



HAL
open science

Réponse aux chocs de superalliages base Nickel produits par forgeage ou par fabrication additive

Étienne Barraud

► **To cite this version:**

Étienne Barraud. Réponse aux chocs de superalliages base Nickel produits par forgeage ou par fabrication additive. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2022. Français. NNT : 2022ESMA0022 . tel-03997823

HAL Id: tel-03997823

<https://theses.hal.science/tel-03997823v1>

Submitted on 20 Feb 2023

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 matériaux

Présentée par :
Etienne Barraud

**Réponse aux chocs de superalliages base Nickel produits par forgeage
ou par fabrication additive**

Directeur de thèse : Thibaut de Rességuier

**Soutenue le 12 décembre 2022
devant la Commission d'Examen**

JURY

Rapporteurs :

Arrigoni Michel, Professeur, IRDL, ENSTA Bretagne, Brest
Berthe Laurent, DR CNRS, PIMM, ENSAM-ParisTech, Paris

Membres du jury :

Baton Sophie, DR CNRS, LULI, Ecole Polytechnique, Palaiseau
Cormier Jonathan, Maitre de Conférence, Institut Pprime, ENSMA, Poitiers-Futuroscope
Costil Sophie, Professeure, ICB, UTBM, Belfort
De Rességuier Thibaut, DR CNRS, Institut Pprime, ENSMA, Poitiers-Futuroscope

Remerciements

Avant d'ouvrir cette liste à la Prévert, témoin de la gratitude que je porte aux nombreuses personnes que j'ai eu la chance de côtoyer pendant ces 38 mois et quelques jours, je souhaite remercier la DGA, représentée par l'Agence Innovation Défense (AID), et l'ENSMA d'avoir apporté leur soutien financier et sans qui je n'aurais pas pu goûter aux joies du doctorat.

Sans trop d'originalité certes mais avec sincérité je débute ma tirade des mercis en saluant l'attention que les membres du jury ont porté à cette étude. Aux rapporteurs, Michel Arrigoni et Laurent Berthe, à la présidente du jury, Sophie Costil, ainsi qu'à Sophie Baton et Jonathan Cormier j'adresse mes sincères remerciements. Vos relectures du manuscrit et vos commentaires lors de la soutenance ont donné lieu des échanges enrichissants permettant de creuser des aspects survolés dans cette étude mais aussi d'ouvrir la porte à des perspectives d'exploration inenvisagées jusqu'alors.

Et enfin l'ultime membre du jury sans qui rien n'eût été possible, Thibaut De Rességuier. Je te remercie de m'avoir fait confiance pour ce sujet auquel je ne connaissais rien. Travailler sous ton aile a été un réel plaisir. Merci de m'avoir accompagné avec ta bonne humeur immuable et quotidienne, ta disponibilité permanente et ta facilité à m'expliquer systématiquement (et parfois plusieurs fois) ce que je ne comprenais pas (et parfois vraiment pas). Merci aussi de m'avoir donné l'opportunité de participer à de nombreuses campagnes, de m'avoir laissé jouer en salle de polissage et d'avoir su me rassurer face à un reviewer récalcitrant ou encore une légère erreur sur les matériaux étudiés.

Si de nombreux essais ont été faits pendant ces trois ans, la très grande majorité des tirs s'est faite au sein du Centre d'Utilisation des Lasers. Merci au maître des lieux, Jacques Baillargeat, de m'avoir présenté le laser 25 J et de m'avoir formé sur l'utilisation de la chaîne. Je te suis reconnaissant pour la passion avec laquelle tu m'as transmis tes astuces de réglages et plus encore pour ton aide précieuse sur les vidanges/fuites/réparations de mes motos : cette quiétude permanente dont tu fais preuve est épatante et c'est un vrai plaisir de travailler avec toi. Je te souhaite bonne chance pour ton brevet avion qui ne saurait tarder j'en suis sûr !

Jonathan Cormier, Samuel Hémerly, Azdine Nait-Ali je vous suis reconnaissant pour vos participations respectives : superalliages, EBSD et maillages numériques. Jonathan, sans ton expertise des superalliages et ton aide pour s'approvisionner en matière nous nous serions trouvés fort dépourvus quand l'expérience fut venue. Samuel, ta disponibilité pour les cartographies et ton implication pour faire les plus belles images possible, malgré parfois (toujours) des rayures sur les sections que j'avais pourtant polies, ont permis de comprendre facilement et d'expliquer limpide la rupture par écaillage dans nos matériaux. Et enfin, pourquoi faire des essais quand on peut faire de la simulation ? Je vais donc droit au but : merci pour tes maillages, merci pour ton investissement, merci Azdine.

A tout l'axe ENDO, je vous sais gré de votre accueil. Plus particulièrement, je remercie Amélie Caradec et Florence Hamon de m'avoir formé en microscopie électronique (et de m'avoir encadré pour des observations un peu cavalières), merci à David Mellier d'avoir réalisé toutes les microtomographies et merci à Médéric Morissant et Laurent Jouvaneau pour vos participations

Remerciements

respectives : l'usinage et la préparation des cibles. Enfin je remercie chaleureusement Francine Bayle, Karine Lombard et Valérie Picquet dont l'aide me fut précieuse dans tous les aspects administratifs que peut présenter une thèse. Ce fut un plaisir de partager le bureau B201 (inclusion mécanique au milieu des bureaux de l'axe Combustion) avec Sami Ben Elhaj Salah et Martin Ferreira-Fernandes : Sami j'espère que tu te plairas à l'ONERA et Martin je te souhaite bon retour et bon courage pour ta dernière année au Brésil.

Toute la thèse ne s'est pas faite à Poitiers, plusieurs campagnes de tirs ont été réalisées au LULI à l'X aussi je n'oublie pas toutes les équipes ayant participées à ce travail : Alessandra Benuzzi-Mounaix et Tommaso Vinci pour le VISAR ligne, Emilie Loyez et Sébastien Navarrete et les équipes laser pour les chaînes LULI2000 et Joanna De Sousa et Cyril Rapeneau pour l'installation HERA. Dans ces campagnes extérieures, beaucoup ont également apporté leur aide pour l'instrumentation, la mise en place et le bon déroulement des essais, je remercie tout particulièrement Jean-Marc Chevalier pour la VH, Arnaud Sollier pour la visu et le four, Emilien Lescoute pour la visu ultra-rapide et Sophie Baton et Laurent Berthe pour l'organisation et l'accueil lors des expériences sur LULI2000 et sur HERA.

Et pour sévir avec succès sur ces installations, j'ai été ravi de rencontrer et collaborer (les résultats présentés sont le fruit de « méfaits collectifs » après tout) avec Didier Loison, Yoann Raffray et Benjamin Jodar. Didier je te remercie pour ta connaissance encyclopédique des dispositifs et ta pédagogie lors de la mise en place et le déroulement des essais : sans ton aide et ta confiance je serai sûrement resté bien ignorant et les tirs n'auraient pas été aussi réussis. Yoann, merci à toi aussi de m'avoir guidé dans la salle d'expérience de LULI2000, merci d'être venu depuis Rennes avec Didier pour ma soutenance, bon courage pour tes prochains essais et la fin de ta thèse. Et enfin merci Benjamin de nous avoir encadrés Yoann et moi lors de la campagne de qualification d'HERA en janvier 2022 : démonter votre VISAR Valyn a été une vraie partie de plaisir quoique je préfère quand même nos discussions en salle de tir.

