PhD thesis, ISAE-ENSMA, 2018.
- [161] A. de Bussac. Prediction of the Competition Between Surface and Internal Fatigue Crack Initiation in Pm Alloys. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 17(11) :1319–1325, 1994.
- [162] J. M. Hyzak and I. M. Bernstein. The Effect of Defects on the Fatigue Crack Initiation Process in Two P/M Superalloys : Part I. Surface-Subsurface Transition. *Metallurgical Transactions A*, 13 :45–52, 1982.
- [163] H. Ghonem and D. Zheng. Depth of intergranular oxygen diffusion during environment-dependent fatigue crack growth in alloy 718. *Materials Science and Engineering A*, 150(2) :151–160, 1992.



- [164] J. P. Pedron and A. Pineau. Influence of Oxidation on High-temperature Crack Propagation in the Inconel 718 Alloy. *Mémoires et études scientifiques de la Revue de métallurgie*, 80(12) :665–674, 1982.
- [165] M. Marchionni, G. A. Osinkolu, and G. Onofrio. High temperature low cycle fatigue behaviour of UDIMET 720 Li superalloy. *International Journal of Fatigue*, 24 :1261–1267, 2002.
- [166] J. E. King. Surface damage and near-threshold fatigue crack growth in a Ni-base superalloy in vacuum. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 5(2) :177–188, 1982.
- [167] M. Brunner, M. Bensch, R. Völkl, E. Affeldt, and U. Glatzel. Thickness influence on creep properties for Ni-based superalloy M247LC SX. *Materials Science and Engineering : A*, 550 :254–262, 2012.
- [168] B. Max, B. Viguier, E. Andrieu, and J. M. Cloué. A Re-examination of the Portevin-Le Chatelier Effect in Alloy 718 in Connection with Oxidation-Assisted Intergranular Cracking. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 45(12) :5431–5441, 2014.
- [169] M. Mazière, J. Besson, S. Forest, B. Tanguy, H. Chalons, and F. Vogel. Simulation de l’effet Portevin-Le Chatelier dans un superalliage pour disque de turbomachine. *Paper presented at the 8th colloque national en calcul des structures, Giens, France, 21- 25 May 2007*, 2007.
- [170] P. Villechaise, J. Cormier, T. Billot, and J. Mendez. Mechanical Behavior and Damage Processes of Udimet 720Li : Influence of Localized Plasticity at Grain Boundaries. *Superalloys 2012 : 12th International Symposium on Superalloys, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, pages 13–24, 2012.
- [171] A. Casanova Gómez. *Origines des Variations de Propriétés Mécaniques de l’Alliage Inconel 718DA en Relation avec ses Caractéristiques Microstructurales*. Internship report, ENSMA, 2010.
- [172] J. M. Hyzak and I. M. Bernstein. The effect of defects on the fatigue crack initiation process in two p/m superalloys : part I. fatigue origins. *Metallurgical Transactions A*, 13(1) :33–43, 1982.
- [173] L. A. James. *Fatigue-Crack Propagation Behavior of Inconel 718*. Hanford Engineering Development Lab., Richland, Wash. (USA), 1975.
- [174] M. Durand. *Analyse des mécanismes métallurgiques survenant dans l’alliage AD730™ au cours du revenu de relaxation des contraintes*. PhD thesis, MINES Paris Tech, 2021.

# Annexe A : Essais de fissuration

Les données ont été analysées avec le logiciel AFGROW. Il permet de prendre en compte la variation de la longueur de fissure dans le facteur géométrique. En effet, ces deux valeurs sont recalculées à chaque itération. Pour commencer, la loi de fissuration obtenue avec les essais de fissuration est rentrée dans le logiciel sous la forme d'un "tabular lookup". Elle est de la forme de l'Equation 1 :

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad (1)$$

où  $a$  est la longueur de fissure,  $N$  le nombre de cycles,  $\Delta K = K_{max} - K_{min}$  la variation du facteur d'intensité de contrainte,  $C$  et  $m$  des coefficients dépendants du matériau.

