



HAL
open science

Prévision des propriétés mécaniques de superalliages base nickel en relation avec leur microstructure granulaire de précipitation

Marco Panella

► **To cite this version:**

Marco Panella. Prévision des propriétés mécaniques de superalliages base nickel en relation avec leur microstructure granulaire de précipitation. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2021. Français. NNT : 2021ESMA0008 . tel-03477822

HAL Id: tel-03477822

<https://theses.hal.science/tel-03477822>

Submitted on 13 Dec 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 :

Marco PANELLA

Prévision des propriétés mécaniques de superalliages base nickel en relation
avec leur microstructure granulaire et de précipitation

Directeur(s) de thèse : Patrick VILLECHAISE
Marc BERNACKI
Co-encadrant : Loïc SIGNOR

Soutenue le 04 Juin 2021

devant la Commission d'Examen

JURY

Rapporteurs :

BARBE Fabrice, Maître de Conférences, INSA, GMP, Rouen
DEHMAS Moukrane, Professeur, INP-ENSIACET, CIRIMAT, Toulouse

Membres du jury :

VERON Muriel, Professeur, INP-Phelma, SIMaP, Grenoble
DOUIN Joël, Directeur de Recherche, CNRS, CEMES, Toulouse
BERNACKI Marc, Professeur, Mines Paristech, CEMEF, Sophia Antipolis
VILLECHAISE Patrick, Directeur de Recherche, CNRS, Institut P', Poitiers
SIGNOR Loïc, Maître de Conférences, ISAE-ENSMA, Institut P', Poitiers

Table des Matières

Table des Matières	5
1 Introduction générale	1
1.1 Bibliographie.....	10
2 Les superalliages base nickel.....	13
2.1 Généralités.....	13
2.1.1 Microstructure des superalliages base nickel.....	14
2.1.1.1 Les précipités γ'	15
2.1.1.2 Carbures et borures.....	16
2.1.1.3 Phases topologiquement compactes	17
2.1.2 Composition chimique	18
2.1.3 Procédés de fabrication	20
2.1.3.1 Les superalliages “cast & wrought”.....	20
2.1.4 Traitements thermiques.....	22
2.1.5 L'AD730 TM	26
2.2 Influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques	28
2.2.1 Comportement en traction	28
2.2.1.1 Influence de la taille des grains	28
2.2.1.2 Influence de la précipitation	30
2.2.1.3 Influence des éléments en solution solide.....	34
2.2.2 Comportement en fluage et relaxation.....	35
2.2.2.1 Fluage.....	35
2.2.2.2 Relaxation.....	38
2.2.2.3 Influence de la microstructure	38

2.3	Conclusion.....	40
2.4	Bibliographie.....	41
3	Matériau, microstructures et techniques expérimentales	49
3.1	Introduction.....	49
3.2	Eprouvettes et traitements thermiques.....	50
3.2.1	Matière de l'étude	50
3.2.2	Traitements thermiques.....	51
3.2.2.1	Eprouvettes polycristallines.....	51
3.2.2.1.1	Microstructure GF.....	52
3.2.2.1.2	Microstructure GG.....	53
3.2.2.1.3	Microstructure TGG.....	54
3.2.2.2	Eprouvettes monogranulaires	54
3.2.2.2.1	Monograins orientés proche <001>.....	54
3.2.2.2.2	Monograins orientés de manière favorable au glissement simple	55
3.3	Mesure d'orientation cristallographique (analyses EBSD).....	57
3.3.1	Données EBSD sur polycristaux.....	57
3.3.1.1	Microstructure GF.....	57
3.3.1.2	Microstructure GG.....	59
3.3.1.3	Microstructure TGG.....	60
3.3.2	Données EBSD sur Monograins	61
3.3.2.1	Monograins orientés proche <001>.....	61
3.3.2.2	Monograins orientés de manière favorable au glissement simple .	62
3.4	Caractérisation de la microstructure de précipitation (Observations MEB)	63

3.4.1	Détails expérimentaux	63
3.4.1.1	Acquisition des images	63
3.4.1.2	Préparation des échantillons.....	63
3.4.1.3	Traitement et analyses d'image	65
3.4.2	Résultats	66
3.4.2.1	Polycristaux	66
3.4.2.1.1	Microstructures Grains Fins.....	66
3.4.2.1.2	Microstructures Gros Grains	67
3.4.2.1.3	Microstructures Très Gros Grains	71
3.4.2.2	Monograins	72
3.4.2.2.1	Monograins orientés <001>	72
3.4.2.2.2	Monograins orientés de manière favorable au glissement simple	75
3.5	Essais mécaniques	78
3.5.1	Essais de traction.....	79
3.5.2	Essais de traction-relaxation.....	80
3.6	Synthèse des résultats et conclusions	81
3.7	Bibliographie.....	84
4	Comportement monogranulaire et polycristallin en traction et traction-relaxation.....	87
4.1	Introduction	87
4.2	Comportement en traction	87
4.2.1	Essais sur monograins	87
4.2.1.1	Evolution de la limite d'élasticité ($R_{p0.2}$) et de la CRSS.....	90
4.2.1.2	Evolution de la contrainte maximale et allongement à rupture.....	92

4.2.2	Essais sur polycristaux.....	94
4.2.2.1	Influence de la taille de grains	99
4.2.2.2	Influence de la température.....	101
4.2.2.3	Influence de la précipitation.....	102
4.3	Étude du comportement en relaxation.....	104
4.3.1	Influence de la taille de grains	104
4.3.2	Influence de la précipitation	108
4.4	Synthèse des résultats et conclusions	112
4.6	Bibliographie.....	115
5	Modélisation du durcissement des superalliages base Nickel γ/γ'	119
5.1	Etat de l'art.....	119
5.1.1	Formulation des modèles de durcissement par précipitation.....	120
5.1.1.1	Formulation des modèles classiques	120
5.1.1.1.1	Cisaillement par couplage faible	120
5.1.1.1.2	Variantes d'Ardell et Kozar.....	123
5.1.1.1.3	Cisaillement par couplage fort	125
5.1.1.1.4	Contournement d'Orowan.....	128
5.1.1.2	Analyse des prédictions des modèles classiques.....	129
5.1.1.3	Modèle de Galindo-Nava.....	130
5.1.1.3.1	Formulation du modèle unimodal.....	130
5.1.1.3.2	Prise en compte de la distribution de taille de précipités.....	135
5.1.1.3.3	Formulation du modèle multimodal.....	135
5.1.1.3.4	Formulation simplifiée	136
5.1.1.4	Prise en compte d'effets additionnels	138

5.1.2	Autres contributions au durcissement	139
5.1.2.1	Contribution des éléments en solution solide	140
5.1.2.2	Contribution de la taille de grains.....	141
5.1.3	Données quantitatives pour l'applications des modèles à l'AD730TM 141	
5.1.3.1	Paramètres physiques des modèles de durcissement par précipitation 142	
5.1.3.1.1	Energie de paroi d'antiphase	142
5.1.3.1.2	Module de cisaillement.....	142
5.1.3.2	Fraction volumique des précipités.....	142
5.2	Durcissement dans les alliages monogranulaires.....	145
5.2.1	Rappel des résultats expérimentaux	145
5.2.2	Contribution des éléments en solution solide.....	146
5.2.3	Application du modèle de Galindo-Nava.....	148
5.2.3.1	Rappel de la formulation du modèle.....	148
5.2.3.2	Résultats.....	150
5.2.3.3	Discussion	153
5.2.3.3.1	Ecart constatés.....	153
5.2.3.3.2	Analyse des limites du modèle de Galindo-Nava	154
5.2.4	Vers un nouveau modèle de durcissement par précipitation	155
5.2.4.1	Correction de la distance inter-précipités.....	156
5.2.4.2	Introduction des interactions mixtes	157
5.2.4.3	Prise en compte de la distribution de taille	159
5.2.4.4	Formulation modifiée.....	160
5.2.4.4.1	Interactions mixtes et distance inter-précipités	161

5.2.4.4.2	Influence de la distribution de taille.....	162
5.2.4.4.3	Formulations finales	163
5.2.5	Application du nouveau modèle	165
5.2.5.1	Comparaison aux données expérimentales	165
5.2.5.2	Cas des microstructures SX-eau/air/lr.....	167
5.2.6	Synthèse	170
5.3	Durcissement dans les polycristaux.....	171
5.3.1	Effet de la taille de grains.....	172
5.3.1.1	Calibration de la loi de Hall-Petch.....	173
5.3.2	Etude de l'influence de la température sur la contribution de la précipitation	175
5.3.3	Application du modèle complet.....	178
5.4	Conclusions.....	181
5.5	Bibliographie.....	182
6	Simulations éléments-finis en champs complet	187
6.1	Positionnement et état de l'art	187
6.1.1	Méthodes classiques de simulation du comportement cristallin.....	188
6.1.2	Simulations EF en champs complets	190
6.1.2.1	Lois de comportement monocristallines	190
6.1.2.1.1	Élasticité	191
6.1.2.1.2	Viscoplasticité.....	192
6.1.2.2	Génération de microstructures virtuelles	194
6.1.3	Étude de la limite d'élasticité	197
6.2	Simulation du comportement du monograin	199
6.2.1	Loi de comportement et identification des paramètres.....	199

6.2.1.1	Elasticité	199
6.2.1.2	Viscoplasticité	200
6.2.2	Modèle EF	201
6.2.3	Résultats des simulations	203
6.3	Simulation du comportement du polycristal	207
6.3.1	Microstructures de l'étude	207
6.3.1.1	Microstructures simplifiées à grains cubiques	207
6.3.1.2	Microstructures réalistes	208
6.3.1.3	Tirage des orientations cristallographiques	212
6.3.2	Résultats des simulations dans le régime élastique	212
6.3.2.1	Analyse des champs mécaniques locaux	212
6.3.2.2	Distribution de la cission résolue et facteur de Schmid effectif ..	215
6.3.2.3	Prévision de la limite d'élasticité macroscopique	216
6.3.3	Simulations dans le régime viscoplastique	219
6.3.3.1	Simulation du comportement en traction à 700°C	220
6.3.3.1.1	Choix des paramètres	220
6.3.3.1.2	Analyse de courbes de traction simulées	222
6.3.3.1.3	Analyses locales	225
6.3.3.2	Simulation du comportement en traction à 20°C et 500°C	229
6.3.4	Discussion des résultats	233
6.4	Cas des microstructures à gradient de taille de grains	234
6.4.1	Microstructures duales en AD730™	234
6.4.2	Génération du Modèle EF	236
6.4.2.1	Microstructure virtuelle	236

6.4.2.2	Paramètres de la loi de comportement	238
6.4.3	Résultats	240
6.5	Conclusions	244
6.6	Bibliographie	247
7	Conclusions générales et perspectives	255
7.1	Bibliographie	260
Annexe A	– Traitement et analyses d’images	263
Annexe B	- Traitement des données de relaxation.....	275

Remerciements

Ces travaux ont été financés par la chaire ANR - SAFRAN OPALE (ANR-14-CHIN-0002). Les calculs ont été effectués sur le calculateur du Mésocentre de calcul SPIN Poitou Charentes.

Je remercie sincèrement les membres de mon jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon sujet, la richesse et la qualité de la discussion que nous avons pu avoir : Muriel Veron (INP-Phelma, SIMaP) pour avoir accepté de présider ce jury, et mes rapporteurs, Fabrice Barbe (INSA, GMP) et Moukrane Dehmas (INP-ENSIACET, CIRIMAT) et mon examinateur Joël Douin (CNRS, CEMES) pour le temps qu'ils ont consacré à la lecture et l'évaluation minutieuse de ce long manuscrit. Ensuite je tiens à remercier Stéphane Gourdin (Safran Tech) d'avoir participé à ce jury.

La chaire OPALE voit collaborer Safran, l'institut Pprime et le CEMEF (Centre de Mise en Forme des Matériaux, Mines ParisTech). Ce projet a constitué un cadre humain et technique privilégié encourageant et facilitant les échanges et les discussions avec des personnes extérieures à l'encadrement. Les réunions fréquentes m'ont permis de présenter l'avancement de mon travail et d'obtenir les remarques et les conseils de personnes d'horizons, métiers et quotidiens différents. Un grand merci à Nathalie pour ton soutien et pour l'intérêt systématique pour mon travail, me permettant d'avoir un autre regard sur ce que je faisais. Je remercie également Jean-Michel (sans qui nous n'aurions pu obtenir nos barreaux d'AD730™ monogranulaires), Anne-Laure, Daniel et Michael pour votre intérêt et pour les discussions toujours enrichissantes pendant les réunions.

Ce projet de thèse n'aurait pas pu voir le jour sans mes encadrants (tant officiels qu'officieux) Patrick, Marc, Loïc et Jonathan. Je mesure la chance que j'ai d'avoir pu profiter d'une équipe encadrante avec un éventail varié de compétences. Vous m'avez accordé une belle confiance depuis le début de cette thèse en me permettant de me confronter au quotidien de la recherche. Je tiens à vous remercier pour avoir partagé avec moi votre expertise et votre passion pour la recherche. Merci pour tout le temps que vous m'avez dédié, pour votre patience et pour votre soutien continu dans les moments hauts et bas. C'est aussi grâce à vous que j'ai pu progresser que ce soit aussi bien sur le plan professionnel que personnel.

Pendant cette thèse j'ai eu la chance de pouvoir passer une période au sein du CEMEF. J'adresse donc une pensée particulièrement affective à mes collègues de Nice (Opaliens et non) : Julien, Alexis, Suzanne, David, Baptiste, Karen, Sebastian et Brayan. Un merci particulier à Malik (et encore une fois à Nathalie) pour son aide avec les micrographies MEB.

Cette thèse s'est déroulée dans l'équipe ENDO du D1 de l'institut Pprime. Je remercie en particulier l'équipe technique qui nous forme et qui contribue activement à l'excellente ambiance du laboratoire. En particulier, je remercie Médéric pour m'avoir formé sur les machines de découpe, Florence pour les formations et son aide avec les observations MEB, Guillaume pour la formation au polissage, Mikaël pour les formations à l'utilisation des ressources de calcul et pour son assistance continue, Gérard, Cédric et Camille pour l'accompagnement informatique et votre support de qualité. Merci aussi à l'atelier d'usinage qui fournit un travail de très grande qualité (Laurent, Nicolas, Lucas et Jacques). Un grand merci également à l'équipe de choc du secrétariat : Brigitte, Karine, Francine et Valérie. J'adresse une pensée particulièrement affective à Francine, merci pour les longues discussions et pour ton soutien pendant cette thèse. En restant sur l'équipe ENDO, je tiens à remercier Jean-Claude et Eric qui ont été les premiers à m'accueillir au sein du laboratoire à l'occasion d'un stage. Merci à Mandana et Marianne pour les échanges qu'on a pu avoir pendant les enseignements. Merci aussi à Samuel et Azdine, en particulier un grand merci à Azdine pour les résultats des calculs en FFT (que je verrai un jour, peut-être ;)). Enfin merci aux post-doctorants que j'ai rencontré au cours de cette aventure : Maxime, Blanche et ma collègue *opalienne* Arantxa.

J'en arrive maintenant à mes chers collègues doctorants. Je tiens pour commencer à remercier l'équipe de l'ATEM 2018 : merci à Adèle, Pierre, Romain, Wissam et Satoshi. Un grand merci aux collègues *opaliens* avec qui j'ai pu partager pleins de discussions et de moments agréables. Merci Adèle pour les discussions et les moments partagés, François pour tes conseils et pour ton aide avec les mesures EBSD, Nicolas pour ton soutien continu, pour les longues discussions pas toujours scientifiques et pour ton aide avec les observations de microstructures. Je remercie ensuite l'ensemble des doctorants (anciens et nouveaux) que j'ai côtoyé pendant cette aventure, vous participez tous à cette ambiance unique qui existe au laboratoire. En vrac, merci Cyril, Paul, Nathan, Vincent, Aurélien, Lucille, Emeline, Mahak, Luciana, Coline, Sarah, Anil, Prasad, Julie, Maxime, Florent, Guillaume, Julien P., Mélanie, Tiphaine, Marjolaine, Salvador et tous ceux que j'oublie... (désolé, mais vous êtes nombreux ! 😊). Évidemment, je tiens à remercier les membres du B014. Merci à Julien G., Vincenzo et Sami pour m'avoir bien accueilli et conseillé au début de ma thèse. Merci aux plus jeunes Romain, Happy et Clément pour avoir contribué fortement à créer cette ambiance chaleureuse et humaine. Un merci particulier à Clément pour son aide continu et sa générosité désintéressée tout au long de cette aventure.

Je remercie maintenant tous les Italiens que j'ai eu la chance de côtoyer depuis mon arrivé au labo. Je pense notamment à Antonio, Vincenzo, Barbara, Marina et Flavio. Un merci particulier aux

canolliani Federico, Giuseppe et Carolina j'ai eu la chance de pouvoir partager une bonne partie de ma vie avec vous pendant les dernières années, vous êtes devenus une vraie deuxième famille pour moi. Giuseppe tu as été une source de motivation pendant toute cette aventure, merci pour toutes les discussions (très) animées scientifiques et non, sans toi une grande partie de ce qui a été réalisé n'aurait pas été possible. Une pensée particulièrement affective aux anciens *canolliani* avec qui j'ai eu la chance de partager ma première période à Poitiers et en France. Je pense notamment à Sara, Diego, Nicoletta, Armando, Luca et Roberta.

J'envoie mes plus grands remerciements à toi, Angela, qui a été et continue à être un soutien quotidien sans faille. Merci d'avoir été là dans les moments hauts et bas.

Mes derniers remerciements vont à ma famille, et en particulier à mes parents et ma sœur pour leur soutien inconditionnel dans toutes mes choix et décisions. Si je suis arrivé là, c'est en grande partie grâce à vous. Vous n'avez pu être là le jour de la soutenance, mais c'était tout comme.

Marco Panella

1 Introduction générale

Les matériaux « haute température » sont caractérisés par le maintien d'excellentes caractéristiques mécaniques à des températures pouvant atteindre 70-80% de leur température de fusion [1]. Une autre caractéristique très importante est la résistance aux environnements agressifs rencontrés à de tels niveaux de températures. Les superalliages base nickel ont émergé en combinant à la fois de bonnes propriétés mécaniques à chaud et une bonne tenue environnementale.

Le premier exemple de superalliage a été documenté en 1926 grâce au brevet déposé par Paul D. Merica [2]. Au début des années 1920, ce dernier a observé que l'ajout d'aluminium aux alliages de nickel ou de Ni-Cu (Monel) améliorait considérablement leurs propriétés mécaniques. Plus tard, en 1929, Pierre Chevenard [3] a observé que l'addition d'aluminium à l'acier inoxydable austénitique conduisait à la formation d'une phase durcissante. Dans les mêmes années, le français Maxime Guillaume [4] a déposé le brevet du premier moteur aéronautique avec une turbine à gaz. Puis, les premiers avions équipés de turboréacteurs ont été développés au cours de la Seconde Guerre Mondiale, avec notamment le Junkers Jumo004 qui contenait des pales de turbine forgées en alliage « TiNidur ».

L'un des domaines de l'ingénierie qui nécessite une résistance aux charges élevées dans des conditions de haute température est précisément celui des turbines à gaz. Des exemples de turbines à gaz se trouvent dans la propulsion aéronautique mais aussi dans la production d'électricité. La Figure 1 montre un schéma d'un moteur aéronautique équipé d'une turbine à gaz simple flux (i.e. sans flux secondaire "froid").

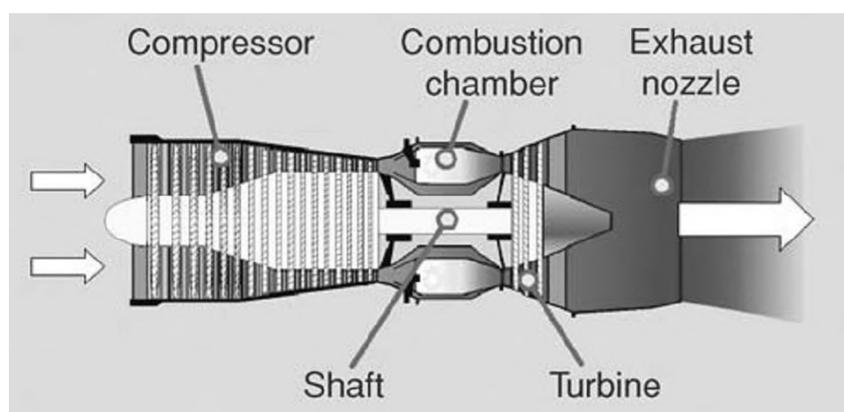


Figure 1: Schéma explicatif d'un turboréacteur [1].

L'entrée de la turbine haute pression est située à la sortie de la chambre de combustion. C'est donc dans cette zone que les matériaux subissent les plus hautes températures couplées à des charges

mécaniques complexes et élevées. Pour cette raison, les alliages à base de nickel sont généralement utilisés pour les composants des turbines. Dans les zones plus froides du moteur, d'autres alliages plus légers peuvent être employés, comme par exemple des alliages de titane, dont l'utilisation est limitée à environ 500 °C. La Figure 2 montre la répartition des matériaux utilisés dans les différentes zones du moteur Trent 800 développé par Rolls-Royce.

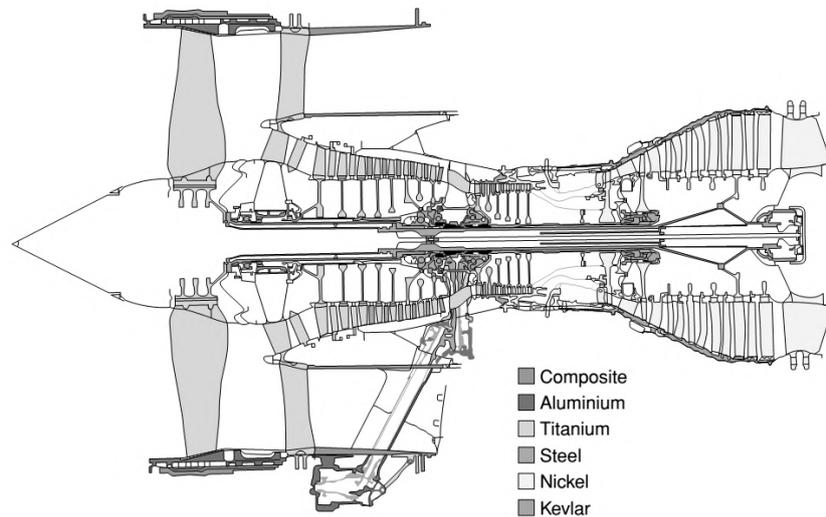


Figure 2: Illustration de la distribution des matériaux utilisés dans le moteur Trent 800 [1].

La recherche de performances accrues a conduit au développement continu des moteurs aéronautiques et des matériaux qui les composent. Plus récemment, la réduction de l'impact environnemental de l'aviation est devenue une priorité. Plusieurs projets, comme *l'Advisory Council for Aviation Research and innovation in Europe (ACARE)*, visent à aborder ce problème.

Lors de la conception d'une turbine aéronautique, l'un des principaux paramètres à considérer est la température d'entrée de la turbine (TET). Le cycle de Brayton (Figure 3) représente le fonctionnement d'un turboréacteur. À partir de l'observation de ce cycle théorique, il est possible de comprendre que l'augmentation de la TET (point 4 du cycle en Figure 3) permet d'augmenter le rendement global du moteur.

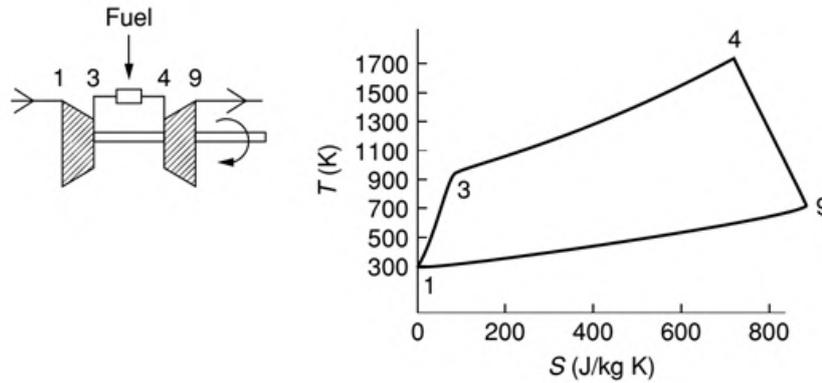


Figure 3: Diagramme température-entropie pour un turboréacteur [1].

La Figure 4 montre l'évolution de la TET dans les moteurs aéronautiques depuis 1940. En fonction du développement continu des technologies utilisées (matériaux, systèmes de refroidissement, barrières thermiques...), la TET a augmenté de 700°C environ en presque 70 ans.

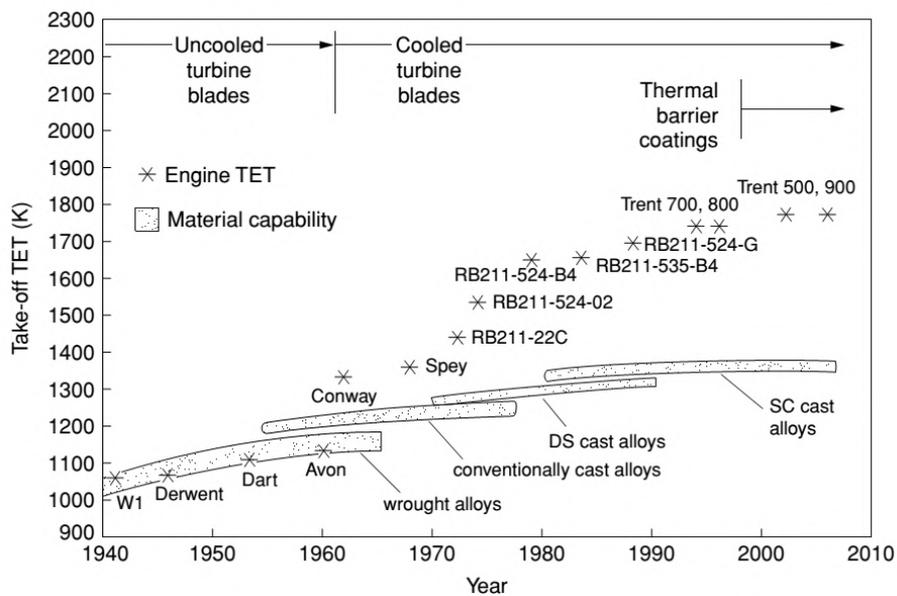


Figure 4: Evolution de la température d'entrée de la turbine (TET) dans les moteurs Rolls-Royce à partir de 1940 [1].

Naturellement, la TET applicable est limitée par la température de fonctionnement maximale des matériaux utilisés. Parmi les différentes pièces soumises aux températures élevées, il y a les disques de turbine (Figure 5). En plus d'être soumis à des températures élevées, ceux-ci doivent également supporter des charges mécaniques dues aux vibrations, à la force centrifuge et aux contraintes dues aux différentes phases de vol. En raison de ce chargement thermomécanique complexe, le critère de dimensionnement varie dans les différentes zones du disque. Il est rappelé ici que la fonction primaire du disque de turbine est d'entraîner l'arbre qui fait tourner le compresseur (Figure 6). En

conséquence, la rupture du disque implique l'impossibilité pour le moteur de fonctionner. En outre, en cas d'éclatement du fait des vitesses de rotation et des masses considérables, les fragments du disque peuvent difficilement être contenus par le carter et les blindages et comportent un danger d'intégrité fort pour l'avion et ses occupants. Pour ces raisons, il constitue une pièce critique (dite N1) pour le moteur.



Figure 5: Disque de turbine aéronautique (Safran Aircraft Engine).

La Figure 6 montre schématiquement les conditions thermomécaniques hétérogènes rencontrées dans ces pièces. Pendant le fonctionnement, la jante est soumise à des températures élevées ($\sim 700^{\circ}\text{C}$) et des contraintes modérées (essentiellement en direction tangentielle) associées à des sollicitations de type fluage. Inversement, l'alésage est soumis à des températures plus faibles ($\sim 500^{\circ}\text{C}$), mais à des contraintes plus élevées associées à des problématiques de résistance en fatigue et en traction. Les méthodes de conception des disques classiques prévoient un dimensionnement du disque basé sur la résistance en fatigue et à l'éclatement. La définition du matériau constitutif du disque, et de sa microstructure, résulte donc d'un compromis entre ces différentes propriétés.

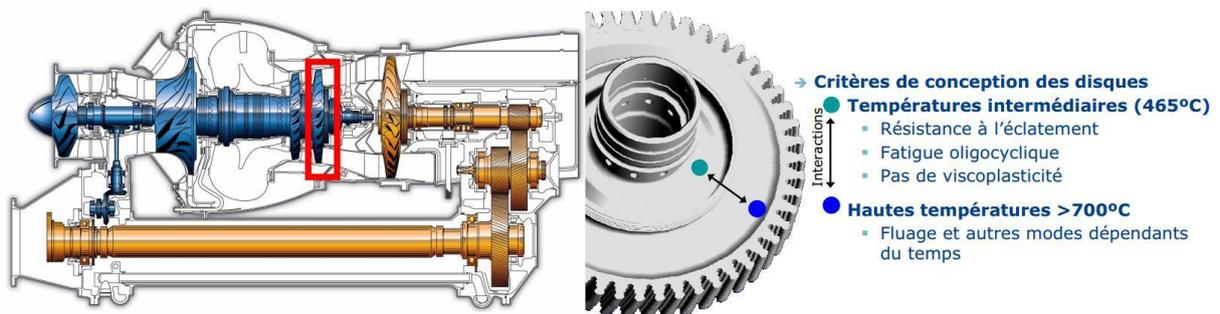


Figure 6 : Représentation schématique des conditions thermomécaniques de fonctionnement d'un disque de turbine.

Ce cadre applicatif complexe a conduit à la nécessité d'un développement continu des performances des matériaux grâce à des méthodes de fabrication de pièces de plus en plus raffinées. Il est bien connu que les propriétés mécaniques des superalliages base nickel sont liées à leur microstructure [1]. Un des points clés qui font que ces matériaux sont particulièrement adaptés aux pièces « chaudes » est leur aptitude à conserver des niveaux élevés de caractéristiques mécaniques jusqu'à de hautes températures. Aux cours des nombreuses études concernant les sources de durcissement pour ce type de matériaux, trois influences principales ont été identifiées. La première est celle des précipités intermétalliques qui représentent généralement la source majeure de durcissement. La Figure 7 a été obtenue par Beardmore et al. [5] sur le système Ni-Cr-Al à différentes températures et fractions de précipitation γ' . Cette figure permet de mettre en évidence l'effet bénéfique de la précipitation sur les propriétés en traction de l'alliage, en particulier sur la limite d'élasticité.

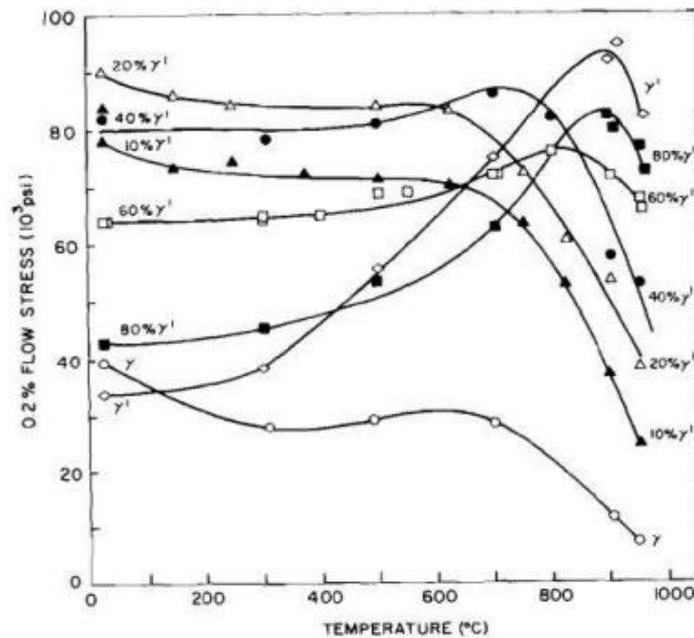


Figure 7: Limite d'élasticité du système Ni-Cr-Al à différentes températures et fractions volumiques de γ' [5].

Une deuxième source de durcissement bien connue pour les superalliages polycristallins est liée aux joints de grains. Cependant, la Figure 8 montre un aspect fondamental dans la conception d'un alliage pour l'optimisation de ses propriétés mécaniques. Une faible taille de grains permet en effet d'optimiser le comportement en traction et en fatigue LCF, mais en même temps réduit la résistance du matériau au fluage et à la propagation des fissures.

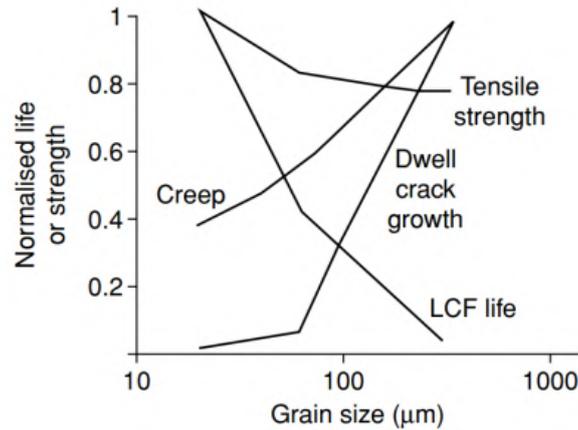


Figure 8 : Représentation schématique de l'influence de la taille moyenne des grains sur les principales propriétés mécaniques d'un superalliage base nickel [1]

La dernière source de durcissement principale est apportée par les éléments en solution solide.

Les traitements thermiques permettent de modifier la microstructure et donc ses propriétés. Une des applications les plus exigeantes pour les superalliages base nickel polycristallins est représentée par les disques de turbines aéronautiques (Figure 5). Différents traitements thermiques ont été développés afin d'optimiser les propriétés de ces pièces. Les méthodes de conception classiques consistent à dimensionner les disques afin de prévenir le risque d'éclatement. Cependant, l'avancement des connaissances et des technologies a permis le développement d'applications innovantes visant l'optimisation locale des pièces.

L'augmentation de la température à la sortie de la turbine, nécessaire pour l'augmentation du rendement des moteurs, posent de plus en plus de problèmes liés notamment à la tenue en fluage des matériaux. Une solution très ambitieuse et prometteuse dans ce domaine a consisté à introduire un traitement thermique particulier permettant d'obtenir un gradient de taille de grains suivant la direction du rayon du disque. De cette manière, il est possible d'optimiser localement la microstructure ce qui permettrait un gain en termes de performances (température maximale de fonctionnement plus élevée) ou de coût (géométrie des pièces optimisée et réduction des poids). Ce traitement thermique est appelé *dual microstructure heat treatment* (DMHT) et les microstructures issues du traitement sont appelées duales. Les premières études ont été effectuées sur des alliages issus de la métallurgie des poudres. Dans ce domaine on trouve les résultats des Gayda et al. sur le LSHR [6]–[8], de Mitchell et al. sur le RR1000 [9] et de Ning et al. sur le FGH 4096 [10]. La faisabilité d'une version duale de l'AD730TM et de l'U720Li a été démontrée via une étude menée en collaboration entre l'École de Technologie Supérieure (ETS) de Montréal, Aubert & Duval et l'Institut Pprime [11]. Des disques allant jusqu'à 224mm de diamètre ont été produits. La Figure 9 montre la structure granulaire obtenue sur différentes pièces.

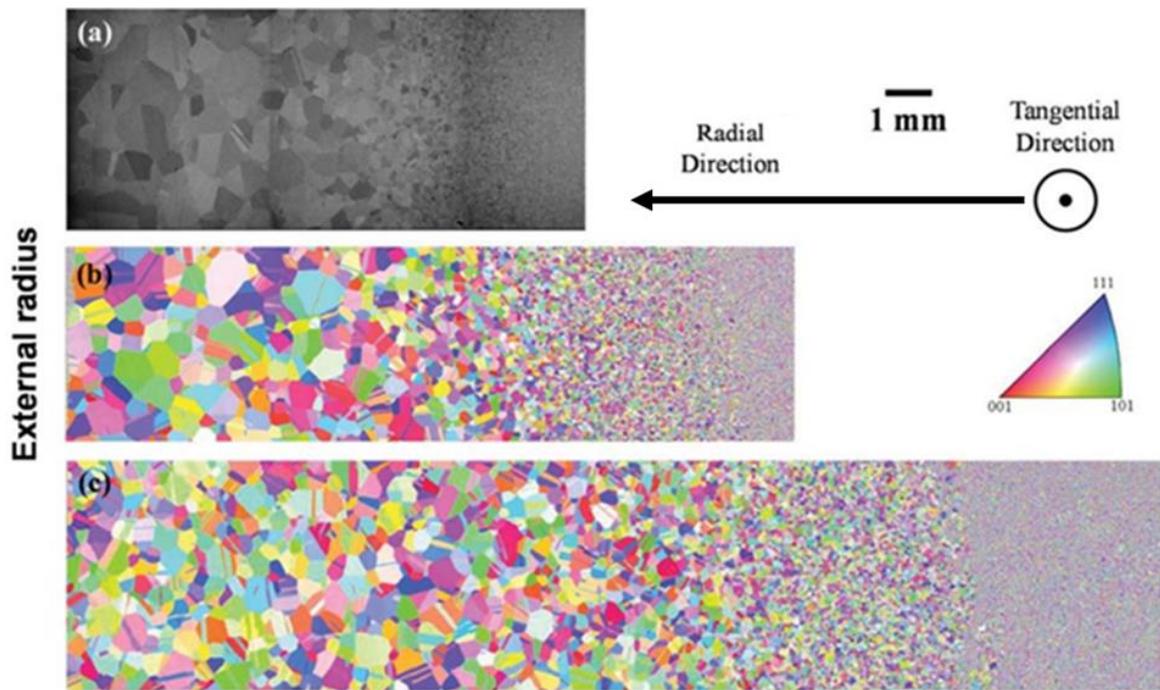


Figure 9 : Structure granulaire d'un disque duale en U720Li (observations MEB-FEG) (a) et deux disques duales en AD730TM (Mesures EBSD)(b-c) [11].

L'AD730TM est un superalliage polycristallin développé en France par Aubert & Duval fabriqué par voie conventionnelle (coulé-forgé) [12], [13]. Cet alliage a été spécialement conçu pour des applications tournantes comme les disques de turbines. En outre, ce matériau possède une métallurgie adaptée pour l'application du DMHT [11], [14], [15].

Des travaux récents ont été réalisés afin de caractériser le comportement mécanique de ce nouveau matériau (fatigue, traction, fluage) [11]–[13], [16]–[18]. En outre, des recherches ont été effectuées afin de prédire la microstructure obtenue en fonction des procédés de fabrication et traitements thermiques appliqués et les propriétés mécaniques résultantes [19]–[22]. Cependant, il est jusqu'à présent encore difficile de prédire le comportement de microstructures complexes comme celles rencontrées dans les disques duaux. En particulier, ces difficultés sont accentuées dans la zone de transition entre les grains fins au niveau de l'alésage et les grains plus grossiers au niveau de la jante. L'absence d'une méthodologie robuste de dimensionnement de tels composants à gradient de microstructure constitue aujourd'hui un frein à l'introduction d'une telle technologie dans les turbines à gaz. Ainsi, ce travail de thèse se propose d'apporter des éléments visant au dimensionnement de composants de ce type.

Pour mettre en place une **démarche couplant expériences et simulations**, l'étude a été réalisée sur l'**AD730TM** choisi comme matériau « modèle » **représentatif des alliages γ/γ' coulés-forgés**.

L'étude expérimentale et la caractérisation du comportement de ces microstructures est toujours possible, mais le coût en termes de ressources et de temps est très élevé, ce qui pour l'instant est un facteur limitant pour le développement de cette technologie. Un « instrument » concret qui peut accompagner l'étude expérimentale réside dans des simulations représentatives. La croissance exponentielle de la puissance de calcul des machines modernes a permis le développement de modèles toujours plus complexes permettant de décrire de manière plus ou moins fine le comportement mécanique des matériaux. Cependant, à l'heure actuelle, il n'y a pas de modèle complet capable de prendre en compte l'influence directe des caractéristiques microstructurales locales (taille de grains, distribution en taille de précipités, ...) sur les propriétés macroscopiques du matériau (i.e. temps de rupture en fatigue et/ou fluage).

Dans ce contexte, cette étude est destinée à l'identification et au développement d'une méthodologie complète de caractérisation, modélisation et simulation du comportement d'un superalliage γ/γ' polycristallin à microstructure hétérogène. Ce travail se concentrera sur la caractérisation et la prédiction du comportement viscoplastique monotone de l'AD730TM, et en particulier sa limite d'élasticité, pour une vaste plage d'états de précipitation et de taille de grain, entre la température ambiante et 700°C. L'objectif visé réside dans le développement d'une chaîne de modélisation et de simulation capable de prendre en compte l'influence explicite des principaux paramètres microstructuraux sur la réponse mécanique locale de microstructures complexes, notamment en présence de gradients microstructuraux. L'étude se compose d'une partie expérimentale et d'une partie dédiée à la modélisation et la simulation. Cependant les différentes parties ont été développées en parallèle et en synergie en adaptant les choix afin de répondre aux questions apparues pendant l'avancement.

Ce manuscrit de thèse se décompose en 6 chapitres :

Le chapitre 2 est consacré à l'introduction aux superalliages base nickel γ/γ' et à la présentation de l'AD730TM qui fait l'objet de cette étude.

Le chapitre 3 est dédié à la présentation des méthodologies expérimentales choisies ainsi que les équipements utilisés. Les microstructures spécifiques conçues pour cette étude, ainsi que les traitements thermiques qui ont permis de les obtenir, sont décrits. En particulier, les résultats des observations et des caractérisations effectuées, principalement ceux portant sur la description fine de l'état de précipitation, sont présentés.

Le chapitre 4 présente les résultats des campagnes d'essais mécaniques (traction monotone, traction-relaxation) conçus afin de caractériser l'influence de deux paramètres microstructuraux principaux : la distribution de taille de précipités et la taille moyenne de grains. L'utilisation d'éprouvettes monogranulaires spécialement conçues et fabriquées pour ces essais a permis l'étude directe de l'influence de la précipitation en l'absence de joints de grains. Des éprouvettes polycristallines avec une taille moyenne de grains variable sont étudiées. Les essais ont été effectués à des températures allant de 20°C jusqu'à 700°C qui représente la température maximale visée de fonctionnement pour un disque de turbine.

Les modèles analytiques utilisés pour prédire l'influence de la microstructure sont présentés dans le chapitre 5. Les données utilisées pour l'application et la validation du modèle sont présentées. Le but est de proposer une formulation robuste à intégrer dans un modèle de simulation en champ complet dans l'optique d'une approche multi-échelles. La modélisation de l'influence des précipités sur la cission résolue critique est abordée dans ce chapitre, initialement en appliquant des modèles de la littérature et ensuite en proposant une formulation modifiée. L'influence de la taille des grains et des éléments en solution solide est prise en compte de façon plus classique pour permettre enfin de proposer une modélisation analytique complète pour la prédiction de la limite d'élasticité des polycristaux à microstructures granulaire et de précipitation homogène. Cette démarche est ensuite utilisée dans le contexte de simulations en champ complet pour introduire la sensibilité aux paramètres microstructuraux locaux dans les lois de comportement en plasticité cristalline.

Le chapitre 6 détaille les modèles générés ainsi que les résultats obtenus vis-à-vis de la simulation du comportement des microstructures de l'étude. La démarche utilisée pour la mise en place d'un modèle en champ complet basé sur la technique des éléments finis y sera détaillée. Les outils mis en place au cours de cette étude ainsi que leur validation seront présentés. En particulier, les simulations des essais sur les échantillons monogranulaires et polycristallins ont permis de valider les paramètres identifiés pour la loi de comportement. Ensuite, la démarche de simulation a été étendue aux microstructures à gradient de taille de grains, en particulier pour l'étude du comportement de la zone de transition dans un disque à gradient.

Finalement, le chapitre 7 présente les conclusions générales et les perspectives envisagées pour les développements futurs.

Ce travail de thèse a été développé dans le cadre de la chaire industrielle ANR-Safran OPALÉ qui porte sur l'optimisation des propriétés de superalliages à base nickel polycristallins par le contrôle de la microstructure. Ce projet réunit les compétences de l'Institut Pprime (ISAE-ENSMA UPR CNRS 3346), du CEMEF (MINES ParisTech UMR CNRS 7635) et du groupe Safran.

1.1 Bibliographie

- [1] R. C. Reed, *The Superalloys fundamentals and applications*. Cambridge University Press, 2006.
- [2] P. D. Merica, “Nickel Alloys and Method of Making the Sam,” *US Pat. 1,572,744*, 1926.
- [3] P. Chevenard, “Procédé de traitement thermique des alliages à haute teneur en nickel et en chrome (additions d’aluminium, de cuivre et de silicium),” *Brev. FR698724*, 8(2), 1930.
- [4] M. Guillaume, “Propulseur Par Réaction Sur L’Air,” *Brev. FR534801*, 6(4), 1922.
- [5] P. Beardmore, R. G. Davies, and T. L. Johnston, “On The Temperature Dependence of the Flow Stress of Nickel-Base Alloys,” *Trans. Metall. Soc. AIME*, no. 245, pp. 1537–1545, 1969.
- [6] T. P. Gabb, P. T. Kantzos, J. Telesman, J. Gayda, C. K. Sudbrack, and B. Palsa, “Fatigue resistance of the grain size transition zone in a dual microstructure superalloy disk,” *Int. J. Fatigue*, vol. 33(3), pp. 414–426, 2011, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2010.09.022.
- [7] J. Gayda, “Dual Microstructure Heat Treatment of a Nickel-Base Disk Alloy,” *NASA/TM-2001-211168*, 2001.
- [8] J. Gayda, T. P. Gabb, and P. T. Kantzos, “The effect of dual microstructure heat treatment on an advanced nickel-base disk alloy,” in *Superalloys 2004, TMS: Warrendale, PA, USA*, 2004, pp. 323–329, doi: 10.7449/2004/superalloys_2004_323_329.
- [9] R. J. Mitchell, J. A. Lemsky, R. Ramanathan, H. Y. Li, K. M. Perkins, and L. D. Connor, “Process development & microstructure & mechanical property evaluation of a dual microstructure heat treated advanced nickel disc alloy,” in *Superalloys 2008, TMS: Warrendale, PA, USA*, 2008, pp. 347–356, doi: 10.7449/2008/superalloys_2008_347_356.
- [10] Y. Ning, Z. Yao, H. Guo, and M. W. Fu, “Structural-gradient-materials produced by gradient temperature heat treatment for dual-property turbine disc,” *J. Alloys Compd.*, no. 557, pp. 27–33, 2013, doi: 10.1016/j.jallcom.2013.01.011.
- [11] H. Taboada Michel *et al.*, “Mechanical properties of cast & wrought hybrid disks,” *Superalloys 2016, TMS Warrendale, PA, USA*, pp. 539–548, 2016, doi: 10.1002/9781119075646.ch58.
- [12] A. Devaux, B. Picqué, M. F. Gervais, E. Georges, T. Poulain, and P. Héritier, “AD730TM - A New Nickel-Based Superalloy for High Temperature Engine Rotative Parts,” in *Superalloys 2012, TMS: Warrendale, PA, USA*, 2012, pp. 911–919.
- [13] A. Devaux *et al.*, “Effect of aging heat-treatment on mechanical properties of AD730TM

- superalloy,” in *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives 2014*, 2014, pp. 521–535, doi: 10.1002/9781119016854.ch41.
- [14] F. Bridier, P. Bocher, J. Cormier, and P. Villechaise, “A 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. Pat. 2018/0371564 A1*, 2018.
- [15] L. Thébaud, “Etude des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel AD730TM,” *Thèse de Doctorat - ISAE-ENSMA, France*. 2017.
- [16] F. Pettinari-Sturmel *et al.*, “Creep behavior in the new AD730 TM nickel-based disk superalloy – Influence of aging heat treatment and local chemical fluctuations,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 754, pp. 9–17, 2019, doi: 10.1016/j.msea.2019.02.088.
- [17] L. Thébaud *et al.*, “Is there an optimal grain size for creep resistance in Ni-based disk superalloys?,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 716, pp. 274–283, 2018, doi: 10.1016/j.msea.2017.12.104.
- [18] A. Serrano Munoz, “Caractérisation des propriétés mécaniques à chaud de disques de turbines aéronautiques en superalliage base nickel avec gradient de microstructure,” *Master recherche, ISAE-ENSMA/Aubert&Duval*. 2016.
- [19] D. Locq, “Etude du superalliage C&W A&D AD730 - Résultats complémentaires avril 2015,” *Rapport Interne - ONERA*. 2015.
- [20] F. Masoumi, M. Jahazi, D. Shahriari, and J. Cormier, “Coarsening and dissolution of γ' precipitates during solution treatment of AD730TM Ni-based superalloy: Mechanisms and kinetics models,” *J. Alloys Compd.*, vol. 658, pp. 981–995, 2016, doi: 10.1016/j.jallcom.2015.11.002.
- [21] A. Helstroffer, “Optimisation du traitement thermique de vieillissement d’un superalliage base nickel pour disques de turbines aéronautiques,” *Master Recherche - ENSMA/Aubert&Duval*. 2011.
- [22] T. Poulain, “Liens entre microstructure, traitements thermiques et caractéristiques mécaniques pour un nouveau superalliage base nickel,” *Master Recherche - Aubert&Duval*. 2011.

2 Les superalliages base nickel

Dans ce chapitre, les superalliages à base de nickel seront présentés en détail. En particulier, les caractéristiques de leur microstructure et leurs effets sur les propriétés mécaniques finales du matériau seront illustrés. De plus, des concepts de base pour la compréhension du comportement mécanique de ces matériaux seront introduits. Enfin, le matériau de cette étude, l'AD730™, sera présenté.

2.1 Généralités

Le nickel est le cinquième élément le plus abondant sur la Terre [1]. Ce matériau présente une structure cristalline du type Cubique à Faces Centrées (CFC), stable à partir de la température ambiante jusqu'à sa température de fusion qui est de 1455 °C. La structure CFC permet d'avoir de bonnes propriétés mécaniques, en conservant une bonne ductilité et donc en facilitant la mise en forme des pièces. Parmi les éléments qui présentent cette caractéristique, le nickel est le plus abondant et le mieux réparti sur la terre (Figure 10) ce qui permet de réduire sensiblement les coûts de la matière première.

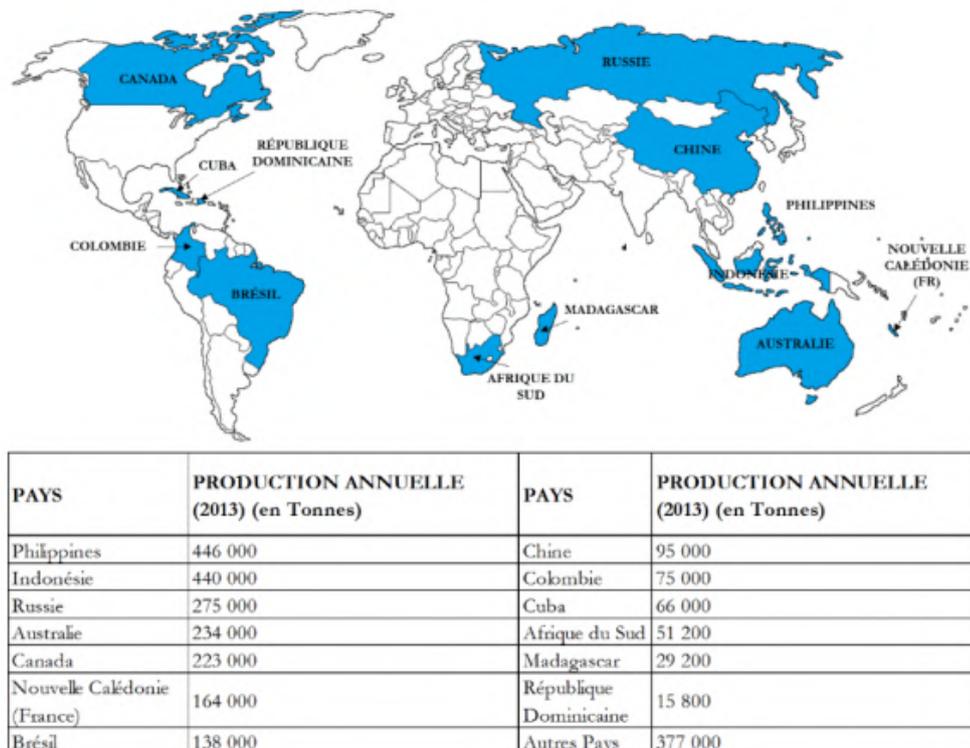


Figure 10 : Production mondiale annuelle de Nickel (2013) [2].

Il existe trois classes de superalliages base nickel, identifiées par la méthode de durcissement utilisée:

- Superalliages durcis par solution solide.
- Superalliages durcis par précipitation.
- Superalliages durcis par dispersion d'oxydes.

Les alliages durcis par solution solide ont une bonne fabricabilité (mise en forme par forgeage, soudabilité...) ainsi que de bonnes propriétés mécaniques associées à une excellente résistance environnementale à haute température (Inconel 600, Hastelloy X ...). Cependant, ces alliages ont des propriétés mécaniques inférieures aux autres en raison de l'absence de la phase durcissante [3].

Parmi les alliages durcis par précipitation, le plus connu et le plus utilisé est l'Inconel 718. Ce matériau a trouvé une large gamme d'application grâce à ses excellentes propriétés mécaniques à haute température combinées à un coût limité de matières premières, une fabricabilité relativement simple et à sa recyclabilité. Cependant, la transformation de la phase précipitée γ'' en phase δ à plus de 650 °C en limite l'utilisation pour des applications plus chaudes, comme par exemple pour les turbines des moteurs de nouvelle génération [4], [5]. En effet, cette phase est un composé intermétallique incohérent avec la matrice γ et donc ne durcit pas l'alliage, même si présente en grandes quantités [1].

Dans ce travail de thèse, on s'intéressera aux superalliages durcis par précipitation γ' obtenus par voie coulée/forgée pour applications aux disques de turbine. L'alliage « modèle » retenu pour cette étude est l'AD730TM. Dans la suite de ce chapitre nous nous concentrerons ainsi sur les caractéristiques de cette classe de superalliage et celles de l'AD730TM en particulier.

2.1.1 Microstructure des superalliages base nickel

Les superalliages γ/γ' sont composés de deux phases principales :

- La matrice γ est une solution solide d'une structure cubique à faces centrées (Figure 11 a) dans laquelle différents éléments contribuant à son durcissement sont dispersés.
- La phase γ' est la phase précipitée avec une structure ordonnée de type $L1_2$ (Figure 11 b). Ces précipités, de type Ni_3 (Al, Ti), contribuent très largement au durcissement du matériau.

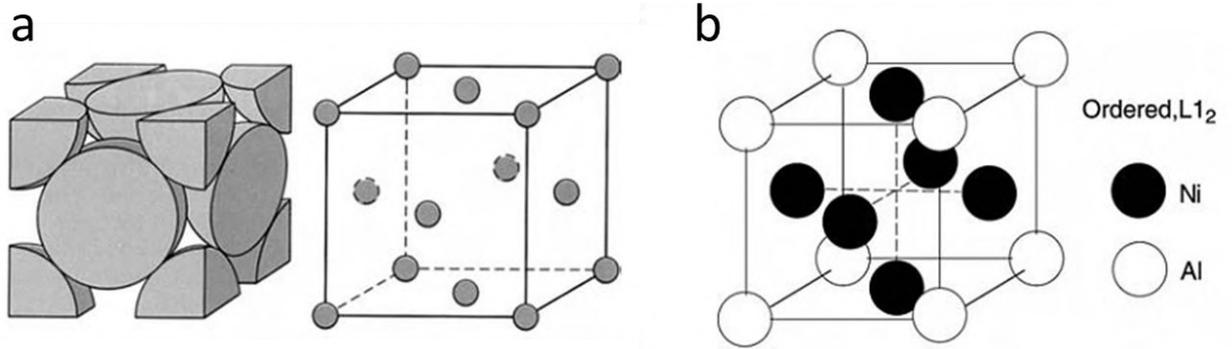


Figure 11: (a) Structure cristalline de type CFC ; (b) Structure cristalline ordonnée de type L12.

2.1.1.1 Les précipités γ'

Les caractéristiques de la microstructure de précipitation dépendent de la chimie de l'alliage et de la séquence de traitements thermiques appliqués au matériau. Dans les superalliages γ/γ' , on distingue en général trois familles de précipités en fonction de leur taille, de leur position au sein de la microstructure et de leur ordre d'apparition durant les traitements thermiques.

Les précipités primaires γ'_I correspondent aux plus gros précipités (de taille micrométrique ou plus), en majorité de type intergranulaires (Figure 12 a). Ils sont exploités surtout dans la phase de forgeage et de traitement thermique afin de contrôler la microstructure granulaire. En effet, les précipités primaires permettent d'ancrer les joints de grains (effet *Smith-Zener pinning* [6]). Le résultat est la génération d'une microstructure avec une taille de grains réduite (quelques dizaines de micromètres). Les précipités secondaires γ'_{II} et tertiaires γ'_{III} ont une taille plus petite et sont intragranulaires (Figure 12 b). Ces précipités contribuent de façon prépondérante au durcissement du matériau.

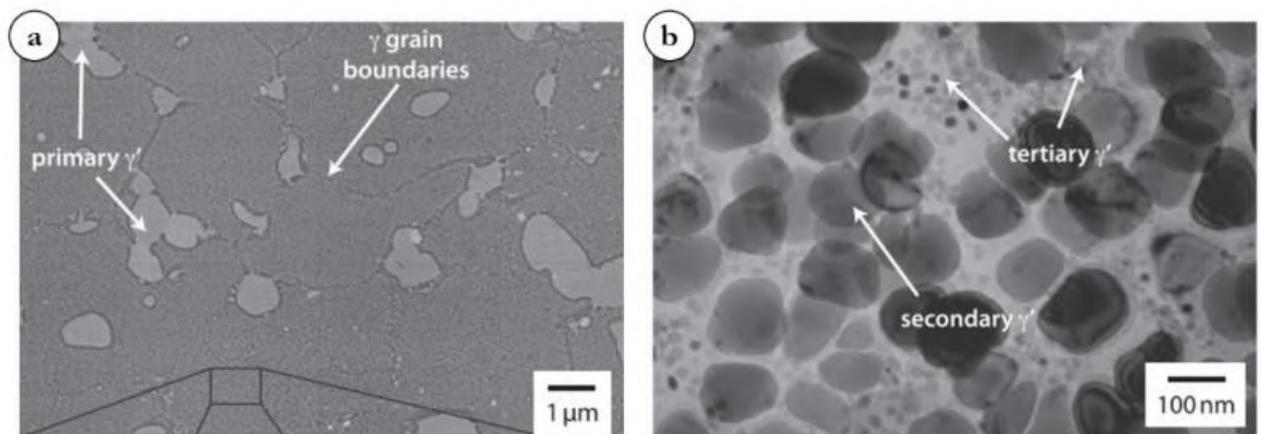


Figure 12: Illustrations des différentes familles de précipités dans les superalliages base Nickel ; (a) joints de grains et précipités primaires, (b) précipités secondaires et tertiaires dans le superalliage RR100.

2.1.1.2 Carbures et borures

Les carbures et les borures sont considérés comme des éléments retardant l'endommagement intergranulaire. Il existe deux types de carbures. Les carbures primaires de type MC sont formés principalement lors de la solidification du matériau et sont très stables. Les carbures secondaires de type $M_{23}C_6$ et M_6C sont formés au cours de la phase de vieillissement au niveau des joints de grains (Figure 13). De la même manière, aux joints de grain, la formation de borures se produit en raison de la réaction du bore avec des éléments tels que le chrome et le molybdène.

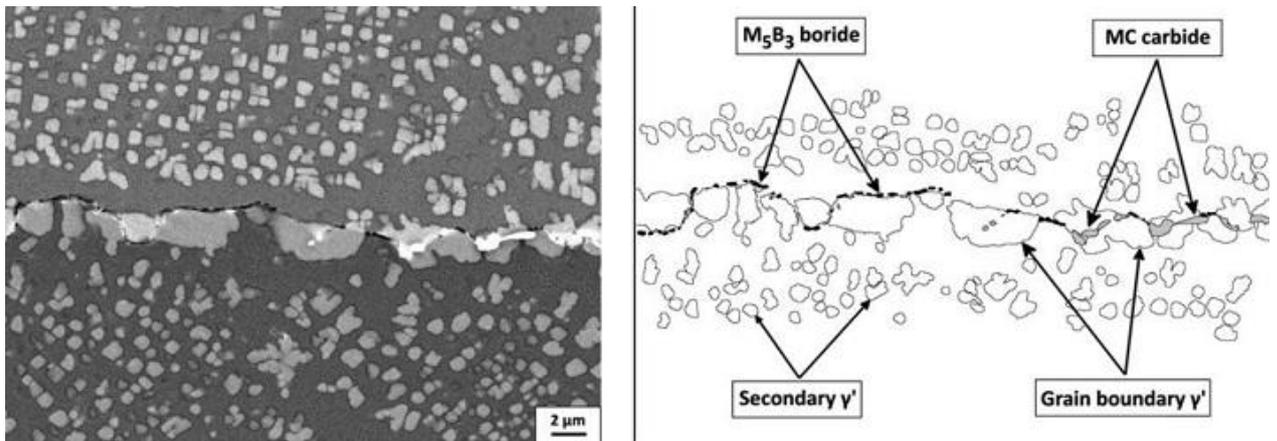


Figure 13: Joint de grains, précipités γ' secondaires, carbures MC et borures M_5B_3 dans le superalliage STAL-15CC [7].

L'effet global des carbures et des borures est complexe à décrire. En effet, la présence de ces phases aux joints des grains permet de réduire le glissement intergranulaire qui est le principal mode d'endommagement dans le cas du fluage à haute température et à faible contrainte. Par exemple, l'introduction d'une concentration de carbures et de borures respectivement de 0,09% et 0,01% en masse, suffit pour améliorer la durée de vie en fluage de 10h à 100h [1]. Ceci explique pourquoi le carbone et le bore sont généralement employés en tant qu'éléments mineurs dans les alliages polycristallins, alors qu'ils ne sont pas utilisés dans les superalliages monogranulaires du fait de l'absence de joints de grains. Au contraire, en l'absence de défauts majeurs et dans le cas d'une sollicitation en fatigue, de telles phases peuvent conduire à la génération de fissures. De plus, la formation de carbures peut localement appauvrir le matériau en éléments nécessaires à la formation de la phase γ' . Par conséquent, autour des carbures peut se former une zone appauvrie en γ' qui changerait localement les processus de déformation et d'endommagement.

2.1.1.3 Phases topologiquement compactes

La présence de quantités excessives d'éléments tels que Cr, Mo, W et Re peut favoriser la précipitation de phases intermétalliques particulières appelées TCP [8] (Figure 14).

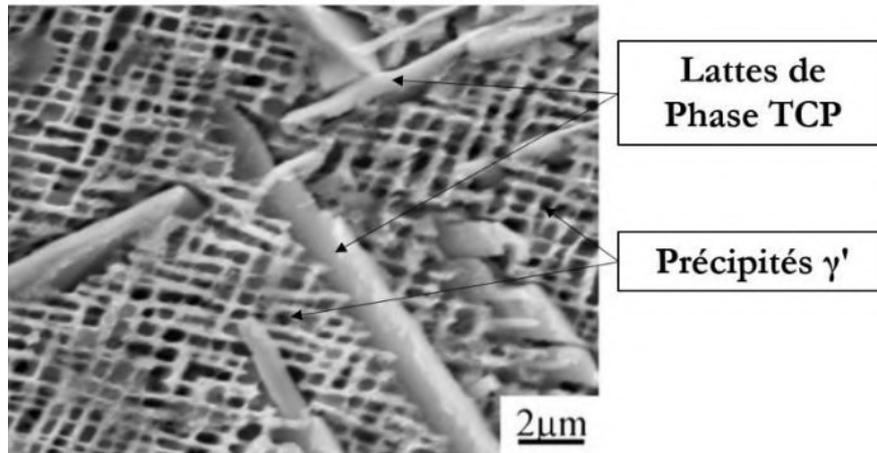


Figure 14: Phase TCP sous forme de lattes dans un superalliage monogranulaire [9].

Ces précipités ont des structures relativement complexes et des densités d'empilement élevées, d'où le nom de phases topologiquement compactes [8], [10].

Les effets négatifs associés à la formation des phases TCP sont multiples :

- Les éléments qui précipitent pour former ces phases sont les mêmes que ceux qui permettent d'améliorer les propriétés en fluage du matériau. La formation de phases TCP appauvrit donc la matrice de ces éléments et diminue donc le durcissement par solution solide [1], [11].
- Les phases TCP agissent comme des concentrateurs de contraintes réduisant la ductilité du matériau et conduisant à l'apparition précoce de microfissures dans le cas de l'application impliquant des contraintes de fluage [9], [11].
- Les phases TCP sont plus fragiles que la matrice. La différence de dureté favorise la rupture à l'interface TCP/ γ conduisant à l'apparition de fissures en cas de sollicitations de fatigue [8].

Des études récentes menées sur l'alliage Rene 65TM ont montré que la présence de phases TCP dans un alliage polycristallin influence à la fois sa durabilité et son comportement viscoplastique [10]. Au cours de cette étude sur des éprouvettes vieilles formant des phases TCP et soumises à des chargements de fluage (Figure 15), une augmentation de la vitesse de déformation a été mise en évidence, pour la version traitée sub-solvus de l'alliage.

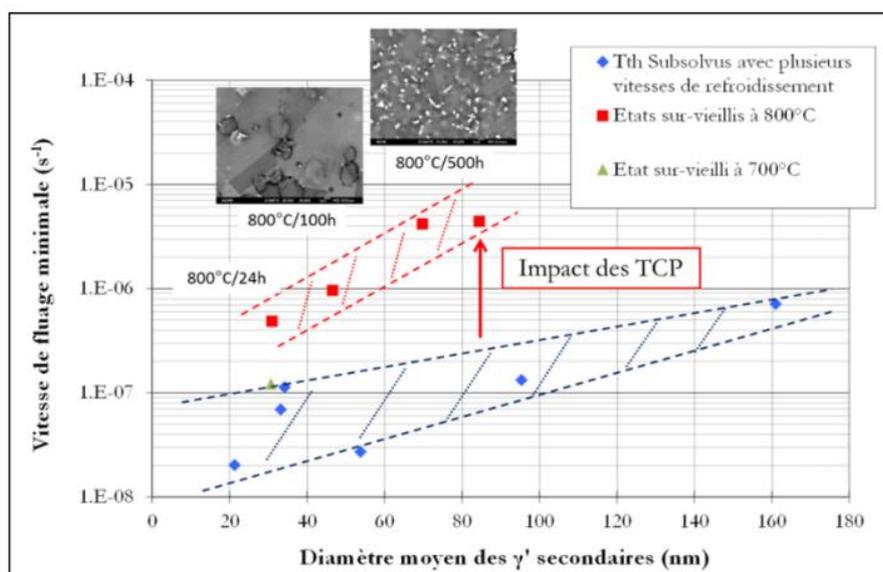


Figure 15: Influence de phases TCP sur les vitesses de déformation en fluage pur à 700°C / 800 MPa du Rene 65 traité sub-solvus [10].

2.1.2 Composition chimique

Les superalliages sont des matériaux très complexes. Généralement ils sont composés d'un grand nombre d'éléments d'addition (plus de six éléments majeurs) ayant chacun un rôle spécifique pour favoriser la mise en forme ou les propriétés finales du matériau. Le durcissement des superalliages base nickel de type γ/γ' se fait par deux processus principaux : le durcissement par solution solide et le durcissement par précipitation.

Le durcissement par solution solide se produit en dispersant les solutés dans la matrice. Les atomes dissous génèrent une distorsion du réseau cristallin en modifiant localement les propriétés et en particulier le module de cisaillement. L'effet global est la réduction de la mobilité des dislocations qui conduit donc à une augmentation de la résistance du matériau. Naturellement, un bon soluté doit avoir une bonne solubilité dans le solvant afin de favoriser le processus de dissolution. De plus, les solutés avec températures de fusion élevées, tels que le Tungstène (W), le Molybdène (Mo), le Niobium (Nb) et le Rhénium (Re), permettent d'améliorer la résistance à chaud de l'alliage. Le Chrome (Cr) a peu d'influence sur la résistance du matériau, mais il est introduit afin d'améliorer la résistance à la corrosion. En outre, le Chrome comme le Molybdène permettent d'abaisser la vitesse de propagation des fissures [12]. Cependant une concentration trop élevée de Chrome pourrait conduire à la naissance de phases TCP [12].

Le rôle principal des précipités est de bloquer le mouvement des dislocations dans la matrice. Au moment où une dislocation rencontre un précipité, celle-ci peut le contourner ou le cisailier selon

différents mécanismes qui dépendent des caractéristiques du précipité [13]. Les principaux éléments qui forment la phase γ' sont : l'Aluminium (Al), le Titane (Ti), le Tantale (Ta) et le Niobium (Nb). L'Aluminium est le plus utilisé car il permet aussi d'améliorer la résistance à l'oxydation, mais des quantités trop élevées de cet élément peuvent conduire à un enrichissement de la matrice de chrome et puis à la formation de phases TCP. Une teneur trop élevée en aluminium peut aussi conduire à la formation d'une phase B2-NiAl, connue pour être relativement fragile à basses températures et très ductile à chaud ($T > 900^\circ\text{C}$). Généralement, une fois la quantité maximale d'Aluminium atteinte, du Titane est alors ajouté à l'alliage pour obtenir la fraction γ' souhaitée [12]. Souvent, pour la même raison, une certaine quantité de Niobium est également ajoutée. En prenant en compte le rapport Ti/Al présent dans l'alliage, des valeurs élevées de ce rapport améliorent les propriétés statiques du matériau en augmentant l'énergie de la paroi d'antiphase [14] et les propriétés en fluage de l'alliage [15] (Figure 16).

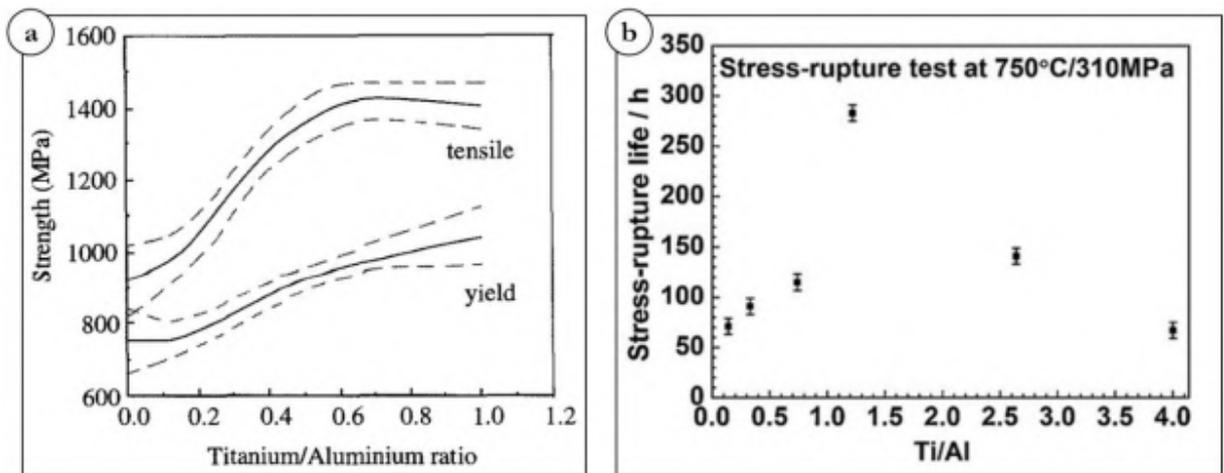


Figure 16: (a) Changement des propriétés en traction à température ambiante d'un superalliage base Nickel en fonction du rapport Ti/Al [14]; (b) Influence du ratio Ti/Al sur les propriétés en fluage d'un superalliage base Nickel [15].

Les influences des différents éléments utilisés dans les superalliages sont indiquées dans le tableau ci-dessous.

Éléments		Ni	Fe	Cr	Mo	W	Ta	Ti	Al	Nb	Co	C	B	Zr	Hf	Ru	Re	
Effets positifs, recherchés	Renforcement de la matrice γ	■									■					■	■	
	Formation / renforcement de la phase γ'					■	■	■	■	■	■							
	Renforcement des joints de grains											■	■	■	■	■		
	Résistance à l'oxydation/corrosion			■	■	■		■		■								
	Diminution du solvus γ'										■							
	Élévation du solidus										■							
	Baisse du coût de l'alliage	■																
Effets négatifs	Formation des carbures*			■	■	■	■	■	■	■	■	■	■			■		
	Formation des borures*			■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■				
	Formation de phases TCP		■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	
	Augmente la vitesse de propagation de fissures						■			■								
Augmentation de la densité				■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	

Tableau 1: Rôles des différents éléments chimiques présents dans les superalliages base Nickel [1], [12], [16]–[18].

2.1.3 Procédés de fabrication

Les procédés de fabrication utilisés pour les superalliages influencent les propriétés finales du matériau en modifiant sa microstructure (phases présentes, taille de grains, nature et morphologie des joints de grain, type de précipités, homogénéité chimique ...). Il existe deux méthodes de fabrication pour les superalliages forgés :

- Coulé et Forgé (*Cast & Wrought*), adaptée aux alliages à faible fraction volumique de précipités γ' (<45%)
- Métallurgie des poudres, plus coûteuse, mais permettant d'obtenir un matériau à forte teneur en phase γ' (> 45%) et donc des propriétés mécaniques plus élevées

L'AD730TM qui fait l'objet de ce travail est un superalliage polycristallin qui fait partie de la première catégorie. L'U720Li, l'Inconel 718Plus et le Waspaloy représentent des superalliages similaires à l'AD730TM.

2.1.3.1 Les superalliages "cast & wrought"

Les superalliages élaborés par la voie « coulé-forgé » suivent au moins deux étapes de fusion différentes. Dans le cas d'applications nécessitant un haut degré de pureté du matériau, comme pour les disques de turbine, trois étapes différentes de fusion du matériau sont appliquées, pendant lesquelles le matériau subit un affinage continu. La Figure 17 représente schématiquement les différentes étapes suivies pour le traitement de ce type de matériaux.

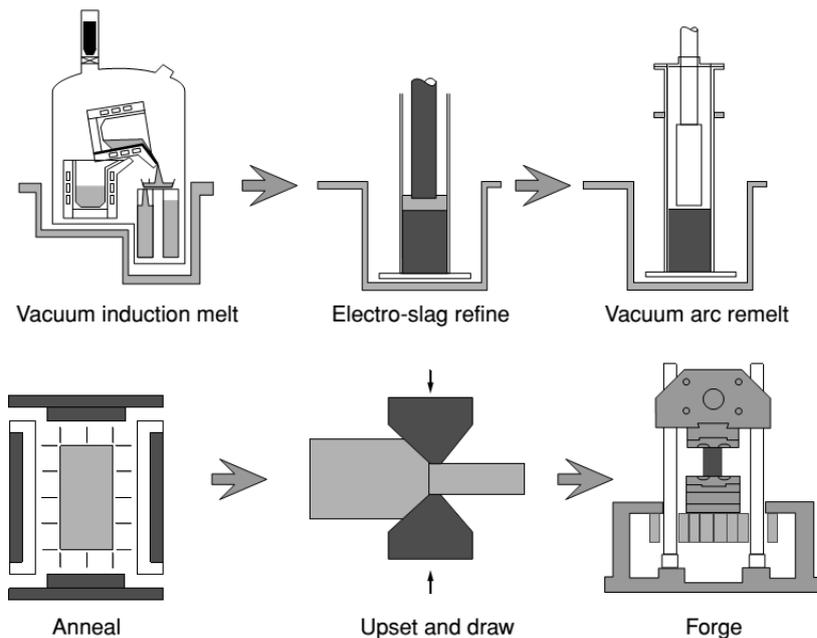


Figure 17: Séquence de traitement d'un alliage pour des applications sur disques de turbine [19].

La première phase de traitement, commune à la voie Cast & Wrought et à celle de la métallurgie des poudres, est la fusion par induction sous vide, ou *Vacuum Induction Melting* (VIM), des matières premières. Ensuite, une phase d'homogénéisation de la matière fondue précède son insertion dans une lingotière de solidification soumise à une pression partielle d'argon. L'utilisation de l'argon permet d'obtenir un produit final présentant moins d'impuretés.

Les applications à hautes performances demandent des niveaux de pureté des matériaux très poussés en terme de teneur inclusionnaires (nitrures, carbures). Pour cette raison, le lingot obtenu dans la phase de VIM est soumis à deux phases ultérieures de fusion et solidification. Ces étapes sont appelées ESR (*Electro-slag refine*) et VAR (*Vacuum Arc Remelt*). Le produit de cette phase de fabrication a une structure et une composition chimique beaucoup plus raffinée que celle de départ.

Le lingot obtenu après les procédés de fusion ne convient pas pour des applications mécaniques. Par exemple, la microstructure granulaire est généralement très grossière avec des grains présentant une taille de l'ordre de 10 mm. Il est donc nécessaire d'appliquer des phases de forgeage ultérieures afin d'adapter la microstructure aux applications souhaitées par recristallisation. Après l'application des procédés thermomécaniques, il est possible d'obtenir une taille de grains de l'ordre du micron [1].

Dans une première phase, le lingot est placé dans un four et amené à une température appropriée pour le forgeage. À ce moment, il est progressivement déformé pour en réduire la section. Après la déformation, il est réinséré dans le four puis déformé à nouveau. L'effet de la déformation appliquée, combinée au maintien en température et/ou à des traitements thermiques, est de déclencher une recristallisation de la microstructure conduisant à une taille de grain réduite et idéalement homogène dans le produit. Le processus qui vient d'être décrit est appelé *cogging* [1] (Figure 18).

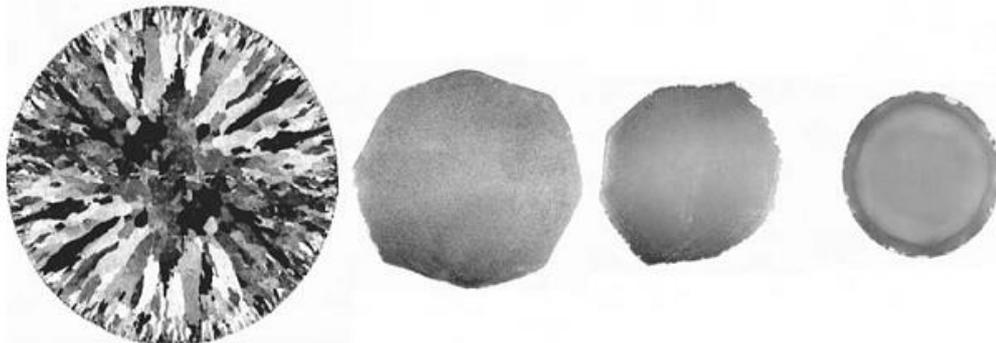


Figure 18: Evolution de la section de la billette au cours des différentes phases du traitement thermomécanique [1]

La voie « coulé-forgé » est moins coûteuse que la métallurgie des poudres et elle est également la plus adaptée pour l'obtention de pièces de grandes dimensions. La principale limite de ce type de traitement est le fait que le produit final, malgré le processus de forgeage et d'affinage de la structure cristalline, peut encore contenir des défauts liés à la coulée initiale. La massivité des composants constitue également une difficulté, les conditions de refroidissement très différentes entre le cœur et la périphérie pouvant conduire à des gradients importants de taille de grains.

2.1.4 Traitements thermiques

Les traitements thermiques constituent la dernière étape de « réglage » des microstructures. Tout d'abord, des traitements thermiques visant à l'homogénéisation chimique de la microstructure suivent la phase de forgeage. Ensuite, des traitements ultérieurs sont appliqués afin de contrôler à la fois la microstructure polycristalline et l'état de précipitation.

Comme indiqué précédemment, ils existent en général trois familles différentes de précipités γ' appelés primaires, secondaires et tertiaires, illustrées schématiquement en Figure 19 pour des alliages traités *sub-solvus*.

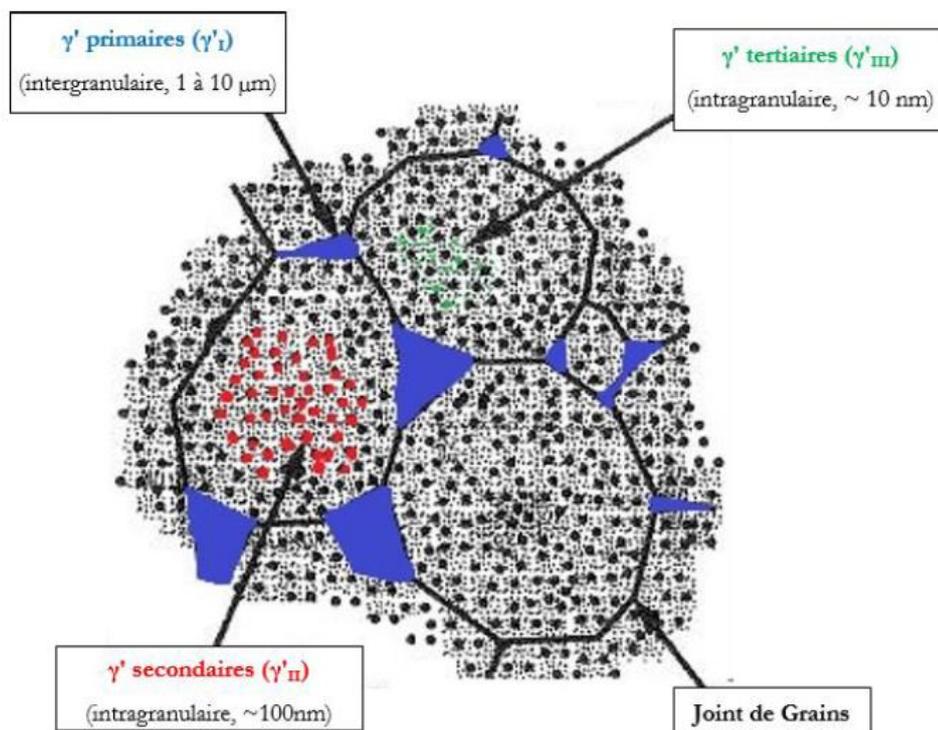


Figure 19 : Schéma des différentes familles de précipités γ' dans un alliage base-nickel γ/γ' [20].

Les traitements thermiques visant au contrôle de la microstructure se composent généralement de deux étapes principales. La première étape est celle de mise en solution (MES) suivie d'un traitement de vieillissement (Figure 20).

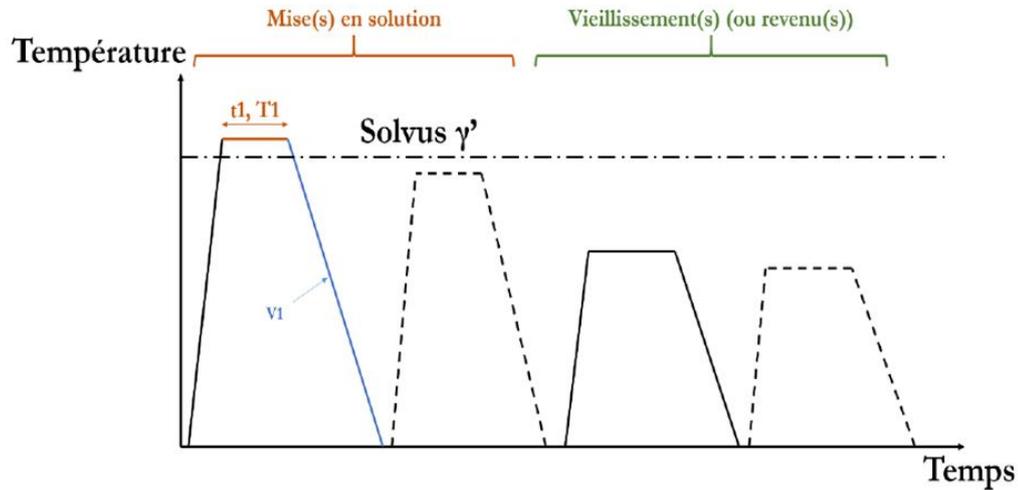


Figure 20 : Traitement thermique type d'un superalliage ($T1$: température de mise en solution ; $t1$: temps de mise en solution ; $V1$: vitesse de refroidissement) [2].

Le procédé de fabrication du matériau qui précède le traitement thermique induit une microstructure issue de la précipitation de la phase γ' lors du refroidissement de la solution solide sursaturée. Dans un premier temps, le but de la MES est de dissoudre les précipités complètement ou partiellement vis-à-vis de la microstructure souhaitée. Ensuite la vitesse de refroidissement permet de contrôler la nouvelle précipitation et donc la microstructure obtenue.

La température ($T1$) et le temps ($t1$) de MES ainsi que le nombre d'étapes de mise en solution permettent de contrôler la taille des grains et celle des précipités γ' primaires. Si la température $T1$ est inférieure à la température de solvus (T_s) de la phase γ' , le traitement est dit *sub-solvus*. Dans ce cas, seulement une partie des précipités est dissoute. Les particules restantes correspondent aux γ' primaires. Ces précipités ont un effet fondamental pour le contrôle de la taille de grains. En effet, les particules restantes vont bloquer la croissance des grains en épinglant les joints de grains, cet effet étant appelé *Smith-Zener pinning* [6]. La microstructure obtenue est donc généralement caractérisée par des grains fins. Au contraire, si $T1$ est supérieure à T_s , le traitement est de type *super-solvus* et tous les précipités sont alors dissous. Le résultat principal est l'absence des γ' primaires dans la microstructure finale. En outre, en absence de particules épinglant les joints de grains, la microstructure granulaire obtenue est généralement caractérisée par des gros grains. La température de solvus de l'AD730TM est 1110°C [2], [21]. La Figure 21 montre l'évolution de la

taille de grain en relation avec celle des γ' primaires pour deux superalliages différents (U720Li [20] et NR3 [22]).

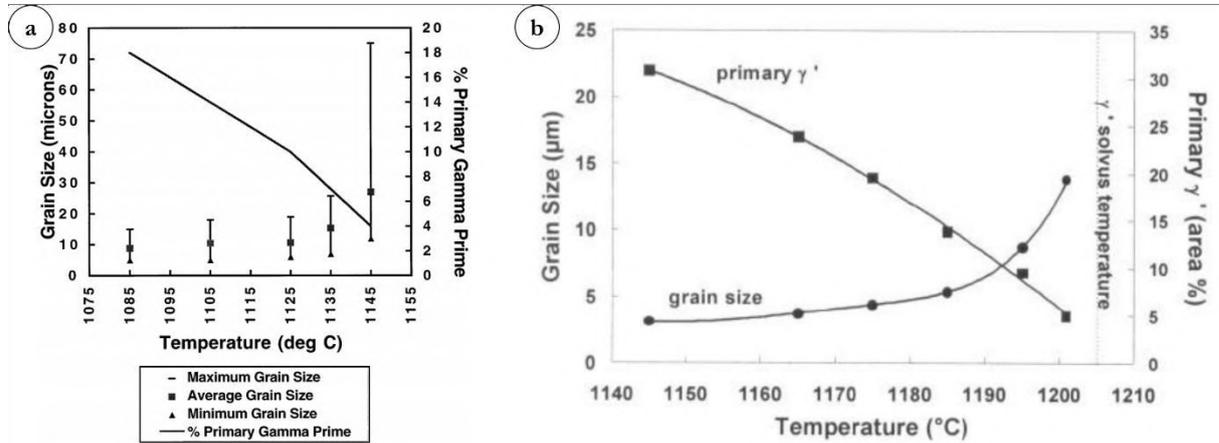


Figure 21 : Influence de la température de MES sur la taille de grains et sur la fraction de γ' primaires dans (a) l'U720Li [20] et dans (b) le NR3 [22].

La vitesse de refroidissement V1 à la suite de la mise en solution contrôle la taille et distribution des précipités intragranulaires γ' secondaires et tertiaires. En général, des vitesses de refroidissement plus élevées permettent d'obtenir une précipitation plus fine (Figure 22). Cependant, si le refroidissement est trop rapide, la microstructure obtenue est thermodynamiquement instable à cause de la précipitation incomplète de la phase γ' . Un traitement de vieillissement est donc indispensable pour stabiliser la microstructure et minimiser son évolution lors de la mise en service.

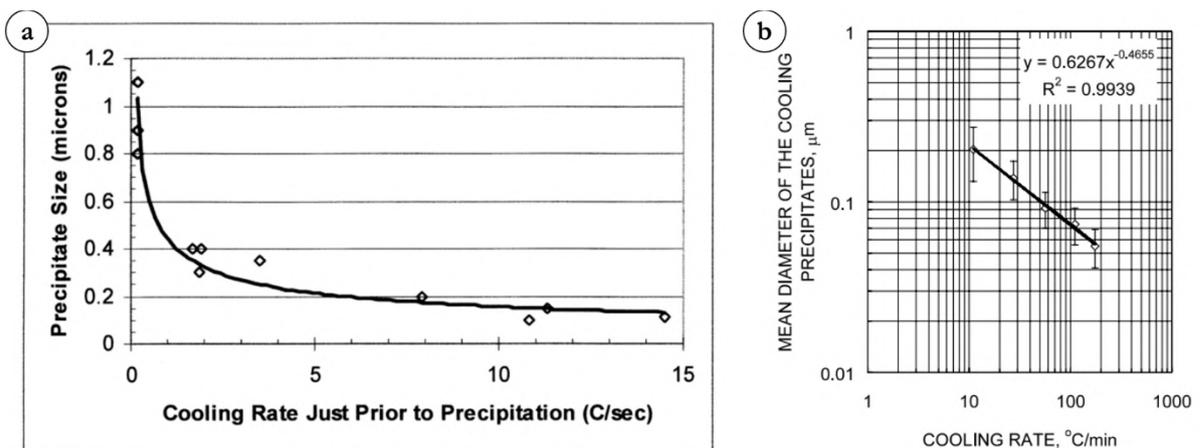


Figure 22 : Evolution de la taille moyenne des précipités γ' secondaires en fonction de la vitesse de refroidissement après MES dans le Rene88DT [23] et l'U720Li [24].

En réduisant suffisamment la vitesse de refroidissement, l'apparition des précipités tertiaires est observée. En outre, la morphologie des précipités secondaires varie. Au fur et à mesure que la vitesse de refroidissement se réduit, on passe des précipités sphériques à des géométries irrégulières allant jusqu'à des structures lamellaires. La Figure 23 montre la schématisation de ce phénomène proposée par Furrer et al. sur l'U720Li [24]. Notamment, des précipités secondaires γ' cuboïdaux ont été observés pour certains traitements thermiques appliqués à l'AD730TM [2], [25], [26].

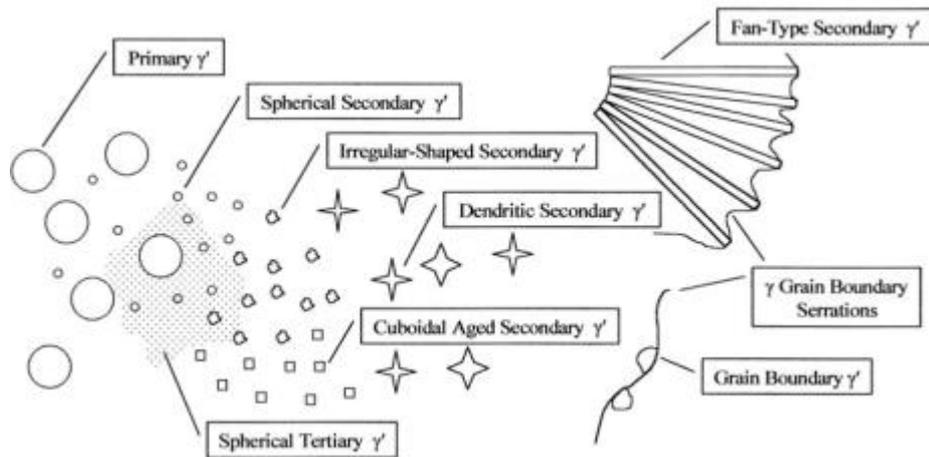


Figure 23 : Représentation des différentes morphologies des précipités observées en fonction de la vitesse de refroidissement post-MES [24].

Le traitement de vieillissement a pour objectif principal la stabilisation de la microstructure, en particulier pour les microstructures obtenues avec des vitesses de refroidissement post-MES très élevées. Le revenu est généralement effectué à des températures proches des températures maximales de fonctionnement de la pièce. Le traitement est effectué afin de figer la microstructure et permet aussi d'améliorer les propriétés mécaniques. La Figure 24 montre les résultats obtenus par Furrer sur l'U720 concernant l'influence du traitement de vieillissement sur la dureté du matériau et sur ses propriétés en traction monotone [24].

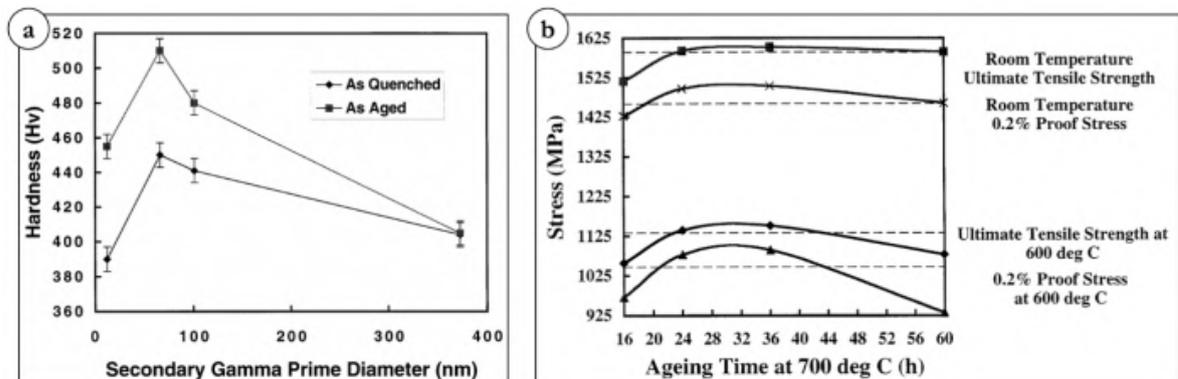


Figure 24 : Influence du traitement de vieillissement sur les propriétés mécaniques de l'U720 ; (a) influence sur la dureté, (b) influence sur les propriétés en traction monotone [24].

Une compilation des données disponibles pour l'AD730TM sur l'évolution de la précipitation en fonction de la vitesse de refroidissement est reportée sur la Figure 25. Ces données ont permis de concevoir les traitements thermiques adaptés afin d'obtenir les microstructures choisies pour cette étude.

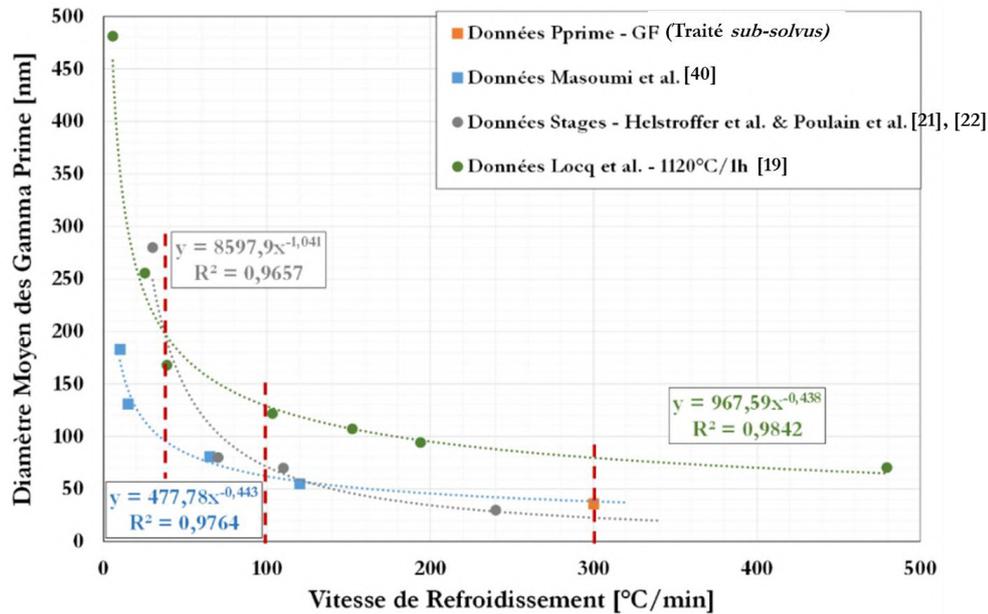


Figure 25 : Diamètre équivalent moyen des précipités en fonction de la vitesse de refroidissement après mise en solution *super-solvus* [2], [21], [27]–[29].