Et puis trois ans de thèse ce n'est, certainement, pas que du travail, il faut choisir, la vie est ailleurs. Je remercie l'Aéroclub du Poitou et tout particulièrement sa section Vol à Voile : Bernard, Jean-Pierre, Freddy, Yves, Jean-Michel et Alain. David merci de m'avoir formé au remorquage et d'avoir réalisé un rêve cher : piloter un Rallye 180 ! Clément et Estelle je quitte le comité des fêtes : je vous laisse le petit Aurélien. Et donc Aurélien, brave doctorant à l'ENSMA toi aussi, merci pour cette dernière année de thèse à se marrer. Un grand merci pour m'avoir empêché de travailler et forcé à poser des jours de congés pour aller survoler la France, merci d'être venu me chercher dans mon champ à Loches et merci pour les soirées au Moe's à refaire, en plus du monde, le club planeur. Good luck pour le reste de ta thèse, courage pour la formation instructeur et surtout, l'essentiel, fais de beaux vols, je te rends le LS8.

En ultime remerciement, je ne peux oublier celle qui a partagé mon quotidien pendant ces trois années. Hermine, merci de m'avoir encouragé à me lever tard et rentrer tôt, merci de m'avoir présenté Robert et merci de m'avoir rassuré quand je doutais : tu avais raison, ça l'a fait. Merci enfin à ma Maman, mon Papa, mes sœurs et ma famille, à Marie Prout et à tous mes amis de m'avoir mis du baume au cœur.

« Pour tout cela et plus encor [...] Thank you Satan. »

Table des matières

Introduction	6
Chapitre I : Etat de l'art.....	10
I.1. Les superalliages base Nickel.....	11
I.1.A. Généralités	11
I.1.B. Le superalliage René 65.....	14
I.1.C. Le superalliage Waspaloy	15
I.2. Fabrication additive.....	15
I.2.A. Généralités	15
I.2.B. Quelques Procédés	17
I.3. Comportement dynamique des matériaux métalliques issus de la FA	20
I.3.A. Tantale	20
I.3.B. Alliage d'aluminium	20
I.3.C. Aciers inoxydables et aciers alliés hautes performances.....	21
I.3.D. Alliage de Titane	22
I.3.E. Intermétallique Ni ₃ Al	22
I.3.F. Superalliages base Nickel.....	23
I.4. Choix des matériaux étudiés	25
I.4.A. Microstructure du Waspaloy fabriqué additivement (FA).....	26
I.4.B. Microstructure du René 65 FA	27
I.4.C. René 65 forgé de référence	28
Chapitre II : Outils	30
II.1. Outils théoriques.....	31
II.1.A. Mécanique des chocs et courbes caractéristiques	31
II.1.B. Transmission et réflexion au passage d'une interface	33
II.1.C. Elasto-plasticité en dynamique rapide	33
II.1.D. Traction dynamique et écaillage.....	34
II.2. Outils expérimentaux.....	35
II.2.A. Chocs laser au LULI.....	35
II.2.B. Impact de plaque	39
II.2.C. Instrumentation sous choc.....	42

Table des matières

II.2.D. Moyens d'observation post-choc.....	49
II.3. Outils numériques.....	54
II.3.A. Logiciel de simulation Radioss	54
II.3.B. Maillages polycristallins.....	55
Chapitre III : Caractérisation pré-choc	56
III.1. Préparation des cibles.....	57
III.2. Microstructures initiales	58
III.2.A. Rayons X : porosités et inclusions.....	58
III.2.B. Microscopie électronique : géométries et orientations des grains.....	60
III.3. Masse volumique	64
III.3.A. Calcul d'incertitude.....	65
III.4. Vitesses de propagation des ondes élastiques	66
Chapitre IV : Résultats.....	68
IV.1. Mesures de vitesses résolues en temps.....	69
IV.1.A. Caractérisation du chargement dynamique.....	69
IV.1.B. Caractéristiques des matériaux	74
IV.1.C. Implémentation d'un modèle de comportement macroscopique simple.....	85
IV.2. Observations post-choc.....	90
IV.2.A. Fracture interne complète.....	90
IV.2.B. Ejection complète de l'écaille	109
IV.2.C. Amorçage et propagation de l'endommagement dans le René 65 et le Waspaloy.....	114
IV.2.D. Bilan récapitulatif des observations	127
IV.2.E. Vers la simulation d'un polycristal sous choc.....	128
Conclusion	138
Bilan général	138
Perspectives.....	140
Bibliographie.....	142
Annexe 1 : VISAR Valyn, équations.....	154
Annexe 2 : Essais en température.....	158

Introduction

Pour leur combinaison unique d'excellentes propriétés mécaniques à hautes température, en corrosion, en oxydation et en fatigue, les superalliages base Nickel sont largement utilisés dans de nombreux domaines liés à l'énergie tels que les turboréacteurs aéronautiques, les turbines à gaz pour la production énergétique, la pétrochimie pour l'extraction offshore ou encore les turbocompresseurs de Formule 1. Si ce dernier exemple est anecdotique, l'extraction pétrolière, la production d'électricité et le transport aérien sont des secteurs moteurs de l'économie mondiale. Dans la société actuelle l'importance des superalliages base Nickel est donc conséquente, pour exemple ils représentent 50% de la masse d'un moteur d'avion. La littérature est abondante au sujet de leur comportement thermomécanique sous chargement quasi-statique et leur durée de vie en fatigue. En revanche, peu de données rapportent le comportement de ces superalliages sous chargement dynamique, en particulier à des vitesses de déformation très élevées. Certains de ces matériaux ont été soumis à des traitements de grenailage, dont grenailage laser, pour augmenter leurs propriétés en fatigue, mais l'étude systématique de leur réponse à des chocs plus intenses demeure une question largement en suspens. Il s'agit également d'un besoin d'ingénierie car les composants d'aéronefs peuvent subir des chargements dynamiques sévères : le cas bien connu de la collision volatile est un exemple, comme les impacts à grandes vitesses de grêlons, de graviers, de sable, ou encore la rupture d'une aube ou d'un disque dans le réacteur.

Les procédés conventionnels, tels que le forgeage et l'usinage, ont longtemps été les seuls moyens de fabriquer ces alliages pour des pièces mécaniques. Depuis quelques années, une nouvelle famille de procédés apparaît dans l'industrie : la Fabrication Additive (FA). Le développement rapide de la FA s'étend aux secteurs « hautes performances » comme celui de l'aéronautique qui cherche à rester compétitif dans un environnement durable. Ces procédés offrent des opportunités sur plusieurs aspects : technologiques, avec la réalisation de formes complexes et des ensembles simplifiés, économiques, avec moins d'outils et surtout moins de matière qu'auparavant et durables*, avec des structures allégées et réparables au cours de leur durée de vie allongées. De nombreux rapports résument les enjeux et les défis portés par la FA, dont certains sont spécifiques au secteur aérospatial et aux superalliages base Nickel. Les travaux portant sur les effets de la FA sur le comportement des matériaux ainsi produits soumis à des vitesses de déformation élevées restent plus rares et les différences sur les propriétés dynamiques, en particulier des superalliages base Nickel, entre ces nouveaux procédés et les procédés traditionnels sont encore méconnues.

Le travail ici rapporté s'intéresse à la réponse au choc de deux superalliages base Nickel : le René 65 et le Waspaloy. Le René 65, un alliage utilisé dans les dernières générations de turboréacteurs aéronautiques tel que le CFM LEAP, est étudié forgé et fabriqué additivement. Les échantillons FA sont produits par fusion laser sur lit de poudre (LPBF) et deux traitements thermiques différents sont considérés. Historiquement développé par Pratt & Whitney sur sa gamme de moteurs en étoiles Wasp, le Waspaloy est toujours utilisé dans les dernières générations de

* En négligeant l'effet rebond [1].