Par ailleurs, si la fissure se propage en mode I (perpendiculairement au plan de la fissure),  $\Delta K$  s'exprime alors :

$$\Delta K = \Delta K_I = Y \Delta \sigma \sqrt{\pi a} \quad (2)$$

où  $\Delta K_I$  est le facteur d'intensité de contraintes dans le cas d'un chargement en mode I,  $Y$  un facteur de forme,  $\Delta \sigma = \sigma_{max} - \sigma_{min}$  l'amplitude de contrainte.

L'équation 1 s'exprime alors :

$$\frac{da}{dN} = C(Y \Delta \sigma \sqrt{\pi a})^m \quad (3)$$

$$\frac{da}{dN} = CY^m (\Delta \sigma)^m \pi^{m/2} a^{m/2} \quad (4)$$

En posant  $\lambda = CY^m (\Delta \sigma)^m \pi^{m/2}$  :

$$\frac{da}{dN} = \lambda a^{m/2} \quad (5)$$

Ensuite, la fissure modélisée se propage de manière elliptique depuis la surface d'un cylindre et la rupture de l'éprouvette est déterminée quand la résistance à la traction ou la ténacité sont atteintes. Selon le critère d'arrêt, les valeurs obtenues sont légèrement différentes. Les tendances sont néanmoins les mêmes. Pour finir, comme les essais de fissuration n'ont pas été menés à rupture, la valeur du facteur d'intensité de contrainte sous chargement en mode I  $K_I$  a été prise égale à  $100 \text{ MPa}\sqrt{m}$  et la ténacité  $K_{Ic}$  à  $120 \text{ MPa}\sqrt{m}$ . Afin de voir l'influence de la valeur de cette dernière, des modélisations avec des ténacités comprises entre 60 et  $120 \text{ MPa}\sqrt{m}$  ont été réalisées. Les résultats ont montré une influence négligeable.

## Fissuration sous air

### Courbes de propagation

Les courbes obtenues après l'essai de fissuration sous air à 450°C et 700°C sont données en Figure A.1. Elles permettent de suivre l'avancée de la fissure en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte  $\Delta K$ . En dessous d'une valeur seuil  $\Delta K_{seuil}$ , l'endommagement en pointe de fissure est tellement faible qu'aucune avancée de fissure ne peut être détectée. Les valeurs mesurées des  $\Delta K_{seuil}$  sont de  $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  et  $13 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  à 450°C et 700°C, respectivement.

Dans le domaine de Paris, le coefficient matériau  $m$  calculé est de 3.77 et 4.55 à 450°C et 700°C, respectivement. Par conséquent, la vitesse de propagation est plus élevée à 700°C dans le domaine de Paris.