2.1.5 L'AD730TM

L'AD730TM fait partie des superalliages durcis par précipitation de type γ/γ' . Un des matériaux de référence dans cette catégorie de superalliages forgés à hautes propriétés est l'alliage 718. Ce dernier présente de nombreux avantages. Il possède un bon compromis entre propriétés mécaniques et coût de production avec une bonne soudabilité indispensable pour des grandes pièces [30], [31]. Cependant, il présente une forte dégradation de ses propriétés à partir de 650°C à cause de l'instabilité de sa microstructure (transformation $\gamma'' \rightarrow \delta$) dans cette gamme de température [4], [5], [32]. Dans une optique d'augmentation de la température de fonctionnement des pièces, de nombreux alliages ont été développés afin d'améliorer les propriétés mécaniques sur une plus large plage de température. Notamment, la métallurgie des poudres a permis d'atteindre des fractions de précipités plus élevées ($\approx 60\%$). Aujourd'hui beaucoup d'alliages sont fabriqués ainsi, par exemple le N18 [33] et le RR1000 [12]. Cependant cette technologie reste encore trop coûteuse pour la majorité des applications industrielles. Des matériaux alternatifs élaborés par voie conventionnelle ont été aussi proposés comme le Rene 65, le Waspaloy ou l'U720Li. Ces alliages ont été optimisés pour certaines applications. Par exemple, l'U720Li conserve des bonnes propriétés mécaniques

jusqu'à 700°C. Néanmoins cet alliage est complexe à élaborer par voie conventionnelle à cause d'une fraction élevée en γ' et d'une fenêtre de mise en solution *super-solvus* étroite [34]–[36]. La création de l'AD730™ est basée sur la nécessité de concevoir un nouvel alliage avec un bon compromis entre coût et propriétés et une température d'utilisation allant jusqu'à environ 750°C.

Des tests de forgeabilité ont été réalisés sur des échantillons d'AD730™, et comparés à plusieurs nuances concurrentes. Ces tests consistent en des essais de traction à haute température (de 1040°C à 1220°C) et forte vitesse de déformation ($\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$). La striction est examinée lors de ces essais. Un alliage est considéré comme forgeable lorsque la striction mesurée lors de ce type d'essais est supérieure à environ 55% [2]. La Figure 26 montre une comparaison des résultats de ce type d'essais effectués sur l'AD730™ et ses principaux concurrents. La plage de forgeabilité en température de l'AD730™ est supérieure à celle des concurrents. En outre, l'alliage reste également facilement forgeable pour des températures sub-solvus et super-solvus. Cet aspect est fondamental vis à vis de la réduction des coûts de production. En effet, il est possible d'effectuer un forgeage super-solvus ou sub-solvus en fonction des souhaits sans aucun problème de forgeabilité. Il est important de noter que ce n'est pas toujours le cas pour les alliages concurrents. En effet sur la Figure 26 il est possible de remarquer que l'U720Li ne peut être forgé qu'en conditions sub-solvus, alors que le Waspaloy présente une bonne forgeabilité pour des températures super-solvus uniquement.

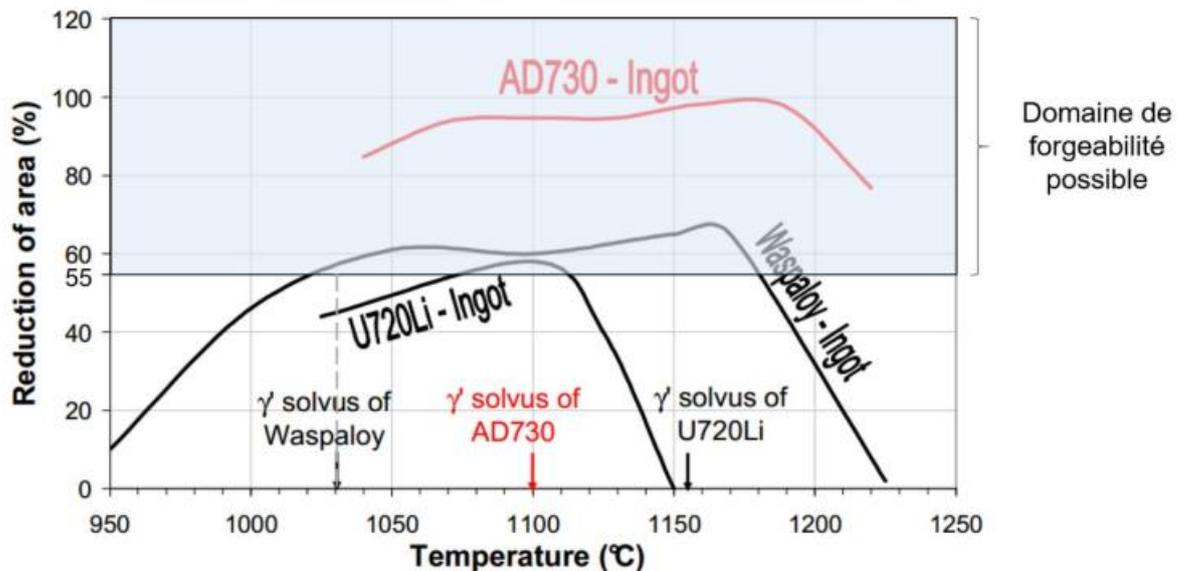


Figure 26 : Comparaison des résultats de forgeabilité de l'AD730™ avec ceux d'autres alliages concurrents via des essais de traction rapide à haute température [26].

2.2 Influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques

2.2.1 Comportement en traction

2.2.1.1 Influence de la taille des grains

La taille moyenne de grains joue un rôle fondamental sur la limite d'élasticité d'un polycristal. Différentes études ont permis de vérifier que ce paramètre évolue linéairement en fonction de $\frac{1}{\sqrt{d}}$. La loi phénoménologique de Hall-Petch permet de décrire cette influence [37] :

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad \text{Équation 2.1}$$

où σ_0 correspond à la limite d'élasticité macroscopique d'un polycristal à taille de grain infinie, et incluant la contribution du durcissement par solution solide et par précipitation. La constante de Hall-Petch, caractéristique du matériau, est en général comprise entre $700 - 750 \text{ MPa } \mu\text{m}^{0.5}$ pour les superalliages base nickel [38]–[43].

La loi de Hall-Petch est assez bien vérifiée pour des tailles de grains conventionnelles. Pour des applications spécifiques utilisant des grains très fins (taille inférieure au micromètre), l'effet observé peut s'inverser car d'autres mécanismes de déformation s'activent.

La Figure 27 illustre les résultats obtenus par Mangan et Nembach [44] sur le Nimonic PE16. Les différentes courbes représentent différentes microstructures de précipitation. Il est possible de remarquer que, dans tous les cas, une allure linéaire est observée en fonction de $\frac{1}{\sqrt{d}}$. Les symboles pleins dans les graphiques représentent des microstructures à gros grains avec un appauvrissement de la précipitation aux joints de grains, ce qui explique l'éloignement de l'allure linéaire.

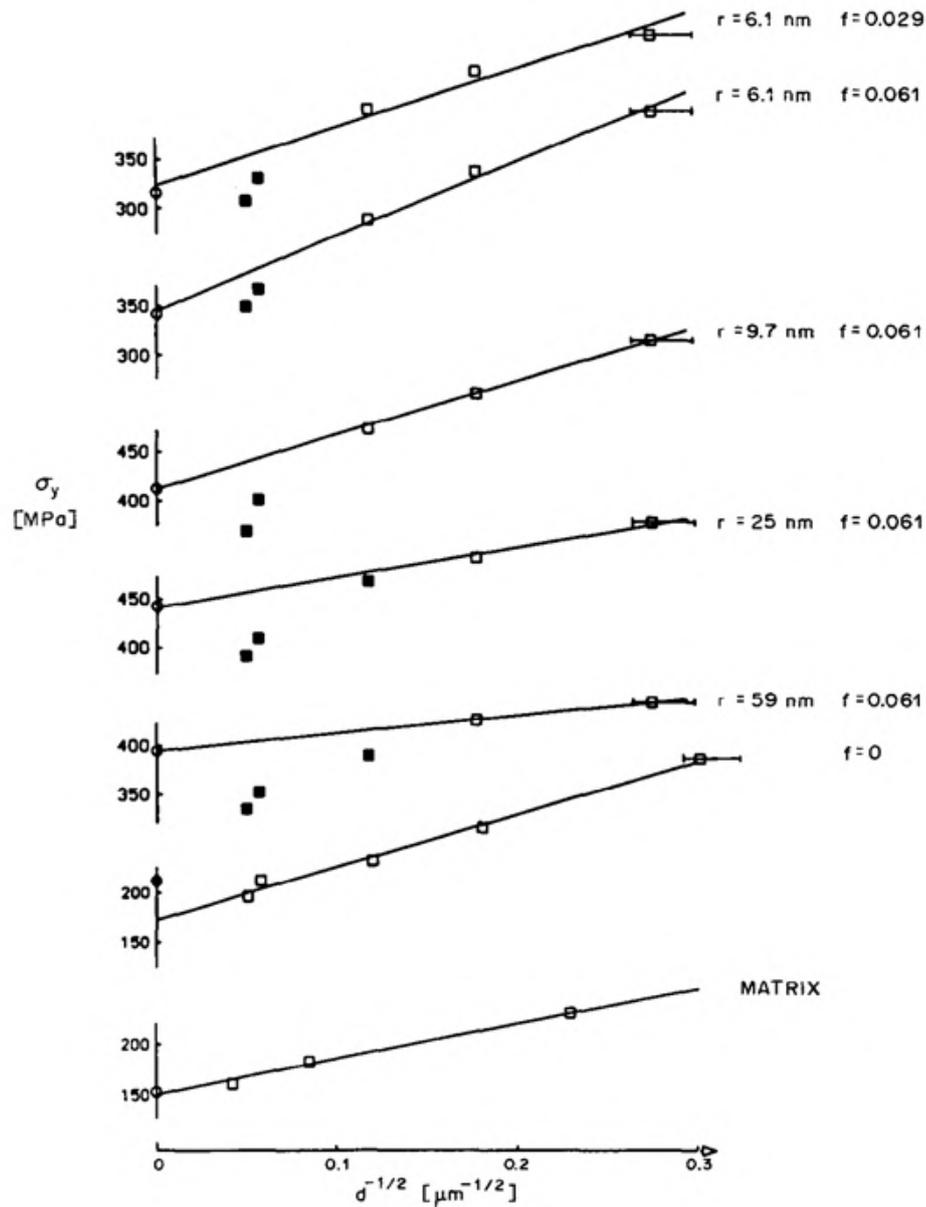


Figure 27 : Evolution de la limite d'élasticité ($R_{p0.2}$) en fonction de la taille moyenne des grains pour le Nimonic PE16 avec différentes microstructures de précipitation [44].

En général, l'influence de la taille des grains est plus forte sur les propriétés mécaniques liées aux premières phases de déformation plastique. Par exemple, la limite d'élasticité est plus influencée que la contrainte à rupture par la taille moyenne des grains [45]. En revanche, pour rappel, une réduction de la taille de grain s'accompagne d'une forte dégradation des propriétés vis-à-vis de la durée de vie en fluage et de la propagation de fissures en fatigue-fluage (Figure 8). Il est donc souvent nécessaire de trouver un compromis en fonction de l'application finale visée.

2.2.1.2 Influence de la précipitation

Les précipités représentent la source principale de durcissement pour les superalliages γ/γ' comme l'AD730TM. La déformation plastique du matériau est essentiellement liée au mouvement des dislocations dans le réseau cristallin. Les précipités agissent comme des obstacles à l'avancement des dislocations générant un effet durcissant.

L'effet durcissant des précipités dépend fortement de la cohérence à l'interface γ/γ' . Cette cohérence peut être quantifiée par la valeur de l'écart de paramètre de maille δ , également appelé *misfit*. Cette particularité est à l'origine de la naissance de contraintes internes qui affectent les propriétés mécaniques. Le *misfit* δ est défini par la relation suivante :

$$\delta = 2 * \left[\frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma'} + a_{\gamma}} \right]$$

où $a_{\gamma'}$ et a_{γ} sont les paramètres de maille de la phase γ' et γ respectivement.

Les mécanismes d'interactions activés entre dislocations et précipités sont variés et dépendent des caractéristiques de la précipitation (fraction volumique, taille moyenne, distribution, distance inter-précipités). Deux mécanismes principaux ont été identifiés pour les superalliages γ/γ' dans les conditions considérées dans cette étude : le franchissement des précipités par contournement et par cisaillement.

Le cisaillement est généralement observé sur des précipités de petite taille. Une première dislocation qui entre dans un précipité introduit un défaut d'empilement dit paroi d'antiphase, ou *anti-phase boundary* (APB). Le passage d'une deuxième dislocation est nécessaire afin de rétablir l'ordre. Les dislocations se déplacent donc par paire dans le réseau cristallin en formant une « superdislocation » (Figure 28).

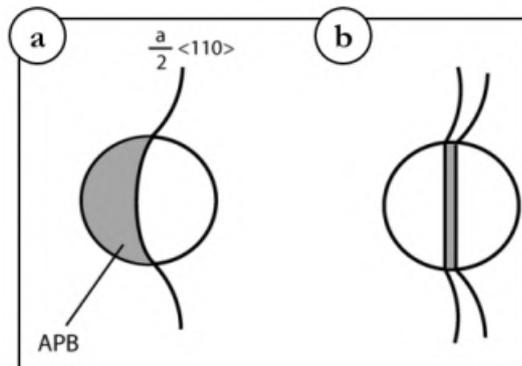


Figure 28 : Représentation schématique du phénomène de franchissement par cisaillement des précipités : (a) formation de la paroi d'antiphase (APB) par le passage de la première dislocation ; (b) passage d'une superdislocation [46].

De multiples mécanismes de franchissement par cisaillement différents ont été identifiés. Un franchissement dit faiblement couplé (*weak pair coupling*) est observée pour les précipités de petite taille, alors qu'un franchissement dit fortement couplé (*strong pair coupling*) est activé pour des précipités plus grossiers. La Figure 29 montre une représentation schématique de ces deux phénomènes, dont une présentation plus détaillée sera effectuée au chapitre 5 en lien avec la modélisation du durcissement par précipitation.

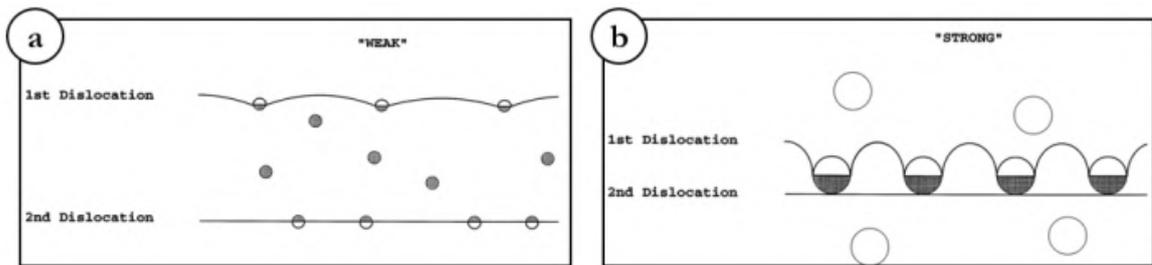


Figure 29 : Représentation schématique des phénomènes de franchissement des précipités (a) par paires de dislocations faiblement couplés et (b) par paires de dislocations fortement couplées [20].

Lorsqu'un précipité est trop grand pour être cisailé, il est contourné par les dislocations. Après avoir contourné le précipité, la dislocation laisse une boucle d'Orowan autour de ce dernier (Figure 30).

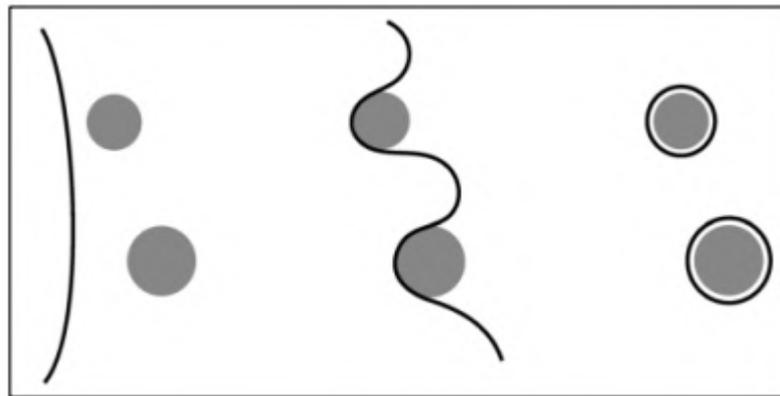


Figure 30 : Représentation schématique du phénomène de contournement d'Orowan [46].

La Figure 31 permet de décrire schématiquement l'influence de la précipitation sur la limite d'élasticité du matériau via la cission résolue critique, ou *critical resolved shear stress* (CRSS). Dans l'ordre, pour de très petits précipités, on trouve le mécanisme de franchissement par paires faiblement couplées. Dans ce cas on observe une augmentation de la CRSS si la taille des précipités augmente. Ce comportement est inversé pour des précipités de moyenne et grande taille qui activent respectivement le mécanisme de cisaillement par paires fortement couplées et le contournement d'Orowan.

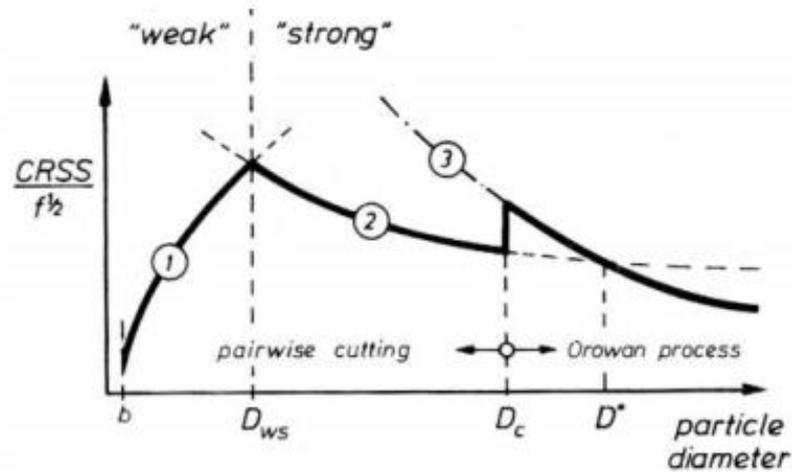


Figure 31 : Schéma de l'influence des différents mécanismes d'interaction entre précipités et dislocations sur la cission critique résolue d'un superalliage base-nickel γ/γ' [47].

La Figure 32 permet de mettre en évidence l'influence bénéfique de la précipitation sur la limite d'élasticité du matériau. Ce graphique a été obtenu par Beardmore et al. [48] sur une série d'alliages Ni-Cr-Al présentant différentes fractions volumiques de précipitation. Tout d'abord, il est important de remarquer que la limite d'élasticité de la phase γ' seule augmente très fortement jusqu'à environ 900°C et commence à chuter au-delà. Cela explique les bonnes propriétés à haute température des superalliages base Nickel γ/γ' et leur dépendance très complexe à la température et à la fraction volumique de précipités γ' . En effet, si une « loi des mélanges » semble s'appliquer à haute température (cf. données à 950°C), cela n'est pas vérifié à faible température. On notera que l'effet durcissant est le plus marqué à température ambiante. En effet, une fraction volumique de 20% de précipités suffit alors à obtenir une limite d'élasticité plus de deux fois supérieure à celle des deux phases prises séparément. Ce durcissement, très marqué à température ambiante, s'accompagne d'une très bonne stabilité avec la température. Pour des fractions volumiques supérieures ou égales à 40%, la limite d'élasticité augmente avec la température. A basse température ($T \leq 500^{\circ}\text{C}$) le misfit δ joue un rôle fort sur la limite d'élasticité du γ/γ' comparativement à γ et γ' prises seules.

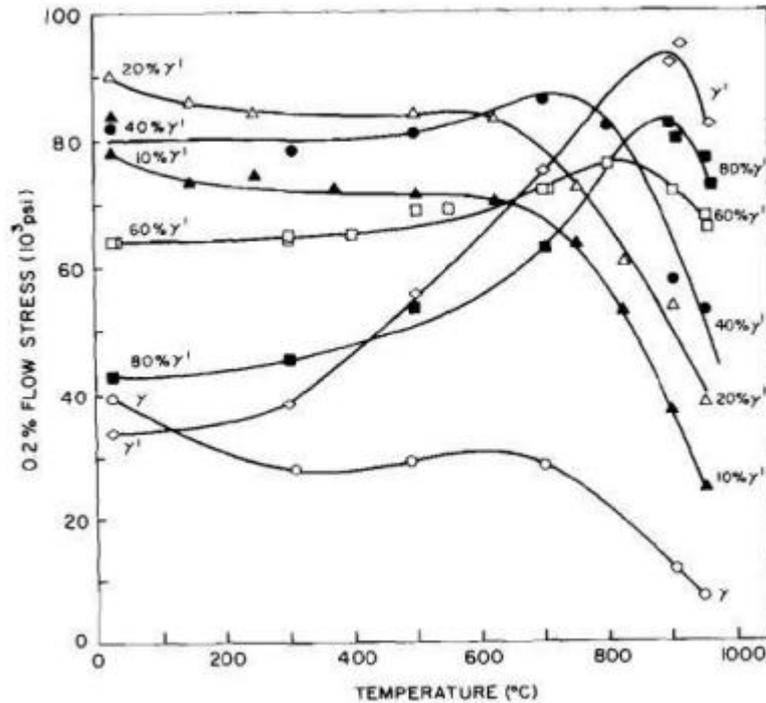


Figure 32: Limite d'élasticité du système Ni-Cr-Al en fonction de la température pour différentes fractions volumiques de γ' [48].

Il est évident que l'évolution complexe de la limite d'élasticité, dans la large plage de température d'intérêt, dépend de multiples facteurs (évolution de la fraction volumique de précipitation à l'équilibre, de paramètres matériau, des contraintes internes, ...) et ne peut pas être décrite par une modélisation simple.

En plus d'influencer les propriétés statiques de l'alliage, il a été observé que la phase γ' influence également les propriétés en fluage du matériau. La fraction volumique de phase γ' joue un rôle important sur ces propriétés (Figure 33) [49], [50], mais ce n'est pas le seul paramètre à prendre en compte. En effet, la taille et la répartition des précipités conditionnent l'interaction entre les précipités et les dislocations et donc le comportement final du matériau. Cette question devient centrale dans l'étude des superalliages modernes qui généralement présentent des microstructures multimodales pour l'obtention de bonnes propriétés [51].

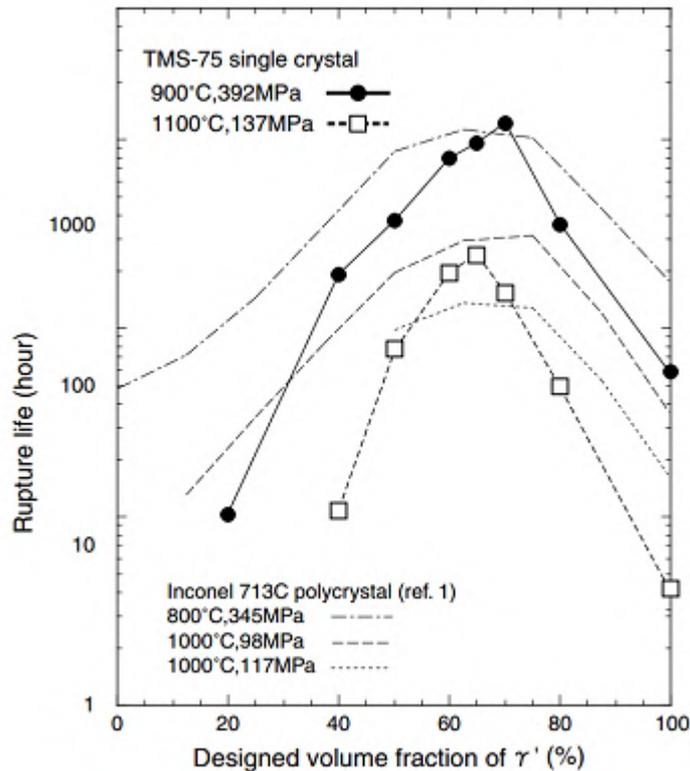


Figure 33: Temps à rupture en fluage en fonction de la fraction volumique de phase γ' , pour différents alliages et différentes températures d'essai [50].

2.2.1.3 Influence des éléments en solution solide

Le choix des éléments d'alliage employés est crucial pour le durcissement du matériau, notamment par solution solide. Dans ce cas, les atomes des éléments solutés vont s'introduire dans le réseau cristallin de la matrice métallique et auront pour conséquence de réduire la mobilité des dislocations.

Les atomes étrangers en solution solide interstitielle ou substitutionnelle constituent des défauts ponctuels qui vont introduire des distorsions élastiques de la maille cristalline. Le résultat est la génération de champs de contraintes locaux. Ces champs vont interagir avec les dislocations en réduisant leur mobilité et donc en durcissant le matériau. En général, une solution solide peut être formée entre éléments qui ne sont pas trop différents entre eux. Une différence du rayon atomique inférieure à 15% et la même structure cristalline favorisent la formation de la solution solide.

Dans le cas des superalliages base nickel, un soluté efficace doit posséder une bonne solubilité par rapport au nickel, mais aussi une température de fusion élevée afin d'améliorer les propriétés à haute température. Le molybdène (Mo), le tungstène (W), le rhénium (Re) et le niobium (Nb) représentent des candidats optimaux.

2.2.2 Comportement en fluage et relaxation

Dès lors qu'une sollicitation mécanique extérieure est appliquée à une microstructure, cette dernière va développer des mécanismes, notamment de plasticité, pour converger vers un nouvel état d'équilibre. C'est notamment le cas lorsque l'on considère le processus de fluage et/ou relaxation. Quand une éprouvette est soumise à une sollicitation de déformation, sa première réponse est le développement d'une contrainte locale relativement élevée, qui a tendance à diminuer au cours du temps. C'est le phénomène de relaxation de contrainte. Le phénomène complémentaire (en contrainte imposée) correspond au fluage. Dans ce cas, la contrainte constante appliquée engendre une déformation dépendante du temps. Les temps d'ajustement des systèmes peuvent varier de plusieurs ordres de grandeur et dépendent du niveau de contraintes et de la température. Certaines propriétés en fluage peuvent être étudiées de manière indirecte via des essais de relaxation. Une démarche de ce type présente différents avantages qui seront détaillés dans la suite.

Dans les métaux tels que les aciers ou les superalliages base nickel, le fluage est non négligeable à des températures supérieures à $0,2 T_f$ (où T_f est la température de fusion de l'alliage considéré) [52]. Le fluage présente donc un caractère thermiquement activé [53]. Comme indiqué précédemment, le fluage est un phénomène crucial à prendre en compte dans le dimensionnement de pièces en service à haute température comme les disques de turbine.

2.2.2.1 Fluage

Un essai isotherme de fluage est généralement réalisé en appliquant une sollicitation uniaxiale en contrainte imposée à une éprouvette (de forme adaptée). Dans la majorité des cas, l'essai est réalisé en contrôle de charge constante et il y a donc une légère variation de la contrainte appliquée due à la réduction de la section portante de l'échantillon en cours d'essai. Une évolution de la déformation est donc observée dans l'éprouvette par rapport à l'état initial. La Figure 34 représente schématiquement une courbe de fluage classique. Il est possible de distinguer trois phases différentes pendant l'évolution du fluage :

- Le fluage primaire représente le premier stade du fluage. Une diminution de la vitesse de déformation est observée due au durcissement du matériau.
- Le fluage secondaire est caractérisé par une vitesse de déformation constante (un équilibre est atteint entre création et annihilation des dislocations dans le cas de fluage de type dislocations).
- Durant la phase de fluage tertiaire, on observe une augmentation de la vitesse de déformation. Les premiers phénomènes d'endommagement apparaissent en réduisant la

section utile de l'éprouvette. La contrainte appliquée va donc augmenter produisant la rupture de l'échantillon.

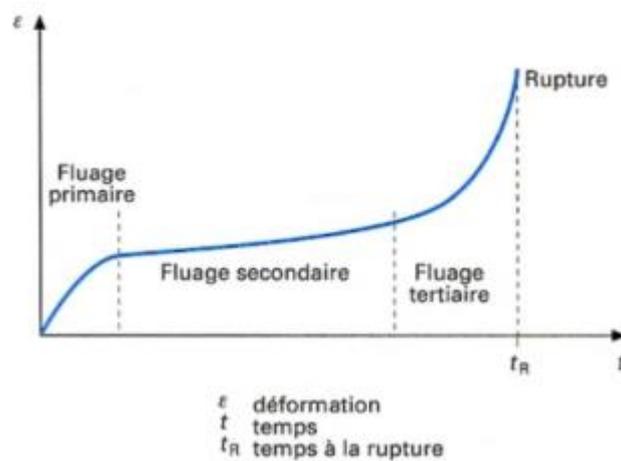


Figure 34 : Représentation schématique d'une courbe de fluage typique et de ses différents stades [52].

Généralement le fluage secondaire représente la majeure partie de la durée de vie en fluage. La prédiction de ce phénomène est primordiale. Par exemple, dans des contextes industriels, il est important de prédire le temps nécessaire pour atteindre une déformation critique afin de choisir les temps adaptés pour les interventions de contrôle et de maintenance.

En négligeant les stades de fluage primaire et tertiaire, la relation entre la vitesse de déformation de fluage $\dot{\varepsilon}$ et la contrainte σ appliquée durant le fluage secondaire peut être décrite en première approche par la loi de Norton [54] :

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n \quad \text{Équation 2.2}$$

Les paramètres A et n peuvent être identifiés dans un diagramme de Norton où les données de plusieurs essais de fluage sont représentées en échelle logarithmique (Figure 35). Le passage en échelle logarithmique permet en effet d'écrire :

$$\log(\dot{\varepsilon}) = \log(A) + n \log(\sigma) \quad \text{Équation 2.3}$$

Les graphiques en Figure 35 montrent que les paramètres A et n possèdent une dépendance à la température et à la contrainte. Dans un domaine de température et de contrainte donné, la valeur de l'exposant n obtenue renseigne sur les mécanismes de déformation en jeu [55].

On distingue généralement trois domaines [2] :

- $n = 1$: le fluage est de type « diffusion », il correspond au domaine des fortes températures et faibles contraintes appliquées ;
- $n \in [1-6]$: les mécanismes de déformation peuvent être soit liés au mouvement des dislocations, soit aux phénomènes de diffusion, soit, le plus souvent, à une combinaison de ces deux phénomènes.
- $n > 6-7$: le fluage est de type « dislocations ». La production et le mouvement des dislocations assurent la déformation ;

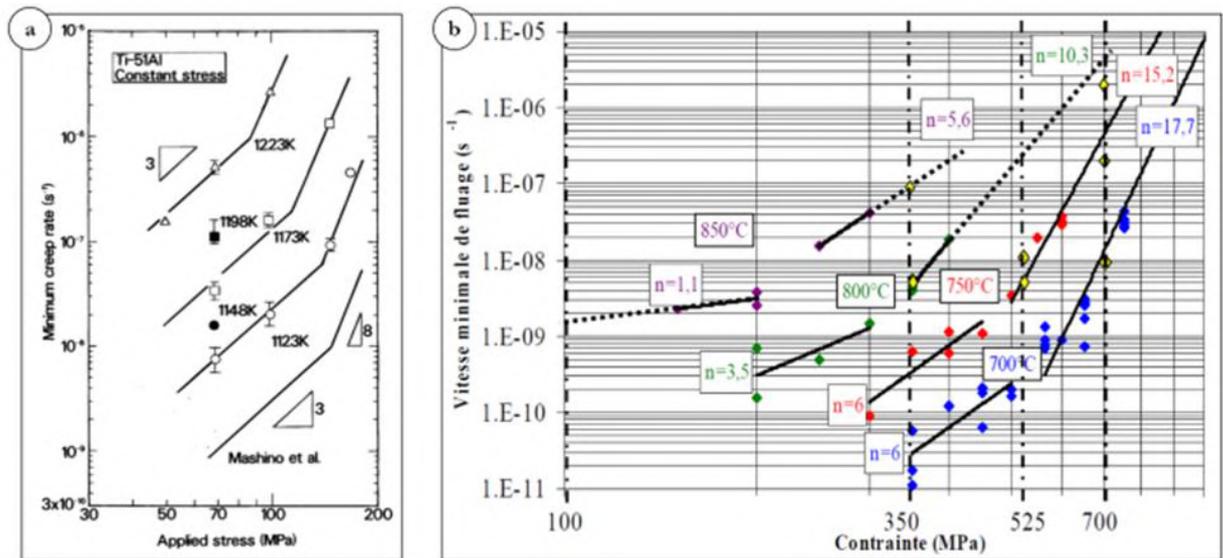


Figure 35 : (a) Diagramme de Norton Pour les alliages Ti-51Al et Ti-50Al (850°C-950°C) [56], (b) diagramme de Norton du superalliage NR3 (700°C-850°C) [57].

Le fluage de type dislocations est généralement activé pour des températures plus faibles. Dans ce cas, la déformation est pilotée par le mouvement des dislocations dans le réseau cristallin. L'interaction entre dislocations et précipités contrôle les mécanismes de déformation. Pour des températures plus élevées (supérieures à $0.6T_f$) le fluage de type diffusion est activé. Dans ce cas la déformation est pilotée par la diffusion de lacunes dans le matériau. Généralement les zones préférentielles d'activation de ces phénomènes sont les joints de grains.

Il est important de remarquer qu'un essai de fluage ne fournit qu'un point dans le diagramme de Norton. Un nombre important d'essais, longs et coûteux, sera nécessaire pour investiguer le comportement du matériau sur une plage de contraintes et de températures suffisamment large. Le recours à des essais de relaxation permet de pallier cette difficulté.

2.2.2.2 Relaxation

L'essai de relaxation consiste à appliquer une déformation totale ε maintenue constante (Figure 36a) et à mesurer l'évolution, généralement décroissante, de la contrainte σ (Figure 36b).

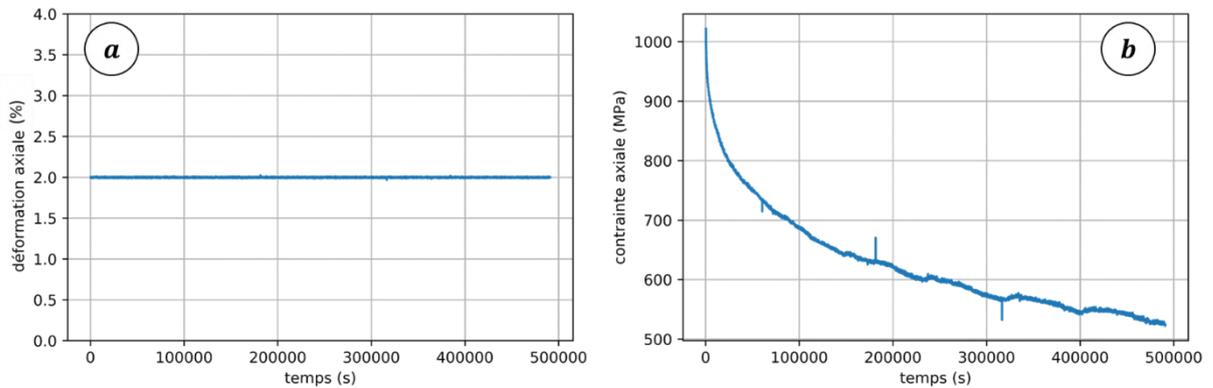


Figure 36 Exemple de résultats d'un essai de relaxation : (a) évolution de la déformation et (b) de la contrainte au cours de l'essai

Dans l'hypothèse de petites déformations, la déformation totale ε se décompose comme la somme de la déformation élastique ε_e , de la déformation viscoplastique ε_p et de celle thermique ε_{th} , telle que :

$$\dot{\varepsilon}_{tot} = \dot{\varepsilon}_e + \dot{\varepsilon}_p + \dot{\varepsilon}_{th} = 0 \quad \text{Équation 2.4}$$

En absence d'endommagement et à température constante, on obtient :

$$\dot{\varepsilon}_e = \frac{\dot{\sigma}}{E} = -\dot{\varepsilon}_p \quad \text{Équation 2.5}$$

Il est donc possible d'accéder à la vitesse de déformation viscoplastique via l'histoire des contraintes mesurées, connaissant le module d'Young E (lui-même obtenu lors de la mise en charge). Un seul essai de relaxation peut ainsi fournir un ensemble de points $(\sigma, \dot{\varepsilon})$ sur une vaste plage de contrainte dans le diagramme de Norton.

2.2.2.3 Influence de la microstructure

À haute température, où les phénomènes diffusifs sont prévalents, plusieurs études [1], [20], [36], [58], [59], ont montré que l'augmentation de la taille des grains est bénéfique à la résistance au fluage. En effet, en augmentant la taille de grains, le nombre de joints de grains favorisant ces phénomènes est automatiquement réduit. En outre, les joints de grains représentent une zone très sensible à l'oxydation et constituent une source majeure d'endommagement pour les superalliages polycristallins à haute température [2], [60], [61]. Pour des températures plus faibles et des niveaux de contrainte plus élevés, les mécanismes de déformation dislocationnels sont prépondérants. Dans

ce cas, une faible taille de grains est bénéfique, car les joints des grains représentent des obstacles pour le mouvement des dislocations dans le réseau cristallin. Il est rappelé ici que le changement de la taille de grains influence aussi les autres propriétés mécaniques du matériau, notamment celles en traction. Pour cette raison, il est nécessaire de trouver un compromis vis-à-vis des conditions de fonctionnement attendues (température, contrainte, type de chargement...). Compte-tenu des mécanismes de durcissement par précipitation déjà décrits pour les sollicitations de type traction, la microstructure de précipitation aura un effet notable dans le domaine de contraintes et de températures où le fluage-dislocations est en jeu.

2.3 Conclusion

Les superalliages base nickel représentent des matériaux largement adaptés pour les applications à haute température. Cet aspect a conduit à une large utilisation de ces matériaux dans les applications aéronautiques, en particulier dans les parties chaudes des turboréacteurs. Il a été vu aussi que les propriétés finales du matériau sont très liées à sa microstructure. Concernant les propriétés en traction, trois sources principales de durcissement ont été mises en évidence pour les polycristaux: les éléments en solution solide, la précipitation et la taille des grains. Néanmoins, la complexité de cette classe de matériaux demande une attention particulière en lien avec les procédés de fabrication. Cet aspect devient primordial dans les applications à haute performance telle que les disques de turbine.

Les éléments en solution solide dépendent essentiellement de la chimie. Ce sont donc les premières étapes de l'élaboration qui déterminent leur contribution. La microstructure granulaire ainsi que celle de précipitation peuvent être contrôlées au cours des étapes de fabrication. En particulier les traitements thermiques sont exploités pour le contrôle de la microstructure finale. Des traitements *super-solvus* sont utilisés afin d'obtenir une taille moyenne de grains plus élevée, alors que des traitements *sub-solvus* conduisent à des microstructures avec une taille moyenne de grains réduite. Les vitesses de refroidissement ainsi que le nombre d'étapes du traitement thermique appliqué permettent de contrôler la distribution en taille de précipités, celle-ci pouvant être multimodale. Généralement, des vitesses de refroidissement plus faibles conduisent à des précipités plus grossiers.

Toutes les informations détaillées dans ce chapitre seront utilisées dans la suite afin de construire la démarche couplée expériences/simulations. En particulier, la connaissance de l'évolution de la microstructure en fonction du traitement appliqué permettra de concevoir une série de traitements thermiques à appliquer afin d'obtenir un ensemble de microstructures variées. Le choix de ces microstructures sera ciblé afin d'étudier l'influence des paramètres microstructuraux sur les superalliages base nickel γ/γ' . Les données collectées expérimentalement permettront aussi d'alimenter et valider une démarche de modélisation et simulation du comportement mécanique. Le choix de l'AD730TM comme matériau modèle s'inscrit dans cette démarche afin de pouvoir bénéficier des données sur son comportement et sur sa microstructure au cours d'études précédentes [2], [21], [22], [26], [59], [62]–[64]. En outre, la disponibilité d'échantillons monogranulaires en AD730TM permettra de faciliter l'identification et validation de notre approche.

2.4 Bibliographie

- [1] R. C. Reed, *The Superalloys fundamentals and applications*. Cambridge University Press, 2006.
- [2] L. Thébaud, “Etude des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel AD730TM,” *Thèse de Doctorat - ISAE-ENSMA, France*. 2017.
- [3] D. Klarstrom, H. M. Tawancy, and M. F. Rothman, “Structure/Property Relationships in Solid-Solution Strengthened Superalloys,” in *Superalloys 1984, TMS: Warrendale, PA, USA*, 1984, pp. 553–562, doi: 10.7449/1984/Superalloys_1984_553_562.
- [4] J. W. Brooks and P. J. Bridges, “Metallurgical Stability of Inconel Alloy 718,” in *Superalloys 1988, TMS: Warrendale, PA, USA*, 1988, pp. 33–42, doi: 10.7449/1988/Superalloys_1988_33_42.
- [5] A. Devaux *et al.*, “Gamma double prime precipitation kinetic in Alloy 718,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 486(1–2), pp. 117–122, 2008, doi: 10.1016/j.msea.2007.08.046.
- [6] C. Smith, “Introduction to grains, phases, and interfaces - an interpretation of microstructure,” *Trans. AIME*, vol. 175, pp. 15–51, 1948.
- [7] P. Kontis, E. Alabort, D. Barba, D. M. Collins, A. J. Wilkinson, and R. C. Reed, “On the role of boron on improving ductility in a new polycrystalline superalloy,” *Acta Mater.*, vol. 124, pp. 489–500, 2017, doi: 10.1016/j.actamat.2016.11.009.
- [8] C. M. F. Rae and R. C. Reed, “The precipitation of topologically close-packed phases in rhenium-containing superalloys,” *Acta Mater.*, vol. 49(19), pp. 4113–4125, 2001, doi: 10.1016/S1359-6454(01)00265-8.
- [9] T. Sugui, W. Minggang, L. Tang, Q. Benjiang, and X. Jun, “Influence of TCP phase and its morphology on creep properties of single crystal nickel-based superalloys,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527(21–22), pp. 5444–5451, 2010, doi: 10.1016/j.msea.2010.05.027.
- [10] A. Laurence, “Impact du sur-vieillissement métallurgique sur le comportement et la durabilité du nouveau superalliage pour disque de turbine René 65,” *Thèse de Doctorat - ISAE-ENSMA, France*. 2015.
- [11] M. Simonetti and P. Caron, “Role and behaviour of μ phase during deformation of a nickel-based single crystal superalloy,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 254(1–2), pp. 1–12, 1998, doi: 10.1016/s0921-5093(98)00766-7.
- [12] M. Hardy, B. Zirbel, G. Shen, and R. Shankar, “Developing Damage Tolerance and Creep

- Resistance in a High Strength Nickel Alloy for Disc Applications,” *Superalloys 2004*, TMS Warrendale, PA, USA, pp. 83–90, 2004, doi: 10.7449/2004/Superalloys_2004_83_90.
- [13] B. Reppich, “Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in γ' precipitating Ni-base alloys-I. Theoretical concept,” *Acta Metall.*, vol. 30, no. 1, pp. 87–94, 1982, doi: 10.1016/0001-6160(82)90048-7.
- [14] J. Jones and D. MacKay, “Neural network modelling of the mechanical properties of Nickel base superalloys,” *Superalloys 1996*, pp. 417–424, 1996.
- [15] Y. Xu *et al.*, “Relationship between Ti/Al ratio and stress-rupture properties in nickel-based superalloy,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 544, pp. 48–53, 2012, doi: 10.1016/j.msea.2012.03.006.
- [16] A. K. Jena and M. C. Chaturvedi, “The role of alloying elements in the design of nickel-base superalloys,” *J. Mater. Sci.*, vol. 19, pp. 3121–3139, 1984, doi: 10.1007/BF00549796.
- [17] M. Durand-Charre and J. H. Davidson, *The microstructure of superalloys*. Gordon and Breach Science Publishers, 1997.
- [18] T. M. Pollock and S. Tin, “Nickel-based superalloys for advanced turbine engines: Chemistry, microstructure, and properties,” *J. Propuls. Power*, vol. 22(2), pp. 361–374, 2006, doi: 10.2514/1.18239.
- [19] M. Benz, “Preparation of Clean Superalloys,” 2017.
- [20] M. P. Jackson and R. C. Reed, “Heat treatment of UDIMET 720Li: The effect of microstructure on properties,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 259, no. 1, pp. 85–97, 1999, doi: 10.1016/S0921-5093(98)00867-3.
- [21] F. Masoumi, D. Shahriari, M. Jahazi, J. Cormier, and A. Devaux, “Kinetics and Mechanisms of γ' Reprecipitation in a Ni-based Superalloy,” *Sci. Rep.*, vol. 6, no. 28650, 2016, doi: 10.1038/srep28650.
- [22] D. Locq, “Etude du superalliage C&W A&D AD730,” *Rapport Interne - ONERA*. 2014.
- [23] 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,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 332(1–2), pp. 318–329, 2002, doi: 10.1016/S0921-5093(01)01758-0.
- [24] D. U. Furrer and H. J. Fecht, “ γ' Formation in superalloy U720LI,” *Scr. Mater.*, vol. 40(11), pp. 1215–1220, 1999, doi: 10.1016/S1359-6462(99)00094-9.
- [25] N. Mrozowski *et al.*, “Aging of γ' precipitates at 750 °c in the nickel-based superalloy

- ad730tm: A thermally or thermo-mechanically controlled process?,” *Metals (Basel)*, vol. 10, no. 4, pp. 6–9, 2020, doi: 10.3390/met10040426.
- [26] A. Devaux, B. Picqué, M. F. Gervais, E. Georges, T. Poulain, and P. Héritier, “AD730TM - A New Nickel-Based Superalloy for High Temperature Engine Rotative Parts,” in *Superalloys 2012, TMS: Warrendale, PA, USA*, 2012, pp. 911–919.
- [27] D. Locq, “Etude du superalliage C&W A&D AD730 - Résultats complémentaires avril 2015,” *Rapport Interne - ONERA*. 2015.
- [28] A. Helstroffer, “Optimisation du traitement thermique de vieillissement d’un superalliage base nickel pour disques de turbines aéronautiques,” *Master Recherche - ENSMA/Aubert&Duval*. 2011.
- [29] T. Poulain, “Liens entre microstructure, traitements thermiques et caractéristiques mécaniques pour un nouveau superalliage base nickel,” *Master Recherche - Aubert&Duval*. 2011.
- [30] R. E. Schafrik, D. D. Ward, and J. R. Groh, “Application of alloy 718 in GE aircraft engines: past, present and next five years,” in *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives (2001)*, 2001, pp. 1–11, doi: 10.7449/2001/superalloys_2001_1_11.
- [31] D. F. Paulonis and J. J. Schirra, “Alloy 718 at Pratt & Whitney - Historical perspective and future challenges,” in *Superalloys, 718(625,706)*, 2001, pp. 13–23, doi: 10.7449/2001/superalloys_2001_13_23.
- [32] M. Jouiad *et al.*, “Microstructure and mechanical properties evolutions of alloy 718 during isothermal and thermal cycling over-aging,” *Mater. Des.*, vol. 102, pp. 284–296, 2016, doi: 10.1016/j.matdes.2016.04.048.
- [33] C. Ducrocq, A. Lasalmonie, and Y. Honnorat, “N 18, A New Damage Tolerant PM Superalloy for High Temperature Turbine Discs,” *Superalloys 1988, TMS Warrendale, PA, USA*, pp. 63–72, 1988.
- [34] F. Sczerzenie and G. Maurer, “Development of Udimet 720 for High Strength Disk Applications,” *Superalloys 1984, TMS Warrendale, PA, USA*, pp. 573–580, 1984, doi: 10.7449/1984/Superalloys_1984_573_580.
- [35] S. K. Jain, B. A. Ewing, and C. A. Yin, “The Development of Improved Performance PM Udimet 720 Turbine Disks,” in *Superalloys 2000*, 2000, pp. 785–794, doi: 10.7449/2000/Superalloys_2000_785_794.

- [36] K. R. Bain, M. L. Gambone, J. M. Hyzak, and M. C. Thomas, “Development of Damage Tolerant Microstructures in Udimet 720,” in *Superalloys 1988, TMS: Warrendale, PA, USA*, 1988, pp. 13–22, doi: 10.7449/1988/superalloys_1988_13_22.
- [37] E. O. Hall, *Yield Point Phenomena in Metals and Alloys*. Springer Science & Business Media, 1970.
- [38] L. Connor, “The development of a dual microstructure heat treated Ni-base superalloy for turbine disc applications,” *Thèse de doctorat - University of Cambridge. England*. 2009.
- [39] B. Reppich, P. Schepp, and G. Wehner, “Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in γ' precipitating nickel-base alloys-II. Experiments,” *Acta Metall.*, vol. 30, no. 1, pp. 95–104, 1982, doi: 10.1016/0001-6160(82)90049-9.
- [40] D. Raynor and J. M. Silcock, “Strengthening Mechanisms in γ' Precipitating Alloys,” *Met. Sci. J.*, 1970, doi: 10.1179/msc.1970.4.1.121.
- [41] A. J. Ardell, “Precipitation hardening,” *Metall. Trans. A*, vol. 16, pp. 2131–2165, 1985, doi: 10.1007/BF02670416.
- [42] R. W. Kozar, A. Suzuki, W. W. Milligan, J. J. Schirra, M. F. Savage, and T. M. Pollock, “Strengthening mechanisms in polycrystalline multimodal nickel-base superalloys,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 40, no. 7, pp. 1588–1603, 2009, doi: 10.1007/s11661-009-9858-5.
- [43] E. Nembach, “The dependence of the hall-petch slope on the γ' -precipitate dispersion of polycrystals of a nickel-base superalloy,” *Scr. Metall. Mater.*, vol. 24, no. 4, pp. 787–792, 1990, doi: 10.1016/0956-716X(90)90243-A.
- [44] W. Mangen and E. Nembach, “The effect of grain size on the yield strength of the γ' -hardened superalloy NIMONIC PE16,” *Acta Metall.*, vol. 37, no. 5, pp. 1451–1463, 1989, doi: 10.1016/0001-6160(89)90177-6.
- [45] G. E. Dieter, *Mechanical metallurgy*. McGraw-Hill, 1988.
- [46] S. Raujol, “Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d’un superalliage pour disques de turbine.pdf,” *Thèse de doctorat - Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse. France*. 2004.
- [47] W. Huether and B. Reppich, “Interaction of dislocations with coherent, stress-free, ordered particles.,” *Zeitschrift fuer Met. Res. Adv. Tech.*, 1978.

- [48] P. Beardmore, R. G. Davies, and T. L. Johnston, “On The Temperature Dependence of the Flow Stress of Nickel-Base Alloys,” *Trans. Metall. Soc. AIME*, no. 245, pp. 1537–1545, 1969.
- [49] M. Bensch, A. Sato, N. Warnken, E. Affeldt, R. Reed, and U. Glatzel, “Modeling of the Influence of Oxidation on Thin-Walled Specimens of Single Crystal Superalloys,” in *Superalloys 2012, TMS: Warrendale, PA, USA*, 2012, pp. 331–340.
- [50] T. Murakumo, T. Kobayashi, Y. Koizumi, and H. Harada, “Creep behaviour of Ni-base single-crystal superalloys with various γ' volume fraction,” *Acta Mater.*, vol. 52(12), pp. 3737–3744, 2004, doi: 10.1016/j.actamat.2004.04.028.
- [51] A. J. Goodfellow, “Strengthening mechanisms in polycrystalline nickel-based superalloys,” *Mater. Sci. Technol. (United Kingdom)*, pp. 1793–1808, 2018, doi: 10.1080/02670836.2018.1461594.
- [52] F. Saint-Antonin, “Essais de fluage,” *Tech. l’Ingenieur*, vol. 0, pp. 1–14, 1995.
- [53] J. J. Kanter, “The problem of the temperature coefficient of tensile creep rate,” *Trans. AIME*, vol. 131, pp. 385–418, 1938.
- [54] F. H. Norton, *The creep of steel at high temperatures*. McGraw-Hill Book Company, Incorporated, 1929.
- [55] R. Cahn, “The physics of creep,” *Intermetallics*, 1996, doi: 10.1016/0966-9795(96)00037-4.
- [56] O. Takahashi, Y. Terada, M. Takeyama, and T. Matsuo, “Creep characteristics and internal stress in γ -TiAl,” *Mater. Sci. Eng. A*, pp. 835–839, 2002, doi: 10.1016/S0921-5093(01)01637-9.
- [57] A. Soula, “Etude de la déformation intergranulaire au cours du fluage à haute température d’un superalliage à base de nickel polycristallin,” *Thèse de doctorat - Institut National Polytechnique de Grenoble. France*. 2008.
- [58] F. Torster, G. Baumeister, J. Albrecht, G. Lütjering, D. Helm, and M. A. Daeubler, “Influence of grain size and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of the nickel-base superalloy U 720 LI,” *Mater. Sci. Eng. A*, pp. 189–192, 1997, doi: 10.1016/s0921-5093(97)00161-5.
- [59] L. Thébaud *et al.*, “Is there an optimal grain size for creep resistance in Ni-based disk superalloys?,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 716, pp. 274–283, 2018, doi: 10.1016/j.msea.2017.12.104.

- [60] C. J. McMahon and L. F. Coffin, “Mechanisms of Damage and Fracture in of a Cast Nickel-Based Superalloy,” *Metall. Trans.*, pp. 3443–3450, 1970, doi: 10.1007/BF03037877.
- [61] E. Chateau and L. Rémy, “Oxidation-assisted creep damage in a wrought nickel-based superalloy: Experiments and modelling,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527(7–8), pp. 1655–1664, 2010, doi: 10.1016/j.msea.2009.10.054.
- [62] H. Taboada Michel *et al.*, “Mechanical properties of cast & wrought hybrid disks,” *Superalloys 2016, TMS Warrendale, PA, USA*, pp. 539–548, 2016, doi: 10.1002/9781119075646.ch58.
- [63] A. Devaux *et al.*, “Effect of aging heat-treatment on mechanical properties of AD730TM superalloy,” in *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives 2014*, 2014, pp. 521–535, doi: 10.1002/9781119016854.ch41.
- [64] F. Pettinari-Sturmel *et al.*, “Creep behavior in the new AD730TM nickel-based disk superalloy – Influence of aging heat treatment and local chemical fluctuations,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 754, pp. 9–17, 2019, doi: 10.1016/j.msea.2019.02.088.

3 Matériau, microstructures et techniques expérimentales

3.1 Introduction

Le chapitre 2 bibliographique a permis de mettre en évidence l'influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques des superalliages base Nickel. La caractérisation de la microstructure est donc fondamentale pour l'étude du comportement de ces matériaux et pour sa prédiction par des modèles et des simulations. Ce chapitre a pour but de montrer les moyens de génération et de caractérisation des microstructures. Les choix des microstructures modèles (en AD730™) seront détaillés et justifiés vis-à-vis de la démarche de modélisation et simulation à effectuer dans notre étude.

La précipitation et les joints de grains constituent les deux sources principales de durcissement dans cet alliage. La campagne d'essais a été spécialement conçue pour caractériser leur influence. En particulier, il a été décidé d'effectuer les essais sur des éprouvettes **polycristallines** et **monogranulaires** pour mieux séparer ces deux effets. Des traitements thermiques ont été choisis pour obtenir des microstructures granulaires et de précipitation "industrielles" ou "modèles" variées et bien contrôlées. L'étude de l'influence sur les propriétés mécaniques demande tout d'abord une préparation adaptée des échantillons, ainsi qu'une caractérisation appropriée des microstructures testées. Dans la suite, les détails sur la matière disponible pour l'étude ainsi que les techniques de préparation des échantillons seront présentés. En outre, la démarche de caractérisation des microstructures ainsi que les outils développés au cours de cette étude seront montrés. En particulier, des mesures EBSD (*electron back scattered diffraction*) et observations MEB (microscopie électronique à balayage) ont été traitées afin d'extraire les informations nécessaires. Des outils de segmentation basés sur la technique de *machine learning* et de post traitement des données ont été mis en place pour ce faire.

3.2 Eprouvettes et traitements thermiques

3.2.1 Matière de l'étude

Toute la matière utilisée dans cette étude, qu'elle soit sous forme polycristalline ou monocristalline, a été fournie par Safran Aircraft Engines. La composition chimique du matériau est précisée dans le Tableau 2.

Tableau 2: Composition chimique de l'AD730TM utilisé dans cette étude.

Alliage	Ni	Cr	Co	W	Mo	Al	Ti	Nb	Fe	C	Zr	B
AD730 TM	Base	16.0	8.5	2.7	3.0	2.3	3.5	1.1	4.0	<0.02	0.03	0.01

La totalité de la matière polycristalline a été prélevée dans un demi-disque forgé d'un diamètre d'environ 420 mm issu d'études de faisabilité de disques pour turboréacteurs en AD730TM. Les conditions de forgeage ne seront pas détaillées pour des raisons de confidentialité. Des ébauches cylindriques de diamètre 6.3mm et longueur 47mm ont été prélevées dans le disque brut de forge. Les ébauches ont ensuite suivi différentes séquences de traitements thermiques pour obtenir le jeu de microstructures souhaitées en termes de taille de grains et de précipitation.

Des monograins en AD730TM ont été solidifiés par Safran Aircraft Engines. L'AD730TM n'ayant pas d'applications sur des pièces monogranulaires, les monograins produits ici (sans intérêt industriel direct) sont spécifiquement destinés à l'étude du comportement à l'échelle du grain. Une partie de la matière a été coulée suivant une direction cristallographique proche de <001>. La partie restante a été coulée de façon à obtenir des monograins favorablement orientés pour le glissement simple. La matière utilisée provient de la même coulée utilisée dans le cadre de la thèse de Thébaud sur l'AD730TM [1]. Un procédé « Bridgman » a été utilisé pour la production de ces barreaux monogranulaires.

Chaque barreau a été sectionné en trois parties différentes (Figure 37a). Chaque élément prélevé a subi un traitement thermique différent (afin d'avoir un ensemble de microstructures de précipités variés à analyser). Après le traitement thermique, des ébauches pour éprouvettes M6 ont été prélevées comme illustré dans le plan de prélèvement en Figure 37. Des pastilles ont aussi été prélevées afin d'observer et caractériser les microstructures obtenues.

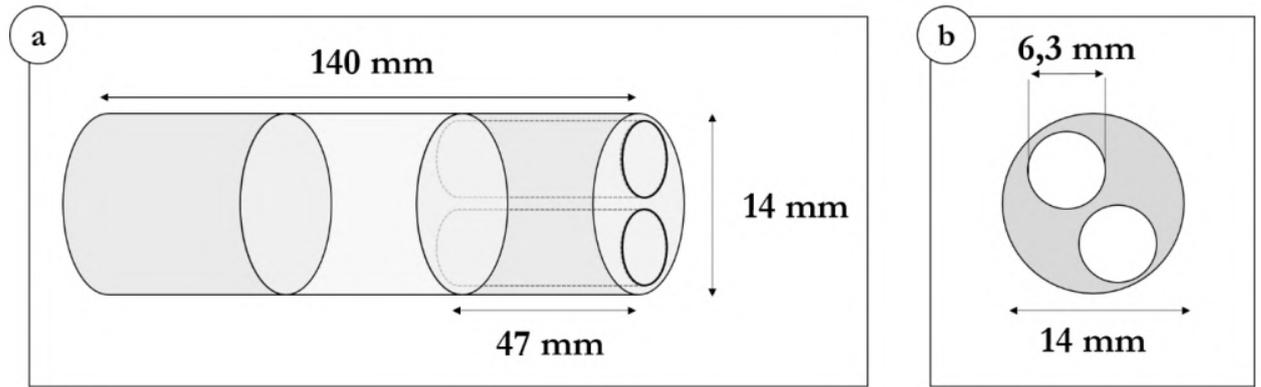


Figure 37 : Plans de prélèvements des ébauches cylindriques pour l'usinage d'éprouvettes M6 dans les barreaux monogranulaires d'AD730™ [1].

La solidification des monograins est caractérisée par une croissance dendritique. La matière finale est par conséquent hétérogène à cette échelle dont la longueur caractéristique est de 300 – 500 μm . Il est possible d'identifier des zones dendritiques et interdendritiques qui présentent une composition chimique légèrement différente. Pour cette raison, une première étape d'homogénéisation chimique a été effectuée sur tous les barreaux. Cette étape est en général très délicate parce qu'il faut éviter de « brûler » le matériau. Etant donné que l'AD730™ n'est pas un superalliage conçu pour la production de monograins, une attention particulière a été prêtée à cette étape. La montée en température a été effectuée de manière très graduelle car les carbures et les borures représentaient des potentiels sites de brûlure. Le traitement retenu est le suivant : après enfournement à 1090°C, une montée jusqu'à 1160°C est réalisée à 3,5°C.min⁻¹. Un palier de 4h à 1160°C est effectué suivi d'une montée jusqu'à 1180°C à 2°C.min⁻¹. La température de 1180°C est maintenue pendant 24h. Ensuite une nouvelle montée jusqu'à 1200°C est effectuée à 2°C.min⁻¹. Un dernier palier de 24h à 1200°C est maintenu, suivi d'une trempe à l'air. En suivant la même procédure d'homogénéisation chimique, mais sans le dernier palier à 1180°C, Thébaud a observé que les échantillons présentaient encore une petite hétérogénéité chimique entre zone dendritique et interdendritique [1]. Le palier à 1200°C a été rajouté à la fin du traitement pour cette raison.

3.2.2 Traitements thermiques

3.2.2.1 Epreuves polycristallines

Trois tailles moyennes de grains ont été étudiées. Les microstructures correspondantes seront appelées dans la suite : GF (grains fins), GG (gros grains) et TGG (très gros grains). En outre, différentes microstructures de précipitation ont été étudiées pour les microstructures GG et TGG. Tout d'abord des microstructures de précipitation « industrielles » ont été générées ; les éprouvettes

correspondantes seront appelées GG-std et TGG-std. Des microstructures modèles ont aussi été générées en modifiant les traitements industriels afin d'élargir la gamme de microstructures analysées. Ces microstructures seront appelées GG-eau, GG-air et TGG-lr (lr est utilisé dans ce manuscrit pour indiquer une trempe en laine de roche) en fonction du type de trempe appliquée pendant les traitements thermiques.

La taille des grains dans une microstructure polycristalline est influencée par l'étape de mise en solution du traitement thermique. Un paramètre fondamental pour cet aspect est la température de solvus des précipités γ' , qui est de l'ordre de 1105°C pour l'AD730TM. Cette valeur représente la température à atteindre pour dissoudre complètement les précipités. Les microstructures GG et TGG ont été obtenues après une mise en solution super-solvus permettant la dissolution complète des précipités pouvant freiner la croissance des grains. A l'inverse, les microstructures GF requièrent une mise en solution sub-solvus pour maintenir la population de précipités primaires γ'_1 freinant la mobilité de joint de grains par effet d'épinglage.

3.2.2.1.1 Microstructure GF

Le traitement thermique utilisé pour obtenir la microstructure GF est issu d'études précédentes [2]–[5]. Ce traitement a pour objectif d'optimiser les propriétés statiques et cycliques du matériau. Une mise en solution sub-solvus est effectuée pendant 4h à 1080°C, suivie d'une trempe à l'air sur ébauche. Ensuite un traitement de vieillissement est appliqué pour stabiliser la microstructure de précipitation à 730°C pendant 8h suivi d'une trempe à l'air (Figure 38).

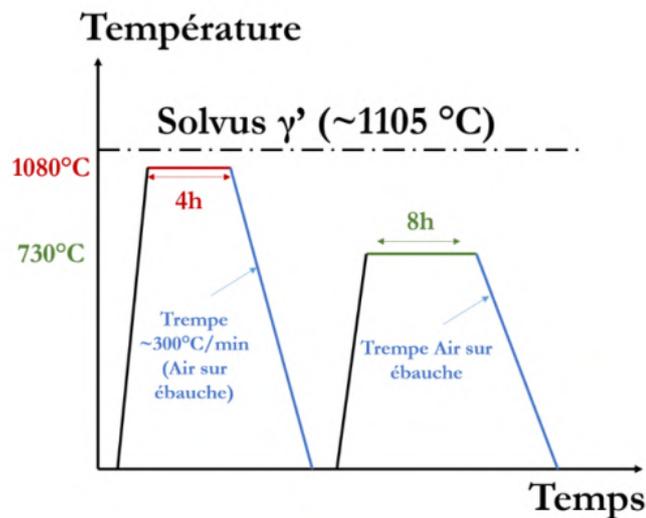


Figure 38 : Traitement thermique de la microstructure GF [1].

3.2.2.1.2 Microstructure GG

Le traitement thermique de la microstructure GG-std (Figure 39) a été défini au cours d'études antérieures visant à développer une microstructure polycristalline à « gros grains » performante en fluage [6], [7], obtenue via un traitement de mise en solution super-solvus. Ce type de microstructures n'est composée que de deux familles de précipités (γ'_{III} et γ'_{II}). La mise en solution super-solvus en deux étapes se compose d'un premier plateau de 2h à 1120°C suivi d'un refroidissement à $70^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ (trempe en laine de roche sur ébauche), puis d'un deuxième plateau de 4h à 1080°C suivi d'un refroidissement à $300^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ (trempe air sur ébauche). Ensuite un traitement de vieillissement en deux étapes est appliqué à 800°C pendant 4h et à 760°C pendant 16h, tous les deux suivis d'une trempe à l'air.

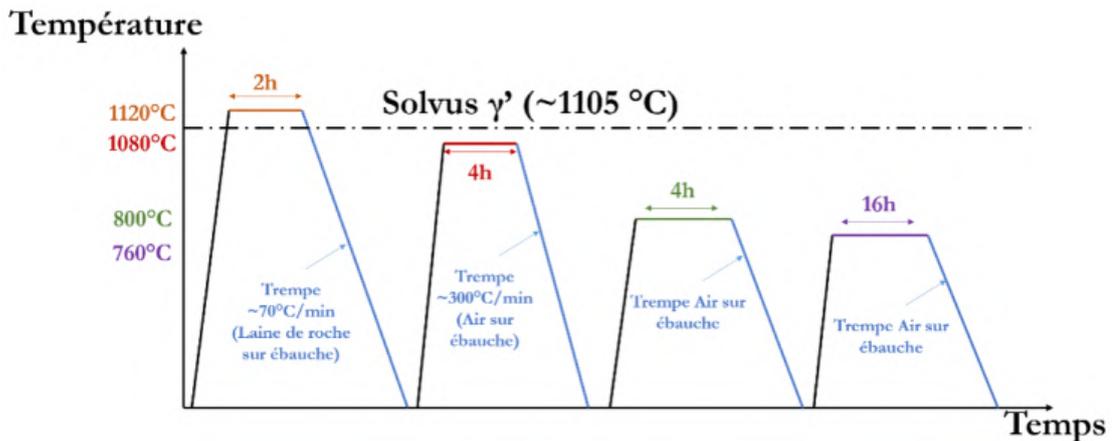


Figure 39 : Traitement thermique de la microstructure GG-std [1].

Afin d'obtenir des microstructures de précipitation différentes tout en gardant la même microstructure polycristalline, deux traitements thermiques alternatifs sont proposés. L'objectif visé est de générer deux microstructures "modèles" caractérisées par une distribution de taille de précipités unimodale. La partie du traitement thermique modifiée est celle de la mise en solution. Dans les deux cas, seul le premier palier de 2h à 1120°C a été effectué au lieu des deux prévus par le traitement industriel (Figure 39). Ensuite deux vitesses de refroidissement différentes ont été appliquées en réalisant une trempe à l'air sur l'ébauche ($\sim 300^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$) ou une trempe à l'eau ($\sim 3000^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$). Un traitement de vieillissement classique a été utilisé (800°C pendant 4h et 760°C pendant 16h avec trempe à l'air pour les deux paliers). Ces deux microstructures sont appelées GG-air et GG-eau.

3.2.2.1.3 Microstructure TGG

La microstructure TGG-std a été obtenue avec un traitement similaire à celui donné en Figure 39 pour la microstructure GG-std, en élevant la température du premier palier de mise en solution à 1160°C (au lieu de 1120°C). Cette modification permet une plus grande croissance des grains.

Comme dans le cas des microstructures GG, un traitement thermique a été conçu afin d'obtenir la même taille de grains de la microstructure TGG-std, mais avec une distribution de précipitation monomodale. Comme dans le cas des microstructures GG-eau et GG-air, une mise en solution avec un seul plateau a été appliquée. Le traitement complet est le suivant : 1160°C pendant 2h suivi d'une trempe en laine de roche, ensuite deux plateaux de vieillissement 800°C pendant 4h et 760°C pendant 16h suivis de trempes en air (Figure 40). La microstructure correspondante est appelée TGG-lr.

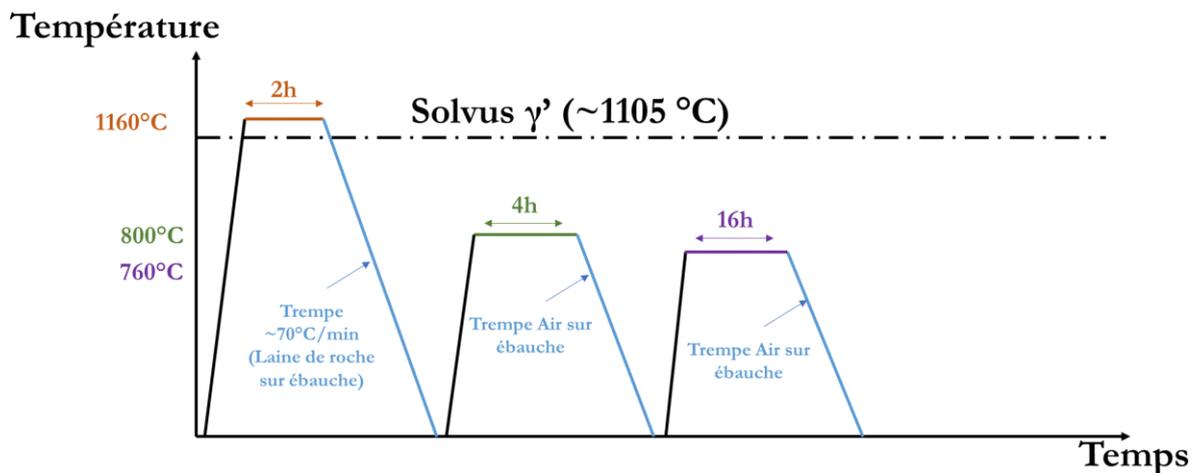


Figure 40 : Traitement thermique de la microstructure TGG-lr.

3.2.2.2 Eprouvettes monogranulaires

3.2.2.2.1 Monograins orientés proche $\langle 001 \rangle$

La taille des précipités dépend de la vitesse de refroidissement après mise en solution ainsi que de la température de mise en solution. Trois monograins ont été traités avec la même étape de mise en solution, mais avec trois vitesses de refroidissement différentes. Le choix effectué se base sur des études antérieures [2], [3], [7], [8] sur l'évolution de la taille des précipités en fonction de la vitesse de refroidissement (cf. §2.1.4, Figure 26). L'objectif final étant la génération de microstructures très variées, trois vitesses de refroidissement bien différentes ont été choisies. En

particulier, une mise en solution super-solvus à 1120°C pendant deux heures a été suivie par un refroidissement respectivement de $40^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$, $100^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ et $300^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$. Les deux premières vitesses de refroidissement ont été réalisées dans un four sous vide avec refroidissement sous pression d'argon contrôlée de Safran Aircraft Engines, tandis que la dernière vitesse de refroidissement a été obtenue à l'Institut Pprime, dans un four sous air, par trempe sur ébauche [1]. Les microstructures issues de ces traitements seront par la suite appelées respectivement SX-40, SX-100 et SX-300.

Les microstructures générées avec les traitements exposés ci-dessus sont probablement hors équilibre thermodynamique, en particulier les deux qui ont subi les vitesses de refroidissement rapides. Cet aspect a des conséquences très importantes surtout pour les essais à haute température. En effet ce type d'essais nécessite une mise en chauffe de l'éprouvette suivie d'un temps d'attente de l'équilibre thermique qui demande environ 15 min. Pendant ce temps, des microstructures hors équilibre thermodynamique pourraient évoluer. Pour cette raison une étape supplémentaire de stabilisation a été proposée par Thébaud [1] consistant dans un traitement $700^{\circ}\text{C}/2\text{h}$ suivi d'une trempe à l'air.

La dernière microstructure générée pour les monograins orientés $\langle 001 \rangle$ a été spécialement conçue afin d'obtenir une comparaison directe entre comportement en présence et en absence de joints de grains. Pour cela, les échantillons monogranulaires ont subi le même traitement thermique prévu pour la microstructure polycristalline à gros grains industrielle (GG-std) (Figure 39). De cette manière, les deux microstructures devraient être identiques en termes de précipitation. Dans ce cas, la différence de comportement mécanique sera liée à la présence ou à l'absence des joints de grains et des caractéristiques sous-jacentes (texture cristallographique, taille de grains...). Le traitement retenu consiste en par une mise en solution en deux étapes : $1120^{\circ}\text{C}/2\text{h}$ avec un refroidissement à $\sim 70^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$, ensuite $1080^{\circ}\text{C}/4\text{h}$ et refroidissement $\sim 300^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$. Après la mise en solution, un traitement de vieillissement en deux étapes a été effectué : $800^{\circ}\text{C}/4\text{h} + 760^{\circ}\text{C}/16\text{h}$. Le traitement de mise en solution original prévoyait respectivement $40^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ et $100^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ pour les deux vitesses de refroidissement pendant la mise en solution. Ces vitesses ont été modifiées en raison des capacités des fours du laboratoire. En particulier une trempe en laine de roche (lr) sur ébauche a permis d'obtenir $\sim 70^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ et une trempe à l'air $\sim 300^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ [1]. Cette microstructure sera par la suite appelée SX-GG.

3.2.2.2.2 Monograins orientés de manière favorable au glissement simple

Un barreau monogranulaire a été fabriqué présentant une désorientation marquée par rapport à la direction cristalline $\langle 001 \rangle$. Différentes microstructures ont été générées à partir de ce barreau via

des vitesses de refroidissement différentes. La mise en solution a également été effectuée à 1120°C pendant 2h. Ensuite trois vitesses de refroidissement ont été appliquées respectivement avec trempe à l'eau, air et laine de roche sur ébauche, ce qui correspond approximativement à des vitesses de $3000^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$, $300^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ et $70^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$. Pour équilibrer thermodynamiquement les microstructures obtenues, un traitement de vieillissement à $730^{\circ}\text{C}/8\text{h}$ a été effectué après la mise en solution. Ces trois microstructures seront appelées respectivement SX-eau, SX-air et SX-lr dans la suite.

Le Tableau 3 permet de synthétiser la totalité des traitements thermiques appliqués, au cours de cette étude, aux éprouvettes monogranulaires et polycristallines.

Tableau 3 : Synthèse des traitements thermiques appliqués aux microstructures monogranulaires et polycristallines.
AQ (air quench) = trempe à l'air ; WQ (water quench) = trempe à l'eau.

Microstructure		MES	Vieillessement
Monograins	SX-multimodal	$1120^{\circ}\text{C}/2\text{h}/-70^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ + $1080^{\circ}\text{C}/4\text{h}/\text{AQ}$	$800^{\circ}\text{C}/4\text{h}/\text{AQ}$ $760^{\circ}\text{C}/16\text{h}/\text{AQ}$
	SX-40	$1120^{\circ}\text{C}/2\text{h}/-40^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$	$700^{\circ}\text{C}/3\text{h}/\text{AQ}$
	SX-100	$1120^{\circ}\text{C}/2\text{h}/-100^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$	$700^{\circ}\text{C}/3\text{h}/\text{AQ}$
	SX-300	$1120^{\circ}\text{C}/2\text{h}/-300^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$	$700^{\circ}\text{C}/3\text{h}/\text{AQ}$
	SX-eau	$1120^{\circ}\text{C}/2\text{h}/\text{WQ}$	$730^{\circ}\text{C}/8\text{h}/\text{AQ}$
	SX-air	$1120^{\circ}\text{C}/2\text{h}/\text{AQ}$	$730^{\circ}\text{C}/8\text{h}/\text{AQ}$
	SX-lr	$1120^{\circ}\text{C}/2\text{h}/-70^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$	$730^{\circ}\text{C}/8\text{h}/\text{AQ}$
Polycristaux	GF	$1080^{\circ}\text{C}/2\text{h}/\text{AQ}$	$730^{\circ}\text{C}/8\text{h}/\text{AQ}$
	GG-std	$1120^{\circ}\text{C}/2\text{h}/-70^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ + $1080^{\circ}\text{C}/4\text{h}/\text{AQ}$	$800^{\circ}\text{C}/4\text{h}/\text{AQ}$ $760^{\circ}\text{C}/16\text{h}/\text{AQ}$
	GG-eau	$1120^{\circ}\text{C}/2\text{h}/\text{WQ}$	$800^{\circ}\text{C}/4\text{h}/\text{AQ}$ $760^{\circ}\text{C}/16\text{h}/\text{AQ}$
	GG-air	$1120^{\circ}\text{C}/2\text{h}/\text{AQ}$	$800^{\circ}\text{C}/4\text{h}/\text{AQ}$ $760^{\circ}\text{C}/16\text{h}/\text{AQ}$
	TGG-std	$1160^{\circ}\text{C}/2\text{h}/-70^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ + $1080^{\circ}\text{C}/4\text{h}/\text{AQ}$	$800^{\circ}\text{C}/4\text{h}/\text{AQ}$ $760^{\circ}\text{C}/16\text{h}/\text{AQ}$
	TGG-lr	$1120^{\circ}\text{C}/2\text{h}/-70^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$	$800^{\circ}\text{C}/4\text{h}/\text{AQ}$ $760^{\circ}\text{C}/16\text{h}/\text{AQ}$

3.3 Mesure d'orientation cristallographique (analyses EBSD)

Des analyses EBSD ont été effectuées sur toutes les éprouvettes testées. Dans le cas des éprouvettes polycristallines, ces analyses ont permis d'extraire les orientations cristallographiques des grains, ainsi que leur taille. À moins que cela ne soit précisé autrement, dans la suite du manuscrit, la taille moyenne des grains considérée correspond à la moyenne de la distribution des diamètres équivalents calculés pour chaque grain observé. Le diamètre équivalent considéré est le diamètre d'un disque ayant la même aire du grain observé ($d_{eq} = 2\sqrt{\frac{A}{\pi}}$; A étant l'aire du grain observé).

Concernant les éprouvettes monogranulaires, les mesures EBSD ont permis de connaître l'orientation de chaque éprouvette par rapport à un repère attaché à l'éprouvette. Cette information est absolument nécessaire pour exploiter les essais de traction sur monograins en calculant la cission résolue sur les différents systèmes de glissement en fonction de la contrainte de traction appliquée.

Dans le cadre de cette étude, un microscope électronique à balayage (MEB) conventionnel (JEOL 6100) avec une tension d'accélération de 25kV a été utilisé pour les analyses EBSD. Concernant le protocole de préparation des surfaces à analyser, tous les échantillons ont été polis avec du papier SiC jusqu'au grade 4000. Ensuite, un polissage en solution diamantée jusqu'au grade $1\mu m$ a été appliqué. Une dernière étape de préparation a été effectuée en utilisant le polissage électrolytique. Les conditions de polissage électrolytique utilisées pour cette étude sont les suivantes : tension de 45V appliquée pendant 6 s à une température d'environ 6-8°C (solution A3 de Struers).

3.3.1 Données EBSD sur polycristaux

3.3.1.1 Microstructure GF

Les résultats des observations sur la microstructure GF ont été traités afin de tracer le squelette granulaire en considérant (Figure 41a) et en excluant (Figure 41b) les joints de macles. Des cartographies d'orientation ont aussi été tracées en présence (Figure 42a) et en absence (Figure 42b) des joints de macles. On notera que cette analyse a demandé l'exclusion manuelle des précipités γ'_1 autrement reconnus comme des grains par le logiciel de traitement des cartographies à cause des dimensions comparables et d'une indexation (naturellement) de type CFC. Les statistiques extraites (Figure 41 c-d) indiquent une taille moyenne de $6\mu m$ et $10\mu m$ respectivement en prenant en compte et en excluant les joints de macle [1]. En outre, les cartographies des orientations cristallines en Figure 42 présentent un matériau qui est très peu texturé avec une distribution très homogène des orientations cristallographiques. Ce résultat est attendu pour des pièces forgées.

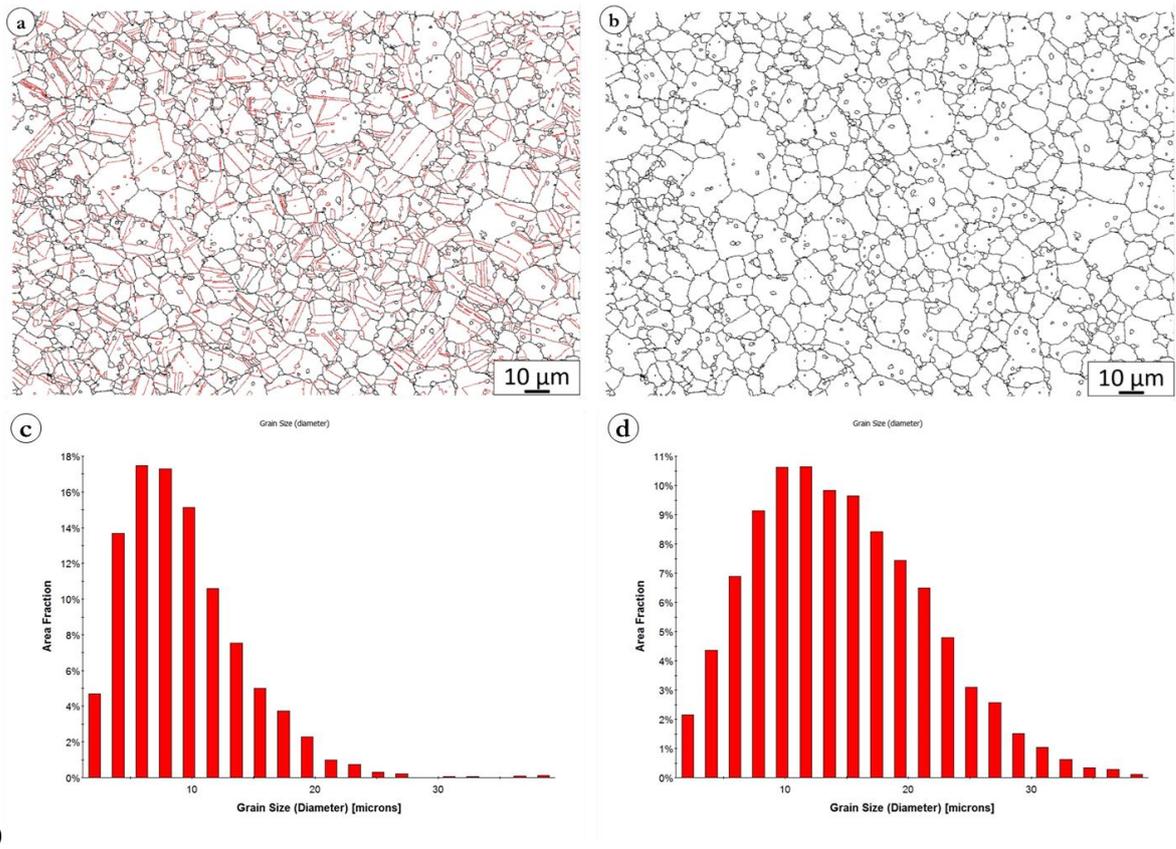


Figure 41 : Analyses EBSD de la microstructure à Grains Fins. (a) Cartographie des joints de grains ; en noir les joints généraux $[5 - 180]^\circ$; En rouge les joints de macles $\Sigma 3$ (b) Cartographie des joints de grains excluant les joints de macles $\Sigma 3$ (c) Distribution en taille des grains, avec macles (d) Distribution en taille des grains en excluant les macles (Grains reconstruits) [1]

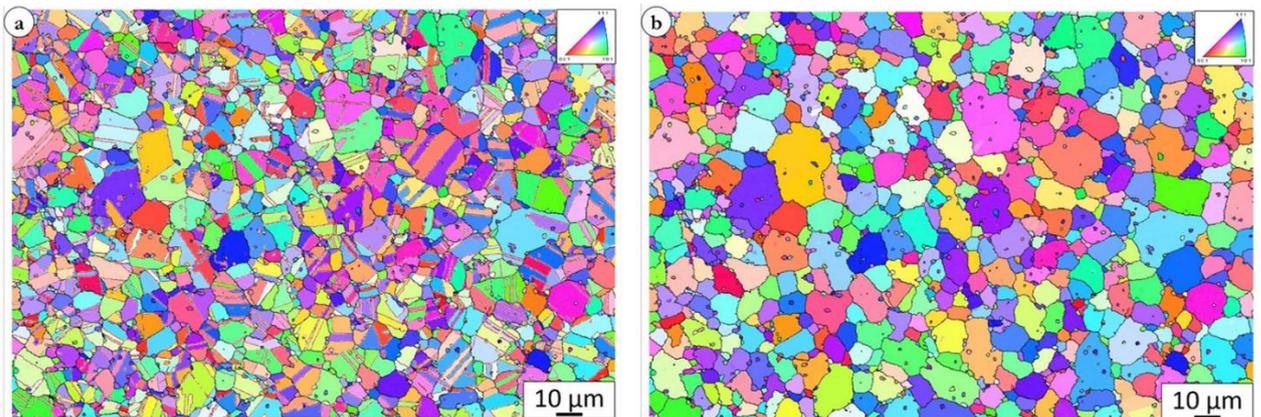


Figure 42 : Analyses EBSD de la microstructure à Grains Fins (direction de référence normale à la surface analysée). (a) Cartographie des orientations cristallographiques prenant en compte les joints de macles $\Sigma 3$ (b) Cartographie des orientations cristallographiques excluant les joints de macles $\Sigma 3$ [1].

3.3.1.2 Microstructure GG

Comme dans le cas de la microstructure GF, des observations EBSD ont permis l'étude de la microstructure granulaire GG. Les résultats ont montré une taille moyenne de $191\mu\text{m}$ et $340\mu\text{m}$ en prenant en compte et en excluant les macles respectivement (Figure 43). En outre cette microstructure présente également une distribution homogène en termes de taille et d'orientations cristallines (Figure 44).

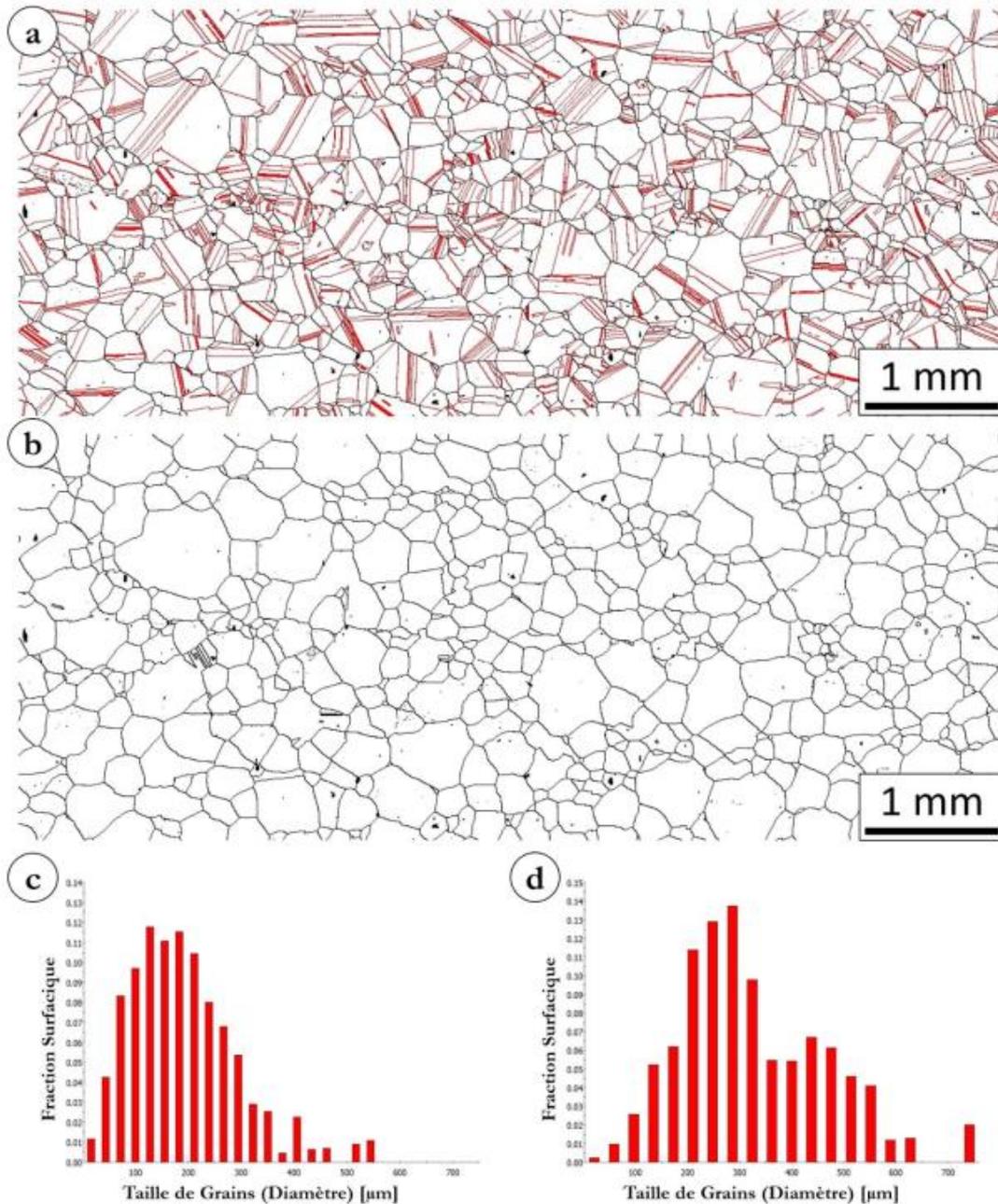


Figure 43 : Analyses EBSD de la microstructure à Gros Grains. (a) Cartographie des joints de grains ; En noir les joints généraux $[5 - 180]^\circ$; En rouge les joints de macles $\Sigma 3$; (b) Cartographie des joints de grains excluant les joints de macles $\Sigma 3$; (c) Distribution en taille des grains, avec macles ; (d) Distribution en taille des grains en excluant les macles (Grains reconstruits) [1].

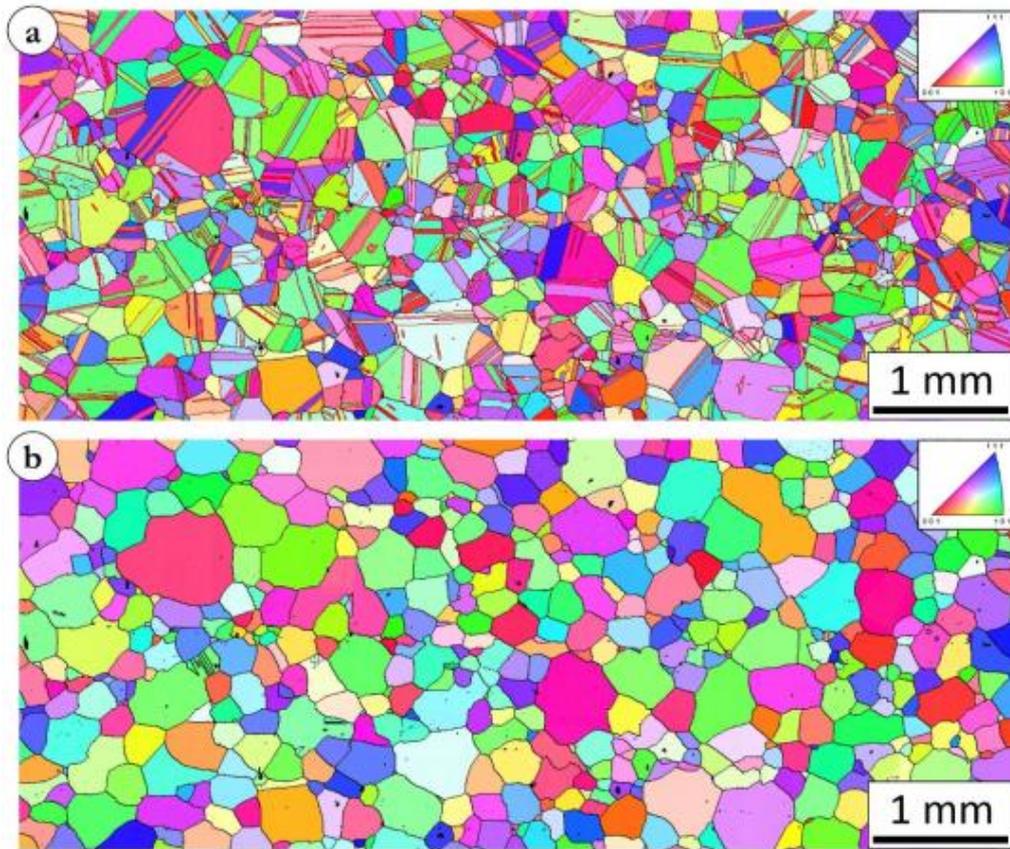


Figure 44 : Analyses EBSD de la microstructure à Gros Grains (direction de référence normale à la surface analysée). (a) Cartographie des orientations cristallographiques prenant en compte les joints de macles $\Sigma 3$; (b) Cartographie des orientations cristallographiques excluant les joints de macles $\Sigma 3$ [1].

3.3.1.3 Microstructure TGG

La dernière microstructure polycristalline analysée est la microstructure TGG. Les observations EBSD ont permis de caractériser la distribution de taille des grains (Figure 45). La taille moyenne calculée en excluant les macles est de $630\mu\text{m}$ avec une taille maximale d'environ $1400\mu\text{m}$.

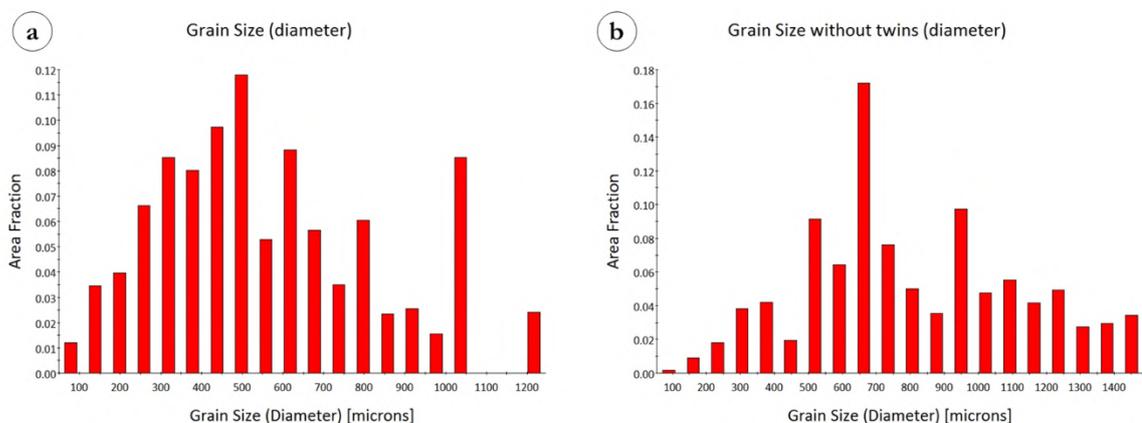


Figure 45 : Distribution en taille des grains pour la microstructure TGG (a) avec macles et (b) en excluant les macles (Grains reconstruits).

3.3.2 Données EBSD sur Monograins

3.3.2.1 Monograins orientés proche <001>

L'orientation des 4 éprouvettes monogranulaires est représentée dans le triangle standard à partir des angles d'Euler mesurés (Figure 46). On note qu'ils présentent une très faible désorientation par rapport à la direction cristallographique <001>.

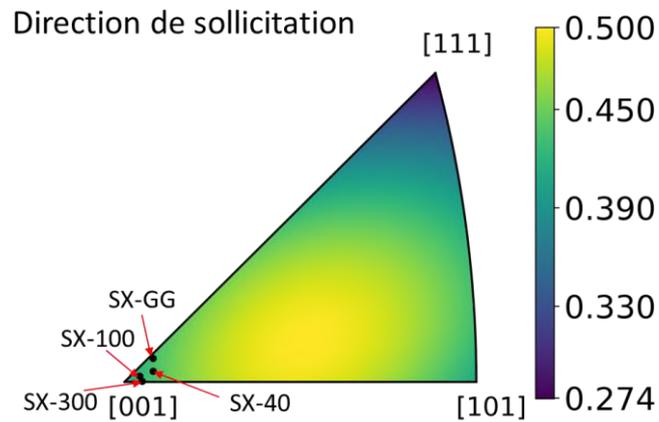


Figure 46 : Orientations cristallographiques des monograins SX-40/100/300/GG représentée en figure de pole inverse par rapport à la direction de traction dans le triangle standard cubique (code couleur : isovaleurs du facteur de Schmid).

Pour chacune des 4 éprouvettes, le Tableau 4 fournit les trois angles d'Euler, ainsi que les 3 plus grand facteurs de Schmid classés par ordre décroissant. Ces 3 valeurs des facteurs de Schmid sont très proches entre elles, surtout les 2 premières, mais elles sont également très proches de la valeur exacte pour une orientation [100] ($\mu = 0.408$) (parmi les 12 systèmes de glissement octaédriques), favorisant l'activation du glissement multiple.