Introduction

moteurs à réaction. Dans cette étude, il est uniquement testé issu de la FA par un procédé de dépôt métallique par fusion laser (LMD). Les cibles de superalliages sont soumises à un chargement dynamique, généré par des impacts de feuilles métalliques à haute vitesse ou irradiation laser directe. La microstructure particulière des alliages issus de la FA est choquée suivant deux directions de chargement : parallèlement et normalement à la direction de construction. La caractérisation de la réponse aux chocs, par le calcul des propriétés dynamiques et l'observation des microstructures après choc, permet de comparer les différents matériaux sous plusieurs prismes : les nuances de matériaux, les procédés de fabrication, les traitements thermiques ou encore la direction d'application du chargement pour les cas FA.

Le chapitre introductif de ce manuscrit dresse l'état des connaissances à propos des superalliages base Nickel, de la fabrication additive et du comportement en dynamique rapide des matériaux métalliques issus de la FA. L'historique des superalliages est dépeint puis les phases présentes dans cette famille d'alliage sont détaillées ainsi que les rôles des principaux éléments chimiques et des traitements thermiques. Les superalliages René 65 et Waspaloy sont présentés puis la fabrication additive est définie. Le principe général de la FA est d'abord évoqué ainsi que quelques exemples d'applications, d'avantages et d'inconvénients, puis le procédé de fusion laser sur lit de poudre (LPBF) ainsi que de dépôt de matière fusionnée par laser (LMD) sont décrits. Le comportement dynamique de quelques matériaux issus de la FA est résumé, puis le choix des matériaux et nuances étudiés est argumenté.

Les outils employés dans cette étude sont présentés dans le deuxième chapitre. Les éléments théoriques sont tout d'abord décrits puis la partie expérimentale et enfin les outils numériques. La partie théorique synthétise les éléments de la mécanique de chocs essentiels à cette étude, les outils expérimentaux décrivent les essais de chocs laser et d'impacts de plaques, les différents dispositifs d'instrumentations utilisés lors des expériences et enfin les moyens d'observation employés dans la caractérisation post-choc. La fin du chapitre est dédiée aux calculs numériques.

La caractérisation pré-choc décrite dans le Chapitre III porte sur la préparation des cibles avant l'expérience de choc, l'état des microstructures initiales et la mesure de la masse volumique et des vitesses de propagation des ondes élastiques dans nos matériaux. Après avoir défini la procédure d'extraction et de polissage des échantillons, les microstructures initiales des superalliages testés sont présentées. Elles sont scrutées aux rayons X pour relever la présence de porosité et/ou d'inclusions puis par microscopie électronique et EBSD pour analyser les géométries et orientations des grains dans nos superalliages polycristallins.

Le quatrième chapitre est consacré à la présentation et la discussion des résultats : les mesures de vitesses résolues en temps puis les observations post-choc.

- Le dépouillement de signaux de vitesse commence par la caractérisation du chargement dynamique sous impact de plaque ou irradiation laser. Les limites élastiques dynamiques et les limites d'écaillage sont ensuite mesurées dans les nuances de matériaux. La célérité du choc est exprimée en fonction de la vitesse matérielle et analysée. Enfin, un modèle numérique très simple du comportement macroscopique en dynamique rapide de nos superalliages est déduit de l'ensemble de ces mesures.
- Les observations post-choc renseignent sur les faciès de rupture dans chacune des nuances de René 65 et de Waspaloy. Les épaisseurs d'écaillures observées sont comparées aux

épaisseurs théoriques. Pour les essais à haute pression, l'éjection des écailles est observée par ombroscopie transverse ultra-rapide, et les cratères laissés par l'arrachement des fragments sont analysés. A l'inverse, les chargements moins intenses produisent un endommagement moins sévère, qui permet de corréler l'amorçage et la propagation de fissures aux spécificités de chaque microstructure. Enfin, ces observations servent de base pour une modélisation préliminaire de la réponse dynamique d'un alliage polycristallin.

Pour clore cette étude, la conclusion dresse un bilan du travail réalisé et des résultats obtenus et met en perspectives les possibilités d'études expérimentales et numériques à venir.

Chapitre I : Etat de l'art

I.1. Les superalliages base Nickel.....	11
I.1.A. Généralités.....	11
I.1.A.1. Phases en présence.....	12
I.1.A.2. Rôle des éléments chimiques.....	13
I.1.A.3. Traitements thermiques des superalliages.....	14
I.1.B. Le superalliage René 65.....	14
I.1.C. Le superalliage Waspaloy.....	15
I.2. Fabrication additive.....	15
I.2.A. Généralités.....	15
I.2.B. Quelques Procédés.....	17
I.2.B.1. Fusion laser sur lit de poudre.....	18
I.2.B.2. Dépôt de matière fusionnée par laser.....	19
I.3. Comportement dynamique des matériaux métalliques issus de la FA.....	20
I.3.A. Tantale.....	20
I.3.B. Alliage d'aluminium.....	20
I.3.C. Aciers inoxydables et aciers alliés hautes performances.....	21
I.3.D. Alliage de Titane.....	22
I.3.E. Intermétallique Ni ₃ Al.....	22
I.3.F. Superalliages base Nickel.....	23
I.4. Choix des matériaux étudiés.....	25
I.4.A. Microstructure du Waspaloy fabriqué additivement (FA).....	26
I.4.B. Microstructure du René 65 FA.....	27
I.4.C. René 65 forgé de référence.....	28

I.1. Les superalliages base Nickel

I.1.A. Généralités

La préhistoire des superalliages base Nickel débute avec la révolution industrielle et les turbines à vapeur avant 1920. La croissance des puissances dans ces nouvelles machines implique des contraintes mécaniques et thermiques toujours plus élevées [2]. Dans les années 20, l'alliage de Nickel-Chrome (Ni-80, Cr-20) apporte, en plus d'une bonne tenue mécanique à haute température, un excellent comportement face à la corrosion et l'oxydation [3]. Puis l'ajout en faible quantité des éléments Aluminium (Al), Titane (Ti) et/ou Niobium (Nb) génère une microstructure d'équilibre à deux phases [4], une phase austénitique gamma (γ) et une phase gamma-prime (γ') en grande partie responsable de la résistance à chaud du matériau et de ses bonnes performances en fluage [5]. La quantité de γ' dépend de la composition chimique et de la température. L'apparition de la phase γ' autorise le durcissement par précipitation [6]. Ce procédé de durcissement passe par la dissolution des γ' à une température suffisamment élevée (un traitement en solution) suivi d'un vieillissement à une température plus basse afin de générer une dispersion uniforme et fine des précipités de renforcement.