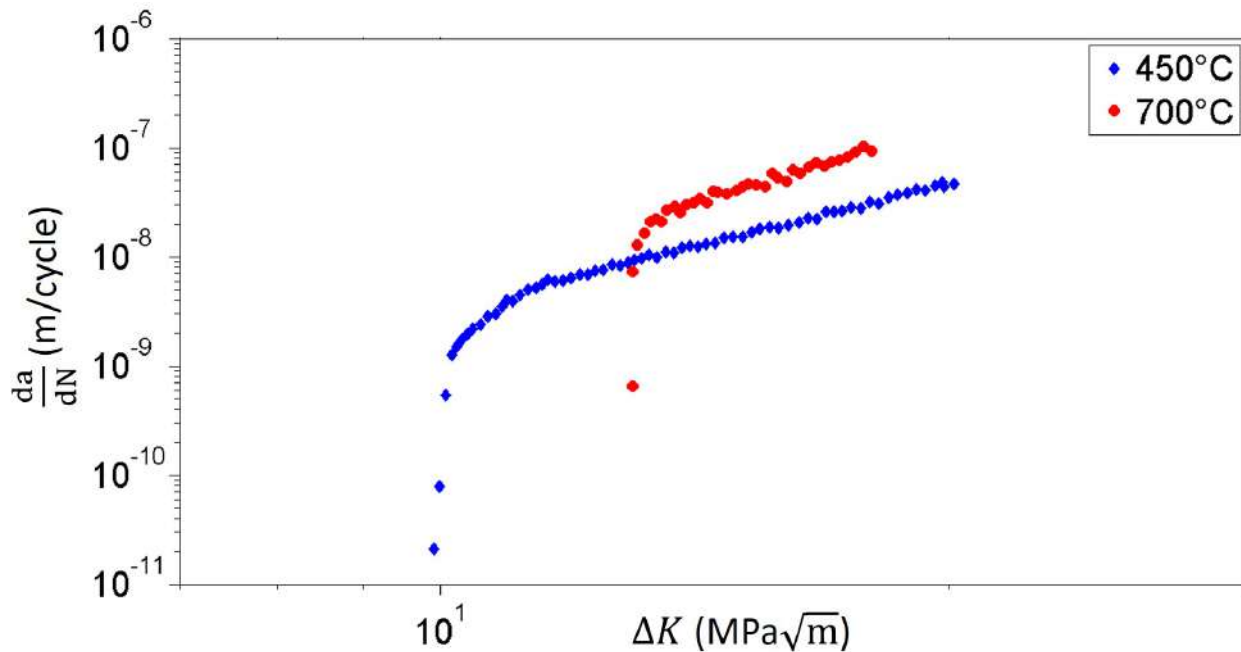


FIGURE A.1 – Courbes de propagation obtenues sous air à 450°C et 700°C pour la version STD à  $\Delta K$  décroissant ( $\Delta K_{initial} = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ).

### Calculs de durée de propagation

#### Pour les essais pilotés en force

La Table 3 synthétise les différents paramètres obtenus avec les courbes de fissuration. Le nombre de cycles passé en propagation pour des essais de LCF précédemment présentés est calculé par le logiciel Afgrow et il est alors possible d'obtenir un pourcentage de durée de vie passé en propagation. Les résultats sont donnés dans la Table 4.

T (°C)	$\Delta K_{seuil}$ ( $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ )	m (-)	C ( $\sqrt{\text{m}} \cdot (\text{MPa} \cdot \text{cycle})^{-1}$ )	$R_{mvr\grave{a}ie}$ (MPa)
450°C	10	3.77	$5.21 \times 10^{-13}$	1552
700°C	13	4.55	$2.27 \times 10^{-13}$	1255

TABLE 3 – Synthèse des paramètres nécessaires pour calculer le nombre de cycles en propagation.

T (°C)	$\Delta\sigma$ (MPa)	$t_p$ (%)
450°C	1672	37
700°C	1571	20

TABLE 4 – Synthèse des résultats pour les essais pilotés en force sous air.

Dans ces conditions d'essais, **la durée de vie est majoritairement gouvernée par la durée d'amorçage critique sous air à 450°C et 700°C**. En effet, elle correspond à environ 63% de la durée de vie totale de l'éprouvette à 450°C et 80% à 700°C.

### Pour les essais pilotés en déformation

Comme peu d'essais ont été réalisés avec un pilotage en force sous air, ces calculs ont également été appliqués aux essais pilotés en déformation. Comme vu au Paragraphe 8.1.1, le comportement du matériau est stable pendant presque la totalité des essais pilotés en déformation à 450°C. L'amplitude de contrainte ne varie donc pas. Les calculs peuvent donc être appliqués à ces essais. En revanche, un adoucissement marqué se produit à 700°C. Afin d'évaluer son impact sur la durée de propagation, les calculs ont été effectués pour les amplitudes de contrainte relevées au premier cycle et à mi-durée de vie. La Table 5 synthétise les résultats importants :

T (°C)	$\Delta\sigma$ (MPa)	$t_p$ (%)
450°C	1352	15 – 25
	1504	50
	1680	100
	1980	100
700°C – 1er cycle	1346	1
	1478	5 – 8
	1595	14 – 60
	1925	100
700°C – mi-vie	1192	2
	1339	5 – 12
	1412	17 – 80
	1689	100

TABLE 5 – Synthèse des résultats pour les essais pilotés en déformation sous air.

L'écart important observé pour des demi-amplitudes de contrainte appliquée de 1595 MPa et 1412 MPa est dû à la dispersion importante des durées de vie obtenue pour ces essais.

La Figure A.2 donne les durées des phases d'amorçage et de propagation lors des essais LCF à 450°C et 700°C. La courbe de propagation à 700°C est tracée pour des calculs effectués avec les amplitudes de contrainte relevées à mi-vie.