Tableau 4 : Trois premiers facteurs de Schmid et angles d'Euler mesurés pour les microstructures SX-40/100/300/GG.

Microstructure	Angles d'Euler (°)	Facteurs de Schmid		
	$(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$	μ_1	μ_2	μ_3
SX-40	(260.7, 4.1, 69.3)	0.434	0.432	0.415
SX-100	(126.0, 2.2, 200.8)	0.422	0.422	0.413
SX-300	(277.4, 2.4, 92.0)	0.425	0.425	0.407
SX-GG	(344.6, 5.0, 50.2)	0.433	0.430	0.428

3.3.2.2 Monograins orientés de manière favorable au glissement simple

Les résultats des mesures EBSD pour les éprouvettes monogranulaires SX-eau/air/lr sont représentés dans la Figure 47 ainsi que la distribution du facteur de Schmid maximal en fonction de l'orientation. Les angles d'Euler mesurés, ainsi que les 3 plus grands facteurs de Schmid (parmi les 12 calculés), sont reportés dans le Tableau 5. Toutes les éprouvettes présentent un facteur de Schmid maximal supérieur à 0.49. De plus, l'écart entre les 2 plus forts facteurs de Schmid est en général plus marqué que celui observé précédemment pour les monograins orientés [001]. Cette constatation permet de confirmer que les échantillons sont orientés de manière à favoriser du glissement simple dans les premières phases de déformation plastique.

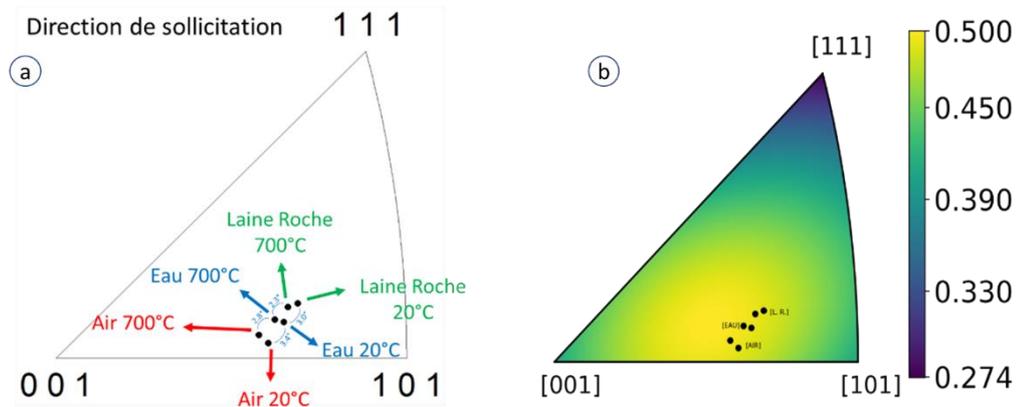


Figure 47 : (a) Représentation dans le triangle standard des orientations mesurées pour les échantillons monogranulaires SX-eau/air/lr ; (b) Distribution du facteur de Schmid maximale en fonction de l'orientation.

Tableau 5 : Angles d'Euler et facteurs de Schmid des monograins SX-eau/air/lr.

Microstructure	Angles d'Euler (°)	Facteurs de Schmid		
	$(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$	μ_1	μ_2	μ_3
Eau 20°C	(22.6, 107.4, 320.3)	0.493	0.460	0.304
Eau 700°C	(4.9, 119.0, 20.1)	0.496	0.462	0.295
Air 20°C	(337.0, 113.8, 326.4)	0.493	0.480	0.272
Air 700°C	(14.5, 113.2, 26.8)	0.496	0.477	0.268
Laine de Roche (lr) 20°C	(30.0, 95.5, 341.4)	0.490	0.439	0.329
Laine de Roche (lr) 700°C	(23.3, 68.4, 28.0)	0.493	0.446	0.317

3.4 Caractérisation de la microstructure de précipitation (Observations MEB)

3.4.1 Détails expérimentaux

3.4.1.1 Acquisition des images

La caractérisation de la microstructure (en particulier pour les précipités tertiaires plus fins) nécessite une résolution et des grossissements élevés. Pour cette raison, au lieu d'un MEB conventionnel, un MEB-FEG (Field Emission Gun) (JEOL 7000F) a été utilisé pour l'acquisition des micrographies à fort grossissement. Les images ont été généralement prises sous une tension d'accélération de 25kV.

3.4.1.2 Préparation des échantillons

L'observation des échantillons, notamment à des fins de mesures morphologiques quantitatives des précipités, nécessite une préparation adaptée et soignée des surfaces. Tous les échantillons ont été polis avec du papier SiC jusqu'au grade 4000. Ensuite, un polissage en solution diamantée jusqu'au grade $1\mu\text{m}$ a été appliqué. Une étape supplémentaire de polissage électrolytique a été appliquée. Les conditions de polissage électrolytique utilisées pour cette étude sont les suivantes : tension de 45V appliquée pendant 6 s, à une température d'environ 6-8°C (solution A3 de Struers conservée au réfrigérateur).

Une attaque chimique est ensuite nécessaire après le polissage électrolytique pour observer les précipités γ' . Le but de ce traitement est de dissoudre une des phases (la matrice γ ou les précipités γ') sans attaquer l'autre, afin d'obtenir un meilleur contraste durant l'observation MEB-FEG des échantillons. Deux types d'attaques chimiques ont été utilisées : une attaque à l'eau régale ($\frac{1}{3} \text{HNO}_3 + \frac{2}{3} \text{HCl \%vol}$) ou une attaque avec une solution tri-acides (45% acide sulfurique, 42% acide nitrique et 13% acide phosphorique en % volumique). La première (attaque à l'eau régale) permet d'attaquer les précipités γ' sans endommager la matrice γ , tandis que la seconde a l'effet inverse. Les deux méthodes présentent des avantages, mais aussi des points négatifs différents.

Un effet bénéfique de l'attaque à l'eau régale est la réduction des effets 3D liés à la quantité (profondeur) de matière attaquée. En effet, le fait de dissoudre seulement les précipités permet d'observer une vraie coupe de la microstructure analysée (Figure 48 a). A l'inverse, l'attaque tri-acides dissout la matrice dans une certaine profondeur (de par la connexité de la matrice) (Figure 49), les observations associées contiendront donc un cumul d'information dans cette profondeur. Cependant, il faut remarquer que les observations d'une microstructure 3D via des coupes 2D sont

affectées par des problèmes de stéréologie (Figure 48). Des techniques de correction stéréologique doivent être appliquées pour remonter à des informations plus réalistes. Un dernier aspect qui rend l'application d'une attaque à l'eau régale délicate est la calibration de la procédure d'attaque. Une fois la solution choisie (eau régale pure ou diluée), il est nécessaire de déterminer le temps d'attaque adapté. Dans le cas de microstructures multimodales, souvent, des très petits précipités (tertiaires) coexistent avec des très gros précipités (secondaires). Un temps d'attaque adapté aux précipités plus grossiers pourrait être trop long pour les petits et, dans certains cas, entraîner la disparition de ces derniers en affectant les mesures finales.

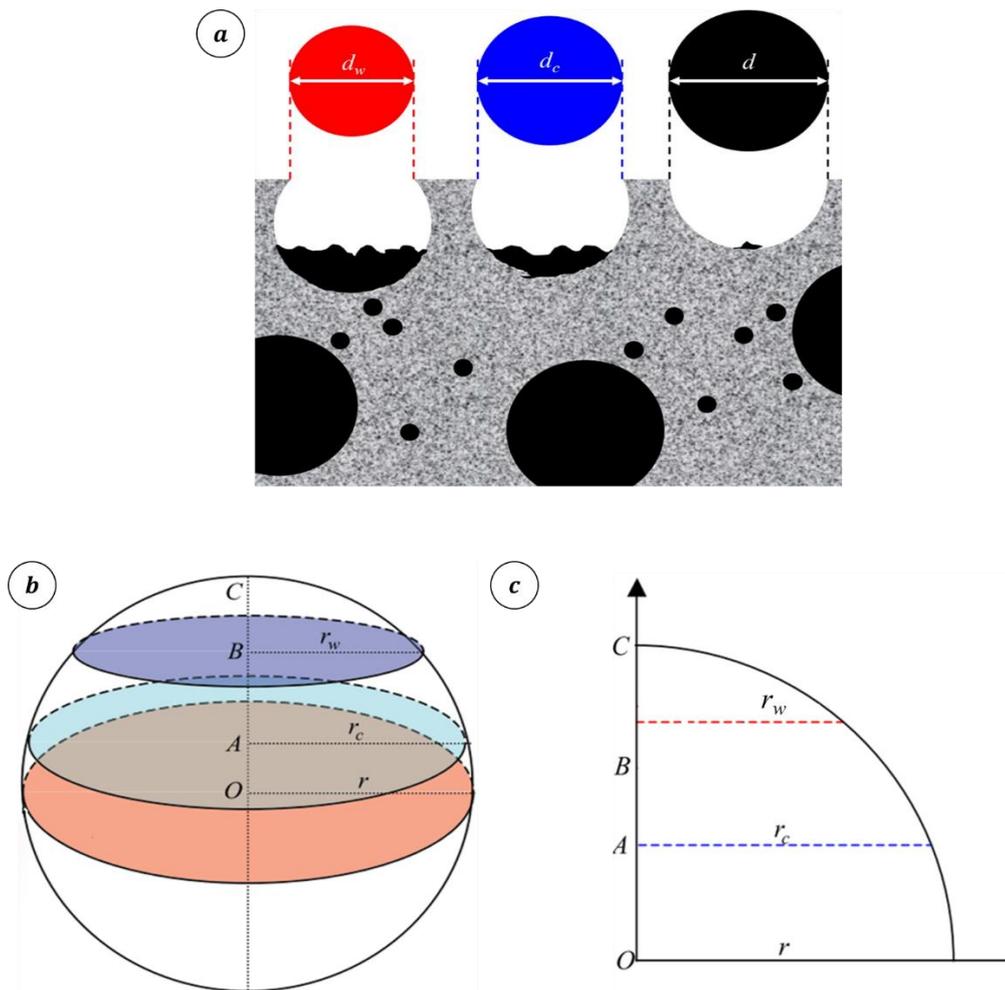


Figure 48 : (a) Représentation schématique d'une attaque chimique à l'eau régale sur une microstructure γ/γ' .
(b,c) Influence de la position du plan de coupe de l'échantillon sur la taille mesurée.

L'attaque tri-acides permet de mettre en évidence les petits et les gros précipités en même temps de manière beaucoup plus facile. La Figure 49 montre une schématisation du résultat d'une attaque de ce type. En général, le fait de dissoudre la matrice permet de déterminer de manière plus précise la distribution de taille des précipités (absence d'effet de stéréologie). En revanche, la profondeur de l'attaque, non connue et non constante sur la surface attaquée, introduit des erreurs sur d'autres

paramètres mesurés. Notamment, des précipités situés à des profondeurs différentes pourraient se superposer suivant la direction d'observation (Figure 49). En outre, les petits précipités, en raison de leur taille réduite, sont influencés par les forces électrostatiques et peuvent rester en suspension sur la surface observée comme schématisé en Figure 49. Ces phénomènes de superposition entraînent une surestimation de la fraction surfacique et en conséquence du calcul de la fraction volumique. Pour la même raison, cette attaque ne permet pas une estimation adaptée des fractions relatives des différentes familles présentes.

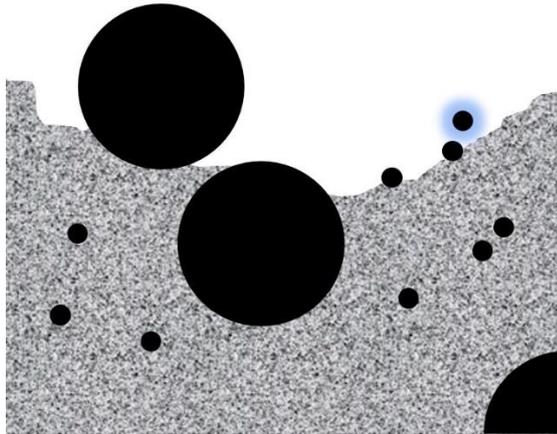


Figure 49 : Représentation schématique d'une attaque tri-acides sur une microstructure γ/γ' .

3.4.1.3 Traitement et analyses d'image

La segmentation des images a été effectuée via la méthode développée à l'aide du logiciel Fiji et basée sur la méthode du *machine learning* (voir Annexe A – Traitement et analyses d'images). Le post traitement des résultats de segmentation a permis la quantification précise des précipités. Huit micrographies par microstructure et par grandissement, prises dans des zones différentes, ont été utilisées pour la caractérisation.

Deux paramètres principaux ont été extraits pour toutes les microstructures après la segmentation des micrographies associés : la taille des précipités et leur fraction surfacique. Les résultats de la phase de segmentation est une image binarisée permettant de distinguer deux classes représentant la matrice γ et les précipités γ' . La fraction surfacique est calculée via le rapport entre l'aire totale des précipités et l'aire totale de la matrice. La taille moyenne des précipités est calculée en mesurant l'aire de chaque précipité observée, une liste d'aires est donc obtenue en sortie. Une taille équivalente est ensuite définie pour chaque précipité via le diamètre du disque ayant la même aire du précipité observé ($d_{eq} = 2\sqrt{A_p/\pi}$; avec A_p aire du précipité). Les listes de tailles équivalentes obtenues pour une même microstructure au même grandissement sont fusionnées dans une liste unique. Ensuite, un algorithme d'analyse des données permet de tracer la distribution de taille de

précipités expérimentale, ajuster des distributions statistiques analytiques sur les données trouvées (i.e. distributions normales) et, éventuellement, identifier et séparer (via un algorithme de déconvolution) deux familles identifiées pour une microstructure au même grandissement. La taille moyenne et l'écart type de chaque famille seront donc la taille moyenne et l'écart type des distribution statistiques correspondantes.

3.4.2 Résultats

3.4.2.1 Polycristaux

3.4.2.1.1 Microstructures Grains Fins

La microstructure de précipitation GF a été caractérisée grâce aux micrographies MEB-FEG (Figure 50). Outre les deux familles de précipités γ'_I et γ'_{II} , une faible fraction de précipités γ'_{III} a été détectée (Figure 50d). Les tailles moyennes obtenues sont respectivement de $1\mu m$, $36nm$ et $12nm$.

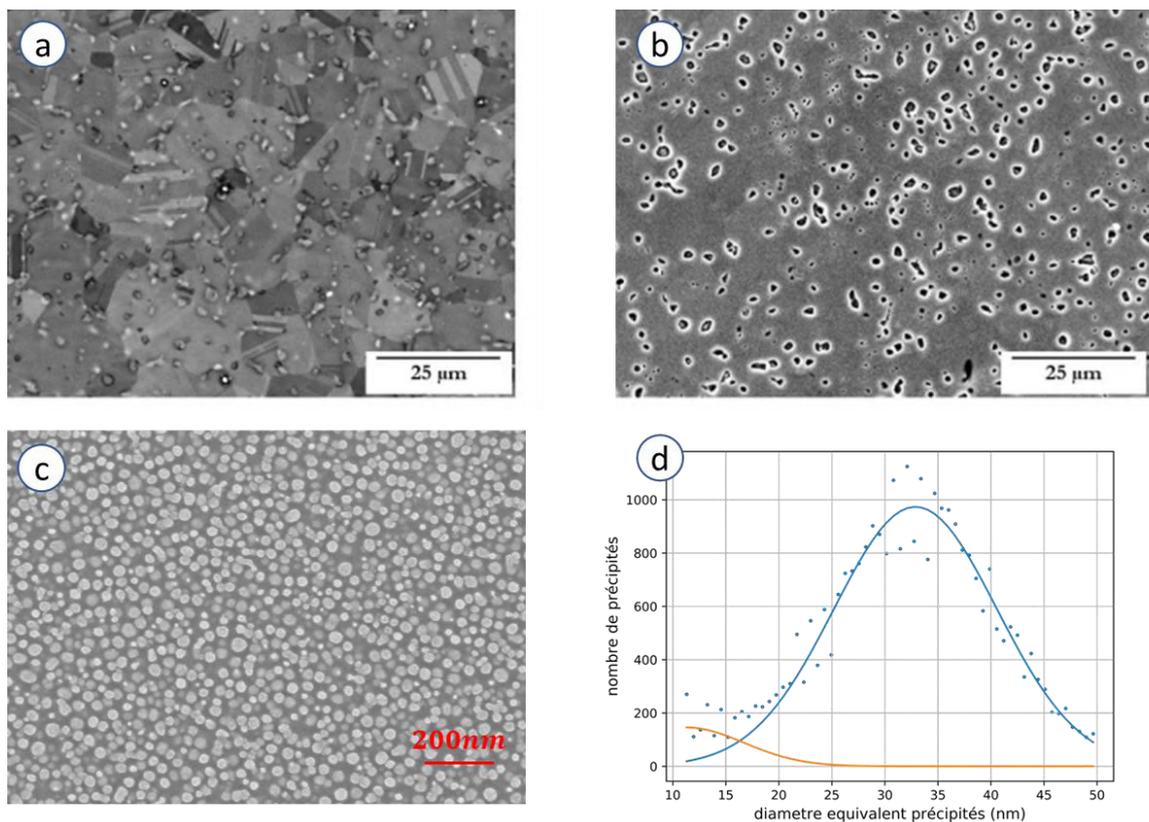


Figure 50 : Micrographies MEB-FEG de la microstructure GF. (a) Structure granulaire (grandissement $\times 1000$) [1]; (b) précipitation γ'_I (grandissement $\times 1000$) [1]; (c) précipitation γ'_{II} (grandissement $\times 50000$). (d) Distributions expérimentales et statistiques des populations de γ'_{II} .

Les précipités γ'_I sont positionnés aux joints de grains (Figure 50a) ayant contribué à l'épinglage de ces derniers pendant la phase de mise en solution. Les précipités tertiaires et secondaires fins et sphériques se trouvent en positions intragranulaires.

3.4.2.1.2 Microstructures Gros Grains

Les micrographies MEB-FEG ont permis une analyse qualitative de la structure granulaire (Figure 51) ainsi qu'une quantification précise de la microstructure de précipitation (Figure 52) des microstructures GG.

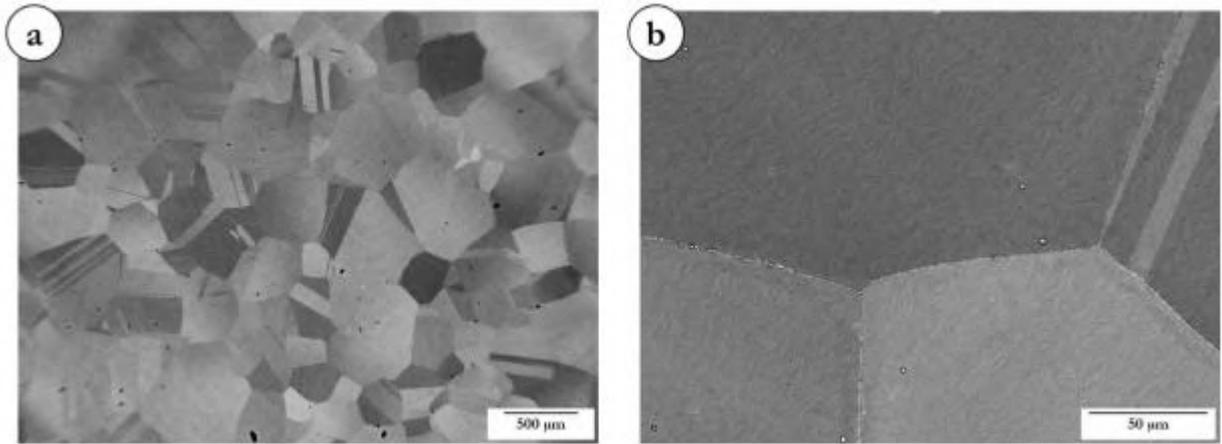


Figure 51 : Observations de la microstructure GG au MEB-FEG en électrons rétrodiffusés (BSE) : (a) Structure granulaire (Grandissement : $\times 30$) ; (b) Précipitation intergranulaire (Grandissement : $\times 500$) [1].

Les analyses effectuées par L. Thébaud [1] sur la microstructure GG-std ont mis en évidence une distribution bimodale de la précipitation intergranulaire. En particulier une famille de précipités secondaires est apparue lors du premier refroidissement pendant la mise en solution, ces précipités ont ensuite coalescé en forme cuboïdale pendant le deuxième palier à 1080°C . Ces cuboïdes présentent un diamètre équivalent entre 250nm et 300nm . Lors de la deuxième étape de mise en solution, des précipités tertiaires sphériques apparaissent au refroidissement. Ces particules vont ensuite coalescer et grossir pendant la phase de vieillissement. La taille moyenne observée après vieillissement en termes de diamètre équivalent est $30 - 40\text{nm}$ [1].

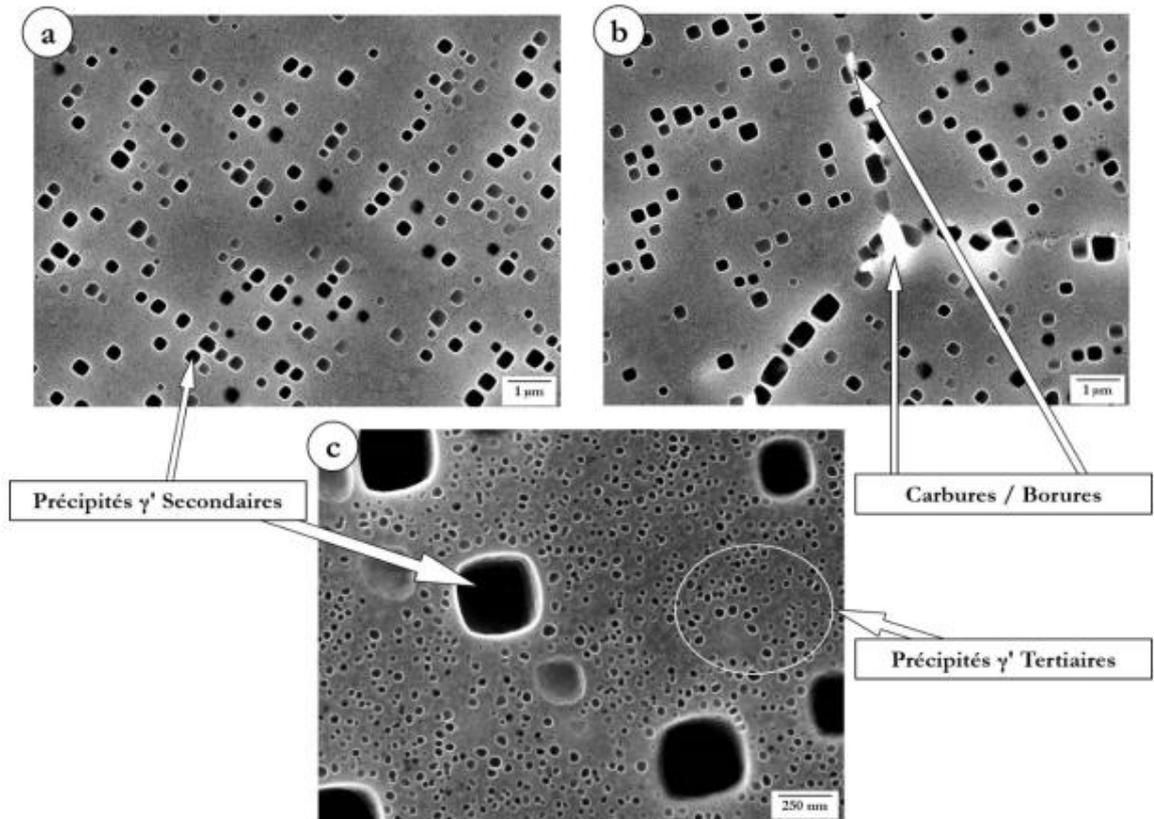


Figure 52 : Microstructure « Gros Grains » observée au MEB-FEG. (a) Première vague de précipitation γ'_{II} (Grandissement : $\times 10000$) ; (b) Précipitation aux joints de grains (γ'_{II} et carbures/borures) (Grandissement : $\times 10000$) ; (c) Seconde vague de précipitation γ'_{III} (Grandissement : $\times 50000$) [1].

Il faut noter que dans l'étude de Thébaud [1], seule une population unimodale de petits précipités sphériques a été mise en évidence (Figure 53).

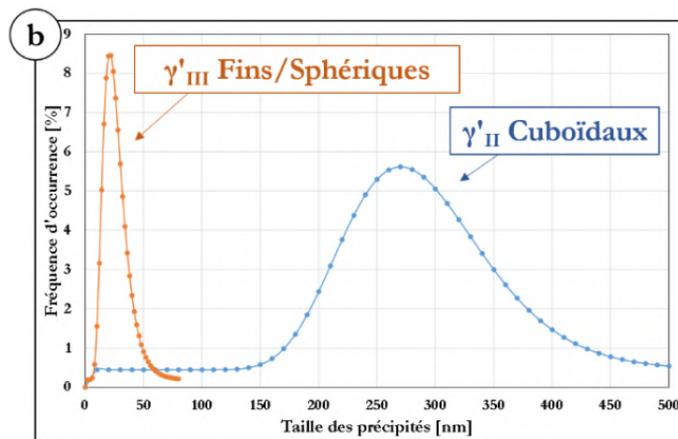


Figure 53 : Caractérisation en fraction surfacique de la précipitation γ' dans la microstructure GG [1].

Au contraire des analyse décrites en [1], les observations et analyses effectuées pendant notre étude ont montré la présence d'une troisième population de très petits précipités tertiaires généralement concentrés autour des secondaires cuboïdaux (Figure 54). La présence de cette famille a aussi été confirmée par Mrozowski et al. [9] au cours d'études effectuées exactement sur la même microstructure (Figure 54). La distribution finale obtenue (Figure 54b) montre les précipités tertiaires très petits de taille moyenne $d_t = 14.7nm$, les petits précipités secondaires sphériques de taille moyenne $d_{sp} = 28.7nm$ et les précipités secondaires cubiques avec une taille moyenne $d_{sc} = 293nm$ (la procédure utilisée pour la mesure de la taille moyenne des précipités cubiques est identique à celle utilisée pour les précipités sphériques).

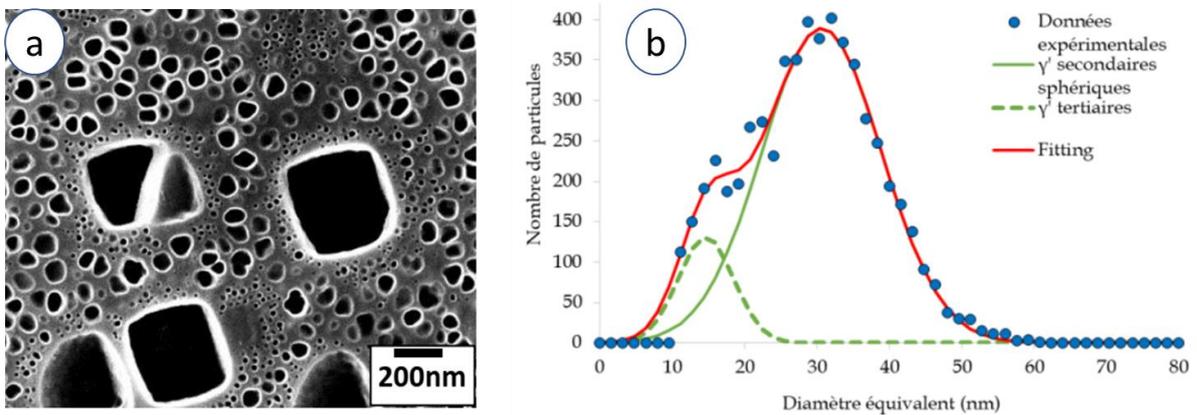


Figure 54 : (a) Micrographie MEB-FEG de la microstructure de précipitation GG-std montrant la présence d'une population tertiaire très fine et (b) caractérisation de la distributions des petits précipités [10].

Ensuite, les microstructures de précipitation GG-air et GG-eau ont été étudiées (Figure 55 a,c). Dans les deux cas, une population unimodale de précipités sphériques a été observée, avec un diamètre moyen équivalent d'environ 35nm pour la microstructure GG-air et 29nm pour la microstructure GG-eau (Figure 55 b,d). La différence de taille observée n'est finalement pas très importante, très probablement à cause du traitement de vieillissement en deux étapes.

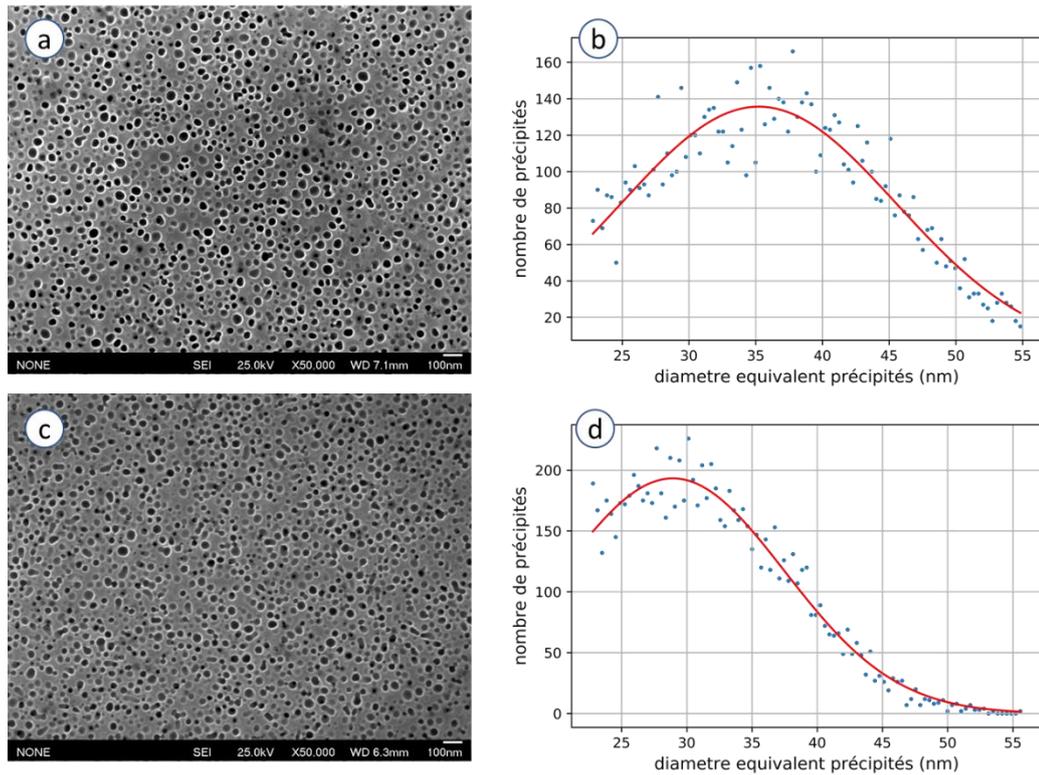


Figure 55 : Micrographies MEB-FEG et distribution de taille des précipités correspondantes pour les microstructures : (a-b) GG-air (grandissement $\times 50000$) ; (c-d) GG-eau (grandissement $\times 50000$).

Il faut noter que la résolution des images MEB-FEG limite intrinsèquement la quantification en taille des plus petits précipités. Cela a conduit, après la segmentation, à définir une taille seuil en dessous de laquelle les précipités n'ont pas été inclus dans l'analyse. Ce seuil s'observe clairement sur les distributions en Figure 55 b,d. Cependant, l'utilisation d'une méthode basée sur le calcul de la moyenne à partir de l'extraction de la distribution statistique permet d'atténuer ce problème. En effet, la moyenne arithmétique des données serait affectée par cette taille seuil, surtout dans le cas de distributions présentant une taille moyenne faible comme dans le cas des microstructures GG-eau/air. Au contraire, la moyenne de la distribution normale associée aux mesures expérimentales est moins sensible à cette influence et restitue une valeur plus proche de la réalité.

3.4.2.1.3 Microstructures Très Gros Grains

Les micrographies MEB-FEG de la microstructure TGG-std (Figure 56) ont été réalisées avec deux grossissements différents (x10k et x50k). Une distribution multimodale a donc été observée comme attendu après un traitement de mise en solution en deux étapes. Comme dans le cas de la microstructure GG-std une population de précipités secondaires cuboïdaux entourés par des petits précipités sphéroïdaux a été observée. Le grossissement plus faible (x10000) a été utilisé pour la caractérisation de la distribution des gros γ'_{II} (Figure 56a) alors que le plus fort grossissement (x50000) a permis une caractérisation fine de la distribution des γ'_{III} (Figure 56c). Les tailles moyennes en termes de diamètre équivalent mesurées sont de **324nm** et **33nm** pour les précipités secondaires et tertiaires respectivement.

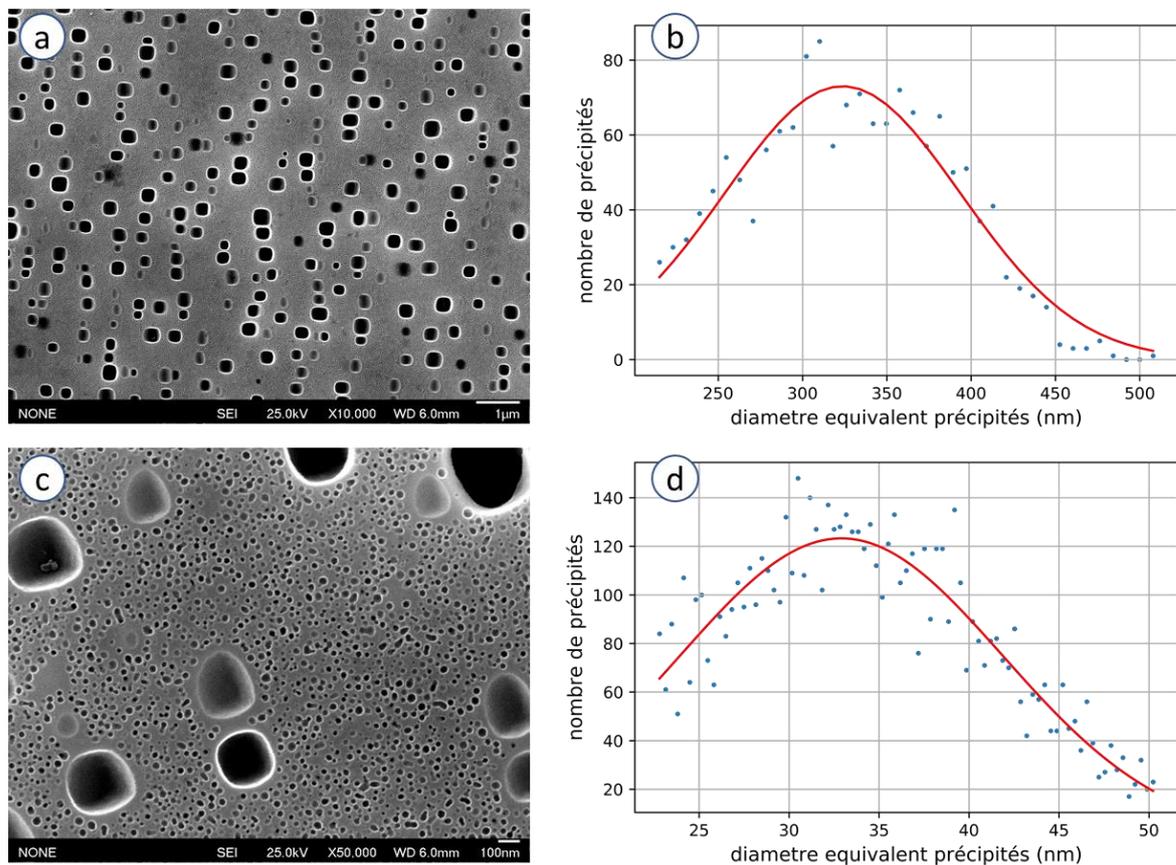


Figure 56 : Micrographies MEB-FEG de la microstructure TGG et distributions de taille de précipitation correspondantes : (a-b) γ'_{II} cuboïdaux (grossissement $\times 10000$) ; (c-d) γ'_{III} sphéroïdaux (grossissement $\times 50000$).

La microstructure TGG-lr a enfin été investiguée. Les micrographies MEB-FEG montrent une microstructure unimodale (Figure 57a) avec des précipités sphéroïdaux. La segmentation et post traitement des images (Figure 57b) montrent un diamètre moyen équivalent d'environ 63nm .

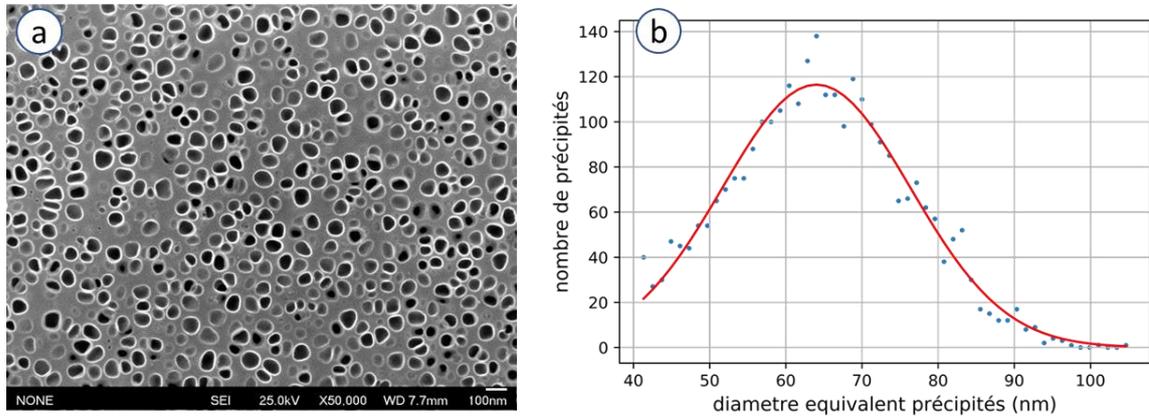


Figure 57 : (a) Micrographie MEB-FEG de la microstructure TGG-lr pour la mesure de la (a) distribution de taille des γ'_{II} sphéroïdaux.

3.4.2.2 Monograins

3.4.2.2.1 Monograins orientés <001>

Les microstructures SX-40/100/300 ont été observées après refroidissement post-mise en solution et avant le traitement de vieillissement (Figure 58). Tandis que la microstructure issue du refroidissement le plus lent (SX-40) présente une précipitation bimodale, composée de précipités γ'_{II} d'environ 160 nm de diamètre, et de précipités γ'_{III} d'environ 10 nm de diamètre (Figure 59a), les deux autres microstructures ne présentent qu'une population de précipités γ'_{II} (observables au MEB-FEG). Elles regroupent des précipités γ'_{II} de diamètre 80 nm et 35 nm respectivement pour les microstructures SX-100 et SX-300 [1].

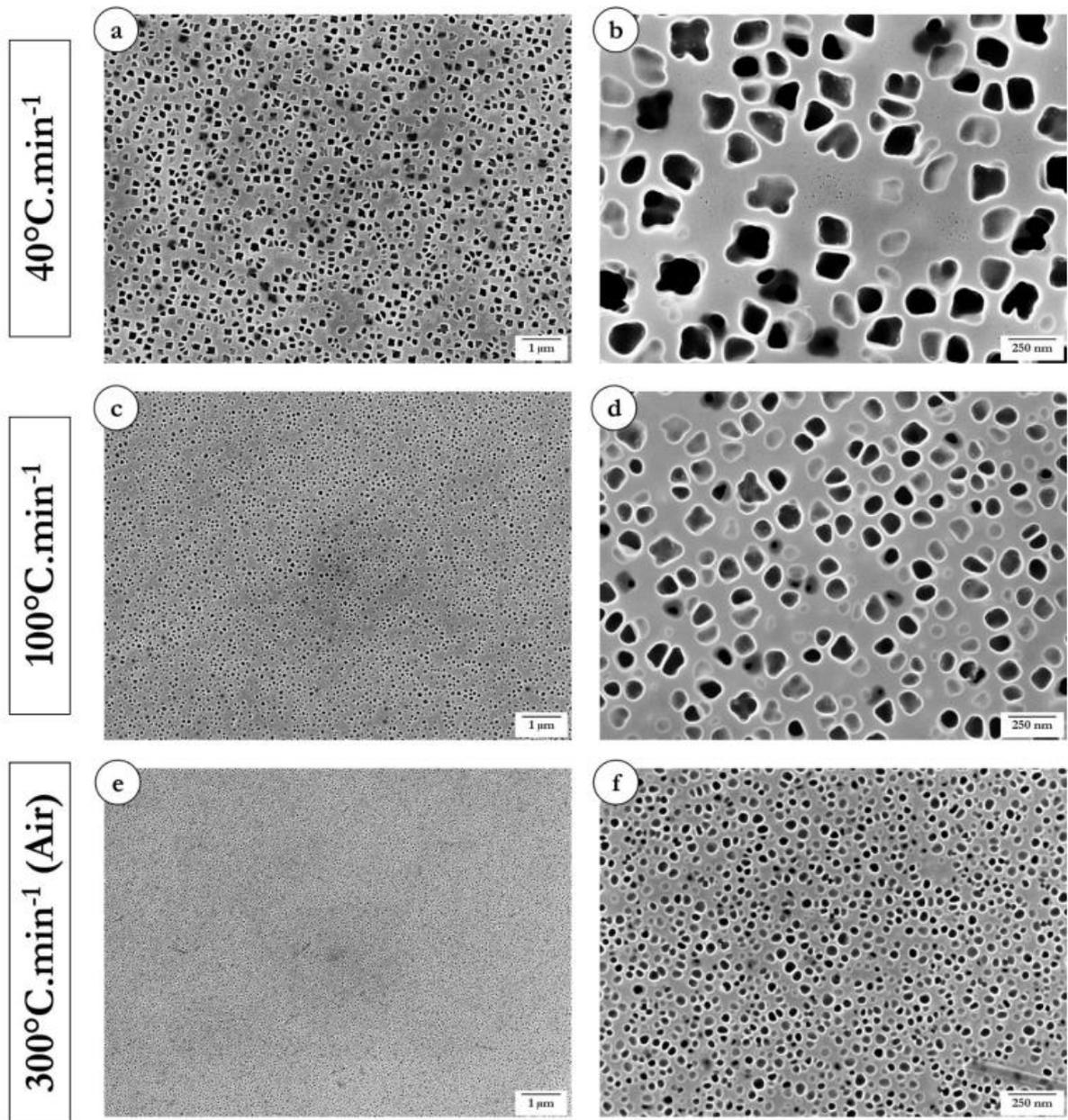


Figure 58 : Micrographies MEB-FEG des monograins ayant subi des vitesses de refroidissement post mise en solution contrôlées – (a)(b) 1120°C/2h/(40°C.min-1) ; (c)(d) 1120°C/2h/(100°C.min-1) ; (e)(f) 1120°C/2h/(300°C.min-1) ; (a) (c) (e) Grandissement $\times 10000$; (b) (d) (f) Grandissement $\times 50000$ [1]

Après le traitement de vieillissement, les observations ont été répétées. Les microstructures obtenues ont été observées à nouveau au MEB-FEG et les micrographies ont été analysées (Figure 59). Le vieillissement a produit l'apparition de précipités γ'_{III} d'une taille du même ordre de grandeur que pour ceux déjà observés sur SX-40 (~ 10 nm de diamètre). La taille des précipités γ'_{II} reste sensiblement la même [1].

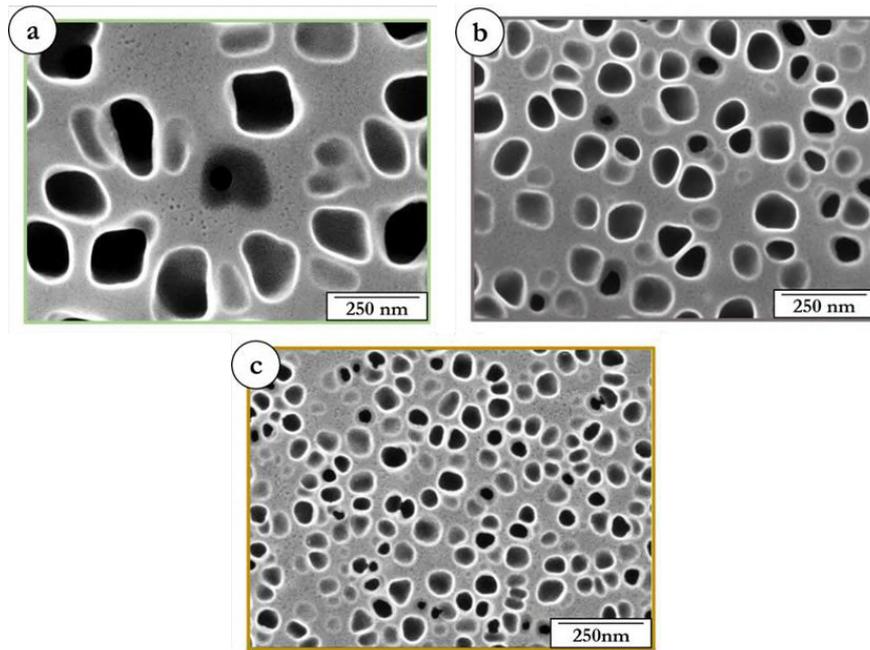


Figure 59 : Microstructures observées après traitement thermique de « vieillissement » à 700°C/3h/ Air (a) SX-40 ; (b) SX-100 ; (c) SX-300 [1].

Sur la Figure 60, il est possible d'observer deux exemples de micrographies obtenues pour la microstructure SX-GG à deux grossissements différents (x10000 et x25000). Comme vu précédemment, la distinction entre les gros précipités γ'_{II} cuboïdaux et les précipités plus petits est évidente. En outre, dans la Figure 60c à plus fort grossissement il est possible d'apercevoir une bimodalité de la distribution de petits précipités, avec de clusters des très petits précipités tertiaires γ'_{III} qui apparaissent surtout autour des γ'_{II} cuboïdaux.

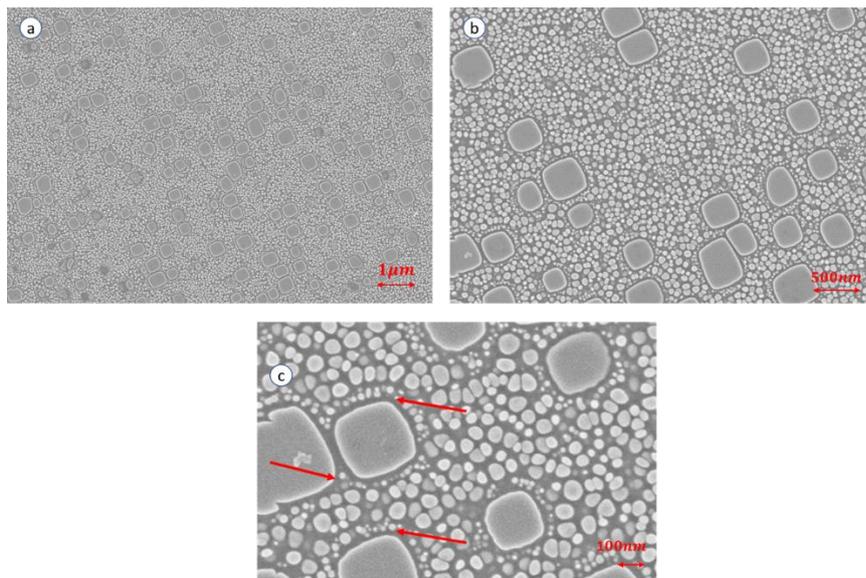


Figure 60: Micrographies MEB-FEG de la microstructure SX-GG (a) grossissement x10000, (b) grossissement x25000, (c) détail de la micrographie x25000 mettant en évidence la présence de clusters de petits précipités tertiaires autour des précipités secondaires cuboïdaux.

Huit micrographies ont été réalisées pour chaque grandissement. Le grandissement plus faible (x10000) a été utilisé pour la mesure de la distribution de taille des γ'_{II} , la résolution des images ne permettant pas d'aussi bien capter la distribution des γ'_{III} . Les micrographies à plus fort grandissement (x25000) ont permis une observation plus précise des précipités tertiaires. Les résultats obtenus via le traitement d'images et le post traitement des données sur les micrographies sont illustrés dans la Figure 61. En particulier, la Figure 61a présente les distributions obtenues pour les précipités tertiaires, alors que la distribution des précipités secondaires est présentée en Figure 61b.

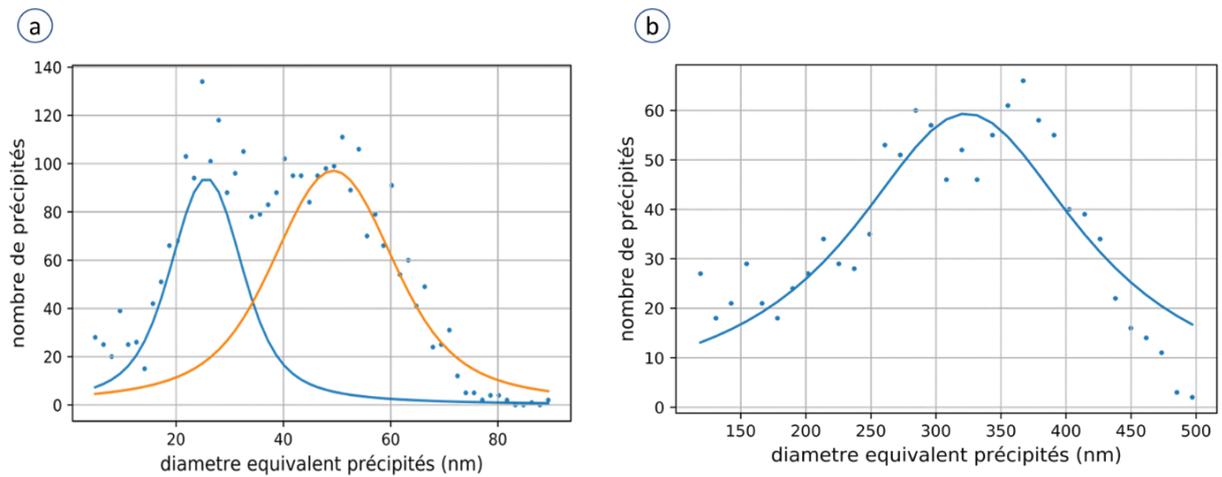


Figure 61: Résultats du traitement d'images pour la microstructure SX-GG

3.4.2.2.2 Monograins orientés de manière favorable au glissement simple

Des exemples de micrographies réalisées au MEB-FEG pour ces microstructures sont représentés en Figure 62. Quatre micrographies ont été produites pour chaque microstructure en utilisant le grandissement le plus adapté à chaque fois (x25000 pour les microstructures SX-air et SX-lr et x100000 pour la microstructure SX-eau). L'analyse d'images a mis en évidence la présence de distributions monomodales de précipités. Le nombre total de particules observées varie en fonction du grandissement utilisé et de la taille moyenne des précipités. Environ 1200 particules ont été observées pour la microstructure SX-lr, 2000 pour la SX-eau et 4500 pour la SX-air. Les statistiques de distribution de taille obtenues sont résumées dans la Figure 62. Comme attendu, la taille moyenne augmente en réduisant la vitesse de refroidissement. Les microstructures SX-eau et SX-air présentent respectivement une taille moyenne de 18 nm et 62 nm avec une morphologie sphérique (Figure 62 a,c). La microstructure SX-lr montre une taille moyenne de 119 nm avec une morphologie légèrement plus complexe (Figure 62 e).

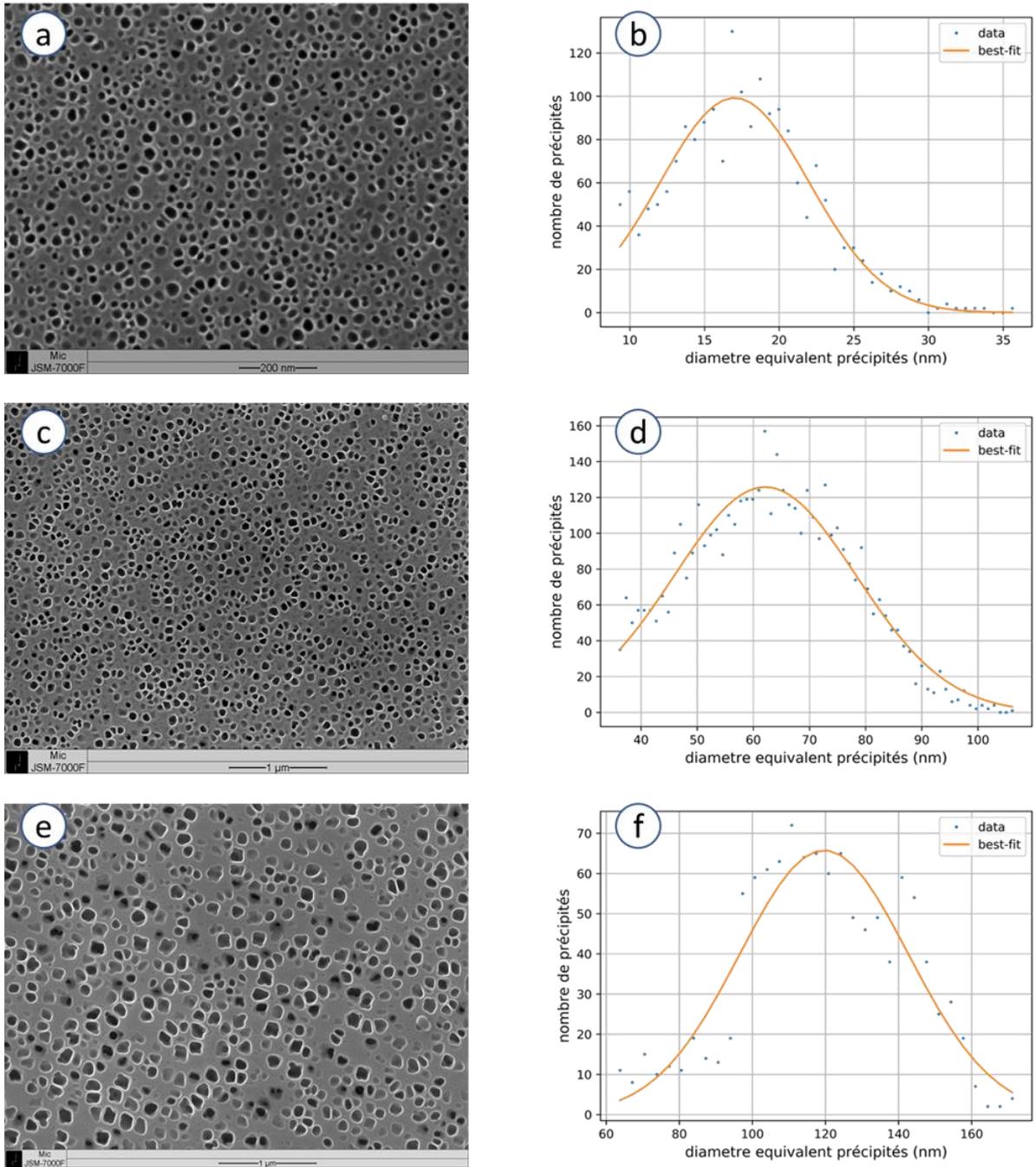


Figure 62 : Micrographies MEB-FEG et distributions de taille des précipités correspondantes pour les microstructures : (a-b) SX-eau (grandissement $\times 100000$) ; (c-d) SX-air (grandissement $\times 25000$) ; (e-f) SX-lr (grandissement $\times 25000$).

Comme dans les cas précédents, les histogrammes en Figure 62 b,d,f, présentent une taille de coupure limitant les mesures des particules les plus petites. Dans les trois cas présentés en Figure 62, trois seuils différents sont constatés. Ce seuil croît avec la taille moyenne des précipités observés. Cette observation est un point clé pour comprendre l'origine du phénomène. En effet, des précipités plus grossiers demandent généralement un temps d'attaque chimique plus élevé. Les trois microstructures ont donc été attaquées à l'eau régale avec des temps différents. En conséquence, d'éventuels précipités plus petits pourraient avoir été trop attaqués et complètement

ou partiellement dissous. Pour cette raison, l'augmentation du seuil de détection pourrait être proportionnelle au temps d'attaque utilisé de manière cohérente à l'évolution observée en Figure 62. En conclusion, la présence de cette taille de coupure pourrait cacher la présence d'une fine population tertiaire. En effet, une investigation détaillée des micrographies obtenues sur ces microstructures permet de mettre en évidence la présence de traces d'une fine précipitation trop attaquée et donc difficile à caractériser. La Figure 63 montre deux exemples obtenus pour les microstructures SX-air (Figure 63a) et SX-lr (Figure 63b), les traces de la précipitation fine sont indiquées par les flèches rouges. La mesure manuelle de ces petits précipités a permis d'effectuer une analyse qualitative de leur taille moyenne. Les diamètres moyens équivalents estimés sont d'environ 6 nm , 10 nm et 15 nm respectivement pour les microstructures SX-eau, SX-air, SX-lr.

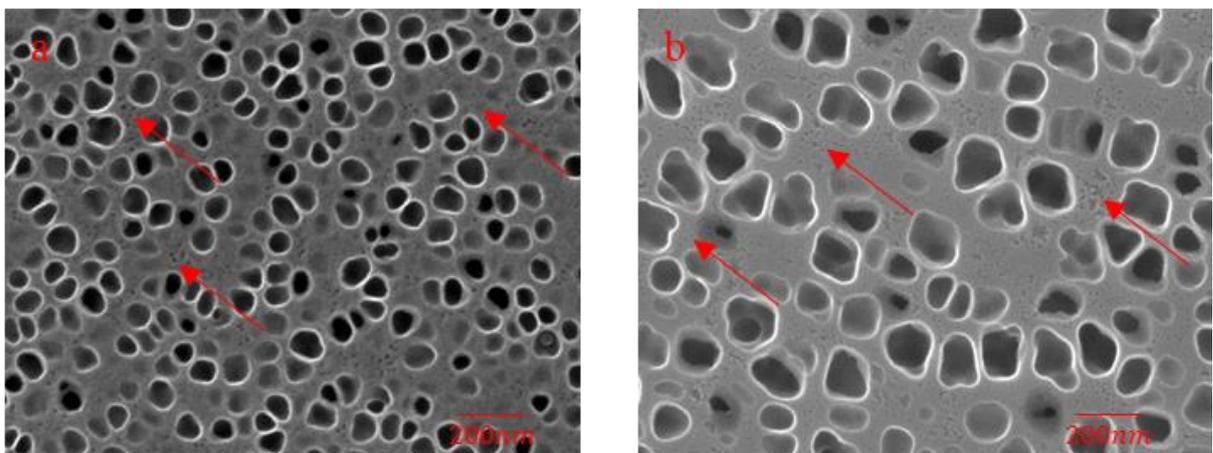


Figure 63 : Détails des micrographies MEB obtenues pour les microstructures SX-air (a) et SX-lr (b) ; mise en évidence de la présence de populations de précipités tertiaires (flèches rouges).

3.5 Essais mécaniques

Les essais de traction et traction/relaxation ont été réalisés avec une machine électromécanique Instron 8562 équipée d'une cellule de charge de capacité dynamique de 100kN (Figure 64). Trois températures ont été étudiées pour les différentes microstructures : 20°C, 500°C et 700°C. Les essais de traction ont été pilotés en vitesse de déplacement de traverse, alors que ceux de traction/relaxation ont été pilotés en déformation. Le chauffage des éprouvettes est effectué grâce à un four à résistances (précision sur la température à $\pm 1^\circ\text{C}$). Un extensomètre à couteaux céramiques a été utilisé pour mesurer la déformation pendant les essais de traction/relaxation et pendant les premiers stades de déformation des essais de traction (jusqu'à 2% de déformation totale). La deuxième partie des essais de traction a été suivie jusqu'à rupture et a été mesurée via le déplacement du vérin de la machine d'essai pour ne pas endommager l'extensomètre.



Figure 64 : Machine électromécanique Instron 8562 utilisée pour les essais (cellule de charge de capacité dynamique de 100kN).

La géométrie des éprouvettes utilisées pour les essais est représentée sur la Figure 65. Le diamètre des têtes de ces éprouvettes est de 6mm (Figure 65). La partie utile de l'éprouvette a un diamètre de 4mm et une longueur de 14mm.

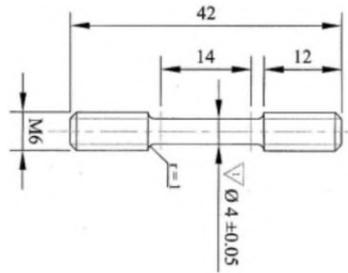


Figure 65 : Géométrie des éprouvettes “M6” testées dans cette étude.

Le Tableau 6 résume les essais effectués sur la totalité des échantillons.

Tableau 6: Matrice d'essais pour les échantillons de l'étude (T=essai de traction à rupture ; T-R= essai de traction/relaxation)

	Microstructures	20°C	500°C	700°C
Monograins	SX-40			T-R
	SX-100			T-R
	SX-300			T-R
	SX-lr	T		T-R
	SX-air	T		T
	SX-eau	T		T
	SX-GG			T
Polycristaux	GF	T	T	T-R
	GG	T	T	T-R
	GG-eau	T	T	T-R
	GG-air	T	T	T-R
	TGG	T	T	T-R
	TGG-lr	T	T	T-R

3.5.1 Essais de traction

Après montage dans les mors de la machine d'essai des éprouvettes M6, une contrainte préalable d'environ 40 MPa (très réduite par rapport aux performances du matériau) a été appliquée pour assurer l'alignement de l'éprouvette. Ce passage est fondamental pour éviter le glissement de l'extensomètre pendant les premiers instants de l'essai à cause du mouvement de l'éprouvette durant son alignement. Dans le cas des essais à 700°C, après avoir mis en place et allumé le four à

résistances une rampe de $15^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ est imposée jusqu'à atteindre 650°C . La température finale de 700°C est atteinte avec une vitesse de $3^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$. Un palier de 2h à 700°C est ajouté avant de lancer l'essai afin de permettre à l'éprouvette et aux mors d'atteindre l'équilibre thermique. Une procédure équivalente a été suivie pour les essais à 500°C . Les essais ont été effectués avec une vitesse de déformation imposée de $5 \cdot 10^{-4}\text{s}^{-1}$.

3.5.2 Essais de traction-relaxation

Les essais de relaxation, dont un exemple est donné en Figure 66 afin d'en rappeler le principe, ont été réalisés en imposant une déformation totale de 2%. Avant l'étape de relaxation, la déformation totale de 2% est atteinte en réalisant un essai de traction dans des conditions similaires à celles décrites précédemment. Cependant, la contrainte initiale de 40 MPa n'a pas été appliquée. Une fois le temps nécessaire à assurer l'équilibre thermique atteint, l'extensomètre est appliqué à l'éprouvette et la phase de mise en charge est lancée. Le système de contrôle de la machine d'essai permet ensuite de maintenir constante la valeur de déformation totale au cours de l'essai grâce aux mesures de l'extensomètre.

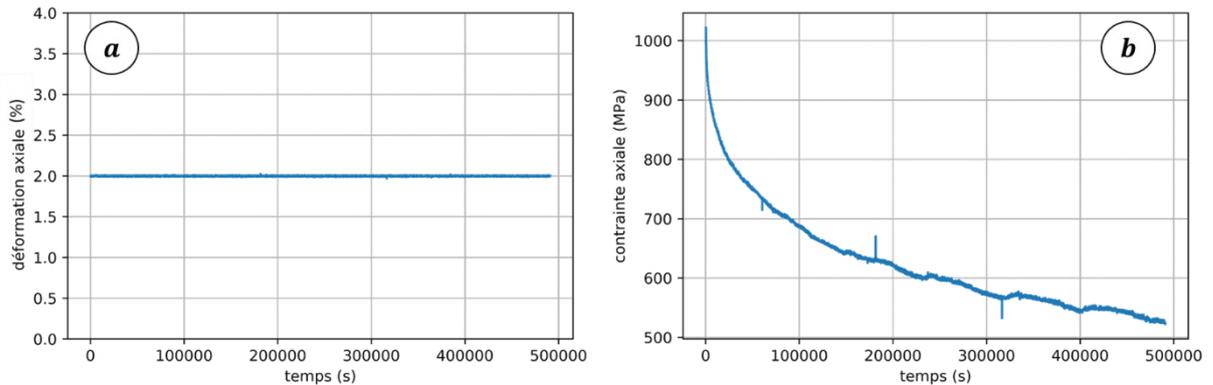


Figure 66 Exemple de résultats d'un essai de relaxation : (a) évolution de la déformation et (b) de la contrainte au cours de l'essai.

3.6 Synthèse des résultats et conclusions

Les traitements thermiques choisis pour cette étude ont permis d'obtenir un ensemble varié de microstructures granulaires et de précipitation. La totalité des traitements retenus est indiquée dans le Tableau 7.

Tableau 7 : Synthèse des traitements thermiques appliqués aux microstructures monogranulaires et polycristallines.
AQ (air quench) = trempe à l'air ; WQ (water quench) = trempe à l'eau.

Microstructure		MES	Vieillessement
Monograins	SX-multimodal	1120 °C/2h/-70 °C·min ⁻¹ + 1080 °C/4h/AQ	800 °C/4h/AQ+ 760 °C/16h/AQ
	SX-40	1120 °C/2h/-40 °C·min ⁻¹	700 °C/3h/AQ
	SX-100	1120 °C/2h/-100 °C·min ⁻¹	700 °C/3h/AQ
	SX-300	1120 °C/2h/-300 °C·min ⁻¹	700 °C/3h/AQ
	SX-eau	1120 °C/2h/WQ	730 °C/8h/AQ
	SX-air	1120 °C/2h/AQ	730 °C/8h/AQ
	SX-lr	1120 °C/2h/-70 °C·min ⁻¹	730 °C/8h/AQ
Polycristaux	GF	1080 °C/2h/AQ	730 °C/8h/AQ
	GG-std	1120 °C/2h/-70 °C·min ⁻¹ + 1080 °C/4h/AQ	800 °C/4h/AQ+ 760 °C/16h/AQ
	GG-eau	1120 °C/2h/WQ	800 °C/4h/AQ+ 760 °C/16h/AQ
	GG-air	1120 °C/2h/AQ	800 °C/4h/AQ+ 760 °C/16h/AQ
	TGG-std	1160 °C/2h/-70 °C·min ⁻¹ + 1080 °C/4h/AQ	800 °C/4h/AQ+ 760 °C/16h/AQ
	TGG-lr	1120 °C/2h/-70 °C·min ⁻¹	800 °C/4h/AQ+ 760 °C/16h/AQ

Le Tableau 8 résume les caractéristiques mesurées pour les différentes microstructures générées. Les analyses sur les microstructures polycristallines ont confirmé l'obtention de trois tailles moyennes de grains différentes. En outre, les microstructures de précipitation obtenues via les traitements industriels correspondent bien aux caractéristiques obtenues. Les traitements modifiés afin d'obtenir les microstructures « modèles » ont permis d'obtenir des microstructures unimodales ou quasi-unimodales. De même, dans le cas des échantillons monogranulaires, des microstructures de ce type ont été réalisées. Cependant, l'absence de population tertiaire pourrait être due à un

problème lié à la préparation de l'échantillon. L'attaque chimique utilisée pourrait avoir dissout complètement les petits précipités tertiaires (ou partiellement, mais suffisamment pour perturber la caractérisation). Par exemple, dans le cas des échantillons monogranulaires, cette difficulté est présente pour les microstructures SX-eau/air/lr. Une première estimation de la taille moyenne des précipités tertiaires a pu être effectuée sur ces trois microstructures, mais elles seront investiguées ultérieurement. L'étape de mise en solution pour ces éprouvettes a été initialement conçue afin d'obtenir des distributions unimodales. Cependant, il a été montré précédemment que ces microstructures sont thermodynamiquement instables. L'étape de stabilisation à 730°C/8h pourrait donc produire la précipitation d'une famille de fins précipités tertiaires comme dans le cas des microstructures monogranulaires orientées <001>. Cet aspect reste donc à vérifier. Une vérification similaire est à effectuer sur les polycristaux GG-eau, GG-air et TGG-lr ayant subi des traitements thermiques similaires aux microstructures monogranulaires SX-eau/air/lr.

Tableau 8 : Récapitulatif des caractéristiques microstructurales des différentes microstructures de l'étude.

Microstructures		Diamètre moyen équivalent \pm SD / Fraction surfacique			Taille moyenne grains (μm)
		γ'_I (μm)	γ'_{II} (nm)	γ'_{III} (nm)	
Monograins	SX-40	-	160 \pm 24 / 0.30	9 \pm 2.9 / 0.01	-
	SX-100	-	80 \pm 13.8 / 0.32	6 \pm 3 / 0.01	-
	SX-300	-	35 \pm 6.2 / 0.30	-	-
	SX-GG	-	300 \pm 70 / 0.15 50 \pm 10 / 0.27	25 \pm 5.6 / 0.06	-
	SX-lr	-	119 \pm 17.4 / 0.27	-	-
	SX-air	-	62 \pm 14 / 0.29	-	-
	SX-eau	-	18 \pm 5.1 / 0.28	-	-
Polycristaux	GF	1 \pm 0,19 / 0.15	33.2 \pm 7.5 / 0.24	11.5 \pm 4.5 / 0.01	10 \pm 4
	GG-std	-	293 \pm 33 / 0.12 28.7 \pm 3 / 0.18	14.7 \pm 2.2 / 0.04	340 \pm 160
	GG-eau	-	29 \pm 5 / 0.29	-	
	GG-air	-	35 \pm 7 / 0.28	-	
	TGG-std	-	324 \pm 70 / 0.14	33 \pm 9.6 / 0.20	626 \pm 138
	TGG-lr	-	64 \pm 12.8 / 0.29	-	

Les mesures obtenues, couplées avec les essais mécaniques, permettront d'étudier précisément l'influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques. Concernant les monograins, la connaissance de l'orientation précise de chaque éprouvette permettra de remonter à la mesure précise de la cission critique résolue. Ce paramètre est très utile pour analyser en détail l'influence de la précipitation sur les propriétés en traction. Les données microstructurales seront aussi utilisées pour alimenter les modèles analytiques et les simulations pour calibrer la démarche de prédiction des propriétés finales.

3.7 Bibliographie

- [1] L. Thébaud, “Etude des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel AD730™,” *Thèse de Doctorat - ISAE-ENSMA, France*. 2017.
- [2] A. Helstroffer, “Optimisation du traitement thermique de vieillissement d’un superalliage base nickel pour disques de turbines aéronautiques,” *Master Recherche - ENSMA/Aubert&Duval*. 2011.
- [3] T. Poulain, “Liens entre microstructure, traitements thermiques et caractéristiques mécaniques pour un nouveau superalliage base nickel,” *Master Recherche - Aubert&Duval*. 2011.
- [4] A. Devaux *et al.*, “Effect of aging heat-treatment on mechanical properties of AD730™ superalloy,” in *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives 2014*, 2014, pp. 521–535, doi: 10.1002/9781119016854.ch41.
- [5] 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,” in *Superalloys 2012, TMS: Warrendale, PA, USA*, 2012, pp. 911–919.
- [6] D. Locq, “Etude du superalliage C&W A&D AD730,” *Rapport Interne - ONERA*. 2014.
- [7] D. Locq, “Etude du superalliage C&W A&D AD730 - Résultats complémentaires avril 2015,” *Rapport Interne - ONERA*. 2015.
- [8] F. Masoumi, D. Shahriari, M. Jahazi, J. Cormier, and A. Devaux, “Kinetics and Mechanisms of γ' Reprecipitation in a Ni-based Superalloy,” *Sci. Rep.*, vol. 6, no. 28650, 2016, doi: 10.1038/srep28650.
- [9] N. Mrozowski *et al.*, “Aging of γ' precipitates at 750 °c in the nickel-based superalloy ad730tm: A thermally or thermo-mechanically controlled process?,” *Metals (Basel)*, vol. 10, no. 4, pp. 6–9, 2020, doi: 10.3390/met10040426.
- [10] N. Mrozowski, “Mécanismes de propagation de fissure dans un superalliage base nickel polycristallin en régime d’interaction fatigue-fluage-oxydation-vieillessement métallurgique,” *Thèse de Doctorat - ISAE-ENSMA, France*. 2021.

4 Comportement monogranulaire et polycristallin en traction et traction-relaxation

4.1 Introduction

Le chapitre 3 a permis de montrer les caractéristiques microstructurales obtenues via les traitements thermiques développés pour cette étude. L'étape suivante nécessaire pour la caractérisation de l'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques du matériau est la réalisation des essais mécaniques. Le but de cette étude étant l'investigation des propriétés en traction monotone, il a été décidé d'effectuer deux types d'essais : traction monotone jusqu'à rupture et traction/relaxation. Les essais ont été effectués sur les éprouvettes monogranulaires et polycristallines afin de pouvoir séparer l'influence de la taille de grains et celle de la précipitation. Trois températures ont été investiguées au cours de cette étude : 20°C, 500°C et 700°C. La température de 700°C est très proche de la température maximale d'utilisation de l'AD730TM. En outre, cette température est représentative des températures maximales vues par un disque de turbine dans la zone de la jante. Pour cette raison, des essais de relaxation ont été jugés nécessaires pour la caractérisation du comportement viscoplastique du matériau. Les phénomènes visqueux à 20°C et 500°C étant négligeables, les essais de traction-relaxation n'ont été réalisés qu'à 700°C. Pour rappel, les détails expérimentaux relatifs à ces essais ont été présentés à la fin du précédent chapitre (§3.5), ainsi que la matrice d'essai (Tableau 6).

4.2 Comportement en traction

4.2.1 Essais sur monograins

Tous les monograins ont été testés à 700°C. À cause d'une disponibilité de matière limitée, seules les microstructures SX-eau/air/lr ont été testées à température ambiante. En outre, les essais de traction sur les microstructures SX-40/100/300/GG ont été interrompus à une valeur de déformation totale de 2% pour ensuite effectuer des mesures de relaxation.

Les microstructures SX-eau/air/lr ont été testées jusqu'à rupture à 20°C et 700°C et la microstructure SX-GG à 500°C (Figure 67 b). Il est important de noter que les courbes tracées représentent contraintes et déformations conventionnelles et non vraies. Les courbes vraies seraient plus représentatives, en particulier pour les grandes déformations, parce car elles prennent en compte la variation homothétique de la section associée à l'allongement de l'éprouvette. Cependant, dans le cas des monograins testés, l'hypothèse de variation homothétique de la section ne peut pas être appliquée en raison d'une forte ovalisation (Figure

67 a). Une forme de section de ce type est caractéristique d'une déformation de type glissement simple, ce qui a déjà été vérifié grâce aux mesures EBSD sur les différents échantillons.

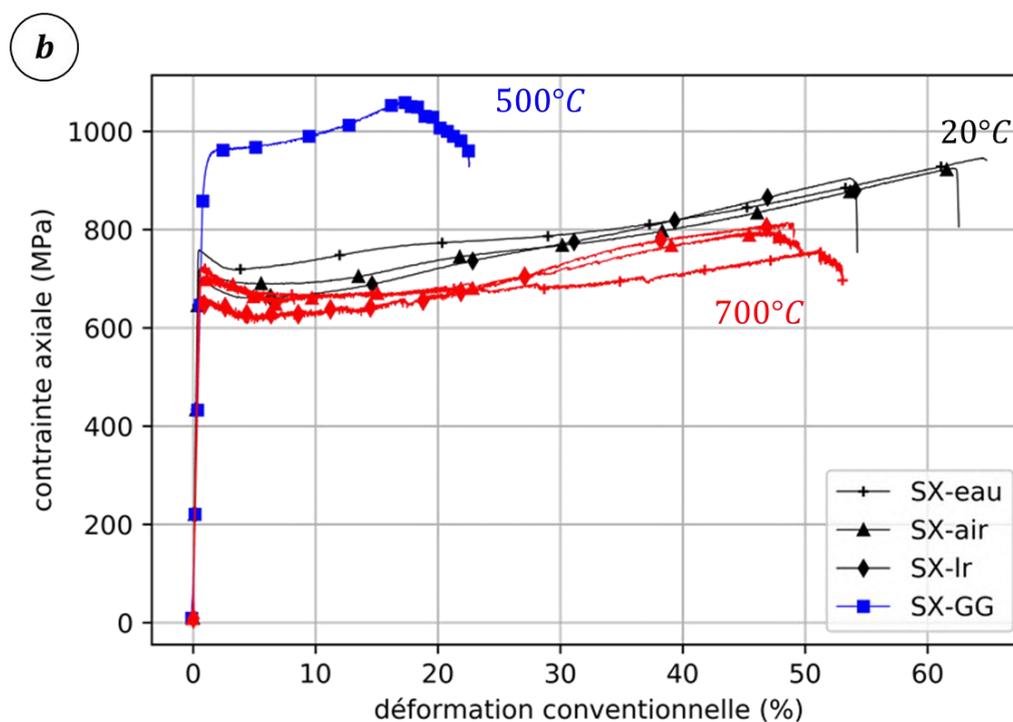
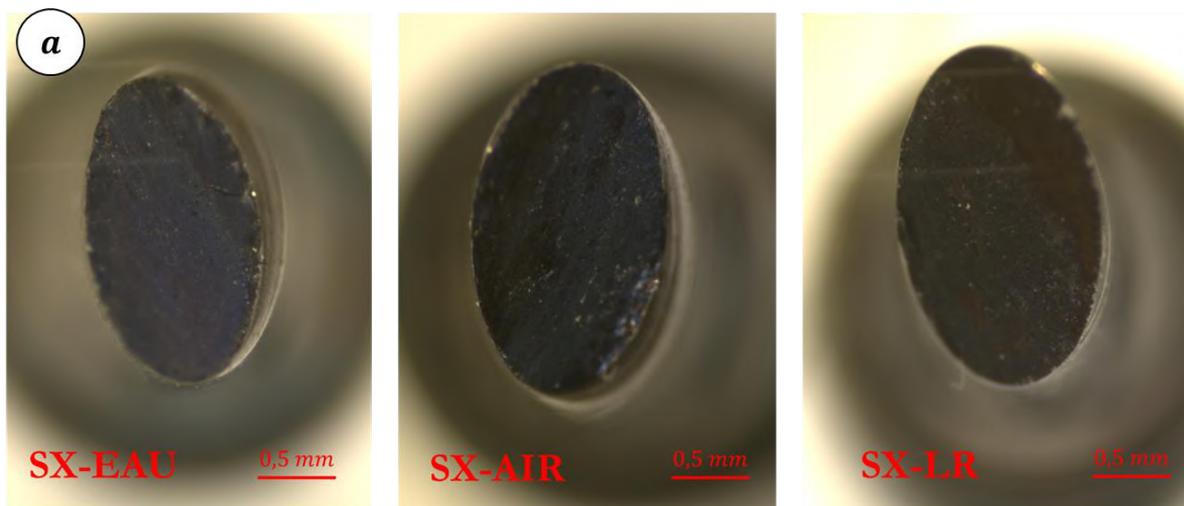


Figure 67 : (a) Sections finales après rupture pendant essai de traction à 700°C pour les échantillons SX-eau/air/lr. (b) Courbes de traction pour les monocristaux: SX-eau/air/lr à 20°C et 700°C et SX-GG à 500°C ($\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$)

La première partie des courbes jusqu'à 2% est représentée en Figure 68 pour faciliter l'analyse de l'influence de la température et de la microstructure sur la limite d'élasticité. La différence de pente de la partie élastique des courbes mise en évidence dans la Figure 68 vient de la différence d'orientation des échantillons testés. Cette désorientation a déjà été discutée dans le chapitre 3. En outre, les influences à la fois de la température et de la microstructure de précipitation sont assez peu marquées. En effet, il est possible de constater que la limite d'élasticité ne se réduit

que légèrement ($\approx 5\%$) en augmentant la température de 20°C à 700°C . En outre, une précipitation plus fine permet d'atteindre une limite d'élasticité légèrement plus élevée. Une augmentation de la limite d'élasticité d'environ 8% est constatée entre la microstructure SX-Ir et la microstructure SX-eau. Cependant, afin d'exploiter au mieux les résultats originaux sur les monocristaux, il vaut mieux se référer aux cisssions résolues critiques (CRSS) mesurées à partir de la limite d'élasticité macroscopique et du facteur de Schmid. En effet, les CRSS permettent de s'affranchir de l'effet de l'orientation facilitant l'étude de l'influence de la microstructure. Cet aspect est détaillé dans le paragraphe suivant dédié à la discussion des résultats.

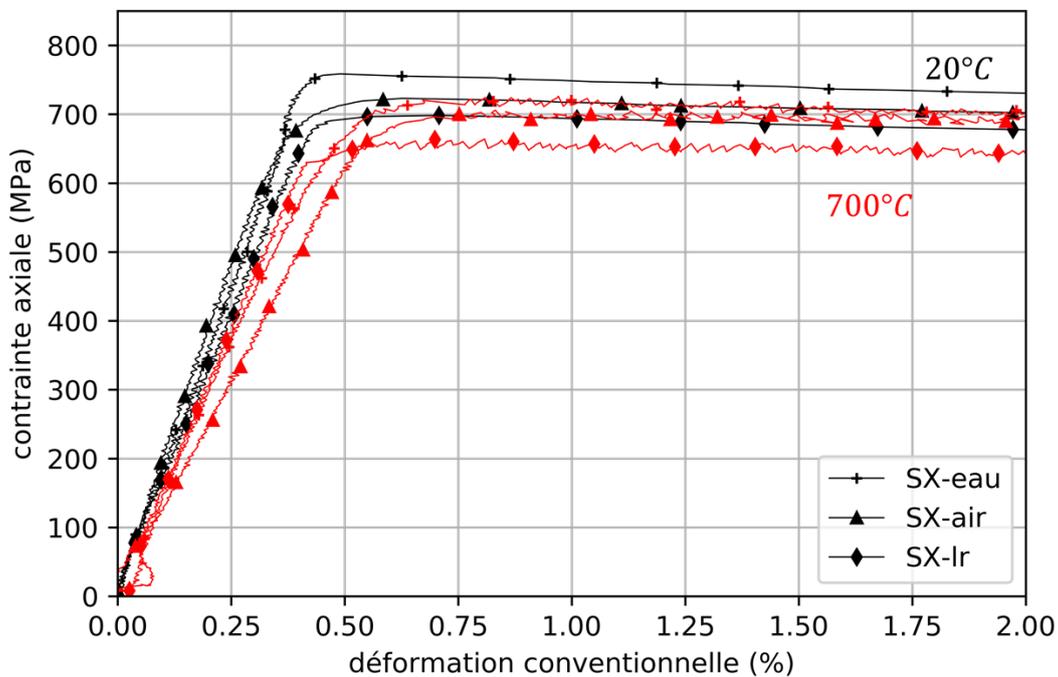


Figure 68 : Partie initiale des courbes de traction monotone pour les monocristaux SX-eau/air/Ir à 20°C et 700°C ($\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$)

La phase de traction à 700°C pour les échantillons SX-40/100/300/GG a été interrompue à 2% de déformation totale imposée pour ensuite procéder à la phase de relaxation. Les courbes obtenues dans la phase de traction sont représentées sur la Figure 69. Pour permettre une comparaison directe, les courbes obtenues sur les autres échantillons ont été également insérées dans la Figure 69. Dans cette plage de déformation ($\epsilon < 2\%$), il n'y a quasiment pas d'écrouissage, sauf pour la zone de transition élasto-plastique. Même dans cette zone, l'écrouissage observé est déjà pratiquement saturé à environ 0.2% de déformation plastique.

Ensuite un comportement quasiment plastique parfait est observé, caractérisé même dans certains cas par un faible adoucissement. En outre, la limite d'élasticité de la microstructure SX-GG est bien au-dessus des autres très probablement grâce à la multimodalité de la précipitation très accentuée dans cette microstructure.

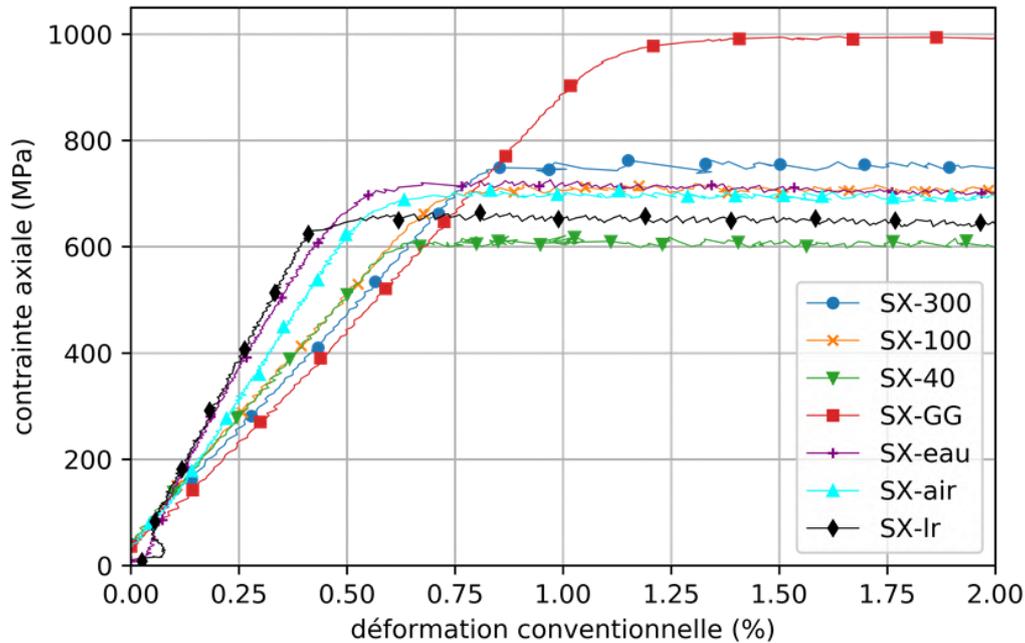


Figure 69 : Courbes de traction interrompue (2% de déformation maximale) pour les échantillons monogranulaires testés à 700°C ($\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$).

4.2.1.1 Evolution de la limite d'élasticité ($R_{p0.2}$) et de la CRSS

Le Tableau 9 résume les principaux résultats obtenus sur les microstructures monogranulaires. L'influence de la microstructure de précipitation sur les propriétés mécaniques du matériau est évidente. Avant d'analyser ce résultat, il est possible de faire une distinction entre les différentes microstructures en fonction de leurs propriétés. On peut affirmer que les différentes microstructures analysées, sauf pour la microstructure SX-GG, ont une distribution de précipités unimodale ou « quasi-unimodale ». En effet, dans ces microstructures, on retrouve toujours une faible fraction volumique de la deuxième famille de précipités s'il y en a. Seul le monocristal SX-GG a trois familles de précipités différentes avec des fractions volumiques comparables. Ayant fait cette distinction, la première observation possible liée aux résultats est l'influence de la précipitation sur la limite d'élasticité. Pour les microstructures unimodales ou quasi-unimodales on observe, à fraction volumique de phase γ' constante, une augmentation de la limite d'élasticité pour les microstructures avec une précipitation plus fine. L'augmentation de la limite d'élasticité est très prononcée dans le cas de la microstructure multimodale SX-GG.

Tableau 9 : Propriétés en traction des éprouvettes monogranulaires en AD730TM ($\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$).

Microstructure	Température (°C)	E (GPa)	Facteur de Schmid	Rp _{0.2} (MPa)	CRSS (MPa)	Rm (MPa)	A% (Rupture)
SX-40	700	91	0.434	612	266	-	-
SX-100	700	91	0.422	708	299	-	-
SX-300	700	87	0.425	745	317	-	-
SX-lr	20	157	0.490	698	342	905	55
	700	155	0.493	657	324	814	51
SX-air	20	188	0.493	791	355	925	58
	700	125	0.496	697	346	798	50
SX-eau	20	173	0.493	755	372	946	66
	700	143	0.496	717	355	759	55
SX-GG	500	103	0.439	921	404	1061	23
	700	88	0.433	986	427	-	-

Le Tableau 9 indique aussi les valeurs des cissions résolues critiques CRSS calculées pour chaque échantillon à partir des orientations issues des mesures EBSD. Il y a deux facteurs qui contribuent à la CRSS dans un monocristal : la microstructure de précipitation et les éléments en solution solide. La contribution de la solution solide est strictement liée à la chimie du matériau et pour cette raison elle est constante dans les échantillons analysés. La contribution des précipités reste donc la seule variable en jeu, permettant une comparaison directe. La Figure 70 montre un exemple d'évolution de la CRSS dans le cas des microstructures SX-eau/air/lr aux deux températures testées. Le graphique a été tracé en fonction de la taille moyenne des précipités de la famille principale (précipités secondaires). La tendance déjà observée sur la limite d'élasticité est confirmée (la variation de **Rp** résulte bien d'un effet de précipitation et pas seulement de l'orientation cristalline). Une microstructure de précipitation plus fine permet d'augmenter la CRSS du matériau. En outre, le graphique de la Figure 70 permet de mettre mieux en évidence l'influence de la température. Toutes les microstructures présentent une forte stabilité de la CRSS jusqu'à la température maximale de fonctionnement de 700°C. En moyenne, une diminution d'environ 4% de la CRSS est observée entre 20°C et 700°C, pour les trois microstructures.

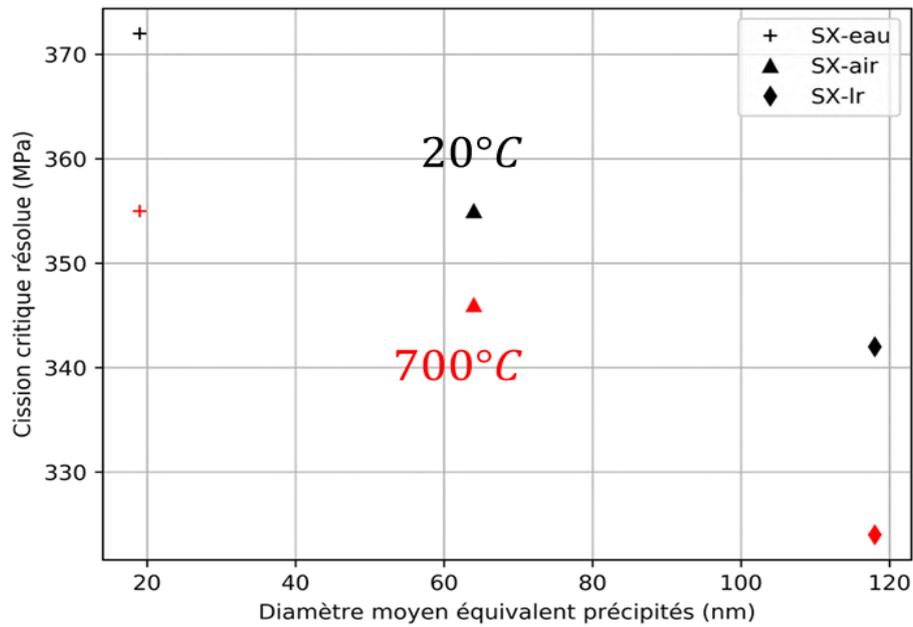


Figure 70 : Evolution de la cission critique résolue en fonction de la taille moyenne des précipités pour des microstructures unimodales testées à 20°C et 700°C.

4.2.1.2 Evolution de la contrainte maximale et allongement à rupture

La même tendance observée pour la limite d'élasticité est retrouvée pour la contrainte maximale des microstructures SX-eau/air/lr testées à 20°C. La microstructure SX-eau, ayant une distribution fine de précipités, présente la contrainte maximale la plus élevée. En revanche, à 700°C (Figure 67) les résultats sont inversés, car la microstructure SX-air montre un écrouissage moins marqué à 700°C. Dans ce cas la microstructure SX-lr montre la contrainte maximale la plus élevée (Figure 71).

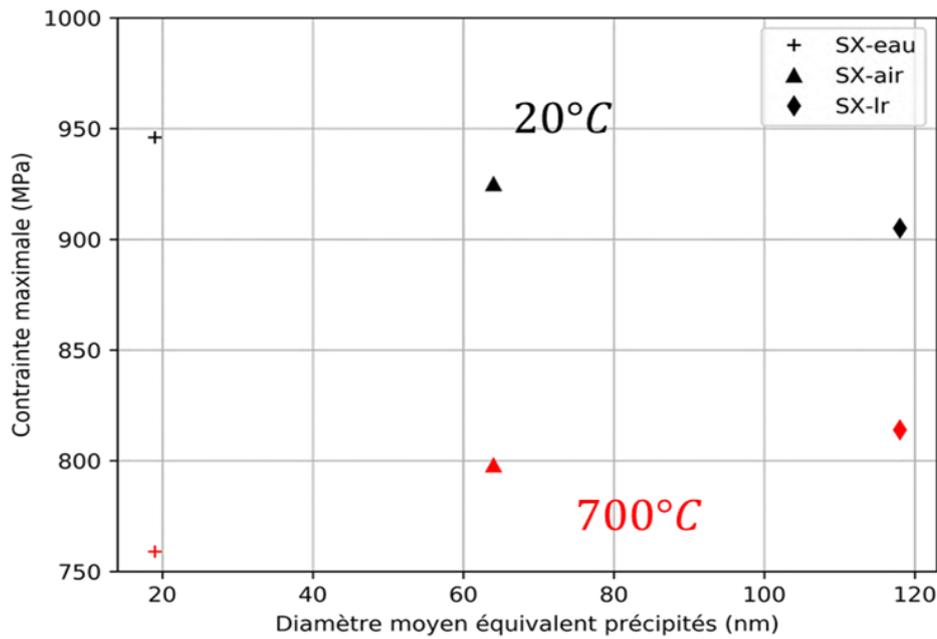


Figure 71 : Evolution de la contrainte maximale en fonction de la taille moyenne des précipités pour des microstructures unimodales testées à 20°C et 700°C.

De même, les courbes de traction de ces microstructures ont la même allure à 20°C avec un plateau suivi d'une augmentation de la contrainte plus marquée pour les précipités plus grossiers. A 700°C, les microstructures SX-lr/air gardent la même allure tandis que, pour la microstructure SX-eau, on trouve une courbe plus classique avec un plateau jusqu'à la partie finale avec un adoucissement qui précède la rupture.

Enfin, les éprouvettes SX-eau/air/lr ont montré des allongements à rupture très élevés, caractéristiques d'une déformation pilotée par du glissement simple. En effet pour ces microstructures des allongements à rupture compris entre 50% et 66% (en déformation conventionnelle) ont été relevés alors qu'une valeur de 23% a été mesurée pour la microstructure SX-GG orientée différemment.

4.2.2 Essais sur polycristaux

Les détails des microstructures polycristallines de l'étude ont été introduits dans le chapitre 3. Dans l'objectif principal de caractériser l'influence de la taille de grains sur les propriétés mécaniques en traction, trois tailles moyennes de grains seront investiguées (GF, GG, TGG). Pour rappel, les microstructures GF et GG-std représentent des microstructures industrielles optimisées respectivement pour les propriétés en traction et en fluage. La microstructure TGG-std a été conçue afin de disposer d'une troisième taille de grains à investiguer en gardant une distribution de précipitation similaire à la microstructure GG-std.

Un seul essai a été effectué pour chaque microstructure et pour chaque température testée. La Figure 72 montre les courbes obtenues pour les trois microstructures GF, GG-std et TGG-std aux trois températures testées. Pour rappel, les essais de traction à 700°C ont été interrompus à 2% de déformation maximale (car suivis d'une relaxation), d'où les courbes incomplètes. Les principaux résultats des essais sont résumés dans le Tableau 10.

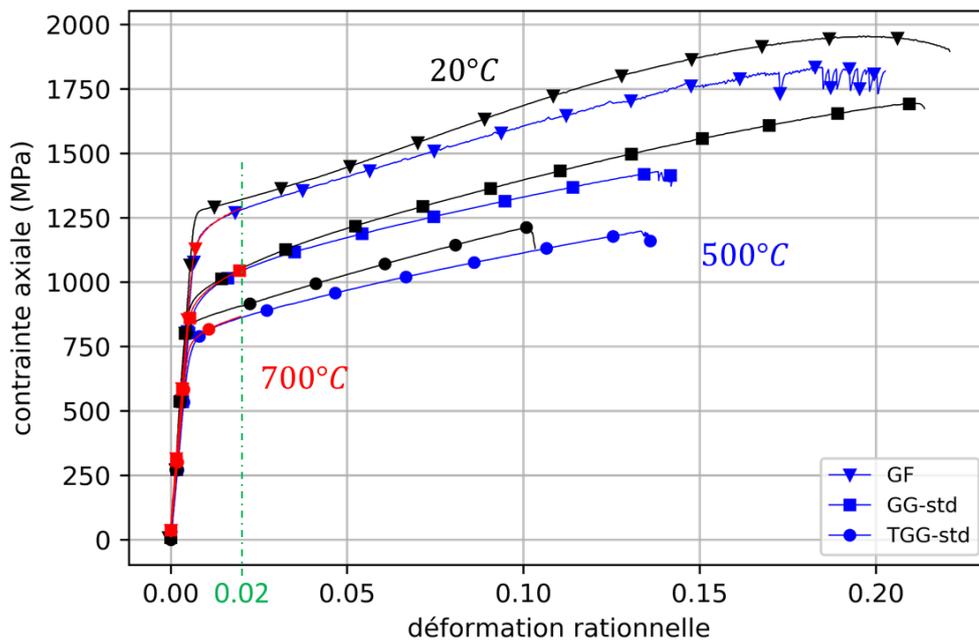


Figure 72 : Courbes de traction des microstructures polycristallines GF, GG-std et TGG-std à 20°C/500°C/700°C ($\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$). Essais interrompus à 2% à 700°C.