Les superalliages apparaissent véritablement dans les années 40 avec l'exemple allemand du TiNiDur [2,4] employé pour les aubes de turbines du turboréacteur Jumo 004 équipant les Messerschmitt Me 262, premiers chasseurs à réaction opérationnels de l'histoire. L'essor des superalliages commence ainsi avec la seconde guerre mondiale puis durant les Trente Glorieuses : le début de celles-ci marque l'introduction de la métallurgie sous vide au niveau industriel : la fusion sous vide évite la formation d'oxydes et de nitrures [4]. Cette technologie autorise l'introduction en quantité plus importantes des éléments d'addition tels que l'aluminium, essentiel pour le durcissement de la phase γ' . L'ajout d'éléments réfractaires tels que le Molybdène (Mo), le Tungstène (W) ou le Tantale (Ta) permet la création de superalliages certes plus complexes mais plus résistants à haute température [4]. Les applications industrielles se diversifient en particulier dans l'aéronautique où les superalliages s'installent largement dans les turboréacteurs. Ces matériaux ne cessent d'évoluer avec les nouveaux procédés. On peut citer l'exemple de la solidification orientée [7] permettant aux aubes travaillant dans une direction privilégiée de bénéficier de grains colonnaires ou encore la métallurgie des poudres qui confère une meilleure résistance à chaud avec une forte teneur en précipités durcissants et autorise une mise en forme plus économe en matière.

De nos jours, la part moyenne de superalliages base Nickel est de l'ordre de 50% de la masse d'un moteur à réaction [2]. Actuellement, la course à la performance continue, partagée entre un objectif de rendement dans le domaine civil et de puissance pour les applications militaires. Une perspective nouvelle s'offre depuis les années 80 au domaine des superalliages : la fabrication additive (FA). L'avènement de ces nouveaux procédés de fabrication s'appuie principalement sur les acquis de la métallurgie des poudres. Il s'accompagne d'un besoin pour les motoristes de certifier en vol les matériaux issus de ces nouvelles technologies.

1.1.A.1. Phases en présence

La métallurgie des superalliages base Nickel comprend plusieurs phases, la microstructure se décompose généralement comme suit :

- La phase majoritaire γ se présente sous la forme d'une solution solide de maille cristallographique Cubique à Face Centrée (CFC) de Nickel (Figure 1a) [3,8,9]. On retrouve dans cette matrice austénitique certains éléments ségrévés comme le Cobalt (Co), le Chrome (Cr), le Molybdène (Mo) et le Tungstène (W).

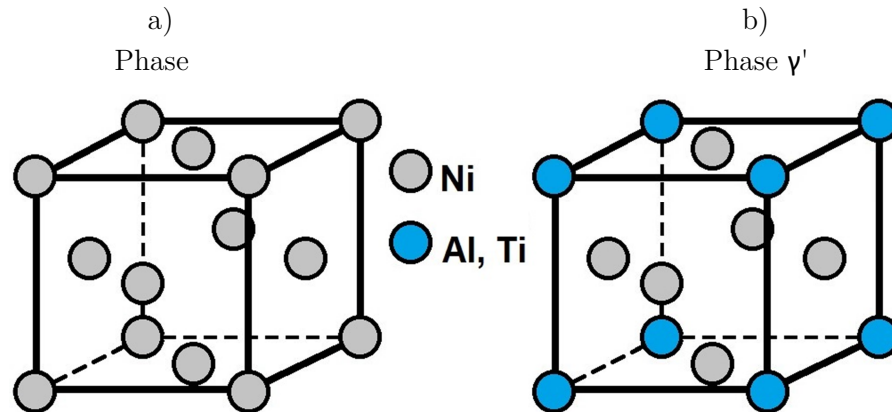


Figure 1 : Structure cristallographique (CFC) de la phase γ a) et structure cristallographique de la précipitation γ' b).

- La phase γ' est intermétallique [3,8–10] elle a une structure dite L1₂ s'apparentant à la structure CFC (Figure 1b) et se forme par la ségrégation d'atomes d'Aluminium (Al) et de Titane (Ti) avec le Nickel : $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$. γ' est communément appelée précipitation car elle forme une phase hétérogène dans la phase γ majoritaire. L'insertion dans la matrice γ des éléments Al et Ti augmente à partir d'une certaine température, la température de solvus. Les précipités γ' se retrouvent sous plusieurs formes :
 - Dans un alliage forgé, les précipités γ' primaires (γ'_I) sont visibles aux joints de grains [3,11,12] : ils mesurent plusieurs μm et leur présence conditionnent la croissance des grains. De forme sphéroïdale, les γ'_I font obstacles aux mouvements des dislocations lors de la déformation par le mécanisme d'épinglage de Zener [13,14].
 - Les précipités γ' secondaires (γ'_{II}) ont un pouvoir durcissant et sont distribués à l'intérieur des grains. Ils apparaissent au cours du refroidissement lorsque la matrice sature en éléments Al et Ti (γ' -gène). La vitesse de refroidissement influe sur la taille et la forme des γ'_{II} [15–20]: un refroidissement rapide forme des précipités secondaires petits et sphériques (Figure 2a et Figure 2b) tandis qu'une vitesse de refroidissement lente favorisera l'apparition de gros γ'_{II} cuboïdes (Figure 2c) suite à la diffusion des éléments γ' -gènes sur des plus grandes distances. Ainsi, la taille des précipités secondaires varie suivant les conditions de refroidissement entre 10 nm et 1 μm .

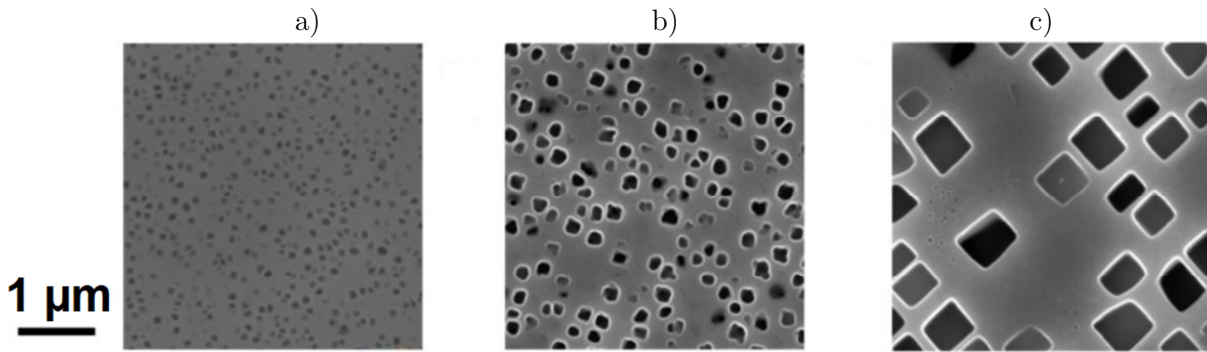


Figure 2 : Exemples de morphologies des précipités γ'_{II} : pour un refroidissement de 1060 °C à 700 °C à 50 °C/min a) et 20 °C/min b) et de 1130 °C à 1160 °C à 2 °C/min c) [16].

- La précipitation γ' tertiaire (γ'_{III}) se forme lors du refroidissement entre les précipités secondaires. De petites tailles, quelques dizaines de nm, fonction de la sursaturation de la matrice et sensibles à la température, ils sont facilement dissous lors des montées en température. Du fait des opérations de forgeage, du procédé de fabrication additive et/ou des traitements thermiques, aucun des échantillons étudiés plus loin ne présente cette précipitation.
- Quelques inclusions non-métalliques se forment ponctuellement malgré la très faible proportion de Carbone (C) et d'Azote (N) dans la composition des superalliages [21]. Ces carbures, carbo-nitrides, nitrides de Titane et borures mesurent généralement moins d'une dizaine de μm. Ils sont visibles aux joints de grains.

1.1.A.2. Rôle des éléments chimiques

Les différents éléments chimiques jouent différents rôles sur le comportement mécanique des superalliages base Nickel. Quelques effets directs, positifs ou négatifs sont énumérés ci-dessous [11,12].