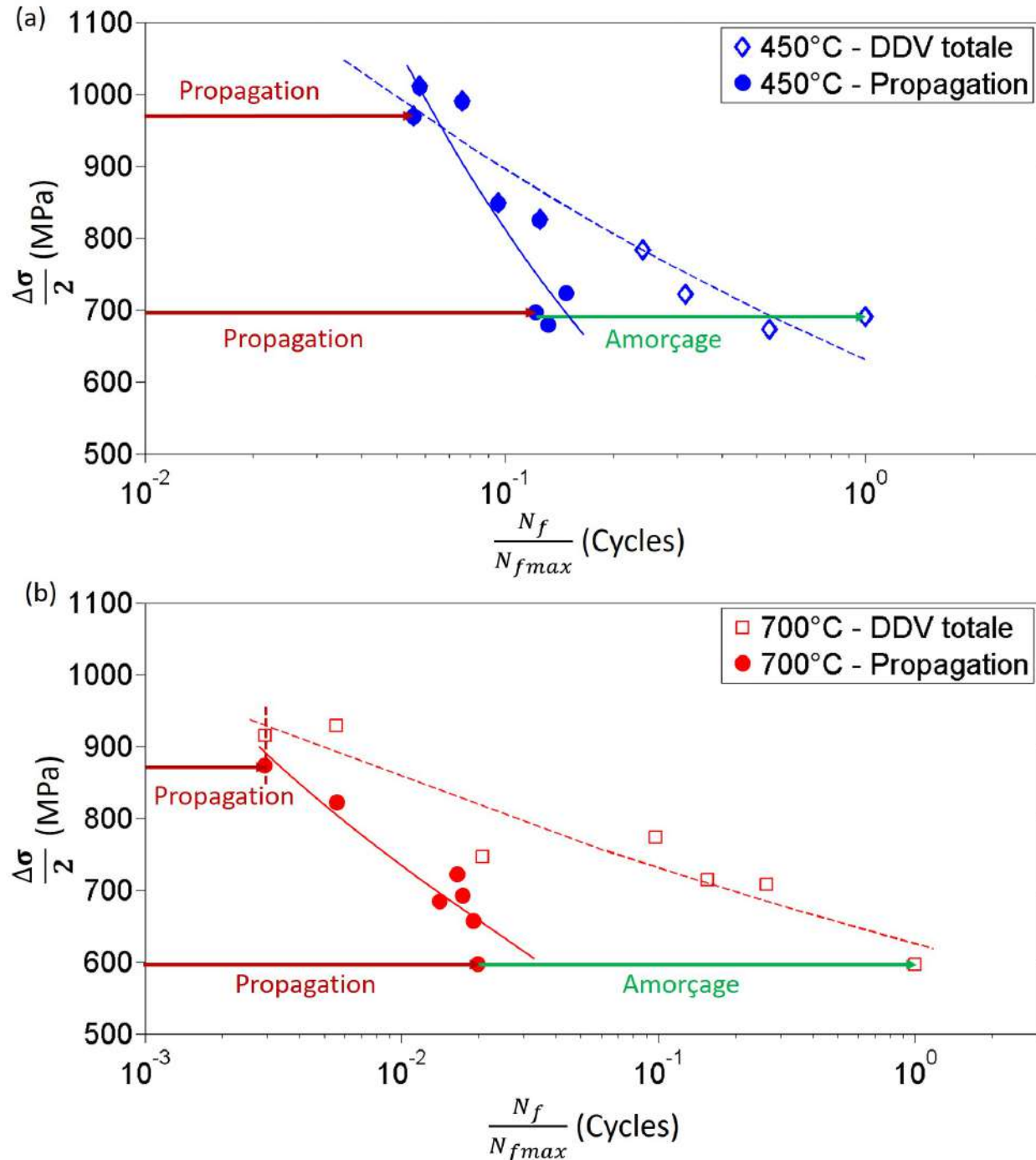


FIGURE A.2 – Durées des phases d'amorçage et de propagation obtenues lors des essais de LCF à (a) 450°C et (b) 700°C. Les calculs ont été effectués avec les amplitudes de contrainte relevées à mi-vie pour la courbe de propagation à 700°C.