La forte influence de la taille moyenne des grains est évidente dans la Figure 72 ainsi que dans la Figure 73 présentant les mêmes courbes jusqu'à une déformation de 2% uniquement. La Figure 73 permet de mieux analyser l'influence de la microstructure sur la limite d'élasticité. L'allure générale des courbes est peu impactée par la taille des grains. Dans la plage de déformation totale allant jusqu'à 2%, l'allure de la partie plastique et donc l'écroutissage varient

très peu en fonction de la taille des grains. On remarquera également que l'allongement à rupture a tendance à augmenter lorsque la taille de grain diminue.

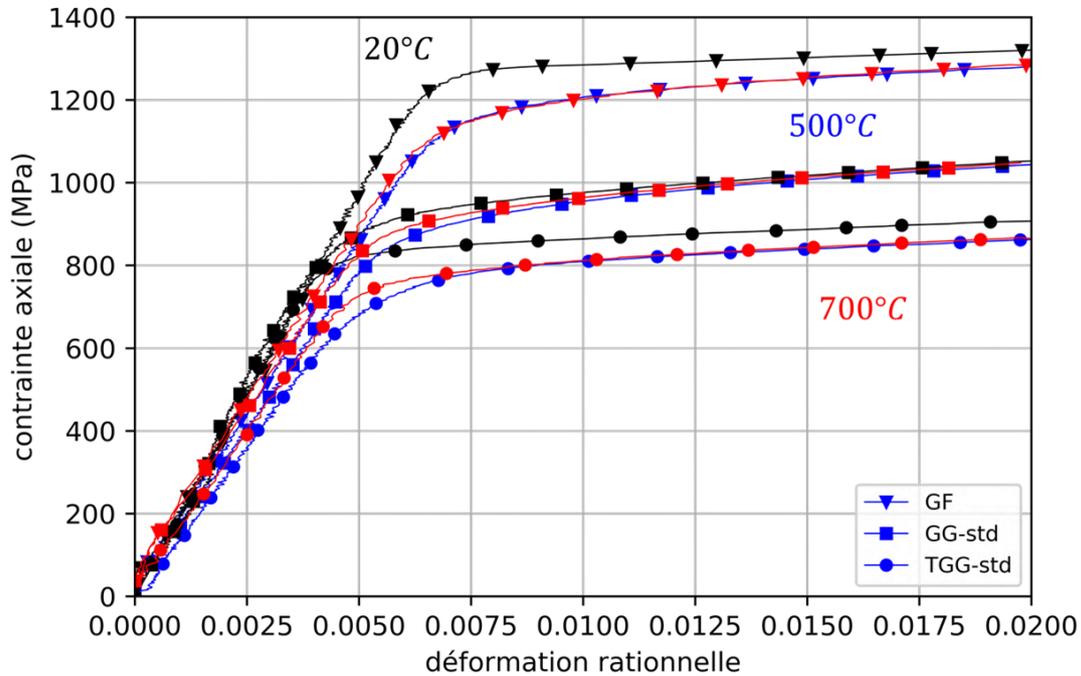


Figure 73 : Partie initiale des courbes de traction des microstructures polycristallines GF, GG-std et TGG-std à 20°C/500°C/700°C ($\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$).

Ensuite les microstructures polycristallines « modèles » ont été testées. Pour faciliter la lecture, les courbes relatives aux microstructures GG (Figure 74, Figure 75) ont été représentées séparément par rapport à celles des essais TGG. Il est rappelé ici que les microstructures GG-eau et GG-air observées pendant la phase de caractérisation sont très similaires entre elles. Pour cette raison les résultats des deux microstructures modèles à gros grains sont très similaires entre eux (Figure 74, Figure 75). Les résultats obtenus sur les microstructures modèles sont également synthétisés dans le Tableau 10.

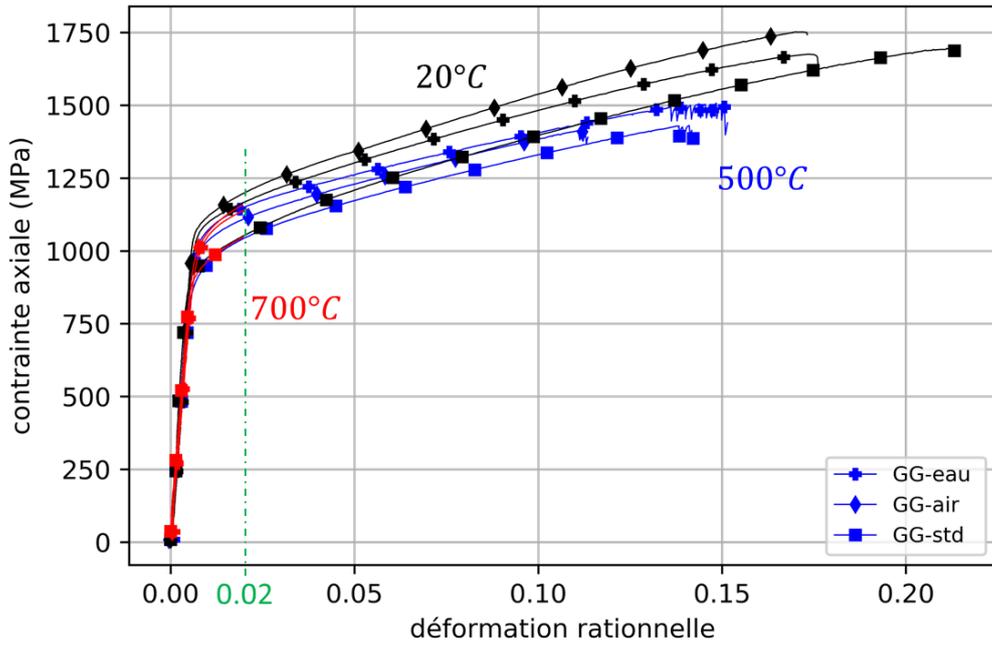


Figure 74 : Comparaison des courbes de traction de toutes les microstructures "Gros Grains" à 20°C/500°C/700°C ($\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$).

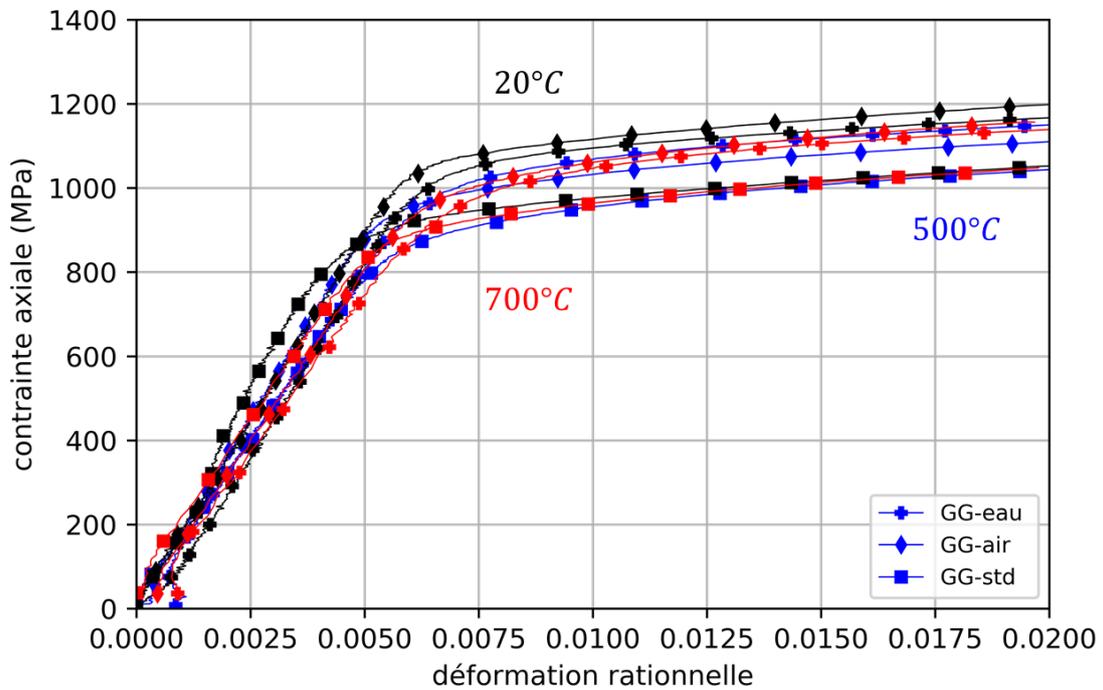


Figure 75 : Détail de la partie initiale des courbes de traction de toutes les microstructures "Gros Grains" à 20°C/500°C/700°C ($\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$).

Le but des microstructures modèles est de comparer les courbes de traction des éprouvettes polycristallines avec la même taille moyenne de grains, mais une microstructure de précipitation différente. La Figure 74 et la Figure 75 montrent la comparaison des courbes pour les microstructures GG-std/eau/air, alors que la Figure 76 et la Figure 77 permettent de comparer les résultats pour les microstructures TGG-std/lr.

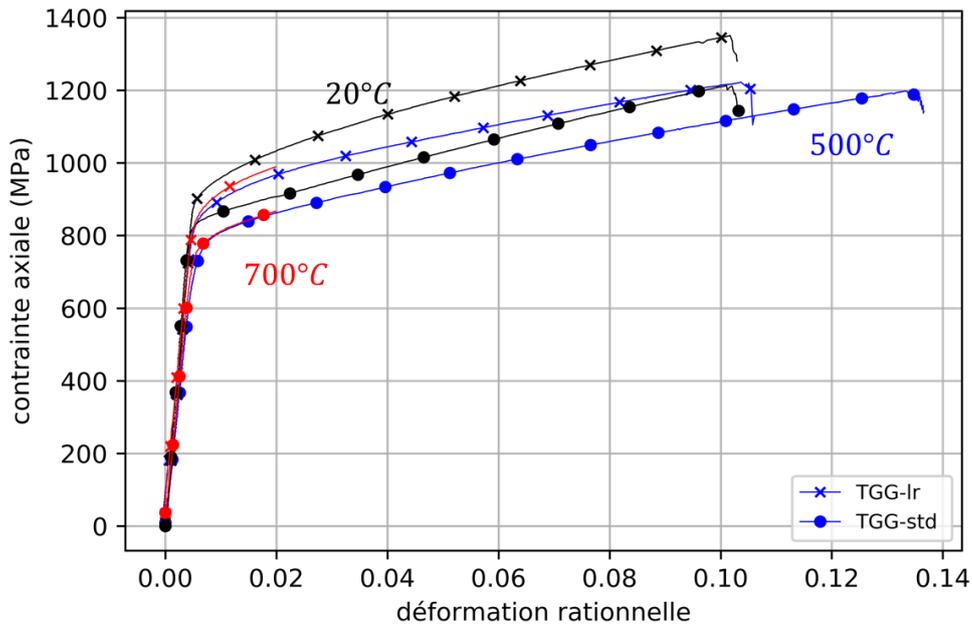


Figure 76 : Comparaison des courbes de traction de toutes les microstructures "Très Gros Grains" à 20°C/500°C/700°C ($\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$).

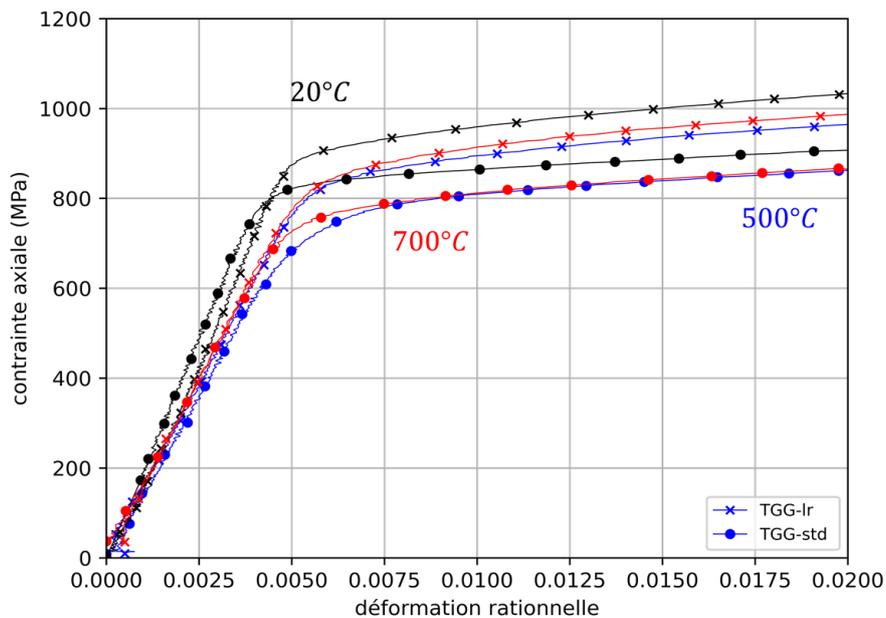


Figure 77 : Détail de la partie initiale des courbes de traction de toutes les microstructures "Très Gros Grains" à 20°C/500°C/700°C ($\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$).

Tableau 10 : Récapitulatif des résultats des essais de traction sur les microstructures polycristallines en AD730TM ($\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-4} s^{-1}$).

Microstructure	Température (°C)	E (GPa)	Rp0.2 (MPa)	UTS (MPa)	A% (Rupture)
GF	20	193	1266	1955	23
	500	166	1179	1836	22
	700	166	1169	-	-
GG-std	20	209	909	1695	23
	500	154	909	1431	16
	700	158	918	-	-
TGG-std	20	194	835	1213	11
	500	148	771	1198	15
	700	153	773	-	-
GG-air	20	177	1084	1753	18
	500	180	986	1413	13
	700	159	1020	-	-
GG-eau	20	184	1064	1675	17
	500	160	1033	1507	17
	700	149	1013	-	-
TGG-1r	20	192	919	1351	11
	500	157	857	1223	17
	700	160	873	-	-

4.2.2.1 Influence de la taille de grains

Le comportement classique des matériaux métalliques polycristallins est observable dans les résultats des essais effectués sur polycristaux. La limite d'élasticité augmente sensiblement en réduisant la taille moyenne des grains. Par exemple, en prenant en considération les essais à 700°C, on passe d'une valeur de 773 MPa pour la microstructure TGG-std à 1169 MPa pour la microstructure GF, avec respectivement une taille de grains moyenne de 630 μm et 10 μm . Ces essais sont fondamentaux pour calibrer la loi de Hall-Petch qui décrit l'évolution de la limite d'élasticité avec la taille moyenne de grains (cf. paragraphe 2.2.1.1). Pour rappel, celle-ci s'exprime comme :

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad \text{Équation 4.1}$$

Le facteur $\frac{k_y}{\sqrt{d}}$ représente la contribution des joints de grains proportionnelle à $\frac{1}{\sqrt{d}}$ via un facteur k_y dit constante de Hall-Petch. σ_0 représente les autres contributions à la limite d'élasticité initiale (précipités, solution solide...).

La Figure 78 montre les résultats obtenus pour les trois températures testées ainsi que les valeurs de k_y obtenues. Tout d'abord, il est possible de remarquer que la régression linéaire n'est pas très adaptée pour l'ajustement des données expérimentales, en particulier pour les essais à 500°C et 700°C. Une allure similaire a déjà été observée sur des superalliages base nickel par Mangen et Nembach [1]. Dans leur étude, ils ont noté un écart par rapport à l'allure linéaire surtout pour les tailles de grains plus élevées. La conclusion de l'étude de Mangen et Nembach attribue cet effet à la déplétion de précipitation aux joints de grains qui avait été observée dans les microstructures étudiées. Cet appauvrissement de précipités aux joints de grains peut engendrer un adoucissement du matériau avec une réduction conséquente de la limite d'élasticité. Des investigations supplémentaires seraient nécessaires pour voir si ce phénomène est bien en jeu dans le cas présent.

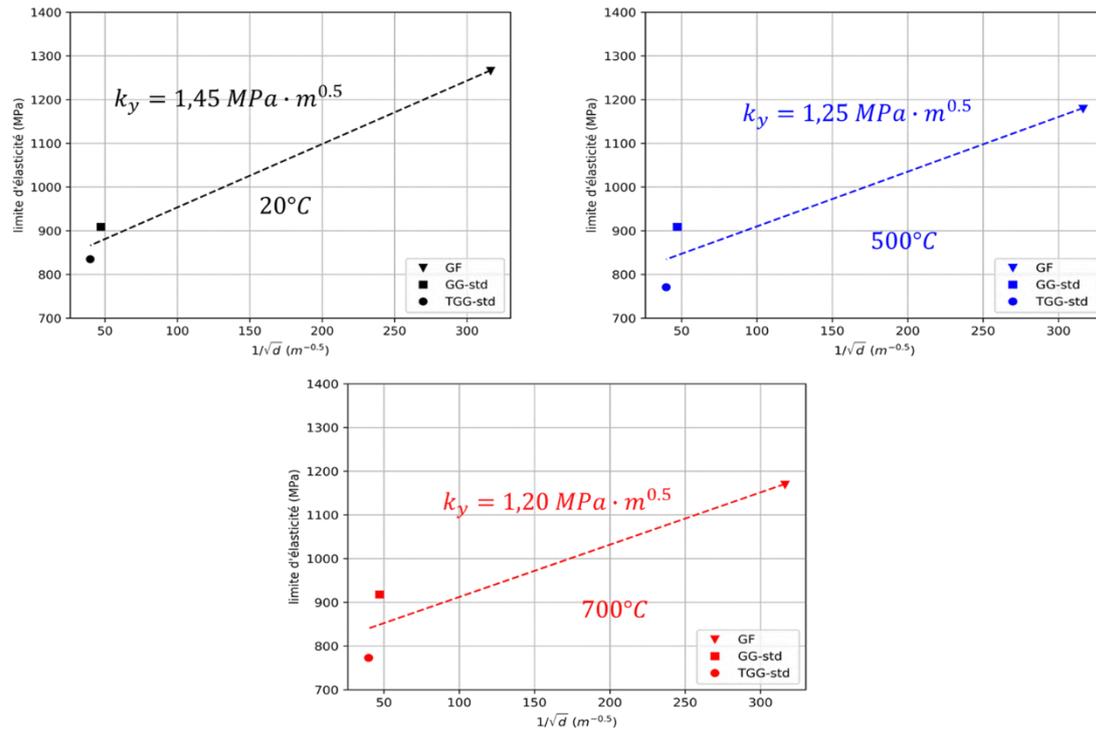


Figure 78 : Calibration de la loi de Hall-Petch via les résultats des essais de traction sur les microstructures polycristallines GF, GG-std et TGG-std à 20°C, 500°C et 700°C

Une deuxième réflexion est liée à la valeur trouvée pour le coefficient k_y . Dans la littérature, les superalliages polycristallins base nickel présentent une valeur de k_y généralement comprise entre $0.70 - 0.75 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0.5}$ [1]–[4]. En moyennant les valeurs trouvées aux trois températures d'essai, la valeur trouvée pour l'AD730TM est d'environ $1.3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0.5}$. Cette valeur est donc élevée par rapport à celle attendue. Il est rappelé ici que, comme vu dans le chapitre 3, la microstructure GF présente une précipitation très différente de celles des microstructures GG-std et TGG-std. Cette différence impacte sans doute les résultats obtenus, mais à ce stade il est impossible de découpler l'influence des précipités de celle de la taille de grain. Pour cette raison, cet aspect sera approfondi ultérieurement à l'aide des outils de modélisation développés dans la suite de cette étude.

La Figure 79 permet d'analyser de la même manière l'évolution de la contrainte maximale (UTS) avec la taille de grains. Celle-ci diminue également avec l'augmentation de la taille des grains.

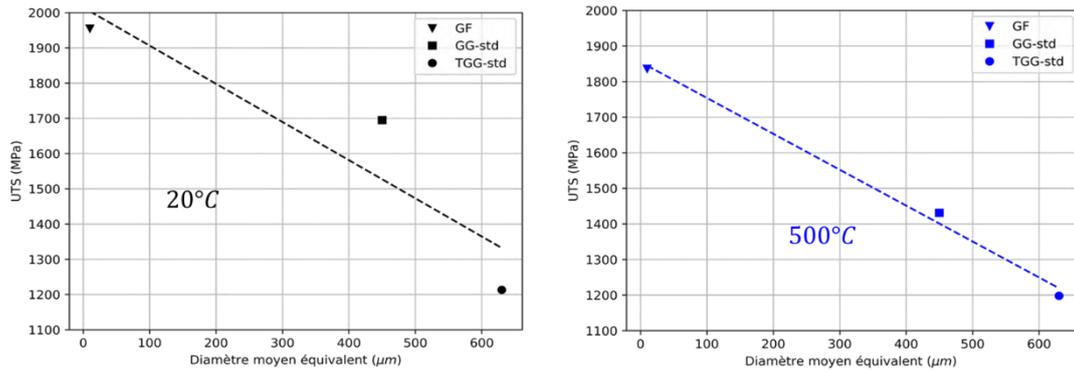


Figure 79 : Evolution de la contrainte maximale mesurée pendant les essais de traction monotone en fonction de la taille moyenne de grains.

4.2.2.2 Influence de la température

Comme dans le cas des échantillons monocristallins, l'AD730TM présente pour toutes les microstructures polycristallines une limite d'élasticité très stable en fonction de la température (faibles variations observées dans la plage de températures étudiée). Il est possible de noter ce phénomène dans la Figure 80 qui résume les valeurs de limite d'élasticité mesurées sur toutes les microstructures polycristallines.

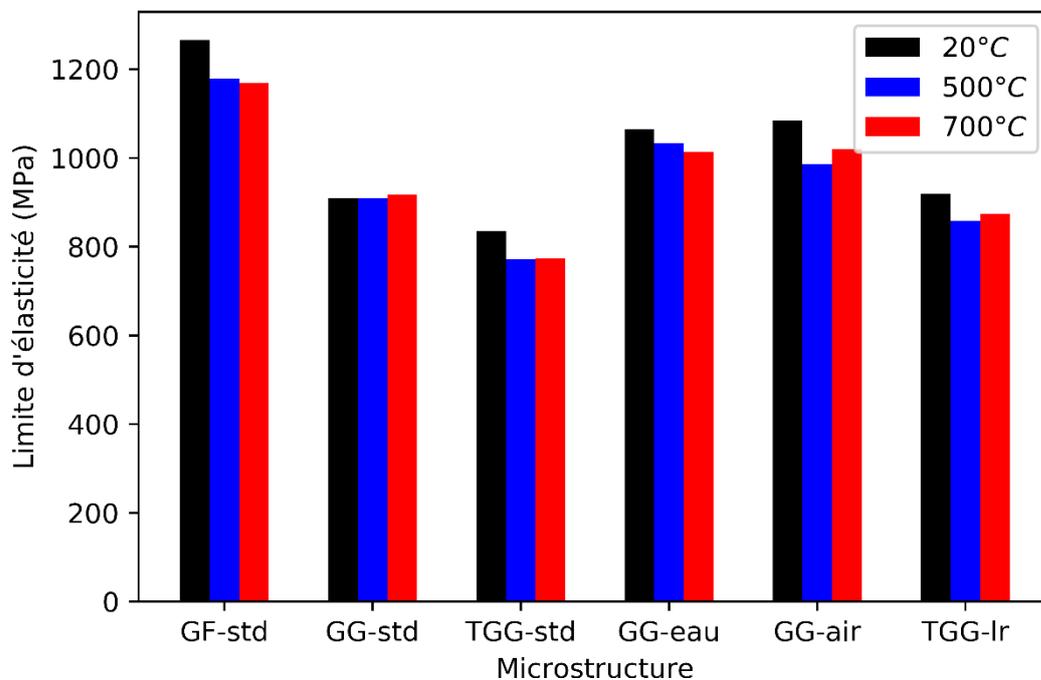


Figure 80 : Comparaison de la limite d'élasticité mesurée à 20°C, 500°C et 700°C pour différentes microstructure polycristallines.

La Figure 81 illustre l'évolution de la contrainte maximale avec la température. Dans ce cas, les résultats à 700°C ne sont pas disponibles car les essais ont été interrompus avant rupture de l'échantillon. En regardant le diagramme en Figure 81 on remarque une sensibilité plus élevée de la contrainte maximale à la température par rapport à celle obtenue par la limite d'élasticité (Figure 80).

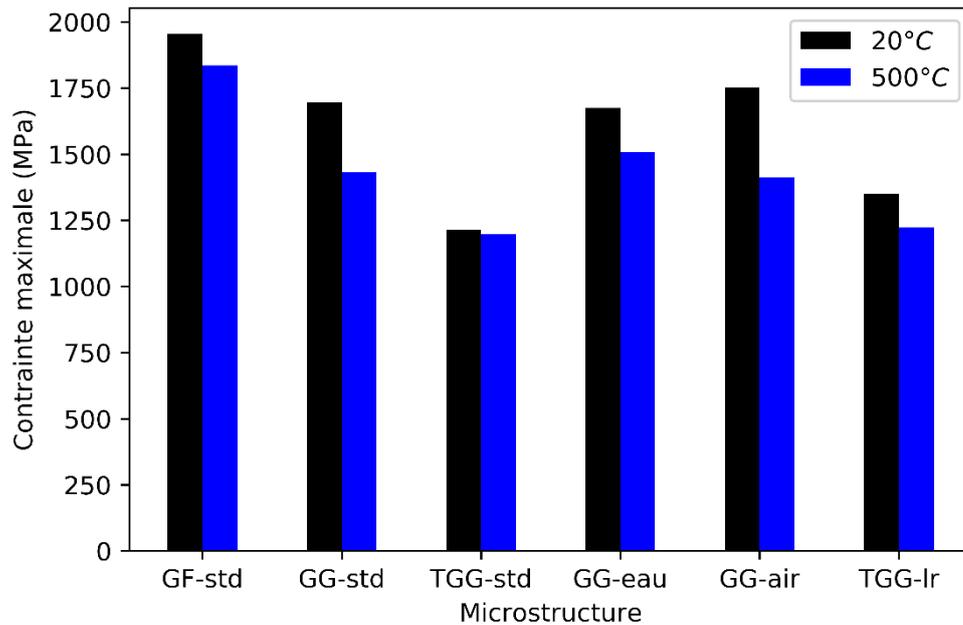


Figure 81 : Comparaison de la contrainte maximale mesurée à 20°C, 500°C et 700°C pour différentes microstructure polycristallines.

4.2.2.3 Influence de la précipitation

Les microstructures modèles permettent de comparer les résultats obtenus pour des échantillons avec une taille moyenne de grains similaire, mais des microstructures de précipitation différentes. La Figure 82 permet une comparaison directe des résultats obtenus pour les microstructures standard GG et TGG et les microstructures modèles correspondantes. Dans les deux cas, un phénomène insolite est observé : les microstructures unimodales présentent des propriétés en traction plus élevées par rapport aux microstructures multimodales. Ce comportement est inversé par rapport à ce qui a été observé sur les échantillons monogranulaires.

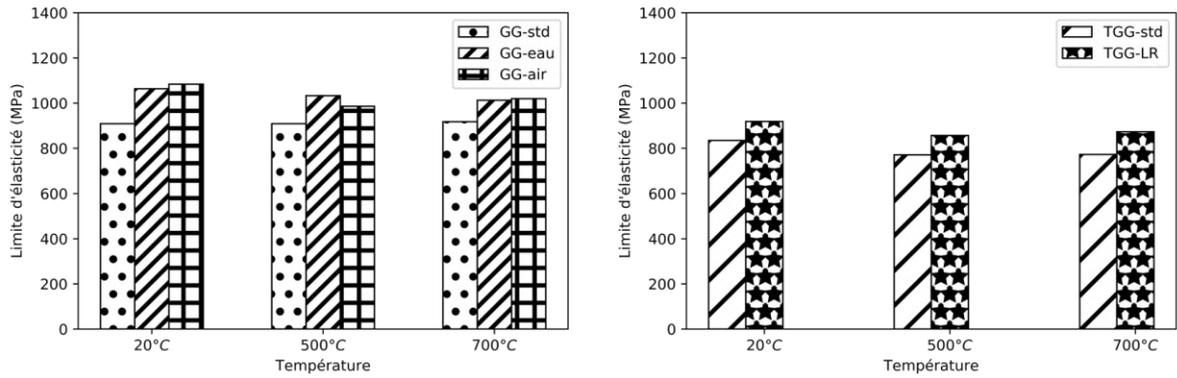


Figure 82 : Comparaison de la limite d'élasticité mesurée pour les microstructures GG et TGG standard et modèle.

Dans le cas des microstructures GG et TGG, les mesures pourraient être affectées par effet de la taille de quelques gros grains par rapport à la section utile de l'éprouvette. Pour rappel, la section des éprouvettes testées est de 4mm. Cette dimension est très proche des plus gros grains présents, surtout dans les microstructures TGG (taille maximale d'environ 1,4 mm). Cependant, la répétabilité de la tendance observée au cours de différents essais permet d'exclure un effet de ce type. Une autre explication pourrait venir de la démarche de caractérisation utilisée pour les microstructures. Comme évoqué précédemment au chapitre 3, des vitesses de refroidissement élevées peuvent générer des distributions monomodales thermodynamiquement instables. Généralement, ces microstructures évoluent au cours du vieillissement en provoquant la précipitation de fines particules tertiaires. La dimension de telles particules est de l'ordre de quelques nanomètres ce qui rend parfois difficile leur identification par les techniques de préparation et d'observation des échantillons utilisées.

4.3 Étude du comportement en relaxation

Comme déjà anticipé, la seule température intéressante parmi celles investiguées vis-à-vis du comportement viscoplastique du matériau est 700°C. Pour cette raison, les essais de relaxation ont été réalisés à 700°C pour toutes les microstructures polycristallines et pour les monocristaux orientés proche [001]. Il est rappelé ici que tous les essais de relaxation ont été effectués à partir du même niveau de déformation totale ($\epsilon_{tot} = 2\%$). Chaque microstructure a donc atteint une contrainte maximale différente en fonction des différentes propriétés en traction montrées dans les paragraphes précédents. Pour cette raison, les courbes de relaxation montrées dans la suite seront normalisées par rapport à la contrainte initiale. Cette « astuce » permet de comparer plus facilement le comportement des différentes microstructures. Il y a très peu d'informations dans la littérature sur le comportement en relaxation de l'AD730TM [5]–[7]. En outre, en général, les niveaux de déformation atteints dans ces références sont sensiblement plus faibles par rapport à celui investigué dans cette étude.

4.3.1 Influence de la taille de grains

Pour analyser l'influence de la taille des grains, les résultats obtenus pour les microstructures polycristalline GF, GG-std et TGG-std ainsi que pour le monograin SX-GG seront présentées. La Figure 83 illustre les courbes de ces quatre microstructures normalisées par rapport à la contrainte initiale enregistrée pour chaque essai. Les microstructures GG-std et GF montrent une allure classique pour les superalliages base-nickel γ/γ' [8]–[10]. Dans la partie initiale on retrouve une rapide décroissance de la contrainte, suivie d'une réduction de la vitesse de variation de la contrainte. Le même comportement est obtenu pour la microstructure SX-GG, mais de manière moins tranchée à cause du temps d'essai plus court. La microstructure TGG-std se relaxe moins.

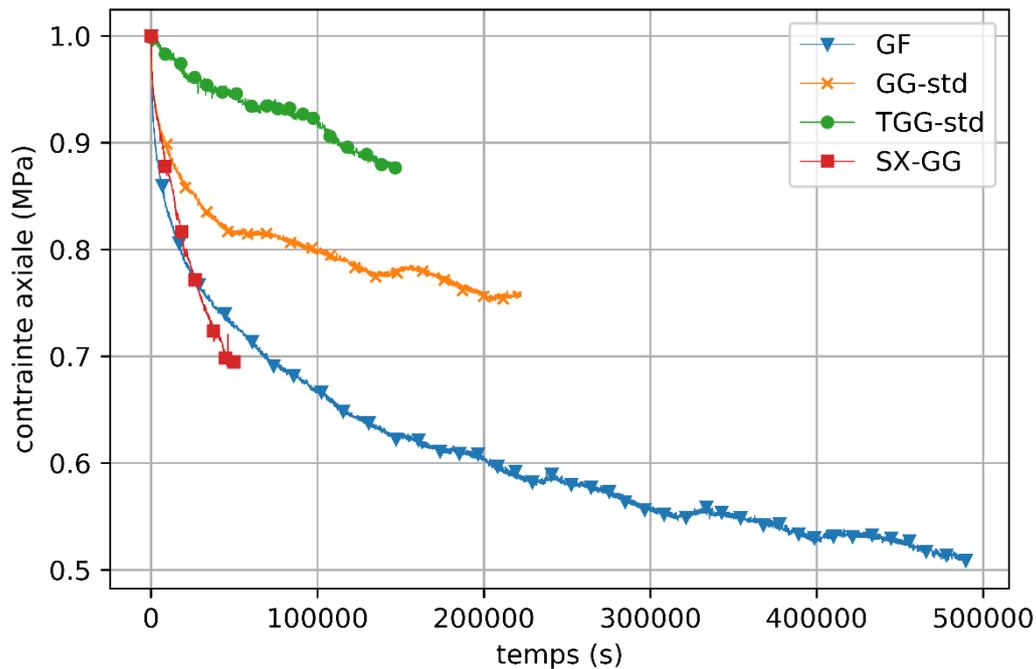


Figure 83 : Courbes de relaxation des éprouvettes SX-GG, GF, GG-std et TGG-std testées à 700°C ($\epsilon_{tot} = 2\%$).

Un outil de traitement des résultats bruts des essais de relaxation a été mis en place pour l'extraction des paramètres nécessaires à la modélisation. La procédure utilisée permet de réduire le problème du bruit de mesure très présent dans ce type d'essais via un fitting basé sur les séries de Prony. Les données débruitées sont ensuite traitées de manière conventionnelle afin de tracer les courbes de Norton du matériau. Les détails et la démarche complète sont reportés dans l'Annexe B.

Il est rappelé ici que le graphique de Norton consiste à tracer la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte. La Figure 84 montre le diagramme de Norton obtenu pour les quatre microstructures déjà analysées dans la Figure 83. Dans tous les cas, on observe une rupture de pente dans les courbes qui indique un changement dans les phénomènes de relaxation. Comme déjà indiqué précédemment, la partie initiale plus raide de la courbe indique la prévalence de phénomènes liés au mouvement des dislocations, alors que la partie moins raide indique la prévalence de phénomènes diffusifs. Dans la Figure 84, il est possible d'observer que, dans la zone relative aux mécanismes dislocationnels, le comportement entre les différentes microstructures est très similaire. Les pentes mesurées sont très raides et confirment l'activation de phénomènes fortement liés au mouvement des dislocations. La microstructure GF montre des vitesses légèrement moins élevées en confirmant un effet bénéfique des joints de grain vis-à-vis du mouvement des dislocations. A l'inverse, pour les contraintes plus faibles, c'est la

microstructure GG qui conduit à une vitesse de déformation moins élevée par rapport à celle GF. Dans cette plage de contrainte, l'éprouvette monogranulaire montre des vitesses de déformation plus élevées par rapport aux microstructures polycristallines. Ce phénomène est inattendu vis-à-vis de l'absence des joints de grains, mais il a déjà été constaté au cours d'une étude précédente menée par Thébaud et al. [11] sur l'AD730TM. Thébaud et al. ont pu constater l'effet bénéfique des joints de grains sur les propriétés en fluage de l'AD730TM à 700°C via des essais comparatifs sur monocristaux et polycristaux.

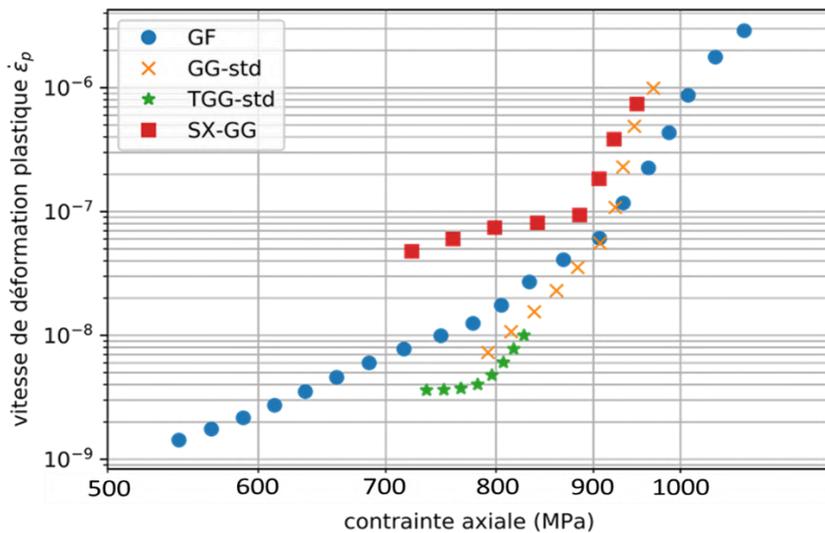


Figure 84 : Diagramme de Norton issu des essais de relaxation à 700°C sur les microstructures SX-GG, GF, GG-std et TGG-std ($\epsilon_{tot} = 2\%$).

Les données relatives à chaque essai ont été post-traitées afin d'extraire les paramètres de la loi de Norton. Le Tableau 11 résume les résultats obtenus pour les microstructures présentant une relaxation sensible.

Tableau 11 : Récapitulatif des coefficients de Norton trouvés pour les microstructures testées en relaxation à 700°C (n_1 = pente dans la plage de faibles contraintes ; n_2 = pente dans la plage de fortes contraintes).

Microstructure	n_1	n_2
GF	6.5	21.6
GG-std	14.3	46.7
TGG-std	2.3	19.5
GG-air	11.6	22.6
GG-eau	9.1	18.9
SX-GG	3.6	36.1

Le Tableau 12 résume les valeurs trouvées par Durand et al. [12] sur des éprouvettes en AD730™ possédant une microstructure très proche de la microstructure GF de notre étude. On observe une augmentation des exposants de sensibilité viscoplastique en réduisant la température d'essai, ce qui indique une réduction de la sensibilité à la vitesse de déformation. Les exposant trouvés pour la microstructure GF de notre étude à 700°C vont dans le même sens (augmentation de la valeur de l'exposant n en réduisant la température), mais la différence constatée, étant trop élevée, ne peut pas être due à la seule variation de température. La différence entre les études de Durand et notre étude de relaxation est le niveau de contrainte initiale à partir duquel la relaxation est enclenchée. Dans le cas des essais de Durand, la contrainte initiale maximale est de 900 MPa alors que dans notre étude on retrouve une contrainte initiale d'environ 1300 MPa. La déformation plastique initiale induit dans les éprouvettes est très différent dans les deux cas, ce qui affecte le comportement en relaxation observé. En effet, l'influence de la déformation plastique initiale sur le comportement en relaxation des superalliages base nickel a été mise en évidence par Durand et al. dans la même étude. En particulier, ils ont testé en relaxation deux éprouvettes monogranulaires avec la même microstructure à 500MPa et 760°C en appliquent une déformation plastique préalable sur une des deux. La présence des dislocations initiales, introduites par la déformation plastique, a modifié le comportement mécanique en accélérant la relaxation (i.e. en augmentant l'exposant n de la loi de Norton). Ce résultat est donc cohérent avec les exposants plus élevés observés sur la microstructure GF au cours de nos essais.

Tableau 12 : Récapitulatif des coefficients de Norton trouvés par Durand et al. [12] sur une microstructure à grains fins en AD730™ (n_1 = pente dans la plage de faibles contraintes ; n_2 = pente dans la plage de fortes contraintes).

Température (°C)	n_1	n_2
790	1.8	16.1
760	2.1	16.5
730	2.4	16.8

Il est rappelé ici que les essais de relaxation ont été effectués à partir de la même valeur de déformation totale. Pour cette raison, l'état de déformation plastique induit dans les différentes microstructures est très différent vis-à-vis des propriétés en traction (notamment la limite d'élasticité). Il est donc difficile de comparer de manière très fine les mécanismes activés dans les différentes microstructures. Pour ce faire, il faudrait appliquer une déformation totale adaptée à chaque microstructure dans le but d'obtenir la même déformation plastique macroscopique pour chaque échantillon avant relaxation. Pour cette raison, la comparaison avec

la microstructure TGG-std est plus complexe. En effet cette microstructure plastifie pour des niveaux de contrainte beaucoup plus faibles par rapport aux autres, empêchant la comparaison directe des résultats. En outre, cette microstructure relaxe beaucoup moins par rapport aux autres rendant difficile le traitement des données (rapport signal/bruit) et permettant d'analyser une plage réduite de contraintes. Enfin, il faut aussi remarquer que pour la même valeur de déformation plastique macroscopique induite, il y a une différence importante entre un échantillon monogranulaire et polycristallin. En général le champ de déformation induit dans un monocristal est beaucoup plus homogène par rapport à celui obtenu dans un polycristal, ce qui rend la comparaison plus compliquée.

4.3.2 Influence de la précipitation

La Figure 85 montre les courbes de relaxations obtenues pour les éprouvettes GG-std, GG-air et GG-eau, qui présentent des microstructures de même taille moyenne de grains, mais des distributions de précipités différentes.

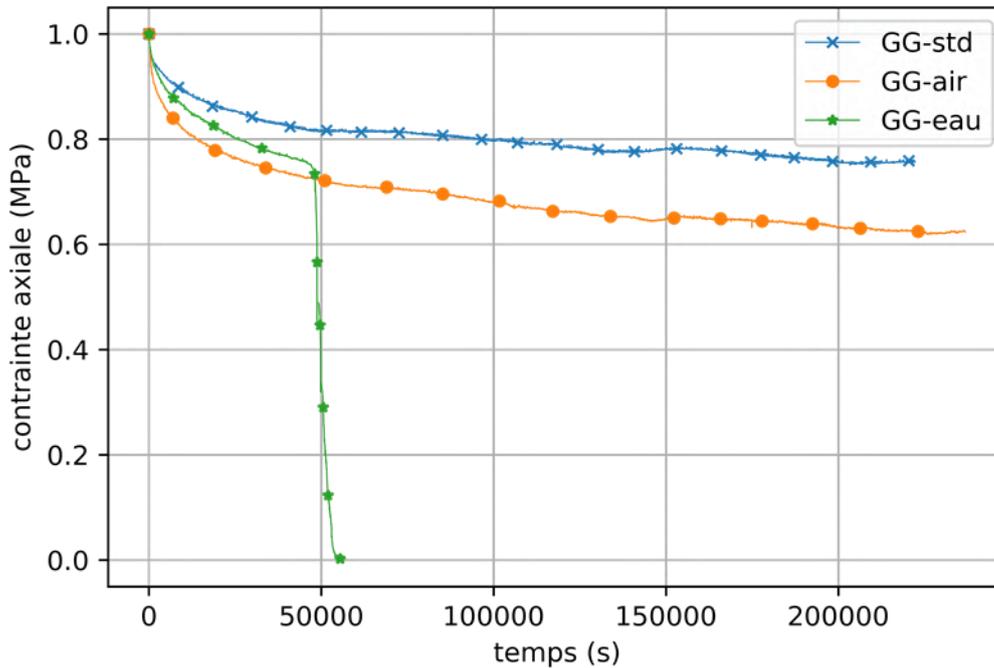


Figure 85 : Courbes de relaxation des éprouvettes GG-std, GG-air et GG-eau testées à 700°C ($\epsilon_{tot} = 2\%$).

Il est possible de remarquer immédiatement d'après la Figure 85 que l'échantillon GG-eau a subi une brusque réduction de la contrainte après environ 14 heures d'essai. Cette réduction a été générée par l'apparition d'une fissure sur la surface de l'éprouvette qui s'est propagée jusqu'à la quasi-rupture de l'éprouvette, conduisant à cette chute brutale de la contrainte. Ce

comportement vient probablement du type de traitement thermique appliqué. En effet, une trempe à l'eau peut être très brusque pour des échantillons traités super-solvus, qui sont d'ailleurs connus pour être peu tolérants à la trempe [13]–[16]. La Figure 86 montre l'éprouvette GG-eau testée en relaxation ainsi que la fissure apparue pendant l'essai.

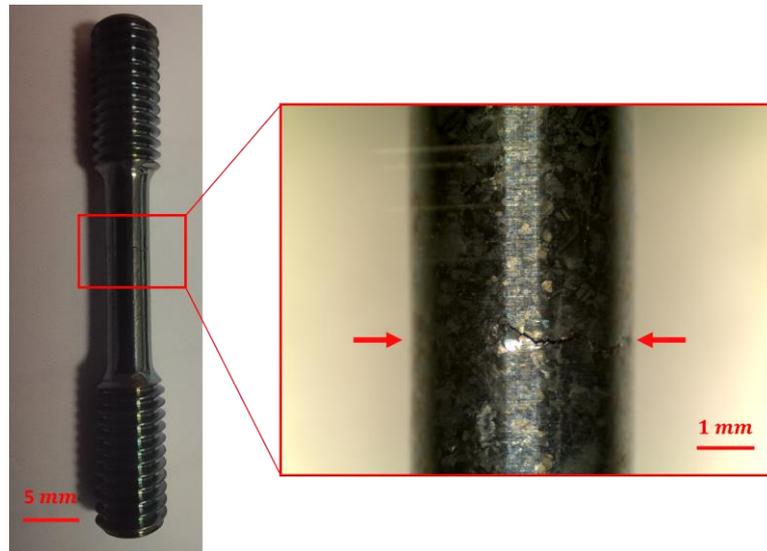


Figure 86 : Détail de la fissure apparue en surface de l'éprouvette GG-eau pendant l'essai de relaxation à 700°C

La Figure 87 permet de comparer les diagrammes de Norton pour les microstructures GG-std et GG-air. Pour des fortes contraintes, la microstructure GG-air montre des vitesses de déformation plastique moins élevées (pour la même contrainte) par rapport à la microstructure GG-std. Il est intéressant de remarquer aussi que la microstructure GG-air est plus performante dans les essais de traction monotone par rapport à celle GG-std. La microstructure GG-std est soumise à une déformation plastique macroscopique plus élevée ce qui pourrait expliquer la différence de comportement aux fortes contraintes. La différence pourrait aussi venir d'un comportement différent des microstructures concernant l'interaction avec le mouvement des dislocations. Avec les données actuelles, il est difficile de statuer sur ce point et il serait judicieux de refaire des essais au même niveau de déformation plastique.

Enfin, il faut noter aussi que les valeurs du coefficient de Norton trouvées pour toutes les microstructures GG pour les contraintes plus faibles restent très élevées. Ce résultat montre que la rupture de pente détectée indique le passage entre un mécanisme purement de type "dislocations" à une zone transitoire. Les phénomènes purement diffusifs pour ces microstructures sont activés dans des plages de contraintes plus faibles par rapport à celles étudiées dans les essais présentés.

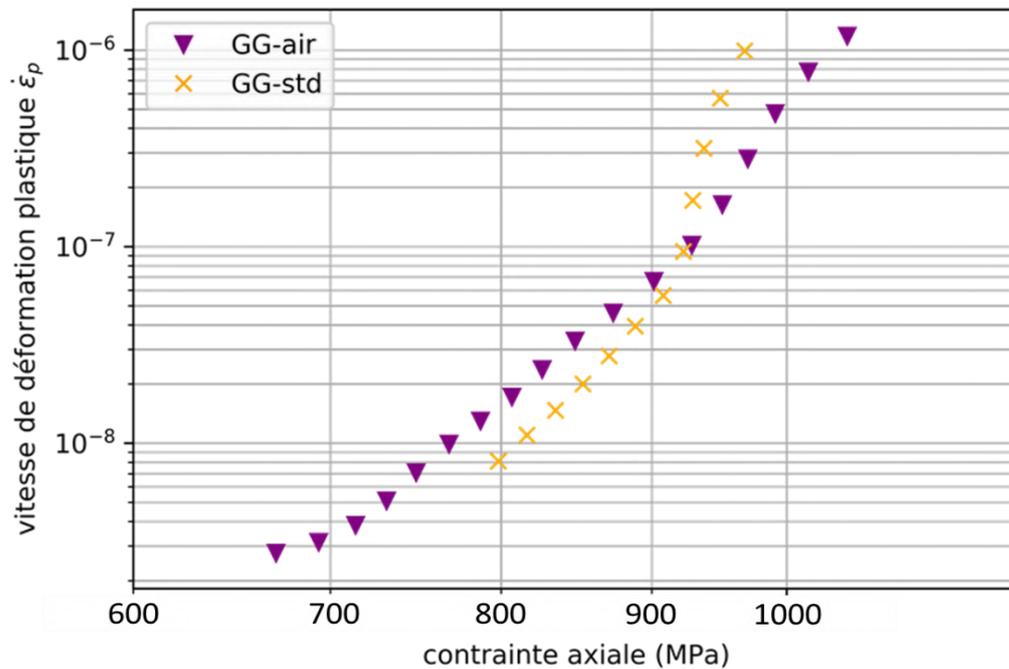


Figure 87 : Diagramme de Norton issu des essais de relaxation à 700°C sur les microstructures GG-std et GG-air ($\epsilon_{tot} = 2\%$)

La Figure 88 montre les courbes de relaxation obtenues pour les microstructures monogranulaires. Il est rappelé ici que chaque microstructure possède une distribution de précipités différente. La microstructure SX-GG est la seule qui montre une relaxation très marquée. Les autres éprouvettes monogranulaires relaxent de manière très faible.

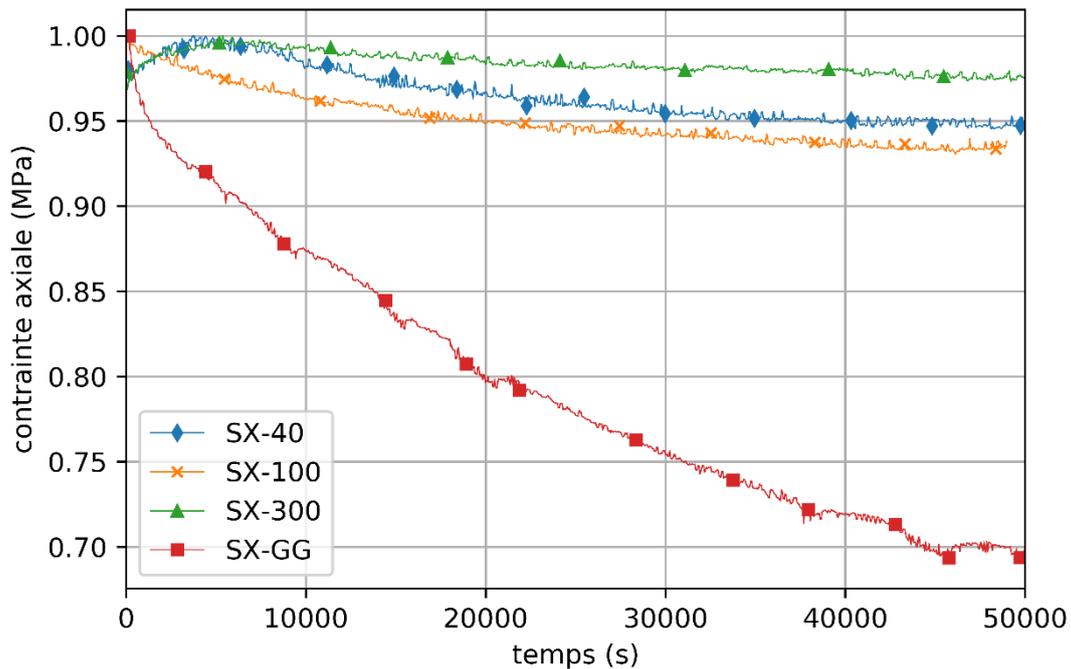


Figure 88 : Courbes de relaxation des éprouvettes monogranulaires SX-GG, SX-40, SX-100 et SX-300 testées à 700°C ($\epsilon_{tot} = 2\%$)

D'après la Figure 88, les microstructures SX-40 et SX-300 présentent une augmentation initiale de la contrainte avant de relaxer. Ce phénomène est dû à une contraction de l'échantillon pendant les premières phases de relaxation qui induit une augmentation de la contrainte. Des études préalables ont montré l'existence de ce phénomène sur le superalliage base nickel Inconel 718 [17] ; dans ce cas la contraction est liée à la précipitation de la phase γ'' [18]–[20]. L'apparition de ce mécanisme a été mise en évidence aussi sur l'AD730TM dans une étude plus récente [7] ; dans ce cas la contraction est liée à la précipitation de la phase γ' . Il a été observé que la contraction de l'échantillon est due majoritairement à une évolution de la distribution des précipités (en particulier de la taille moyenne) et de transformations chimiques dans les phases γ et γ' . En outre, l'apparition du phénomène dépend de la contrainte de relaxation initiale et de la présence ou non d'une pré-déformation plastique. Durand et al. [7] ont étudié une microstructure similaire à la microstructure GF de cette étude soumise à deux contraintes initiales de relaxation différentes : 500MPa et 900MPa. Dans le cas de la contrainte plus faible, une augmentation de la contrainte a été observée dans les premiers instants de l'essai de relaxation, alors qu'une allure classique a été obtenue lors de l'essai à contrainte initiale plus élevée. Pourtant ces phénomènes transitoires restent limités en amplitude au regard de l'évolution globale sur des temps longs.

4.4 Synthèse des résultats et conclusions

La campagne d'essais a permis de mettre en évidence l'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques en traction et en traction/relaxation de l'AD730™. Les Tableau 13 et Tableau 14 résumant respectivement les principaux résultats obtenus via les essais de traction sur les microstructures monogranulaires et polycristallines. Une forte influence de la microstructure de précipitation sur les propriétés en traction a été observée. En particulier, la limite d'élasticité est fortement affectée par ce paramètre. Concernant les microstructures unimodales ou quasi-unimodales, une précipitation plus fine conduit à une augmentation de la limite d'élasticité. Les microstructures multimodales ont montré des performances nettement plus élevées.

Tableau 13 : Propriétés en traction des éprouvettes monogranulaires en AD730™ ($\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$)

Microstructure	Température (°C)	E (GPa)	Facteur de Schmid	Rp0.2 (MPa)	CRSS (MPa)	Rm (MPa)	A% (Rupture)
SX-40	700	91	0.434	612	266	-	-
SX-100	700	91	0.422	708	299	-	-
SX-300	700	87	0.425	745	317	-	-
SX-lr	20	157	0.490	698	342	905	55
	700	155	0.493	657	324	814	51
SX-air	20	188	0.493	791	355	925	58
	700	125	0.496	697	346	798	50
SX-eau	20	173	0.493	755	372	946	66
	700	143	0.496	717	355	759	55
SX-GG	500	103	0.439	921	404	1061	23
	700	88	0.433	986	427	-	-

La taille moyenne des grains permet aussi de contrôler la limite d'élasticité. Comme attendu, une microstructure granulaire plus fine a permis d'atteindre une limite d'élasticité plus élevée. Cependant, les données obtenues ne suivent pas une allure linéaire en fonction de $\frac{1}{\sqrt{d}}$ (comme prévu par la loi de Hall-Petch). En outre, la valeur trouvée pour le coefficient de la loi de Hall-Petch s'éloigne nettement de celles reportées dans la littérature pour des alliages similaires.

Deux aspects peuvent être à la base de cette allure :

- Une différence en termes de microstructures de précipitation entre les microstructures analysées.
- Une influence néfaste de la déplétion de précipitation aux joints de grains.

L'influence d'une microstructure de précipitation différente sera investiguée ultérieurement en s'appuyant sur les modèles de durcissement par précipitation présentés au chapitre suivant. En effet, l'identification d'un modèle capable de prédire la seule influence de la précipitation permet d'obtenir, dans le cas d'un polycristal, la contribution de joints de grains seuls. Une fois cette contribution obtenue pour tous les polycristaux, il est possible de s'affranchir de l'influence de la précipitation et d'évaluer plus précisément le rôle de la taille de grains dans une approche type « Hall-Petch ».

Tableau 14 : Récapitulatif des résultats des essais de traction sur les microstructures polycristallines en AD730TM ($\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$)

Microstructure	Température (°C)	E (GPa)	Rp0.2 (MPa)	Rm Rationnelle (MPa)	A% (Rupture)
GF	20	193	1266	1955	23
	500	166	1179	1836	22
	700	166	1169	-	-
GG-std	20	209	909	1695	23
	500	154	909	1431	16
	700	158	918	-	-
TGG-std	20	194	835	1213	11
	500	148	771	1198	15
	700	153	773	-	-
GG-air	20	177	1084	1753	18
	500	180	986	1413	13
	700	159	1020	-	-
GG-eau	20	184	1064	1675	17
	500	160	1033	1507	17
	700	149	1013	-	-
TGG-lr	20	192	919	1351	11
	500	157	857	1223	17
	700	160	873	-	-

Il est rappelé ici que pour les microstructures monogranulaires SX-eau/air/lr et polycristallines GG-eau, GG-air et TGG-lr la présence d'une population de précipités tertiaires très fins non détectés (ou à peine détectés) est possible. Cet aspect expliquerait par exemple les limites d'élasticité plu élevées mesurées pour les microstructures GG-eau, GG-air et TGG-lr, par rapport aux microstructures polycristallines multimodales correspondantes (GG-std et TGG-std). Cette hypothèse sera vérifié au cours du chapitre 5 à l'aide des modèles.

Enfin, les essais de relaxation ont permis d'étudier le comportement visqueux des différentes microstructures. Les résultats ont montré à la fois une influence marquée de la précipitation et de la taille de grains. Cependant, il est important de remarquer que le comportement en relaxation du matériau est complexe et son étude mériterait une campagne d'essais dédiée et bien conçue. En outre, les essais ont été effectués à déformation totale maximale égale pour toutes les éprouvettes testées. Compte-tenu de leurs propriétés en traction (notamment leur limite d'élasticité) très différentes, les éprouvettes ont donc été soumises à des déformations plastiques différentes entre elles. Cette différence engendre une variation des conditions initiales des essais de relaxation entre les différentes éprouvettes, rendant plus complexe la comparaison des résultats. Il serait intéressant de répéter les essais en appliquant une déformation plastique identique pour toutes les microstructures avant relaxation. Pour ces raisons, les résultats de relaxation obtenus au cours de cette étude seront utilisés pour une analyse seulement qualitative de l'influence microstructurale sur le comportement visqueux.

Les résultats obtenus, en plus de permettre l'étude directe de l'influence de la microstructure sur les propriétés, seront utilisés dans la suite pour la mise en place de la démarche de simulation du comportement. En particulier, les données expérimentales seront extrêmement utiles pour alimenter les modèles analytiques et, ensuite, pour la phase de validation des résultats. Ces modèles seront ensuite intégrés au sein des modèles de simulation en champ complet. Encore une fois, les résultats expérimentaux seront fondamentaux pour la validation des prédictions obtenues via les simulations. Cet aspect illustre la synergie entre l'étude expérimentale et la simulation du comportement mécanique développées au cours de cette étude.

4.6 Bibliographie

- [1] W. Mangen and E. Nembach, “The effect of grain size on the yield strength of the γ' -hardened superalloy NIMONIC PE16,” *Acta Metall.*, vol. 37, no. 5, pp. 1451–1463, 1989, doi: 10.1016/0001-6160(89)90177-6.
- [2] E. I. Galindo-Nava, L. D. Connor, and C. M. F. Rae, “On the prediction of the yield stress of unimodal and multimodal γ' Nickel-base superalloys,” *Acta Mater.*, vol. 98, pp. 377–390, 2015, doi: 10.1016/j.actamat.2015.07.048.
- [3] R. W. Kozar, A. Suzuki, W. W. Milligan, J. J. Schirra, M. F. Savage, and T. M. Pollock, “Strengthening mechanisms in polycrystalline multimodal nickel-base superalloys,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 40, no. 7, pp. 1588–1603, 2009, doi: 10.1007/s11661-009-9858-5.
- [4] D. Raynor and J. M. Silcock, “Strengthening Mechanisms in γ' Precipitating Alloys,” *Met. Sci. J.*, pp. 121–130, 1970, doi: 10.1179/msc.1970.4.1.121.
- [5] A. Devaux, B. Picqué, M. F. Gervais, E. Georges, T. Poulain, and P. Héritier, “AD730TM - A New Nickel-Based Superalloy for High Temperature Engine Rotative Parts,” in *Superalloys 2012, TMS: Warrendale, PA, USA*, 2012, pp. 911–919.
- [6] F. Pettinari-Sturmel *et al.*, “Creep behavior in the new AD730TM nickel-based disk superalloy – Influence of aging heat treatment and local chemical fluctuations,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 754, pp. 9–17, 2019, doi: 10.1016/j.msea.2019.02.088.
- [7] M. Durand, J. Cormier, P. Villechaise, J.-M. Franchet, C. Dumont, and N. Bozzolo, “Metallurgical Mechanisms upon Stress Relaxation Annealing of the AD730TM Superalloy,” in *Superalloys 2020, TMS: Warrendale, PA, USA*, 2020, pp. 546–558.
- [8] S. Rahimi, M. King, and C. Dumont, “Stress relaxation behaviour in IN718 nickel based superalloy during ageing heat treatments,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 708, pp. 563–573, 2017, doi: 10.1016/j.msea.2017.09.116.
- [9] Y. Wang, J. Dong, M. Zhang, and Z. Yao, “Stress relaxation behavior and mechanism of AEREX350 and Waspaloy superalloys,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 678, pp. 10–22, 2016, doi: 10.1016/j.msea.2016.09.077.
- [10] H. Jiang, J. Yang, J. Dong, M. Zhang, Z. Yao, and X. Xie, “Stress relaxation behavior comparison of typical nickel-base superalloys for fasteners,” in *9th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, TMS: Warrendale, PA, USA*, 2018, pp. 789–804, doi:

10.1007/978-3-319-89480-5_53.

- [11] L. Thébaud *et al.*, “Is there an optimal grain size for creep resistance in Ni-based disk superalloys?,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 716, pp. 274–283, 2018, doi: 10.1016/j.msea.2017.12.104.
- [12] M. Durand, “Analyse des mécanismes métallurgiques survenant dans l’alliage AD730TM au cours du revenu de relaxation des contraintes,” *Thèse de doctorat - Mines Paristech. France*. 2021.
- [13] H. Fecht and D. Furrer, “Processing of nickel-base superalloys for turbine engine disc applications,” *Advanced Engineering Materials*. pp. 777–787, 2000, doi: 10.1002/1527-2648(200012)2:12<777::AID-ADEM777>3.0.CO;2-R.
- [14] J. Mao, K.-M. Chang, V. L. Keefer, and D. Furrer, “An investigation on quench cracking behavior of superalloy udimet 720LI using a fracture mechanics approach,” *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 9, no. 2, pp. 204–214, 2000, doi: 10.1361/105994900770346169.
- [15] D. ~U. Furrer, R. Shankar, and C. White, “Optimizing the heat treatment of Ni-based superalloy turbine discs,” *JOM - J. Miner. Met. Mater. Soc.*, vol. 55, no. 3, pp. 32–34, 2003, doi: 10.1007/s11837-003-0157-0.
- [16] H. Monajati, M. Jahazi, R. Bahrami, and S. Yue, “The influence of heat treatment conditions on γ' characteristics in Udimet® 720,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 373(1–2), pp. 286–293, 2004, doi: 10.1016/j.msea.2004.01.027.
- [17] H. Qin *et al.*, “Study of precipitation-assisted stress relaxation and creep behavior during the ageing of a nickel-iron superalloy,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 742, pp. 493–500, 2019, doi: 10.1016/j.msea.2018.11.028.
- [18] S. L. Semiatin, P. N. Fagin, R. L. Goetz, V. Venkatesh, and M. G. Glavicic, “Effect of Test Method on Stress-Relaxation Behavior of Alloy 718,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 50, no. 3, pp. 1397–1408, 2019, doi: 10.1007/s11661-018-5092-3.
- [19] J. Cormier *et al.*, “In-Situ Determination of Precipitation Kinetics During Heat Treatment of Superalloy 718,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 52, no. 2, pp. 500–511, 2021, doi: 10.1007/s11661-020-06078-4.
- [20] S. L. Semiatin *et al.*, “A Fast-Acting Method for Simulating Precipitation During Heat Treatment of Superalloy 718,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 52, no. 2, pp. 483–499, 2021, doi: 10.1007/s11661-020-06092-6.

5 Modélisation du durcissement des superalliages base Nickel γ/γ'

5.1 Etat de l'art

Le comportement mécanique exceptionnel des superalliages base Nickel à haute température est principalement attribué à la présence de la précipitation (cf. §2.2.1.2), qui peut augmenter la limite d'élasticité de l'alliage jusqu'à 5 fois par rapport à celle de la phase γ seule. Il est donc évident que, dans le but de prédire le comportement en traction d'un superalliage base Nickel, la modélisation du durcissement par précipitation est fondamentale. Dans le chapitre 2, les mécanismes principaux de durcissement par précipitation ont été présentés. Il a été vu que les précipités agissent comme des obstacles pour les dislocations mobiles dans la phase γ . Une dislocation peut franchir un précipité en le cisillant (précipités de petite taille) ou en le contournant (précipités de grande taille). En particulier deux mécanismes de cisaillement ont été observés, un cisaillement par paires faiblement couplées (*weak pair coupling*) et un cisaillement par paires fortement couplées (*strong pair coupling*).

Les analyses expérimentales proposées dans le chapitre 4 ont montré que l'influence de la précipitation sur le comportement d'un grain porte majoritairement sur sa cission résolue critique. Le but de cette étude étant la modélisation du comportement en traction des superalliages base Nickel, nous avons choisi d'utiliser des modèles analytiques, physiquement fondés, proposant une expression de l'influence de la précipitation sur la cission résolue critique. Par le passé, plusieurs modèles ont été proposés par différents auteurs. Goodfellow [1] en a proposé récemment une synthèse. Généralement, les modèles plus anciens tentent de prédire l'influence de distributions unimodales à faibles fractions volumiques de précipitation [2]–[5]. Dans les superalliages polycristallins modernes, des distributions multimodales sont généralement souhaitées avec des fractions volumiques élevées. Pour cette raison, les travaux plus récents visent à modéliser des microstructures de ce type [6]–[9]. Les autres sources principales de durcissement sont représentées par la taille de grains et les éléments en solution solide.

Au cours de ce chapitre, une démarche de modélisation complète du durcissement d'un superalliage base Nickel est proposée afin de prédire la cission résolue critique d'un monograin et la limite d'élasticité d'un polycristal. Les contributions des éléments en solution solide et de la taille de grains seront prises en compte à l'aide de modèles analytiques simples. L'étude de l'influence de la précipitation représente le cœur de ce travail, mené en lien avec l'étude expérimentale. Une

modélisation analytique physiquement fondée sera donc proposée pour prédire le durcissement dans le cas de microstructures multimodales à fraction volumique élevée.

5.1.1 Formulation des modèles de durcissement par précipitation

Un des points essentiels concernant les mécanismes de glissement, entre la structure CFC de la matrice γ et les précipités γ' , est le glissement par paires de dislocations dans la phase γ' . Une dislocation $a/2 \langle 1\bar{1}0 \rangle \{111\}$ représente une dislocation parfaite dans le réseau CFC qui ne peut pas entrer dans les précipités sans former une paroi d'antiphase [10]. Pour cette raison, il est nécessaire que les dislocations se meuvent par paires, de sorte que la deuxième dislocation élimine la paroi d'antiphase introduite par la première. Le passage de la première dislocation se traduit par l'introduction d'un défaut d'empilement dans les précipités conduisant à la formation de liaisons Ni-Ni et Al-Al et donc à la naissance d'une paroi d'antiphase. L'énergie associée à cette paroi d'antiphase représente une barrière qui doit être surmontée pour qu'une dislocation puisse franchir un précipité. La valeur de contrainte nécessaire pour franchir les précipités est de l'ordre de grandeur de γ_{APB}/b [10] (avec γ_{APB} l'énergie de paroi d'antiphase et b la magnitude du vecteur de Burgers). C'est la valeur considérablement élevée du rapport γ_{APB}/b qui explique l'importance du durcissement par précipitation dans cette classe d'alliage.

5.1.1.1 Formulation des modèles classiques

De très nombreuses études ont été réalisées afin de caractériser l'effet du cisaillement des précipités sur la limite d'élasticité des superalliages. En particulier, deux classes principales de mécanismes et modèles associés ont été développés : celui concernant les précipités de petite taille (couplage de type faible) et celui relatif aux précipités de plus grande taille (couplage de type fort). Ces modèles sont capables de décrire le comportement des matériaux avec une distribution unimodale et avec une faible fraction volumique de phase γ' .

5.1.1.1.1 Cisaillement par couplage faible

Lorsque les précipités sont de petite taille, la distance entre la paire de dislocations est élevée par rapport à la taille moyenne des précipités [11], [12]. À la base du modèle de couplage faible, il y a deux hypothèses simplificatrices :

- Précipités de forme sphérique
- Faible fraction volumique de phase γ'

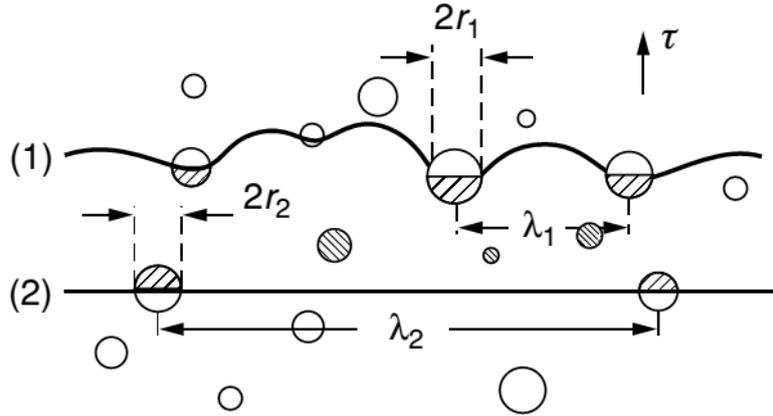


Figure 89: Représentation schématique du couplage faible (adapté de [10]).

Sur le schéma de l'interaction de type faible (Figure 89), l'espacement de Friedel (noté λ) représente la distance moyenne entre les particules de précipitation. En imposant l'équilibre entre les différentes forces agissantes, il est possible d'écrire les équations d'équilibre pour les deux dislocations représentées. En particulier, il y a trois contributions différentes [10] :

- La force motrice générée par la contrainte appliquée τ
- La force élastique R exercée mutuellement entre les deux dislocations, répulsive puisque les dislocations ont la même orientation. Cette force maintient le couple séparé.
- La force d'épinglage F générée par l'énergie de la paroi d'antiphase

Les équations d'équilibre suivantes sont obtenues pour les deux dislocations :

$$\tau b \lambda_1 + R + F_1 = 0 \quad \text{Équation 5.1}$$

$$\tau b \lambda_2 - R + F_2 = 0 \quad \text{Équation 5.2}$$

où b est le vecteur de Burgers et :

$$F_1 = -2\gamma_{APB}r_1 \quad \text{Équation 5.3}$$

$$F_2 = +2\gamma_{APB}r_2 \quad \text{Équation 5.4}$$

F_1 et F_2 ont des signes opposés parce que le passage de la première dislocation introduit l'énergie de paroi d'antiphase et celui de la deuxième l'annihile. En sommant les deux équations précédentes

et en observant que généralement $\lambda_1 \approx \lambda_2$, on obtient la valeur de contrainte nécessaire pour cisailer le précipité (τ_p):

$$\tau_p = \frac{\gamma_{APB}}{b} \left(\frac{2r_1 - 2r_2}{\lambda_1 + \lambda_2} \right) \approx \frac{\gamma_{APB}}{2b} \left(\frac{2r_1}{\lambda_1} - \frac{2r_2}{\lambda_2} \right) \quad \text{Équation 5.5}$$

Il a été observé que la première dislocation contrôle le processus de franchissement des précipités. En particulier, celle-ci doit se courber de manière à générer une tension permettant de dépasser la force d'épinglage créée par l'obstacle [10]. Un schéma de ce phénomène est montré dans la Figure 90. L'interaction donne lieu à la formation d'un angle de courbure φ , la tension de ligne appliquée par la dislocation étant notée Ten .

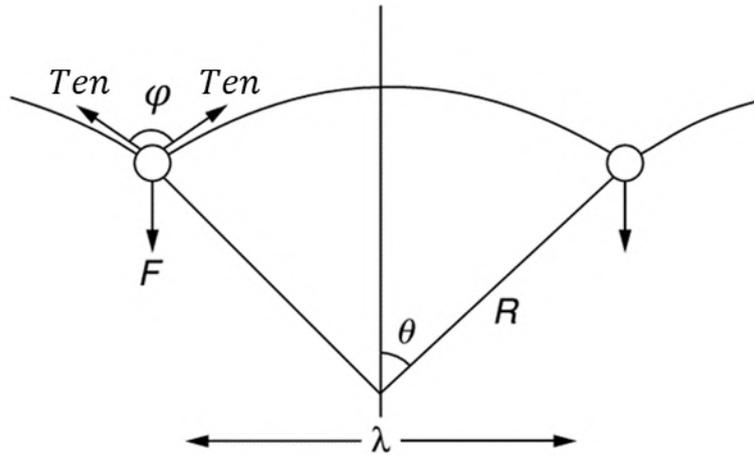


Figure 90: Schématisation de la naissance de la tension sur la ligne de dislocation (couplage faible) [10].

Au contraire, la deuxième dislocation est droite, il n'y a pas d'angle de courbure et il est donc possible de dire que $\frac{2r_2}{\lambda_2} = f$ (où f représente la fraction volumique des précipités). Il reste à estimer le rapport $\frac{2r_1}{\lambda_1}$. Pour ce faire, il est nécessaire de formuler une autre hypothèse simplificatrice : les précipités ont une distribution régulière dans l'espace, avec un réseau carré d'espacement L (Figure 91). De cette façon, il est possible d'écrire :

$$L = \left(\frac{2\pi}{3f} \right)^{1/2} r_1 \quad \text{Équation 5.6}$$

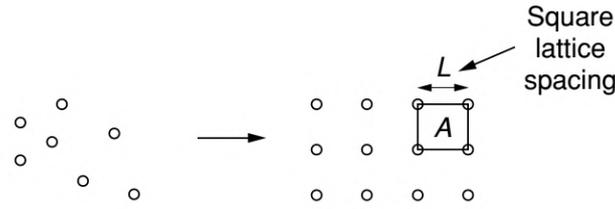


Figure 91: Transformation due to the hypothesis of ordered precipitates in a square lattice (adapted from [10]).

Sur la base du schéma montré dans la Figure 90, on peut écrire :

$$2T \cos\left(\frac{\varphi}{2}\right) = F \quad \text{Équation 5.7}$$

$$\lambda_1 = 2R \sin \theta \quad \text{Équation 5.8}$$

La tension de ligne de dislocation Ten est estimée comme :

$$Ten = \frac{1}{2} G b^2 \quad \text{Équation 5.9}$$

où G est le module de cisaillement du matériau. Grâce aux substitutions appropriées, il est enfin possible d'écrire l'équation finale :

$$\tau_p = \frac{\gamma_{APB}}{2b} \left[\left(\frac{6\gamma_{APB} f r}{\pi T} \right)^{1/2} - f \right] \quad \text{Équation 5.10}$$

Dans la formule on voit une dépendance linéaire par rapport à $r^{1/2}$ (à fraction volumique de précipités constante). Cette dépendance n'est respectée que pour les précipités de petite taille. En effet, lorsque $r^{1/2}$ commence à être trop élevé, certaines hypothèses de base de la formulation ne sont plus respectées. Par exemple, l'hypothèse de précipités ponctuels n'est plus applicable. De plus, la distance entre la paire de dislocations est comparable à la taille des précipités. Dans ce cas, on parle de mécanisme de couplage de type fort.

5.1.1.1.2 Variantes d'Ardell et Kozar

Différentes modifications ont été proposées pour le modèle classique de couplage de type faible [7], [13], [14]. En particulier Ardell et al. [15] et Kozar et al. [7] ont introduit dans la modélisation l'influence de la taille des précipités (considérés sphériques) en surmontant les limites de l'hypothèse de particules ponctuelles. La prise en compte de la taille des particules dans les

équations d'équilibre permet d'obtenir des résultats plus réalistes. Les deux formulations proposées par ces auteurs sont les suivantes :

$$\tau_p^{Ardell} = \frac{\gamma_{APB}}{b} \left(\frac{-B + \sqrt{\frac{1}{3} B^2 + 4B}}{2 \left(1 - \frac{1}{6} B\right)} - f \right) \quad \text{Équation 5.11}$$

$$\tau_p^{Kozar} = \frac{\gamma_{APB}}{b} \left(\sqrt{\frac{\gamma_{APB} r}{T_k} \frac{r}{L_s}} - \frac{\pi}{2} \left(\frac{r}{L_s} \right)^2 \right) \quad \text{Équation 5.12}$$

avec la tension de ligne de dislocation $T_k = 0.36Gb^2$; $B = \frac{3\pi\gamma_{APB}fr}{32T_{ten}}$; $L_s = \left(\frac{8}{3\pi f}\right)^{1/2} 2r - 2r$.

La Figure 92 montre les prédictions de la cission critique résolue à température ambiante obtenues pour un alliage NiAl par le modèle classique de couplage de type faible et les deux variantes proposées par Ardell et Kozar. En regardant le graphique en Figure 92, l'Équation 5.11 et l'Équation 5.12 il est possible de remarquer que le modèle de couplage de type faible et celui de Kozar possèdent la même allure en fonction de r et f , alors que le modèle de Ardell présente une relation plus compliquée. En outre, le modèle classique et celui de Ardell prédisent des valeurs négatives de durcissement données par une surestimation de la force d'ancrage agissant sur la deuxième dislocation de la paire [9].

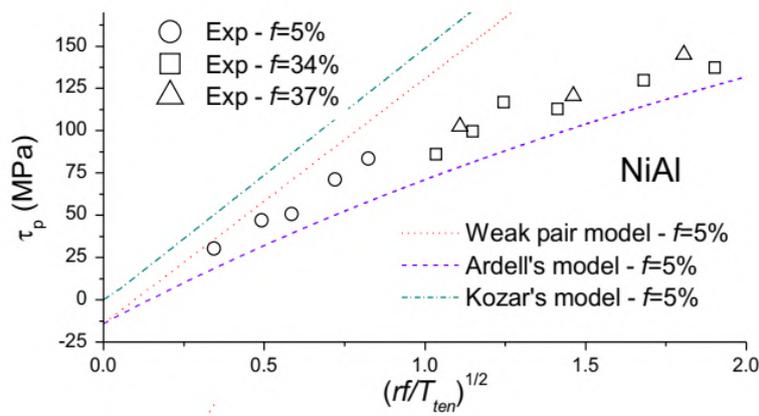


Figure 92 : Prédiction de la cission critique résolue à température ambiante pour un alliage NiAl par le modèle de couplage faible et les variantes de Ardell et Kozar [9].

5.1.1.1.3 Cisaillement par couplage fort

Comme anticipé dans le paragraphe précédent, le couplage de type fort est un phénomène qui se présente pour des précipités de taille plus élevée. Puisque dans ce cas la distance entre deux dislocations qui se déplacent par paires est comparable à la taille des précipités, il est possible que le couple de dislocations soit contenu complètement dans un même précipité. Un schéma représentatif de ce type d'interaction est montré dans la Figure 93.

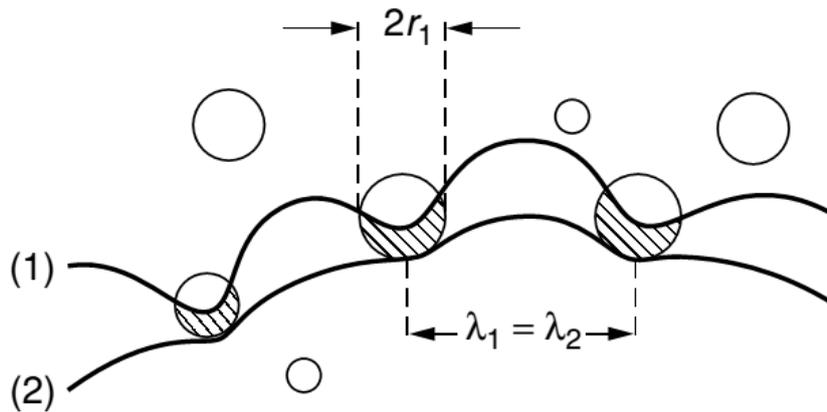


Figure 93 : Représentation schématique du couplage fort (adapté de [10]).

Dans ce cas, il est possible de montrer que l'interaction entre dislocations et précipités est fortement dépendante de la force de répulsion élastique R . L'espacement de Friedel est le même pour les deux dislocations ($\lambda_1 = \lambda_2$) et il est supposé égal à l'espacement L du réseau ordonné carré. En combinant de manière appropriée les deux équations d'équilibre précédemment trouvées, on obtient :

$$2\tau bL + (F_1 + F_2) = 0 \quad \text{Équation 5.13}$$

$$2R + (F_1 - F_2) = 0 \quad \text{Équation 5.14}$$

Ainsi, d'après l'Équation 5.13 :

$$\tau = -\frac{1}{2} \frac{F_1 + F_2}{bL} \quad \text{Équation 5.15}$$

Les deux forces F dépendent de la longueur l du trait de dislocation compris dans le précipité pendant le franchissement (Figure 94). À partir de considérations géométriques on obtient pour des précipités sphériques que :

$$l(x) = 2(2rx - x^2)^{1/2} \quad \text{Équation 5.16}$$

où x représente la distance déjà parcourue par la dislocation franchissant le précipité à partir du point d'entrée.

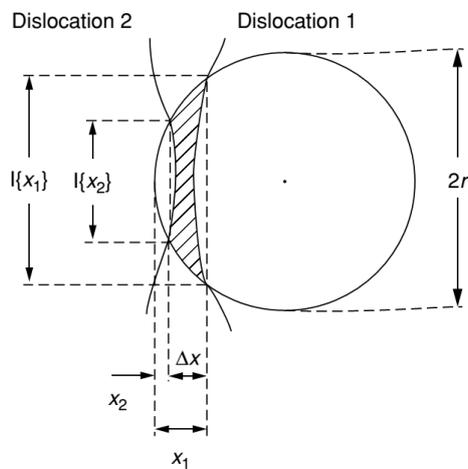


Figure 94 : Représentation schématique de l'interaction entre un couple de dislocations et un précipité sphérique dans le cas du couplage fort [10].

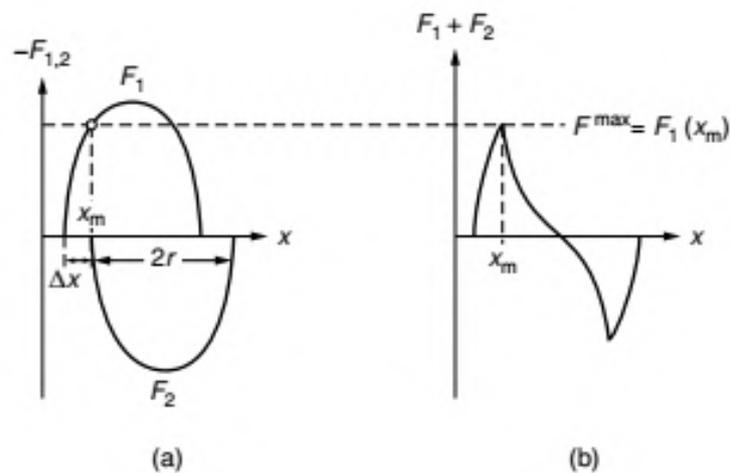


Figure 95 : Représentation des deux forces d'épingleage F_1 et F_2 (a) et de leur somme.

Dans la Figure 95 sont représentés les graphiques de F_1 et F_2 et leur somme en fonction de la distance x . On note que la valeur maximale de la somme est obtenue pour $x = x_m$, c'est-à-dire au moment où la deuxième dislocation touche le précipité. Dans ce cas, nous avons $F_2 = 0$ et donc :

$$2\tau bL = -F_1(x_m) = \gamma_{APB}l(x_m) = 2R \quad \text{Équation 5.17}$$

Dans la dernière équation trouvée, l'influence de la force de répulsion élastique sur la contrainte de cisaillement critique est évidente. La valeur de R peut être estimée en se basant sur la théorie des dislocations. En effet, deux dislocations à une distance x_m produisent une force linéique V de répulsion environ égale à [10] :

$$V \approx \frac{Gb^2}{2\pi x_m} \quad \text{Équation 5.18}$$

En introduisant un facteur correctif w , il est donc possible d'écrire :

$$R = w \left(\frac{Gb^2}{2\pi} \right) \frac{l(x_m)}{x_m} \quad \text{Équation 5.19}$$

En substituant la valeur trouvée pour R dans l'Équation 5.17, il est possible de déterminer une première estimation à la fois pour τ et pour x_m :

$$\tau = \frac{1}{2} \left(\frac{Gb}{L} \right) \frac{w l(x_m)}{\pi x_m} \quad \text{Équation 5.20}$$

$$x_m = \frac{2w}{\gamma_{APB}} \left(\frac{Gb^2}{2\pi} \right) \quad \text{Équation 5.21}$$

En combinant ces deux équations et l'Équation 5.16, nous obtenons l'estimation de la valeur de contrainte de cisaillement critique qui doit être appliquée pour que les dislocations puissent franchir les précipités :

$$\tau_p = \frac{1}{2} \left(\frac{Gb}{L} \right) \frac{2w}{\pi} \left(\frac{2\pi\gamma_{APB}r}{wGb^2} - 1 \right)^{1/2} \quad \text{Équation 5.22}$$

Finalement, en remplaçant aussi l'expression de L, il vient :

$$\tau_p = \sqrt{\frac{3}{2}} \left(\frac{Gb}{r}\right) f^{1/2} \frac{w}{\pi^{3/2}} \left(\frac{2\pi\gamma_{APB}r}{wGb^2} - 1\right)^{1/2} \quad \text{Équation 5.23}$$

Il est intéressant de noter que, dans ce cas, la valeur critique de la contrainte de cisaillement diminue de manière monotone au fur et à mesure que la taille des précipités augmente. Nous avons donc un comportement inversé par rapport à celui du couplage de type faible. Cette observation suggère donc que la valeur la plus élevée de la contrainte critique (et donc le meilleur effet de durcissement) est obtenue dans la zone de transition entre les deux types d'interaction. Cet aspect a été vérifié sur une large gamme de superalliages durcis par précipitation testés expérimentalement, comme par exemple sur l'U720Li [14] et le RR1000 [16]. Il est donc évident que la zone de transition entre les deux types de couplage est celle qui présente le plus d'intérêt lorsque l'on souhaite optimiser la précipitation de la phase γ' dans un superalliage γ/γ' .

5.1.1.1.4 Contournement d'Orowan

Pour des particules suffisamment grandes, la contrainte nécessaire pour qu'une dislocation franchisse un précipité est plus élevée que celle requise pour le contournement. Dans ce cas, le mécanisme de contournement d'Orowan est activé parce qu'il est énergétiquement plus avantageux [17]. Une représentation schématique de ce phénomène est montrée dans la Figure 96.

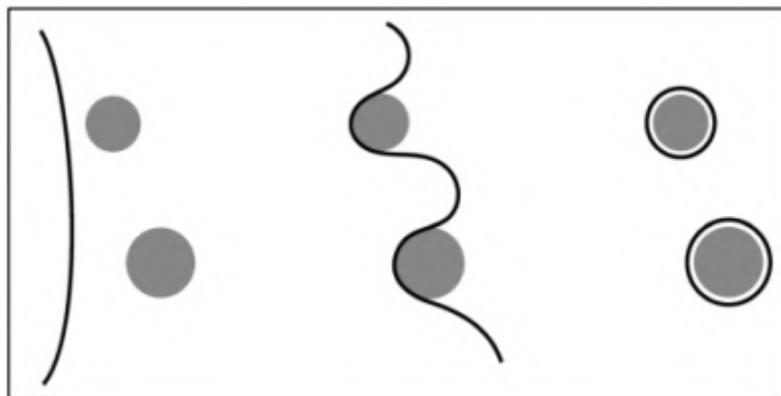


Figure 96 :: Représentation schématique du phénomène de contournement d'Orowan [18].

La contrainte de contournement d'Orowan est donnée par l'équation suivante [19] :

$$\tau_{oro} = \frac{3Gb}{2L} \quad \text{Équation 5.24}$$

Il est possible de déterminer une valeur critique du rayon des précipités (r_c) qui détermine la transition du mécanisme de franchissement par cisaillement à celui de contournement tout simplement en imposant :

$$\tau_p = \tau_{oro} \quad \text{Équation 5.25}$$

5.1.1.2 Analyse des prédictions des modèles classiques

La Figure 97 montre la comparaison entre les résultats expérimentaux et la prédiction obtenue via les modèles classiques d'interactions faible et forte pour deux matériaux ayant respectivement une fraction faible et une fraction élevée en précipitation. Les données expérimentales ont été obtenues par Raynor et al. [4] et Reppich et al. [19], [20]. Les courbes ont été tracées par Galindo-Nava et al. [9] et une constante de $100 \text{ MPa}/f^{1/2}$ a été ajoutée aux prédictions pour prendre en compte d'autres effets de durcissement (notamment l'influence de la taille de grains et des éléments en solution solide). Dans la Figure 97 (a) une bonne approximation des résultats expérimentaux par les deux modèles est évidente. Au contraire, sur la Figure 97 (b) on observe que, pour les fractions volumiques élevées, le modèle d'interaction faible n'est pas en mesure de produire une bonne prédiction. Le deuxième problème des modèles classiques est qu'il n'y a pas de transition continue entre les deux types de comportement, ce qui conduit à des prédictions incohérentes dans la zone de transition. L'écart entre les prédictions et les résultats expérimentaux est accentué dans le cas de fractions de précipitation élevées et d'une distribution multimodale. En particulier, il faut remarquer que les précipités γ' tertiaires ont généralement des dimensions contenues dans la zone de transition. Cette plage de taille contient la valeur maximale de durcissement atteignable. En outre, les zones à proximité du maximum sont caractérisées par des fortes variations de la cission critique avec la taille. Enfin, la caractérisation des précipités de petite taille est très délicate, ce qui rend plus compliquée la phase d'identification des modèles en s'appuyant sur les mesures expérimentales. Pour ces raisons, l'analyse des résultats dans cette plage est cruciale.

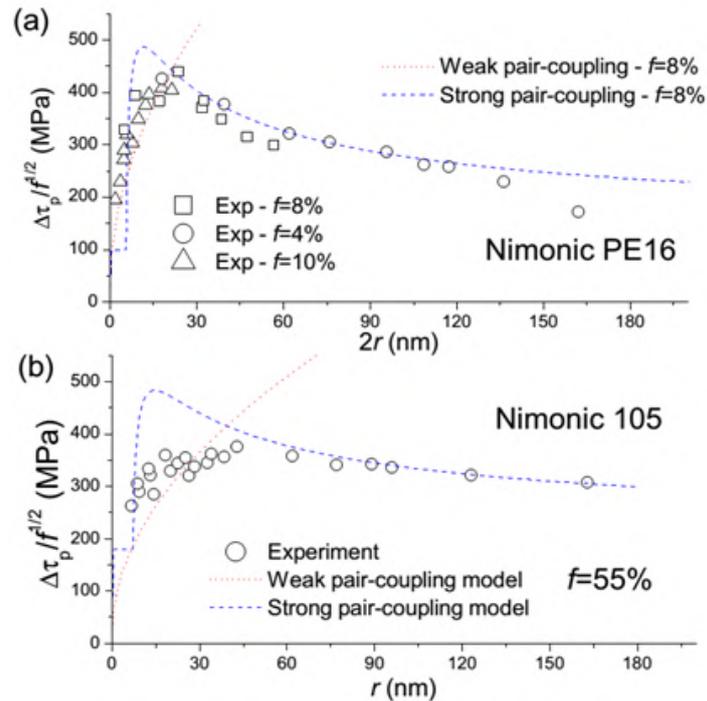


Figure 97 : Application des modèles de couplage faible et fort à deux alliages ayant respectivement une faible fraction volumique (a) et une fraction volumique élevée (b) de précipités ; comparaison avec les résultats expérimentaux [9].

5.1.1.3 Modèle de Galindo-Nava

Comme vu précédemment, les modèles classiques ont des limitations liées aux hypothèses qui sont à la base de leurs formulations. Galindo-Nava et al. ont donc développé un modèle pour surmonter ces dernières. Les principales limites identifiées sont [9] :

- Absence d'analyse détaillée dans la zone de transition entre couplage de type faible et fort.
- Effet de durcissement négatif prédit par le modèle de couplage faible pour les précipités de petite taille.
- Hypothèse d'interaction entre les dislocations et des précipités considérés ponctuels, ce qui n'est acceptable que pour des fractions volumiques faibles.
- Surestimation de la contrainte critique par le modèle de couplage fort dans la zone de transition, surtout pour des fractions de précipités élevées
- Impossibilité de prendre en compte des distributions multimodales de précipitation

La modèle de Galindo-Nava et al. [9] a été développé dans le but de surmonter toutes ces limites et de proposer une formulation unifiée adaptée à des microstructures multimodales. Les détails de la formulation seront donc présentés dans la suite.

5.1.1.3.1 Formulation du modèle unimodal

La première limite des modèles classiques à surmonter est la description du comportement dans la plage de transition. Par définition cette valeur maximale de contrainte critique est obtenue lorsque

la courbure de la dislocation est annulée (passage à l'interaction de type fort). Brown et Ham [11] ont observé que cela se produit quand :

$$T_{en} \approx \gamma_{APB} r \quad \text{Équation 5.26}$$

De plus, Nembach et al. [21] ont observé que la force maximale exercée par le précipité est obtenue lorsque la taille des particules permet d'empêcher la première dislocation de franchir complètement la moitié de la particule. Ceci est obtenu si la tension de la ligne de dislocation est égale à la moitié de la force de répulsion des particules. On peut donc obtenir l'Équation 5.27 à partir de laquelle il est possible de dériver une valeur critique pour le rayon des particules, qui identifie le passage entre les configurations de couplage faible et fort.

$$\gamma_{APB} r = \frac{1}{2} G b^2 \quad \text{Équation 5.27}$$

$$r_m = \frac{G b^2}{2 \gamma_{APB}} \quad \text{Équation 5.28}$$

Le problème des valeurs de contraintes négatives prédites par le modèle de cisaillement par dislocations faiblement couplées est généré par l'hypothèse que la première dislocation a déjà traversé un certain nombre de lignes de précipités. Comme le montre le schéma de la Figure 89, dans ce cas plusieurs rangées de précipités (qui doivent être traversées par la seconde dislocation) sont déjà complètement coupées par le passage de la première. Il faut donc prendre en compte un effet d'épinglage sur la deuxième dislocation donnée par la présence de la paroi d'antiphase. Cependant, il faut noter qu'un schéma de ce type ne représente pas la réalité expérimentale du cisaillement critique pour une taille de précipités donnée, mais plutôt à un niveau de contrainte plus élevé qui a permis à la première dislocation de traverser un certain nombre de rangées de précipités [9]. Pour cette raison, un schéma illustratif modifié est proposé pour l'interaction de type faible (Figure 98(a)). Dans ce cas il n'y a pas de lignes de particules déjà coupées entre les deux dislocations et donc, dans les équations d'équilibre, le terme relatif à l'épinglage de la deuxième dislocation donné par l'énergie de la paroi d'antiphase est nul.

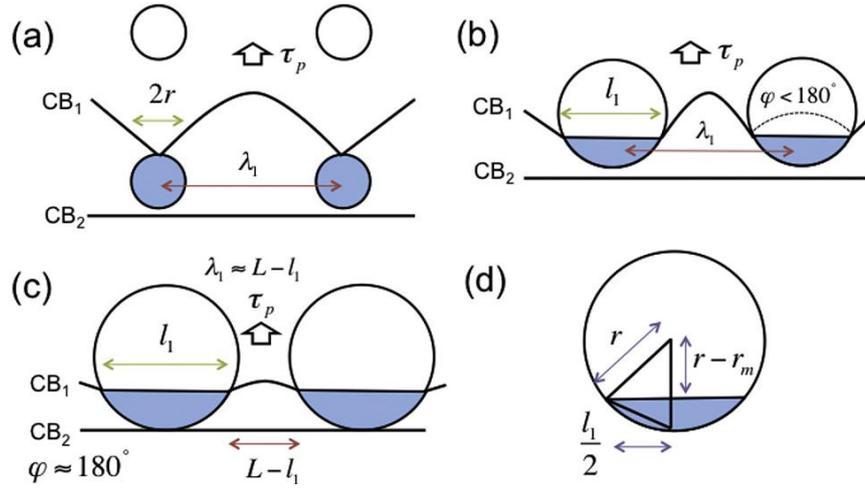


Figure 98: Représentation des différents mécanismes de couplage activés pendant l'interaction de type cisaillement entre précipités et dislocations : (a) couplage de type faible ; (b) couplage intermédiaire introduit par Galindo-Nava; (c) couplage de type fort ; (d) schématisation géométrique d'un précipité partiellement cisailé [9].