- L'élément d'addition fondateur des superalliages est le Chrome. Il permet à la fois de renforcer la phase γ et d'améliorer la résistance à la corrosion et l'oxydation.
- Le Cobalt (Co) stabilise les phases γ et γ' , il semble aussi contribuer à une meilleure tenue en fluage des superalliages base-Ni.
- Le Molybdène (Mo) renforce également les phases γ et γ' : les caractéristiques mécaniques des superalliages en sont améliorées.
- L'Aluminium forme la phase γ' stabilisant le comportement à haute température. C'est un acteur primordial contre l'oxydation.
- Le Titane permet aussi la formation de la phase γ' .
- Le Fer (Fe) et le Tungstène (W) contribuent à équilibrer la matrice γ .
- Les éléments Bore (B), Carbone et Zirconium (Zr) jouent, en faible proportion, sur la tenue en fatigue et la ductilité des joints de grains. En quantité trop élevée, ils engendrent l'apparition d'inclusions non-métalliques bénéfiques ou néfastes selon leur taille et leur forme.

1.1.A.3. Traitements thermiques des superalliages

Les superalliages base Nickel sont souvent post-traités thermiquement par une mise en solution proche de la température de solvus, soit les traitements Subsolvus et Supersolvus. La température de solvus est la température au-delà de laquelle la phase γ' se développe et s'ordonne dans la matrice. Les traitements de mise en solution Subsolvus et Supersolvus ont pour but de stabiliser la chimie et les fractions et de refondre et homogénéiser la microstructure. Ils permettent également une répartition homogène des précipités γ' dans la matrice γ en optimisant leurs tailles et leurs fractions volumiques [22].

Le traitement de mise en solution à la température de Subsolvus est réalisé à quelques dizaines de degrés sous la température de solvus (≈ 1100 °C) pendant plusieurs heures suivi d'une trempe et d'un revenu aux alentours de 750 °C pendant plusieurs heures à nouveau. Il en découle une microstructure avec des grains relativement fins et nombreux.

La mise en solution Supersolvus se fait à une température supérieure de celle du solvus pendant plusieurs heures, suivie d'une trempe puis de revenus de plusieurs heures à différentes températures. Ce traitement gomme les effets du procédé de fabrication sur la microstructure : la texture est homogène et isotrope. Les grains sont de plus grande taille que dans la microstructure Subsolvus et généralement pourvus de macles (défaut d'empilement parallèle dans un grain formé d'un cristal identique mais d'orientation différente).

I.1.B. Le superalliage René 65

Développé dans les années 2010 par General Electric (GE) pour s'affranchir de la coûteuse métallurgie des poudres, le René 65 est une extrapolation forgée du René 88 DT conçue pour équiper les réacteurs de nouvelles générations tels que le LEAP de CFM International [11]. L'augmentation du rendement dans ces nouveaux moteurs se traduit par une augmentation de la température de fonctionnement [11,23]. Une nuance de remplacement répondant à ce nouveau cahier des charges est le René 65. Sa composition chimique est présentée dans le Tableau 1

Tableau 1: Composition chimique du René 65.

Elément	Ni	Cr	Co	Mo	W	Fe	Nb	Ti	Al	Zr	B	C
Pourcentage massique	Base	16,0	13,0	4,0	4,0	1,0	0,7	2,1	1,8	0,05	0,016	0,01

La microstructure générale du René 65 comporte une phase majoritaire γ , des précipitations γ' et des inclusions céramiques. La teneur en précipités est de l'ordre de 40%. Suivant l'historique d'élaboration (forgeage ou FA) et les traitements thermiques, le René 65 voit sa microstructure varier, aussi le détail de chaque nuance testée dans notre étude sera présenté plus loin (§ III.2.B.).

I.1.C. Le superalliage Waspaloy

Le Waspaloy est considéré, avec l'Inconel 718, comme une nuance fondatrice des superalliages base Nickel. Pratt&Whitney dépose son brevet en 1960 et l'essaye sur ses moteurs Wasp, d'où il tire son nom. Le Waspaloy est classiquement durci par vieillissement de la phase γ' . Son bon comportement en fatigue jusqu'à des températures élevées (proches des 850°C) et sa faible sensibilité à la corrosion et l'oxydation en font un candidat adapté aux atmosphères extrêmes des turbomachines [24]. Le Waspaloy constitue notamment les arbres et disques de turbines. Sa composition chimique est donnée dans le Tableau 2.

Tableau 2: Composition chimique du Waspaloy.

Elément	Nickel	Chrome	Cobalt	Molybdène	Titane	Aluminium	Zirconium
Pourcentage massique	Base	19,3	12,9	4,2	2,8	1,5	0,08

I.2. Fabrication additive

I.2.A. Généralités

Une première anticipation de la fabrication additive et de ses enjeux est imaginée par un collaborateur d'Hergé au travers de Tryphon Tournesol et son photocopieur tridimensionnel [25]. Ce dernier attise une réelle convoitise chez les ennemis de Tintin et fonde l'intrigue du film animé, « Tintin et le lac aux requins » : déjà en 1972, la science-fiction belge rêvait de pouvoir imprimer des objets 3D rapidement et simplement. En 1984, deux entreprises font breveter deux nouvelles technologies : la « fabrication additive » par Compagnie Industrielle des LASers française et la « stéréolithographie » par les américains de 3D Systems [26]. Aujourd'hui la fabrication additive (FA), ou « impression 3D », désigne l'ensemble des procédés de fabrication par ajout de matière. La fabrication additive est à mettre en opposition à la fabrication soustractive comme l'usinage qui retire de la matière à un brut massif initial et crée ainsi du déchet, des copeaux [27]. Elle se distingue aussi de modes de fabrication conventionnels tels que le forgeage, la fonderie et autres. Dans les années 2000, les premiers pas de la FA vont dans la direction du prototypage rapide et du maquetage plastique pour progressivement conduire à une véritable solution de fabrication et de réparation de pièces.

Les technologies regroupées sous le nom de la fabrication additive sont multiples et s'appliquent à de nombreux matériaux : polymères, métaux, céramiques ou encore composites [26,28]. Le Tableau 3 énumère quelques techniques et les matériaux auxquels elles peuvent s'appliquer.

La FA séduit pour la liberté qu'elle offre [29]: géométries complexes, simplification des ensembles, baisse du nombre d'étapes dans la fabrication, réduction de masse et de coût entre autres [26]. La conception d'une pièce pour de l'impression 3D n'est pas contrainte par un outillage donné et/ou le brut initial. Une pièce FA peut présenter des formes inatteignables par les solutions conventionnelles. L'amélioration d'une conception classique alliée à l'optimisation topologique permet parfois d'éviter l'assemblage de plusieurs pièces. De fait, un ensemble optimisé et simplifié est plus léger et moins cher en matière. Les procédés FA autorisent une certaine souplesse dans la chaîne de production avec une bonne efficacité des petites et moyennes séries.

Tableau 3: Exemples de techniques FA et leurs matériaux d'application.

Technique	Matériaux			
	Métal	Polymère	Céramique	Composite
Lit de Poudre	•	•	•	•
Dépôt de Matière	•			
Extrusion de matière		•		
Projection de matière	•	•	•	•
Projection de liant	•	•	•	•
Stratification	•	•		
Polymérisation		•	•	•

Toutefois, aujourd'hui et à l'échelle de l'industrie, la FA reste un mode de fabrication coûteux à l'achat [26,27]. La santé matière est un point délicat : les porosités, les inclusions, les contraintes résiduelles ou la fissuration apparaissent pendant et après le procédé. Les technologies FA dépendent de nombreux paramètres [26,27], parfois liés les uns aux autres, et exigent quasi-systématiquement des opérations de finitions pour améliorer un état de surface souvent médiocre.