A 450°C, à faibles taux de déformation appliqués, la durée de vie (DDV) est gouvernée par la durée d'amorçage critique (Figure A.2.a). En revanche, c'est la durée de propagation qui la régit à taux élevés. Il y a donc un seuil de transition. A 700°C, que le relevé de l'amplitude de contrainte soit effectué au premier cycle ou à mi-vie, la durée de vie totale de l'éprouvette est dirigée par la durée d'amorçage critique hormis à très hauts taux appliqués où les deux stades occupent une part équivalente (Figure A.2.b). En comparant les résultats obtenus pour un relevé des valeurs au premier cycle ou à mi-vie, peu d'écart est observé à faibles taux de déformation. Il est plus important pour des taux appliqués élevés. Ceci est cohérent avec le fait que l'adoucissement du matériau est plus marqué à taux élevés.

A taux de déformation appliqué constant, la durée d'amorçage critique est plus longue à 700°C comparativement à 450°C. **La température a donc un impact bénéfique qui ralentit le début de propagation des fissures.**

## Sous vide

### Courbes de propagation

La Figure A.3 donne les courbes de propagation obtenues sous vide à 450°C et 700°C. Les valeurs de  $\Delta K_{seuil}$  mesurées sont de  $15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  et  $7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  à 450°C et 700°C, respectivement. Il est intéressant de noter que le seuil de  $7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  à 700°C est probablement légèrement sur-estimé comparativement au vrai seuil. La température a donc un impact majeur sous vide. Elle agit notamment sur les mécanismes de déformation opérant en pointe de fissure. Des analyses de fermeture de fissure seraient nécessaires pour comprendre l'origine de ce seuil plus bas sous vide que sous air.

Le domaine de Paris à 700°C n'est pas clairement identifiable. Les coefficients de la loi de Paris ont été relevés sur la fin de la courbe. Dans ce domaine, le coefficient matériau  $m$  calculé est de 1.79 et 1.14 à 450°C et 700°C, respectivement. La vitesse de propagation est donc légèrement plus élevée à 450°C.