Comme une valeur de référence r_m du rayon des précipités a été déterminée, il est possible de calculer la longueur de la première dislocation contenue dans le précipité (l_1) au moment de la transition. En regardant la Figure 98 (d) et en utilisant de simples équations géométriques [10], on trouve que si $r \geq r_m$ (couplage fort) :

$$l_1 = 2(r^2 - (r - r_m)^2)^{1/2} \quad \text{Équation 5.29}$$

Concernant le cas du couplage faible on a tout simplement $l_1 = 2r$ comme déjà montré dans le schéma de référence. Il est donc possible d'imposer une transition progressive entre le modèle faible et le modèle fort, en prenant :

$$l_1 = \begin{cases} 2r & \text{if } r < r_m \text{ (paires faiblement couplées)} \\ 2(r^2 - (r - r_m)^2)^{1/2} & \text{if } r \geq r_m \text{ (paires fortement couplées)} \end{cases} \quad \text{Équation 5.30}$$

Pour corriger l'erreur obtenue par l'hypothèse des particules ponctuelles, il est nécessaire de modifier la valeur de la distance moyenne entre les précipités, en tenant compte de la taille des précipités eux-mêmes. Dans le cas de l'interaction de type faible, la première dislocation est courbée afin de générer une tension de ligne de manière à couper le précipité. La distance moyenne entre les particules qui sont franchies est donnée par l'espacement de Friedel [22] :

$$\lambda_1 = \left(\frac{Ten}{\gamma_{APB} r} \right)^{1/2} L \quad \text{Équation 5.31}$$

Dans le cas d'interactions de type fortes, la première dislocation est pratiquement droite ($\phi \approx 180^\circ$). Ainsi, la distance moyenne entre les particules est obtenue en soustrayant simplement la longueur de la dislocation pénétrée dans les précipités (l_1) de la distance entre les précipités ponctuels ordonnés dans un réseau carré (L) [23]. Il a également été observé qu'il existe un type d'interaction intermédiaire appelé couplage de type moyen représenté schématiquement sur la Figure 98 (b). Pour prendre en compte la variation de la distance inter-précipités une formulation adaptée a été intégrée au modèle :

$$\Lambda_1 = \max(\lambda_1, L - l_1) = \max\left(\left(\frac{Ten}{\gamma_{APB}r}\right)^{\frac{1}{2}} L, L - l_1\right) \quad \text{Équation 5.32}$$

Galindo-Nava et al. aboutissent alors à la formulation finale unique suivante, valide quelle que soit la taille de la particule et le type d'interaction de cisaillement correspondante (couplage faible, fort ou intermédiaire) :

$$\tau_p = \frac{\gamma_{APB}l_1}{2b(\Lambda_1 + 2r)} \quad \text{Équation 5.33}$$

Ce modèle unifié permet d'évaluer la valeur critique de la contrainte de cisaillement pour toutes les familles concernées par le mécanisme de franchissement par cisaillement.

Il a été mis en évidence précédemment que la valeur maximale de la contrainte de cisaillement critique se trouve en correspondance de la zone de transition. Les graphiques dans la Figure 99 montrent les résultats obtenus par Galindo-Nava et al. grâce à l'application de leur modèle. Comme dans le cas de la Figure 97, les prédictions sont comparées aux mesures expérimentales obtenues par Raynor et al. [4] et Reppich et al. [19], [20] sur différents alliages. Dans les graphiques des Figure 99 (a) et (c) l'apport de la nouvelle formulation est clair. En particulier, en comparant la Figure 97 (b) et la Figure 99 (c) il est possible de remarquer que cette nouvelle formulation rend compte de façon plus précise de l'évolution de la cission critique mesurée expérimentalement, en particulier dans la zone de transition. Par contre, en comparant la Figure 97 (a) et la Figure 99 (b) on observe que le nouveau modèle est moins efficace pour les faibles fractions volumiques de précipités. L'amélioration de la description est donc clairement observée seulement dans le cas de fractions volumiques de précipitation élevées. Il est rappelé ici que généralement, dans le cas des superalliages

optimisés pour les applications à haute température, les fractions de précipitation sont relativement élevées ($f > 25\%$).

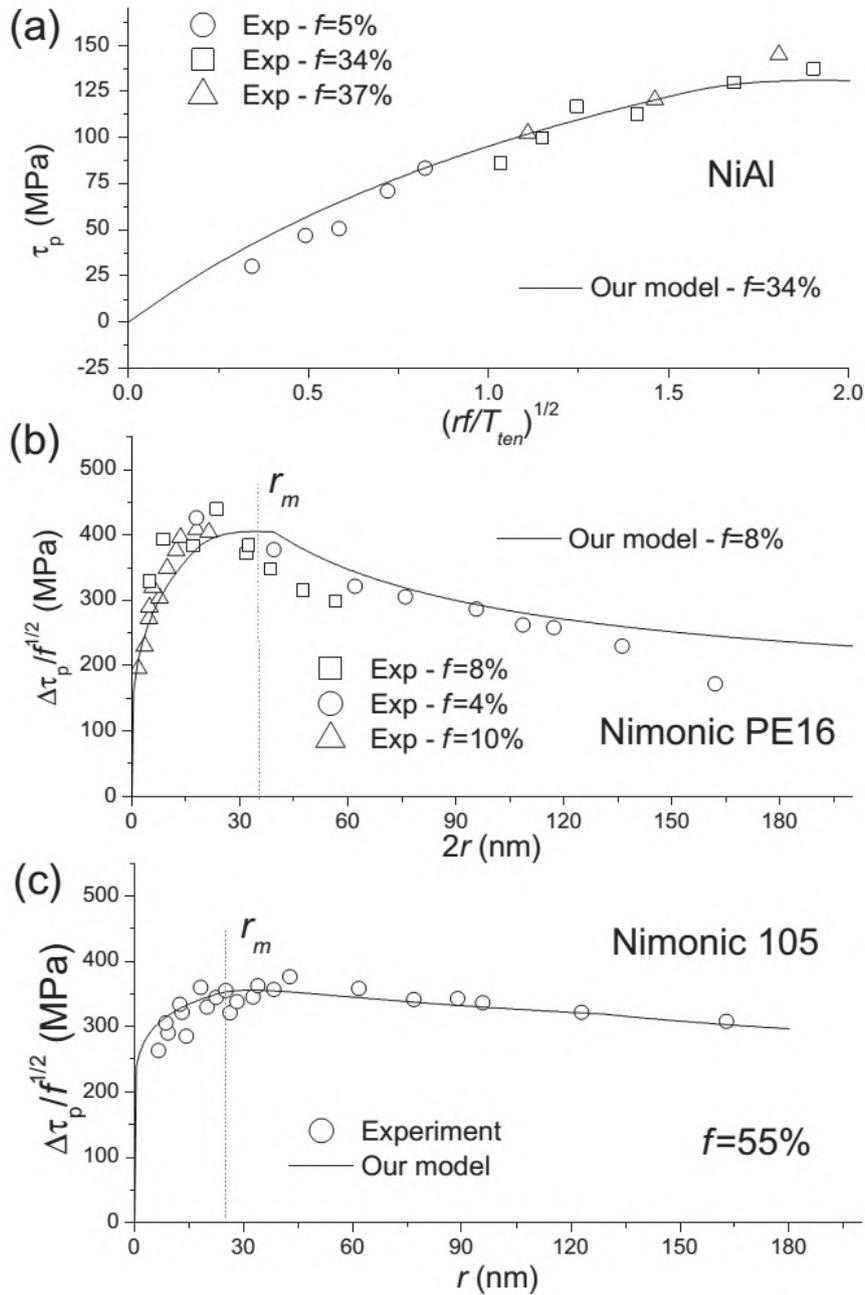


Figure 99: Application du modèle unifié de Galindo-Nava à différents alliages et comparaisons avec les résultats expérimentaux [9].

5.1.1.3.2 Prise en compte de la distribution de taille de précipités

La formulation unimodale précédente prend en compte seulement l'influence de la taille moyenne de la famille de précipités considérée. Il est évident que, dans une microstructure réelle, des précipités de tailles différentes sont présents. Généralement, la caractérisation des microstructures permet d'obtenir les lois statistiques qui décrivent bien la distribution des tailles des précipités d'une famille autour d'une taille moyenne. L'influence de la distribution de taille peut être prise en compte dans la modélisation. En notant p la distribution statistique représentative d'une certaine famille et en supposant que p soit une fonction continue, il est possible d'écrire :

$$\tau_p = \int_0^{r_{Oro}} \frac{\gamma_{APB} l_1}{2b(\Lambda_1 + 2r)} p \, dr \quad \text{Équation 5.34}$$

$$\tau_{Oro} = \int_{r_c}^{\infty} \frac{3Gb}{2L} p \, dr \quad \text{Équation 5.35}$$

L'Équation 5.34 et l'Équation 5.35 représentent respectivement les modèles de Galindo-Nava et d'Orowan modifiés afin de prendre en compte l'influence de la distribution de taille.

5.1.1.3.3 Formulation du modèle multimodal

Pour décrire le comportement des superalliages γ/γ' industriels dont la microstructure de précipitation multimodale se compose classiquement de plusieurs familles (γ' primaires, secondaires et tertiaires), Galindo-Nava et al. ont proposé une extension de la formulation unimodale unifiée présentée précédemment.

Dans le cas le plus général, la fonction de la distribution p de la taille de l'ensemble des précipités s'écrit comme la somme pondérée des fonctions de distribution p_i de chaque famille de précipités :

$$p = w_p p_p + w_s p_s + w_t p_t \quad \text{Équation 5.36}$$

Les poids w_i représentent le nombre de particules normalisé pour les trois différentes familles de précipités et s'écrivent :

$$w_i = \frac{N_i}{N}, \quad i \in \{p, s, t\} \quad \text{Équation 5.37}$$

Avec N_i le nombre de précipités dans la famille $i \in \{p, s, t\}$ et N le nombre total de précipités ($N = N_p + N_s + N_t$). On a, de plus, la relation suivante entre le nombre de particules N_i et la fraction volumique d'une famille :

$$N_i = \frac{f_i}{\pi \int_0^\infty r^2 p_i dr} \quad \text{Équation 5.38}$$

Galindo-Nava et al. expriment enfin la contribution de la précipitation sur la cission résolue critique d'un monocristal comme la somme des deux termes suivants (décrivant respectivement la contribution du franchissement par cisaillement et par contournement d'Orowan) :

$$\tau_p = \int_0^{r_{oro}} \frac{\gamma_{APB} l_1}{2b(\Lambda_1 + 2r)} (w_p p_p + w_s p_s + w_t p_t) dr \quad \text{Équation 5.39}$$

$$\tau_{oro} = \int_{r_{oro}}^\infty \frac{3Gb}{2L} (w_p p_p + w_s p_s + w_t p_t) dr \quad \text{Équation 5.40}$$

5.1.1.3.4 Formulation simplifiée

Galindo-Nava et al. proposent enfin une formulation multimodale unifiée simplifiée ne prenant en compte que le rayon moyen r_i de chaque famille. Celle-ci est obtenue à partir de la formulation générale en considérant :

$$p_i = \delta(r - r_i) \quad \text{Équation 5.41}$$

où $\delta(r)$ désigne la fonction de Dirac. Ainsi, l'Équation 5.38 devient :

$$N_i = \frac{f_i}{\pi \int_0^\infty r^2 p_i dr} = \frac{f_i}{\pi r_i^2} \quad \text{Équation 5.42}$$

Conduisant à l'expression suivante pour les poids w_i de la distribution :

$$w_i = \frac{\frac{f_i}{r_i^2}}{\frac{f_p}{r_p^2} + \frac{f_s}{r_s^2} + \frac{f_t}{r_t^2}} \quad \text{Équation 5.43}$$

De plus, en supposant $r_t < r_s < r_c$ et $r_p > r_c$, on obtient :

$$\tau_p = \frac{\gamma_{APB}}{2b} \left(w_s \frac{l_1^s}{\Lambda_1^s + 2r_s} + w_t \frac{l_1^t}{\Lambda_1^t + 2r_t} \right) \quad \text{Équation 5.44}$$

$$\tau_{oro} = w_p \frac{3Gb}{2L_p} \quad \text{Équation 5.45}$$

La contribution totale des précipités à la cission critique résolue est donnée par la somme des deux contributions ($\tau_{pr} = \tau_p + \tau_{oro}$). **La formulation qui vient d'être trouvée met en évidence que la cission résolue critique d'une microstructure multimodale n'est pas une simple somme de la contribution de chaque famille considérée unimodale.** En particulier, la présence des poids w_i dans l'Équation 5.44 et l'Équation 5.45 permet de pondérer la somme en fonction des caractéristiques des familles présentes (notamment leurs fractions volumiques f_i et leurs tailles moyennes r_i).

Le modèle de Galindo-Nava [9] constitue une des formulations les plus avancées qui permet de décrire de manière continue les deux mécanismes de cisaillement des précipités (faiblement et fortement couplé) pour des microstructures multimodales. Pour cette raison, ce modèle a été utilisé pour la prédiction du comportement de l'AD730TM dans le cadre de ce travail de thèse. Il est rappelé ici que les données expérimentales sur monocristaux sont cruciales pour la calibration et la validation du modèle, les essais étant spécialement conçus à cet effet. Pour cette raison, dans la première phase, les modèles de prédiction de l'influence des précipités ont été appliqués seulement aux essais sur monograins. Le modèle original de Galindo-Nava a été initialement utilisé. Ensuite, une version modifiée du modèle est proposée afin d'améliorer les prédictions obtenues. Enfin, une comparaison entre les résultats obtenus avec les deux modèles est proposée, ainsi qu'une étude détaillée de la version modifiée. Les mesures expérimentales des caractéristiques microstructurales seront utilisées dans ce chapitre pour la validation des différents modèles utilisés.

5.1.1.4 Prise en compte d'effets additionnels

Le modèle de Galindo-Nava représente une formulation de référence très complète pour la prédiction de l'influence de la précipitation sur la cission critique résolue. Cependant, il y a des effets supplémentaires qui peuvent être pris en compte pour obtenir une formulation plus réaliste. Par exemple, Fang et al. [24] ont observé que la position du précipité par rapport au plan de glissement peut modifier le type d'interaction instaurée. Le schéma en Figure 100 permet de clarifier cet effet. La Figure 100 (b) représente un précipité sphérique de taille $r > r_c$. Dans un modèle comme celui de Galindo-Nava un précipité de ce type activerait le mécanisme de contournement d'Orowan. En revanche, la Figure 100 (a) montre que suivant la position relative entre précipité et plan de glissement, au moment du franchissement, une dislocation "voit" une taille effective différente par rapport à celle réelle (r). En conséquence, un mécanisme différent est activé en fonction de la taille effective franchie. Fang et al. [24] ont proposé une formulation permettant d'introduire cet effet via la probabilité d'interaction d'une dislocation avec une des zones du précipité. Cette formulation permet donc d'introduire une correction liée à la stéréologie au modèle de Galindo-Nava.

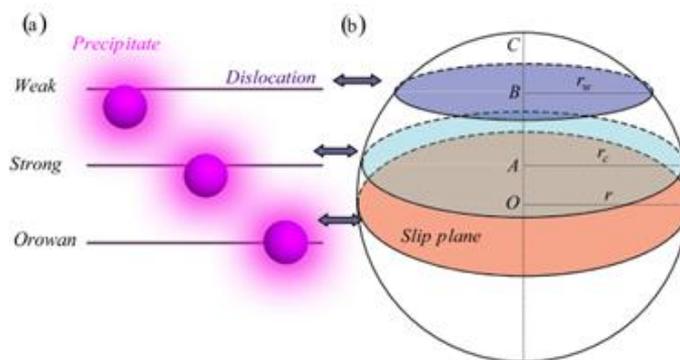


Figure 100 : Types d'interactions pour un précipité de taille $r > r_c$: (a) Schématisation de la position du plan de glissement des dislocations par rapport au centre du précipité sphérique. (b) Séparation du précipité en trois zones activant des mécanismes différents : cisaillement par paires faiblement couplés (BC) ; cisaillement par paires fortement couplés (AB) ; contournement d'Orowan (OA).

Une des évolutions majeures du modèle de Galindo-Nava, par rapport aux formulations classiques, est la possibilité de prendre en compte des distributions multimodales. Cependant, en analysant l'Équation 5.39, il est possible de remarquer que dans ce modèle un précipité appartenant à une certaine famille interagit seulement avec les précipités de la même famille. Dans une microstructure réelle, des interactions "mixtes" sont généralement observées. Ce point sera développé et analysé ultérieurement. Enfin, il est rappelé ici que la limite d'élasticité varie avec la température. La

connaissance de l'évolution avec la température des paramètres matériaux et des caractéristiques microstructurales peut permettre d'inclure la sensibilité à la température dans le modèle.

5.1.2 Autres contributions au durcissement

La limite d'élasticité macroscopique d'un polycristal peut être vue comme la somme des trois contributions, correspondant au durcissement par solution solide, à l'effet de la taille de grain et au durcissement par précipitation :

$$\sigma_y = \sigma_{ss} + \sigma_g + \sigma_{pr} \quad \text{Équation 5.46}$$

Plusieurs travaux [9], [25]–[27] ont confirmé que généralement, la contribution principale à la limite d'élasticité du matériau est celle des précipités. La Figure 101 montre les résultats des travaux de Tan et al. [27] sur la prévision de la limite d'élasticité pour trois superalliages base nickel élaborés par métallurgie des poudres. Les microstructures, relatives à la Figure 101 sont caractérisées par des tailles moyennes de grains très faibles ($d \leq 10\mu\text{m}$). Pour ces trois microstructures la source principale de durcissement reste la précipitation.

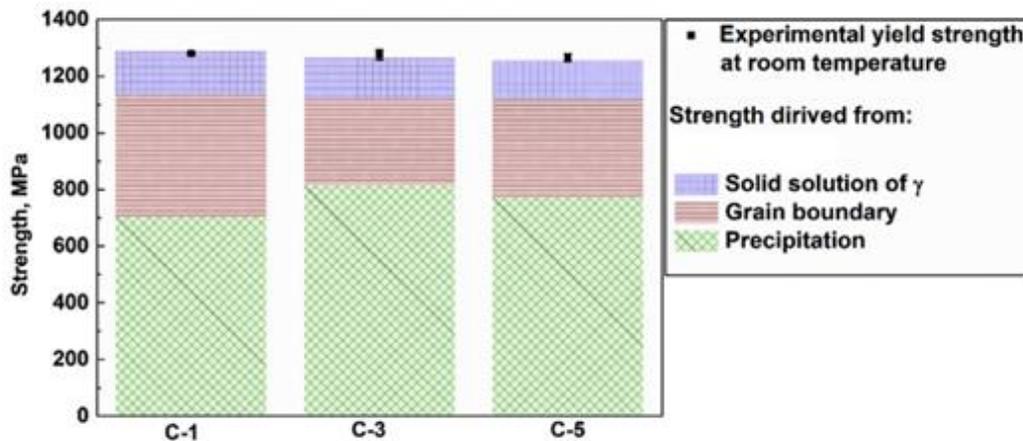


Figure 101 : Contribution des différents mécanismes au durcissement de trois alliages à température ambiante [27].

Les modèles exposés dans ce chapitre permettent de calculer séparément les contributions indiquées dans l'Équation 5.46. Jusqu'à présent, seuls les modèles relatifs à la précipitation ont été présentés. Il est important de remarquer que l'Équation 5.46 est écrite à une échelle macroscopique, i.e. celle du polycristal (σ_{pr} représentant la contribution des précipités sur sa limite d'élasticité), alors que les modèles relatifs à la précipitation se place à une échelle microscopique (i.e. celle du monograin) et permettent de calculer la contribution du durcissement par précipitation sur sa cission résolue critique (τ_{pr}). Une transition d'échelle est donc nécessaire pour pouvoir prédire les

propriétés macroscopiques du matériau. Classiquement, et en particulier dans le modèle de Galindo-Nava, ce point est géré via un facteur de Taylor ($M = 3$) pour le cas des polycristaux non texturés [28].

$$\sigma_{pr} = M\tau_{pr} \quad \text{Équation 5.47}$$

Sauzay [29], au cours de ses études sur du Nickel pur, a pu mettre en évidence l'existence d'un facteur de Schmid effectif $\mu_{eff} = 0.41$. Cette valeur a été confirmée au cours de notre étude via les simulations en champs complets sur de volumes élémentaires représentatifs (VER) polycristallins, celles-ci seront décrites au chapitre 6. Le facteur de Schmid effectif est donc plus adapté aux applications de notre étude et sera utilisé dans la suite pour relier les valeurs des contributions à la limite d'élasticité macroscopique aux contributions correspondantes à la cisssion résolue critique.

$$\sigma_{pr} = \tau_{pr} / \mu_{eff} \quad \text{Équation 5.48}$$

5.1.2.1 Contribution des éléments en solution solide

Les modèles présents dans la littérature permettent d'évaluer l'incrément de la limite d'élasticité macroscopique due à la solution solide. Labusch [30] a développé une théorie basée sur le fait que les atomes en solution solide agissent comme des obstacles frictionnels pour l'avancement des dislocations. La contribution finale est déterminée par les changements locaux de la maille cristalline autour des éléments en solution. La théorie de Labusch permet d'évaluer l'incrément dans un alliage binaire (un seul élément en solution solide). Gypen et Deruyttere [31], [32] ont ensuite développé ultérieurement la formulation proposée par Labusch afin de prendre en compte la présence de plusieurs solutés en même temps. En outre, la formulation a été adaptée à des alliages durcis par précipitation, afin de relayer le mouvement des dislocations seulement à la matrice γ :

$$\sigma_{ss} = (1 - f) \left(\sum \beta_i^{\frac{3}{2}} x_i \right)^{2/3} \quad \text{Équation 5.49}$$

Le facteur $(1 - f)$ permet de prendre en compte le fait que les dislocations sont mobiles dans la matrice γ . x_i représente la fraction atomique du soluté i dans la matrice γ . β_i est une constante qui dépend du désaccord de maille et de la différence du module de cisaillement entre le nickel pur et le soluté i . Fleischer [33] a développé une formulation qui permet d'estimer la valeur des constantes β_i :

$$\beta_i = \frac{3}{2} G_i (\eta'_i + 16\delta_i)^{3/2} \quad \text{Équation 5.50}$$

$$\eta'_i = \frac{|\eta_i|}{\eta_i + 0.5} \quad \text{Équation 5.51}$$

$$\eta_i = \frac{G_i - G_{Ni}}{G_{Ni}} \quad \text{Équation 5.52}$$

$$\delta_i = \frac{r_i^a - r_{Ni}^a}{r_{Ni}^a} \quad \text{Équation 5.53}$$

Avec G_{Ni} et r_{Ni}^a respectivement module de cisaillement et rayon atomique du Nickel et G_i et r_i^a module de cisaillement et rayon atomique du soluté i.

5.1.2.2 Contribution de la taille de grains

La dernière source principale de durcissement dans les superalliages base Nickel polycristallins à prendre en compte est représentée par les joints de grains. Cet effet est pris en compte dans la démarche de modélisation via un modèle phénoménologique de type Hall-Petch. La loi de Hall-Petch a été largement utilisée et validée pour les matériaux polycristallins [34] :

$$\sigma_g = \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad \text{Équation 5.54}$$

avec k_y constante de proportionnalité de Hall-Petch et d la taille moyenne des grains. Une première identification de ce modèle sur les résultats des essais expérimentaux a déjà été présentée dans le chapitre 4. Dans la suite, une démarche d'identification plus précise sera proposée en exploitant les outils de modélisation mis en place.

5.1.3 Données quantitatives pour l'application des modèles à l'AD730TM

L'application numérique des modèles présentés jusqu'ici nécessite la connaissance de certains paramètres physiques et microstructuraux. En outre, la connaissance de la variation de ces paramètres avec la température permet d'introduire, dans la chaîne de modélisation, la sensibilité à la température. Certains paramètres physiques (γ_{APB} , G , ...) nécessitent des méthodes très spécifiques pour leur caractérisation. D'autres paramètres microstructuraux, comme par exemple la fraction volumique réelle, sont difficilement accessibles. Pour ces raisons, des données issues de la littérature ont été utilisées dans notre étude afin d'alimenter les modèles utilisés. Ces données, ainsi que les détails de leur utilisation dans les modèles seront exposés dans la suite.

5.1.3.1 Paramètres physiques des modèles de durcissement par précipitation

5.1.3.1.1 Energie de paroi d'antiphase

L'énergie de paroi d'antiphase γ_{APB} est un paramètre physique sensible à la température. Galindo-Nava et al. [9] ont calculé la valeur de γ_{APB} à différentes températures pour le superalliages RR1000 en s'appuyant sur la méthode CALPHAD [35]. Ils ont ensuite trouvé une fonction polynomiale de degré 2 permettant d'approximer les points expérimentaux.

$$\gamma_{APB} = 0.28 - 7 \cdot 10^{-6} T - 3 \cdot 10^{-8} T^2 \quad (J \cdot m^{-2}) \quad \text{Équation 5.55}$$

L'allure trouvée a été ensuite validée en comparaison avec les observations effectuées par Kruml et al. [36] sur l'évolution de γ_{APB} avec la température. Cette fonction polynomiale a également été utilisée par Galindo-Nava et al. pour l'U720Li, qui est un alliage très proche de l'AD730TM.

Une fonction polynomiale de degré 2 a donc été utilisée pour décrire l'évolution de l'énergie de paroi d'antiphase dans l'AD730TM. Les coefficients de l'équation ont été ajustés en fonction des mesures obtenues par Pettinari et al. [37] sur l'AD730TM et à l'aide de la procédure de modélisation qui sera détaillée dans la suite.

5.1.3.1.2 Module de cisaillement

Beaucoup d'études dans la littérature [38]–[43] ont analysé l'évolution des caractéristiques élastiques des superalliages avec la température. Généralement, une fonction analytique polynomiale de degré 2 est utilisée pour la description de l'évolution de ces paramètres. En particulier, le module de cisaillement des superalliages diminue avec la température. Cette réduction est généralement faible [10]. Dans ce cas aussi, Galindo-Nava et al. [9] ont calculé la valeur du module de cisaillement G à différentes températures pour l'alliage RR1000. Ils ont ensuite proposé une fonction polynomiale de degré 2 pour décrire de manière analytique l'évolution trouvée. Cette évolution a été utilisée pour l'AD730TM. Les coefficients de l'équation ont été ajustés en fonction des mesures effectuées par Devaux et al. [44] sur l'AD730TM:

$$G = 95.2 - 9 \cdot 10^{-4} T - 1.9 \cdot 10^{-5} T^2 \quad (GPa) \quad \text{Équation 5.56}$$

5.1.3.2 Fraction volumique des précipités

La fraction volumique de précipitation dans l'AD730TM diminue avec la température à cause d'une dissolution progressive des précipités. Devaux et al. [44] ont caractérisé cette évolution dans une

large plage de températures (Figure 102). Il est possible de remarquer que la fraction volumique totale de précipitation reste relativement stable jusqu'à des températures supérieures à la température maximale d'utilisation visée l'AD730™ (environ 700°C).

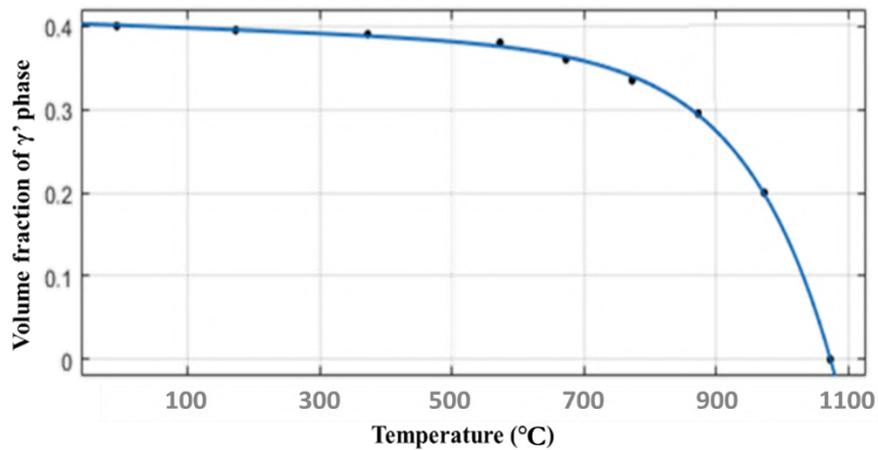


Figure 102 : Evolution de la fraction volumique de précipités γ' pour l'AD730™ en fonction de la température [44].

Une formulation exponentielle est proposée pour décrire l'évolution de la fraction de précipitation montrée en Figure 102 :

$$f = a'e^{b'T} + c'e^{d'T} \quad \text{Équation 5.57}$$

avec :

$$a' = -1.24 * 10^{-5}$$

$$b' = 0.0075$$

$$c' = 0,41$$

$$d' = -7.45 * 10^{-5}$$

En utilisant l'Équation 5.57, il est possible de calculer les fractions volumiques de précipitation théoriques aux trois températures investiguées dans notre étude (20°C, 500°C et 700°C) (Tableau 15)

Tableau 15 : Fraction volumique de précipitation théorique à 20°C, 500°C et 700°C obtenue via le modèle analytique issu des données de la littérature [44].

Température	20°C	500°C	700°C
<i>f</i>	0.401	0.383	0.363

5.2 Durcissement dans les alliages monogranulaires

Le modèle de Galindo-Nava et les données matériau sont appliqués aux monograins étudiés aux chapitres 3 et 4. Après un rappel des données expérimentales et des paramètres du modèle de Galindo-Nava, la comparaison des résultats et leur analyse conduira à proposer une formulation modifiée.

L'utilisation de fonctions analytiques pour décrire l'évolution des paramètres matériau permet d'intégrer facilement l'influence de la température dans la démarche de modélisation. Cependant, il est important de noter que, dans le cadre de cette étude, une démarche de modélisation simplifiée est proposée. Dans le chapitre 2, il a été montré que l'évolution de la limite d'élasticité dans les superalliages base nickel est complexe. Pour des fractions volumiques de précipitation autour de 40% (comme pour l'AD730TM) une faible réduction de la limite d'élasticité est observée, suivie d'une augmentation en fonction de la température. Cette allure est complexe et vient de différents mécanismes (i.e. l'évolution des contraintes internes) qui ne peuvent pas être décrites avec un modèle analytique simple.

Dans le chapitre 4, il a été vu que la majorité des échantillons monogranulaires ont été testés à 700°C. Seulement trois échantillons ont été testés aussi à 20°C (SX-eau/air/lr) ce qui rend impossible l'utilisation de ces données pour la calibration des lois en température. Cependant les essais sur polycristaux ont été effectués à trois températures pour tous les échantillons. Pour cette raison, les essais sur monograins seront utilisés pour calibrer le modèle de prédiction de l'influence des précipités seulement à 700°C. Les résultats sur polycristaux seront ensuite utilisés pour compléter la démarche d'identification du modèle en incluant la dépendance à la température.

5.2.1 Rappel des résultats expérimentaux

Le Tableau 16 permet de rappeler les résultats en termes de cission résolue critique (CRSS) des essais de traction sur monograins (Chapitre 4) et résume aussi les caractéristiques microstructurales aux différentes températures. Pour les microstructures SX-eau/air/lr, seules les caractéristiques des précipités secondaires (bien caractérisés dans le chapitre 3) ont été reportées.

Les fractions volumiques ont été calculées à partir des mesures effectuées dans le chapitre 3 en les ajustant à l'aide de l'Équation 5.57. f_m étant la fraction totale mesurée et f_{eT} la fraction effective à une température T fixée calculée avec l'Équation 5.57, un facteur de proportionnalité x peut être calculé comme $x = f_{eT}/f_m$. Ensuite, à partir du facteur x , il est possible de calculer la fraction volumique effective de la famille i comme $f_i = x f_{m_i}$ (avec f_{m_i} fraction de précipitation de la famille i mesurée).

Pour rappel, les poids w_i sont calculés avec la formule suivante :

$$w_i = \frac{\frac{f_i}{r_i^2}}{\sum_j \frac{f_j}{r_j^2}} \quad \text{Équation 5.58}$$

Tableau 16 : Valeurs de la CRSS mesurées pour les microstructures monogranulaires et caractéristiques de leur microstructure de précipitation (f_i : fraction volumique, r_i : rayon équivalent moyen, w_i : coefficient de pondération de la famille de précipités i).

Microstructure	Température (°C)	CRSS Mesurée (MPa)	Caractéristiques γ'_{II}			Caractéristiques γ'_{III}		
			f_s	r_s (nm)	w_s	f_t	r_t (nm)	w_t
SX-GG	700	427	0.112	150	0.008	0.045	12.5	0.467
			0.203	25	0.525			
SX-40	700	266	0.353	80	0.087	0.011	4.5	0.913
SX-100	700	299	0.353	40	0.153	0.010	3	0.847
SX-300	700	317	0.363	17.5	1	-	-	0
SX-lr	20	342	0.401	59.5	1	-	-	0
	700	324	0.363	59.5	1	-	-	0
SX-air	20	355	0.401	31	1	-	-	0
	700	346	0.363	31	1	-	-	0
SX-eau	20	372	0.401	9	1	-	-	0
	700	355	0.363	9	1	-	-	0

5.2.2 Contribution des éléments en solution solide

La modélisation de la contribution du durcissement par solution solide n'étant pas un but principal au cours de cette étude, mais étant nécessaire pour isoler l'effet de la précipitation, celle-ci a été décrite avec un modèle simple. La formulation choisie est celle de Gypen et Deruyttere [31], [32] qui s'exprime en terme de limite d'élasticité macroscopique du polycristal σ_{ss} à convertir, par transition d'échelle, en cission résolue critique du monocristal τ_{ss} . Cette transition d'échelle, dont la description complète sera faite au chapitre 6, est effectuée à l'aide du facteur de Schmid effectif μ_{eff} présenté précédemment (cf. § 5.1.2 Équation 5.48). Pour rappel, la formulation de Gypen et Deruyttere est la suivante [31], [32] :

$$\sigma_{ss} = (1 - f) \left(\sum \beta_i^{\frac{3}{2}} x_i \right)^{2/3} \quad \text{Équation 5.59}$$

Il est donc nécessaire de calculer les valeurs de β_i et x_i pour chaque élément en solution. Les valeurs de x_i proposées par Galindo-Nava et al. ont été calculés à l'aide de Thermocalc. Les valeurs de β_i ont été calculées à partir des données proposées par Lide [45]. Les valeurs du module de cisaillement du Nickel pur et son rayon atomique adoptés sont respectivement : $G_{Ni} = 80 \text{ GPa}$ et $r_{Ni}^a = 0.117 \text{ nm}$. En regardant l'Équation 5.50, il est possible de remarquer que δ_i possède une influence plus marquée sur la limite d'élasticité par rapport à η'_i . Pour cette raison, un durcissement plus élevé est prédit pour des éléments comme le Mo, Nb, Ti, W alors qu'un effet plus faible est apporté par des éléments comme Al, Co et Cr [9].

Cette formulation a déjà été utilisée par Galindo-Nava et al. [9] pour évaluer la valeur de σ_{SS} de différents superalliages. En particulier, ils ont appliqué ce modèle à l'U720Li. La composition chimique de cet alliage étant très proche de celle de l'AD730TM, les mêmes données ont été utilisées pour estimer la valeur de σ_{SS} pour l'AD730TM.

Le

Tableau 17 résume les valeurs issues de l'étude de Galindo-Nava et al. des fractions atomiques (x_i) ainsi que des modules de cisaillement (G_i) et des rayons atomiques (r_i^a) pour l'U720Li. Les valeurs de β_i calculées sont aussi reportées dans le même tableau.

Tableau 17 : Fraction atomique, G_i et r_i^a des éléments en solution solide dans l'Udimet 720Li ; estimation des valeurs de β_i [9].

Udimet® 720Li	Cr	Co	Mo	W	Al	Ti
x_i	0.3	0.21	0.02	0.003	0.005	0.002
$G_i \text{ (GPa)}$	115	75	126	161	26	44
$r_i^a \text{ (nm)}$	0.13	0.118	0.146	0.15	0.124	0.148
η'_i	0.36	0.06	0.44	0.67	0.5	0.36
δ_i	0.11	0.008	0.25	0.28	0.06	0.26
$\beta_i \left(\frac{\text{MPa}}{\text{at}^{\frac{2}{3}}} \right)$	375	10	1112	1417	212	1186

La contribution de la solution solide à la limite d'élasticité macroscopique pour l'AD730TM (supposée similaire à celle de l'U720Li) est donc de $\sigma_{SS} = 130 \text{ MPa}$ à 700°C. A partir de la valeur trouvée σ_{SS} et en utilisant le facteur de Schmid effectif ($\mu_{eff} = 0.41$), il est donc possible d'estimer

directement la contribution des éléments en solution solide à la cission résolue critique $\tau_{ss} = \sigma_{ss}\mu_{eff} = 54.6 \text{ MPa}$. A partir de cette valeur il est possible d'isoler la contribution de la précipitation dans les mesures effectuées pendant les essais de traction sur monograins (chapitre 4) et résumées dans le Tableau 16. Les valeurs de τ_p calculées pour toutes les microstructures monogranulaires sont résumées dans le Tableau 18 ($\tau_p = CRSS - \tau_{ss}$).

Tableau 18 : Valeurs de la CRSS mesurées pour les microstructures monogranulaires et de la contribution des précipités.

Microstructure	Température (°C)	CRSS Mesurée (MPa)	τ_p Mesurée (MPa)
SX-GG	700	427	372.4
SX-40	700	266	211.4
SX-100	700	299	244.4
SX-300	700	317	262.4
SX-lr	20	342	287.4
	700	324	269.4
SX-air	20	355	300.4
	700	346	291.4
SX-eau	20	372	317.4
	700	355	300.4

5.2.3 Application du modèle de Galindo-Nava

5.2.3.1 Rappel de la formulation du modèle

La formulation de Galindo-Nava et al. [9] a été détaillée dans la partie initiale de ce chapitre. Pour rappel, la formulation finale est présentée ci-dessous, pour N familles de précipités :

$$\tau_p = \sum_{i=1}^N w_i \tau_{p_i} \quad \text{Équation 5.60}$$

avec :

$$\tau_{p_i} = \begin{cases} \frac{\gamma_{APB} l_i}{2b(\Lambda_i + 2r_i)} & \text{si } r \leq r_c \\ \frac{3Gb}{2L_i} & \text{si } r > r_c \end{cases} \quad \text{Équation 5.61}$$

Les Équation 5.60 et 5.64 représentent une généralisation de l'écriture initiale proposée par Galindo-Nava (Équation 5.44 et Équation 5.45) basée sur trois populations de précipités dont deux cisailées (secondaires et tertiaires) et une contournée (primaires).

La formulation des différents paramètres qui interviennent est synthétisée dans le Tableau 19.

Tableau 19 : Formulation originelle du modèle de Galindo-Nava et al. [9].

$Ten = \frac{Gb^2}{2}$	Équation 5.62
$r_m = \frac{Gb^2}{2\gamma_{APB}}$	Équation 5.63
$l_i = 2r_i \quad (r_i \leq r_m)$ $l_i = \sqrt{2(r_i^2 - (r_i - r_m)^2)} \quad (r_i > r_m)$	Équation 5.64
$L_i = \sqrt{\frac{2\pi}{3f}} r_i$	Équation 5.65
$\lambda_i = \sqrt{\frac{Ten}{\gamma_{APB} r_i}} L_i$	Équation 5.66
$\Lambda_i = \max(\lambda_i, L_i - l_i)$	Équation 5.67

$$w_i = \frac{\frac{f_i}{r_i^2}}{\sum_j \frac{f_j}{r_j^2}} \quad \text{Équation 5.68}$$

Les paramètres physiques utilisées pour la modélisation à 700°C sont résumés dans le Tableau 20.

Tableau 20 : Paramètres physiques du modèle à 700°C.

<i>G</i> (GPa)	<i>γ</i>_{APB} (J.m⁻²)	<i>b</i> (nm)	<i>f</i>
76.3	0.2798	0.254	0.363

5.2.3.2 Résultats

La Figure 103 représente l'évolution de la cission critique due à la précipitation τ_p prédite par le modèle de Galindo-Nava dans le cas unimodal en fonction du rayon moyen des précipités. Les différents domaines de la courbe correspondent aux mécanismes et configurations d'interactions dislocations-précipités pris en compte dans le modèle :

- Cisaillement par paires faiblement couplées (si $r \leq r_m$)
- Cisaillement par paires "intermédiaires" (si $r_m < r \leq r_p$)
- Cisaillement par paires fortement couplées (si $r_p < r \leq r_c$)
- Contournement d'Orowan (si $r > r_c$)

Les données relatives à l'échantillon SX-300, correspondant à la seule microstructure monogranulaire réellement unimodale, ont été représentées sur le même graphique (cf. aussi Figure 105 et Tableau 21). L'écart constaté est quasi-nul. Il faut remarquer qu'aucun paramètre du modèle n'a été ajusté pour obtenir cet accord. De plus, on observe que le rayon moyen des précipités de la microstructure SX-300 est très proche du rayon caractéristique r_m pour lequel le durcissement par précipitation (prédit pour une microstructure unimodale avec la même fraction volumique de précipitation) est maximale.

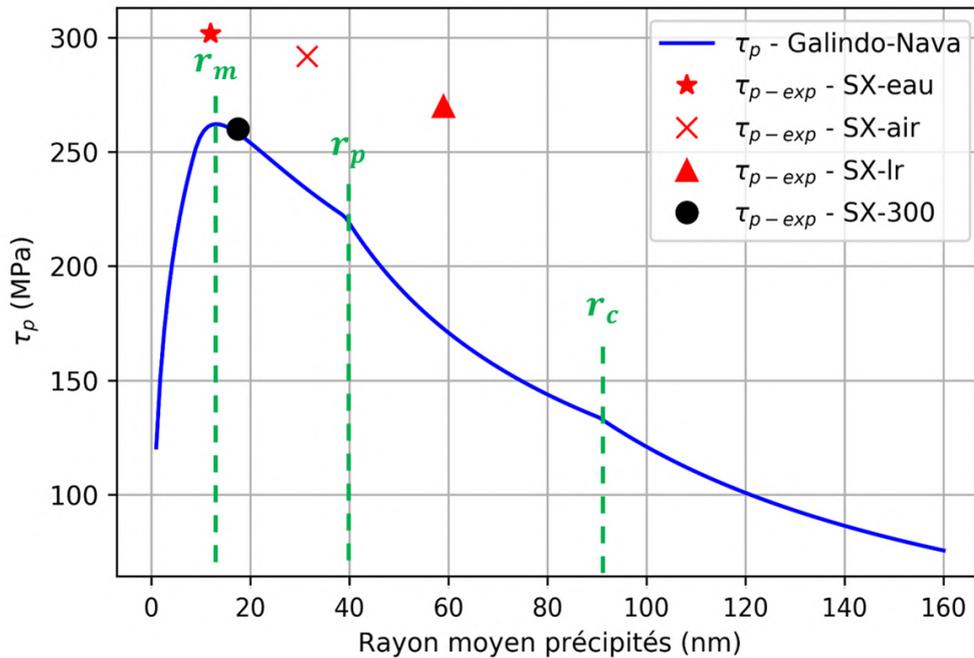


Figure 103 : Evolution de la contribution des précipités à la cission critique résolue en fonction de leur taille moyenne dans le cas de distribution unimodale. Comparaison avec la mesure expérimentale pour les microstructures SX-300/eau/air/lr ($T=700^{\circ}\text{C}$).

Pour les échantillons monogranulaires SX-lr/air/eau, les données expérimentales sur la cission critique τ_p mesurée ont été reportées dans la Figure 103 en fonction du rayon moyen des précipités secondaires. Pour rappel, seule cette famille a pu être correctement caractérisée bien qu'une famille de petits tertiaires ait été détectée. Un écart compris entre 13% et 20% est constaté entre la cission expérimentale et celle prédite par le modèle de Galindo-Nava "unimodal" basé sur le rayon moyen des γ'_{II} mesuré (Tableau 21 et Figure 104). En outre, la Figure 104 montre que l'écart augmente avec le rayon moyen des précipités car le modèle prédit une décroissance plus forte de la cission critique par rapport à celle mesurée. Le rayon moyen des précipités secondaires du monograin SX-eau ($\sim 15 \text{ nm}$) est pratiquement égal au rayon de transition r_m où la cission maximale est prédite par le modèle unimodal.

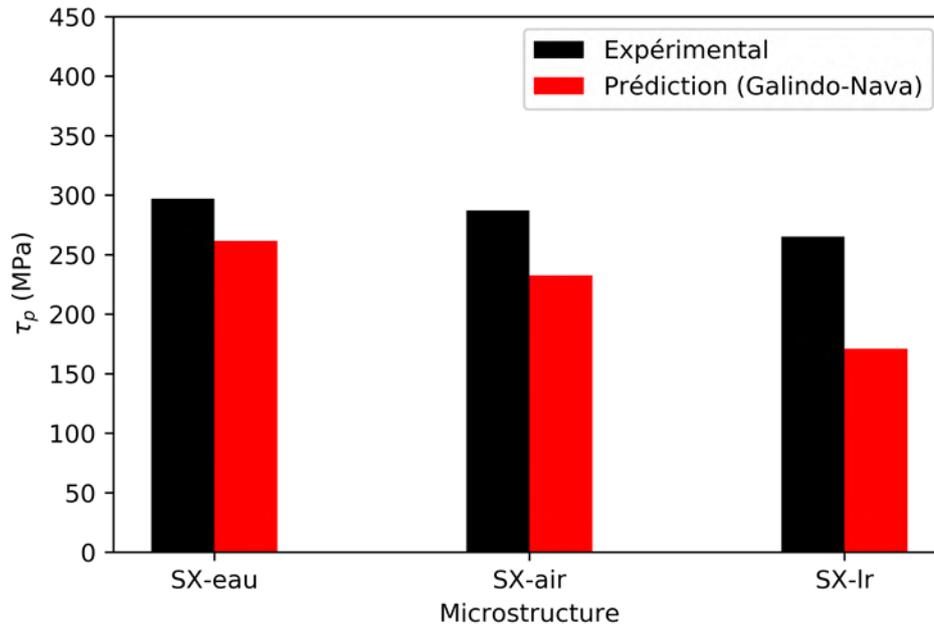


Figure 104 : Cissions résolues critiques τ_p dues à la précipitation : comparaison des valeurs mesurées et prédites par le modèle de Galindo-Nava unimodal pour les microstructures SX-eau/ air/ lr unimodales (700°C).

La version multimodale du modèle de Galindo-Nava a ensuite été appliquée aux microstructures SX-40 et SX-100 (présentant deux populations de précipités) et SX-GG (en comprenant trois). Les résultats, reportés en Figure 105 et dans le Tableau 21, indiquent des écarts relatifs entre prédictions et mesures atteignant 32.5% dans le cas du monograin SX-GG (pour lequel la multimodalité de la microstructure est la plus prononcée).

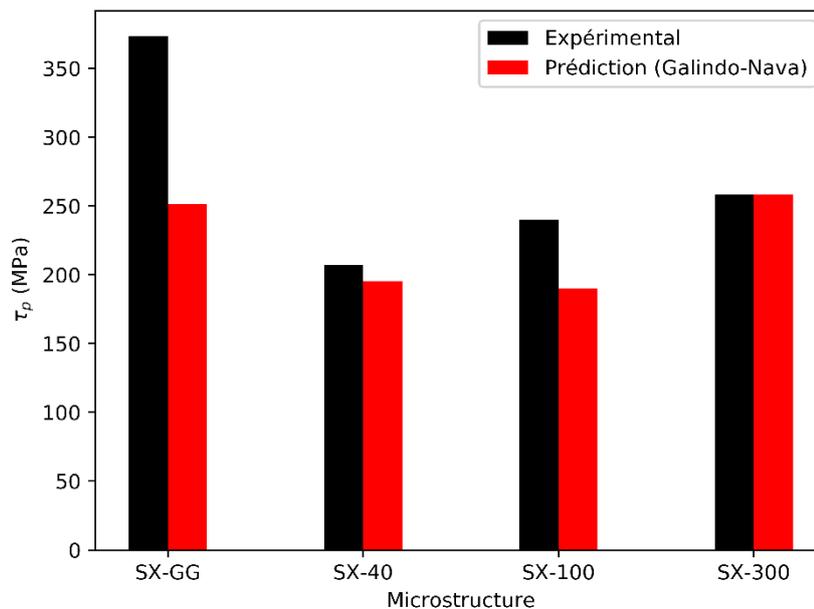


Figure 105 : Cissions résolues critiques τ_p dues à la précipitation : comparaison des valeurs mesurées et prédites par le modèle de Galindo-Nava unimodal pour les microstructures monogranulaires orientées [100] (T=700°C).

Tableau 21 : Comparaison entre la contribution des précipités à la cission résolue critique mesurée et prédite par le modèle de Galindo-Nava pour les microstructures monogranulaires à 700°C.

Microstructure	τ_p Mesurée (MPa)	τ_p Prédite (MPa)	Erreur (%)
SX-GG	372.4	251.2	32.5
SX-40	211.4	195.4	7.6
SX-100	244.4	182.5	24.1
SX-300	262.4	258.1	1.6
SX-lr	269.4	190.9	29.1
SX-air	291.4	232.7	20.1
SX-eau	300.4	261.7	12.9

5.2.3.3 Discussion

5.2.3.3.1 Ecart constatés

Le Tableau 21 montre que la prédiction obtenue pour la seule microstructure unimodale (SX-300) est très bonne. L'écart entre la valeur de τ_p mesurée et celle prédite par le modèle de Galindo-Nava est quasi-nul. Il est évident qu'un seul essai n'est pas suffisant pour juger de la capacité de prédiction du modèle pour ces types de microstructures. Il serait donc nécessaire d'effectuer d'autres essais sur des microstructures unimodales afin de confirmer cette très bonne capacité de prédiction.

Dans les autres cas, les écarts constatés sont plus importants. Pour les microstructures SX-eau/air/lr, il a été vu précédemment (chapitre 3) que la population de précipités tertiaires n'a pas pu être quantifiée correctement, mais elle a été détectée. Le fait de s'appuyer sur des distributions unimodales induit certainement une erreur de prédiction. Des nouvelles observations devraient être effectuées pour pouvoir s'affranchir de cette erreur. Cependant, les microstructures SX-40/100/GG ont été mieux caractérisées en pouvant quantifier aussi les distributions des plus petits précipités tertiaires. Malgré la meilleure caractérisation de la distribution de précipitation, les écarts constatés pour ces microstructures restent très élevés. Ces résultats posent aussi des questions sur les limites du modèle, en particulier dans sa version multimodale.

En conclusion, dans la majorité des cas étudiés, le modèle de Galindo-Nava ne donne pas des prédictions précises des valeurs de τ_p . Nous proposons dans la suite de discuter des limites de la formulation actuelle du modèle, ce qui permettra au paragraphe 5.2.4 d'en proposer une version modifiée.

5.2.3.3.2 Analyse des limites du modèle de Galindo-Nava

Dans le cas multimodal, la valeur finale de τ_p calculée consiste en la somme des contributions des différentes familles pondérée avec des poids w_i :

$$\tau_p = \sum_{i=1}^n w_i \tau_{p_i} \quad \text{Équation 5.69}$$

la valeur de τ_{p_i} dans l'Équation 5.69 représente la contribution de la i -ème famille via un des trois mécanismes de cisaillement activé en fonction de sa taille moyenne. Il a été démontré précédemment que le poids w_i représente le rapport entre le nombre de précipités de la i -ème famille et le nombre total de précipités ($w_i = \frac{N_i}{N}$). En termes statistiques, w_i représente donc la probabilité pour une dislocation de rencontrer un précipité de la i -ème famille. En conclusion, la i -ème contribution est pondérée par la statistique. La première limite du modèle de Galindo-Nava est liée au fait que chaque terme τ_{p_i} prend en compte l'interaction d'un précipité de taille r_i (rayon moyen de la i -ème famille) avec un deuxième précipité de la même taille. La formulation ne prend donc pas en compte l'interaction entre précipités de familles différentes. La contribution d'une famille est calculée comme si cette famille était isolée, puis elle est pondérée avec w_i . L'introduction d'interactions mixtes dans la formulation pourrait aider à obtenir des résultats plus réalistes.

De plus, dans la formulation multimodale du modèle de Galindo-Nava présentée via l'Équation 5.69, une distance inter-précipités L_i différente est calculée pour chaque famille (Équation 5.65). Comme représenté sur la Figure 106, la distance inter-précipités L peut être vue comme la somme des deux rayons des deux précipités en interaction et de la distance d entre les bords des deux précipités. Dans le modèle de Galindo-Nava, L est calculée en fonction d'un rayon moyen ; il est donc impossible d'utiliser la formulation présentée dans l'Équation 5.65, n'ayant pas explicitement les deux rayons dans la formule. De plus, la distance d n'est pas explicitée dans l'Équation 5.65. Dans le cas multimodal, il semble plus raisonnable de considérer une seule et même distance d pour toutes les populations.

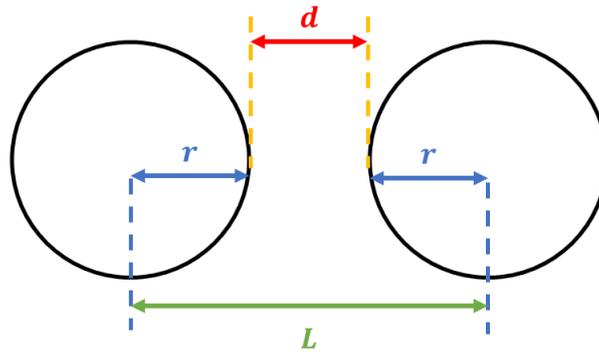


Figure 107 : Décomposition schématique de la distance inter précipités L (centre-centre).

Dans le paragraphe 5.1.1.4, il a été évoqué que Fang et al. [24] ont développé une formulation pour la prise en compte de la position du précipité par rapport au plan de glissement. Il faut remarquer ici que cette correction est utile dans le cas où la distribution réelle de la taille des précipités est connue. La caractérisation des distributions à partir de coupes 2D, sans corrections spécifiques, est affectée par les effets de stéréologie. Ces distributions contiennent donc implicitement l'influence de la position des précipités par rapport au plan d'observation (supposé statistiquement représentatif d'un plan de glissement). Pour cette raison, l'inclusion de l'influence de distributions issues d'observations MEB-FEG et non corrigées (comme les distributions obtenues dans notre étude) permet de prendre en compte en même temps l'influence de la distribution en taille et de la stéréologie.

5.2.4 Vers un nouveau modèle de durcissement par précipitation

Le paragraphe précédant a permis de mettre en évidence des possibilités de modifications de la formulation originelle de Galindo-Nava afin d'essayer d'améliorer les prédictions. Dans la suite, chaque mécanisme est analysé dans le détail et les modifications induites sont illustrées. Une formulation finale modifiée sera enfin proposée.

Tout d'abord, à partir de l'Équation 5.60 il est possible de remarquer que la valeur de cisaillement τ_p prédite par le modèle de Galindo-Nava est proportionnelle au rapport suivant :

$$\frac{l_i}{\Lambda_i + 2r_i} \quad \text{Équation 5.70}$$

L'Équation 5.70 indique le rapport entre la portion de dislocation qui cisaille les précipités l_i (portion qui se trouve dans les précipités) et la longueur totale de la dislocation $\Lambda_i + 2r_i$. Cette expression est utilisée dans la formulation de Galindo-Nava pour calculer la contribution d'une

paire de précipités isolés (ensuite pondérée) représentatifs de leur famille. Le nouveau modèle est basé sur la généralisation de cette observation. En particulier, au lieu de nous intéresser à la description d'une interaction isolée entre une dislocation et deux précipités, on décrira l'interaction d'une dislocation avec une ligne entière de précipités statistiquement représentative de la microstructure étudiée (Figure 108). A partir du schéma de la Figure 108, il est possible de distinguer la longueur cisailée l_{cis} (somme des traits rouges) et la longueur totale de la dislocation l_{tot} . Dans notre cas, la contribution des précipités au durcissement sera proportionnelle au rapport l_{cis}/l_{tot} . Le calcul de ces deux longueurs sera effectué en prenant en compte toutes les interactions possibles (entre la dislocation et deux précipités voisins dans la ligne) pondérées via la statistique. En outre, suivant les observations effectuées dans le paragraphe précédent (5.2.3.3), des corrections ultérieures seront proposées à la formulation d'origine de Galindo-Nava.

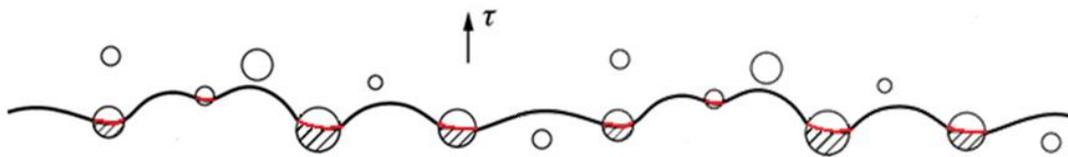


Figure 108 : Schématisation de l'interaction d'une dislocation avec une ligne de précipités statistiquement représentative de la microstructure d'appartenance. Mise en évidence de la longueur de dislocation cisailant les précipités (traits rouges).

5.2.4.1 Correction de la distance inter-précipités

La Figure 107 montre une représentation de la distance L et ses composantes. En considérant, à titre d'exemple, le cas d'une microstructure bimodale, nous pouvons considérer deux tailles moyennes r_1 et r_2 et deux fractions volumiques f_1 et f_2 . La fraction totale sera donc $f = f_1 + f_2$. Il est légitime d'imaginer que la distance d entre les précipités est intermédiaire à celles obtenues avec respectivement une première distribution unimodale caractérisée par r_1 et f_{tot} et une deuxième caractérisée par f_{tot} et r_2 . En faisant l'hypothèse de distribution homogène des précipités dans l'espace organisés dans un réseau carré, à l'aide de l'Équation 5.65 on peut donc trouver ces deux distances L :

$$L_1 = \sqrt{\frac{2\pi}{3f_{tot}}} r_1 \quad \text{Équation 5.71}$$

$$L_2 = \sqrt{\frac{2\pi}{3f_{tot}}} r_2 \quad \text{Équation 5.72}$$

En utilisant la schématisation de la Figure 107, il est possible de calculer les deux distances d_1 et d_2 :

$$d_1 = L_1 - 2r_1 \quad \text{Équation 5.73}$$

$$d_2 = L_2 - 2r_2 \quad \text{Équation 5.74}$$

La distance dans la microstructure originale sera donc intermédiaire aux deux calculées dans les Équation 5.73 et Équation 5.74. Il a été décidé d'utiliser une distance moyenne pondérée en utilisant les poids w_i déjà présentés dans l'Équation 5.68 :

$$\hat{d} = w_1 d_1 + w_2 d_2 \quad \text{Équation 5.75}$$

Les distances centre-centre (L) peuvent être ré-écrites en utilisant \hat{d} et toujours suivant le schéma en Figure 107 :

$$\hat{L}_i = \hat{d} + 2r_i \quad \text{Équation 5.76}$$

5.2.4.2 Introduction des interactions mixtes

La Figure 109 illustre les deux situations d'interactions mixtes (i.e. interactions entre précipités de familles différentes) impliquant un mécanisme de cisaillement que nous proposons ici de prendre en compte. Elles s'ajoutent aux mécanismes de cisaillement déjà considérés par le modèle de Galindo-Nava et illustrées sur la Figure 98 (modifiée en conséquence pour décrire les 2 interactions mixtes).

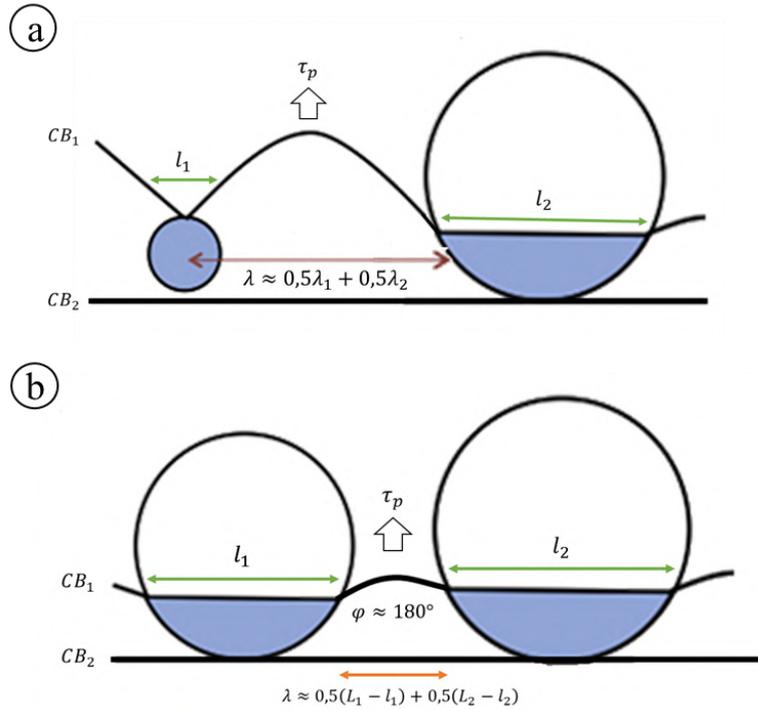


Figure 109 : Schématisation des nouvelles interactions mixtes entre précipités de tailles différentes introduites dans la formulation : (a) mécanisme de cisaillement par paires faiblement couplées et intermédiaire, (b) cisaillement par paires fortement couplées.

Pour chaque interaction, le type de franchissement observé est celui qui demande une énergie plus faible (et donc une cisssion résolue appliquée plus faible). Comme dans le cas du modèle d'origine de Galindo-Nava et al., il y a un rayon critique qui permet de délimiter la plage de tailles franchies par cisaillement et celle franchies par contournement r_c .

Dans le cas du mécanisme de cisaillement, si la taille d'un des deux précipités appartient à la plage correspondante à un couplage faible ou intermédiaire, on suppose que le segment de dislocation doit se courber et que sa longueur est décrite par un espacement de Friedel λ_{mixte} . Dans ce cas, l'espacement λ_{mixte} est considéré égal à la moyenne des deux espacements λ_1 (resp. λ_2) pour deux précipités de la famille 1 (resp. 2), i.e. $\Lambda_{mixte} = \lambda_{mixte} \approx 0.5(\lambda_1 + \lambda_2)$, (Figure 109 a). Si la taille des deux précipités correspond à un mécanisme de couplage fort, le segment de la dislocation extérieur aux précipités est pratiquement droit et sa longueur Λ_{mixte} est calculée, comme dans le cas précédent, via la moyenne arithmétique ($\Lambda_{mixte} = 0.5(\Lambda_1 + \Lambda_2) = 0.5(L_1 - l_1) + 0.5(L_2 - l_2)$). Concernant la longueur de dislocation interne aux précipités l_{mixte} , dans le cas d'interactions mixtes, elle correspond tout simplement à la somme des deux traits cisillant les deux précipités $l_{cis} = l_{mixte} = 0.5(l_1 + l_2)$. Ces formules seront utilisées, de manière analogue à la modélisation classique (Équation 5.70), pour le calcul du rapport l_{cis}/l_{tot} .

Enfin, si la taille des deux précipités appartient à la plage de tailles correspondante au contournement d'Orowan ($r > r_c$), le mécanisme d'Orowan est activé. La contribution du contournement d'Orowan est inversement proportionnelle à la distance L (Équation 5.45). Dans le cas d'une interaction mixte de type contournement cette distance est calculée via la moyenne arithmétique $L_{mixte} = 0.5(L_1 + L_2)$.

5.2.4.3 Prise en compte de la distribution de taille

L'introduction de l'influence de la distribution de taille permet d'obtenir un modèle plus réaliste. Dans le chapitre 3 il a été montré que la méthode développée pour la caractérisation des microstructures à partir d'images MEB-FEG permet d'évaluer la distribution en termes de fonction de densité de probabilité, ou *probability density function* (pdf) pour chaque famille mesurée. La Figure 110 montre un exemple d'une distribution normale d'une variable r . Par définition la $pdf(r)$ permet d'obtenir la probabilité que la variable r soit comprise dans une certaine plage de valeurs. Donc, dans le cas des distributions de taille, la pdf permet de trouver la probabilité qu'un précipité de la famille étudiée et ayant une certaine taille soit présent dans la microstructure.

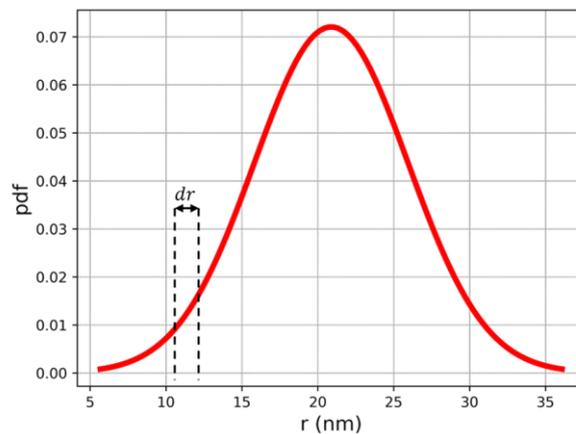


Figure 110 : Exemple d'une fonction de densité de probabilité relative à une distribution normale.

L'axe x en Figure 110 peut être discrétisé dans un certain nombre de sous-parties de taille dr . La probabilité qu'un précipité appartenant à la famille k soit de taille comprise entre r_i et $r_{i+1} = r_i + dr$ est alors donnée par :

$$pr_i = \int_{r_i}^{r_{i+1}} pdf_k(r) dr \quad \text{Équation 5.77}$$

Avec pdf_k la fonction de densité de probabilité de la taille de précipités de la famille k.

En considérant deux familles (k et z), la probabilité qu'un précipité de la famille k et de taille comprise entre r_i et r_{i+1} soit en interaction avec un précipité de la famille z et de taille comprise entre r_j et r_{j+1} est :

$$pr_{ij} = pr_i \cdot pr_j = \int_{r_i}^{r_{i+1}} pdf_k(r) dr \int_{r_j}^{r_{j+1}} pdf_z(r) dr \quad \text{Équation 5.78}$$

L'Équation 5.78 est valide dans le cas d'interactions entre précipités appartenant à la même famille ($k = z$) ou à deux familles différentes ($k \neq z$) et aide à prendre en compte l'influence de la distribution de précipitation sur les longueurs de dislocation cisillant l_{cis} et totale l_{tot} . En effet, les deux longueurs peuvent être trouvées par la somme de la contribution de chaque interaction possible dans la ligne de dislocation, pondérée par la probabilité que cette interaction soit présente pr_{ij} (Équation 5.78) :

$$\hat{l}_{cis} = \sum_{i=0}^n \sum_{j=0}^m pr_{ij} (0.5l_{cis_i} + 0.5l_{cis_j}) \quad \text{Équation 5.79}$$

$$\hat{l}_{tot} = \sum_{i=0}^n \sum_{j=0}^m pr_{ij} (0.5l_{tot_i} + 0.5l_{tot_j}) \quad \text{Équation 5.80}$$

En conclusion, les valeurs trouvées dans l'Équation 5.79 et l'Équation 5.80 représentent des longueurs équivalentes pour l'interaction entre la famille z et la famille k , prenant en compte l'influence de la distribution de taille de chaque famille.

5.2.4.4 Formulation modifiée

Pour simplifier l'illustration de la formulation dans la suite, une microstructure modèle avec une distribution de précipitation bimodale sera considérée. On aura donc deux familles caractérisées par les tailles moyennes r_1 et r_2 et fractions volumiques f_1 et f_2 . Cependant, les formules développées peuvent être étendues à d'autres microstructures avec plusieurs familles.

Il a été vu que l'hypothèse fondamentale de départ est la modélisation d'une ligne de précipités entière au lieu d'une schématisation par couple de précipités (Figure 108). Cette ligne se compose d'un nombre de précipités N_{pre} suffisamment élevé afin d'être statistiquement représentatif (w_i respectées). Il a été vu précédemment que les poids w_i représentent le rapport entre le nombre de

précipités de la i -ème famille (n_i) et le nombre total de précipités. Dans la suite, l'interaction entre deux précipités de la même famille sera indiquée comme 1-1 et 2-2 respectivement pour la famille 1 et 2. De la même façon, l'interaction entre les précipités de deux familles différentes sera indiquée avec 1-2 (qui est équivalent à 2-1 par symétrie). De manière analogue au modèle de Galindo-Nava (Équation 5.61), la contribution du mécanisme de cisaillement est considérée proportionnelle au rapport l_{cis}/l_{tot} via un facteur $\frac{\gamma_{APB}}{2b}$:

$$\tau_p = \frac{\gamma_{APB} l_{cis}}{2b l_{tot}} \quad \text{Équation 5.81}$$

Une formulation prenant en compte les modifications proposées précédemment est donc nécessaire pour l_{cis} et l_{tot} .

5.2.4.4.1 Interactions mixtes et distance inter-précipités

La longueur de dislocation qui cisaille les précipités sur toute la ligne (l_{cis}) peut être décomposée en différentes contributions. Dans le cas d'une interaction de type 1-1 ou 2-2, on aura la longueur interne notée l_i (Figure 98). Dans le cas d'une interaction mixte de type 1-2 ou 2-1, on aura $l_{ij} = 0.5(l_i + l_j)$ (Figure 109). D'un point de vue statistique, w_i représente la probabilité d'avoir un précipité de la famille i dans un certain point de la ligne de précipités statistiquement représentative. La probabilité qu'un précipité de la famille j soit à côté d'un précipité de la famille i est donné par $w_i w_j$. En conclusion, si N_{int} représente le nombre total d'interactions sur toute la ligne de précipités, la l_{cis} est égale à :

$$l_{cis} = N_{int}(w_1^2 l_1 + w_2^2 l_2 + w_1 w_2 (0.5 l_1 + 0.5 l_2) + w_2 w_1 (0.5 l_2 + 0.5 l_1)) \quad \text{Équation 5.82}$$

En regroupant les termes on obtient :

$$l_{tot} = N_{int}(w_1^2 l_1 + w_2^2 l_2 + w_1 w_2 (l_1 + l_2)) \quad \text{Équation 5.83}$$

Avec une procédure identique et en s'appuyant sur les mêmes schématisations, il est possible de décomposer la longueur totale de la dislocation dans ses différentes composantes. On peut donc écrire :

$$l_{tot} = N_{int}(w_1^2 (\Lambda_1 + 2r_1) + w_2^2 (\Lambda_2 + 2r_2) + 2w_1 w_2 (0.5\Lambda_1 + 0.5\Lambda_2 + r_1 + r_2)) \quad \text{Équation 5.84}$$

En regardant l'Équation 5.83 et l'Équation 5.84 il est possible de remarquer que les termes multipliés par w_i^2 représentent les portions de dislocations qui sont statistiquement impliquées dans les interactions de type ii . De la même manière, les termes multipliés par $w_i w_j$ représentent les portions de dislocations statistiquement impliquées dans les interactions de type ij .

En combinant l'Équation 5.83 et l'Équation 5.84, on obtient :

$$\frac{l_{cis}}{l_{tot}} = \frac{w_1^2 l_1 + w_2^2 l_2 + 2w_1 w_2 (0.5l_1 + 0.5l_2)}{w_1^2 (\Lambda_1 + 2r_1) + w_2^2 (\Lambda_2 + 2r_2) + 2w_1 w_2 (0.5\Lambda_1 + 0.5\Lambda_2 + r_1 + r_2)} \quad \text{Équation 5.85}$$

En regardant l'Équation 5.85, il est possible de remarquer que pour une distribution unimodale ($w_1 = 1; w_2 = 0$), la formulation est bien équivalente à celle de Galindo-Nava et al. (Équation 5.60). Cependant, dans le cas de microstructures multimodales, l'Équation 5.85 permet de prendre en compte l'influence des interactions mixtes i - j .

Pour compléter cette nouvelle formulation, il reste à introduire le mécanisme de contournement d'Orowan. Il a été vu que si les deux précipités interagissant ont une taille comprise dans la plage du mécanisme d'Orowan, le contournement est activé. Pour évaluer la contribution de ce mécanisme à la cission critique totale, l'Équation 5.45 a été modifiée en suivant la même schématisation utilisée pour le cisaillement. Pour une microstructure bimodale on obtient :

$$\tau_{oro} = w_1^2 \frac{3Gb}{2\hat{L}_1} + w_2^2 \frac{3Gb}{2\hat{L}_2} + 2w_1 w_2 \frac{3Gb}{2(0.5\hat{L}_2 + 0.5\hat{L}_1)} \quad \text{Équation 5.86}$$

Enfin, la contribution totale des précipités à la cission résolue critique est obtenue via la somme des deux contributions $\tau_{pr} = \tau_{oro} + \tau_p$. On remarque que les deux contributions présentes dans la somme sont pondérées via les coefficients w_i liés aux caractéristiques de précipitation.

La correction sur la distance inter-précipités peut être intégrée simplement en utilisant l'Équation 5.76 pour calculer \hat{L} dans les équations précédentes.

5.2.4.4.2 Influence de la distribution de taille

La formulation basée sur l'Équation 5.85 représente une version simplifiée du modèle modifié ne prenant en compte que la taille moyenne des familles de précipités. Cette formulation peut être étendue en incluant l'influence de la distribution de chaque famille. Toujours dans le cas d'une microstructure bimodale, il y aura deux distributions différentes ($pdf_1(r); pdf_2(r)$). En utilisant

l'Équation 5.84 et l'Équation 5.85, la formulation peut être modifiée de manière très simple. En effet, chaque longueur utilisée dans l'Équation 5.85 est remplacée par la longueur équivalente calculée en prenant en compte l'influence de la distribution (cf. Équation 5.84 et Équation 5.85) :

$$\frac{\widehat{l}_{cis}}{\widehat{l}_{tot}} = \frac{w_1^2 \widehat{l}_1 + w_2^2 \widehat{l}_2 + 2w_1 w_2 (0.5\widehat{l}_1 + 0.5\widehat{l}_2)}{w_1^2 (\widehat{\Lambda}_1 + 2r_1) + w_2^2 (\widehat{\Lambda}_2 + 2r_2) + 2w_1 w_2 (0.5\widehat{\Lambda}_1 + 0.5\widehat{\Lambda}_2 + r_1 + r_2)} \quad \text{Équation 5.87}$$

5.2.4.4.3 Formulations finales

Les Équation 5.88 et Équation 5.89 représentent la version complète du modèle modifié qui inclut toutes les modifications proposées précédemment dans le cas d'une microstructure bimodale. En généralisant la formulation pour l'application à une microstructure quelconque on obtient :

$$\tau_p = \frac{\gamma_{APB}}{2b} \frac{\sum_i \sum_j w_i w_j (0.5\widehat{l}_i + 0.5\widehat{l}_j)}{\sum_i \sum_j w_i w_j (0.5\widehat{\Lambda}_i + 0.5\widehat{\Lambda}_j + r_i + r_j)} \quad \text{Équation 5.88}$$

$$\tau_{oro} = \frac{3Gb}{2} \sum_i \sum_j \frac{w_i w_j}{0.5(\widehat{l}_i + \widehat{l}_j)} \quad \text{Équation 5.89}$$

Tableau 22 reprend la formulation de tous les paramètres utilisés dans le modèle, en actualisant la formulation de L_i avec celle modifiée proposée.

Tableau 22 : Synthèse des paramètres utilisés dans la formulation proposée pour la prédiction de la contribution des précipités à la CRSS

$Ten = \frac{Gb^2}{2}$	Équation 5.90
$r_m = \frac{Gb^2}{2\gamma_{APB}}$	Équation 5.91
$l_i = 2r_i \quad (r_i \leq r_m)$	Équation 5.92
$l_i = \sqrt{2(r_i^2 - (r_i - r_m)^2)} \quad (r_i > r_m)$	
$d_i = \sqrt{\frac{2\pi}{3f}} r_i - 2r_i$	Équation 5.93
$\hat{d} = \sum_i w_i d_i$	Équation 5.94
$L_i = 2r_i + \hat{d}$	Équation 5.95
$\lambda_i = \sqrt{\frac{Ten}{\gamma_{APB} r_i}} L_i$	Équation 5.96
$\Lambda_i = \max(\lambda_i, L_i - l_i)$	Équation 5.97
$w_i = \frac{\frac{f_i}{r_i^2}}{\sum_j \frac{f_j}{r_j^2}}$	Équation 5.98

5.2.5 Application du nouveau modèle

La nouvelle formulation a été utilisée pour prédire la cission critique τ_p des microstructures déjà étudiées à l'aide du modèle de Galindo-Nava. Les paramètres matériau ainsi que les caractéristiques microstructurales sont inchangés par rapport à ceux utilisés dans le paragraphe 5.2.3.

5.2.5.1 Comparaison aux données expérimentales

La Figure 111 permet de comparer les prédictions du nouveau modèle avec les mesures expérimentales ainsi qu'avec les prédictions du modèle de Galindo-Nava dans sa version d'origine. Les barres en orange représentent les prédictions du nouveau modèle dans sa version simplifiée basée seulement sur les tailles moyennes des familles. Les barres en bleu représentent les prédictions du modèle complet prenant en compte les distributions de taille des différentes familles via les valeurs d'écart-type des distributions en taille identifiées au chapitre 3. Les résultats du modèle de Galindo-Nava dans sa version basée sur les tailles moyennes sont représentés en rouge. Enfin les mesures expérimentales sont reportées en noir.

Tout d'abord, la microstructure SX-300 étant unimodale, il n'y a aucune différence entre le résultat du modèle de Galindo-Nava et le modèle modifié dans sa version simplifiée. Au contraire, l'application du modèle modifié complet induit un écart. Cette tendance est explicable en regardant la Figure 112. Comme vu précédemment, la taille moyenne de la seule famille présente dans la microstructure SX-300 est très proche de la taille qui maximise le durcissement. Par conséquent, les tailles plus petites et plus grandes introduisent un effet durcissant plus faible. Il est donc évident que dans ce cas, le fait de prendre en compte l'influence des précipités dans ces plages réduit l'effet durcissant global.

Dans le cas des microstructures SX-40/100/GG les prédictions du nouveau modèle dans ses deux versions sont plus précises par rapport aux prédictions obtenues via le modèle de Galindo-Nava. La différence majeure est rencontrée pour la seule microstructure trimodale (SX-GG). Pour cette microstructure l'erreur de prédiction du modèle de Galindo-Nava en pourcentage est de 32.7%, l'erreur descend à 9.21% pour le nouveau modèle dans sa version simplifiée et à 0.76% dans la version complète.

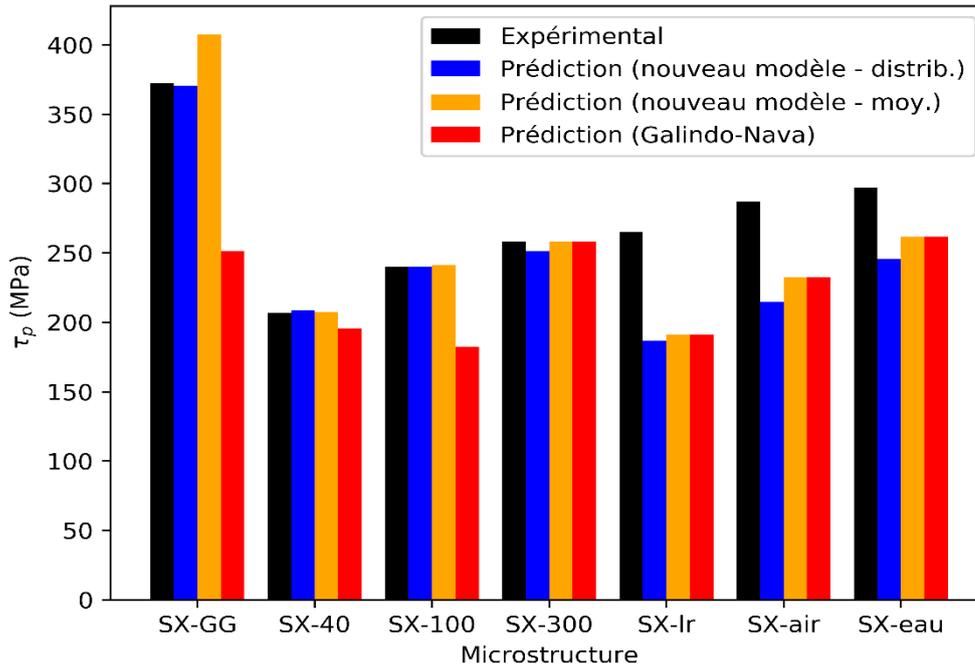


Figure 111 : Résultats de prédiction de la τ_p via le modèle de Galindo-Nava et le nouveau modèle proposé dans ses deux versions : complète (avec prise en compte des distributions de taille) et simplifiée (basée sur les tailles moyennes). (700°C)

La prédiction pour les microstructures SX-eau/air/lr a été effectuée en prenant en compte la seule famille bien caractérisée via les observations (précipités secondaires). L'erreur de prédiction reste élevée pour tous les modèles appliqués (Figure 111). Le graphique en Figure 112 permet de mieux comparer les prédictions des trois formulations avec les mesures expérimentales de τ_p pour les microstructures unimodales. Comme déjà anticipé, pour les microstructures unimodales, il est possible de remarquer qu'il n'y a pas de différence entre le modèle de Galindo-Nava et le nouveau modèle dans sa version simplifiée.

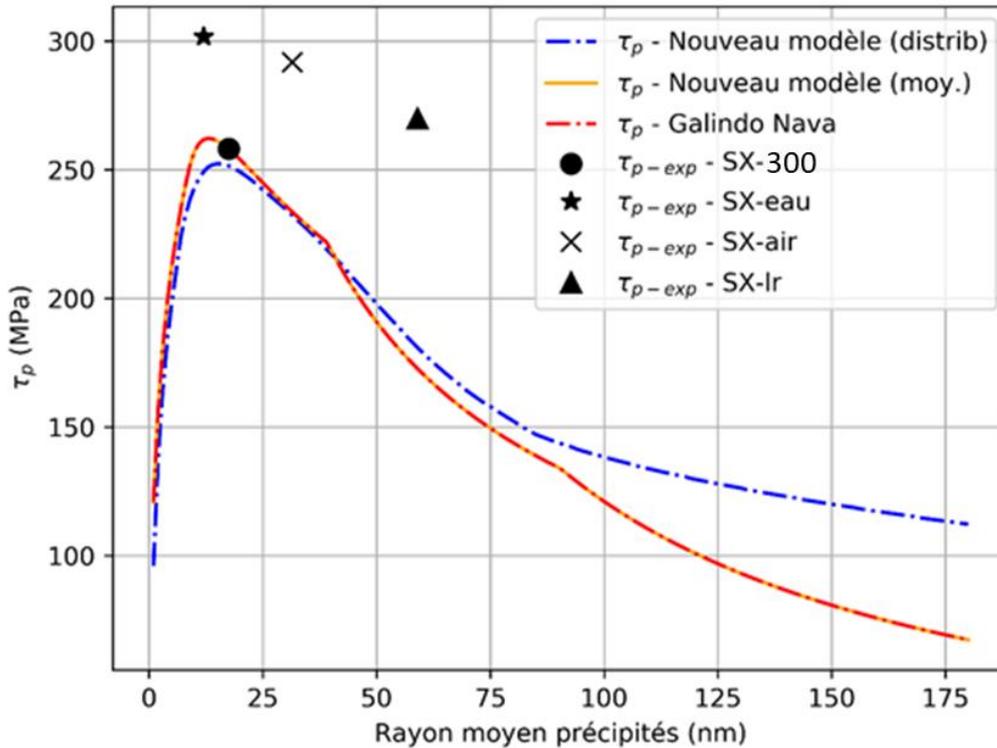


Figure 112 : Représentation de l'évolution de τ_p via le modèle de Galindo-Nava et les deux versions du modèle proposé pour une microstructure unimodale (données relatives à la distribution SX-300 pour le modèle complet); Comparaison avec les mesures expérimentales effectuées sur les échantillons monogranulaires présentant des microstructures unimodales (700°C).

5.2.5.2 Cas des microstructures SX-eau/air/Ir

Les écarts constatés pour les microstructures SX-eau/air/Ir ne peuvent pas venir d'une erreur de mesure sur la taille moyenne des précipités secondaires. En effet, en regardant la Figure 112 on peut constater que même en faisant varier la taille moyenne des précipités (en modifiant la position des points expérimentaux sur l'axe x) l'écart reste trop important. La deuxième source d'erreur pourrait être la mesure de la fraction volumique de précipitation. La Figure 113 montre le résultat d'une étude paramétrique effectuée en faisant varier la fraction des précipités. Vus les résultats très similaires entre les différentes formulations, pour cette étude, seule la nouvelle formulation a été appliquée. Les courbes continues en Figure 113 représentent les prédictions du modèle, les droites en pointillés indiquent les valeurs expérimentales pour chaque microstructure. Il est possible de remarquer que seulement dans le cas de la microstructure SX-eau il est possible d'atteindre la valeur expérimentale en augmentant la fraction de précipitation. La fraction nécessaire serait $\approx 62\%$ ce qui est largement trop élevé par rapport aux valeurs classiques pour l'AD730TM ($\approx 36\%$ à 700°C).

Pour ces raisons la valeur de la fraction volumique de précipités est à exclure comme unique source d'erreur.

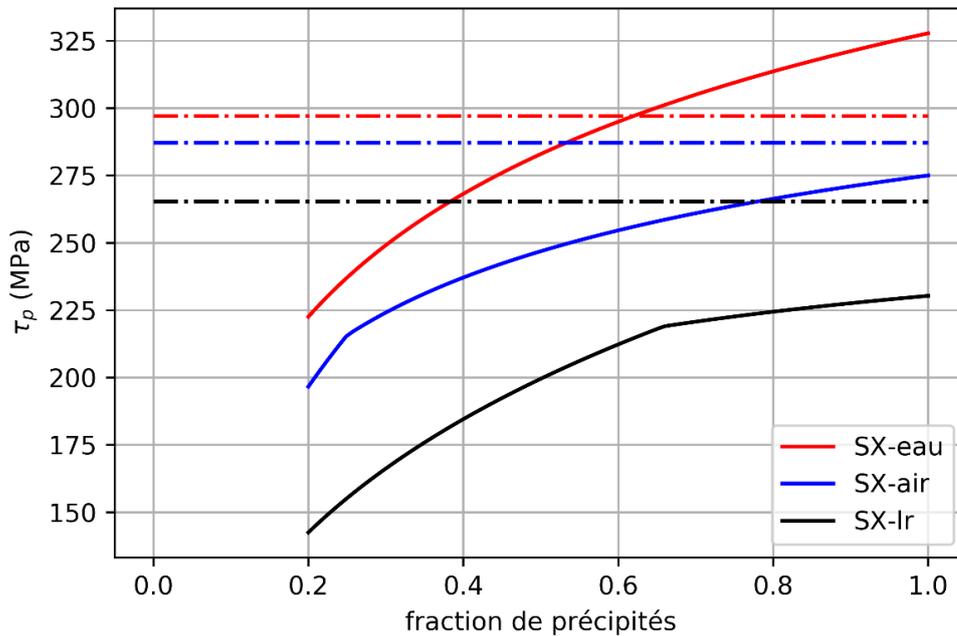


Figure 113 : étude paramétrique de l'influence de la fraction volumique de précipitation sur la τ_p pour des microstructures unimodales. (700°C)

Il a été vu précédemment que pour les trois microstructures étudiées il y a une forte probabilité d'apparition de précipités tertiaires au cours du traitement de vieillissement. En effet, en regardant de plus près les images MEB pour ces microstructures, il est possible d'apercevoir des petits précipités qui n'ont pas été quantifiés pendant la phase de caractérisation des microstructures. La présence d'une population de précipités tertiaires pourrait donc expliquer la différence constatée entre les prédictions (en considérant des microstructures unimodales) et les mesures.

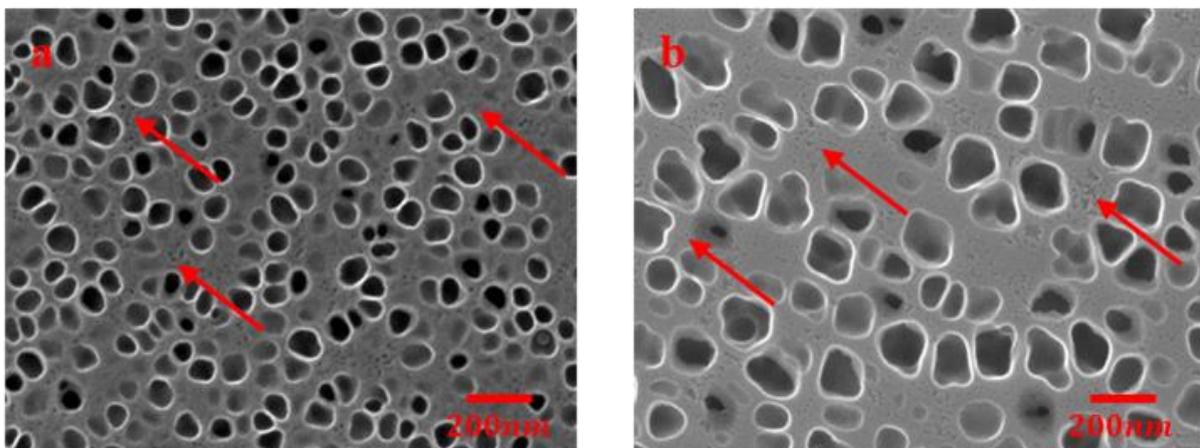


Figure 114 : Détails des micrographies MEB obtenues pour les microstructures SX-air (a) et SX-Ir (b) ; mise en évidence de la présence de populations de précipités tertiaires (flèches rouges).

Dans le chapitre 3, une première estimation a été effectuée pour la taille moyenne des précipités tertiaires de ces trois microstructures. Ensuite, une étude paramétrique a été effectuée à l'aide des outils de modélisation afin d'estimer les distributions de ces populations en restant cohérents avec les observations qualitatives effectuées précédemment. Concernant les fractions surfaciques des précipités tertiaires, la valeur de 0.01 déjà mesurée sur les échantillons monogranulaires orientés $\langle 001 \rangle$ a été utilisée pour les microstructures SX-eau/air/lr. Le Tableau 23 résume les valeurs trouvées pour les trois microstructures.

Tableau 23 : Résultats de la caractérisation qualitative des populations tertiaires dans les microstructures SX-eau/air/lr.

Microstructure	Rayon moyen équivalent \pm SD/ Fraction surfacique	
	γ'_{II} (nm)	γ'_{III} (nm)
SX-eau	9 \pm 2.55 / 0.28	3 \pm 1.60 / 0.01
SX-air	31 \pm 7.00 / 0.29	4.5 \pm 2.15 / 0.01
SX-lr	59.5 \pm 8.70 / 0.27	7 \pm 2.30 / 0.01

En utilisant les valeurs reportées dans le Tableau 23, les prédictions ont été répétées avec les différentes formulations (Figure 115). En effet l'ajout d'une population tertiaire permet d'améliorer nettement les prédictions dans les trois cas. Le nouveau modèle permet d'obtenir des meilleures prédictions que pour le modèle de Galindo-Nava. En outre, la version complète du nouveau modèle permet d'obtenir des résultats légèrement meilleurs.

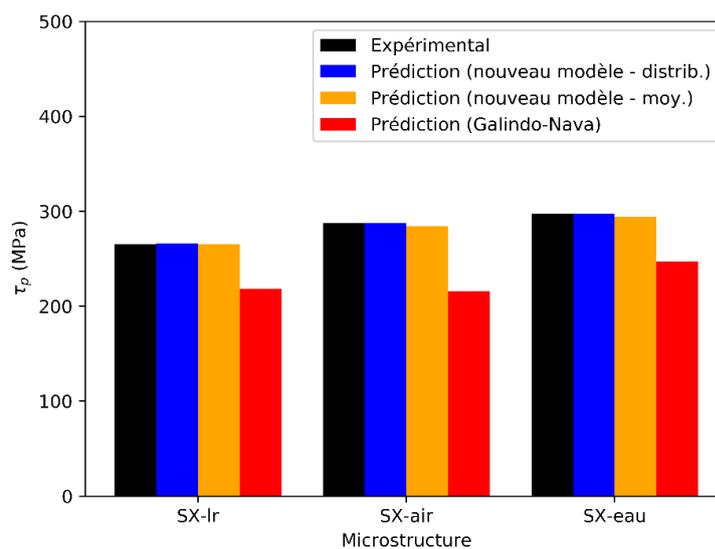


Figure 115 : Applications des modèles à la prédiction de la τ_p pour les microstructures SX-eau/air/lr en considérant la présence de populations tertiaires.

Le Tableau 24 résume les résultats obtenus pour toutes les microstructures ainsi que les erreurs de prédiction de chaque modèle. En particulier, pour les microstructures SX-eau/air/lr, les données microstructurales contenant les précipités tertiaires ont été utilisées pour les prédictions.

Tableau 24 : Comparaison des valeurs de τ_p prédites via les différents modèles avec les mesures expérimentales pour tous les monograins testés à 700°C ; Comparaison des écarts relatifs obtenus.

Microstructure	τ_p Mesurée (MPa)	τ_p Prédite (MPa)			Ecart relatif (%)		
		Galindo- Nava	Nouveau (Moyenne)	Nouveau (Distributions)	Galindo- Nava	Nouveau (Moyenne)	Nouveau (Distributions)
SX-GG	372.3	251.2	407.7	370.5	-32.7	9.21	-0.76
SX-40	207.0	195.4	207.5	208.4	-5.6	0.24	0.68
SX-100	240.2	190.0	241.4	240.0	-20.9	0.52	-0.07
SX-300	258.1	258.1	258.1	251.6	-0.01	-0.01	-0.69
SX-lr	269.3	190.9	265.3	265.8	-29.3	-5.48	0.20
SX-air	291.1	232.7	284.2	294.1	-20	-1.04	1.36
SX-eau	301.0	261.7	287.2	297.1	-11.9	-0.99	0.99

5.2.6 Synthèse

Une démarche complète de modélisation analytique du durcissement d'un monocristal a été mise en place. L'influence de la solution solide, n'étant pas le but principal de ce travail, a été modélisée avec un modèle simple et disponible de Gypen et Deruyttere [31], [32] fournissant la prédiction de l'influence sur la limite d'élasticité macroscopique. Ensuite, cette valeur a été transposée au niveau microscopique (systèmes de glissement) via une transition d'échelle effectuée avec le facteur de Schmid effectif $\mu_{eff} = 0.41$. La contribution finale à la cission résolue critique trouvée est $\tau_{SS} = 54.6 \text{ MPa}$.

L'influence de la précipitation a ensuite été investiguée. L'application du modèle de Galindo-Nava a permis d'obtenir une bonne prédiction dans le cas de la microstructure unimodale SX-300. Cependant, l'écart entre prédictions et valeurs expérimentales a permis d'envisager la modification du modèle afin d'améliorer les prédictions notamment pour des microstructures de précipitation multimodales. Trois corrections principales ont été introduites : prise en compte des interactions mixtes, corrections de la distance inter-précipités et prise en compte de la distribution de taille des précipités. La nouvelle formulation a permis d'obtenir de meilleurs résultats pour toutes les microstructures sauf pour les SX-eau/air/lr. Des difficultés de caractérisation pour ces microstructures ont été déjà mis en évidence dans le chapitre 3. Des études paramétriques ont permis de montrer que la seule source d'erreur pouvait être la non-caractérisation d'une famille de

précipités tertiaires ultrafins présents, mais non quantifiés. Donc, les modèles ont été utilisés pour identifier des paramètres de distribution et fractions volumiques des précipités tertiaires cohérents avec les observations qualitatives sur les micrographies MEB-FEG et avec les mesures effectuées sur les microstructures similaires. L'introduction d'une nouvelle famille a enfin permis d'obtenir des bonnes prédictions pour les microstructures SX-eau/air/lr. Dans ce cas aussi, la nouvelle formulation a montré de meilleures prédictions (Tableau 24).

Il est important de remarquer qu'à cause de la quantité limitée de matière, seulement deux températures ont été investiguées pour les monocristaux et seulement pour certaines éprouvettes. Avec seulement deux points par microstructure, il est très compliqué de calibrer le modèle en température. Il serait possible de postuler une évolution linéaire des paramètres matériau sensibles à la température. Cependant, il a été montré que l'évolution de la limite d'élasticité dans les superalliages base nickel n'est généralement pas linéaire et souvent complexe. Une première calibration en température du modèle sera présentée dans la suite du chapitre en exploitant les données expérimentales des polycristaux testés aussi à 500°C. Toutefois, il est important de rappeler que la complexité du phénomène mérite une étude poussée dans la plage de température d'intérêt, afin de caractériser finement l'évolution des paramètres matériau.

5.3 Durcissement dans les polycristaux

Dans cette partie, les limites d'élasticité mesurées sur les polycristaux (chapitre 4) et le modèle de précipitation précédent (transposé à l'échelle du polycristal) sont utilisées conjointement afin :

- D'isoler l'influence de la taille de grains (indépendamment d'autres contributions)
- D'enrichir la connaissance de l'influence de la température sur le durcissement de la précipitation en exploitant les données d'essais à 500°C obtenues uniquement sur polycristaux.
- D'élargir la base de données pour discuter de la validité et des capacités prédictives du modèle aussi dans le cas de polycristaux.