Enfin, en FA les variables du procédé impactent la microstructure finale [27,29]. Pour les deux procédés rapportés dans cette étude, la fusion sur lit de poudre et le dépôt de matière, la matière est fusionnée par une source d'énergie sous une atmosphère inerte. Suivant les paramètres d'entrée, qualité de la matière d'apport et de l'atmosphère et puissance de la source, les textures granulaires varient. Par exemple, la source d'énergie et ses différents réglages donnent lieu à différents gradients thermiques et différentes vitesses de solidification au sein de la matière. La genèse et le développement de la microstructure varient à l'échelle des grains suivant ce gradient et cette vitesse [30]: de grains colonnaires pour de fortes énergies à des grains isotropes (équiaxes) pour de basses énergies (Figure 3). Des traitements thermiques après le procédé FA permettent d'homogénéiser et/ou de recristalliser la microstructure brute résultant de la fabrication additive.

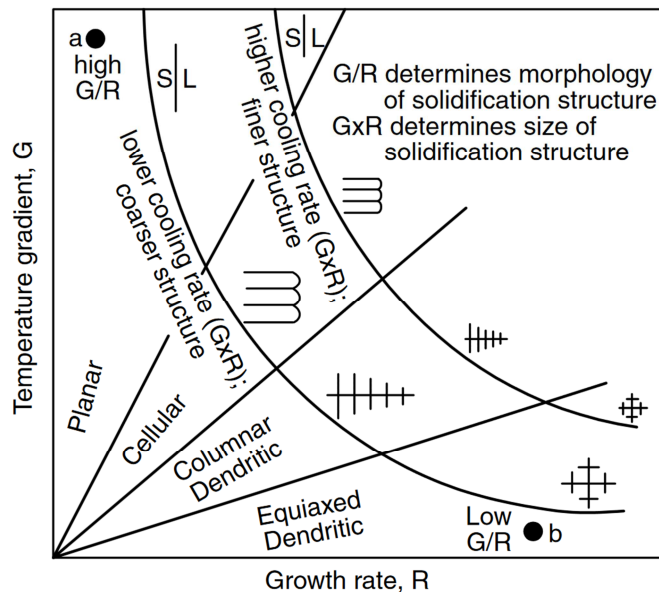


Figure 3 : Effets du gradient de température en fonction de la vitesse de solidification sur la morphologie et la taille des microstructures de solidification [30].

I.2.B. Quelques Procédés

Le cadre de l'étude se concentre sur deux matériaux métalliques issus de la fabrication additive : les superalliages René 65 et Waspaloy respectivement produits par fusion sur lit de poudre et dépôt de matière sous énergie concentrée. Dans ces deux cas, le métal d'apport est sous forme de poudre. La métallurgie des poudres est apparue dans la deuxième partie du XX^e siècle pour servir l'amélioration des caractéristiques des superalliages. Elle permet une hausse substantielle des propriétés mécaniques à lier à une réduction des ségrégations chimiques. L'élaboration des poudres peut se faire suivant plusieurs techniques : atomisation par gaz inerte, atomisation par plasma, broyage mécanique ou chimique, atomisation par ultrasons, atomisation centrifuge, etc...

Les deux principaux moyens d'obtention sont schématisés dans la Figure 4. L'atomisation par gaz inerte (Figure 4a), Vacuum Induction melting Gas Atomisation (VIGA) [31] se résume comme suit : du métal fondu est soufflé par un gaz inerte, tel que l'Argon, sous pression. La nappe de matière en fusion se fragmente en gouttelettes s'arrondissant sous l'effet de la tension de surface. Elles se refroidissent en des particules solides, principalement sphériques. Les plus grosses particules tombent au fond de la cuve par gravité et les particules fines restent en suspension : elles sont séparées du gaz par un cyclone, tamisées et enfin collectées. D'autres gaz sont utilisables tel que du diazote (N_2) mais les gaz inertes favorisent des particules sphériques et limitent la contamination par l'oxygène. L'atomisation par plasma [31] (Figure 4b) est un dispositif plus onéreux que la VIGA et requiert un matériau sous forme de fil. Le fil de matière est porté en fusion par torches. La matière est vaporisée en fines particules refroidissant et s'arrondissant pendant leur chute dans la cuve sous vide. Les particules sont tamisées et collectées au fond de la cuve.

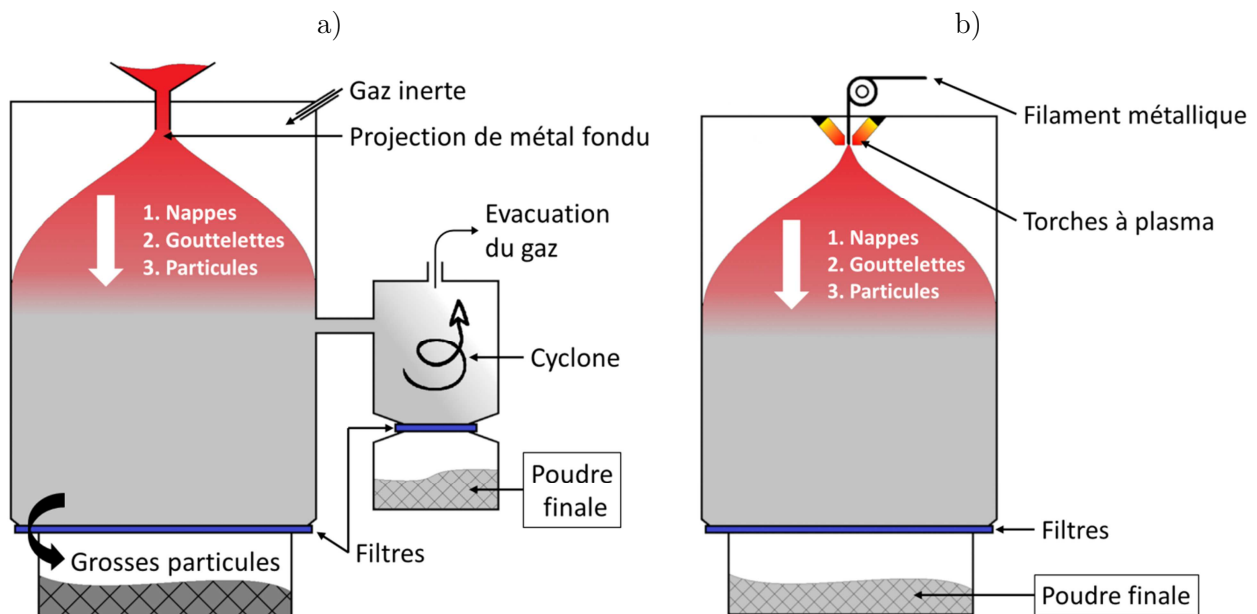


Figure 4 : Représentations schématiques des procédés de fabrications des poudres : atomisation par gaz inerte a) et atomisation par plasma b).

Des propriétés importantes en métallurgie des poudres sont [32,33] la composition chimique, la distribution en taille et en forme des particules, la masse volumique, les forces inter-particulaires et la capacité d'étalement et de coulabilité. Ces propriétés influent sur la santé matière : une taille de particule importante, une densité importante et/ou des efforts de frictions importants impliquent une chute de coulabilité lors du procédé FA.