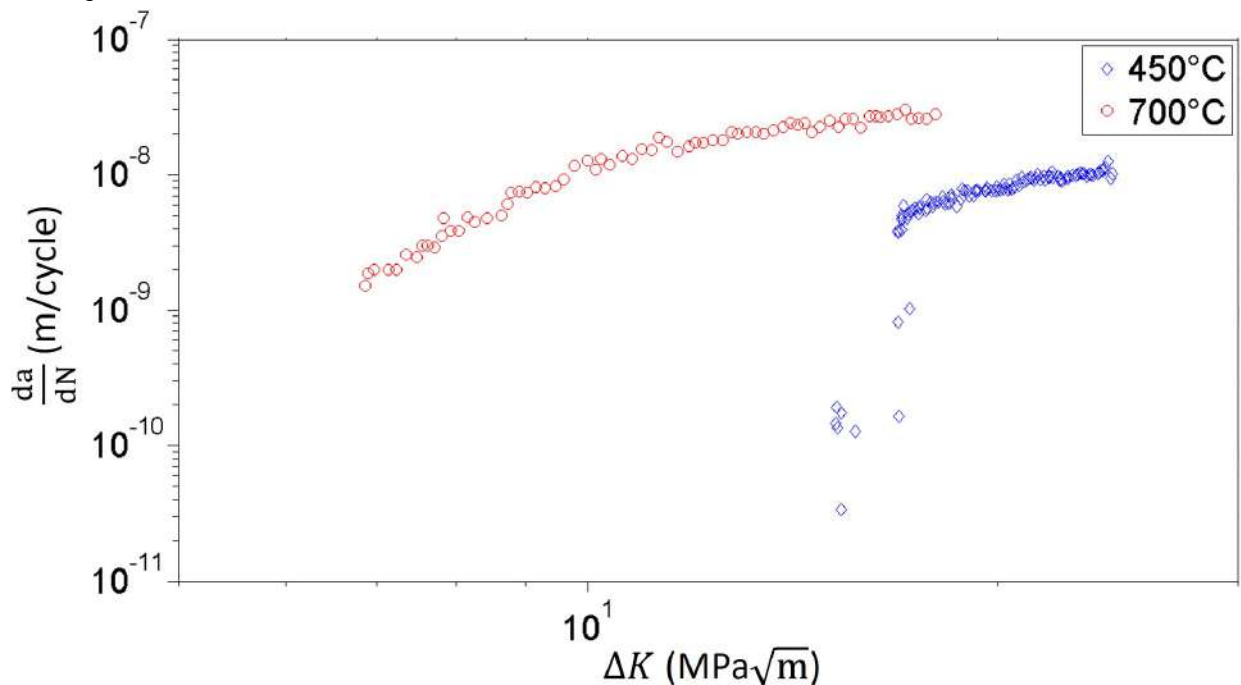


FIGURE A.3 – Courbes de propagation obtenues sous vide à 450°C et 700°C pour l'alliage STD.

## Calculs de durée de propagation

De même que pour les essais sous air, une estimation de la durée de propagation peut être calculée. Aucun essai de traction sous vide n'ayant été réalisé, les valeurs de la résistance à la traction utilisées sont celles obtenues sous air. La Table 6 récapitule les paramètres obtenus avec les essais de fissuration. La Table 7 donne les durées de propagation obtenues avec le logiciel Afgrow. Pour rappel, les essais de LCF sous vide ont été réalisés sur éprouvettes avec et sans pré-oxydation. Comme montré au Paragraphe 8.2.3, les durées de vie obtenues sont équivalentes, quel que soit le temps de pré-oxydation (Figure 8.17).

T (°C)	$\Delta K_{seuil}$ (MPa $\sqrt{m}$ )	m (-)	C ( $\sqrt{m} \cdot (MPa \cdot cycle)^{-1}$ )	$R_{mvràie}$ (MPa)
450°C	15	1.79	$3.70 \times 10^{-11}$	1552
700°C	7	1.14	$1.08 \times 10^{-9}$	1255

TABLE 6 – Synthèse des paramètres nécessaires pour calculer le nombre de cycles en propagation.

T (°C)	$\Delta\sigma$ (MPa)	$t_p$ (%)
450°C	1672	80 – 100
700°C	1571	100

TABLE 7 – Synthèse des résultats pour les essais pilotés en force sous vide.

Les résultats montrent que dans ces conditions d'essais, **la durée de vie est majoritairement gouvernée par la durée de propagation sous vide à 450°C et 700°C**. En effet, elle correspond à plus de 80% et à 100% de la durée de vie totale de l'éprouvette à 450°C et 700°C, respectivement. La durée d'amorçage critique est donc quasi-instantanée à 700°C. En effet, le  $\Delta K_{seuil}$  étant faible, la longueur de fissure critique est petite et est atteinte très rapidement.

## Comparaison des essais sous air et sous vide

### Courbes de propagation

Les courbes obtenues avec les essais de fissuration sous air et sous vide sont tracées sur un même graphique en Figure A.4. L'amplitude du facteur d'intensité de contrainte seuil  $\Delta K_{seuil}$  est supérieure sous vide à 450°C. Par conséquent, la longueur de fissure critique à atteindre avant de commencer à se propager est plus grande. La vitesse de propagation dans le domaine de Paris est également plus faible sous vide. Les effets de l'environnement sont donc néfastes sur la durée d'amorçage critique et la durée de propagation à cette température.

A 700°C, c'est le phénomène inverse qui est observé. Le  $\Delta K_{seuil}$  est significativement plus faible sous vide. La durée d'amorçage critique est donc plus courte sous vide. Concernant la vitesse de propagation, elle est plus faible sous vide. Dans ce cas, les effets de l'environnement sont bénéfiques sur la durée d'amorçage critique mais pas sur la durée de propagation. Ce dernier résultat est en accord avec le fait qu'une propagation intergranulaire (sous air) soit liée à une vitesse de propagation plus élevée que pour une propagation transgranulaire (sous vide) (cf. Chapitres 4 et 6).