De manière tout à fait semblable à la formulation proposée par Galindo-Nava et al. (cf. § 5.1.2), on propose d'exprimer la limite d'élasticité d'un polycristal isotrope comme :

$$\sigma_y = \sigma_{SS} + \sigma_g + \sigma_{pr} \quad \text{Équation 5.99}$$

avec $\sigma_g = k_y d^{-0.5}$ (d étant la taille moyenne des grains et k_y coefficient de Hall-Petch).

La contribution de la solution solide σ_{SS} est considérée constante pour l'ensemble des microstructures étudiées et égale à 130 MPa (comme déjà détaillée dans le paragraphe 5.2.2). La

contribution du durcissement par précipitation prédite par le modèle modifié (§ 5.2.4.4) sera définie par :

$$\sigma_{pr} = \frac{\tau_{pr}}{\mu_{eff}} \quad \text{Équation 5.100}$$

avec μ_{eff} facteur de Schmid effectif défini à 0.41 (dont la définition précise, basée sur des simulations EF, est reportée au chapitre 6).

5.3.1 Effet de la taille de grains

Le dernier paramètre microstructural à prendre en compte dans la prédiction de la limite d'élasticité est la taille moyenne des grains. Dans ce paragraphe, dans un premier temps, cette loi sera calibrée pour l'AD730™ à l'aide des résultats expérimentaux. Ensuite, l'utilisation combinée des différents modèles analytiques permettra d'introduire la dépendance à la température pour le modèle d'influence de la précipitation.

Un premier essai de calibration de la loi de Hall-Petch a été présenté dans le paragraphe 4.2.2.1. Dans ce chapitre, les résultats expérimentaux bruts des essais de traction ont été utilisés. Les valeurs des limites d'élasticité mesurées pour chaque microstructure ont été tracées en fonction du facteur $\frac{1}{\sqrt{d}}$ (avec d taille moyenne des grains). Ensuite la régression linéaire des points tracés a permis d'estimer la valeur du coefficient de Hall-Petch k_y :

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad \text{Équation 5.101}$$

L'Équation 5.101 sépare la contribution des joints de grains et les autres contributions à la limite d'élasticité macroscopique. En particulier, σ_0 représente la contribution des précipités et des éléments en solution solide. Il est important de remarquer que la procédure utilisée dans le paragraphe 4.2.2.1 est valable seulement si σ_0 est la même pour toutes les microstructures analysées. Autrement, la pente de la régression linéaire trouvée serait influencée aussi par les autres contributions et non seulement par la taille des grains. En pratique, afin de pouvoir utiliser directement les valeurs de limite d'élasticité mesurées, on devrait comparer des microstructures identiques pour toutes les variables autre que la taille moyenne des grains.

Les analyses microstructurales ont montré que les microstructures GG-std et TGG-std possèdent des distributions de précipitation similaires, alors que la microstructure GF présente une précipitation très différente. Pour cette raison, la contribution des précipités à la CRSS est différente

entre ces microstructures. Les modèles présentés précédemment dans ce chapitre permettent de surmonter ce problème. En effet, à partir de l'Équation 5.99 on peut écrire :

$$\sigma_g = \sigma_y - \sigma_{pr} - \sigma_{ss} \quad \text{Équation 5.102}$$

Une fois calculées les autres contributions, l'Équation 5.102 permet d'obtenir la contribution de la taille moyenne des grains seule. Ces valeurs permettent ensuite d'identifier le paramètre de la loi de Hall-Petch de manière plus précise.

5.3.1.1 Calibration de la loi de Hall-Petch

Le Tableau 25 résume les caractéristiques microstructurales mesurées pour les trois microstructures polycristallines utilisées dans cette procédure (GF, GG-std, TGG-std).

Tableau 25 : Caractéristiques microstructurales des microstructures polycristallines GF, GG-std et TGG-std

Microstructures	Diamètre moyen équivalent \pm SD / Fraction surfacique			Taille moyenne grains (μm)
	γ'_I (μm)	γ'_{II} (nm)	γ'_{III} (nm)	
GF	1 \pm 0,19 / 0.15	33.2 \pm 7.5 / 0.24	11.5 \pm 4.5 / 0.01	10 \pm 4
GG-std	-	293 \pm 33 / 0.12 28.7 \pm 3 / 0.18	14.7 \pm 2.2 / 0.04	340 \pm 160
TGG-std	-	324 \pm 70 / 0.14	33 \pm 9.6 / 0.20	626 \pm 138

Tout d'abord les contributions des précipités ainsi que des éléments en solution solide ont été calculées. En particulier, le modèle de précipitation modifié complet permet de trouver la valeur de τ_{pr} . Le facteur de Schmid effectif (0.41) a été utilisé afin de remonter à la valeur macroscopique correspondante (σ_{pr}). A partir de ces valeurs et des valeurs expérimentales de la limite d'élasticité, la contribution des joints des grains a été calculée via l'Équation 5.102. Le Tableau 26 permet de résumer les différentes contributions.

Tableau 26 : Calcul des différentes contributions à la limite d'élasticité pour les microstructures polycristallines GF, GG-std et TGG-std (700°C)

Microstructures	$\sigma_{y_{EXP}}$ (MPa)	σ_{pr} (MPa)	σ_{ss} (MPa)	σ_g (MPa)
GF	1169	799.8	130	239.2
GG-std	918	741.2		46.8
TGG-std	773	620.2		22.8

Grâce aux valeurs trouvées pour σ_g , il est possible de calibrer plus précisément la loi de Hall-Petch. En effet, les valeurs de σ_{pr} indiquées dans le Tableau 26 montrent que la contribution de la précipitation varie de manière non négligeable entre les microstructures. Il est donc possible d'affirmer que la pente de la régression linéaire tracée sur les valeurs brutes de σ_y n'est pas adaptée à la calibration de la loi de Hall-Petch.

Les valeurs de σ_g calculées ont été utilisées pour tracer la Figure 116 en fonction de $\frac{1}{\sqrt{d}}$. La courbe en bleu illustrée dans cette figure est la régression linéaire des points. La pente de la courbe représente donc le coefficient de Hall-Petch k_y . La valeur trouvée avec cette procédure ($k_y = 0.745$) est plus cohérente avec les données bibliographiques sur les superalliages base nickel durcis par précipitation ($k_y \approx 0.71 \div 0.75 \text{ MPa m}^{0.5}$) [7], [12], [23], [26], [46], [47]. Un élément ultérieur de cohérence est donné par le fait que la régression linéaire passe par l'origine. En effet, pour $d \rightarrow \infty$ on passe au cas du monograin pour lequel $\sigma_g \rightarrow 0$.

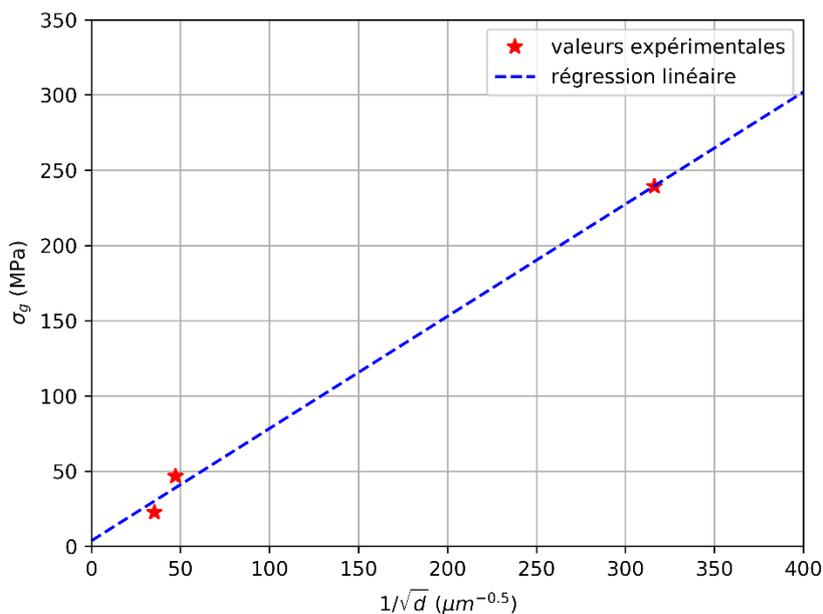


Figure 116 : Calibration de la loi de Hall-Petch pour les microstructures polycristallines GF, GG-std et TGG-std testées à 700°C

La Figure 117 permet de visualiser l'importance relative des différentes contributions obtenues à 700°C pour les 3 microstructures étudiées. Il est possible de remarquer que la contribution des précipités reste assez largement prépondérante dans tous les cas.

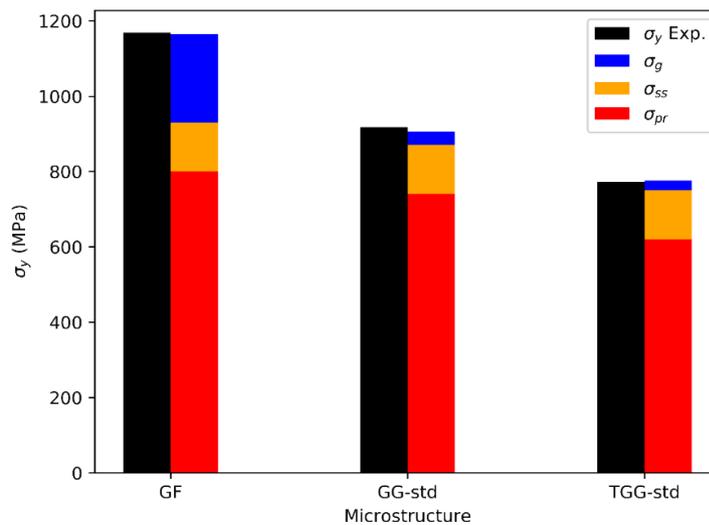


Figure 117 : Comparaison des mesures de la limite d'élasticité (σ_y) avec les prédictions du modèle calibré ; décomposition de la valeur trouvée pour les trois contributions (700°C).

5.3.2 Etude de l'influence de la température sur la contribution de la précipitation

La dernière étape consiste à introduire la sensibilité à la température dans les modèles présentés précédemment. Tout d'abord, il faut remarquer qu'entre les trois effets microstructuraux analysés, seulement celui de la précipitation est influencé sensiblement par la température. Il est rappelé ici que l'AD730TM, comme la majorité des superalliages base nickel, présente une forte stabilité de la limite d'élasticité dans la plage de températures analysée dans cette étude. Cependant, il est utile de prendre en compte cette faible variation. Il a été vu en introduction que ces matériaux sont caractérisés par une évolution complexe de la limite d'élasticité entre température ambiante et des températures proches de celle de fusion. Pour cette raison, une étude poussée de ce phénomène nécessiterait une campagne d'essais dédiée à l'investigation de plusieurs températures intermédiaires. Dans le chapitre 4 il a été vu que seulement trois températures ont été étudiées dans cette étude. Ce paragraphe a donc pour but d'introduire, de manière cohérente avec les résultats expérimentaux, l'influence de la température.

La procédure utilisée est analogue à celle appliquée à l'étude de l'influence des joints de grains. Grâce aux modèles de Hall-Petch et Gypen-Deruyttere, il est possible de calculer respectivement les contributions de la taille moyenne des grains et des éléments en solution solide pour chaque microstructure. Ensuite il est possible d'extraire la contribution de la précipitation à partir des valeurs mesurées de la limite d'élasticité :

$$\sigma_{pr} = \sigma_y - \sigma_g - \sigma_{ss}$$

Équation 5.103

Le graphique en Figure 118 permet de visualiser l'évolution avec la température de la contribution des précipités pour les microstructures GF, GG-std et TGG-std. Comme dans le cas des monocristaux, une réduction progressive de la limite d'élasticité est observée entre 20°C et 700°C.

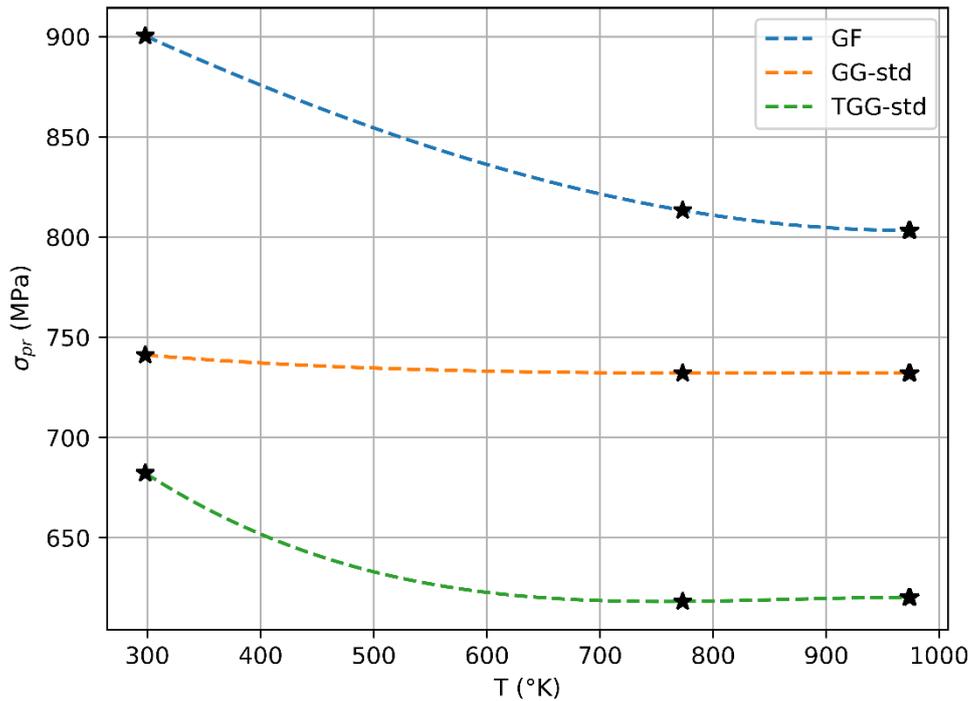


Figure 118 : Evolution de la contribution des précipités à la limite d'élasticité avec la température pour les microstructures GF, GG-std et TGG-std.

Les courbes obtenues permettent donc de calibrer en température le modèle de prédiction de l'influence des précipités. Dans la modélisation proposée, il y a deux paramètres matériau qui sont sensibles à la microstructure : l'énergie de paroi d'antiphase (γ_{APB}) et le module de cisaillement (G). Dans l'étude menée par Galindo-Nava et al. [9], des polynômes du second degré ont été proposés pour tracer l'évolution de ces deux paramètres (cf. § 5.1.3.1). Dans notre étude, il a été décidé d'utiliser la même forme des équations en calibrant les coefficients à l'aide des valeurs de σ_{pr} trouvées pour les polycristaux. Les équations résultantes sont :

$$\gamma_{APB} = 0.349 - 2.098 \cdot 10^{-4} T - 1.425 \cdot 10^{-7} T^2 \quad \text{Équation 5.104}$$

$$G = 95.16 - 9 \cdot 10^{-4} T - 1.9 \cdot 10^{-5} T^2 \quad \text{Équation 5.105}$$

Les courbes correspondantes à l'Équation 5.104 et l'Équation 5.105 sont représentées en Figure 119.

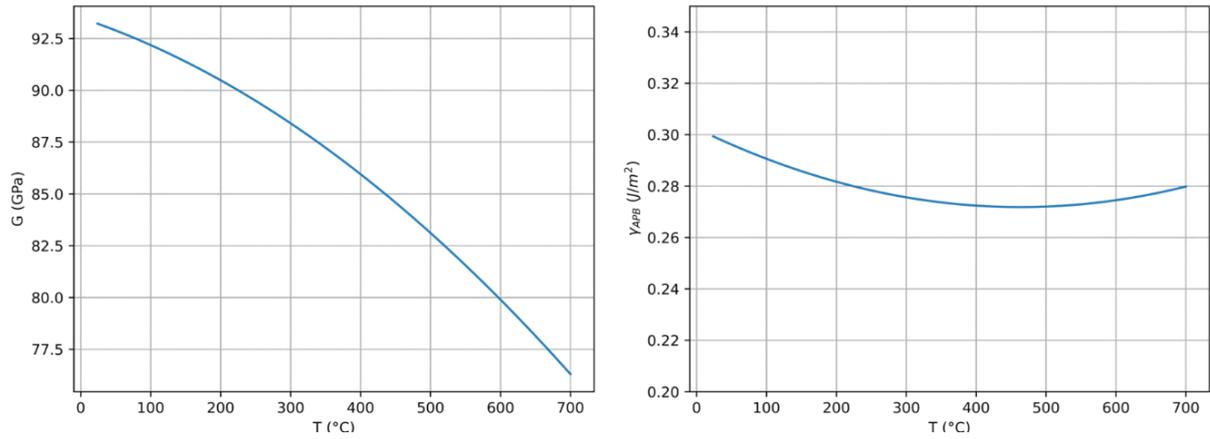


Figure 119 : évolution de l'énergie de paroi d'antiphase et du module de cisaillement calibrées sur les résultats expérimentaux.

Cette démarche permet d'obtenir les prédictions représentées en Figure 120 dans le cas des microstructures GF, GG-std et TGG-std. En général, le modèle restitue des prédictions acceptables pour les microstructures.

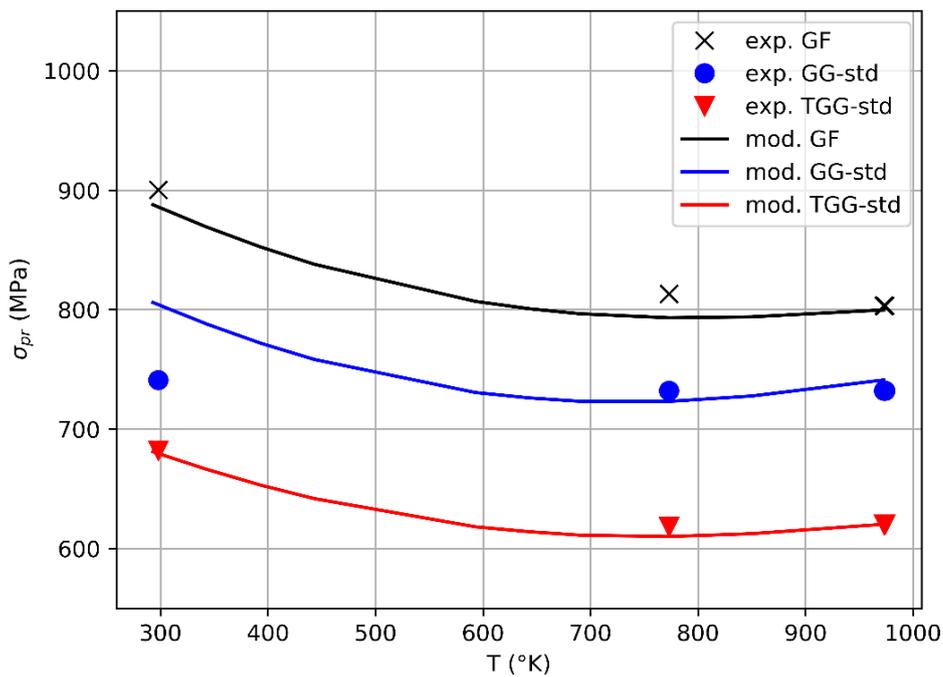


Figure 120 : Comparaison entre les prédictions du modèle d'influence des précipités avec les mesures expérimentales dans la plage de températures investiguée pour les microstructures GF, GG-std et TGG-std.

5.3.3 Application du modèle complet

Il est enfin possible de valider la chaîne de modélisation mise en place en l'appliquant aux microstructures étudiées. Pour simplifier la lecture, les données microstructurales utilisées dans les modèles sont résumées dans le Tableau 27. Il est possible de remarquer que les microstructures GG-eau/air et TGG-lr ont été traitées de la même manière que les monograins SX-eau/air/lr (cf. § 5.2.5.2). En effet, dans ce cas aussi, la présence de distributions unimodales de précipitation ne permet pas d'expliquer les limites d'élasticité mesurées (et en particulier l'écart avec les microstructures std correspondantes). Une population de fins précipités tertiaires a été donc ajoutée à ces trois microstructures en partant des caractéristiques des précipités tertiaires trouvées pour les microstructures monogranulaires ayant subi un traitement thermique similaire et en ajustant ces valeurs via un étude paramétrique (Tableau 27).

Tableau 27 : Caractéristiques microstructurales des microstructures polycristallines utilisées dans les calculs (700°C)

Microstructures	Diamètre moyen équivalent \pm SD / Fraction surfacique			Taille moyenne grains (μm)
	γ'_I (μm)	γ'_{II} (nm)	γ'_{III} (nm)	
GF	1 \pm 0,19 / 0.136	33.2 \pm 7.5 / 0.218	11.5 \pm 4.5 / 0.009	10 \pm 4
GG-std	-	293 \pm 33 / 0.102 28.7 \pm 3 / 0.153	14.7 \pm 2.2 / 0.034	340 \pm 160
GG-eau	-	29 \pm 5 / 0.345	7 \pm 1.3 / 0.017	
GG-air	-	35 \pm 7 / 0.345	7 \pm 1.3 / 0.017	
TGG-std	-	324 \pm 70 / 0.149	33 \pm 9.6 / 0.214	626 \pm 138
TGG-lr	-	64 \pm 12.8 / 0.350	10 \pm 2 / 0.013	

Tableau 28 résume les valeurs de cission critique résolue fournies par le modèle complet ainsi que les différentes contributions. Enfin les graphiques en Figure 121 permettent de visualiser et analyser facilement les résultats obtenus.

Tableau 28 : Prédiction des différentes contributions au durcissement des microstructures de l'étude pour toutes les températures testées. Comparaison des valeurs de limites d'élasticité obtenues avec les mesures expérimentales correspondantes.

Microstructures	Température (°C)	Modèle			Exp.	Ecart relatif
		σ_{pr} (MPa)	σ_g (MPa)	σ_y (MPa)	σ_y (MPa)	%
GF	20	887.8	239.4	1257.2	1266	-0.7
	500	793.2		1162.6	1179	-1.4
	700	799.8		1169.2	1169	0.0
GG-std	20	806.1	39.0	975.1	909	6.8
	500	723.2		892.2	909	-1.9
	700	741.2		910.2	918	-0.9
GG-eau	20	907.1	39.0	1076.1	1064	1.1
	500	810.0		979.0	1033	-5.5
	700	825.9		994.9	1013	-1.8
GG-air	20	910.7	39.0	1079.7	1084	-0.4
	500	811.2		980.2	986	-0.6
	700	821.5		990.5	1020	-3.0
TGG-std	20	681.0	30.2	841.2	835	0.7
	500	610.0		770.2	771	-0.1
	700	620.2		780.4	773	0.9
TGG-lr	20	780.2	30.2	940.4	919	2.3
	500	692.4		852.6	857	-0.5
	700	690.5		850.7	873	-2.6

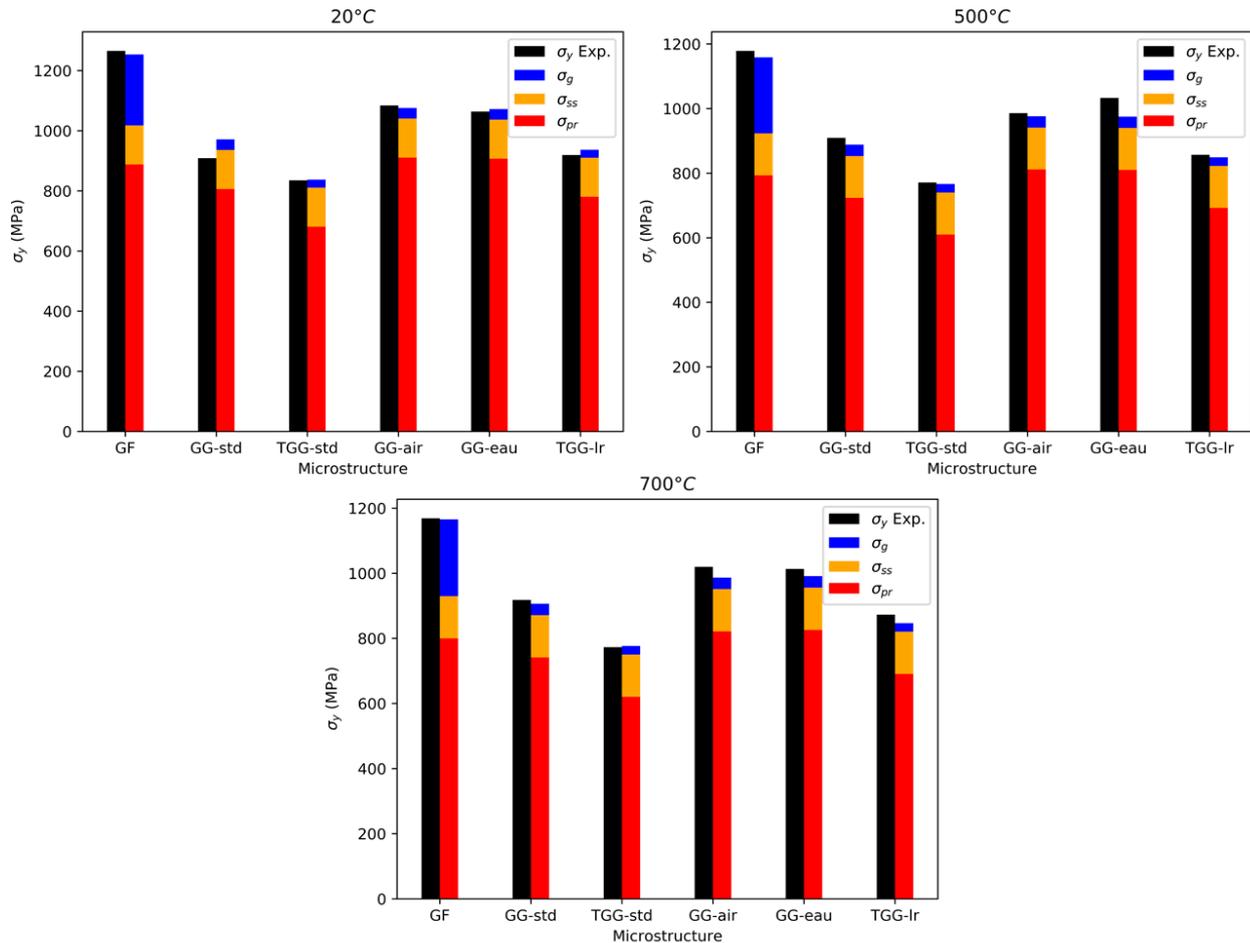


Figure 121 : Comparaison entre les mesures expérimentales de la limite d'élasticité (σ_y) et les prédictions obtenues via le modèle complet pour toutes les températures et toutes les microstructures polycristallines de l'étude. Illustration de l'influence des différents paramètres microstructuraux.

Les résultats obtenus permettent de montrer que dans les superalliages base nickel γ/γ' , la source principale de durcissement est intragranulaire. En particulier, les précipités représentent la source majeure de durcissement pour le matériau pour toutes les températures étudiées. En moyenne sur les microstructures polycristallines examinées, la contribution des précipités à la cission critique résolue est autour de 70% pour les microstructures à faible taille de grains et atteint 80% pour les microstructures présentant des tailles plus élevées. En outre, l'influence des joints de grains est marquée pour des tailles de grains très réduites ($\approx 20\%$ pour la microstructure GF), mais, comme cela a déjà été montré précédemment, cette contribution diminue rapidement avec une augmentation de la taille de grains ($\approx 4\%$ en moyenne pour les microstructures GG et TGG). Enfin, les éléments en solution solide jouent aussi un rôle secondaire dans le durcissement global. Même si les contributions des joints de grains et des éléments en solution solide sont plus faibles par rapport à celles des précipités, elles restent fondamentales dans l'optique d'une optimisation des propriétés de cette classe d'alliages.

5.4 Conclusions

En conclusion, une démarche complète de modélisation du durcissement des alliages base nickel γ/γ' a été mise en place. La formulation proposée permet de prédire la cission critique résolue à partir des données microstructurales. Trois contributions principales à la CRSS ont été prises en compte :

- Distribution du rayon des précipités.
- Taille moyenne des grains.
- Éléments en solution solide.

Les microstructures expérimentales spécialement conçues pour alimenter la phase de modélisation ont permis de calibrer et valider les formulations proposées. Comme déjà indiqué, les essais sur monocristaux ont permis d'exclure l'influence des joints de grains. Les résultats sur ces microstructures ont été précieux pour l'étude de la contribution des précipités. Grâce à ces résultats, une nouvelle formulation a été mise en place en modifiant la formulation de Galindo-Nava et al. [9]. La nouvelle formulation obtenue a montré une amélioration notable des prédictions des résultats expérimentaux par rapport aux modèles existants. En particulier le nouveau modèle permet de prendre en compte les différentes interactions possibles entre précipités de la même famille ou venant de familles différentes. La contribution des éléments en solution solide a été obtenue en calibrant le modèle de Gypen et Deruyttere [31], [32]. Enfin, les essais sur polycristaux, couplés avec le modèle de précipitation, ont permis de calibrer la loi classique de Hall-Petch.

Les approximations des résultats expérimentaux obtenues via le modèle sont très satisfaisantes. L'étape de validation est fondamentale pour la suite de la démarche de simulation prévue dans cette étude. En effet, dans un but de mise en place de simulations en champ complet basées sur des lois de comportement sensibles à la microstructure, il est fondamental de disposer de modèles capables d'introduire cette sensibilité. En particulier, dans la suite de ce manuscrit, un modèle éléments finis (EF) en plasticité cristalline sera détaillé. La validation des modèles décrits dans ce chapitre permet leur utilisation dans la chaîne de simulation mise en place.

5.5 Bibliographie

- [1] A. J. Goodfellow, “Strengthening mechanisms in polycrystalline nickel-based superalloys,” *Mater. Sci. Technol. (United Kingdom)*, pp. 1793–1808, 2018, doi: 10.1080/02670836.2018.1461594.
- [2] L. M. Brown, “The self-stress of dislocations and the shape of extended nodes,” *Philos. Mag.*, vol. 10, pp. 441–466, 1964, doi: 10.1080/14786436408224223.
- [3] A. J. E. Foreman and M. J. Makin, “Dislocation movement through random arrays of obstacles,” *Philos. Mag.*, vol. 14(131), pp. 911–924, 1966, doi: 10.1080/14786436608244762.
- [4] D. Raynor and J. M. Silcock, “Strengthening Mechanisms in γ' Precipitating Alloys,” *Met. Sci. J.*, 1970, doi: 10.1179/msc.1970.4.1.121.
- [5] W. Huether and B. Reppich, “Interaction of dislocations with coherent, stress-free, ordered particles,” *Zeitschrift fuer Met. Res. Adv. Tech.*, 1978.
- [6] S. I. Parthasarathy, D. M. Rao, and Dimiduk, “A fast spreadsheet model for the yield strength of superalloys,” in *Superalloys 2004, TMS: Warrendale, PA, USA*, 2004, pp. 887–896, doi: 10.7449/2004/superalloys_2004_887_896.
- [7] R. W. Kozar, A. Suzuki, W. W. Milligan, J. J. Schirra, M. F. Savage, and T. M. Pollock, “Strengthening mechanisms in polycrystalline multimodal nickel-base superalloys,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 40, no. 7, pp. 1588–1603, 2009, doi: 10.1007/s11661-009-9858-5.
- [8] M. R. Ahmadi, E. Povoden-Karadeniz, K. I. Öksüz, A. Falahati, and E. Kozeschnik, “A model for precipitation strengthening in multi-particle systems,” *Comput. Mater. Sci.*, vol. 91, pp. 173–186, 2014, doi: 10.1016/j.commatsci.2014.04.025.
- [9] E. I. Galindo-Nava, L. D. Connor, and C. M. F. Rae, “On the prediction of the yield stress of unimodal and multimodal γ' Nickel-base superalloys,” *Acta Mater.*, vol. 98, pp. 377–390, 2015, doi: 10.1016/j.actamat.2015.07.048.
- [10] R. C. Reed, *The Superalloys fundamentals and applications*. Cambridge University Press, 2006.
- [11] R. W. Cahn, “Strengthening Methods in Crystals,” *Int. Mater. Rev.*, 2012.
- [12] D. Raynor and J. M. Silcock, “Strengthening Mechanisms in γ' Precipitating Alloys,” *Met. Sci. J.*, pp. 121–130, 1970, doi: 10.1179/msc.1970.4.1.121.

- [13] A. J. Ardell *et al.*, “Prediction of yield strength in a polycrystalline nickel base superalloy during interrupt cooling,” *Int. J. Plast.*, vol. 183, no. January, pp. 139–143, 2020, doi: 10.1016/j.scriptamat.2020.03.034.
- [14] M. P. Jackson and R. C. Reed, “Heat treatment of UDIMET 720Li: The effect of microstructure on properties,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 259, no. 1, pp. 85–97, 1999, doi: 10.1016/S0921-5093(98)00867-3.
- [15] A. J. Ardell, V. Munjal, and D. J. Chellman, “Precipitation hardening of Ni-Al alloys containing large volume fractions of γ' ,” *Metall. Trans. A*, vol. 7(9), pp. 1263–1268, 1976, doi: 10.1007/BF02658809.
- [16] D. M. Collins and H. J. Stone, “A modelling approach to yield strength optimisation in a nickel-base superalloy,” *Int. J. Plast.*, vol. 54, pp. 96–112, 2014, doi: 10.1016/j.ijplas.2013.08.009.
- [17] B. Reppich, P. Schepp, and G. Wehner, “Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in γ' precipitating nickel-base alloys-II. Experiments,” *Acta Metall.*, vol. 30, no. 1, pp. 95–104, 1982, doi: 10.1016/0001-6160(82)90049-9.
- [18] S. Raujol, “Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d’un superalliage pour disques de turbine.pdf,” *Thèse de doctorat - Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse. France*. 2004.
- [19] B. Reppich, *Materials Science and Technology Plastic Deformation and Fracture*. Wiley-VCH, 1993.
- [20] B. Reppich, “Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in γ' precipitating Ni-base alloys-I. Theoretical concept,” *Acta Metall.*, vol. 30, no. 1, pp. 87–94, 1982, doi: 10.1016/0001-6160(82)90048-7.
- [21] E. Nembach, S. Schänzer, W. Schröer, and K. Trinckauf, “Hardening of nickel-base superalloys by high volume fractions of γ' -precipitates,” *Acta Metall.*, vol. 36(6), pp. 1471–1479, 1988, doi: 10.1016/0001-6160(88)90214-3.
- [22] J. Friedel, *Dislocations*. Pergamon Press, 1967.
- [23] A. J. Ardell, “Precipitation hardening,” *Metall. Trans. A*, vol. 16, pp. 2131–2165, 1985, doi: 10.1007/BF02670416.
- [24] Q. Fang *et al.*, “A statistical theory of probability-dependent precipitation strengthening in metals and alloys,” *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 122, pp. 177–189, 2019, doi:

- 10.1016/j.jmps.2018.09.010.
- [25] W. Deng, D. Zhang, H. Wu, Z. Huang, K. Zhou, and L. Jiang, “Prediction of yield strength in a polycrystalline nickel base superalloy during interrupt cooling,” *Scr. Mater.*, vol. 183, pp. 139–143, 2020, doi: 10.1016/j.scriptamat.2020.03.034.
- [26] L. Connor, “The development of a dual microstructure heat treated Ni-base superalloy for turbine disc applications,” *Thèse de doctorat - University of Cambridge. England.* 2009.
- [27] L. Tan *et al.*, “Tensile properties of three newly developed Ni-base powder metallurgy superalloys,” *J. Alloys Compd.*, vol. 804, pp. 322–330, 2019, doi: 10.1016/j.jallcom.2019.07.002.
- [28] U. F. Kocks and H. Mecking, “Physics and phenomenology of strain hardening: The FCC case,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 48(3), pp. 171–274, 2003, doi: 10.1016/S0079-6425(02)00003-8.
- [29] M. Sauzay, “Cubic elasticity and stress distribution at the free surface of polycrystals,” *Acta Mater.*, vol. 55, no. 4, pp. 1193–1202, 2007, doi: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.09.035>.
- [30] R. Labusch, “A Statistical Theory of Solid Solution Hardening,” *Phys. status solidi*, 1970, doi: 10.1002/pssb.19700410221.
- [31] L. A. Gypen and A. Deruyttere, “Multi-component solid solution hardening - Part 1 Proposed model,” *J. Mater. Sci.*, vol. 12, pp. 1028–1033, 1977, doi: 10.1007/BF00540987.
- [32] L. A. Gypen and A. Deruyttere, “Multi-component solid solution hardening - Part 2 Agreement with experimental results,” *J. Mater. Sci.*, vol. 12, 1977, doi: 10.1007/BF00540988.
- [33] R. L. Fleischer, “Substitutional solution hardening,” *Acta Metall.*, vol. 11(3), pp. 203–209, 1963, doi: 10.1016/0001-6160(63)90213-X.
- [34] E. O. Hall, *Yield Point Phenomena in Metals and Alloys*. Springer Science & Business Media, 1970.
- [35] D. M. Collins and H. J. Stone, “A modelling approach to yield strength optimisation in a nickel-base superalloy,” *Int. J. Plast.*, vol. 54, pp. 96–112, 2014, doi: 10.1016/j.ijplas.2013.08.009.
- [36] T. Kruml, B. Viguier, J. Bonneville, and J. L. Martin, “Temperature dependence of dislocation microstructure in Ni₃(Al,Hf),” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 234–236, pp. 755–757,

- 1997, doi: 10.1016/s0921-5093(97)00391-2.
- [37] F. Pettinari-Sturmel *et al.*, “Creep behavior in the new AD730 TM nickel-based disk superalloy – Influence of aging heat treatment and local chemical fluctuations,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 754, pp. 9–17, 2019, doi: 10.1016/j.msea.2019.02.088.
- [38] J. Mazot P and De Fouquet, “Détermination par la méthode de résonance des constantes d'élasticité de monocristaux de superalliage base nickel AM1 entre l'ambiante et 1100°C,” *Mémoires et études scientifiques de la revue de métallurgie*. pp. 165–170, 1992.
- [39] T. Ichitsubo *et al.*, “Elastic constant measurement of Ni-base superalloy with the RUS and mode selective EMAR methods,” *Ultrasonics*, vol. 40, no. 1–8, pp. 211–215, 2002, doi: 10.1016/S0041-624X(02)00139-7.
- [40] T. Ichitsubo *et al.*, “Elastic anisotropy of rafted Ni-base superalloy at high temperatures,” *Acta Mater.*, vol. 51, no. 16, pp. 4863–4869, 2003, doi: [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00326-4](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00326-4).
- [41] M. Fahrman, W. Hermann, E. Fahrman, A. Boegli, T. M. Pollock, and H. G. Sockel, “Determination of matrix and precipitate elastic constants in (γ - γ') Ni-base model alloys, and their relevance to rafting,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 260, no. 1, pp. 212–221, 1999, doi: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(98\)00953-8](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00953-8).
- [42] U. Bayerlein and H. Sockel, “Determination of single crystal elastic constants from DS- and DR-Ni-based superalloys by a new regression method between 20°C and 1200°C,” *Superalloys*, pp. 695–704, 1992.
- [43] W. Hermann, H. Sockel, J. Han, and A. Bertram, “Elastic properties and determination of elastic constants of nickel-base superalloys by a free-free beam technique,” *Superalloys*, pp. 229–238, 1996.
- [44] 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,” in *Superalloys 2012, TMS: Warrendale, PA, USA*, 2012, pp. 911–919.
- [45] W. M. Haynes, *CRC Handbook of Chemistry and Physics*. CRC Press, 1992.
- [46] B. Reppich, “Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in γ' precipitating Ni-base alloys—I. Theoretical concept,” *Acta Metall.*, vol. 30, no. 1, pp. 87–94, 1982, doi: [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(82\)90048-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(82)90048-7).

- [47] E. Nembach, “The dependence of the hall-petch slope on the γ' -precipitate dispersion of polycrystals of a nickel-base superalloy,” *Scr. Metall. Mater.*, vol. 24, no. 4, pp. 787–792, 1990, doi: 10.1016/0956-716X(90)90243-A.

6 Simulations éléments-finis en champs complet

Ce dernier chapitre a pour but de présenter la démarche de simulation multi-échelles du comportement en traction d'un superalliage base nickel γ/γ' prenant en compte l'effet des paramètres microstructuraux. Cette démarche est basée sur des simulations numériques par éléments-finis (EF) en champs complets de la réponse mécanique d'agrégats polycristallins. Dans un premier temps, un bref état de l'art de cette famille d'approches sera dressé. Ensuite, la loi de comportement du monocristal choisie, ainsi que son identification s'appuyant sur les essais sur monograins décrits au chapitre 4, seront présentées. Puis, après avoir décrit les méthodes de génération de microstructures polycristallines virtuelles, les simulations EF en champ complet réalisées seront détaillées. En premier lieu, les résultats de simulations obtenues dans le régime élastique uniquement seront présentés. Ils permettront d'illustrer l'influence de l'anisotropie élastique sur l'hétérogénéité des champs mécaniques locaux et conduiront à une première prédiction simplifiée de la limite d'élasticité macroscopique. Dans un second temps, les résultats des simulations obtenus en utilisant une loi de comportement élasto-visco-plastique monocristalline sensible aux paramètres microstructuraux, via le modèle présenté au chapitre 5, seront présentés et analysés en regard des résultats expérimentaux du chapitre 4. Enfin, une première application est proposée sur un agrégat à gradient de taille de grains représentatif de la zone de transition de la microstructure d'un disque dual.

6.1 Positionnement et état de l'art

Les matériaux cristallins sont par nature hétérogènes à différentes échelles. On distingue, par exemple, les polycristaux constitués d'agrégats de grains dans lesquels les dislocations propagent des cisaillements sur des plans cristallographiques. Cette hétérogénéité spatiale conduit à développer des modélisations différentes à chacune des échelles impliquées [1]. Chaque niveau de modélisation admet des limites en termes de volumes et/ou de durées physiques simulés liées aux puissances de calcul et à l'échelle étudiée. Malgré l'évolution exponentielle des moyens de calculs, il est encore impossible de simuler un comportement à l'échelle macroscopique (pièce mécanique) à partir d'une modélisation à l'échelle de la dynamique moléculaire ou même à l'échelle mésoscopique. Plusieurs transitions d'échelles successives sont nécessaires. Une simulation effectuée à une échelle inférieure peut donner par homogénéisation des informations utiles pour la modélisation effectuée à une échelle supérieure avec les modèles adaptés.

Au cours de notre étude, on analysera trois échelles différentes :

- Echelle microscopique → échelle des phases γ et γ' (Figure 122a).
- Echelle mésoscopique → échelle des grains (Figure 122b).
- Echelle macroscopique → échelle de la pièce mécanique (Figure 122c).

Dans ce chapitre, des simulations champ complet aux éléments finis (EF) en plasticité cristalline sont employées pour prédire le comportement de polycristaux, réalisant explicitement la transition de l'échelle mésoscopique à l'échelle macroscopique au sein d'une pièce mécanique. Toutefois, la loi de comportement en plasticité cristalline, décrivant le comportement du monocristal, a été modifiée afin d'inclure l'influence de la microstructure à l'échelle microscopique des phases γ et γ' sur certains de ses paramètres, en particulier la cission résolue critique, à l'aide du modèle présenté au chapitre 5. Ces simulations permettent de prédire le comportement macroscopique du matériau et en particulier ses propriétés en traction (propriété mécanique fondamentale pour le dimensionnement des pièces).

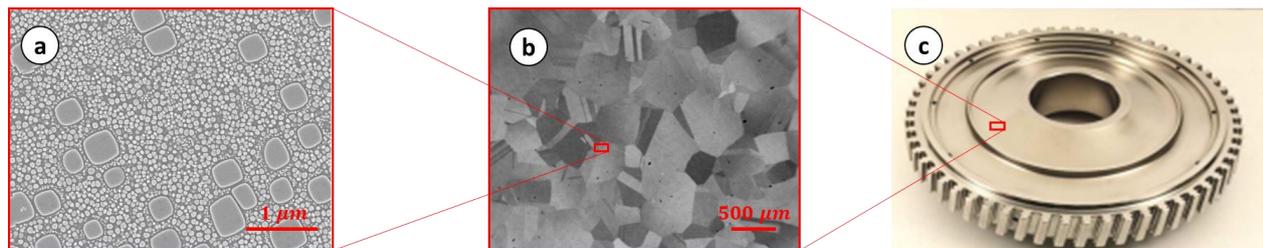


Figure 122 : Représentation des échelles analysées au cours de notre étude : (a) échelle des phases, (b) échelle des grains et (c) échelle de la pièce mécanique.

6.1.1 Méthodes classiques de simulation du comportement cristallin

Le mouvement des dislocations dans le réseau cristallin pilote la déformation plastique des matériaux métalliques. Ils existent différentes approches pour simuler l'évolution de la plasticité dans ces matériaux. Deux méthodes permettent de décrire les phénomènes à l'échelle des dislocations, la Dynamique Moléculaire (DM) et la Dynamique des Dislocations Discrètes (DDD).

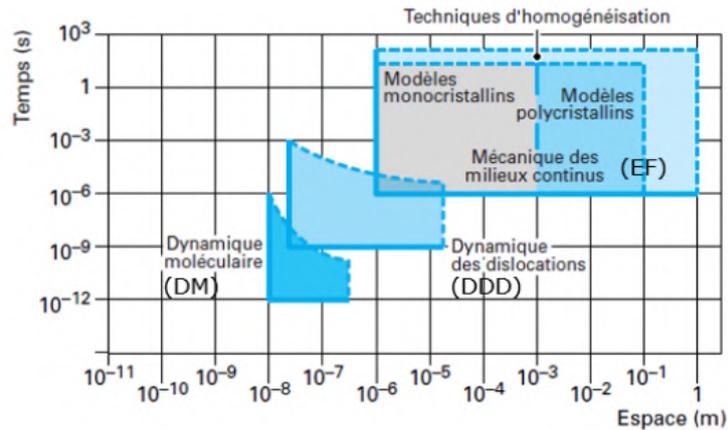


Figure 123 : Représentation schématique des échelles de temps et d'espace associées aux différentes techniques de simulation numérique [1].

La DM est une simulation à l'échelle atomique : les matériaux sont représentés par une distribution tridimensionnelle d'atomes dont le mouvement et les interactions entre eux sont déterminés par intégration explicite des équations de mécanique classique du point et le calcul de potentiels interatomiques [1]. Les limites temporelles et spatiales de cette approche (environ $1 - 100\text{ns}$ et $< 200\text{nm}^3$) (Figure 123) sont telles qu'elle n'est pas applicable aux microstructures polycristallines étudiées ici.

La DDD discrétise les dislocations en segments ou lignes et permet de décrire leur formation et l'évolution de leur densité au sein de la microstructure. Cette méthode permet de calculer les contraintes locales et le glissement cumulé sur les différents systèmes de glissement. Le mouvement des dislocations est piloté par la contrainte appliquée ainsi que par les contraintes internes au matériau. Ces méthodes permettent d'atteindre des volumes et des temps simulés supérieurs par rapport à la DM (Figure 123), mais il reste encore utopique aujourd'hui de pouvoir imaginer décrire le comportement d'une pièce mécanique à partir de la DDD.

Une approche de simulation à une échelle supérieure est représentée par les approches de simulation des agrégats polycristallins en champ complet. Dans ce cas, un point du modèle représente un volume de cristal au sein d'un grain composant le polycristal explicitement décrit et maillé. En se référant à la Figure 123, il est évident qu'une approche EF permet d'atteindre des volumes et des temps simulés beaucoup plus élevés, ce qui la rend plus adaptée pour l'application à notre étude. La méthode des éléments finis a été largement utilisée pour la simulation du comportement mécanique des agrégats polycristallins. Dans la littérature, on retrouve plusieurs études de ce type sur des alliages similaires à l'AD730TM. Boittin [2] a travaillé sur la modélisation du comportement des superalliages base Nickel en utilisant l'alliage N18 comme matériau modèle.

La stratégie du travail de Boittin est la mise en place d'une modélisation multiéchelles visant à la prédiction du comportement en fatigue de l'alliage à l'aide de calculs en plasticité cristalline. Shenoy et al. [3], [4] ont développé une formulation en plasticité cristalline sur l'IN 100, sensible aux caractéristiques microstructurales, pour la prédiction du comportement cyclique du matériau. Dans leurs études, ils ont ajouté à la cission résolue critique un terme suivant une formulation de type Hall-Petch pour prendre en compte l'influence locale de la taille de grains. On retrouve la même stratégie de modélisation et de prise en compte de l'influence de la taille de grains, sur des matériaux et des applications différentes, dans les études de Flipon et al. [5]–[7]. Dans ce cas, la modélisation EF en plasticité cristalline a été exploitée pour l'étude de microstructures bimodales (i.e. constituées par des gros grains et des grains ultrafins) de l'acier inoxydable AISI 316L produit par métallurgie des poudres.

6.1.2 Simulations EF en champs complets

La mise en œuvre de simulations micromécaniques EF en champs complets nécessite (i) la définition du comportement local des grains ainsi que (ii) la description et le maillage de la microstructure polycristalline.

6.1.2.1 Lois de comportement monocristallines

Sous l'hypothèse des petites perturbations, le tenseur de déformation totale $\boldsymbol{\varepsilon}$ se décompose comme la somme d'une partie élastique $\boldsymbol{\varepsilon}_e$ et d'une partie viscoplastique $\boldsymbol{\varepsilon}_p$:

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}_e + \boldsymbol{\varepsilon}_p \quad \text{Équation 6.1}$$

Dans la théorie de la plasticité cristalline, le tenseur des taux de déformation viscoplastique résulte de l'ensemble des vitesses de glissement plastique sur chacun des 12 systèmes de glissement octaédriques pour les matériaux CFC :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_p = \sum_{s=1}^{12} \dot{\gamma}^s \mathbf{m}^s \quad \text{Équation 6.2}$$

où \mathbf{m}^s design le tenseur d'orientation (ou tenseur de Schmid) du système de glissement s .

Suivant la loi de Schmid, la force motrice du glissement plastique γ^s est la cission résolue τ^s sur le système de glissement s :

$$\tau^s = \boldsymbol{\sigma} : \mathbf{m}^s \quad \text{Équation 6.3}$$

Les différentes lois de comportement monocristallin se distinguent par la forme de la loi d'évolution de la vitesse du glissement plastique $\dot{\gamma}^s$ et les lois d'écrouissage associées [1]. Elles se divisent en deux familles principales : la première, plus physique, fait appel explicitement aux variables de densités de dislocations, tandis que la seconde, plus phénoménologique, s'inspire du formalisme utilisé en viscoplasticité macroscopique exprimé à l'échelle des systèmes de glissement.

L'utilisation de modèles continus d'élasticité ou de plasticité cristalline permet la prise en compte des orientations cristallines de chacun des grains et ainsi, une description des hétérogénéités des contraintes et déformations est rendue possible par le calcul des contraintes intragranulaires [8].

6.1.2.1.1 Élasticité

Le comportement élastique linéaire d'un monocristal est décrit par le tenseur d'ordre 4 des rigidités élastiques $\bar{\mathbf{C}}$, permettant de relier la contrainte appliquée $\boldsymbol{\sigma}$ à la déformation élastique $\boldsymbol{\varepsilon}_e$ dans la loi de Hooke généralisée :

$$\boldsymbol{\sigma} = \bar{\mathbf{C}} : \boldsymbol{\varepsilon}_e \quad \text{Équation 6.4}$$

Dans le cas le plus général d'un matériau anisotrope, ce tenseur, présentant les symétries majeures et mineures, est caractérisé par 21 constantes indépendantes. Dans le cas des matériaux isotropes, le comportement élastique est décrit uniquement par deux constantes indépendantes, le module de Young E et le coefficient de Poisson ν . En général, la forme du tenseur de rigidité et le nombre de constantes d'élasticité indépendantes dépend des symétries du réseau cristallin. Dans le cas des matériaux CFC, comme l'AD730TM, le tenseur $\bar{\mathbf{C}}$ présente trois constantes indépendantes (C_{11}, C_{12}, C_{44}). L'Équation 6.4, écrite en notation de Voigt dans le repère cristallin, devient :

$$\begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2 \varepsilon_{23} \\ 2 \varepsilon_{13} \\ 2 \varepsilon_{12} \end{bmatrix} \quad \text{Équation 6.5}$$

Le niveau d'anisotropie d'un monocristal cubique peut être décrit par le coefficient α , appelé coefficient de Zener :

$$\alpha = 2 \frac{C_{44}}{C_{11} - C_{12}} \quad \text{Équation 6.6}$$

valant 1 pour un matériau élastique isotrope et environ 2.5 pour le Nickel pur [9].

6.1.2.1.2 Viscoplasticité

Les premières études sur les lois de comportement basées sur la densité de dislocations, pour l'étude du comportement monotone d'un monocristal, ont été effectuées dans les années 60. Le but était la modélisation de l'évolution de la déformation plastique en fonction du phénomène physique qui en est à la base (mouvement des dislocations) [10]. Ce type de formulation est basée sur l'utilisation de la relation d'Orowan pour décrire le comportement de la densité de dislocations sur les systèmes de glissement s :

$$\dot{\gamma}^s = \rho_m^s b \hat{v} \quad \text{Équation 6.7}$$

où b désigne le vecteur de Burgers, $\dot{\gamma}^s$ la vitesse de glissement plastique, ρ_m^s la densité de dislocations sur le système de glissement s et \hat{v} la vitesse moyenne des dislocations mobiles. Pour les métaux de structure cubique à faces centrées dans un régime de déformation à froid ($T < 0.3T_f$) on peut écrire [11] :

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0^s \left| \frac{\tau^s}{\tau_\mu^s} \right| \text{signe}(\tau_s) \quad \text{Équation 6.8}$$

avec $\dot{\gamma}_0^s$ la vitesse de glissement plastique initiale, τ^s la cission résolue appliquée et τ_μ^s la cission résolue critique. Le paramètre τ_μ^s contient l'information sur l'écroutissage isotrope qui généralement est calculé en fonction de la variable interne (densité de dislocations) via la relation de Kocks-Mecking [12], [13] :

$$\tau_\mu^s = \alpha G b \sqrt{\rho_s} \quad \text{Équation 6.9}$$

avec α constante et G module de cisaillement.

Enfin, il faut décrire l'évolution de la densité de dislocations sur chaque système de glissement en fonction de la déformation plastique. Généralement, la densité de dislocations est écrite comme un bilan entre un terme de production et un terme d'annihilation [14] qui se démontrent à partir de calculs statistiques [15].

Il faut remarquer que ce modèle prend en compte uniquement l'écroutissage isotrope. L'absence d'écroutissage cinématique dans la loi d'écoulement ne permet pas de simuler de changements de trajet de chargement [16]. En outre, les expressions présentées ci-dessus sont valables pour les métaux purs de structure cubique à faces centrées à froid. Pour d'autres structures cristallographiques et pour des alliages industriels contenant des précipités, il est nécessaire de revoir chacune des lois en partant à nouveau de la cinétique d'une ligne de dislocation quand celle-ci est connue [1].

La deuxième catégorie de modèles appartient à une approche de type "mécanique de solides" développée pour la modélisation d'un monocristal avec un comportement plastique anisotrope [17]. Asaro [18] a proposé une synthèse des modèles basés sur cette méthode, comme par exemple la loi de Méric-Cailletaud [19], [20]. L'approche mécanicienne décrit, comme dans le cas de l'approche physique, l'évolution de la déformation plastique sur les systèmes de glissement du matériau. Les deux avantages principaux introduits par ces modèles sont la possibilité de décrire le comportement du matériau à haute température et l'introduction de l'écroutissage cinématique au niveau des systèmes de glissement. Ils permettant de décrire le comportement oligocyclique du matériau [19]. Cependant, ils sont adaptés surtout pour la modélisation du comportement dans l'hypothèse de petites déformations. Dans ce cas, la loi d'écoulement viscoplastique prend la forme suivante :

$$\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{|\tau^s - x^s| - \tau_c^s}{D} \right\rangle^n \text{signe}(\tau^s - x^s) \quad \text{Équation 6.10}$$

Avec x^s contrainte interne d'écroutissage cinématique, τ_c^s cission résolue critique, D et n sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation et :

$$\langle z \rangle = \begin{cases} z & \text{si } z > 0 \\ 0 & \text{si } z \leq 0 \end{cases} \quad \text{Équation 6.11}$$

Le domaine d'élasticité est délimité par la cission résolue critique initiale, le critère de plasticité correspondant donc à la loi de Schmid. Si la frontière du domaine d'élasticité n'est pas franchie, l'écoulement plastique reste strictement nul. Les écroutissages isotrope et cinématique sont de type additif et généralement décrits par une évolution non linéaire [1], [3], [21].

6.1.2.2 Génération de microstructures virtuelles

La modélisation EF est basée sur la description explicite des grains dans un agrégat polycristallin en termes de position, morphologie et orientation cristallographique. La génération de microstructures virtuelles, qui représentent le domaine de simulation, est donc fondamentale pour la démarche de modélisation. Les méthodes de génération de microstructures virtuelles sont variées.

Tout d'abord, on peut distinguer une description en deux dimensions (2D) ou trois dimensions (3D). Un cas particulier est représenté par les microstructures dites 2D+ (Figure 124a) qui sont des microstructures 3D obtenues par extrusion d'une microstructure 2D. L'étude d'agrégats polycristallins étant intrinsèquement tridimensionnelle, des microstructures 3D (Figure 124b) sont généralement utilisées. Les microstructures 2D+ permettent de réduire les dimensions du problème et donc le coût du calcul. Dans certains cas particuliers, comme les microstructures à grains colonnaires, l'usage de microstructures 2D+ extrudées peut alors se révéler pertinente [22].

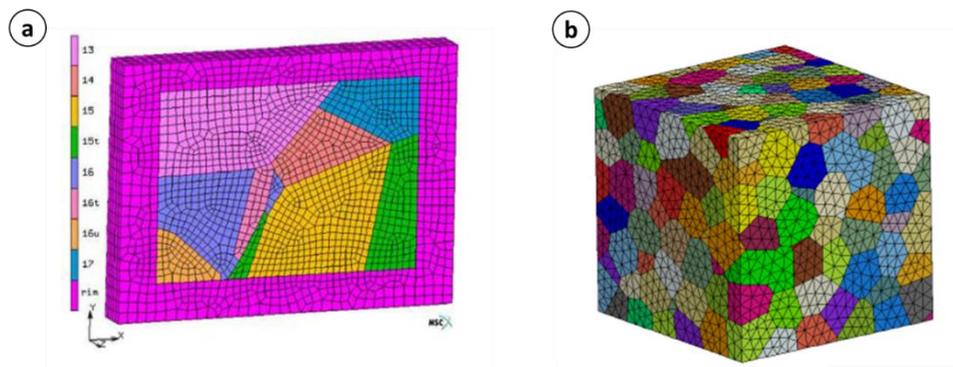


Figure 124 : Exemples de microstructures virtuelles (a) de type 2D+ [23] et (b) de type 3D [24].

Une différenciation ultérieure peut être effectuée en fonction des données utilisées pour la génération des microstructures. Les agrégats peuvent être reconstruits à partir d'une caractérisation 3D expérimentale, ou avec des techniques de génération d'agrégats synthétiques statistiquement représentatifs.

La reconstruction des microstructures réelles à partir de caractérisations 3D permet d'obtenir les résultats les plus fidèles. Cependant, cette méthode est généralement coûteuse (en particulier dans la phase de caractérisation) et donc adaptée à des applications sur des volumes limités. Par exemple, des microstructures de ce type ont été utilisées par Signor et al. [25] dans le cadre de simulations portant sur l'amorçage en fatigue d'un acier 316L. Les méthodes de caractérisation 3D des microstructures peuvent être destructives (i.e. polissage et observation consécutives d'une face de

l'agrégat (Figure 125a)) ou non (i.e. tomographie à contraste de diffraction des rayons X (Figure 125b)).

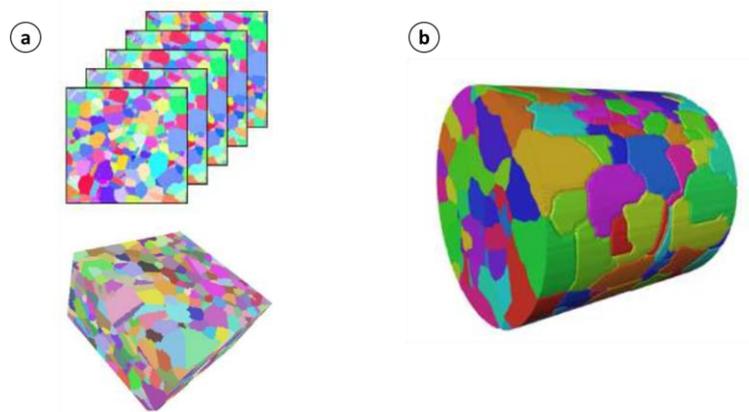


Figure 125 : Exemples d'agrégats réels reconstruits à partir de données expérimentales issues de (a) coupes séries [26] et (b) tomographie à contraste de diffraction des rayons X [27].

Les microstructures synthétiques les plus simples se composent de grains de forme géométrique idéalisée (cubes, hexagones, ...) (Figure 126a). Ces microstructures sont souvent trop simplifiées pour la description de la réponse locale du matériau, mais peuvent parfois fournir des prédictions satisfaisantes en termes de comportement macroscopique de l'agrégat. Une deuxième méthode consiste à générer des microstructures semi-synthétiques. Dans ce cas, le point de départ est une observation (i.e. EBSD) effectuée sur une face libre de la microstructure à reproduire. Ensuite, une microstructure statistiquement représentative des observations 2D est générée dans le volume en essayant de restituer une reproduction quasi-parfaite de l'observation 2D sur une face du domaine (Figure 126b). Enfin, la dernière méthode consiste à générer des microstructures complètement synthétiques. Généralement, dans ce cas, un algorithme de génération basé sur des statistiques de distribution de taille de grains est utilisé (Figure 126c).

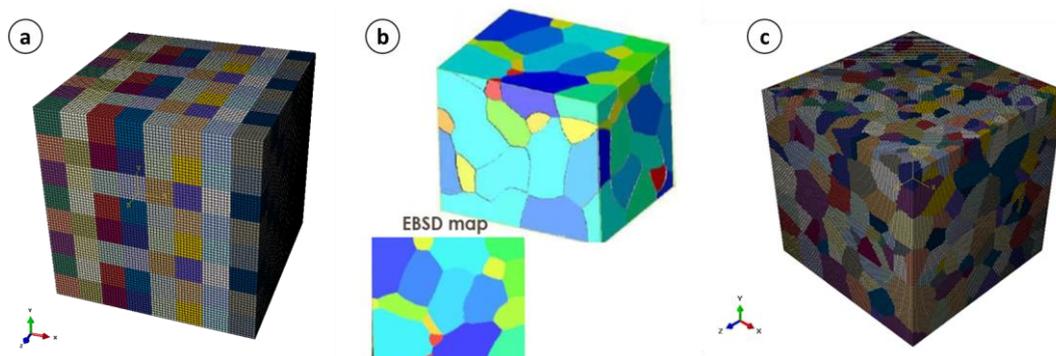


Figure 126 : Exemples de microstructures (a) synthétique simplifiée avec de grains cubiques, (b) semi-synthétique avec une face imposée par les observations EBSD [28], (c) synthétique générée via un algorithme de tessellation de Voronoï [29].

La génération de microstructures polycristallines est souvent effectuée avec la méthode de tessellation de Voronoï [30]. Cette méthode consiste à assigner une distribution aléatoire de N points, appelés germes (Figure 127a), et à leur assigner une cellule de Voronoï (représentant un grain) donnée par l'ensemble des points du domaine simulé les plus proches du germe considéré (Figure 127b). En 3D, les cellules sont des polyèdres convexes délimités par des plans médiateurs, les joints de grains résultants étant donc plans. Dans le cas de polycristaux avec grains équiaxes, cette méthode donne une bonne description géométrique de l'agrégat. Cependant, elle ne permet pas de respecter une distribution de taille donnée dans le volume. La méthode de tessellation de Laguerre-Voronoï permet de surmonter cette limite en assignant à chaque germe de Voronoï un rayon (ou poids) [31]. Dans ce cas, on retrouve une distribution de sphères (non intersectées) auxquelles on peut assigner des cellules comme dans le cas précédent.

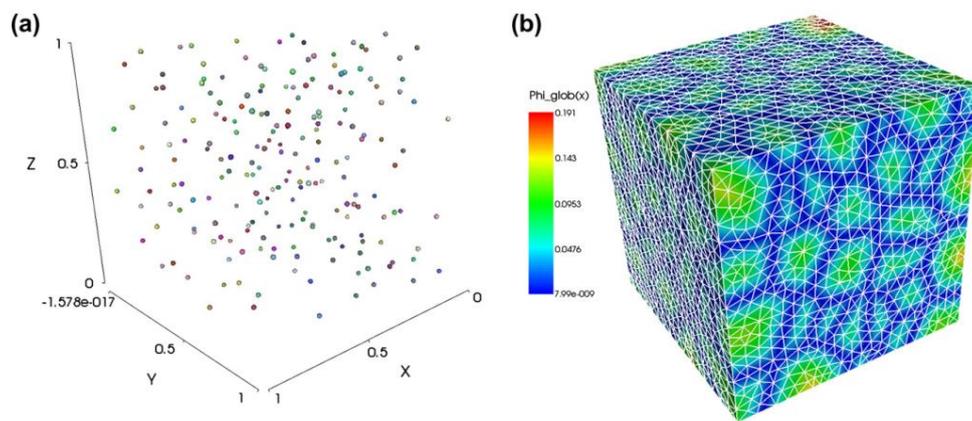


Figure 127 : (a) 300 germes de Voronoï placés dans un domaine cubique et (b) microstructure associée définie via une méthode de type level-set et maillage EF en blanc [32].

Une fois la microstructure générée, il faut en réaliser un maillage pour pouvoir effectuer les simulations EF. Ce passage peut être effectué de manière classique en allant décrire de manière explicite les joints de grains (on parle de méthodes de type *front-tracking*), mais des méthodes de description implicite (on parle de méthodes de type *front-capturing*) ont également été développées [32]. La description explicite s'appuie sur les nœuds du maillage EF pour définir les joints de grains. La morphologie peut être définie comme un ensemble de surfaces (planes ou non) ou en utilisant une image 3D constituée de voxels étiquetés (avec un indice qui indique le numéro du grain assigné). Dans le premier cas, on obtient une approche plus réaliste avec une description lisse de joints de grains, utilisant généralement des éléments tétraédriques (Figure 128b). Dans l'autre cas, la description des joints de grains est moins réaliste et en marche d'escalier (Figure 128a). Dans ce cas, chaque voxel de l'image définit en général un élément hexaédrique régulier (=cube).

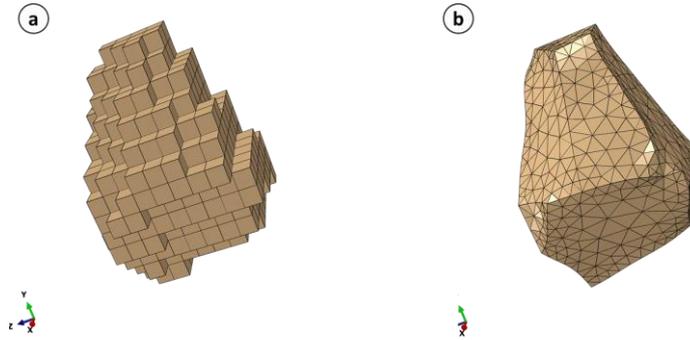


Figure 128 : Comparaison de la morphologie d'un grain appartenant à un agrégat polycristallin décrit à partir (a) d'une image 3D voxellisée et (b) d'une description géométrique de sa frontière.

Les méthodes level-set ou champ de phase représentent une alternative qui permet de décrire de manière implicite la morphologie des grains. L'approche level-set, initialement développée par Osher et Sethian [33], [34], consiste à représenter l'interface des grains comme la valeur zéro d'une fonction distance (dite fonction level-set) représentant un champ du modèle EF [30]. La méthode level-set a été ensuite utilisée par Bernacki [30], [35]–[37] pour générer des microstructures polycristallines équiaxes 2D et 3D (Figure 127). Cette méthode peut cependant se révéler coûteuse en fonction du nombre de grains générés et du type de maillage utilisé, surtout en 3D.

6.1.3 Étude de la limite d'élasticité

La limite du domaine d'élasticité dans un polycristal correspond théoriquement à la contrainte appliquée qui permet de plastifier un point du polycristal. Dans ce cas, on parle de limite d'élasticité microscopique, moins utilisée par rapport à celle macroscopique. La limite d'élasticité macroscopique d'un polycristal est classiquement évaluée à partir d'essais en traction monotone. En effet, à partir de la courbe de traction macroscopique (qu'elle soit expérimentale ou simulée), il est possible de déterminer la contrainte macroscopique appliquée pour laquelle une déformation plastique résiduelle (généralement 0.2%) est atteinte. Cependant, il est bien établi qu'à ce niveau de contrainte, une activité plastique locale s'est déjà développée dans une grande partie des grains.

Plusieurs études ont analysé l'influence de l'hétérogénéité des propriétés élastiques du monocristal sur la limite d'élasticité d'un polycristal [38]–[40], en mettant en évidence l'importance de la connaissance de l'évolution des champs de contraintes dans la phase élastique. L'hétérogénéité développée dans un polycristal est complexe à décrire car elle dépend de plusieurs facteurs (topologie, cristallographie, comportement local anisotrope, cission résolue critique sur les différents systèmes de glissement, ...). Plusieurs travaux ont alors exploité les simulations en champ complet pour l'investigation de ce phénomène. En particulier, concernant la technique EF, on peut

mentionner les travaux de Hashimoto et Margolin [38], [39] et Kumar et al. [41]. Ces travaux ont mis en évidence l'influence des hétérogénéités élastiques en particulier autour des joints de grains.

Brenner et al. [42] ont travaillé sur la définition de la limite d'élasticité microscopique en lien avec la distribution du champ de contraintes élastiques dans un agrégat cristallin. Leur étude a montré que la définition théorique de la limite d'élasticité microscopique, comme le premier point de l'agrégat qui atteint la valeur de cission critique résolue, n'a pas de sens dans le contexte des simulations. Ils ont montré l'importance de prendre en compte l'hétérogénéité des contraintes au sein du grain le plus sollicité afin d'avoir une prédiction réaliste. En parallèle, ils ont proposé une définition statistique de la limite d'élasticité (équivalente à considérer un volume plastifiée critique dans l'agrégat). Enfin, ils ont pu montrer qu'une augmentation de l'anisotropie élastique, quantifiée par le coefficient de Zener (Eq. 6.4), entraîne une réduction de la limite d'élasticité. Plus tard, Lavergne et al. [43], en travaillant avec la même formulation, ont pu mettre en évidence une forte influence de l'hétérogénéité de la contrainte élastique combinée à celle de la taille de grains sur la limite d'élasticité.

6.2 Simulation du comportement du monograin

6.2.1 Loi de comportement et identification des paramètres

Dans cette partie, la loi de comportement utilisée pour décrire le comportement élasto-visco-plastique local monogranulaire de l'AD730TM est présentée. L'identification de ces paramètres s'appuie largement sur les essais de traction et traction/relaxion réalisés sur les monograins d'AD730TM (chapitre 4).

6.2.1.1 Élasticité

Les 3 constantes d'élasticité de l'AD730TM monocristallin n'étant pas connues, les données de Gaubert et al. [44] sur le superalliage AM1 monogranulaire – alliage très proche de l'AD730TM – ont été exploitées.

A partir des valeurs des 3 constantes d'élasticité de l'AM1 à 700°C ($C_{11} = 224\text{GPa}$, $C_{12} = 149\text{GPa}$, $C_{44} = 104\text{GPa}$), une étude paramétrique a été réalisée pour obtenir un jeu de constantes d'élasticité reproduisant au mieux les données sur le module de Young directionnel E_t dans la direction de traction t des monograins d'AD730TM testés expérimentalement.

Pour chacune des 3 constantes C_{ij} , 100 valeurs ont été définies dans une plage de $\pm 10\%$ à partir des valeurs de l'AM1 à 700°C. Ensuite une liste complète de toutes les combinaisons possibles a été créée. Pour chaque triplet de C_{ij} , les modules d'Young E_t (calculés analytiquement à partir de l'orientation de l'échantillon monogranulaire par rapport à la direction de traction) ont été comparés à ceux mesurés expérimentalement pour l'ensemble des monograins testés. Le triplet minimisant l'écart est reporté dans le Tableau 29 (données à 700°C). A partir de ces valeurs « corrigées » à 700°C, la dépendance à la température de l'AM1 a été reproduite sur l'AD730TM pour définir les 2 autres jeux de données à 20°C et 500°C (tableau 26). En particulier, les écarts trouvés à 700°C ont été gardés constants pour les autres températures. L'évolution complète en température est indiquée sur la Figure 138.

Tableau 29 : Valeurs des constantes de rigidité C_{ij} trouvées pour l'AD730TM à 20°C, 500°C et 700°C et coefficient d'anisotropie α correspondant.

Température	C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{44} (GPa)	α
20°C	242	156	122	2.84
500°C	237	151	107	2.49
700°C	219	144	99	2.66

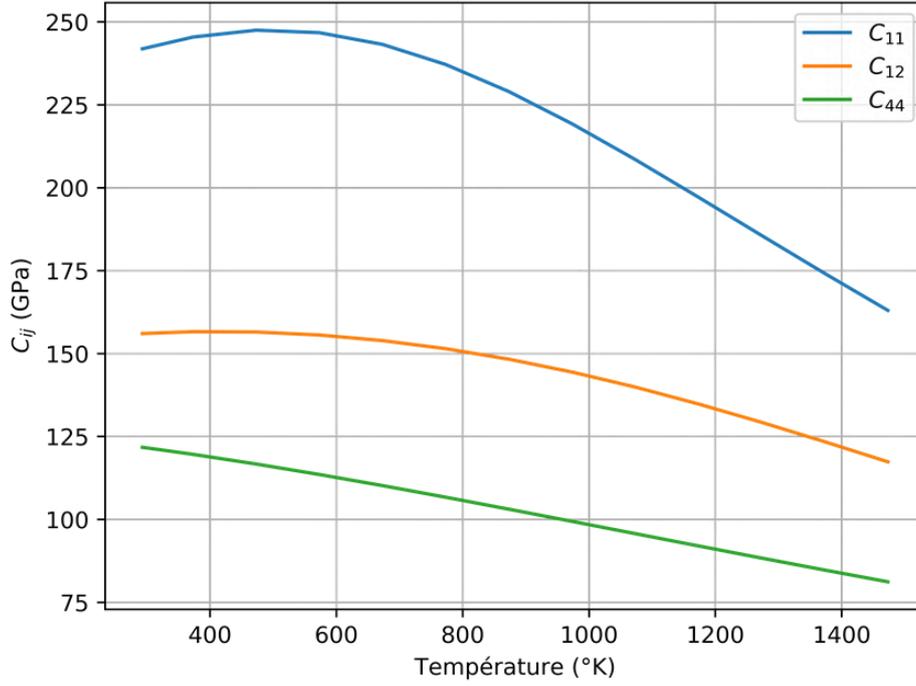


Figure 129 : Evolution des constantes de rigidité C_{ij} de l'AD730™ en fonction de la température (K).

6.2.1.2 Viscoplasticité

La déformation plastique est supposée venir du seul glissement plastique des plans cristallins sur les 12 systèmes de glissement octaédriques :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_p = \sum_{s=1}^{12} \mathbf{m}^s \dot{\gamma}^s \quad \text{Équation 6.12}$$

La formulation de la loi d'écoulement a été décrite précédemment (Équation 6.10). Elle permet de décrire l'évolution de la vitesse de glissement sur le système de glissement s :

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0^s \left\langle \frac{|\tau^s - \chi^s| - \kappa^s}{\tau_c^s} \right\rangle^n \text{signe}(\tau^s - \chi^s) \quad \text{Équation 6.13}$$

avec $\dot{\gamma}_0^s$ la vitesse de glissement initiale et n l'exposant de Norton, τ^s la cission résolue appliquée, χ^s l'écroissage cinématique, κ^s l'écroissage isotrope, et τ_c^s la cission résolue critique initiale. L'évolution des écroissages cinématique et isotrope est considérée non linéaire. En particulier, l'écroissage cinématique suit une loi de type Armstrong-Frederick [45] :

$$\dot{\kappa} = V_\kappa (C_\kappa - \kappa) |\dot{\gamma}| \quad \text{avec} \quad \kappa(0) = 0 \quad \text{Équation 6.14}$$

$$\dot{\chi} = C_\chi \dot{\gamma} - V_\chi \chi |\dot{\gamma}| \quad \text{avec} \quad \chi(0) = 0 \quad \text{Équation 6.15}$$

où V_k et V_χ représentent les vitesses et C_k et C_χ les capacités des écrouissages isotrope et cinématique.

Cette loi de comportement et son implémentation dans le solveur Abaqus via une subroutine utilisateur Fortran (UMAT) ont été initialement proposées au sein de l'équipe de McDowell [46] en utilisant une intégration numérique implicite basée sur la formulation de Cuitino et Ortiz [47]. Bridier et al. [21] en a proposé une variante appliquée aux alliages de Titane, qui a ultérieurement été modifiée par Genée [48] en l'adaptant aux matériaux CFC.

Le Tableau 30 synthétise les paramètres utilisés pour la loi de comportement viscoplastique. En particulier, la valeur de la cission résolue critique τ_c initiale (indiquée avec * dans le Tableau 30) est adaptée à la microstructure étudiée et provient des mesures expérimentales (chapitre 4) et aux modèles (chapitre 5) présentés précédemment. L'exposant n a pu être mesuré seulement pour la microstructure SX-GG qui a montré une valeur très élevée ($n = 36.1$). Les autres éprouvettes monogranulaires n'ont pas permis une caractérisation précise de ce facteur, mais ont montré un comportement similaire à celui du monograin SX-GG. Pour cette raison, nous avons décidé d'utiliser le même paramètre $n = 36.1$ pour tous les monograins étudiés. Enfin, dans le chapitre 4, il a été mis en évidence qu'on observe un comportement très proche de celui élastique-plastique parfait, avec un écrouissage négligeable pour tous les monograins étudiés. Pour cette raison, pour la simulation du comportement des monograins, les coefficients V_k , V_χ , C_k et C_χ ont été considérés nuls.

Tableau 30 : Synthèse des paramètres de la loi viscoplastique utilisée pour les simulations (* indique que la valeur vient des modèles analytiques ou des mesures expérimentales et est adaptée à chaque microstructure).

Paramètre	τ_c (MPa)	n	$\dot{\gamma}_0$ s ⁻¹	V_k	C_k (MPa)	V_χ	C_χ (MPa)
Valeur	*	36.1	0.001	0	0	0	0

6.2.2 Modèle EF

Le modèle EF décrit ci-dessous a été utilisé pour simuler le comportement des monograins en traction afin de fournir une première validation de la loi de comportement utilisée et des valeurs de paramètres donnés au paragraphe précédent.

Un domaine de simulation cubique a été discrétisé avec un maillage utilisant 12³ éléments cubiques à interpolation linéaire des déplacements (C3D8) (Figure 130).

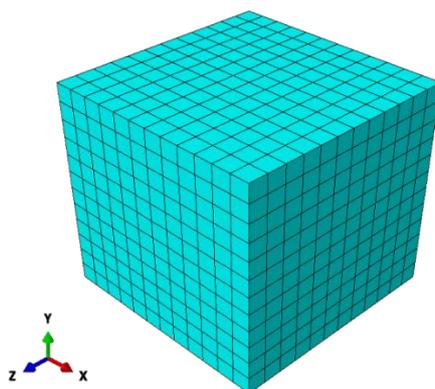


Figure 130 : Domaine de simulation EF du comportement des monograins (12^3 éléments cubiques C3D8).

Ensuite l'orientation cristalline mesurée pour chaque éprouvette monogranulaire (Tableau 31) a été assignée au modèle correspondant. Dans chaque cas, la cisssion résolue critique τ_c utilisée provient des mesures expérimentales de la limite d'élasticité à 0,2% des monograins testés en traction au chapitre 4.

Tableau 31 : Angles d'Euler de l'orientation cristalline et cisssions résolues critiques des monograins testés.

Température	Microstructure	Angles d'Euler (°)			τ_c (MPa)
		φ_1	ϕ	φ_2	
700°C	SX-40	260.7	4.1	69.3	266
	SX-100	126.0	2.2	200.8	299
	SX-300	277.4	2.4	92.0	317
	SX-GG	344.6	5.0	50.2	427
	SX-Eau	4.9	119.0	20.1	355
	SX-Air	14.5	113.2	26.8	346
	SX-lr	23.3	68.4	28.0	324
20°C	SX-Eau	22.6	107.4	320.3	372
	SX-Air	337.0	113.8	326.4	355
	SX-lr	30.0	95.5	341.4	342

Les conditions aux limites appliquées correspondent à des conditions de symétrie sur les trois faces internes du domaine de simulation (i.e. les 3 faces cachées en Figure 130). Un déplacement a été enfin imposé sur la face normale à l'axe z positive afin d'avoir une déformation axiale macroscopique totale E_z égale à 2% et avec une vitesse imposée égale à celle des essais correspondants ($\dot{E}_z = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$).

6.2.3 Résultats des simulations

Les résultats des simulations effectuées avec le logiciel Abaqus ont été ensuite post-traités afin d'extraire les informations d'intérêt pour cette étude. En particulier, pour les simulations sur monograins, il a été décidé de tracer la courbe contrainte-déformation axiale afin de valider les résultats des simulations via la comparaison avec les courbes expérimentales. La contrainte (resp. déformation) axiale macroscopique Σ_z (resp. E_z) est définie comme la moyenne spatiale de la contrainte (resp. déformation) axiale locale σ_z (resp. ε_z) :

$$\Sigma_z = \langle \sigma_z \rangle_V = \frac{1}{V} \int \sigma_z dV \quad \text{Équation 6.16}$$

$$E_z = \langle \varepsilon_z \rangle_V = \frac{1}{V} \int \varepsilon_z dV \quad \text{Équation 6.17}$$

où V représente le volume du domaine simulé.

La Figure 131 montre les résultats obtenus pour les monograins SX-40/100/300/GG à 700°C. Les simulations des microstructures SX-40/100/300 permettent de reproduire de manière fidèle les courbes de traction uniaxiale macroscopique obtenues expérimentalement. Une faible différence est observée entre la partie élastique des courbes simulées et expérimentale de la microstructure SX-GG. En outre, la courbe expérimentale montre un léger écrouissage qui n'est pas décrit par la courbe simulée.

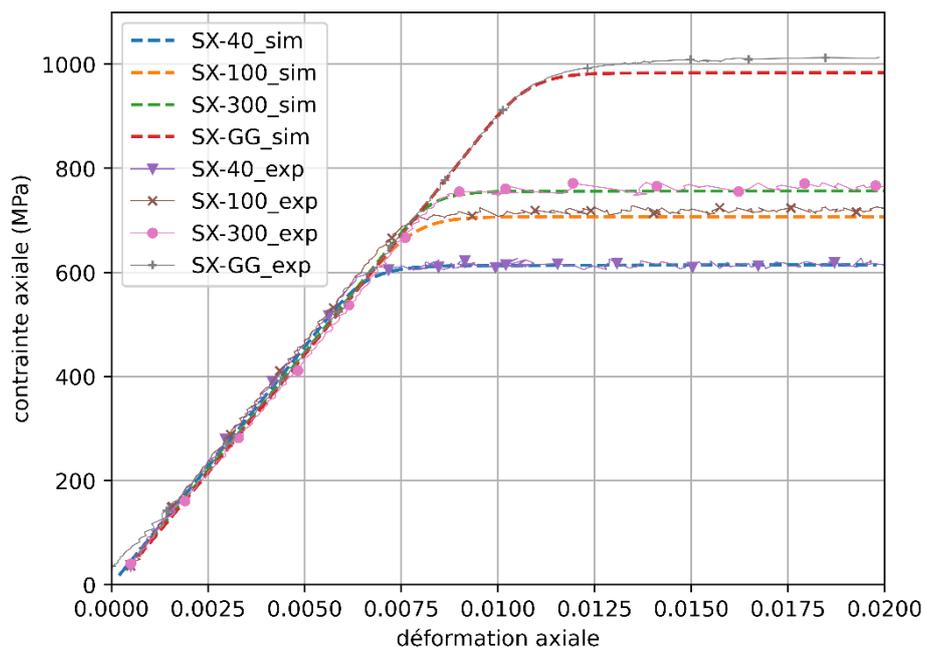


Figure 131 : Comparaison entre les courbes de traction expérimentales et simulées des monocristaux SX-40/100/300/GG.

La Figure 132 montre l'évolution simulée de la déformation plastique équivalente macroscopique au sein des monograins SX-40/100/300/GG. La courbe horizontale noire indique la valeur de déformation plastique utilisée conventionnellement pour l'estimation expérimentale de la limite d'élasticité macroscopique. La limite d'élasticité simulée correspond à la contrainte macroscopique appliquée obtenue à l'incrément où la déformation plastique est la plus proche de 0.2%. Les valeurs numériques des limites d'élasticité ainsi obtenues pour ces 4 microstructures sont reportées dans le Tableau 32.

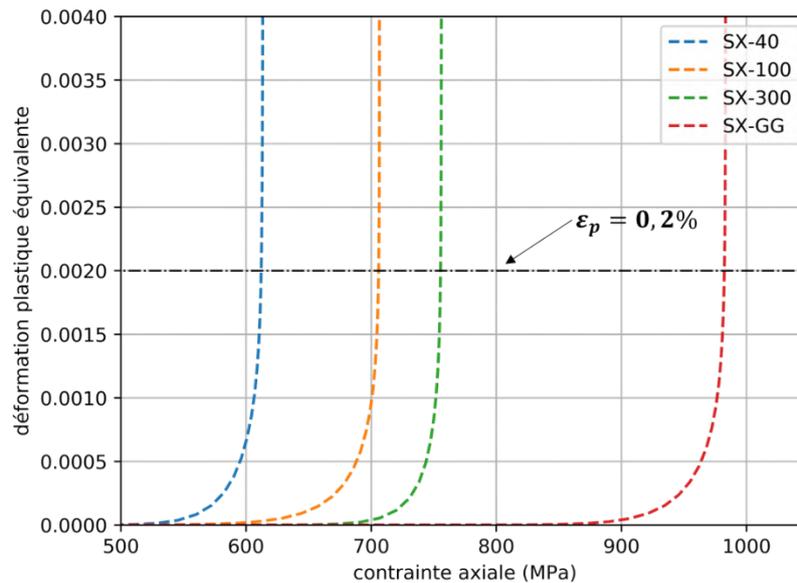


Figure 132 : évolution simulée de la déformation plastique équivalente en fonction de la contrainte axiale macroscopique appliquée aux microstructures SX-40/100/300/GG.

La même procédure de simulation a été appliquée aux monograins SX-eau/air/lr pour simuler les essais de traction à 20°C et 700°C. La Figure 133 permet de comparer les courbes de traction expérimentales et simulées à 700°C. Pour les microstructures SX-eau et SX-lr, on obtient une bonne description de la partie élastique et de la transition élasto-plastique. Pour ces microstructures, un adoucissement initial après la transition élasto-plastique a été observé, en particulier pour la microstructure SX-eau (Figure 133). Ce mécanisme, étant très complexe, ne peut pas être pris en compte par le modèle considéré ici. Dans le cas de la microstructure SX-air, un écart plus important est observé dans le domaine élastique. Cependant, dans les trois cas, la différence entre la limite d'élasticité conventionnelle ($\sigma_{y_{0.2\%}}$) mesurée expérimentalement et simulée est faible (Tableau 32).

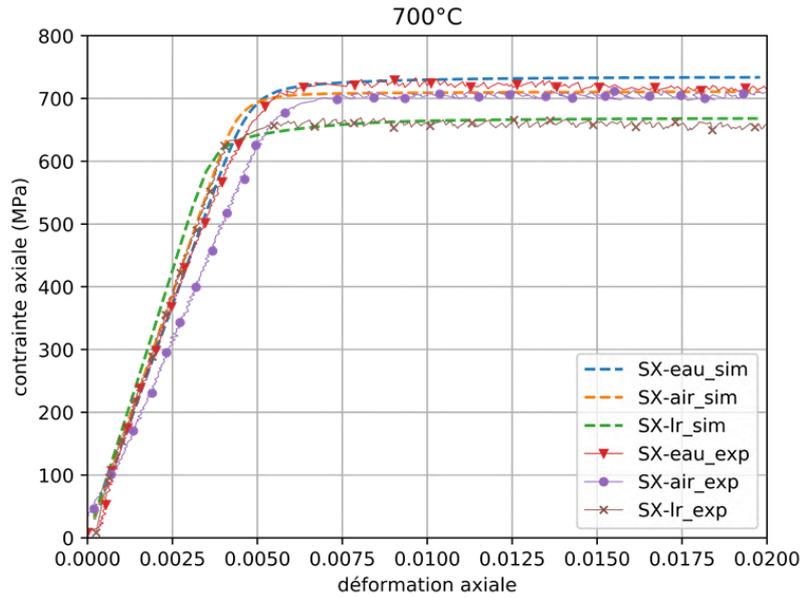


Figure 133 : Comparaison entre les courbes de traction expérimentales des monocristaux SX-eau/ air/ lr et celles simulées correspondantes (700°C).

La Figure 134 propose enfin la comparaison des résultats obtenus à 20°C. Dans ce cas aussi, les courbes simulées décrivent globalement bien les courbes expérimentales. A cette température, il est également possible d'observer un adoucissement, qui est, dans ce cas, plus marqué pour la microstructure SX-eau. Un très faible écart est constaté pour la partie élastique de la microstructure SX-lr. Finalement, une bonne correspondance entre la limite d'élasticité expérimentale et simulée est également obtenue pour toutes les microstructures (Tableau 32).

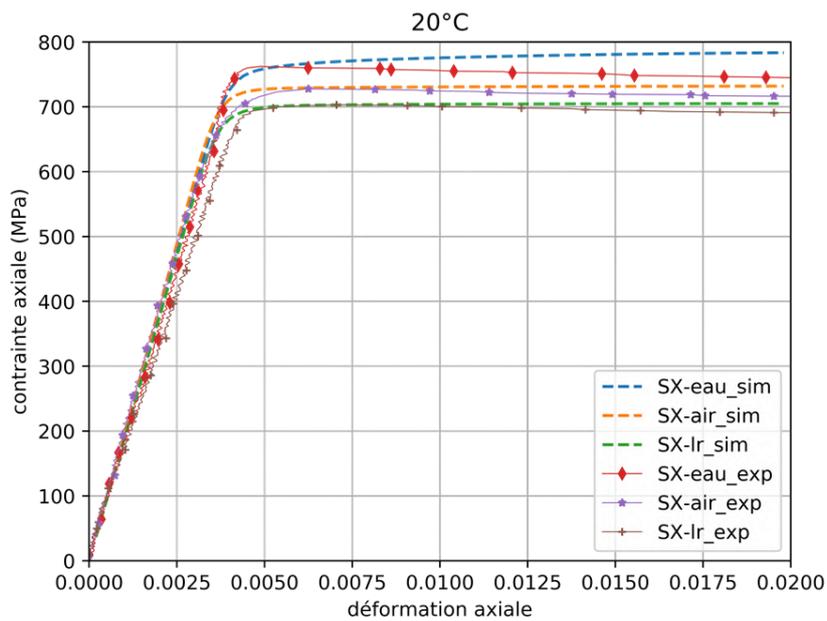


Figure 134 Comparaison entre les courbes de traction expérimentales des monocristaux SX-eau/ air/ lr et celles simulées correspondantes (20°C).

A l'aide du Tableau 32 récapitulant l'ensemble des cas étudiés, on vérifie bien que qu'il y a une bonne correspondance entre les limites d'élasticité $R_{p0.2\%}$ mesurées et simulés, avec un écart maximal de 1,41%.

Tableau 32 : Comparaison des valeurs des limites d'élasticité $R_{p0.2\%}$ mesurées expérimentalement et issues des résultats de simulation et écart constatés.

Température	Microstructure	Limite d'élasticité $R_{p0.2}$ (MPa)		Écart (%)
		Expérimentale	Simulée	
700°C	SX-40	612	612	0.03
	SX-100	708	706	-0.28
	SX-300	745	755	1.41
	SX-GG	986	982	-0.37
	SX-Eau	717	720	0.45
	SX-Air	697	706	1.32
	SX-lr	657	665	1.20
20°C	SX-Eau	755	764	1.26
	SX-Air	721	728	0.99
	SX-lr	698	701	0.48

6.3 Simulation du comportement du polycristal

Dans cette partie, les simulations EF en champ complet du comportement d'agrégats polycristallins sont présentées et analysées. Tout d'abord, les microstructures numériques utilisées durant ces simulations sont décrites. Ensuite, les résultats obtenus dans le régime de comportement purement élastique sont détaillés en premier lieu afin d'évaluer le rôle de l'anisotropie du comportement élastique local cristallin. Ces résultats conduiront à une première évaluation de la limite d'élasticité macroscopique du polycristal. Dans un second temps, les résultats des simulations obtenus avec la loi de comportement élasto-visco-plastique complète seront présentés.

Sauf mention contraire explicite, le déroulement des simulations présentées est identique aux simulations réalisées sur les monograins, à la fois en termes de loi de comportement (les éventuels changements sur les valeurs des paramètres seront clairement indiqués) et de conditions aux limites.

6.3.1 Microstructures de l'étude

Deux types de microstructures synthétiques ont été utilisés au cours de cette étude : des microstructures simplifiées avec grains cubiques et des microstructures plus réalistes obtenues par tessellation de Laguerre-Voronoi respectant les distributions de taille de grains mesurées.

6.3.1.1 Microstructures simplifiées à grains cubiques

Les microstructures simplifiées ont été générées pour pouvoir comparer les résultats aux microstructures réalistes et donc pouvoir évaluer l'apport d'une meilleure description morphologique dans un calcul EF sur polycristaux. En particulier, un des objectifs visés est d'évaluer si la présence d'une dispersion de taille de grains a une influence notable sur la prédiction de la limite d'élasticité macroscopique du polycristal, lorsque la cission résolue critique locale d'un grain dépend de sa taille.

La microstructure utilisée ici est constituée de $8 \times 8 \times 8 = 512$ grains cubiques, eux-mêmes constitués de $8^3 = 512$ éléments finis C3D8, comme représenté sur la Figure 135. La première étape de génération des microstructures simplifiées est la création d'un tableau 3D indexé représentant une image voxélisée de la microstructure. A chaque élément de la matrice 3D est assigné une valeur numérique entière correspondante à l'index numérique du grain d'appartenance. L'image 3D est ensuite convertie en maillage via les outils de la librairie S2M développée au sein de l'institut Pprime [25]. Le résultat de la conversion est un maillage dans lequel un élément cubique C3D8 est créé pour chaque voxel de l'image 3D. La librairie génère automatiquement les sets d'éléments et de nœuds nécessaires pour l'assignation des paramètres de la loi de comportement local (angles d'Euler, cission résolue critique, ...) à chaque grain et pour l'application des conditions aux limites.

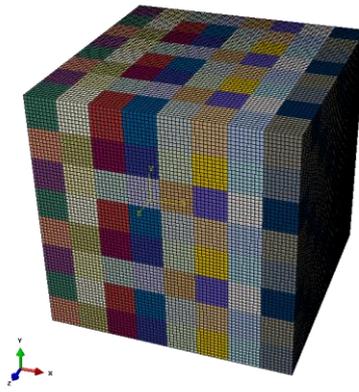


Figure 135 : Exemple de microstructure à grains cubiques générée via la librairie S2M (Pprime) [25] : 512 grains et 512 éléments par grain.

Le nombre de grains et d'éléments par grain ont été choisis après une étude de leur sensibilité sur plusieurs indicateurs statistiques de la répartition de la contrainte axiale (moyenne et écart-type dans l'agrégat, écart-type et valeurs extrêmes des moyennes par grain) dont il sera fait en partie mention dans la suite.

6.3.1.2 Microstructures réalistes

Les microstructures virtuelles réalistes ont été générées afin de reproduire les trois microstructures polycristallines (GF, GG et TGG) étudiées expérimentalement. Les données d'entrée correspondent aux distributions expérimentales de la taille des grains issues des mesures EBSD présentées dans le chapitre 3. En particulier, les distributions excluant les joints de macles ont été utilisées.

La librairie CimLib, développée au laboratoire du CEMEF, a été utilisée pour la génération de ces microstructures. Cette librairie permet le choix entre différents algorithmes de génération. Dans le cadre de cette étude, un algorithme de tessellation de Laguerre-Voronoi a été utilisé. Il est rappelé ici qu'un algorithme de ce type permet de respecter la taille moyenne et aussi la distribution de taille assignée. Chaque boîte de simulation est un cube dont la taille a été choisie afin d'avoir un agrégat d'environ 2000 grains. La Figure 136 montre un exemple des microstructures cubiques virtuelles GF (Figure 136 a), GG (Figure 136 b) et TGG (Figure 136 c) composées respectivement de 1977, 1707 et 1735 grains.