1.2.B.1. Fusion laser sur lit de poudre

La fusion laser sur lit de poudre, Laser Powder Bed-Fusion (LPBF), Selective Laser Melting (SLM) ou encore Direct Metal Laser Melting (DMLM) en anglais, est un procédé de FA pour produire des composants métalliques complexes [34–36]. La LPBF fait intervenir un faisceau laser continu de haute intensité comme source d'énergie, qui fond localement la poudre successivement couche par couche [33–35,37]. Ce procédé breveté en Allemagne dans la fin des années 90 est à considérer comme une extension du frittage sélectif par laser, Selective Laser Sintering (SLS) [37]. Dans le LPBF la poudre d'apport est désormais complètement fondue pendant la fabrication. Un procédé proche de la LPBF est l'Electron beam Powder Bed Fusion (EPBF) où un faisceau d'électrons remplace le laser [32,36–40].

Le principe de fonctionnement est schématisé dans la Figure 5. Le procédé a lieu sous une atmosphère inerte pour limiter les risques d'oxydation. Une fine épaisseur de poudre (50 à 200 μm) est étalée et lissée sur un plateau mobile puis une étape de préchauffage consolide le lit de poudres et évacue les charges négatives et les forces répulsives électrostatiques. Le laser de haute énergie fond la poudre en un bain de fusion suivant les contours du modèle CAO [33]. Après le balayage laser de la strate, le plateau s'abaisse puis une nouvelle couche de poudre est déposée. La pellicule de poudre fondue se lie à la strate précédente lors du refroidissement. Le gradient de température, signe d'un refroidissement lent, est d'autant plus faible d'une couche à l'autre que le balayage laser est rapide. La boucle « dépôt de poudre - fusion laser - abaissement du plateau » est répétée jusqu'à la fabrication complète de la pièce. Une fois démontée du plateau support, la pièce fabriquée émerge de la poudre non-fusionnée. La matière non-fusionnée est récupérée, tamisée et réemployée pour les prochaines productions.

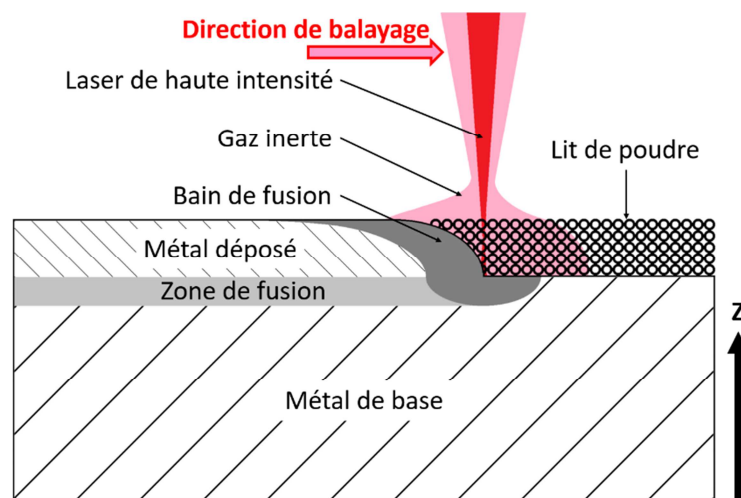


Figure 5 : Représentation schématique du procédé de fusion laser sur lit de poudre (LPBF).

La direction d'empilement, ou direction de construction, est appelée Z.

Les paramètres principaux du procédé LPBF sont la puissance et le diamètre du faisceau laser, les caractéristiques de la poudre d'apport, et les vitesses et stratégies de balayage [41]. La qualité de l'atmosphère de travail est une donnée importante pour réduire les risques d'oxydation. La phase de préchauffage a également des conséquences : un lit de poudre compact favorise une bonne conduction (et donc de larges bains de fusion) ainsi qu'une relaxation des contraintes pendant le refroidissement.

Le matériau brut issu du procédé LPBF connaît ensuite une étape de compaction. Cette compression isostatique à chaud, ou Hot Isostatic Pressing (HIP), comprime la matière par un gaz chaud mis sous pression : les éventuels défauts résiduels de fabrications sont alors réduits ou détruits. La HIP est classiquement utilisée pour améliorer le comportement dans le temps des composants utilisés sous contraintes élevées.

1.2.B.2. Dépôt de matière fusionnée par laser

La projection laser, Laser Metal Deposition (LMD) ou Direct Metal Deposition (DMD), est un procédé de dépôt de matière [42–45], qui constitue une solution de fabrication et de réparation additive [24]. La Figure 6 représente schématiquement le processus LMD.

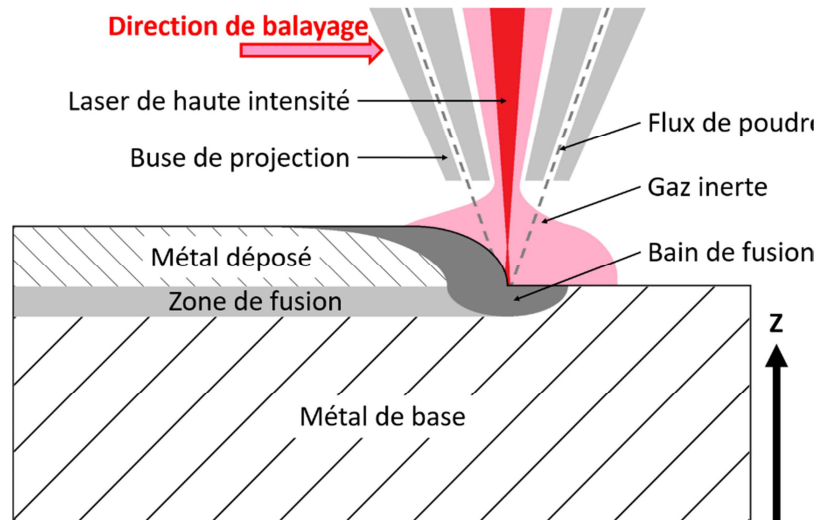


Figure 6 : Représentation schématique du procédé de dépôt de matière fusionnée par laser (LMD).

Le procédé LMD est également réalisé sous une atmosphère inerte dans laquelle une poudre métallique est projetée et fusionnée par un laser sur un support [42]. Ce dernier peut aussi bien être un substrat vierge qu'une pièce à réparer. Un laser de haute intensité fond localement le substrat de matière en un bain liquide pendant que la poudre d'apport est fondue par ce même laser et projetée coaxialement. L'ensemble laser/projection de poudre balaye la géométrie voulue. A la fin de chaque couche, l'ensemble remonte pour la passe suivante. Après le refroidissement, le résultat d'une passe par LMD est un cordon de matière solide et dense.

Plusieurs paramètres d'entrée régissent le procédé [42,44,46]: la puissance et le diamètre du faisceau laser, la stratégie et la vitesse de balayage et la qualité et le débit de la poudre projetée. Par exemple, la hausse de la puissance laser augmente la profondeur de zone fondue, l'accélération du débit massique rehausse la hauteur du cordon de matière et enfin une vitesse de balayage

élevée aura un effet opposé en diminuant l'apport énergétique et le débit massique. De la même manière que pour la LPBF, la qualité de l'atmosphère inerte impacte la qualité du processus de projection laser.