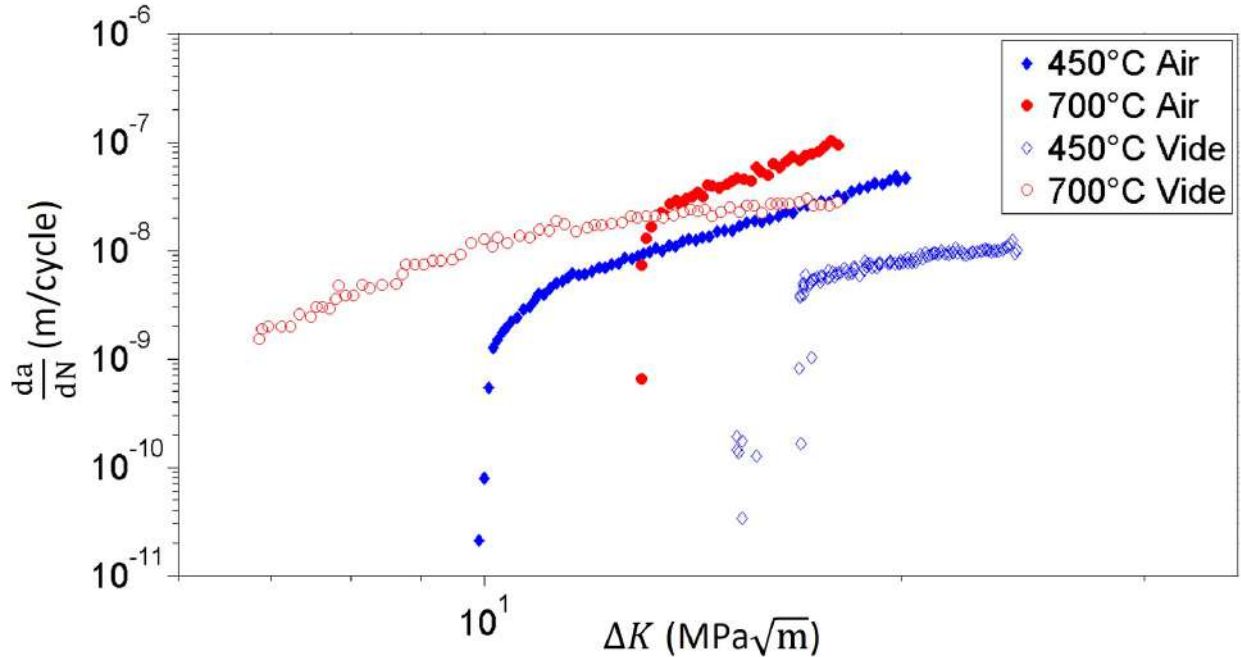


FIGURE A.4 – Courbes de propagation obtenues sous air et sous vide à 450°C et 700°C pour la nuance STD.

### Calculs de durée de propagation

Il est important de rappeler que les essais de fissuration ont été réalisés à 20 Hz et non à 0.5 Hz comme pour les essais de LCF. Par conséquent, la vitesse de propagation à 700°C dans le domaine de Paris est sûrement plus élevée dans le cas des essais de fissuration. La Table 8 synthétise les résultats importants obtenus avec les essais de fissuration sous air et sous vide à 450°C et 700°C. La durée de vie est gouvernée par :

- la durée d'amorçage critique sous air, quelle que soit la température.
- la durée de propagation sous vide, quelle que soit la température.

T (°C)	Environ.	$\Delta K_{seuil}$ (MPa $\sqrt{m}$ )	m (-)	$\Delta\sigma$ (MPa)	$t_p$ (%)
450°C	Air	10	3.77	1672	37
	Vide	15	1.79		80 – 100
700°C	Air	13	4.55	1571	20
	Vide	7	1.14		100

TABLE 8 – Synthèse des résultats pour les essais pilotés en force sous air et sous vide.



La durée passée en phase d'amorçage critique et en propagation ne sont donc pas les mêmes selon l'environnement. Cependant, d'après les essais de fatigue réalisés, les durées de vie sont équivalentes sous air et sous vide (cf. Paragraphe 8.2.3). Il est donc possible de conclure avec les essais de fissuration que ce phénomène est fortuit. Ces essais permettent également de mettre en évidence un phénomène à 450°C. En effet, les durées d'amorçage critique et de propagation sont plus courtes sous air par rapport à celles sous vide. Par conséquent, la durée de vie totale des éprouvettes testées en fatigue devrait également être plus courte sous air que sous vide. Or, ce n'est pas le cas. Il est donc possible que des effets de fermeture de fissure soient présents. Ils seraient alors causés par la présence d'oxydes et/ou à un émoussement en pointe de fissure. De plus, les carbonitrures se fissurent à cette température et lorsqu'ils se trouvent en surface, les contraintes se relaxent à leur voisinage. Ces deux résultats ralentiraient alors la propagation de la fissure.