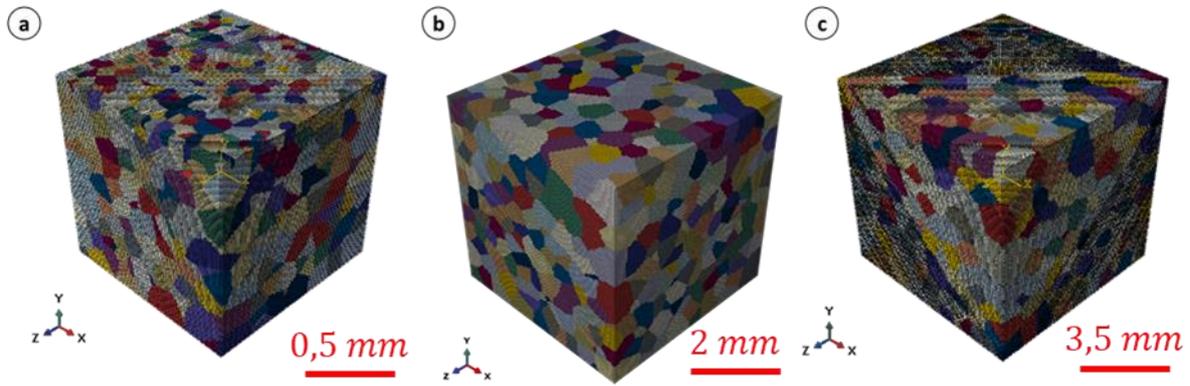


Figure 136 : Représentation de trois exemples des microstructures virtuelles réalistes de l'étude (a) GF, (b) GG et (c) TGG.

La Figure 137 montre la comparaison entre les distributions de taille de grains expérimentales et virtuelles. Les histogrammes en orange représentent les distributions expérimentales 3D issues des données EBSD 2D (histogrammes en bleu). En particulier, la méthode stéréologique de Saltykhov a été utilisée pour pouvoir passer d'un histogramme expérimental 2D, sous-estimant la taille de grains réelle, à une distribution 3D correspondante. Les histogrammes en vert représentent les distributions 3D obtenues dans les microstructures virtuelles générées via la tessellation de Laguerre-Voronoi avec les distributions expérimentales 3D en entrée. Il est possible de remarquer que la tessellation de Laguerre-Voronoi permet de respecter la taille moyenne et la forme de la distribution donnée en entrée. Le Tableau 31 résume les moyennes et les écarts types de toutes les distributions montrées en Figure 137.

Tableau 33 : Comparaison entre les valeurs de moyennes et écarts types des distributions de taille de grains expérimentales 2D (mesurées) et 3D (obtenues avec la méthode de Saltykhov) et 3D simulées.

Microstructure	Moyenne (μm)			Ecart type (μm)		
	Expérimentale		Simulée	Expérimentale		Simulée
	2D	3D		2D	3D	
GF	6.7	11.8	9.9	3.4	5.9	4.2
GG	340.3	400.8	417.2	159.8	106.9	89.1
TGG	626.4	699.1	689.1	138.4	187.6	154.1

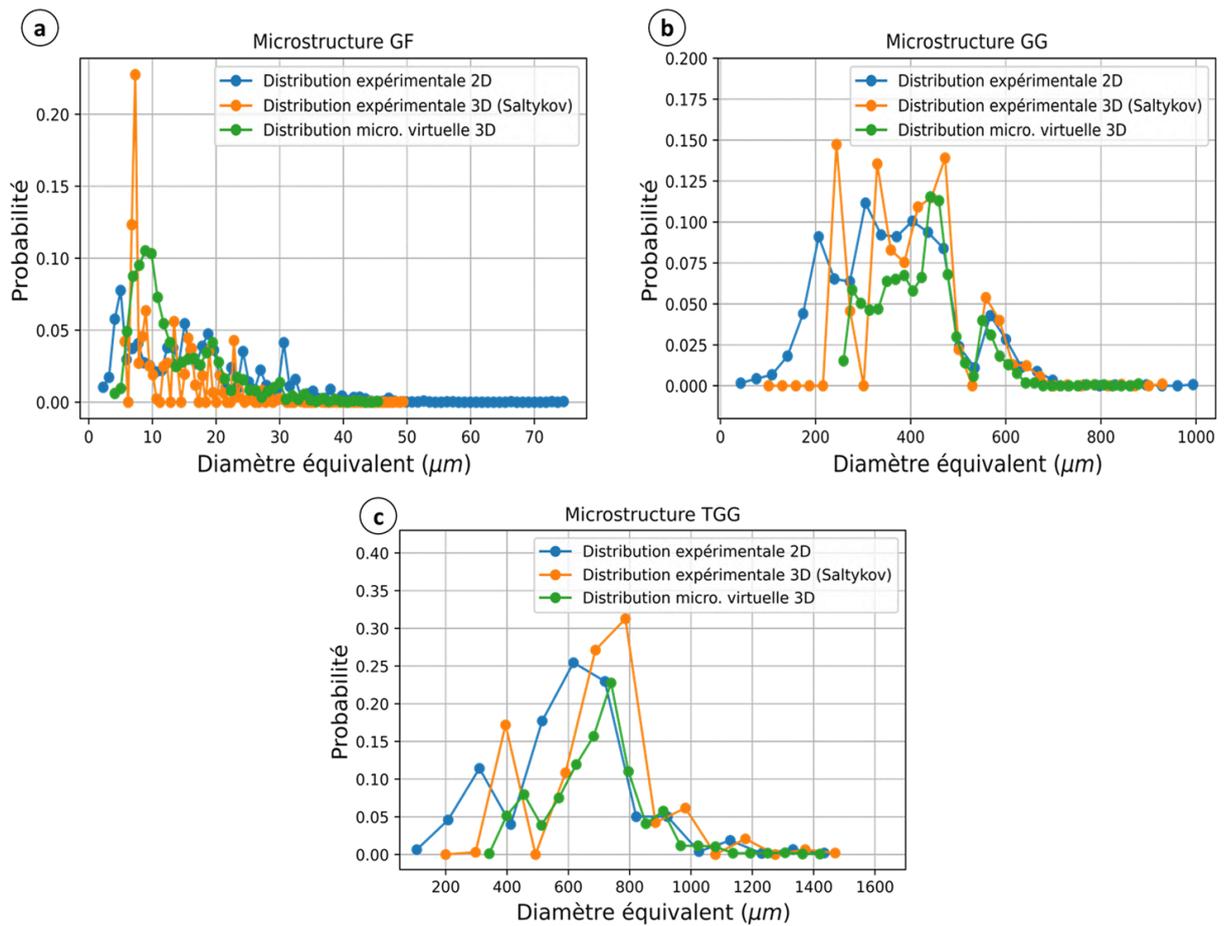


Figure 137 : Comparaison des distributions de taille de grains 2D (mesurées) et 3D (obtenues avec la méthode de Saltykov) et 3D simulées (obtenues via la méthode de tessellation de Laguerre-Voronoi) des microstructures (a) GF, (b) GG et (c) TGG.

Les microstructures générées avec la librairie CimLib sont exportées sous la forme d'une image 3D labellisée dont la résolution a été fixée à 100x100x100 voxels (permettant de décrire les plus petits grains avec 15 voxels environ pour la microstructure GF et 90 voxels environ pour la microstructure TGG). Le maillage « voxel » de l'image est généré de la même manière que dans le cas des microstructures simplifiées.

Des tests de maillage tétraédrique ont aussi été effectués toujours à l'aide de la librairie S2M en utilisant un algorithme de type *marching cubes*. Dans ce cas, avant de générer le maillage, l'image 3D est traitée en passant d'une discrétisation en éléments cubiques, à une discrétisation en éléments tétraédriques. La Figure 138 permet de comparer la microstructure virtuelle GG obtenue avec un maillage cubique (Figure 138 a) et un maillage tétraédrique (Figure 138 b).

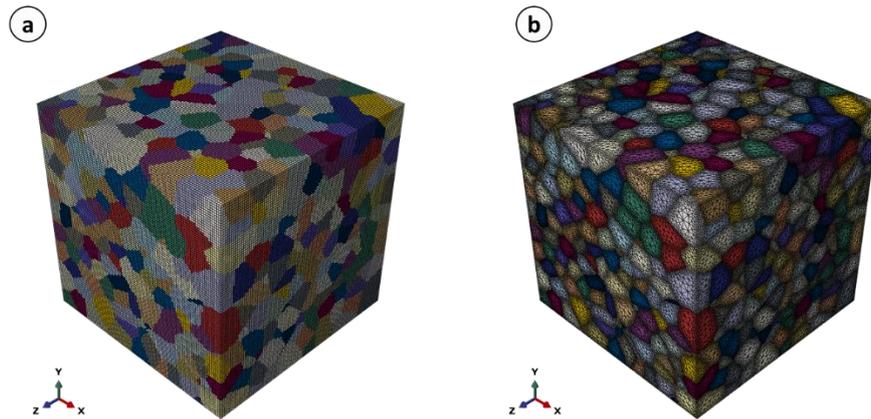


Figure 138 : Comparaison entre deux microstructures virtuelles issues des mesures EBSD sur la microstructure GG et maillées en utilisant (a) des éléments cubiques et (b) des éléments tétraédriques.

Comme vu précédemment, un maillage tétraédrique permet d'obtenir une description plus réaliste des joints de grains. La Figure 139 permet de comparer deux grains de la microstructure montrée en Figure 138 décrits par un maillage cubique (Figure 139 a,c) et tétraédrique (Figure 139 b,d).

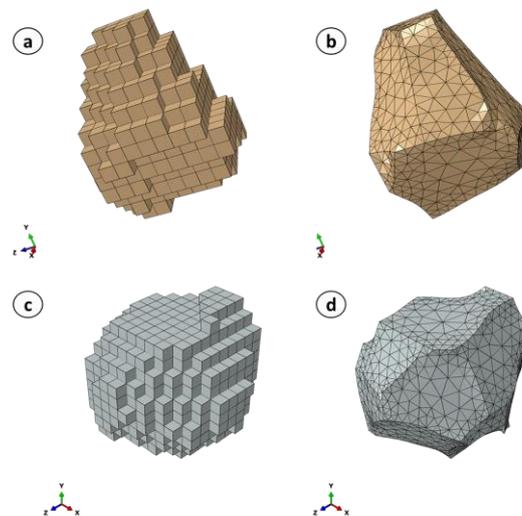


Figure 139 : Comparaison de la morphologie de deux grains appartenant à la microstructure virtuelle GG représentée par (a,c) un maillage cubique et (b,d) un maillage tétraédrique.

Un deuxième avantage du maillage tétraédrique est la possibilité de gérer la taille locale des éléments du maillage en fonction des besoins de calcul. Par exemple, dans un agrégat cristallin, on trouve généralement les concentrations de contraintes et les gradients du champ de contraintes les plus élevés autour des joints de grains. Dans ce cas, il est possible de raffiner le maillage aux joints de grains et d'utiliser un maillage plus grossier au cœur des grains. L'optimisation du maillage local permet généralement de réduire le coût du calcul. Dans le cas montré en Figure 138, on a par

exemple un maillage cubique de 1 million éléments C3D8 (correspondant à environ 1 million de nœuds et 8 millions de points d'intégration) et un maillage tétraédrique associé d'environ 5 millions d'éléments C3D4 (correspondant à environ 870000 nœuds et 5 millions de points d'intégration).

6.3.1.3 Tirage des orientations cristallographiques

Pour chaque grain, un triplet d'angles d'Euler ($\varphi_1, \phi, \varphi_2$), suivant la convention de Bunge, est défini par le tirage aléatoire suivant :

- Tirage aléatoire de deux nombres $\varphi_1 \in [0^\circ, 360^\circ]$ et $\varphi_2 \in [0^\circ, 360^\circ]$
- Tirage aléatoire d'un nombre $x \in [-1, 1]$ tel que $\phi = |\arccos(x)|$ avec ($\phi \in [0^\circ, 180^\circ]$)

6.3.2 Résultats des simulations dans le régime élastique

Ces simulations ont été réalisées en utilisant les constantes d'élasticité déterminées pour l'AD730TM à 700°C (voir §6.2.1.1), et en imposant un déplacement axial suffisamment faible tel que les contraintes et déformations résultantes restent en tous points de l'agrégat dans le domaine élastique.

6.3.2.1 Analyse des champs mécaniques locaux

La Figure 140 représente un exemple de courbe déformation-contrainte axiales obtenue pour la microstructure GG-std. La courbe noire représente la réponse macroscopique de l'agrégat obtenue toujours via une moyenne spatiale sur tous les points du domaine de simulation. Les courbes en couleur représentent la réponse moyennée des différents grains présents dans l'agrégat. La couleur assignée à chaque courbe est relative à l'orientation correspondante du grain, représentée dans le triangle standard à côté du graphique (le code couleur des cartes d'orientation EBSD a été utilisée, la représentation en figure de pole inverse étant réalisée par rapport à l'axe de traction Z). Le triangle standard en Figure 140 confirme une distribution homogène des orientations cristallines permettant d'exclure des effets de texture. La réponse simulée obtenue est cohérente avec le comportement attendu. Tout d'abord, on vérifie que la réponse moyenne de chaque grain est bien linéaire (confirmant l'absence de déformation plastique macroscopique ou locale au niveau des grains). De plus, elle est fortement corrélée à son orientation cristallographique. En effet, une évolution progressive est observée entre la réponse des grains les plus souples (i.e. grains orientés $[100]$ en rouge dans la Figure 140) et celles des grains plus rigides ($[111]$ en bleu dans la Figure 140). La réponse macroscopique, comme moyenne des réponses locales, se trouve bien au milieu de ce faisceau de courbes moyennes par grain.

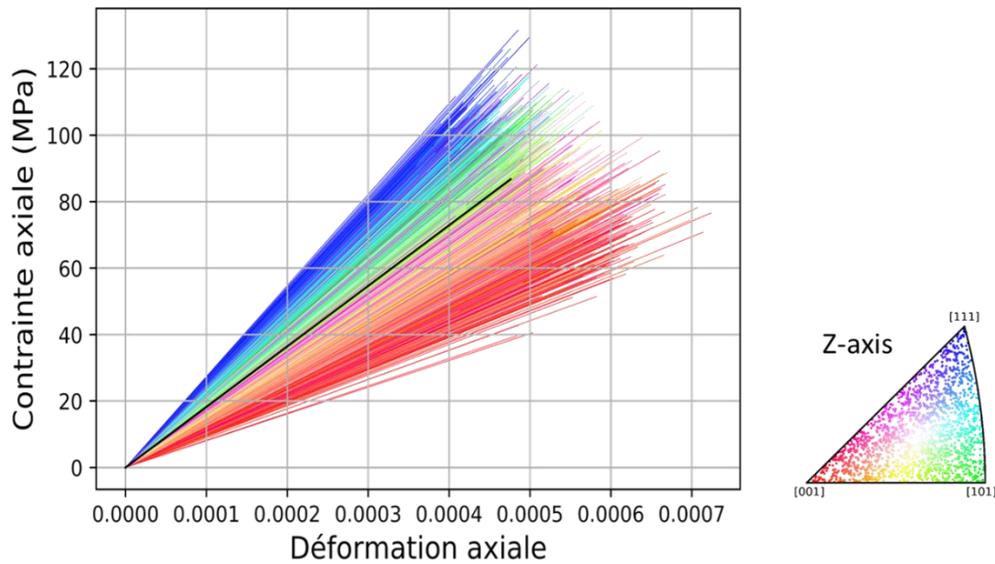


Figure 140 : Courbes de traction simulées en élasticité cristalline. Réponse macroscopique de l'agrégat (courbe noire) et réponses moyennes de chaque grain (courbes colorées). Projection stéréographique inverse des orientations cristallines.

La Figure 141 permet de mettre en évidence plus clairement la dispersion des contraintes et des déformations axiales moyennes par grain. Le graphique représente en détail la partie finale des courbes déjà vues en Figure 140. On observe toujours la courbe noire qui représente la réponse macroscopique de l'agrégat et les points colorés représentant la contrainte et la déformation axiale moyenne obtenue pour chaque grain à la fin de la simulation. Dans ce cas, les contraintes et déformations ont été normalisées par rapport à la réponse macroscopique afin de mieux mettre en évidence la dispersion des deux champs. On observe une forte hétérogénéité à la fois pour les champs de contraintes et de déformations. On constate que les grains proches de l'orientation [111] (i.e. la plus rigide, représentée en bleu) présentent très majoritairement une contrainte moyenne supérieure à la contrainte macroscopique, tandis que la déformation moyenne est inférieure à la déformation macroscopique. La situation inverse est observée pour les grains proches de l'orientation [100] (i.e. la plus souple, représentée en rouge).

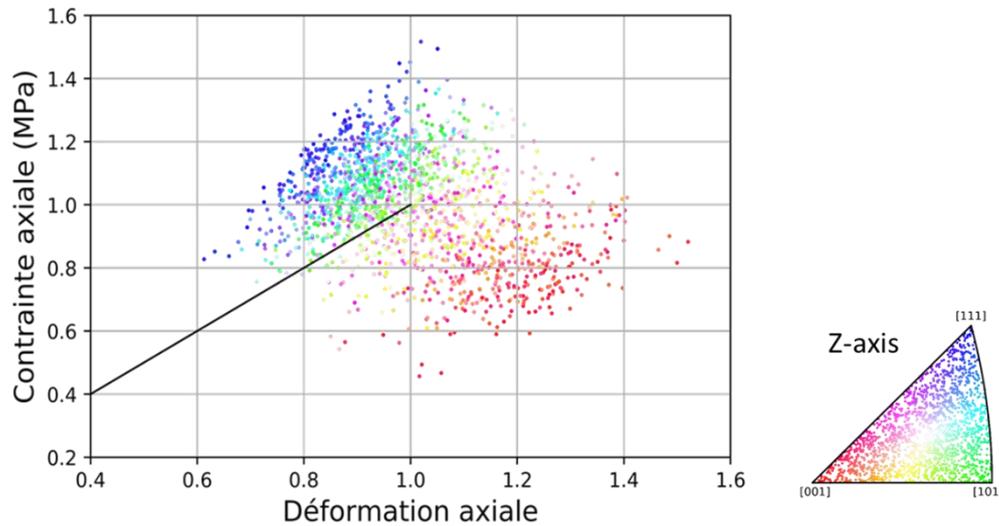


Figure 141 : Représentation de la dispersion des champs de contrainte et déformation axiales issues de l'anisotropie élastique. Réponse macroscopique de l'agrégat (courbe noire) et réponses moyennes de chaque grain (points colorés).
Projection stéréographique inverse des orientations cristallines.

Le Tableau 34 indique les dispersions simulées pour les différentes microstructures (GF, GG et TGG) dans leurs versions simplifiées (grains cubiques) et réalistes (Laguerre-Voronoi). Les dispersions sont indiquées en pourcentage par rapport à la contrainte et à la déformation axiale macroscopique appliquée. Les écarts constatés sont très larges dans tous les cas, ce qui montre la forte hétérogénéité introduite par l'anisotropie d'élasticité cubique. Dans le cas des microstructures simplifiées, on obtient des résultats très proches. En effet, ces 3 simulations sont réalisées avec 3 microstructures exactement identiques du point de vue morphologique, mais auxquelles sont assignées des orientations aléatoires différentes. Ce résultat atteste que le nombre de grains (et donc d'orientations) considérées dans ces microstructures (512) est suffisant pour décrire convenablement la dispersion des contraintes et déformations moyennes par grain. Concernant les microstructures réalistes, une hétérogénéité légèrement plus marquée est observée pour la microstructure GF qui présente les écarts plus importants enregistrés pour la contrainte (+64.7%) et pour la déformation (+60.3%). Cette observation est également confirmée par les valeurs des écarts-types qui constituent un indicateur de dispersion plus robuste et représentatif que les valeurs extrémales seules.

Tableau 34 : Ecart inférieurs et supérieurs et écart-type de contrainte et déformations axiales moyennes par grain (valeur relative en pourcentage).

Microstructure		Ecart relatif inf./sup. (%)		Ecart-type relatif (%)	
		Contrainte	Déformation	Contrainte	Déformation
GF	Cubique	-46.0 / +52.8	-37.4 / +53.7	16.3	13.9
	Réaliste	-58.2 / +64.7	-42.0 / +60.3	19.1	16.3
GG	Cubique	-45.5 / +52.2	-38.0 / +54.1	16.3	13.7
	Réaliste	-54.3 / +51.7	-38.7 / +52.0	16.1	14.3
TGG	Cubique	-44.4 / +54.4	-37.6 / +53.3	15.9	14.1
	Réaliste	-50.7 / +54.4	-38.6 / +56.0	16.5	15.0

6.3.2.2 Distribution de la cission résolue et facteur de Schmid effectif

Une analyse ultérieure a été effectuée sur la distribution des cissions résolues dans l'agrégat. Il a été décidé de considérer la cission résolue maximale induite dans chaque point de l'agrégat (quel que soit le système de glissement sur lequel elle est atteinte). La Figure 142 montre les distributions obtenues pour les trois microstructures de référence (GG, TGG et GF) en utilisant leurs versions réalistes (en rouge) et simplifiées (en noir). Toutes les courbes ont été normalisées par rapport à la contrainte axiale macroscopique calculée dans chaque agrégat. On note que le type de microstructure utilisé a une influence négligeable sur la distribution obtenue : les six distributions simulées, dont l'allure symétrique est par ailleurs très proche d'une distribution normale, se superposent quasi-parfaitement. Dans tous les cas, la valeur moyenne est environ égale 0,41. Cette dernière peut s'apparenter à la notion de facteur de Schmid effectif introduite par Sauzay [49] (et déjà présentée auparavant dans ce manuscrit) et reprise par Dang plus récemment [50].

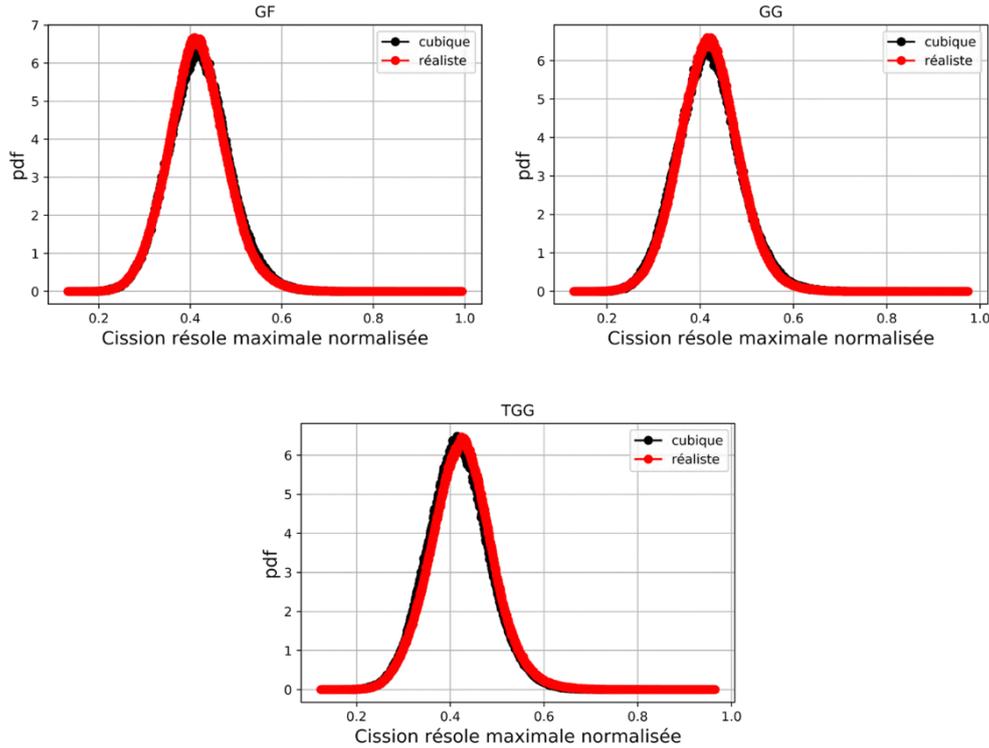


Figure 142 : Distributions des champs de cission résolue maximale normalisée par rapport à la valeur maximale mesurée dans les différents agrégats simulés.

Ici, la définition du facteur de Schmid effectif peut s'écrire de la manière suivante :

$$\mu_{eff} = \frac{\langle \tau_{max} \rangle_v}{\Sigma_y} \quad \text{Équation 6.18}$$

Bien qu'obtenue pour le Nickel pur à température ambiante et avec certaines différences en termes de définition formelle ainsi que sur les simulations réalisées, Sauzay [49] reporte une valeur de 0.41, identique à celle obtenue ici.

6.3.2.3 Prédiction de la limite d'élasticité macroscopique

Comme mentionné au paragraphe 6.1.3, Brenner et al. [42] et Lavergne et al. [43] ont étudié l'influence de l'élasticité cristalline sur la limite d'élasticité macroscopique. On s'inspire ici de leur définition de la limite d'élasticité du polycristal basée sur l'analyse du champ de cission résolue dans le régime élastique et sur la donnée de la cission résolue critique locale (pouvant dépendre de la taille du grain suivant une formulation de type Hall-Petch [43]). La limite d'élasticité ainsi définie est associée à une fraction volumique critique au sein de laquelle le critère de plasticité local (i.e. la loi de Schmid) est atteint.

Ainsi, la limite d'élasticité macroscopique σ_y correspond à la contrainte axiale à appliquer afin de plastifier une fraction critique du volume total du polycristal (V_c). Le critère de plasticité sera donc $V_p = V_c$ avec :

$$V_p = \sum_V v_i \quad : \quad \tau_{max_i} \geq \tau_{c_i} \quad \text{Équation 6.19}$$

où v_i , τ_{max_i} et τ_{c_i} désignent respectivement le volume, la cission résolue maximale appliquée et la cission résolue critique au i -ème point d'intégration, et V étant le volume de l'agrégat.

La détermination de la limite d'élasticité est réalisée de façon automatisée durant le post-traitement en suivant cet algorithme qui prend en entrée le champ de cission résolue maximale τ_{max} et les volumes associés aux points d'intégration issus du calcul EF élastique. Le champ de cission résolue critique est assigné en phase de post-traitement en fonction des propriétés locales de l'agrégat à l'aide des modèles présentés dans le chapitre 4. L'influence de la taille de grains au niveau local est ainsi prise en compte via le modèle de Hall-Petch écrit à l'échelle des systèmes de glissement (Équation 6.21).

$$\tau_{c_i} = \tau_{ss} + \tau_{pr} + \tau_{g_i} \quad \text{Équation 6.20}$$

On notera que l'Équation 6.21 est écrite dans l'hypothèse de précipitation homogène au sein du polycristal. Le seul paramètre qui change d'un grain à l'autre est celui lié à la taille du grain considéré avec :

$$\tau_{g_i} = \frac{k'_y}{\sqrt{d_i}} \quad \text{Équation 6.21}$$

où d_i représente la taille équivalente du grain d'appartenance et k'_y est le coefficient de Hall-Petch. Celui-ci est défini comme le produit du coefficient de Hall-Petch déterminé au chapitre 5 dans le cas du polycristal et du facteur de Schmid effectif décrit précédemment (i.e. $k'_y = k_y \mu_{eq} = 0.745 \times 0.41 = 0.305 \text{ MPa m}^{0.5}$).

Les cissions résolues locales τ_{max_i} peuvent donc être comparées aux valeurs critiques correspondantes. On fait l'hypothèse d'évolution linéaire des cissions résolues locales en fonction de la contrainte macroscopique observée. En augmentant la contrainte macroscopique appliquée, le critère de plasticité local est atteint progressivement dans les différents points de l'agrégat. Il est donc possible de tracer l'évolution du volume correspondant, appelé aussi volume plastifié, en fonction de la contrainte macroscopique appliquée. La Figure 143 représente les courbes obtenues

pour les trois microstructures GF, GG et TGG. Le graphique reporte aussi les limites d'élasticité macroscopiques mesurées à 700°C pour ces trois microstructures (courbes pointillées). Les valeurs des volumes critiques correspondants sont aussi reportées dans le Tableau 35.

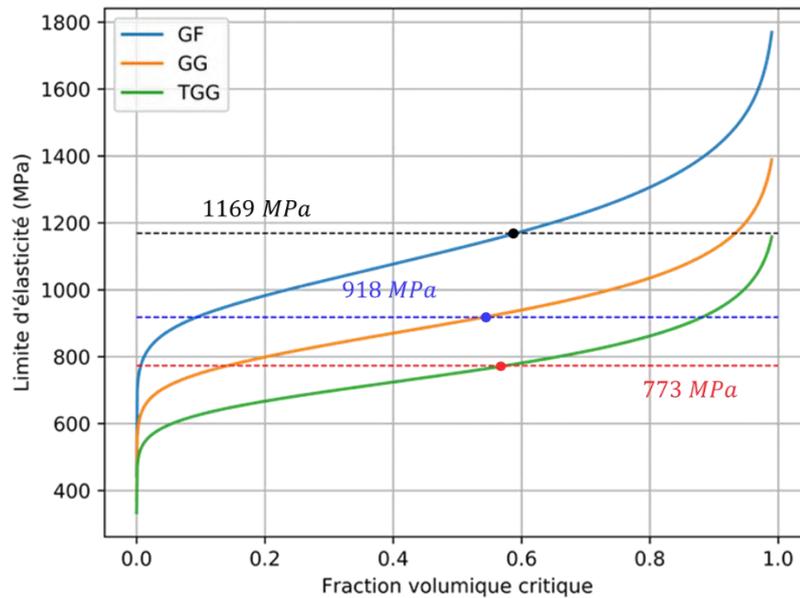


Figure 143 : Evolution de la limite d'élasticité macroscopique d'un polycristal en fonction de la fraction volumique critique plastifiée pour les trois microstructures GF, GG et TGG. Comparaison avec les mesures expérimentales effectuées à 700°C.

La limite d'élasticité conventionnelle $R_{p0.2\%}$ est associée en moyenne à une fraction volumique critique plastifiée d'environ $V_c = 57\%$, signifiant qu'un peu plus de la moitié de l'agrégat est déjà localement plastifié. Cette démarche peut évidemment être aussi utilisée de manière inverse afin de prédire la valeur de limite macroscopique conventionnelle en imposant la valeur de volume critique correspondante.

La Figure 144 reporte l'évolution observée pour la microstructure GG. L'allure de la courbe observée est liée à la distribution de la cission résolue maximale et de la cission critique (liée à la distribution de taille de grain). On observe une première partie avec une augmentation brusque à partir d'une valeur nulle du volume critique. Ensuite, une évolution linéaire s'établit sur la majeure partie du domaine, suivi d'une dernière partie caractérisée par une augmentation abrupte. Cette observation nous permet de proposer une nouvelle définition de la limite d'élasticité macroscopique (notée $\tilde{\sigma}_y$). Une fois tracée la courbe en Figure 144 on calcule la régression linéaire de la partie centrale (courbe pointillée noire en Figure 144). La contrainte macroscopique sera

représentée par l'intersection avec l'axe des contraintes. A noter que la méthode classique dépend du taux de déformation plastique considéré et/ou d'une fraction volumique critique plastifiée, alors que cette nouvelle méthode permet de fixer une valeur indépendante des conventions sur la déformation plastique. Le Tableau 35 résume les valeurs trouvées pour les différentes microstructures avec cette méthode.

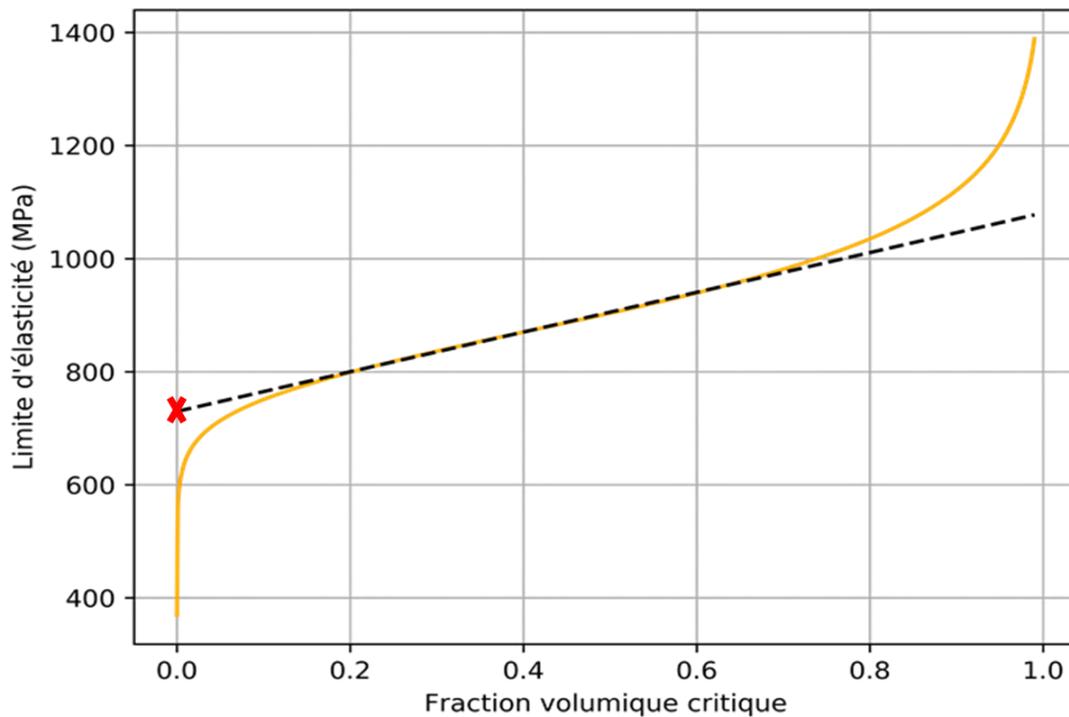


Figure 144 : Définition d'une limite d'élasticité macroscopique indépendante de la fraction volumique plastifiée critique via une régression linéaire (courbe pointillée noire).

Tableau 35 : Limites d'élasticité conventionnelles mesurées à 700°C $\sigma_{y_{0.2\%}}$ et fractions volumiques plastifiées critiques correspondantes $\nu_{c_{0.2\%}}$; valeurs de limite d'élasticité macroscopique trouvées via la méthode proposée.

Microstructure	$\sigma_{y_{0.2\%}}$ (MPa)	$\nu_{c_{0.2\%}}$	$\tilde{\sigma}_y$ (MPa)
GF	1169	58.9	884
GG	918	54.5	730
TGG	773	57.6	610

6.3.3 Simulations dans le régime viscoplastique

Dans cette partie, nous présentons les résultats des simulations réalisées sur les différents agrégats polycristallins décrits précédemment, avec la même loi de comportement élasto-visco-plastique monocristalline que celle utilisée au §6.2 pour simuler les essais sur monograins.

Dans le cadre polycristallin, le paramètre de la loi de comportement monocristalline décrivant la cission résolue critique inclut la contribution de la taille de grains, cette dernière étant évaluée par la formulation de type Hall-Petch décrite précédemment (§6.3.2.3, Équation 6.21).

Dans un premier temps, on s'intéressera à la simulation du comportement en traction à 700°C uniquement. La capacité prédictive du modèle et la pertinence des paramètres identifiés pour décrire l'influence de la microstructure seront discutés pour cette température. L'analyse du comportement à 20°C et 500°C sera abordée ultérieurement et de façon moins détaillée.

6.3.3.1 Simulation du comportement en traction à 700°C

6.3.3.1.1 Choix des paramètres

Au paragraphe 6.2, la simulation du comportement des éprouvettes monogranulaires à 700°C avait fourni des résultats satisfaisants en utilisant la valeur de l'exposant viscoplastique mesuré expérimentalement pour le monograin SX-GG (n=36.1). De plus, conformément au comportement monogranulaire observé expérimentalement (du moins dans le domaine des faibles déformations plastiques), aucun écrouissage n'avait été introduit.

Une première série de simulations a été menée dans le cas polycristallin en utilisant exactement le même jeu de paramètres que celui utilisé pour les monograins au §6.2. A titre d'exemple, on illustrera le cas d'une simulation réalisée sur un agrégat simplifié à grains cubiques représentative de la microstructure polycristalline GG-std. Pour cela, la valeur du paramètre de cission résolue critique τ_c est adaptée à cette microstructure en assignant la valeur prédite par le modèle du chapitre 5, avec les caractéristiques de précipitation et de taille de grains correspondant :

$$\tau_c = \tau_{ss} + \tau_{pr} + \tau_g = 376 \text{MPa} \quad \text{Équation 6.22}$$

ou $\tau_g = \frac{k'_y}{\sqrt{d}}$ (avec $k'_y = 0.305 \text{MPa m}^{0.5}$ et $d = 340 \mu\text{m}$)

La réponse macroscopique simulée (Figure 145) conduit à un écrouissage trop faible et saturant trop vite. Un écrouissage intragranulaire a donc été introduit dans la loi de comportement des grains dans l'agrégat, bien que la réponse expérimentale du monograin n'en présentait pas. Nous reviendrons sur ce point en phase de discussion. Dans la suite il a été choisi d'utiliser les paramètres d'écrouissage utilisés par Genée [48] dans le cadre d'une étude sur l'PU720Li (alliage proche de l'AD730TM). Cependant, en raison de l'exposant viscoplastique élevé issu des données sur monograin (n=36.1), ces paramètres conduisent à des niveaux de contraintes un peu trop importants (Figure 145). Nous avons donc choisi d'utiliser la valeur obtenue durant les essais de relaxation sur le polycristal GG-std i.e. n=14.3 (cf. § 4.3.1, Tableau 11).

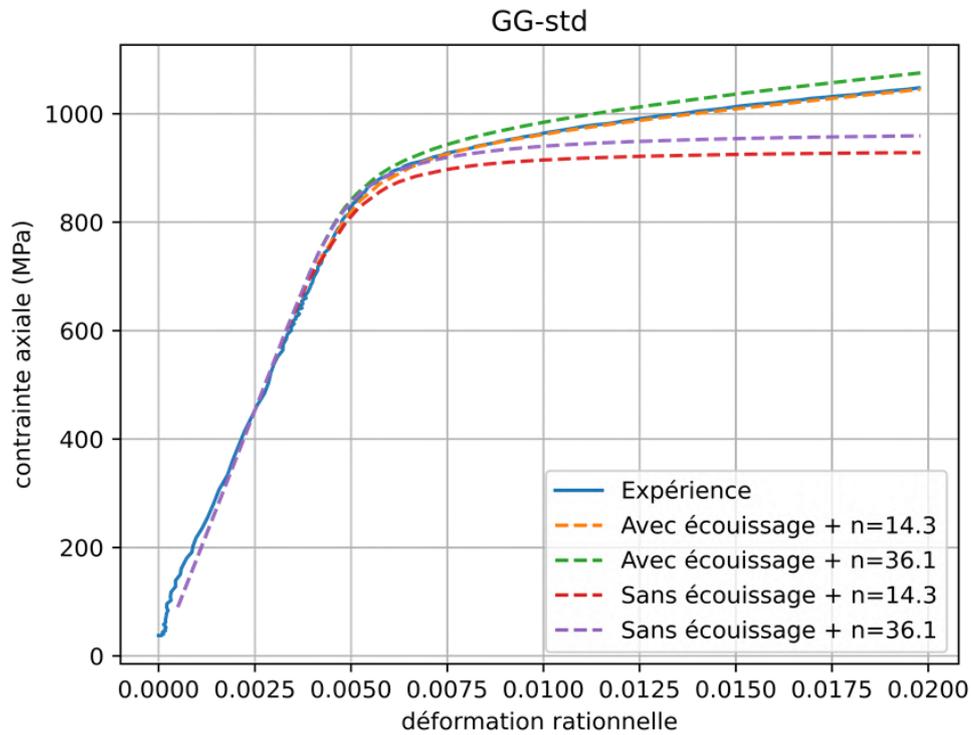


Figure 145 : Comparaison des courbes de traction expérimentale et simulées à 700°C pour la microstructure GG-std en utilisant différents paramètres d'écrouissage et de sensibilité à la vitesse de déformation.

Finalement, les simulations des essais de traction à 700°C ont été réalisées avec les paramètres indiqués dans le Tableau 36 pour chacune des trois microstructures GF, GG et TGG.

Tableau 36 : Paramètres d'écrouissage, exposant de sensibilité à la vitesse de déformation et contributions moyennes à la cission résolue critique pour les microstructures GF, GG-std et TGG-std à 700°C.

Microstructure	n	τ_{pr} (MPa)	τ_{ss} (MPa)	$\hat{\tau}_g$ (MPa)	$\hat{\tau}_c$ (MPa)	Écrouissage [48]			
						V_κ	C_κ (MPa)	V_χ	C_χ (MPa)
GF	21.6	328	53	98	479	3	10	200	3000
GG-std	14.3	304		19	376				
TGG-std	19.5	254		9	316				

En fonction du type d'agrégat utilisé pour chacune des trois microstructures, l'assignation de la cission résolue critique (plus précisément du terme décrivant l'influence de la taille de grain) peut se faire différemment.

Dans le cas d'un agrégat simplifié à grains cubiques de taille constante, la valeur de la cission résolue critique correspondant à celle calculée pour la taille moyenne des grains de la microstructure (i.e. $\hat{\tau}_c$ dans le Tableau 36) est assignée à tous les grains. Dans le cas des agrégats réalistes issus d'une tessellation de Laguerre-Voronoi, deux méthodes ont été appliquées et comparées :

- Assigner à tous les grains la même cission résolue critique $\hat{\tau}_c$.
- Assigner à chaque grain i la valeur τ_{c_i} calculée en fonction de sa taille d_i .

Dans la suite, on parlera de Hall-Petch moyen dans le premier cas et de Hall-Petch local dans le deuxième cas.

6.3.3.1.2 Analyse de courbes de traction simulées

La réponse macroscopique d'une microstructure obtenue en utilisant les différents modèles (i.e. agrégats simplifiés ou réalistes, assignation d'un effet Hall-Petch local ou moyen) ne change pas de façon notable. La Figure 146 montre l'exemple relatif à la microstructure GF en traction à 700°C. Il est possible de remarquer que les trois courbes obtenues sont quasiment superposées. Cette observation confirme que, dans le cadre d'une étude de la seule réponse macroscopique en traction d'un agrégat, il est possible d'utiliser des microstructures simplifiées sans sacrifier la précision des résultats obtenus. C'est un résultat important de l'analyse proposée.

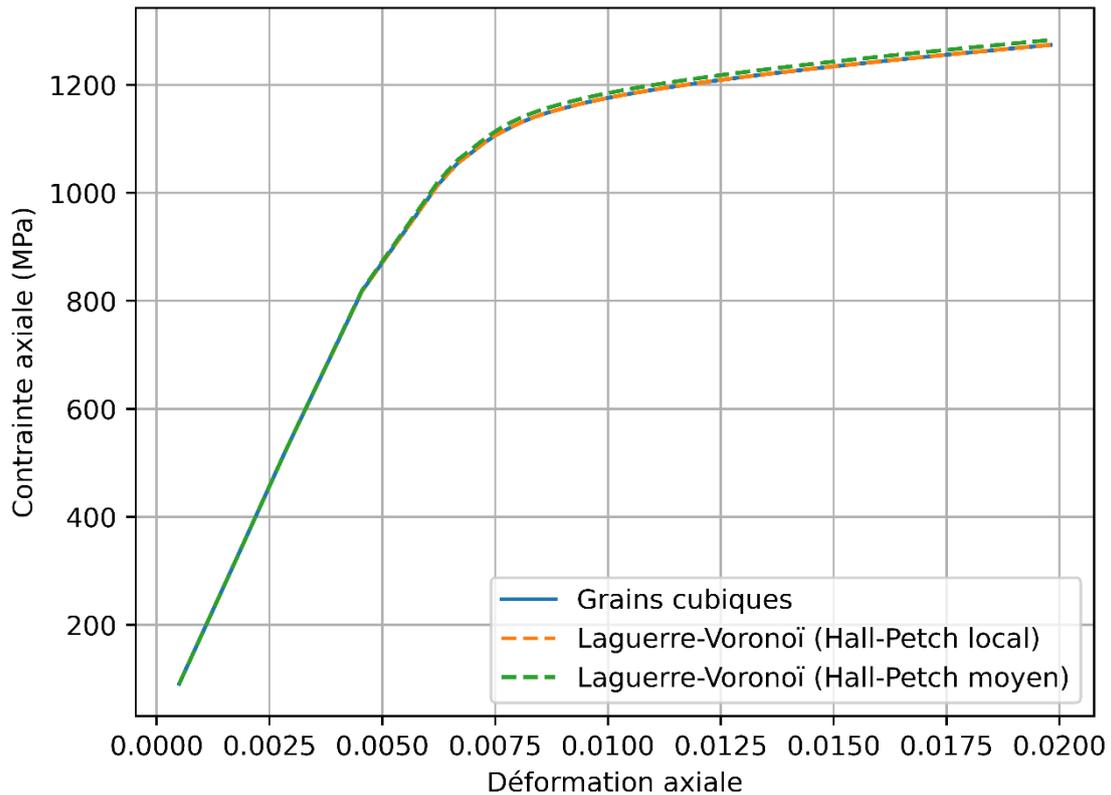


Figure 146: Courbes de traction macroscopiques à 700°C simulées pour la microstructure GF avec une microstructure simplifiée (à grains cubiques) et une microstructure réaliste (de type Laguerre-Voronoi) avec et sans influence locale de la taille des grains.

La Figure 147 permet de comparer les courbes expérimentales avec les courbes simulées correspondantes. De par l'équivalence des courbes simulées via les différentes microstructures, seules les courbes obtenues avec les microstructures réalistes ont été reportées dans le graphique en Figure 147. Une bonne correspondance entre les courbes expérimentales et les simulations est observée. Une faible différence est observée uniquement dans le domaine élastique pour la microstructure TGG-std. La loi de comportement utilisée permet de décrire fidèlement les premiers stades de plasticité, en particulier pour les microstructures GG-std et TGG-std.

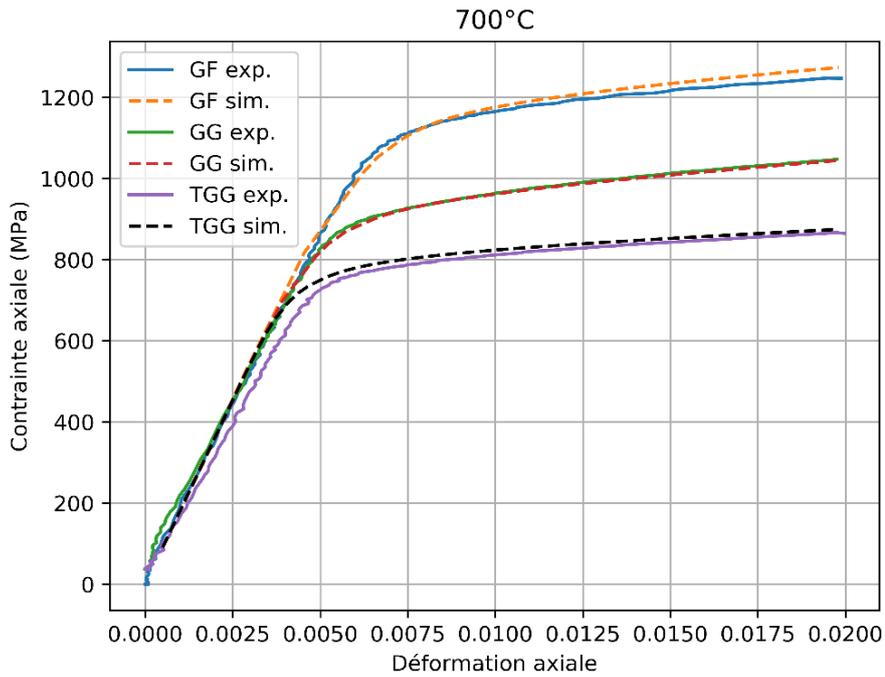


Figure 147: Comparaison entre les courbes de traction expérimentales et simulées (avec des microstructures Laguerre-Voronoi incluant l'effet Hall-Petch local) à 700°C.

Le Tableau 37 résume les valeurs de limite d'élasticité extraites à partir des résultats de simulations et permet la comparaison avec les mesures expérimentales respectives. En particulier, la limite d'élasticité à 0.2% de déformation plastique a été utilisée. Concernant les valeurs simulées, la contrainte axiale macroscopique relative à l'incrément d'intégration le plus proche du 0.2% de déformation plastique a été utilisée. Dans les trois cas, le modèle fournit des bonnes prédictions, avec un écart maximal de -2.4% constaté sur la microstructure GF.

Tableau 37 : Comparaison des limites d'élasticité macroscopiques à 0.2% de déformation plastique mesurées expérimentalement et prédites par les simulations.

Microstructure	Limite d'élasticité Rp0.2 (MPa)		Écart relatif (%)
	Simulée	Expérimentale	
GF	1140	1169	-2.4
GG-std	921	918	0.3
TGG-std	786	773	1.7

6.3.3.1.3 Analyses locales

La Figure 148 permet de comparer les deux modèles réalistes (avec et sans effet local de la taille des grains) sur des grandeurs locales. La figure montre la réponse macroscopique de l'agrégat (moyenne spatiale) (courbes noires en Figure 148) et la réponse moyenne des 1977 grains composant l'agrégat (points colorés en Figure 148, avec code couleur correspondant à l'orientation cristalline). En particulier, trois incréments d'intégration différents ont été considérés t_1 , t_2 et t_3 correspondants respectivement à environ 0.2%, 0.9% et 2% de déformation axiale totale. L'instant t_1 représente la réponse élastique de l'agrégat, à ce stade il n'y a pas de plasticité. L'instant t_2 est proche de la limite d'élasticité macroscopique, une partie de l'agrégat a plastifié et une partie reste dans le domaine élastique. L'instant t_3 représente un domaine plastique où la totalité des grains a plastifié.

Tout d'abord, on peut remarquer que dans le domaine élastique t_1 (Figure 148 a,b) il n'y a pas de différence entre les deux simulations. Comme déjà vu dans les résultats des simulations élastiques, à ce stade, le comportement moyen des grains est lié à l'orientation cristallographique par rapport à la direction de traction. Les grains orientés $\langle 111 \rangle$ en bleu dans la Figure 148 sont les plus rigides et ceux de type $\langle 001 \rangle$ sont les plus souples, toutes les autres orientations ont une rigidité intermédiaire.

A l'instant t_2 (Figure 148 a,b), il est possible d'observer une légère différence entre les deux nuages de points. La dispersion des contraintes semble légèrement plus accentuée pour la microstructure incluant l'effet local de taille de grains, bien que ce soit difficile à lire sur ce type de graphiques. On note toutefois que les contraintes moyennes par grains extrémales (les plus fortes ou les plus faibles) sont observées dans l'agrégat incluant l'effet Hall-Petch local (très certainement au sein de grains soit très gros, soit très petits). La dispersion des déformations est très similaire entre les deux microstructures et plus accentuée par rapport à l'instant t_1 .

A l'instant t_3 (Figure 148 c,d), dans les deux cas on observe une dispersion des contraintes moyennes par grain beaucoup plus accentuée. Globalement, il n'y a pas une grande différence observée entre les deux résultats, sauf quelques grains qui atteignent des contraintes très élevées dans le cas de la microstructure incluant l'effet de taille de grains.

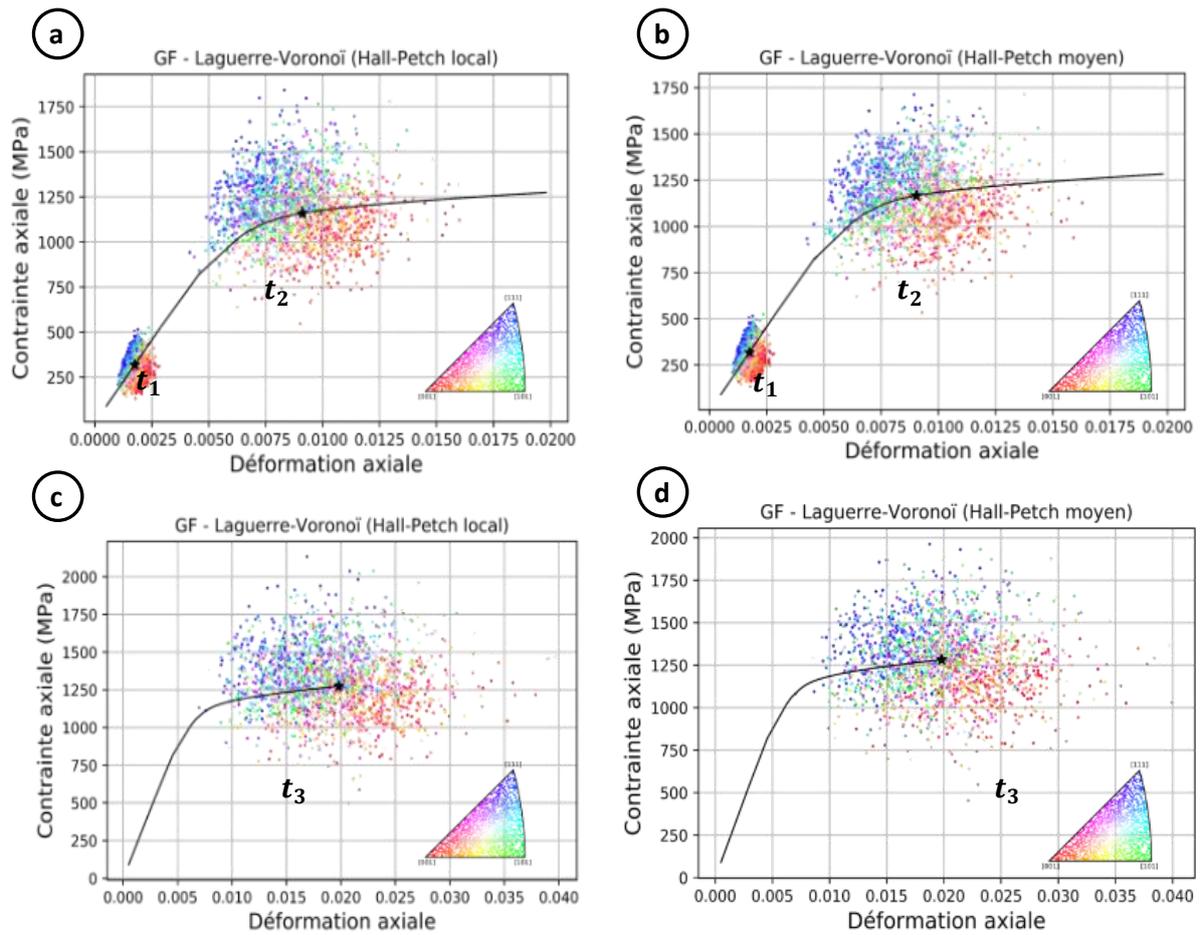


Figure 148 : Réponse macroscopique en traction simulée pour l'agrégat GF à 700°C (courbes noires) et réponses moyennes des 1977 grains de l'agrégat (points colorés) à trois instants différents du chargement : t_1 élasticité cubique, t_2 proche de la limite d'élasticité macroscopique et t_3 plasticité avancée (2% de déformation totale).

Le Tableau 38 résume les caractéristiques de dispersion des réponses moyennes par grain aux trois instants investigués (valeurs minimales/maximales et écart type des contraintes et déformations moyennes par grain). Les valeurs à l'instant t_1 confirment qu'on a exactement la même distribution entre les deux modèles. Aux instants t_2 et t_3 , les valeurs des écarts types confirment que globalement les deux modèles donnent des distributions très similaires. Cependant, les valeurs extrémales confirment une différence induite sur le comportement local (en particulier pour les contraintes) par l'introduction de l'effet Hall-Petch local. Il semblerait que la dispersion soit un peu plus marquée à t_2 (i.e. aux premiers stades de plasticité).

Tableau 38 : Caractéristiques de dispersion de la réponse moyenne des grains de l'agrégat GF en traction simulée à 700°C. Valeurs extrémales et écart type des contraintes et déformations moyennes par grain aux trois instant t_1 , t_2 et t_3 .

Instant	Modèle	Contrainte (MPa)			Déformation		
		Min	Max	Ecart type	Min	Max	Ecart type
t_1	H-P local	133	525	60	0.0010	0.0028	0.0003
	H-P moyen	133	525	60	0.0010	0.0028	0.0003
t_2	H-P local	546	1842	180	0.0042	0.0160	0.0019
	H-P moyen	533	1745	174	0.0043	0.0164	0.0019
t_3	H-P local	500	2134	208	0.0070	0.0397	0.0046
	H-P moyen	454	1963	204	0.0070	0.0400	0.0046

A un niveau encore plus local, les cartes de contraintes et déformations peuvent être comparées. La Figure 149 représente une coupe médiane de la microstructure virtuelle selon un plan normal à l'axe de traction. Deux gros grains indiqués avec gr_1 et gr_2 en Figure 149 possèdent respectivement une cission résolue critique locale de 461 MPa et 447 MPa, inférieure à la moyenne (479 MPa) assignée à tous les grains dans le modèle n'incluant pas l'effet local de taille de grains (Hall-Petch moyen). Les cartes de déformation plastique équivalente, montrées sur les deux modèles, sont données pour un incrément d'intégration très proche de la limite d'élasticité macroscopique de l'agrégat. Le modèle incluant l'effet de taille local de grains développe la déformation plastique plus vite que l'autre version. En particulier, ce phénomène est accentué sur les grains ayant une cission résolue locale plus faible comme les grains gr_1 et gr_2 (flèches rouges en Figure 149).

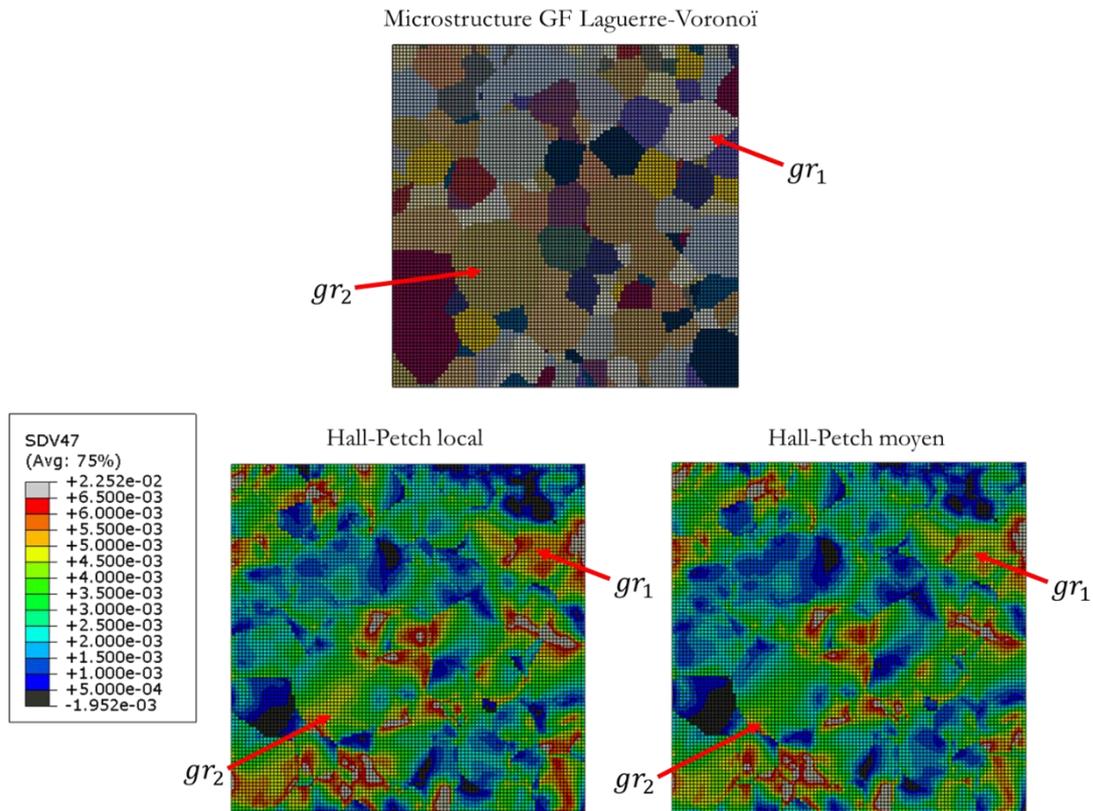


Figure 149 : Représentation d'une coupe médiane transversale à l'axe de traction de la microstructure virtuelle réaliste GF. Comparaison des distributions de déformation plastique avec et sans effet Hall-Petch local. Etat de chargement proche de la limite d'élasticité macroscopique.

La Figure 150 permet de faire la même analyse sur la distribution des contraintes. Cette fois ci, l'incrément d'intégration correspond à une déformation totale de 2%, et donc à un stade de déformation plastique plus avancée. Les graphiques permettent de mettre en évidence le détail de la distribution autour d'un petit grain, indiqué avec gr_3 en Figure 150, ayant une cission résolue critique locale de 522 MPa. La Figure 150 b,c montre la distribution de déformation plastique équivalente alors que la Figure 150 d,e représente la distribution de contrainte de von Mises. Dans ce cas, on voit que le grain gr_3 subit une déformation plastique équivalente plus faible conduisant à une contrainte plus élevée dans la microstructure incluant l'effet Hall-Petch local (Figure 150).

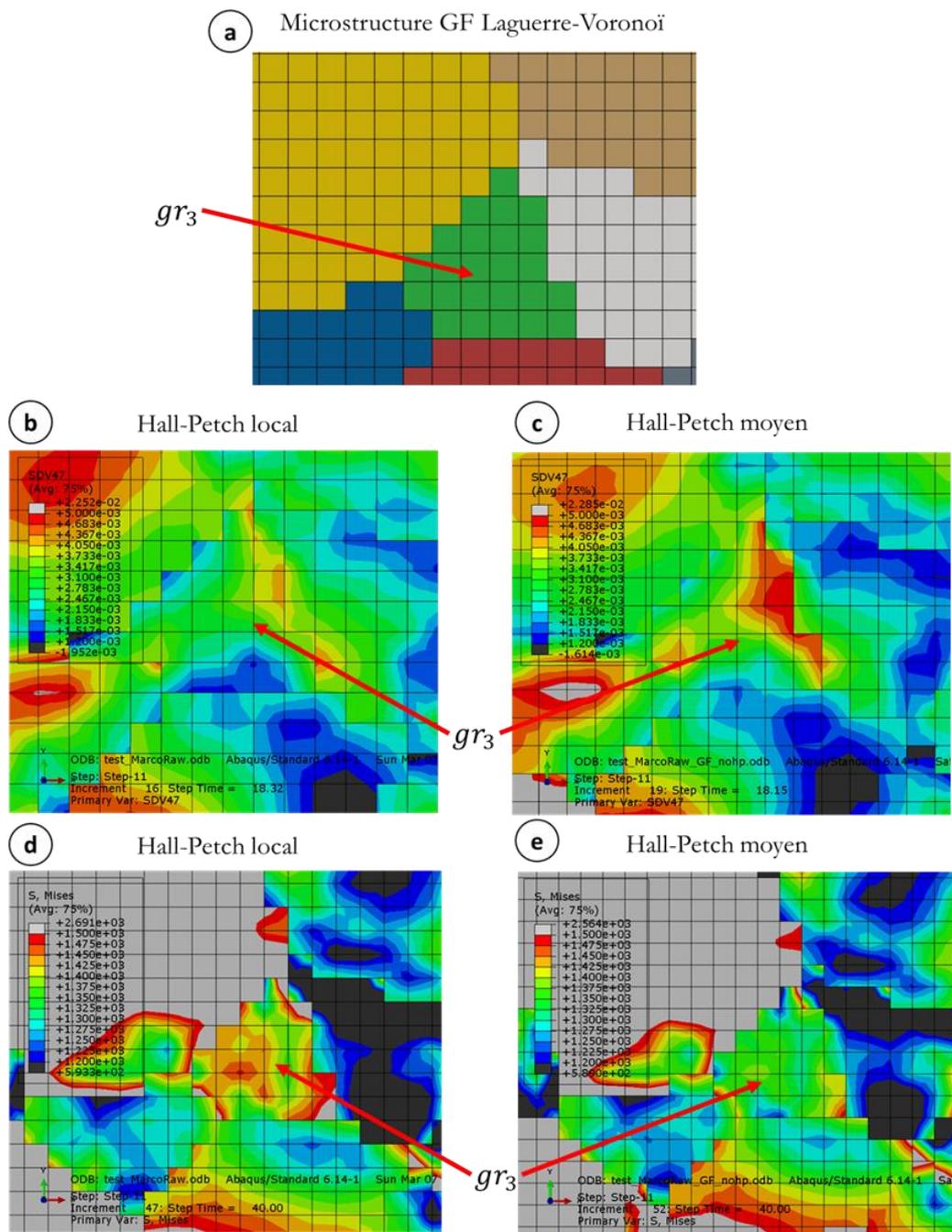


Figure 150 : (a) Détail d'un grain de petite taille (possédant une cission résolue critique locale élevée par rapport à la moyenne). (b,c) Distribution de déformation plastique équivalente et (d,e) contrainte de von Mises (MPa). Etat de chargement correspondant à 2% de déformation plastique totale.

6.3.3.2 Simulation du comportement en traction à 20°C et 500°C

Les calculs élasto-viscoplastiques ont été enfin appliqués aux autres températures de l'étude (20°C et 500°C). Dans le chapitre 4, l'analyse des résultats d'essais en traction a montré un changement de comportement en fonction de la température. En général, les microstructures montrent un écoulement moins marqué en baissant la température d'essai. En outre, la sensibilité à la vitesse de déformation est pratiquement absente à 20°C et négligeable à 500°C. Pour cette raison, les

paramètres d'écouissage, ainsi que les coefficients de sensibilité à la vitesse de déformation ont été adaptés. Les paramètres retenus, obtenus à la suite d'une étude de sensibilité préliminaire, mettent en évidence une absence d'écouissage à 20°C ainsi qu'un écouissage réduit à 500°C (Tableau 39). De plus, à 20°C, un exposant n très élevé ($n=50$) a été retenu (bien que non physique) pour annuler la dépendance à la vitesse de déformation avec la loi viscoplastique utilisée. Une étude dédiée et approfondie serait nécessaire pour mieux les caractériser et éventuellement les valider.

Tableau 39 : Synthèse des paramètres de viscoplasticité utilisées pour les simulations. * indique que la valeur vient des modèles ou des mesures expérimentales et est adaptée à chaque microstructure.

Température	Paramètres					
	n	$\dot{\gamma}_0$ s^{-1}	V_κ	C_κ (MPa)	V_χ	C_χ (MPa)
500°C	30	0.001	2.2	7.5	150	1500
20°C	50	0.001	0	0	0	0

Comme précédemment, la valeur de la cission résolue critique a été adaptée au cas de chaque microstructure. Les constantes d'élasticité C_{ij} à 20°C et 500°C sont issues du Tableau 29. Les résultats des simulations, ainsi que les courbes expérimentales correspondantes, sont reportés en Figure 151 et Figure 152. Seuls les résultats obtenus sur les microstructures réalistes, incluant l'effet Hall-Petch local, sont présentés.

Les simulations à 20°C (Figure 151) restituent une bonne description dans le domaine élastique pour toutes les microstructures. Il est possible de remarquer qu'avec les mêmes paramètres locaux d'écouissage et de sensibilité à la vitesse de déformation, la microstructure GF présente un écouissage légèrement plus marqué par rapport aux autres, dans la zone de transition élasto-plastique. La courbe expérimentale de la microstructure GG montre une allure très similaire à celle obtenue à 500°C et 700°C. Pour cette raison, les paramètres utilisés pour la simulation ne sont pas adaptés (en particulier $n=50$).

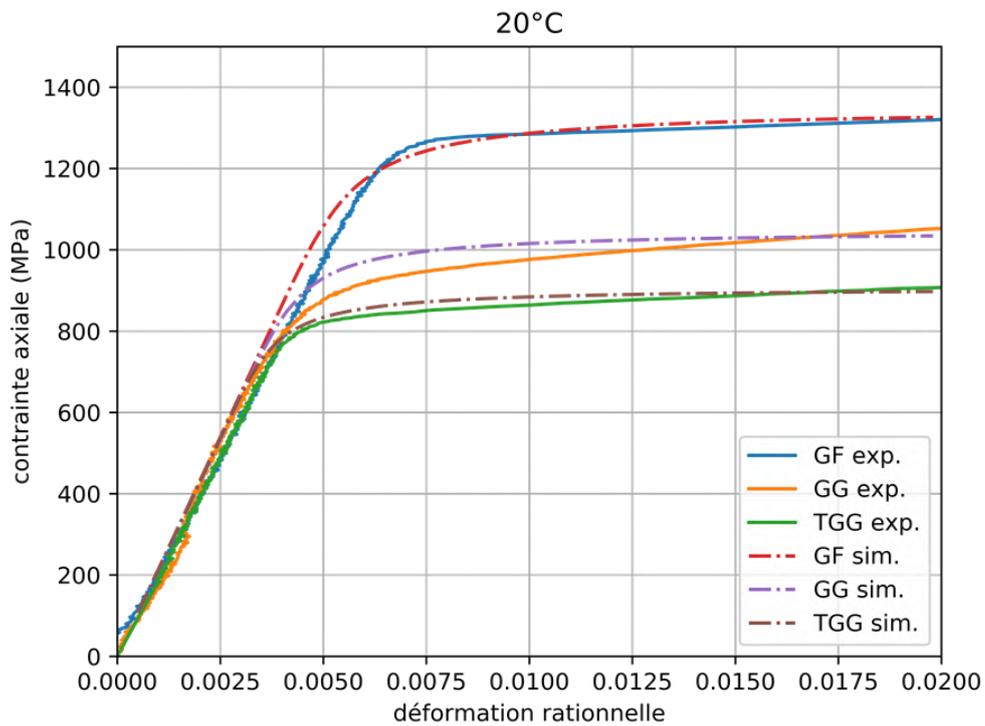


Figure 151 : Comparaison entre les courbes de traction expérimentales et simulées (avec des microstructures Laguerre-Voronoi incluant l'effet Hall-Petch local) à 20°C.

Le manque d'essais sur monograins à 500°C n'a pas permis de s'assurer de la pertinence des constantes élastiques C_{ij} proposées à cette température à la suite de l'étude paramétrique réalisée à partir des données sur l'AM1 (§ 6.2.1.1). En effet, en Figure 152, on observe une légère différence entre la pente des courbes simulées et expérimentales.

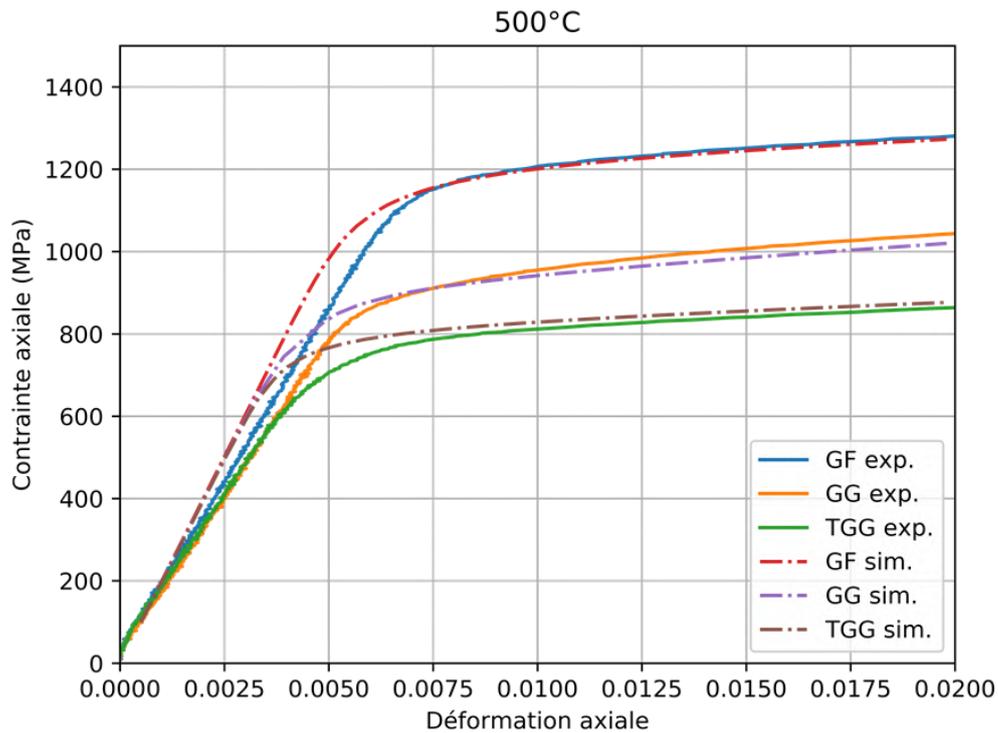


Figure 152 : Comparaison entre les courbes de traction expérimentales et simulées (avec des microstructures Laguerre-Voronoi incluant l'effet Hall-Petch local) à 500°C.

Enfin, le Tableau 40 résume les valeurs de limite d'élasticité conventionnelle (à 0.2% de déformation plastique) simulées et expérimentales pour les trois microstructures à 20°C et 500°C. Malgré des différences relativement importantes sur l'allure des courbes de traction simulées et expérimentales, un accord global plutôt bon est observé en termes de limite d'élasticité.

Tableau 40 : Comparaison des limites d'élasticité macroscopiques à 0.2% de déformation plastique mesurées expérimentalement et prédites par les simulations ; écarts constatés entre les deux.

Température	Microstructure	Limite d'élasticité Rp0.2 (MPa)		Écart (%)
		Simulée	Expérimentale	
20°C	GF	1255	1266	-0.9
	GG-std	982	909	8.0
	TGG-std	855	835	2.4
500°C	GF	1165	1179	-1.2
	GG-std	893	909	-1.8
	TGG-std	786	771	1.9

6.3.4 Discussion des résultats

Les simulations EF ont permis de mettre en évidence, l'apport de l'utilisation de microstructures monogranulaires dans une démarche de modélisation. Tout d'abord, il est évident que les modèles analytiques, identifiés grâce aux essais sur les éprouvettes monogranulaires, permettent d'inclure facilement la sensibilité à la microstructure de précipitation dans les lois de comportement. En outre, les courbes de traction obtenues sur les échantillons monogranulaires ont permis d'effectuer une première validation de la loi de comportement local en plasticité cristalline choisie et identifiée. Dans ce cas, l'avantage principal est la possibilité de travailler avec des modèles simples, avec une seule orientation cristalline, qui permettent d'obtenir rapidement une première validation du modèle.

Les simulations du comportement des polycristaux ont confirmé l'influence de la présence des joints de grain sur le comportement. En plus de la contribution à la cission résolue critique, les autres paramètres de la loi de comportement ont été adaptés. Par exemple, les essais ont confirmé que les joints de grain contribuent aux mécanismes de relaxation en réduisant la sensibilité à la vitesse de déformation. Pour cette raison, l'exposant n de la loi d'écoulement plastique a dû être adapté pour passer du comportement du grain « seul » à celui de son correspondant dans l'agrégat. De la même manière, les paramètres d'écrouissage doivent être adaptés en fonction de l'application. Il a été montré que les simulations sur polycristaux nécessitent l'ajout d'un écrouissage dans le comportement local pour restituer l'écrouissage observé expérimentalement.

Les simulations ont permis aussi d'effectuer des analyses sur la limite d'élasticité. La méthode basée sur les calculs élastiques peut être utilisée pour la prédiction de la limite d'élasticité conventionnelle (0.2% de déformation plastique) ou pour définir une limite d'élasticité microscopique (apparition des premières bandes de glissement). La Figure 153 montre un zoom autour de la transition élasto-plastique des courbes de traction à 700°C simulées et expérimentales. Cette figure permet de positionner les prédictions effectuées à partir des calculs élastiques $\tilde{\sigma}_y$ (§6.3.2.3) par rapport aux mesures expérimentales correspondantes $\sigma_{y0.2\%}$ (0.2% de déformation plastique). Les points ont été placés sur les courbes expérimentales. L'écart relatif entre les deux valeurs est de 24,3% pour la microstructure GF, 20.5% pour la microstructure GG et 21.1 pour la microstructure TGG. Il est possible de remarquer que les limites d'élasticité proposées dans cette étude se trouvent à la fin de la partie linéaire des courbes macroscopiques indiquant les premiers stades de plasticité développée à l'échelle macroscopique. Une étude similaire a été effectuée par Vaunois et al. [51] sur l'U720Li sur une microstructure supersolvus. En particulier, ils ont pu mesurer, via des essais in situ sous MEB, la contrainte correspondante à l'apparition des premières bandes de glissement dans la

microstructure. Dans leur cas, un écart relatif de 20,8% a été observé entre la contrainte mesurée en début de plasticité et la limite d'élasticité conventionnelle $\sigma_{y0.2\%}$. Ces résultats sont donc cohérents avec les observations de notre étude.

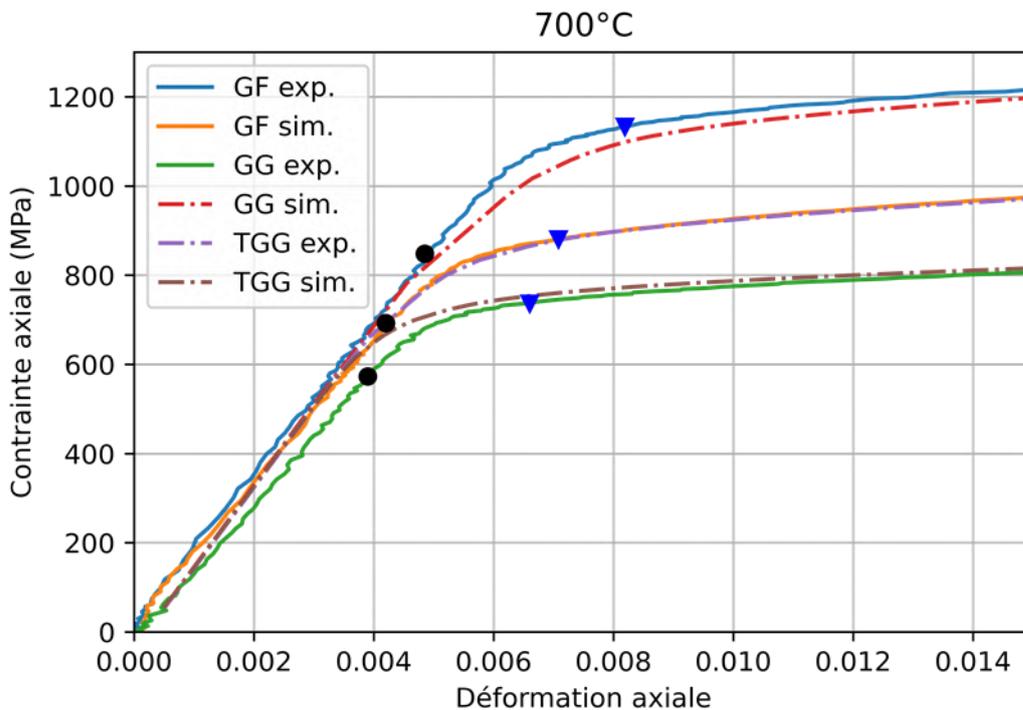


Figure 153 : Détail des courbes de traction à 700°C et positionnement des valeurs de limites d'élasticité mesurées expérimentalement (triangles) et prédites par la méthode basée sur les calculs EF en élasticité (cercles).

L'utilisation de microstructures virtuelles différentes renseigne sur les paramètres les plus importants dans la capacité du modèle à reproduire le comportement du polycristal. Pour la traction monotone, il a été observé que, dans le but de prédire le comportement macroscopique seul, il est préférable de travailler avec des modèles plus simples (i.e. grains cubiques avec effet Hall-Petch moyen). Cependant, si on s'intéresse à l'étude des champs mécaniques locaux il est souhaitable d'utiliser des modèles plus complexes (i.e. tessellation de Laguerre-Voronoi avec effet Hall-Petch local) pour capter les variations locales dues à la microstructure.

6.4 Cas des microstructures à gradient de taille de grains

6.4.1 Microstructures duales en AD730™

Une première application est proposée aux microstructures à gradient de taille de grains représentatives des disques à microstructures duales. Des études précédentes ont investigué la faisabilité des disques duales en AD730™ et leur comportement, en particulier en fluage [52]–[55].

La Figure 154 montre le résultat de mesures EBSD effectuées à mi-hauteur sur une coupe d'un disque de turbine d'environ 224 mm de diamètre traité avec la technique du DMHT. Il est possible de distinguer trois zones différentes. La zone à gros grains, optimisée pour le comportement en fluage, se trouve dans la couronne du disque et est d'environ 14 mm d'épaisseur. La zone à grains fins, optimisée pour le comportement en traction, est placée vers la jante du disque. Enfin, la zone de transition résultante est d'environ 7mm et présente un gradient, à peu près linéaire, de la taille des grains entre une taille moyenne équivalente maximale d'environ 120 μm et minimale d'environ 10 μm .

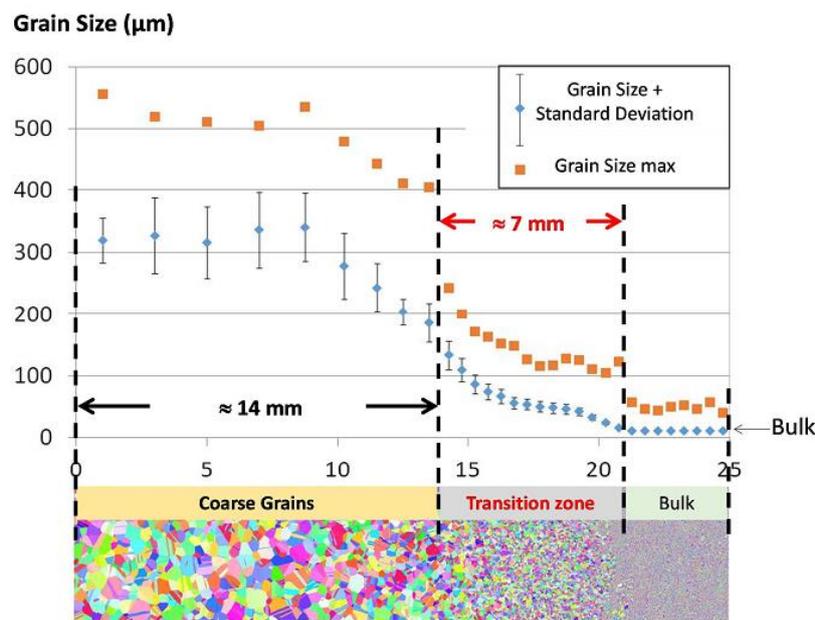


Figure 154 : Variation de la taille de grains à mi-hauteur dans un disque de turbine en AD730TM de 224 mm de diamètre (Cartographie EBSD et évolution extraite) [52].

Serrano Muñoz [54], dans le cadre d'une étude en collaboration entre l'Institut Pprime et Aubert&Duval, a pu étudier le comportement en traction des différentes zones du disque en Figure 154 à 650°C. La Figure 155 montre les courbes de traction monotone obtenues sur deux éprouvettes prélevées dans la zone à grains fins (courbes orange et bleue), une éprouvette prélevée dans la zone à gros grains (courbe rouge) et une éprouvette prélevée dans la zone de transition (courbe verte). On remarque bien que le comportement de la zone de transition est intermédiaire entre celui des microstructures à gros grains et à grains fins.

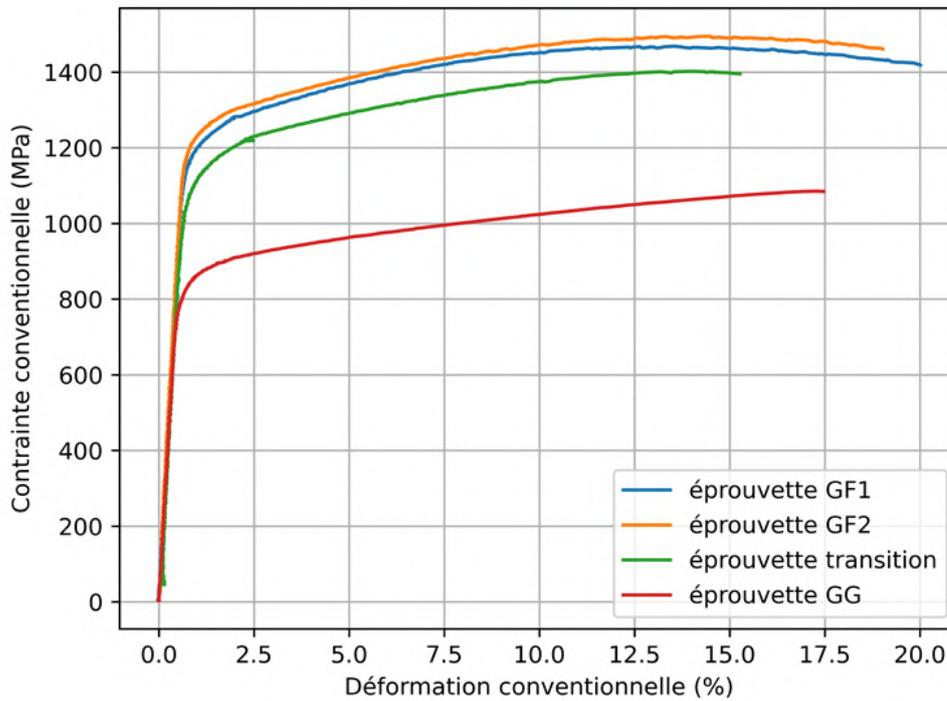


Figure 155 : Courbes de traction à 650°C et une vitesse de déformation imposée de $10^{-3} s^{-1}$ d'éprouvettes prélevées dans un disque dual en AD730™ dans la zone à grains fins, à gros grains et de transition [54].

6.4.2 Génération du Modèle EF

6.4.2.1 Microstructure virtuelle

La réalisation de calculs champ complet en plasticité cristalline, sur des pièces mécaniques comme un disque reste encore utopique aujourd'hui. Au cours de notre étude, il a donc été décidé de représenter seulement la zone de transition du « disque dual » dans un modèle EF. La longueur du domaine de simulation a été fixée à 7 mm suivant les mesures présentées en Figure 154. La largeur et hauteur du domaine ont été fixées à 0.5 mm afin de conserver un nombre de grains raisonnable. La microstructure virtuelle a été générée à l'aide de la librairie CimLib en utilisant toujours un algorithme de Laguerre-Voronoi. Le packing initial des sphères pour la tessellation a été effectué par la méthode *optimized dropping and rolling* proposée par Hitti et al. [56]. Le gradient de taille de grain est contrôlé en assignant une loi de variation de la taille des sphères en fonction de leur position sur l'axe du gradient. La loi d'évolution de taille implémentée est de type puissance :

$$d(z) = d_{\min} + (d_{\max} - d_{\min}) \left(\frac{z - z_{\min}}{z_{\max} - z_{\min}} \right)^m \quad \text{Équation 6.23}$$

avec d_{\min} et d_{\max} respectivement taille minimale et maximale imposée, z_{\min} et z_{\max} coordonnées extrémales initiale et finale de la boîte de simulation suivant la direction du gradient, z variable de position et m exposant de la loi puissance. Dans le cas présenté, une évolution linéaire de la taille de grains a été imposée en utilisant $m=1$. La microstructure résultante est composée d'environ 9000 grains avec une évolution de taille équivalente entre $10\ \mu\text{m}$ et $130\ \mu\text{m}$ (Figure 156).

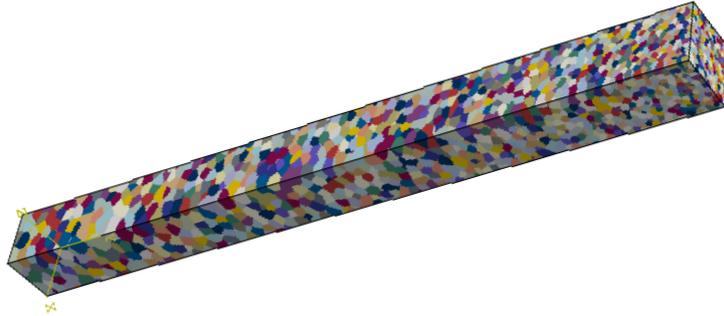


Figure 156 : Microstructure virtuelle représentative de la zone de transition d'un « disque duale » ($0.5\text{mm}\times 0.5\text{mm}\times 7\text{mm}$, ~ 9000 grains).

Le choix de la résolution de l'image voxélisée finale résulte du compromis entre une résolution suffisante (en particulier pour les petits grains) et un nombre d'éléments acceptable pour le coût de calcul. L'image finale se compose de 1,75 millions de voxels ($=50\times 50\times 700$) qui ont été ensuite transposés en éléments C3D8 à l'aide de la librairie S2M.

Le graphique en Figure 157 montre le diamètre équivalent de chaque grain en fonction de sa position (i.e. coordonnée z du centre de gravité du grain) axiale dans l'agrégat. Il est possible d'observer l'évolution de la taille moyenne ainsi que de la densité de grains suivant la direction du gradient. Les valeurs de taille moyenne des grains sur les zones extrémales du domaine de simulation correspondent à environ $30\ \mu\text{m}$ et $100\ \mu\text{m}$, la différence obtenue est donc moins marquée par rapport à celle ciblée ($10\ \mu\text{m}$ et $130\ \mu\text{m}$). En outre, on observe un certain nombre de grains de petit volume qui sont hors tendance linéaire. La quasi-totalité de ces grains est certainement constituée par les grains coupés au bord. Cet aspect est très important car il peut aussi biaiser l'effet Hall-Pech local introduit dans le modèle.

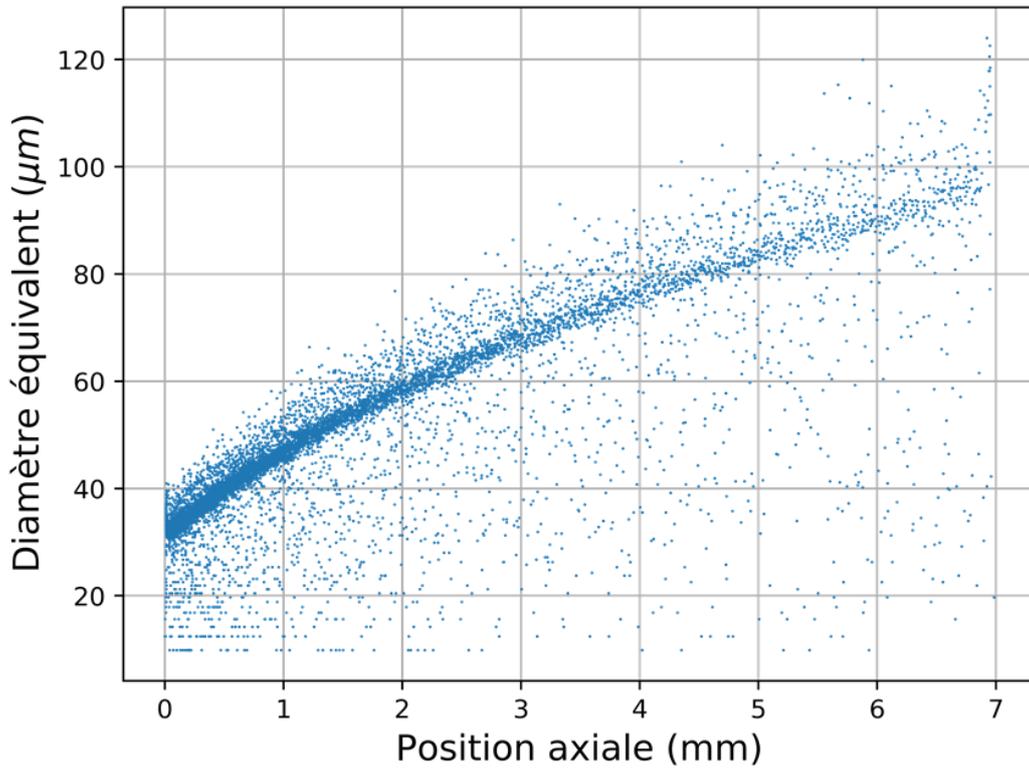


Figure 157 : Taille des grains en fonction de leur position sur l'axe du gradient de la microstructure virtuelle représentant la zone de transition d'un « disque dual ».

6.4.2.2 Paramètres de la loi de comportement

Les calculs sur la microstructure à gradient ont été effectués pour 700°C. Les paramètres utilisés sont issus des simulations sur les microstructures polycristallines homogènes. Les valeurs des paramètres d'écrouissage, ainsi que celle de la vitesse d'écoulement plastique de référence $\dot{\gamma}_0$ n'ont pas été changées et sont reportées dans le Tableau 41.

Tableau 41 : Paramètres de la loi d'écoulement viscoplastique pour la microstructure à gradient de taille de grains de l'étude.

$\dot{\gamma}_0$ (s^{-1})	V_κ	C_κ (MPa)	V_χ	C_χ (MPa)
0.001	3	10	200	3000

Les essais, les modèles et les simulations précédentes ont montré que, en particulier à 700°C, différentes microstructures, en termes de taille de grains et précipitation, possèdent différentes cission résolue critiques locales et exposants de sensibilité à la vitesse de déformation. Il est donc naturel de penser qu'au sein de la microstructure à gradient il y a une variation de ces paramètres. En première approximation, il a été décidé d'introduire un gradient de propriétés de manière

artificielle. Tout d'abord, le domaine de simulation a été divisé en 5 zones, de même dimension, comme illustré en Figure 158. Les microstructures dans les parties extrémales ont été considérées proches des microstructures GF (zone z_1 en Figure 158) et GG-std (zone z_5 en Figure 158). En conséquence, les valeurs de contribution de la précipitation à la cission résolue critique ainsi que de l'exposant n , utilisées pour les deux microstructures homogènes, ont été assignées aux zones correspondantes de la microstructure à gradient. Ensuite, une évolution linéaire de ces deux paramètres, suivant l'axe du gradient, a été postulée au sein de l'agrégat. Le Tableau 42 résume les valeurs des deux paramètres assignés aux 5 zones, ainsi que le nombre de grains inclus dans chaque zone.

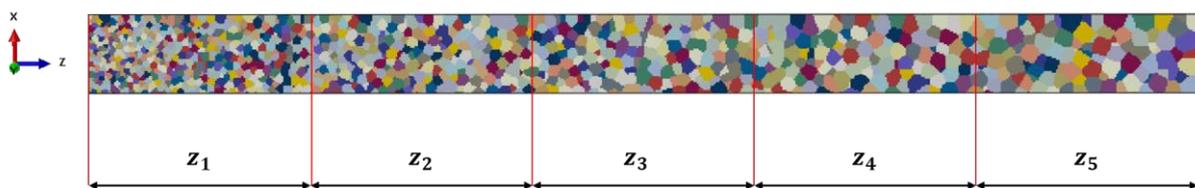


Figure 158 : Décomposition de la microstructure virtuelle à gradient en 5 zones avec influence de la précipitation et exposants de sensibilité à la vitesse de déformation différents.

Tableau 42 : Caractéristiques assignées aux 5 zones de la microstructure virtuelle à gradient de taille de grains.

Zone	Nombre grains	n	τ_{pr} (MPa)
z_1	5301	21.6	350
z_2	1662	19.8	340
z_3	967	18.0	330
z_4	618	16.2	320
z_5	436	14.3	310

L'effet de Hall-Petch a été inclus au niveau local suivant la procédure présentée pour les microstructures homogènes. La valeur de contribution de la taille de grains assignée à chaque point d'intégration est donc liée à la taille du grain d'appartenance, via la loi de Hall-Petch microscopique (§6.3.2.3, Équation 6.21).

L'idée à la base des conditions aux limites est d'imposer une contrainte macroscopique circonférentielle. Des conditions de symétrie ont été appliquées sur les faces normales aux directions x et y en correspondances de $x = 0$ et $y = 0$. Les deux faces normales à la direction z

(= direction du gradient, radiale) ont été laissées libres. Un déplacement a enfin été imposé sur la face normale à la direction y en correspondance de $y = y_{max} = 0.5\mu m$, adapté afin d'obtenir une déformation totale de 2% avec une vitesse de $10^{-3}s^{-1}$.

6.4.3 Résultats

La Figure 159 montre le résultat de la simulation à $700^{\circ}C$ sur la microstructure à gradient. La courbe noire représente la réponse macroscopique de l'agrégat et les courbes colorées représentent les réponses par grain (moyennes spatiales). Les couleurs utilisées indiquent toujours l'orientation du grain, avec le code couleur utilisé sur la projection stéréographique en Figure 159. Une hétérogénéité très marquée de la réponse mécanique est observée pour les champs de contrainte et de déformation. Le rôle de l'orientation cristalline locale est toujours évident, avec la variation de rigidité dans le domaine élastique.

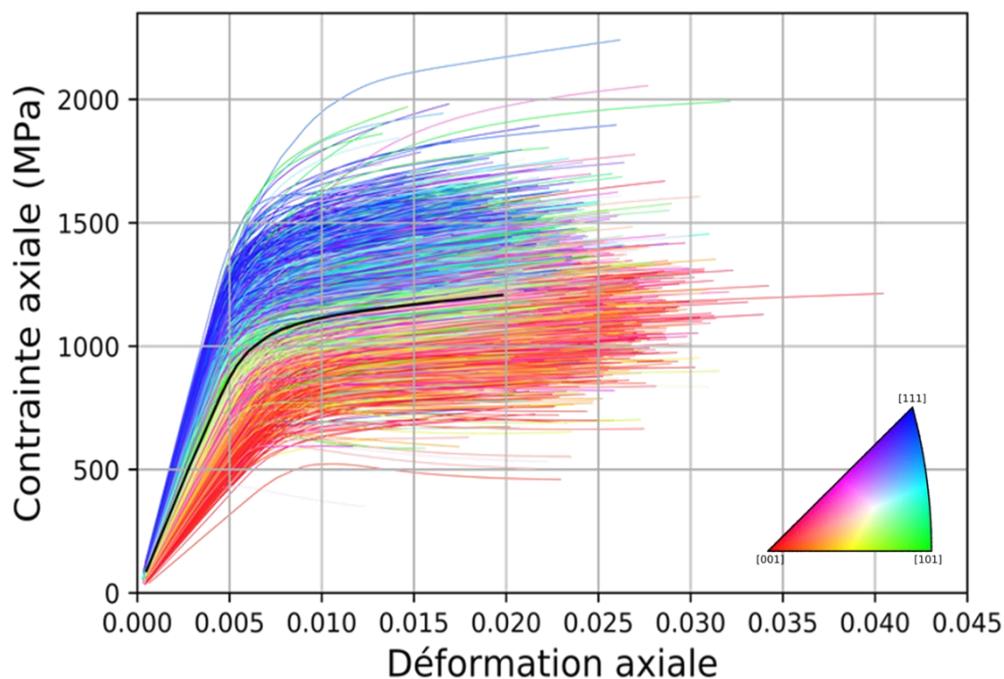


Figure 159 : Courbes de traction macroscopique (courbe noire) et moyennes par grains (courbes colorées) pour une microstructure à gradient de taille de grains chargée dans la direction transversale au gradient simulées à $700^{\circ}C$.

Les courbes en Figure 160 permettent d'analyser de la même manière les 5 zones de l'agrégat. Dans ce cas, les courbes noires représentent les réponses macroscopiques moyennées seulement dans la zone de référence. On remarque tout de suite une réduction de la densité des courbes en passant de la zone z_1 à la zone z_5 à cause de l'augmentation de la taille moyenne locale et la réduction conséquente du nombre de grains. Les grains appartenant à la zone z_1 , et donc plus petits,

possèdent en moyenne les cisssions résolues critiques les plus élevées. Pour cette raison, dans cette zone, on retrouve des grains qui atteignent des niveaux de contraintes plus élevés que dans les quatre autres zones. La comparaison des réponses macroscopiques en Figure 160 f montre que dans le domaine élastique la réponse des différentes zones est très similaire. La distribution des orientations cristallines est donc très homogène suivant la direction du gradient. La courbe de la zone z_1 confirme que cette zone reprend bien, en moyenne, une contrainte un peu plus importante que les autres zones.

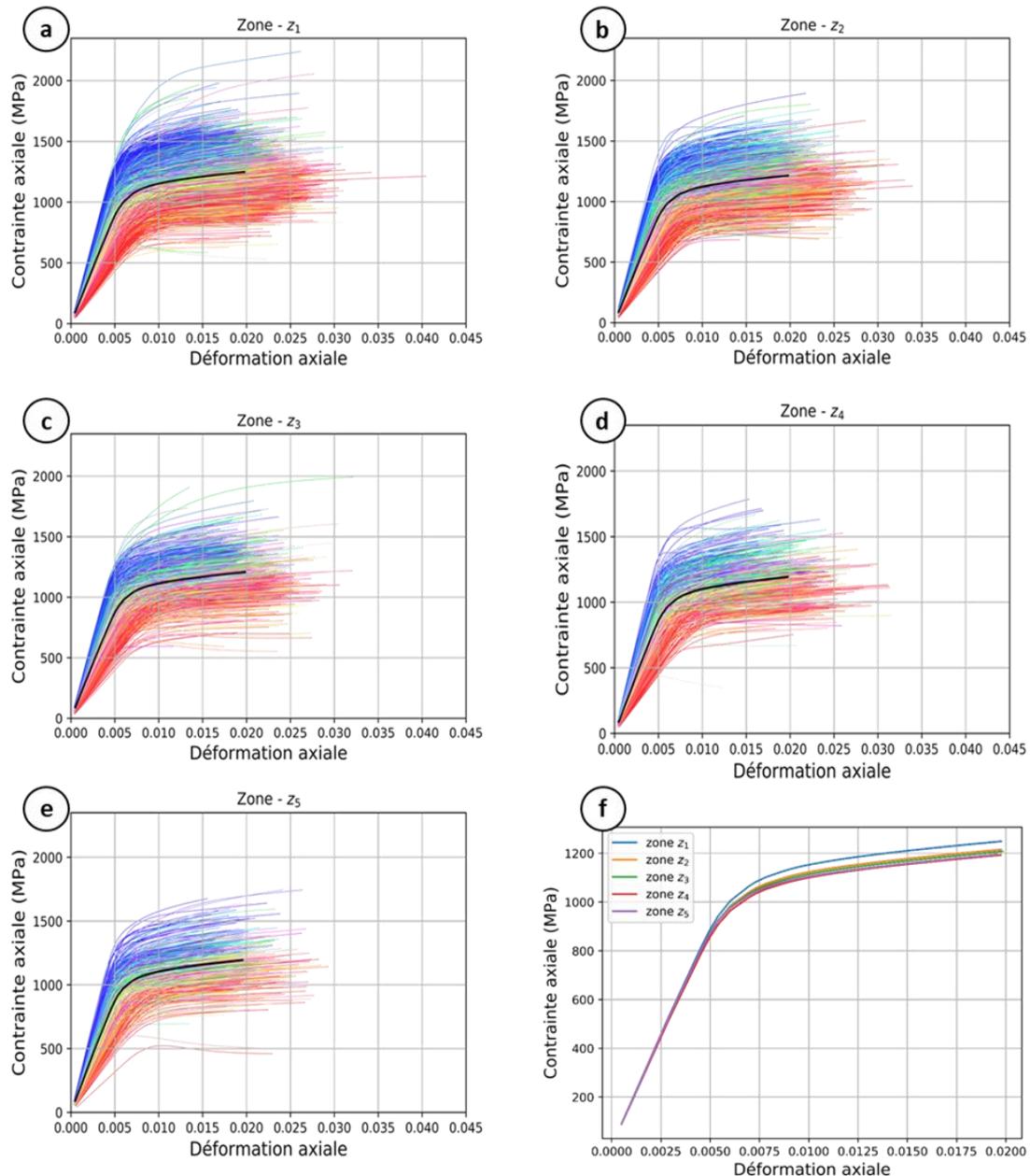


Figure 160 : (a-e) Courbes de traction macroscopiques (en noir) et moyennes par grains (colorées) des 5 zones identifiées sur la microstructure virtuelle à gradient de l'étude. (f) Comparaison des réponses macroscopiques des différentes zones isolées. (700°C)

La Figure 161 montre les mêmes résultats que la Figure 160, mais en illustrant les réponses moyennes par grain seulement à l'instant final (2% de déformation macroscopique totale). Il est possible de remarquer que, sauf pour des valeurs extrêmes, il n'y a pas de différences notables sur la dispersion des champs de contraintes et déformations dans les différentes zones.

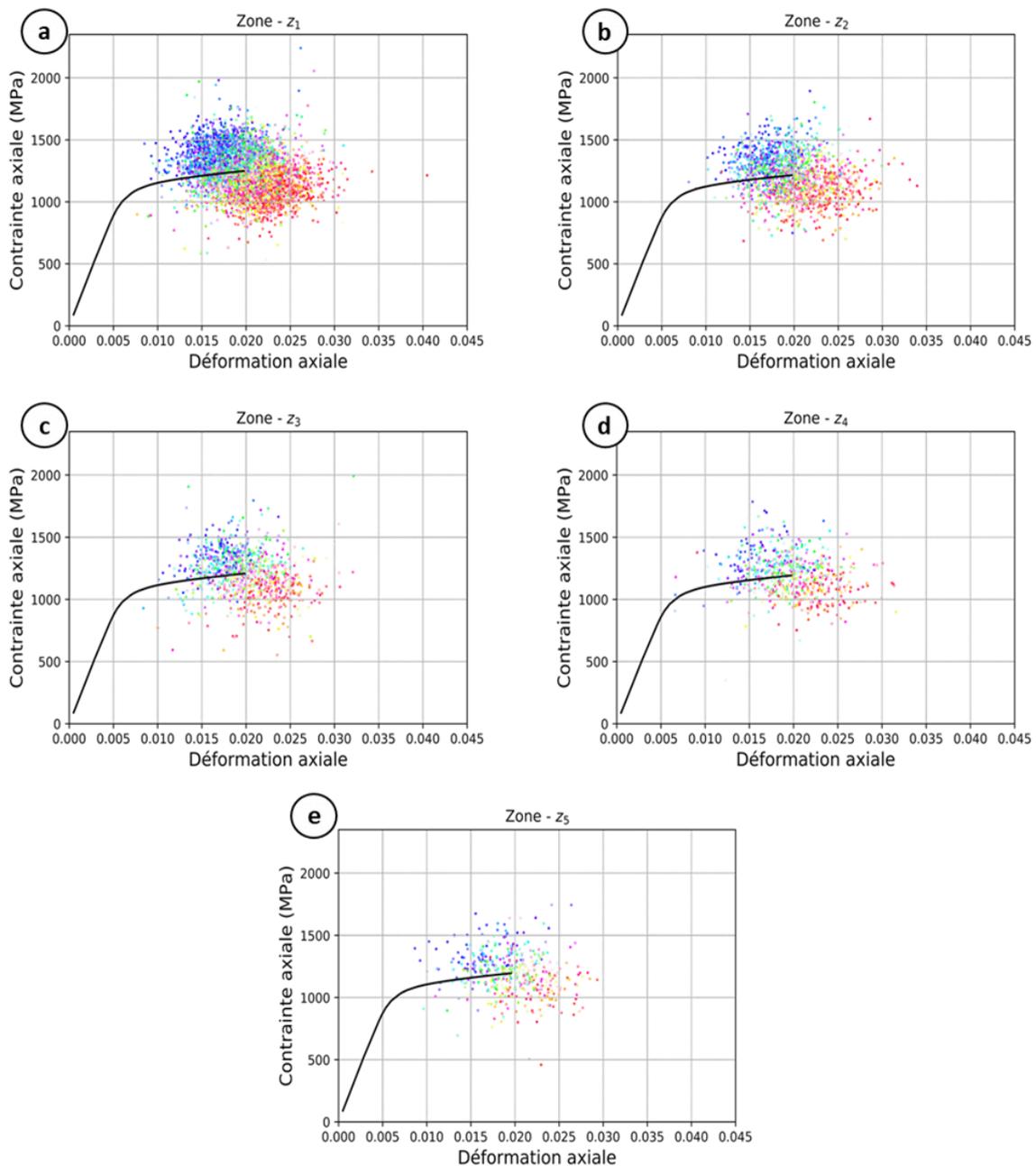


Figure 161 : Courbes de traction macroscopiques (en noir) et moyennes par grains en correspondance de 2% de déformation macroscopique totale (colorées) des 5 zones indentifiées sur la microstructure virtuelle à gradient de l'étude. (700°C)

La cartographie de la contrainte de von Mises montrée en Figure 162 met en évidence, encore une fois, le gradient de contraintes observé dans la microstructure. La cartographie représente la réponse de l'agrégat à la fin la simulation (2% de déformation macroscopique totale). En particulier,

la carte de contraintes est prise sur une coupe à mi-hauteur sur un plan normal à la direction de chargement pour limiter le biais introduit par les grains coupés au bord. Cependant cet effet peut avoir des conséquences importantes sur la réponse mécanique observée, en particulier sur des domaines avec dimensions réduites (par rapport à la taille de grains représentés) comme celui de notre exemple. En perspective, une première correction de cet effet pourrait être basée sur l'utilisation de la taille des cellules de Voronoï entières associées à chaque grain de bord (et non la taille apparente après coupure) pour l'assignation de la cission associée à l'effet Hall-Petch local.

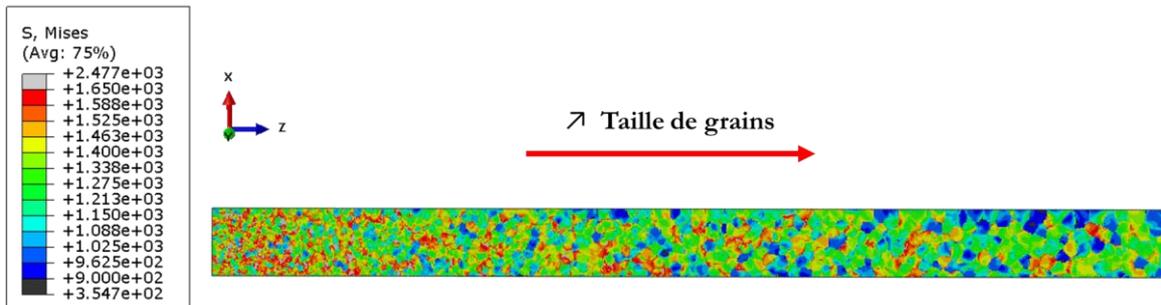


Figure 162 : Cartographie des contraintes simulées dans la microstructure duale de l'étude à 2% de déformation totale macroscopique (700°C).

La réponse macroscopique a enfin été comparée à celle expérimentale déjà montrée en Figure 155 (courbe verte). La Figure 163 montre cette comparaison, il est rappelé que la courbe expérimentale est obtenue à 650°C alors que la simulation a été effectuée à 700°C. Cependant, la courbe simulée permet de prédire de manière très précise le comportement de la microstructure complexe à gradient.

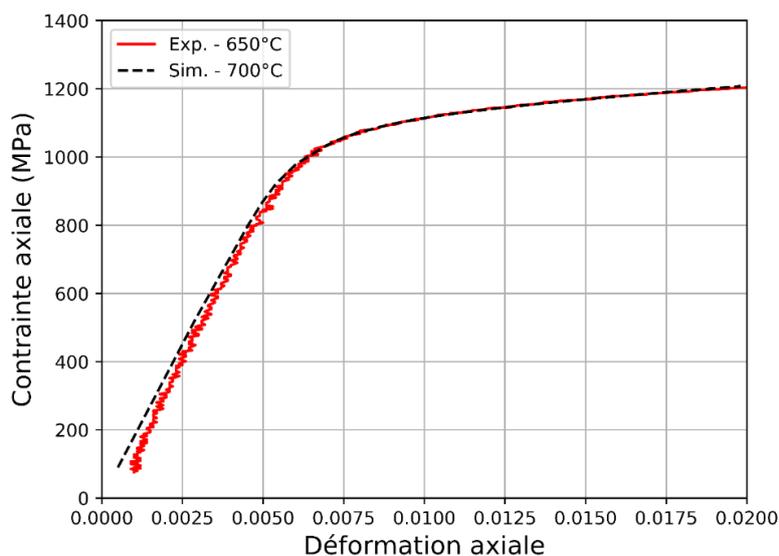


Figure 163 : Comparaison de la courbe des courbes de traction simulée et expérimentale d'une microstructure à gradient de taille de grains chargée dans la direction transversale au gradient.

6.5 Conclusions

Le développement des simulations a montré l'avantage de se servir des résultats obtenus avec des monograins dans une procédure de caractérisation et simulation du comportement macroscopique des polycristaux. En effet, les courbes expérimentales monocristallines ont permis de valider de manière directe la loi de comportement élasto-viscoplastique locale identifiée. La loi choisie dans notre étude s'est montrée très adaptée pour la description du comportement à haute température (700°C), dans la plage de déformation investiguée (<2%). Dans le cas des microstructures SX-eau/air/lr testées à 20°C, l'adoucissement juste après la transition élasto-plastique, observé expérimentalement, ne peut pas être décrit par la loi utilisée. Par conséquent, les écarts entre courbes simulées et expérimentales à cette température sont plus élevés.

Les simulations sur polycristaux ont, tout d'abord, permis de tester différents outils de génération de microstructures. Les microstructures virtuelles retenues pour cette étude sont de deux types. Les microstructures simplifiées, composées par des grains cubiques, avec une taille unique de grains partout dans l'agrégat. Les microstructures réalistes sont générées à partir de la tessellation de Laguerre-Voronoi basée sur les distributions de taille de grains mesurées expérimentalement. Ces dernières ont permis de prendre en compte la morphologie des grains de l'agrégat et de reproduire la dispersion de taille. Les comparaisons entre les distributions de taille de grains obtenues dans les microstructures virtuelles, avec celles expérimentales correspondantes, ont montré l'efficacité de la méthode de génération dans le respect de la taille moyenne et de la forme de distribution imposées.

Les premiers calculs en élasticité cristalline sur les microstructures polycristallines ont permis d'approfondir le rôle de l'anisotropie cubique sur la réponse locale de l'agrégat. Les calculs ont été effectués sur les microstructures simplifiées et sur celles réalistes correspondantes. La comparaison des courbes macroscopiques de traction (moyennes spatiales dans l'agrégat) n'a pas montré de différences entre les résultats obtenus sur les deux types de microstructures. Cependant, l'analyse des champs locaux (i.e. distribution de la cission résolue locale maximale) a mis en évidence des différences dans les deux approches. L'analyse de la dispersion des champs de contraintes et de déformations moyennes par grain a montré une hétérogénéité plus marquée dans le cas des microstructures réalistes, en particulier pour la microstructure GF. Enfin, le post-traitement des résultats de calculs sur polycristaux a permis de confirmer la valeur du facteur de Schmid effectif, qui avait été utilisé au cours du chapitre 5 pour la démarche de modélisation.

Les calculs en élasticité cristalline ont permis d'effectuer une première étude sur l'évolution du volume plastifié dans l'agrégat en fonction de la contrainte macroscopique appliquée, en utilisant la CRSS comme seuil local de plasticité. Un outil de prédiction de la limite d'élasticité

macroscopique conventionnelle ($R_{p0.2\%}$) basé sur les résultats de simulation en élasticité a donc pu être mis en place. Les prédictions sont effectuées en post-traitant les résultats des simulations et en imposant une valeur critique de référence du volume plastifié. En particulier, la comparaison avec les résultats expérimentaux a permis de fixer la valeur du volume plastifié critique à 57% du volume total. Ensuite, une méthode originale a été présentée pour fixer la limite d'élasticité macroscopique d'un agrégat indépendamment de la valeur du volume critique.

Les calculs élasto-viscoplastiques ont été effectués à 700°C sur trois types de modèles : les microstructures simplifiées, les microstructures réalistes incluant un effet de taille de grain local (CRSS variable par grain et dépendante de sa taille) et les microstructures réalistes incluant un effet moyen de taille de grain (CRSS moyenne constante dans tout l'agrégat). Les courbes macroscopiques obtenues via les différents modèles ne montrent pas de différences sensibles. Dans une étude visant seulement à la prédiction de la réponse macroscopique en traction d'un agrégat il serait donc logique d'utiliser le modèle simplifié (réduction de la complexité et du coût de calcul). Cependant, l'analyse du comportement local montre encore une fois des différences entre les résultats obtenus avec les différents modèles. En particulier, les comparaisons entre les cartographies de déformation et de contraintes obtenues sur les deux microstructures réalistes ont mis en évidence des différences locales sensibles. Cet aspect est, par exemple, essentiel dans l'étude du comportement en fatigue et des sites potentiels pour l'amorçage des fissures. Il serait intéressant, dans des travaux futurs, de comparer les cartographies simulées sur des microstructures (virtuelles reconstruites) avec des essais in situ MEB et/ou DIC sur les microstructures correspondantes, afin de vérifier l'apport de l'introduction d'un effet local de taille. La prédiction du comportement à 700°C s'est montrée tout à fait satisfaisante, en s'appuyant sur une base de données expérimentale riche (essais de traction sur monograins et polycristaux accompagnés d'essais de relaxation pour caractériser la sensibilité à la vitesse de déformation). Les résultats obtenus aux autres températures restent également acceptables vis-à-vis de la comparaison avec les données expérimentales.

Une première application aux microstructures à gradient de taille de grains est enfin proposée. La microstructure virtuelle a été générée avec la méthode de tessellation de Laguerre-Voronoi mais en assignant une taille des sphères (dans l'algorithme de packing) variable linéairement en fonction de la position sur l'axe du gradient. La microstructure obtenue est représentative de la zone de transition d'un « disque duale » en AD730TM. Les propriétés mécaniques ont été assignées afin de prendre en compte aussi leur gradient en fonction des propriétés locales de la microstructure. En particulier, l'effet Hall-Petch local a été inclus dans la CRSS de chaque grain. En outre, en première approximation, une variation linéaire a été imposée pour la contribution de la précipitation à la CRSS ainsi que pour le paramètre de sensibilité à la vitesse de déformation, en discrétisant l'agrégat

en 5 zones différentes. L'analyse des résultats a mis en évidence que le modèle est capable de restituer un gradient dans la réponse mécanique observée en fonction de la variation des propriétés locales. La comparaison finale entre la courbe macroscopique simulée à 700°C et la courbe expérimentale obtenue à une température très similaire (650°C) montre une bonne sensibilité du modèle au gradient de microstructure et sa bonne capacité à reproduire les données expérimentales.

6.6 Bibliographie

- [1] M. Fivel and S. Forest, “Plasticité cristalline et transition d’échelle : cas du monocristal,” *Tech. l’ingénieur*, vol. M4017, no. 0, pp. 1–15, 2004.
- [2] G. Boittin, “Expérimentation numérique pour l’aide à la spécification de la microstructure et des propriétés mécaniques d’un superalliage base Ni pour des applications moteurs,” *Thèse Dr. - Mines Paristech. Fr.*, 2015.
- [3] M. Shenoy, Y. Tjiptowidjojo, and D. McDowell, “Microstructure-sensitive modeling of polycrystalline IN 100,” *Int. J. Plast.*, vol. 24, no. 10, pp. 1694–1730, 2008, doi: 10.1016/j.ijplas.2008.01.001.
- [4] M. Shenoy, “Constitutive Modeling and Life Prediction in Ni-Base Superalloys Crack Initiation and Life Prediction in Ni-Base Superalloys,” *Thèse de doctorat - Georgia Institute of Technology. États Unis.* 2006.
- [5] B. Flipon, C. Keller, L. G. de la Cruz, E. Hug, and F. Barbe, “Tensile properties of spark plasma sintered AISI 316L stainless steel with unimodal and bimodal grain size distributions,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 729, pp. 249–256, 2018, doi: 10.1016/j.msea.2018.05.064.
- [6] B. Flipon, “Alliages à grains ultrafins et bimodaux : approche couplée expérience-modélisation basée sur la microstructure,” *Thèse de doctorat - INSA Rouen. France.* 2018.
- [7] B. Flipon, C. Keller, R. Quey, and F. Barbe, “A full-field crystal-plasticity analysis of bimodal polycrystals,” *Int. J. Solids Struct.*, vol. 184, pp. 178–192, 2020, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2019.02.005.
- [8] O. Diard, S. Leclercq, G. Rousselier, and G. Cailletaud, “Evaluation of finite element based analysis of 3D multicrystalline aggregates plasticity Application to crystal plasticity model identification and the study of stress and strain fields near grain boundaries,” *Int. J. Plast.*, vol. 21, no. 4, pp. 691–722, 2005, doi: 10.1016/j.ijplas.2004.05.017.
- [9] H. B. Huntington, “The Elastic Constants of Crystals,” *Solid State Phys. - Adv. Res. Appl.*, vol. 7, pp. 213–351, 1958, doi: 10.1016/S0081-1947(08)60553-6.
- [10] C. Teodosiu and P. Sidoroff, “A finite theory of the elastoviscoplasticity of single crystals,” *Int. J. Eng. Sci.*, vol. 14, no. 8, pp. 713–723, 1976, doi: 10.1016/0020-7225(76)90027-6.
- [11] D. Peirce, R. J. Asaro, and A. Needleman, “Material rate dependence and localized

- deformation in crystalline solids,” *Acta Metall.*, vol. 31, no. 12, pp. 1951–1976, 1983, doi: 10.1016/0001-6160(83)90014-7.
- [12] H. Mecking and U. F. Kocks, “Kinetics of flow and strain-hardening,” *Acta Metall.*, vol. 29, no. 11, pp. 1865–1875, 1981, doi: 10.1016/0001-6160(81)90112-7.
- [13] U. F. Kocks and H. Mecking, “Physics and phenomenology of strain hardening: The FCC case,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 48(3), pp. 171–274, 2003, doi: 10.1016/S0079-6425(02)00003-8.
- [14] H. Mecking and K. Lüke, “A new aspect of the theory of flow stress of metals,” *Scr. Metall.*, vol. 4, no. 6, pp. 427–432, 1970, doi: 10.1016/0036-9748(70)90078-5.
- [15] U. Essmann and H. Mughrabi, “Annihilation of dislocations during tensile and cyclic deformation and limits of dislocation densities,” *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 40, no. 6, pp. 731–756, 1979, doi: 10.1080/01418617908234871.
- [16] P. Franciosi, “Étude théorique et expérimentale du comportement élastoplastique des monocristaux métalliques se déformant par glissement : modélisation pour un chargement complexe quasi statique,” *Thèse de doctorat, Université Paris-Nord. France.* 1984.
- [17] J. R. Rice, “Inelastic constitutive relations for solids: An internal-variable theory and its application to metal plasticity,” *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 19, no. 6, pp. 433–455, 1971, doi: 10.1016/0022-5096(71)90010-X.
- [18] R. J. Asaro, “Crystal plasticity,” *J. Appl. Mech. Trans. ASME*, vol. 50, no. 4b, pp. 921–934, 1983, doi: 10.1115/1.3167205.
- [19] L. Méric, P. Poubanne, and G. Cailletaud, “Single crystal modeling for structural calculations: Part 1-model presentation,” *J. Eng. Mater. Technol. Trans. ASME*, vol. 113, no. 1, pp. 162–170, 1991, doi: 10.1115/1.2903374.
- [20] L. Méric and G. Cailletaud, “Single crystal modeling for structural calculations: Part 2-finite element implementation,” *J. Eng. Mater. Technol. Trans. ASME*, vol. 113, no. 1, pp. 171–182, 1991, doi: 10.1115/1.2903375.
- [21] F. Bridier, D. L. McDowell, P. Villechaise, and J. Mendez, “Crystal plasticity modeling of slip activity in Ti-6Al-4V under high cycle fatigue loading,” *Int. J. Plast.*, vol. 25, no. 6, pp. 1066–1082, 2009, doi: 10.1016/j.ijplas.2008.08.004.
- [22] F. Coudon, G. Cailletaud, J. Cormier, and L. Marcin, “A multiscale model for nickel-based directionally solidified materials,” *Int. J. Plast.*, vol. 115, no. April 2018, pp. 1–17, 2019, doi:

- 10.1016/j.ijplas.2018.10.003.
- [23] T. R. Bieler *et al.*, “The role of heterogeneous deformation on damage nucleation at grain boundaries in single phase metals,” *Int. J. Plast.*, vol. 25, no. 9, pp. 1655–1683, 2009, doi: 10.1016/j.ijplas.2008.09.002.
- [24] F. Barbe, R. Quey, A. Musienko, and G. Cailletaud, “Three-dimensional characterization of strain localization bands in high-resolution elastoplastic polycrystals,” *Mech. Res. Commun.*, vol. 36, no. 7, pp. 762–768, 2009, doi: 10.1016/j.mechrescom.2009.06.002.
- [25] L. Signor, P. Villechaise, T. Ghidossi, E. Lacoste, M. Gueguen, and S. Courtin, “Influence of local crystallographic configuration on microcrack initiation in fatigued 316LN stainless steel: Experiments and crystal plasticity finite elements simulations,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 649, pp. 239–249, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.09.119>.
- [26] S. Ghosh, Y. Bhandari, and M. Groeber, “CAD-based reconstruction of 3D polycrystalline alloy microstructures from FIB generated serial sections,” *CAD Comput. Aided Des.*, vol. 40, no. 3, pp. 293–310, 2008, doi: 10.1016/j.cad.2007.11.003.
- [27] I. Simonovski and L. Cizelj, “Automatic parallel generation of finite element meshes for complex spatial structures,” *Comput. Mater. Sci.*, vol. 50, no. 5, pp. 1606–1618, 2011, doi: 10.1016/j.commatsci.2010.12.014.
- [28] L. St-Pierre, E. Héripéré, M. Dexet, J. Crépin, G. Bertolino, and N. Bilger, “3D simulations of microstructure and comparison with experimental microstructure coming from O.I.M analysis,” *Int. J. Plast.*, vol. 24, no. 9, pp. 1516–1532, 2008, doi: 10.1016/j.ijplas.2007.10.004.
- [29] M. Panella, L. Signor, J. Cormier, M. Bernacki, and P. Villechaise, “Experimental and Simulation Study of the Effect of Precipitation Distribution and Grain Size on the AD730TM Ni-Based Polycrystalline Superalloy Tensile Behavior,” in *Superalloys 2012, TMS: Warrendale, PA, USA*, 2020, pp. 570–578, doi: 10.1007/978-3-030-51834-9_55.
- [30] K. Hitti, P. Laure, T. Coupeuz, L. Silva, and M. Bernacki, “Precise generation of complex statistical Representative Volume Elements (RVEs) in a finite element context,” *Comput. Mater. Sci.*, vol. 61, pp. 224–238, 2012, doi: 10.1016/j.commatsci.2012.04.011.
- [31] H. Imai, M. Iri, and K. Murota, “Voronoi diagram in the Laguerre geometry and its applications,” *SIAM J. Comput.*, vol. 14, no. 1, pp. 93–105, 1985, doi: 10.1137/0214006.
- [32] Z. Sun, R. E. Logé, and M. Bernacki, “3D finite element model of semi-solid permeability

- in an equiaxed granular structure,” *Comput. Mater. Sci.*, vol. 49, no. 1, pp. 158–170, 2010, doi: 10.1016/j.commatsci.2010.04.042.
- [33] S. Osher and J. A. Sethian, “Fronts propagating with curvature-dependent speed: Algorithms based on Hamilton-Jacobi formulations,” *J. Comput. Phys.*, vol. 79, no. 1, pp. 12–49, 1988, doi: 10.1016/0021-9991(88)90002-2.
- [34] J. a. Sethian, *Level set methods and fast marching methods: evolving interfaces in computational geometry, fluid mechanics, computer vision, and materials science*. Cambridge University Press, 1999.
- [35] M. Bernacki, Y. Chastel, T. Coupez, and R. E. Logé, “Level set framework for the numerical modelling of primary recrystallization in polycrystalline materials,” *Scr. Mater.*, vol. 58, no. 12, pp. 1129–1132, 2008, doi: 10.1016/j.scriptamat.2008.02.016.
- [36] M. Bernacki, H. Resk, T. Coupez, and R. E. Logé, “Finite element model of primary recrystallization in polycrystalline aggregates using a level set framework,” *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.*, vol. 17, no. 6, 2009, doi: 10.1088/0965-0393/17/6/064006.
- [37] M. Bernacki, R. E. Logé, and T. Coupez, “Level set framework for the finite-element modelling of recrystallization and grain growth in polycrystalline materials,” *Scr. Mater.*, vol. 64, no. 6, pp. 525–528, 2011, doi: 10.1016/j.scriptamat.2010.11.032.
- [38] K. Hashimoto and H. Margolin, “The role of elastic interaction stresses on the onset of slip in polycrystalline alpha brass-I. Experimental determination of operating slip systems and qualitative analysis,” *Acta Metall.*, vol. 31, no. 5, pp. 773–785, 1983, doi: 10.1016/0001-6160(83)90093-7.
- [39] K. Hashimoto and H. Margolin, “The role of elastic interaction stresses on the onset of slip in polycrystalline alpha brass-II. Rationalization of slip behavior,” *Acta Metall.*, vol. 31, no. 5, pp. 787–800, 1983, doi: 10.1016/0001-6160(83)90094-9.
- [40] R. E. Hook and J. P. Hirth, “The deformation behavior of isoaxial bicrystals of Fe-3%Si,” *Acta Metall.*, vol. 15, no. 3, pp. 535–551, 1967, doi: 10.1016/0001-6160(67)90087-9.
- [41] S. Kumar, S. K. Kurtz, and V. K. Agarwala, “Micro-stress distribution within polycrystalline aggregate,” *Acta Mech.*, vol. 114, pp. 203–216, 1996, doi: 10.1007/BF01170404.
- [42] R. Brenner, R. A. Lebensohn, and O. Castelnau, “Elastic anisotropy and yield surface estimates of polycrystals,” *Int. J. Solids Struct.*, vol. 46, no. 16, pp. 3018–3026, 2009, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2009.04.001.

- [43] F. Lavergne, R. Brenner, and K. Sab, “Effects of grain size distribution and stress heterogeneity on yield stress of polycrystals: A numerical approach,” *Comput. Mater. Sci.*, vol. 77, pp. 387–398, 2013, doi: 10.1016/j.commatsci.2013.04.061.
- [44] A. Gaubert, M. Jouiad, J. Cormier, Y. Le Bouar, and J. Ghighi, “Three-dimensional imaging and phase-field simulations of the microstructure evolution during creep tests of $\langle 011 \rangle$ - oriented Ni-based superalloys,” *Acta Mater.*, vol. 84, pp. 237–255, 2015, doi: 10.1016/j.actamat.2014.10.034.
- [45] C. O. Frederick and P. J. Armstrong, “Convergent internal stresses and steady cyclic states of stress,” *J. Strain Anal. Eng. Des.*, vol. 1, no. 2, 1966, doi: 10.1243/03093247V012154.
- [46] D. L. McDowell, “Simulation-based strategies for microstructure-sensitive fatigue modeling,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 468–470, pp. 4–14, 2007, doi: 10.1016/j.msea.2006.08.129.
- [47] A. Cuitino and M. Ortiz, “A material-independent method for extending stress update algorithms from small-strain plasticity to finite plasticity with multiplicative kinematics,” *Eng. Comput.*, vol. 9, no. 4, pp. 437–451, 1992, doi: 10.1108/eb023876.
- [48] J. Genée, “Etude statistique et numérique des interactions bandes de glissement-joints de grains : application aux superalliages de nickel,” *Thèse de doctorat - ISAE-ENSMA*. 2017.
- [49] M. Sauzay, “Cubic elasticity and stress distribution at the free surface of polycrystals,” *Acta Mater.*, vol. 55, no. 4, pp. 1193–1202, 2007, doi: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.09.035>.
- [50] V. T. Dang, “Etude numérique statistique des champs locaux de contraintes en surface de polycristaux cubiques et hexagonaux en élasticité,” *Thèse de Doctorat - ISAE-ENSMA, France*. 2016.
- [51] J. R. Vaunois, J. Cormier, P. Villechaise, A. Devaux, and B. Flageolet, “Influence of both γ' distribution and grain size on the tensile properties of UDIMET 720Li at room temperature,” *7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, TMS: Warrendale, PA, USA*, vol. 1, pp. 199–213, 2010, doi: 10.1002/9781118495223.ch14.
- [52] H. Taboada Michel *et al.*, “Mechanical properties of cast & wrought hybrid disks,” *Superalloys 2016, TMS Warrendale, PA, USA*, pp. 539–548, 2016, doi: 10.1002/9781119075646.ch58.
- [53] H. Taboada Michel, “Caractérisation des propriétés mécaniques à chaud de disques de

- turbines aéronautiques en superalliage base nickel avec gradient de microstructure,” *Master Recherche ISAE-ENSMA*. 2015.
- [54] A. Serrano Munoz, “Caractérisation des propriétés mécaniques à chaud de disques de turbines aéronautiques en superalliage base nickel avec gradient de microstructure,” *Master recherche, ISAE-ENSMA/Aubert&Duval*. 2016.
- [55] G. Effgen Santos, “Characterization of mechanical properties at high temperatures of nickel based superalloy for aeronautical turbine disk with gradient microstructure construction,” *Rech. Master ISAE-ENSMA*, pp. 0–46, 2016.
- [56] K. Hitti and M. Bernacki, “Optimized Dropping and Rolling (ODR) method for packing of poly-disperse spheres,” *Appl. Math. Model.*, vol. 37, no. 8, pp. 5715–5722, 2013, doi: 10.1016/j.apm.2012.11.018.

7 Conclusions générales et perspectives

L'amélioration constante des performances des turboréacteurs réclame une évolution continue des technologies et des matériaux utilisés dans leur conception. La nécessité d'atteindre des consommations moins élevées, en réduisant aussi les émissions de gaz nocifs dans l'atmosphère, passe par la réduction du poids des pièces utilisées ainsi que par l'optimisation du rendement du moteur. Dans les turboréacteurs, l'augmentation de la température à l'entrée de la turbine (TET) joue un rôle fondamental sur l'amélioration du rendement du moteur. Aujourd'hui, la limite principale est la température opérationnelle maximale des matériaux utilisés, couplée aux sollicitations thermomécaniques complexes et fortes auxquelles les disques de turbine sont soumis pendant le fonctionnement. Des nouvelles techniques innovantes de production ont été développées pour pallier ces problèmes. Le traitement thermique nommé *Dual Microstructure Heat Treatment* (DMHT) représente une des solutions les plus prometteuses. Ce traitement permet d'optimiser la microstructure locale afin de pouvoir améliorer les pièces en termes de géométrie (gain en poids) et/ou de température opérationnelle maximale (gain en rendement thermodynamique / consommation spécifique). Le problème actuel pour cette application est le coût de production de pièces pour une expérimentation massive et pour l'analyse de ses avantages.

Notre travail, inscrit dans le contexte de la chaire industrielle ANR-Safran OPALE, a permis de réunir les compétences de l'institut Pprime dans l'étude des liens entre la microstructure et les propriétés d'usage, avec les compétences du CEMEF dans la génération de microstructures virtuelles. L'apport du groupe Safran en termes de matière (barreaux monogranulaires et matière polycristalline) a été crucial dans le développement de l'étude. Une chaîne complète a été mise en place, en partant de la conception et de la production des microstructures, en effectuant la caractérisation expérimentale de l'influence de la microstructure et en développant les outils de modélisation et simulation en synergie avec les résultats expérimentaux obtenus. L'utilisation d'échantillons monogranulaires et polycristallins, avec un ensemble varié de microstructures de précipitation produites, a permis de caractériser l'influence des principaux paramètres microstructuraux (distribution en taille de précipités et taille de grains moyenne) sur le comportement en traction monotone du matériau. Un modèle analytique de prédiction de l'influence des précipités sur la cission résolue critique a été proposé. Enfin, des simulations éléments-finis en champ complet du comportement de microstructures polycristallines, sensibles aux paramètres microstructuraux, ont été réalisées et validées sur les microstructures polycristallines homogènes, puis appliquées à une microstructure à gradient de taille de grains. Ce travail constitue la base pour des développements futurs concernant l'investigation d'autres

mesures du comportement des microstructures (fluage, fatigue...) appliquées aux microstructures « à gradient ». Plusieurs outils développés et/ou testés au cours de notre étude pourront être exploités dans ces travaux futurs.

Les résultats de ces travaux de thèse sont concentrés autour de trois axes principaux : caractérisation expérimentale, modélisation et simulation.

La caractérisation expérimentale de l'influence des paramètres microstructuraux a été effectuée sur un ensemble de microstructures variées en termes de distribution en taille de précipités et de taille moyenne des grains. Une attention particulière a été apportée à la définition des traitements thermiques appliqués afin d'obtenir des microstructures capables d'exacerber et isoler certains effets. Une des originalités de cette étude réside dans l'utilisation de microstructures monogranulaires qui ont permis d'analyser l'influence de la distribution de précipités seule. En particulier 7 microstructures monogranulaires avec précipitations différentes ont été testées à 700°C et 20°C (en fonction de la disponibilité de matière). L'utilisation des monograins a permis d'obtenir une mesure directe de la cission résolue critique pour chaque essai (connaissant l'orientation cristalline de chaque éprouvette) et donc de caractériser directement l'influence des précipités sur ce paramètre. Les résultats ont montré des meilleures performances en traction monotone des microstructures avec distributions multimodales par rapport à celles unimodales. Concernant les éprouvettes polycristallines, trois tailles moyennes de grains ont été investiguées avec, en tout, 6 microstructures de précipitation différentes, testées systématiquement à trois températures (20°C, 500°C et 700°C). Les résultats de ces essais ont constitué une base très riche pour le développement et la validation de la démarche de modélisation et simulation du comportement mécanique. Enfin, les essais de relaxation ont permis d'obtenir un premier aperçu des propriétés visqueuses de l'AD730TM et de caractériser les paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation utilisés dans les simulations éléments finis en plasticité cristalline.

Le cœur du deuxième axe a été la modélisation de l'influence de la précipitation sur la limite d'élasticité et en particulier sur la cission résolue critique. Dans cette partie, l'apport des données expérimentales sur les échantillons monogranulaires a été crucial, permettant d'accéder à une mesure expérimentale de la cission résolue critique pour différents états de précipitation. Ces informations ont permis d'identifier et valider les modèles analytiques de prédiction des différentes influences. Le modèle de Galindo-Nava et al. a été initialement utilisé pour la prédiction des valeurs de cissions résolues critiques. Les écarts constatés entre mesures et prédictions, en particulier pour les microstructures multimodales, ont encouragé une reformulation du modèle. Le modèle modifié a permis d'obtenir des prédictions très précises à

700°C pour toutes les microstructures (écart inférieur à 1%), sauf pour les monograins SX-eau/air/lr. Les contributions de la taille de grains et des éléments en solution solide, n'étant pas les objectifs principaux de cette étude, ont été modélisées via des approches plus simples. L'influence de la taille de grains a été décrite par la loi de Hall-Petch et celle de la solution solide par le modèle de Gypen et Deruyttere. Dans l'analyse et la modélisation du durcissement dans les polycristaux, le modèle d'influence de la précipitation, identifié pour les monograins à 700°C, a permis de cerner l'influence de la seule contribution des joints de grain et donc d'identifier plus rigoureusement le coefficient de la loi de Hall-Petch. En effet, le coefficient de la loi de Hall-Petch obtenu en isolant la contribution des joints de grains est plus cohérent (avec les données de la littérature) par rapport à celui obtenu via les mesures directes des limites d'élasticité. L'identification complète à 700°C a été ensuite étendue en incluant l'influence de la température. Les essais sur polycristaux ont permis d'identifier l'évolution des paramètres matériau sensibles à la température (énergie de paroi d'antiphase et module de cisaillement). Le modèle final complet donne des prédictions très précises pour toutes les microstructures. Un autre aspect fondamental de la modélisation analytique mise en place est la possibilité d'analyser les différentes contributions à la limite d'élasticité macroscopique et leur importance relative. Les résultats ont confirmé que la précipitation représente la contribution principale, pour toutes les températures testées, entre environ 70% pour les microstructures à grains fins et environ 85% pour les microstructures à gros grains, la contribution de la taille de grains correspondant alors à seulement environ 20% et 5%, respectivement. La contribution de la solution solide varie entre 10% et 15 % du total.

Enfin, les simulations en champ complet, utilisant la méthode des éléments finis, ont constitué le troisième axe de travail qui a bénéficié de la totalité des résultats précédents. Une loi d'écoulement viscoplastique en plasticité cristalline a été utilisée pour la description du comportement local du matériau. La sensibilité aux paramètres microstructuraux a été insérée via le paramètre de cission résolue critique initiale prédit par le modèle de Galindo-Nava modifié. Les résultats des essais de relaxation ont ensuite permis d'identifier les paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation. Les premières simulations du comportement des monograins ont permis de valider la loi identifiée. La comparaison des résultats a montré un bon accord entre les simulations et les données expérimentales correspondantes, en particulier à 700°C. Les simulations sur polycristaux ont été effectuées en utilisant des microstructures simplifiées (à grains cubiques) et réalistes (Laguerre-Voronoi). Tout d'abord, ces simulations ont mis en évidence un phénomène très important, le comportement d'un échantillon monogranulaire ne correspond pas au comportement d'un grain à l'intérieur d'un agrégat

polycristallin. En effet, afin de bien décrire le comportement des agrégats polycristallins simulés, un écrouissage local (absent de la loi de comportement des éprouvettes monogranulaires) a été ajouté et les paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation ont dû être ajustés (à l'aide des résultats expérimentaux sur polycristaux). Il a été montré qu'une description morphologique simplifiée de la microstructure polycristalline peut suffire pour l'étude du comportement macroscopique seul d'un agrégat. Cependant, l'étude détaillée des champs mécaniques locaux nécessite l'utilisation de modèles plus complexes prenant en compte, par exemple, l'effet local de taille de grain. L'applicabilité de la chaîne de modélisation et simulation a été, enfin, étudiée pour les microstructures à gradient de taille de grains. La démarche développée permet de prendre en compte l'influence de la forte variation de l'effet Hall-Petch local liée à la variation locale de taille de grains. Le fait de ne prendre en compte qu'un effet moyen global serait une forte approximation dans ce cas. Une première méthode de prise en compte de l'effet du gradient de précipitation a été proposée pour le modèle de la microstructure à gradient. Le modèle a été validé grâce à la comparaison avec les résultats expérimentaux obtenus sur une microstructure équivalente. L'analyse des résultats a montré que le modèle était, en effet, capable de restituer un gradient de réponse mécanique bien lié au gradient de propriétés mécaniques assignées.

Cette étude a permis de balayer une large plage de problématiques et ouvre plusieurs pistes pour la suite. Des essais supplémentaires sur monograins, à des températures différentes, sont nécessaires afin de mieux caractériser l'influence de la précipitation en fonction de la température. Ces essais seraient utiles pour mieux caractériser l'évolution des paramètres matériaux avec la température et donc pour introduire cette sensibilité dans la modélisation analytique.

Une campagne d'essais dédiée à l'étude du comportement visqueux du matériau serait aussi utile pour caractériser de manière précise l'évolution de la sensibilité à la vitesse de déformation en fonction des paramètres microstructuraux. Il serait intéressant d'envisager des essais de relaxation en imposant le même taux de déformation plastique initial pour toutes les microstructures. Des essais cycliques seraient aussi envisageables pour la caractérisation précise des paramètres d'écrouissage, en particulier pour les microstructures polycristallines, avec la possibilité de distinguer expérimentalement l'écrouissage isotrope de l'écrouissage cinématique.

Une piste intéressante serait aussi la réalisation d'essais in situ sous MEB afin de caractériser l'évolution des champs locaux pendant la mise en charge des éprouvettes. D'ailleurs, une méthode de mesure et analyse des déformations locales a été développée dans le cadre de la chaire ANR-Safran OPALE par François Bourdin [1]. En parallèle, la reconstruction virtuelle

des microstructures testées permettrait une comparaison directe pour faciliter la validation éventuelle du modèle. Un « chaînage » est envisagé entre les simulations de croissance de grains développées au CEMEF et nos simulations du comportement mécanique sensibles à la microstructure locale. En particulier, les microstructures issues des simulations du CEMEF représenteraient une entrée pour nos simulations, avec l'objectif final de créer un outil d'optimisation des paramètres de mise en forme en fonction des propriétés mécaniques souhaitées.

La perspective de caractériser l'influence d'autres paramètres microstructuraux et d'inclure leur description dans la démarche de modélisation et simulation est envisageable. D'ailleurs, la chaire ANR-Safran TOPAZE représentant la suite de la chaire OPALE a permis de proposer de nouvelles études dans ce sens. Par exemple, les travaux de thèse de Guillaume Burlot, en cours, portant sur la caractérisation de l'influence du gradient de précipitation au voisinage des joints de grains (déplétion) sur les propriétés mécaniques, s'inscrivent dans ce sens.

Concernant les microstructures à gradient, tout d'abord il est envisageable de simuler le vrai gradient de microstructure en termes de taille de grains et distribution de taille de précipitation. Pour ce faire, il est nécessaire d'atteindre des volumes simulés plus importants. Une solution possible est représentée par la méthode de calcul en champs complets *Fast Fourier Transform* (FFT) qui permet d'atteindre des volumes de simulations plus importants par rapport à la méthode EF. Il est important aussi de prévoir un développement ultérieur du modèle afin de pouvoir décrire aussi le comportement en fluage et en fatigue des agrégats. Cela permettrait d'aller vers la génération d'un outil de dimensionnement des disques « duales » capable de prédire leur durée de vie et optimiser leur conception (en termes de géométrie et/ou température de fonctionnement maximale). Pour finir, d'autres applications intéressantes pourront bénéficier de la chaîne de modélisation sensible aux paramètres microstructuraux, citons par exemple le cas de microstructures polycristallines « bimodales » composées par des gros grains « immergés » dans des petits grains, dont le comportement en fatigue sera étudié dans le cadre de la thèse de Julien Prouteau également réalisée au sein de la chaire TOPAZE.

7.1 Bibliographie

- [1] F. Bourdin, “Analyse des processus d’endommagement aux joints de grains dans les superalliages base Nickel,” *Thèse de Doctorat - ISAE-ENSMA, France*. 2020.

Annexe A – Traitement et analyses d’images

Le but principal de l’analyse des images MEB-FEG est l’extraction des caractéristiques de distribution en taille de la précipitation. Dans la suite, la microstructure SX-GG sera utilisée comme un exemple représentatif pour la présentation du protocole d’analyse d’images, notamment de par son caractère bimodal. La Figure 37a montre un exemple de micrographie MEB-FEG obtenue pour cette microstructure. Au cours de cette étude, un algorithme basé sur la méthode du *machine learning* a été utilisé afin de faciliter l’analyse des images. Cette procédure d’analyse exploite le logiciel ImageJ et en particulier le module *Trainable Weka Segmentation* [1] pour la segmentation de l’image et ensuite pour la mesure des particules segmentées.

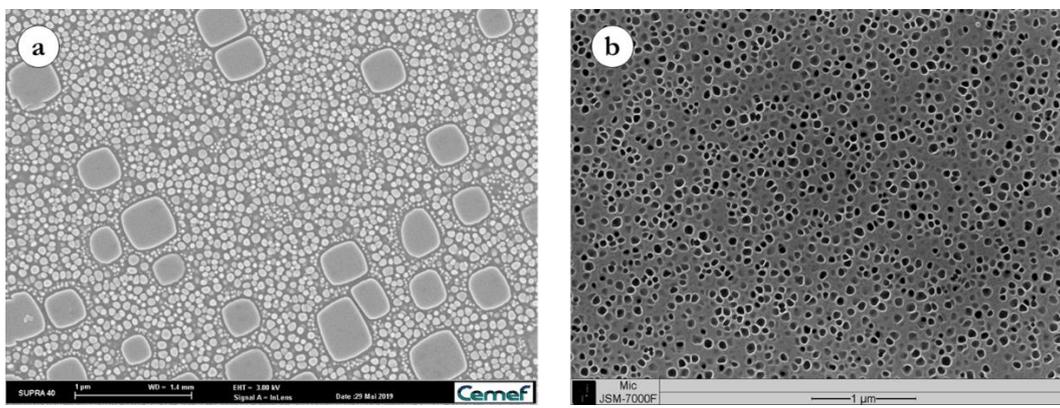


Figure 164 : Comparaison de micrographies MEB-FEG pour (a) la microstructure SX-GG préparée avec une attaque tri-acides et (b) la microstructure SX-air préparée avec une attaque à l’eau régale (grandissement $\times 25000$).

Les fichiers de sortie sont ensuite pris en charge par un script Python écrit afin d’automatiser la procédure de post-traitement et d’extraction des statistiques caractérisant la microstructure de précipitation (fractions surfaciques, nombre, taille moyenne et écart type de familles de précipités) à partir des données brutes. La Figure 165 g,h illustre un exemple de résultat final de l’application de la procédure à la microstructure représentée en Figure 165a. Cette phase est très délicate car différents facteurs peuvent influencer la qualité des mesures : la préparation de l’échantillon (finition de polissage et type d’attaque chimique), le réglage du microscope pendant les observations et les caractéristiques des images en termes de netteté, luminosité et contraste etc.

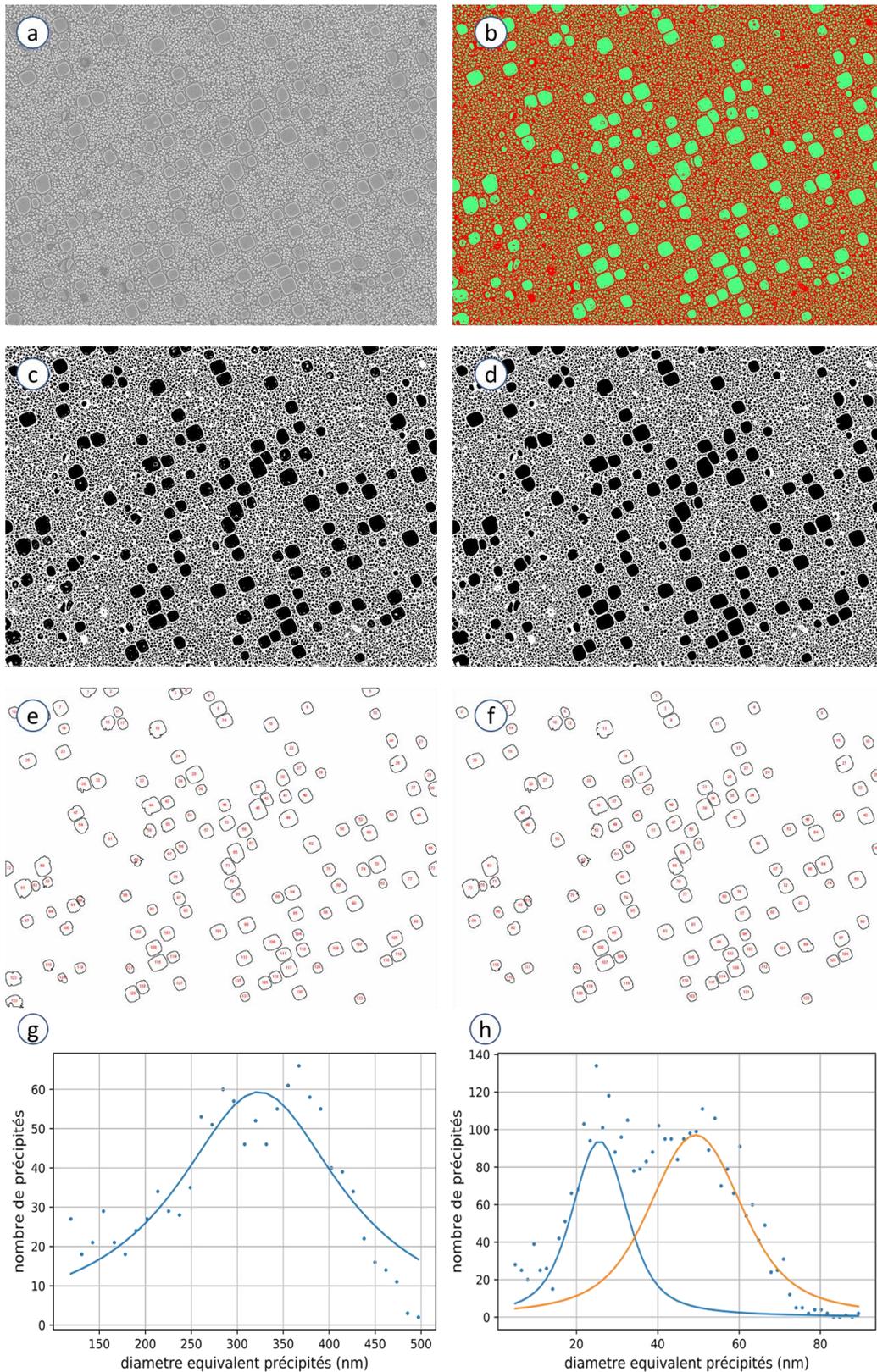


Figure 165: Démarche de mesure de la distribution de taille des précipités pour la microstructure SX-GG : (a) image MEB-FEG originale ; (b) image segmentée à l'aide de la méthode basée sur le machine learning ; (c) Binarisation de l'image seuillée ; (d) correction de l'image binarisée ; (e) mesure des particules en incluant celles coupées aux bords pour évaluer la fraction surfacique totale ; (f) exclusion des particules aux bords pour la mesure de la distribution de taille. ; (g-h) représentation des statistiques de distribution des précipités extraites pour la microstructure considérée.

Segmentation

Les images MEB-FEG en niveaux de gris ont été segmentées à l'aide d'un algorithme d'apprentissage (*machine learning*). La première étape de cette méthode consiste à sélectionner manuellement quelques zones dans l'image représentatives des précipités et de la matrice dans l'image. La Figure 166 montre un exemple de sélections effectuées sur une image relative à la microstructure SX-GG. Le module *Trainable Weka Segmentation* permet de sélectionner des surfaces ou des lignes et les assigner aux classes choisies. Dans l'exemple présenté en Figure 166, deux classes ont été définies : la classe en rouge (aires rouges en Figure 166) pour les précipités et la classe en vert (courbes vertes en Figure 166) pour la matrice. De cette manière, l'algorithme est entraîné pour reconnaître les deux phases dans les autres images. Pour toutes les microstructures la phase d'entraînement a été effectuée sur une image « modèle » sélectionnée entre les différentes micrographies. À la suite de l'entraînement, l'algorithme de segmentation a été utilisé pour la segmentation automatique des autres. Un exemple du résultat de cette opération est illustré dans la Figure 165b.

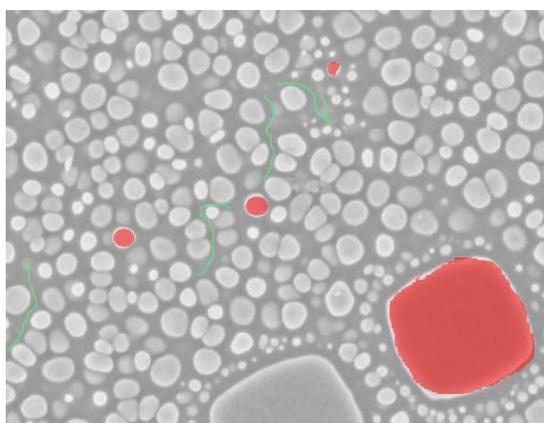


Figure 166 : Détail sur la méthode de sélection des zones représentatives des classes choisies (dans l'exemple rouge pour les précipités et verte pour la matrice) dans le module Figure 166 Trainable Weka Segmentation du logiciel Fiji [1].

La phase d'entraînement a été réinitialisée pour chaque microstructure à cause des fortes différences entre les micrographies obtenues sur les différentes microstructures. En effet, comme déjà vu précédemment, la méthode d'observation et préparation des échantillons a été adaptée pour chaque microstructure conduisant à des différences inévitables sur les micrographies (contraste, luminosité, grandissement, différences de contraste entre les phases induites par la durée de l'attaque chimique...). La Figure 164 permet de mettre en évidence cet

aspect en comparant deux micrographies différentes. La Figure 164a montre la microstructure SX-GG préparée avec une attaque tri-acides, la Figure 164b montre la microstructure SX-air préparée avec une attaque à l'eau régale. Les deux micrographies ont été prises au même grandissement (x25000), la différence obtenue, en termes de caractéristiques de l'image, en changeant l'attaque utilisée est évidente.

L'avantage principal de l'utilisation d'une méthode basée sur le *machine learning* est la possibilité d'automatiser la procédure de segmentation une fois l'algorithme entraîné. En effet les méthodes classiques sont basées plutôt sur la définition d'un seuil pour le niveau des gris qui permet de distinguer les différentes phases. Le problème principal lié à cette méthode est la corrélation du seuil avec les propriétés de l'image qui dépendent de multiples facteurs. Pour cette raison, les plages utilisées pour le seuillage classique doivent être définies séparément pour chaque image, ce qui rend très difficile l'automatisation de la procédure de segmentation. Il est important de noter aussi que, toujours vis-à-vis de la forte variabilité des microstructures analysées, il a été choisi d'utiliser le machine learning seulement pour l'identification des précipités, sans distinction entre les différentes familles. A cette étape donc, il n'y a pas de distinction entre les différentes familles, cette tâche étant confiée à l'étape de post-traitement des mesures. En particulier la distinction peut se faire de deux manières différentes : en utilisant une taille seuil ou via le post-traitement des distributions de taille.

Correction de l'image

L'image segmentée séparant la matrice et les précipités (respectivement en rouge et en vert sur la Figure 165b) est ensuite binarisée avec seulement deux valeurs possibles pour chaque pixel (0 pour la matrice et 1 pour les précipités, respectivement en blanc et noir sur la Figure 165c).

Après la segmentation et la binarisation, certains pixels intérieurs à des gros précipités sont parfois assignés, à tort, à la phase matrice (Figure 167a), par exemple à cause de la surexposition de cette zone pendant la phase d'acquisition de la micrographie. Cela affecte la mesure de l'aire des précipités et donc celle de leur taille équivalente (diamètre/rayon du disque de même aire) ainsi que de la fraction surfacique de précipitation. Pour pallier ce problème, un traitement de remplissage est réalisé à l'aide de la commande *fill holes* de Fiji (Figure 167b). De plus, certains précipités très proches peuvent être regroupés pendant la phase de segmentation (Figure 167c). Il faut remarquer que, comme expliqué précédemment, un effet de ce type peut être exacerbé par l'utilisation d'une attaque tri-acides (influence de la profondeur d'attaque). Un algorithme de partage des eaux (*watershed*) est utilisé pour séparer les précipités. L'image ainsi corrigée (Figure 167d) est alors adaptée à l'étape suivante de mesures morphologiques des précipités.

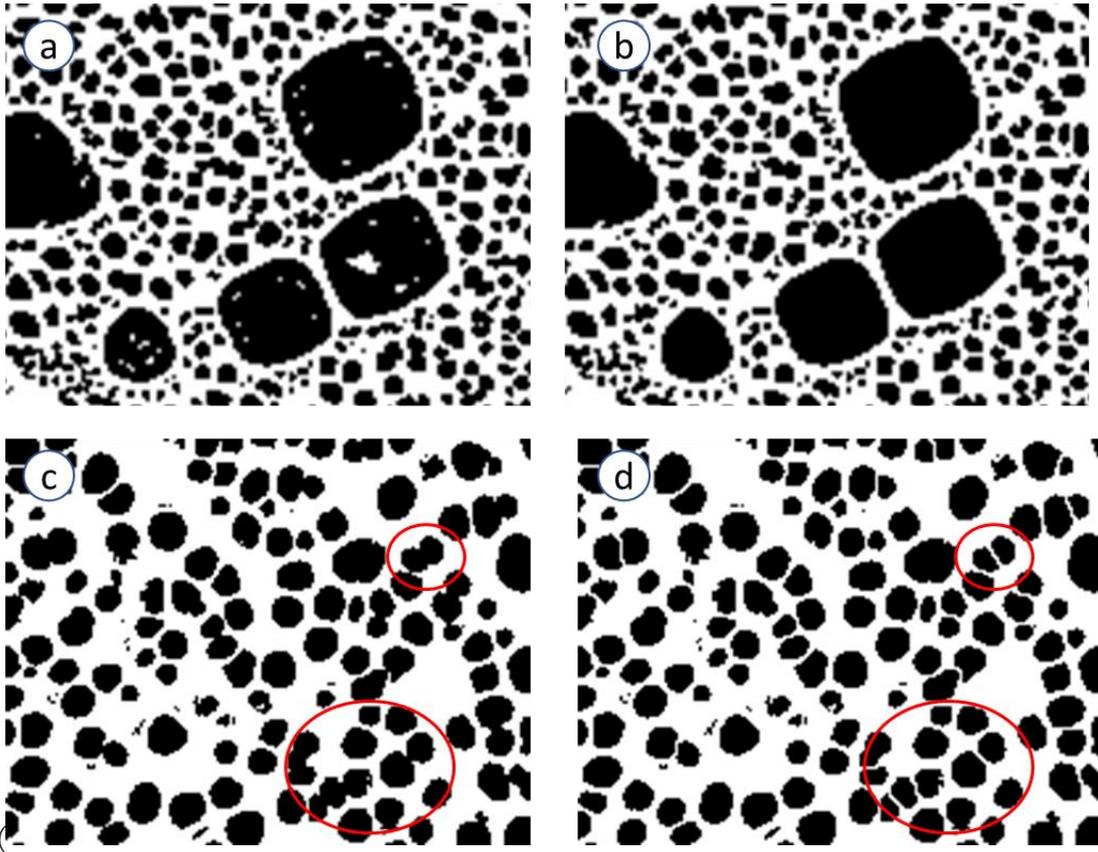


Figure 167 : Exemples de corrections appliquées aux images binarisées : (a-b) remplissage des "trous" dans les précipités ; (c-d) séparation des précipités coalescés pendant la phase de segmentation.

Mesure des particules

L'analyse morphologique des précipités est réalisée avec l'outil *analyse particles* dans Fiji donnant accès, pour chaque objet, à son aire, sa taille équivalente, sa position (coordonnées du centre, appartenance au bord de l'image) et bien d'autres informations (rapport de forme, ...) non exploitées ici.

A ce stade, un seuillage en taille est utilisé pour deux raisons. Tout d'abord, les objets trop petits, et donc non représentatifs, sont exclus. Pour ce faire, une taille seuil est choisie manuellement pour chaque microstructure en cohérence avec la taille des plus petits précipités observables dans les images binarisées afin de les inclure dans la caractérisation. Cette taille représente donc une limite de détection pour la méthode d'analyse. Il y a différents facteurs qui peuvent intervenir sur cette valeur, par exemple la résolution de l'image ou la préparation de l'échantillon (polissage, attaque chimique...) ou encore les réglages utilisés durant les observations. Ensuite, un seuillage en taille peut être appliqué pour séparer différentes familles de précipités, si cela est possible (i.e. si les plages de taille de chaque famille sont nettement séparées). Cela a pu être

réalisé, dans l'exemple de la microstructure SX-GG, pour séparer les petits précipités secondaires et tertiaires (Figure 168a) des gros précipités secondaires (Figure 168b).

L'image avec tous les précipités d'une famille, incluant les objets connexes avec les bords de l'image (Figure 165e pour les gros précipités secondaires), est utilisée pour évaluer la fraction surfacique de la population en question. En revanche, la distribution de taille est obtenue en excluant les précipités connexes aux bords de l'image (Figure 165f) afin de ne pas introduire artificiellement des petits précipités supplémentaires.

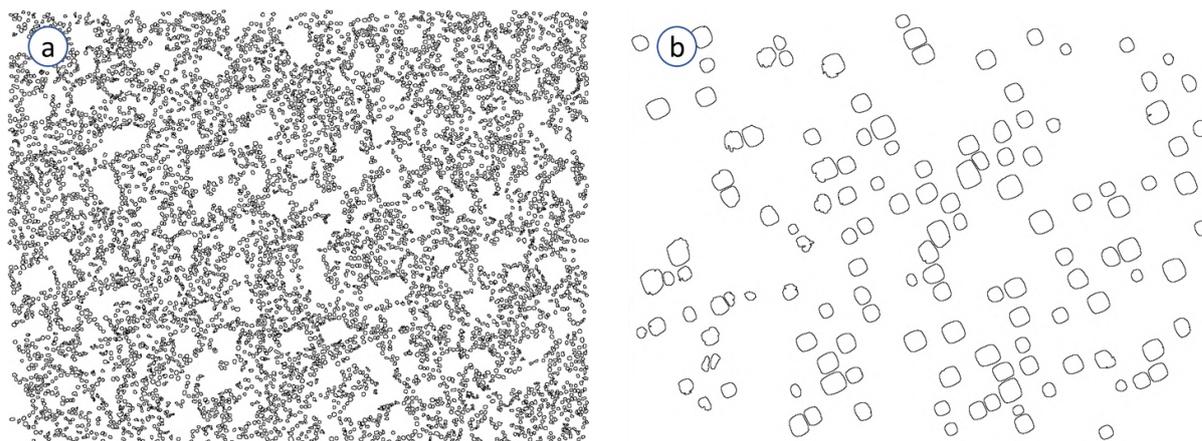


Figure 168: Séparation des γ'_{III} (a) et γ'_{II} (b) en fonction d'un seuil critique sur la taille des précipités mesurées.

Caractérisation des distributions en taille

Pour chaque image d'une même microstructure, une liste regroupant les aires des précipités de la famille étudiée est obtenue. La somme des aires de chaque liste (incluant les précipités au bord), divisée par l'aire totale de l'image, permet d'évaluer la fraction surfacique de la famille considérée. Les fractions surfaciques trouvées pour la microstructure d'exemple (SX-GG) sont : $f_{sg} = 0.150$ pour les gros précipités secondaires (Figure 165e) ; $f_{sp} = 0.270$ pour les petits précipités secondaires ; $f_t = 0.055$ pour les très petits précipités tertiaires (mesurés à l'aide de micrographies à plus fort grandissement). La fraction surfacique totale mesurée correspond donc à $f = 0.475$. Il est rappelé ici que l'AD730TM présente une fraction volumique de précipitation d'environ 40%. Comme vu précédemment, la surestimation de la valeur mesurée est due à l'attaque tri-acides utilisée sur cette microstructure.

Les fichiers de mesure constituent le point de départ pour l'étape de post traitement des mesures qui consiste à extraire les informations sur la distribution de la taille de précipités pour chaque microstructure. Ce traitement de données est effectué via un script Python exploitant différentes bibliothèques préexistantes.

La procédure utilisée est divisée en trois étapes :

- Tracé d'un histogramme expérimental
- *Fitting* des points expérimentaux
- Décomposition de la courbe trouvée en somme de distributions statistiques

Pour l'étape de fitting et décomposition des courbes, des hypothèses initiales sont nécessaires. Il faut choisir le nombre de distributions statistiques ($g(x)$) que l'on veut utiliser pour la décomposition de la distribution complète. Ensuite il faut choisir le type de distribution à utiliser. Par exemple on peut imaginer avoir une somme de distributions normales (Équation 7.1). L'algorithme d'optimisation utilisé essaye donc de minimiser une fonction objectif représentée par l'erreur quadratique moyenne (MSE : *mean square error*) (Équation 7.2).

$$Y = \sum_i g_i(x) \quad \text{Équation 7.1}$$

$$MSE = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n (Y_k - \hat{Y}_k)^2 \quad \text{Équation 7.2}$$

Où \hat{Y}_k représente la k-ème valeur de l'histogramme expérimental et Y_k la valeur correspondante de la courbe ajustée. Le MSE constitue un indicateur de la qualité de l'ajustement effectué. La Figure 169 fournit un exemple de courbe ajustée sur les données expérimentales et sa décomposition en somme de distributions normales pour les petits précipités de la microstructure SX-GG (Figure 170a).

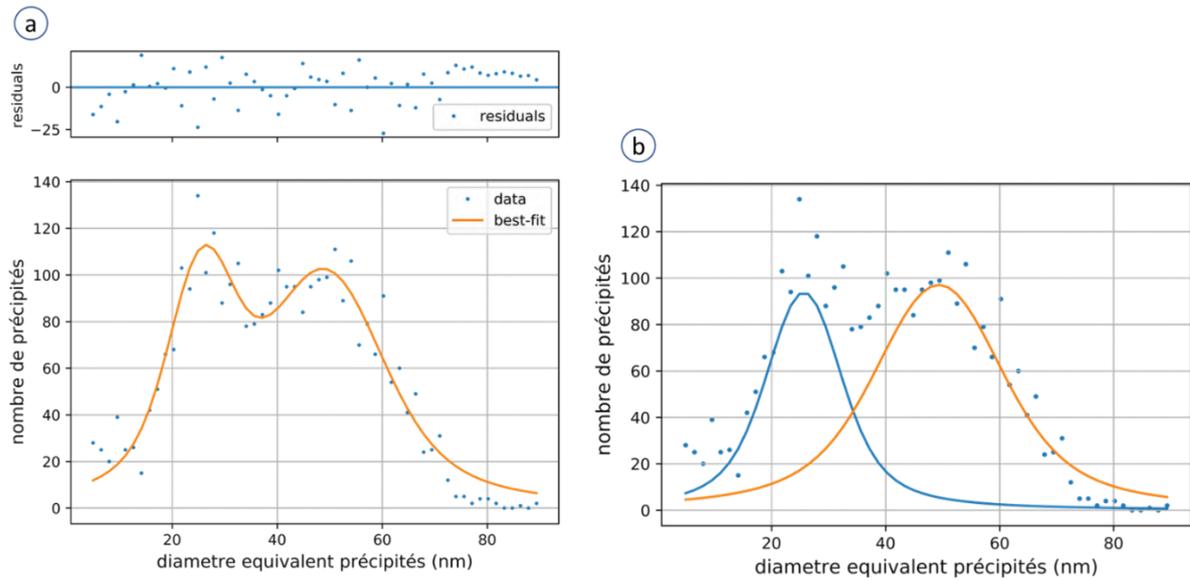


Figure 169: (a) Exemple de fitting de l'histogramme tracé à partir des mesures expérimentales et (b) décomposition de la courbe trouvée en somme de distributions statistiques.

Les tailles moyennes ainsi que les écarts type mesurés pour chaque population correspondent à la moyenne et l'écart type des distributions statistiques analytiques associées (trouvées via l'analyse d'images). Cette méthode permet d'automatiser le processus d'extraction des statistiques par rapport à une approche classique basée sur la définition d'une taille seuil de passage entre les familles. La Figure 170 montre le résultat de l'application de cette procédure à la microstructure SX-GG. Le grandissement relatif à la Figure 170a (x50000) permet de caractériser les distributions des petits précipités (tertiaires et petit secondaires) (Figure 170b) avec respectivement une taille moyenne $d_t = 25nm$ et $d_{sp} = 50nm$ et un écart type $\sigma_t = 5.6nm$ et $\sigma_{sp} = 10nm$. Le grandissement plus faible correspondant à la Figure 170c (x10000) est utilisé pour caractériser les gros précipités tertiaires (Figure 170d) avec une taille moyenne $d_{sg} = 300nm$ et un écart type $\sigma_{sp} = 70nm$.

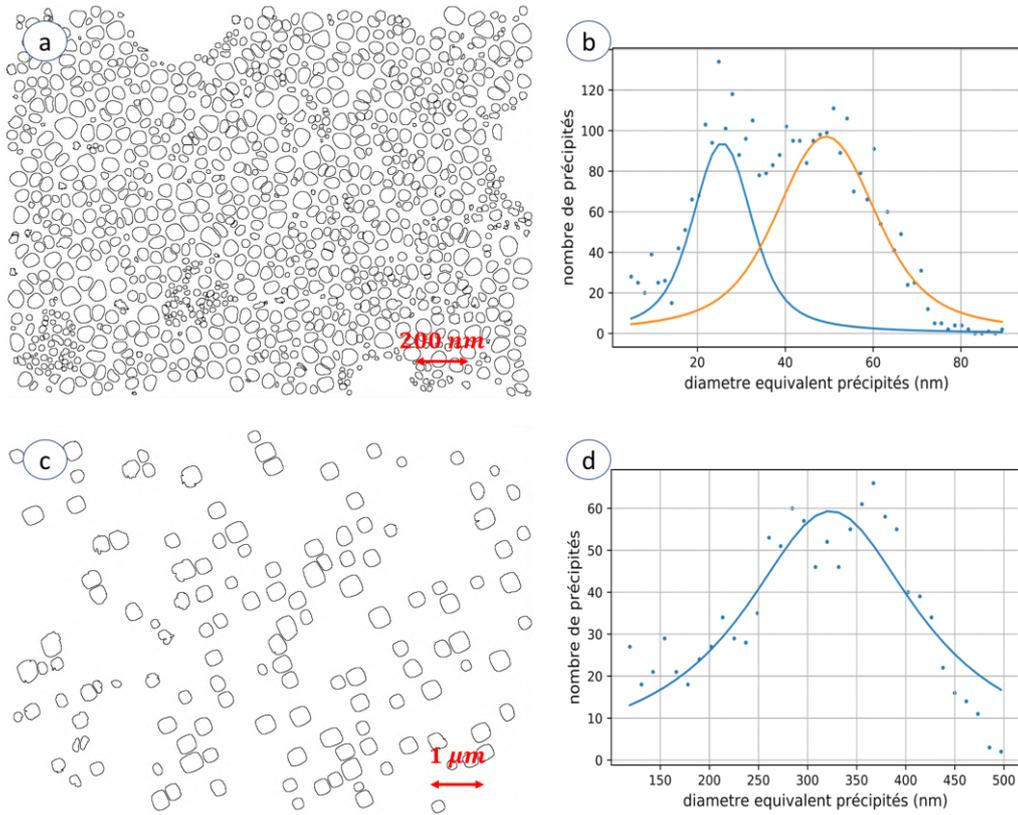


Figure 170 : Exemple de caractérisation de la microstructure de précipitation. Micrographies traitées pour la microstructure SX-GG grandissement (a) $\times 50000$ et (b) $\times 10000$. Caractérisation de la distribution (b) des petits précipités et (d) des précipités plus grossiers.

Bibliographie

- [1] I. Arganda-Carreras *et al.*, “Trainable Weka Segmentation: a machine learning tool for microscopy pixel classification,” *Bioinformatics*, vol. 33, no. 15, pp. 2424–2426, 2017, doi: 10.1093/bioinformatics/btx180.

Annexe B - Traitement des données de relaxation

Les essais de relaxation sont fondamentaux pour la caractérisation du comportement visqueux du matériau. L'analyse des résultats permet en effet d'extraire les paramètres fondamentaux pour la description des lois de comportement du matériau. Dans le paragraphe 2.2.2 la loi de Norton a déjà été présentée. Cette équation semi-empirique permet de relier la vitesse de déformation plastique à la contrainte appliquée :

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n \quad \text{Équation B. 1}$$

L'extraction des paramètres A et n n'est pas immédiate et demande un post traitement adaptée des résultats expérimentaux. Il a été mentionné précédemment que dans le cas d'un essai de fluage il est possible d'extraire un seul point dans le diagramme de Norton. Pour une température fixée et une contrainte imposée, la vitesse de déformation plastique pendant le fluage secondaire est mesurée et le point $(\sigma, \dot{\varepsilon}_p)$ est tracé dans le diagramme. L'ensemble de points obtenus à la même température, mais avec des contraintes de fluage imposées variables est ensuite interpolé afin de trouver les coefficients de la loi de Norton. L'avantage principal des essais de relaxation est qu'ils rendent possible de tracer une courbe de Norton complète, à une température fixée, avec un seul essai.

Les variations de déformation mesurées au cours des essais de relaxation sont si faibles qu'aussi les variations thermiques dans la salle d'essai peuvent influencer les résultats. Pour cette raison, en plus d'optimiser au maximum la configuration d'essais, il est souhaitable de disposer d'outils de post traitements adaptés. Les outils développés au cours de cette étude seront détaillés dans la suite de cette annexe.

Le point de départ du post traitement est la courbe brute obtenue via l'essai de traction (Figure 171).

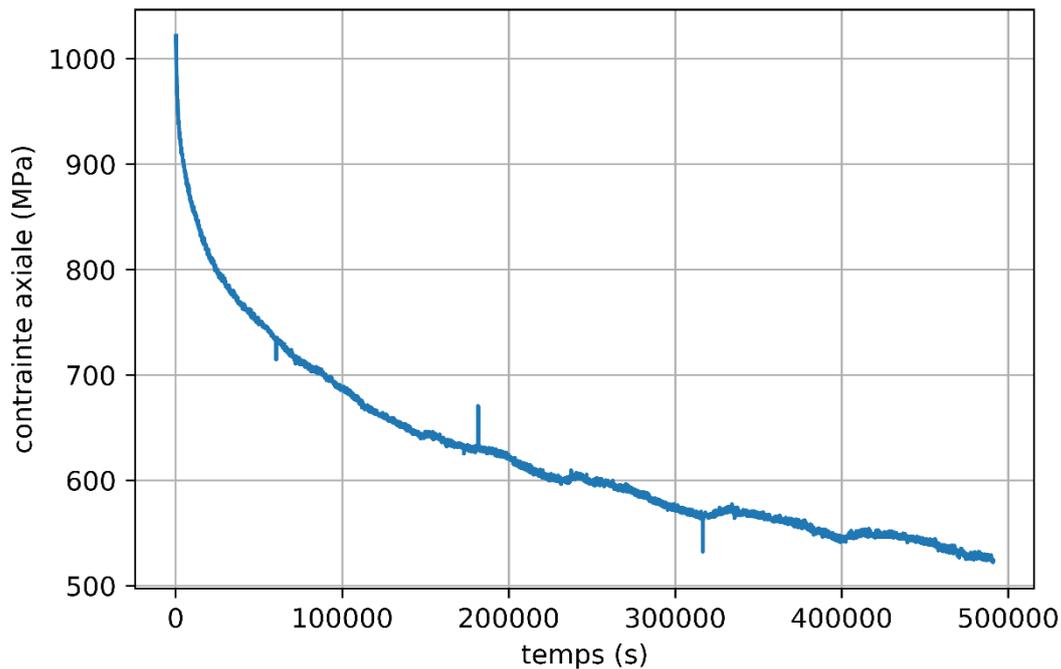


Figure 171 : Exemple de courbe de relaxation (microstructure GF, 700°C, $\epsilon_{tot} = 2\%$)

La Figure 172 montre l'évolution de la déformation totale pendant les premiers instants de la phase de relaxation. Il est rappelé ici que cette phase est précédée par celle de mise en charge qui est équivalente à un essai de traction monotone. La machine travaille en contrôle de déformation et le chargement initial est appliqué. Une fois la déformation totale de relaxation atteinte, la machine arrête le chargement et essaye de stabiliser la valeur de déformation imposée pendant toute la durée d'essai. Les pics ponctuels montrés par la courbe en Figure 171 viennent de surtensions électriques nécessaires de temps en temps à la calibration du système d'acquisition. N'étant pas liés à des phénomènes physiques, ils sont filtrés en phase de post traitement. On peut remarquer dans la Figure 172 que dans les premiers instants de relaxation il y a un temps transitoire liée au contrôle de la machine pendant lequel la déformation est légèrement supérieure à celle souhaitée. La machine donc baisse la déformation appliquée afin de se stabiliser autour de la valeur d'essai. Ce mécanisme influence la contrainte mesurée pendant ce temps transitoire et cette mesure pourrait fausser le post traitement. Pour cette raison la première étape consiste à identifier et éliminer les points correspondants (Figure 172b).

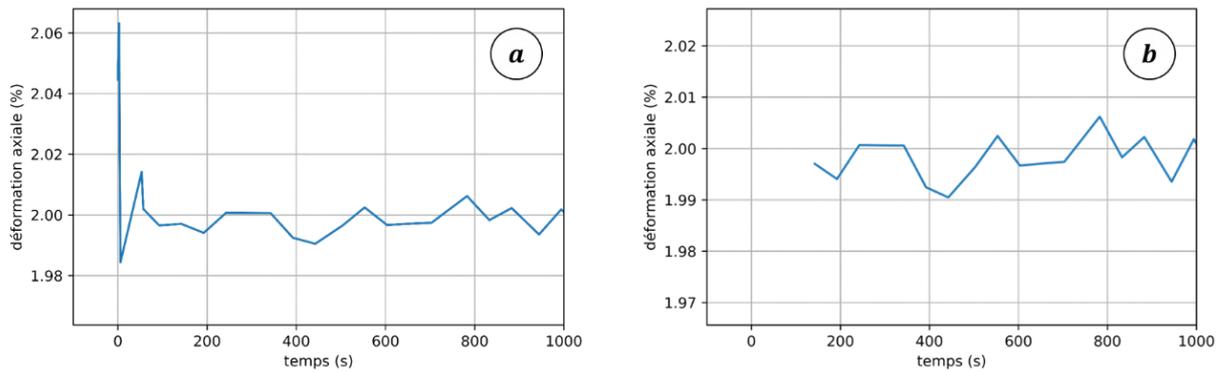


Figure 172 : Représentation de la déformation pendant les premiers stades d'un essai de relaxation (microstructure GF, 700°C, $\varepsilon_{tot} = 2\%$). Courbe (a) avant et (b) après suppression des premiers points avant la stabilisation de la déformation.

La déformation totale pendant la phase de relaxation est constante et est la somme d'une contribution plastique et d'une contribution élastique :

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_e + \varepsilon_p = cte \quad \text{Équation B. 2}$$

En dérivant l'Équation B. 2 on obtient :

$$\dot{\varepsilon}_{tot} = \dot{\varepsilon}_e + \dot{\varepsilon}_p = 0 \quad \text{Équation B. 3}$$

La déformation plastique est liée à la contrainte via le module de Young du matériau par l'équation suivante :

$$\varepsilon_e = \frac{\sigma}{E} \quad \text{Équation B. 4}$$

Après dérivation de l'Équation B. 4 et report dans l'Équation B. 3, on obtient :

$$\dot{\varepsilon}_p = -\frac{\dot{\sigma}}{E} \quad \text{Équation B. 5}$$

La déformation plastique est donc proportionnelle à la vitesse de décroissance de la contrainte. Il est donc nécessaire de dériver la contrainte en fonction du temps afin d'obtenir $\dot{\varepsilon}_p(t)$. La Figure 173 montre un détail de la courbe représentée en Figure 171. Ce zoom permet de remarquer que la stabilisation continue de la machine d'essai induit un bruit continu sur la mesure. Cet aspect rend impossible la dérivation directe des résultats d'essai avec des méthodes

classiques comme par exemple la méthode des différences finies. Il est donc nécessaire de lisser la courbe afin de pouvoir la dériver.

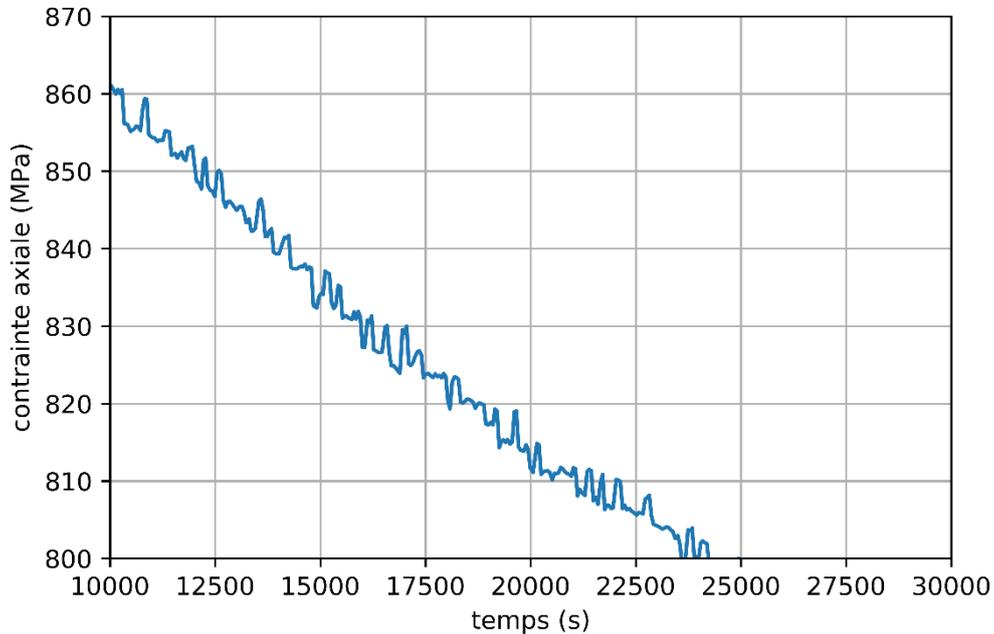


Figure 173 : Détail d'une courbe de relaxation, mise en évidence du bruit introduit par le contrôle automatique de la machine d'essai (microstructure GF, 700°C, $\varepsilon_{tot} = 2\%$)

Une routine dans le software Matlab a été créé afin de prétraiter les courbes d'essais. Le but de cette routine est le fitting des courbes expérimentales avec des fonctions mathématiques, afin de faciliter l'opération de dérivation. Il a été choisi d'utiliser la série de Prony pour cette procédure. Cette série est représentée par la somme de fonctions exponentielles :

$$f(t) = a_0 + \sum_i a_i \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}}\right) \quad \text{Équation B. 6}$$

Avec a_i et τ_i constantes caractéristiques à chaque terme de la série.

Une fois le nombre de termes de la série choisi, une fonction d'optimisation implémenté dans Matlab est utilisée afin de trouver les valeurs des constantes a_i et τ_i . La fonction utilisée est basée sur la méthode des moindres carrés et permet de minimiser la somme quadratique des déviations des mesures aux prédictions de la fonction $f(t)$. La Figure 174 montre le résultat de cette phase.

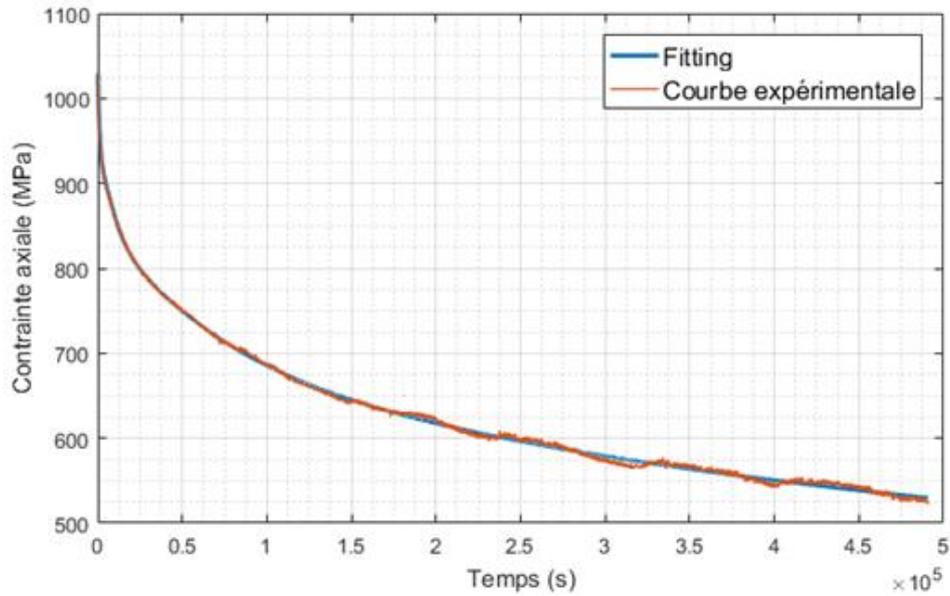


Figure 174 : Résultat de l'étape de fitting des données expérimentales via une routine d'optimisation écrite en Matlab (microstructure GF, 700°C, $\epsilon_{tot} = 2\%$)

En dérivant l'Équation B. 6 on obtient :

$$f'(t) = \sum_i \frac{a_i e^{-\frac{t}{\tau_i}}}{\tau_i} \quad \text{Équation B. 7}$$

A partir des valeurs des coefficient trouvés à l'étape précédente il est donc possible de calculer analytiquement la dérivée qui correspond à la vitesse de variation de la contrainte. En utilisant l'Équation B. 5 on obtient :

$$\dot{\epsilon}_p = -\frac{f'(t)}{E} \quad \text{Équation B. 8}$$

A ce stade il est donc possible de tracer le diagramme de Norton dans le plan $(\sigma, \dot{\epsilon}_p)$. Normalement la représentation est effectuée en échelle bi-logarithmique (Figure 175). De cette manière les différentes parties de la courbes (correspondantes à des mécanismes différents) sont représentées par de lignes droites. En effet en appliquant le logarithme à l'Équation B. 1 on obtient :

$$\log(\dot{\epsilon}) = \log(A) + n \log(\sigma) \quad \text{Équation 7.3}$$

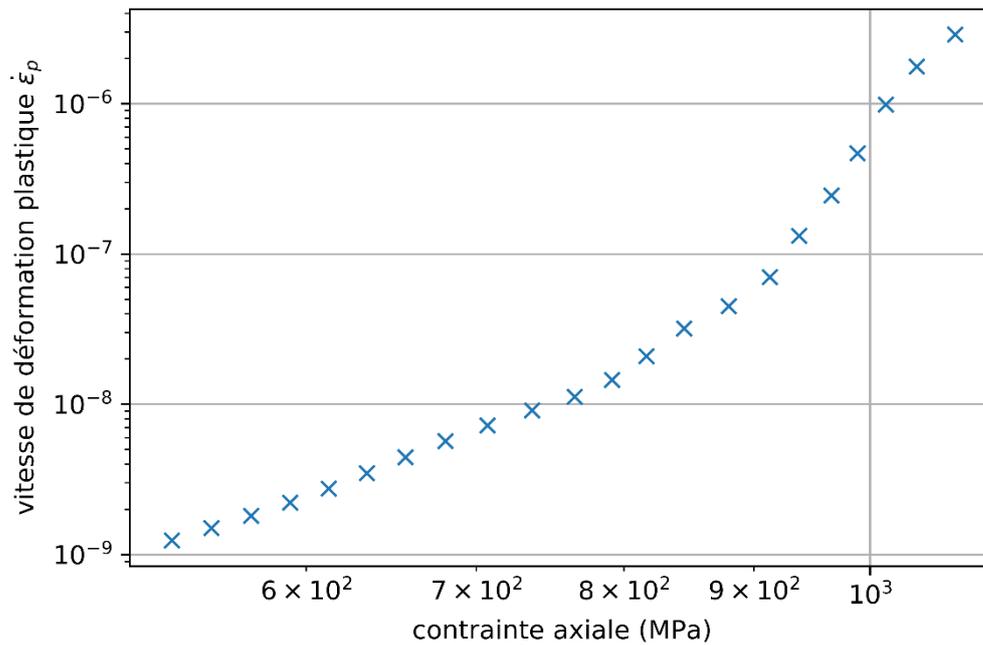


Figure 175 : Représentation du diagramme de Norton en échelle bi-logarithmique (microstructure GF, 700°C, $\epsilon_{tot} = 2\%$)

En regardant l'Équation 7.3 il est évident que la loi de Norton dans un plan bi-logarithmique est représentée par une droite avec n qui correspond à la pente et $\log(A)$ qui correspond à l'intersection avec l'axe $\dot{\epsilon}_p$. Avec une simple régression linéaire il est donc possible d'extraire l'équation de droite et enfin les coefficients n et A .

PREVISION DES PROPRIETES MECANIQUES DE SUPERALLIAGES BASE NICKEL EN RELATION AVEC LEUR MICROSTRUCTURE GRANULAIRE ET DE PRECIPITATION

Résumé :

La modélisation et la simulation sont employées par les concepteurs de moteurs pour décrire les contraintes et les déformations dans les composants des turboréacteurs, afin d'en prédire la durée de vie. Les modèles actuellement utilisés dans l'industrie sont principalement empiriques. Il s'agit essentiellement de lois de comportement et/ou critères phénoménologiques macroscopiques dont le jeu de paramètres doit être identifié par ajustement aux données expérimentales pour chaque superalliage en fonction de ces hétérogénéités de microstructure (précipités, grains). Notre travail, inscrit dans ce contexte, a permis de développer un premier outil de simulation du comportement de microstructures polycristallines prenant en compte l'influence des paramètres microstructuraux locaux. Une chaîne complète a été mise en place, en partant de la conception et de la production des microstructures, en effectuant la caractérisation expérimentale de l'influence de la microstructure et en développant les outils de modélisation et simulation en synergie avec les résultats expérimentaux obtenus. Les essais mécaniques ont été effectués à températures différentes et sur des éprouvettes monogranulaires et polycristallines. L'utilisation originale de microstructures monogranulaires pour la caractérisation du comportement des agrégats polycristallins a permis d'isoler la contribution des précipités. Les résultats expérimentaux ont permis d'identifier les paramètres des modèles issus de la littérature pour prédire, en premier lieu, l'influence de la distribution en taille de précipités, puis celle de la taille moyenne des grains et des éléments en solution solide. L'écart constaté entre prédiction de l'influence des précipités et les mesures correspondantes a conduit à proposer une reformulation d'un modèle existant. Les modèles analytiques ont été, enfin, exploités pour introduire la sensibilité à la microstructure locale dans une démarche de simulation en champ complet (basée sur la méthode des éléments finis) en plasticité cristalline. Pour finir, une première application aux microstructures à gradient de taille de grains est proposée. Ce travail constitue la base pour des développements futurs concernant l'investigation d'autres mesures du comportement des microstructures (fluage, fatigue...).

Mots clés : Superalliages base nickel, plasticité cristalline, monograins, durcissement par précipitation, modélisation sensible à la microstructure

PREDICTION OF MECHANICAL PROPERTIES OF NICKEL-BASE SUPERALLOYS IN RELATION TO THEIR GRANULAR AND PRECIPITATION MICROSTRUCTURE

Abstract :

Constitutive modelling is employed by engine designers to predict stresses and strains in turbine engine components, to support life prediction. Current models used in industry are mainly empirical: they are essentially developed from simple curve fits of test data and macroscopic continuum mechanical models, whose parameters need to be identified for each superalloy according to its microstructure heterogeneities (precipitates distribution, grain size). In this context, we developed a first simulation tool, for the mechanical behavior of polycrystalline microstructures, sensitive to the local microstructural parameters. A complete process has been set up, starting from the design and production of the chosen microstructures, carrying out the experimental characterization of the microstructural influence on the mechanical behavior and developing the modeling and simulation tools in synergy with the experimental tests. The mechanical tests were performed at different temperatures and on single-crystals and polycrystalline specimens. The original use of single-crystals for the characterization of the behavior of polycrystalline aggregates allowed to isolate the contribution of precipitates. The experimental results allowed the identification of the parameters of the existing models in the literature for the prediction of the influence of solid solution elements, grain size and precipitates distribution. The discrepancy between the prediction of the precipitates hardening and the corresponding measured values led to propose a reformulation of an existing model. The analytical models were exploited to introduce the sensitivity to the local microstructure in a full field crystal plasticity simulation approach (based on the finite element method). Finally, a first application to microstructures with microstructural gradient (in terms of grains size) is proposed. This work constitutes a first step for future developments concerning the investigation of other characteristics of microstructure behavior (creep, fatigue...).

Keywords: Nickel-base superalloys, crystal plasticity, single-crystals, precipitation strengthening, microstructure-sensitive modelling