---

## **IMPACT DES CARBURES SUR LA VARIABILITE DES PROPRIETES EN FATIGUE DE SUPERALLIAGES BASE NICKEL POUR DISQUES**

### Résumé :

Dans le contexte actuel, les enjeux environnementaux mettent au défi les motoristes en imposant une réduction importante des émissions de CO<sub>2</sub> et de NO<sub>x</sub>. Ceci a entraîné le développement de superalliages base nickel  $\gamma/\gamma'$  afin d'assurer de bonnes propriétés mécaniques en traction, en fatigue et en oxydation des disques de turbine. L'AD730<sup>TM</sup> a été élaboré pour des applications jusqu'à 700°C et les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissures doivent être étudiés.

Les inclusions non métalliques sont des éléments microstructuraux fragiles et sensibles à l'oxydation. Ils peuvent agir comme des sites de concentrations de contraintes importants et être à l'origine d'un amorçage de fissure. Des campagnes de fatigue oligocyclique menées à 450°C et 700°C ont permis de déterminer les conditions d'essais favorisant un amorçage de fissure sur ces inclusions. Les faciès de rupture ont révélés que les inclusions sont à l'origine de la rupture des éprouvettes quand les effets de l'environnement sont limités et que le taux de déformation ou de contrainte appliqué est relativement élevé.

Afin de mieux comprendre les paramètres favorisant la fissuration des inclusions, des essais d'oxydation statiques et des essais de traction in situ dans la chambre d'un MEB ont été réalisés. Ils ont notamment permis de mettre en évidence l'expansion volumique importante et la fissuration des oxydes de niobium ainsi que de déterminer un seuil de contrainte de fissuration des inclusions. Afin de compléter les essais de fatigue, des essais de fissuration ont été effectués pour estimer la durée passée en amorçage de fissure en fonction de la température et du taux de contrainte appliqué. Cette durée s'est révélée être courte lors d'un amorçage de fissure sur inclusions.

Mots clés : Alliages—Fatigue, Alliages—Fissuration, Alliages—Oxydation, Alliages réfractaires, Carbures, Essais dynamiques, Métaux—Inclusions, Microscopie électronique à balayage, Microstructure (physique), Nickel—Alliages, Oxydes de niobium

## **THE EFFECT OF CARBIDES ON THE FATIGUE PROPERTIES VARIABILITY OF NICKEL-BASED SUPERALLOYS FOR DISCS**

### Abstract :

Nowadays, original engine makers are challenged by the environmental requirements imposing drastic decrease of CO<sub>2</sub> and NO<sub>x</sub> emissions. It leads to the development of  $\gamma/\gamma'$  nickel-based superalloys to ensure good tensile and fatigue properties and a good oxidation behavior of turbine discs. AD730<sup>TM</sup> was elaborated for applications up to 700°C and the crack initiation and propagation mechanisms this alloy need to be investigated.

Non-metallic inclusions are brittle elements that are sensitive to oxidation. They can act as stress concentration sites and can lead to crack initiation. Low cycle fatigue tests were performed at 450°C and 700°C to determine the tests conditions promoting a crack initiation from such inclusions. Fractographic analyzes revealed that inclusions lead to the specimen fracture when the environmental effects are limited and at high strain or stress ranges.

In order to better understand the parameters promoting inclusions cracking, oxidation and in-situ tensile tests in a SEM chamber were performed. They highlighted an important volume expansion and the cracking of niobium oxides. A stress threshold necessary to crack inclusions was also determined. To improve the fatigue tests understanding, crack propagation tests were carried out to estimate the crack initiation time according to the temperature and the stress range applied. This crack initiation time is shorter when the cracks initiate within inclusions.

Keywords: Alloys—Fatigue, Alloys—Cracking, Alloys—Oxidation, Heat resistant alloys, Carbides, Dynamic testing, Metals—Inclusions, Scanning electron microscopy, Microstructure, Nickel alloys, Niobium oxide