I.3. Comportement dynamique des matériaux métalliques issus de la FA

Le comportement dynamique d'un matériau à très haute vitesse de déformation est régi par la mécanique des chocs, dont quelques éléments seront décrits dans le chapitre II. Il fait notamment intervenir une limite élastique en compression dynamique, ou limite élastique d'Hugoniot (HEL, pour « Hugoniot Elastic Limit ») et une résistance à la traction dynamique, ou limite d'écaillage (σ_{SP} pour « SPall strength »). Ces propriétés sont sensibles à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ (typiquement 10^4 à 10^7 s⁻¹ dans les expériences de choc), à la température et à la microstructure du matériau [47,48]. Comme cette microstructure dépend fortement du procédé de fabrication, il convient d'étudier les effets des procédés FA sur la réponse au choc, notamment pour toutes les applications où des matériaux ou des structures peuvent subir des impacts à hautes vitesses (débris, sable, grêlons, perte d'aube, ingestion d'oiseau, impact balistique, etc...). Cependant, de telles études restent encore peu rapportées dans la littérature. Des exemples sont présentés ci-dessous.

I.3.A. Tantale

Sur un matériau pur tel que le Tantale soumis à un chargement par impact de projectiles [49], des différences significatives sont relevées entre les échantillons fabriqués additivement par fusion laser sur lit de poudre (LPBF) et celui forgé. La fabrication additive permet une limite élastique plus élevée (autour de 3 GPa) que le forgeage (1,8 GPa), à l'inverse la limite d'écaillage est sensiblement plus élevée pour le cas forgé : 4,4 GPa contre environ 3,5 GPa suivant la nuance FA. Pour les cibles FA, des effets d'orientation sont mis en évidence : lorsque la direction du choc est la direction de construction Z, la limite d'écaillage est plus élevée que pour des cibles XY. Dans le cas des échantillons Z, un amorçage préférentiel aux joints de grains est observé.

I.3.B. Alliage d'aluminium

Largement employé par les avionneurs, l'alliage d'Aluminium AlSi10Mg, forgé ou fabriqué additivement, a fait l'objet d'études sous chargement par choc. Des expériences par impact plan de projectiles ($\dot{\epsilon}=10^4$ à 10^5 s⁻¹) ont été réalisées sur cet alliage fabriqué par LPBF, parallèlement et perpendiculairement à la direction de construction Z de l'alliage fabriqué par LPBF [50]. La limite d'élasticité dynamique et la limite dynamique à rupture sont respectivement deux et quatre fois plus hautes que celles du matériau coulé-forgé. La réponse dynamique des échantillons FA apparaît indépendante de la direction du choc. Le mode de rupture est qualifié de fragile avec de l'endommagement entre les bords de fusion. Sur la dépendance de l'alliage à la vitesse de déformation : limite d'élasticité et déformation plastique y sont sensibles et régies par différents processus, particulièrement pour la FA. Une sensibilité similaire est observée à des taux de déformation $\dot{\epsilon}$ plus faibles sur des expériences types barres d'Hopkinson ($\dot{\epsilon}=1,5.10^2$ à $1,5.10^3$ s⁻¹). Une transition de texture dans les échantillons choqués est constatée aboutissant à une augmentation de la limite d'élasticité proportionnelle à $\dot{\epsilon}$. Sur des campagnes de chocs laser à plus

hautes vitesses de déformation ($\dot{\epsilon}=10^5$ à 10^6 s⁻¹), deux qualités d'AlSi10Mg fait via LPBF sont étudiées : une avec de nombreux défauts de fusion et une autre pauvre en imperfections [51]. La présence des défauts dégrade fortement les propriétés dynamiques cependant ces dernières paraissent indépendantes de l'orientation du choc. En revanche, le faciès de rupture varie fortement avec la direction du choc dans la cible : parallèle (Z) ou perpendiculaire (XY) à la direction de fabrication (Figure 7). La forme des bains de fusion pilote l'amorçage et la croissance de l'endommagement conduisant à une combinaison des modes de fracture partagée entre inter-bains de fusion et trans-bains de fusion.

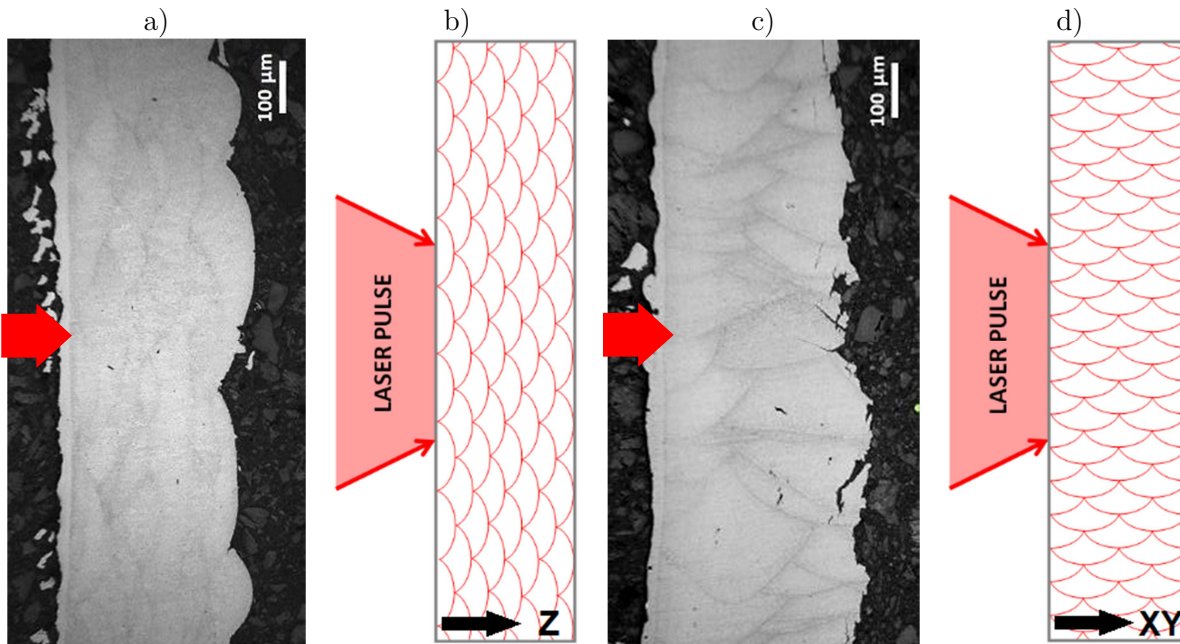


Figure 7 : Echantillons d'AlSi10Mg écaillés par choc laser [51]: microscopie transversale et schéma du chargement d'une cible Z a-b) et d'une cible XY c-d). Les bains de fusion apparaissent en foncé dans les microscopies : ces frontières constituent des sites privilégiés pour l'amorçage et la propagation de l'endommagement. La rupture entre ces bains de fusion dans les cibles Z a) est radicalement différente de la fracture intra-bains de fusion observée pour les cibles XY c).

I.3.C. Aciers inoxydables et aciers alliés hautes performances

Les aciers inoxydables austénitiques 316L et 304L ont été testés à plusieurs vitesses de déformation $\dot{\epsilon}$. Soumis à un essai d'impact de cylindre de Taylor ($\dot{\epsilon}=10^2$ s⁻¹), les échantillons fabriqués par LPBF présentent une limite d'élasticité environ 30% supérieure à leurs homologues forgés [52]. De plus les cibles XY présentent un domaine élastique plus vaste que les Z. Lors d'essais de type barres d'Hopkinson ($\dot{\epsilon}=10^3$ s⁻¹) menés sur des échantillons FA réalisés par dépôt de matière et forgés [53], les limites élastiques et d'écaillage (σ_{SP}) sont supérieures pour les échantillons FA comparés à ceux forgés : pour exemple $\sigma_{SP} = 3,4$ GPa en FA contre 2,6 GPa en forgé. Sur des microscopies de sections transversales de cibles Z en aciers 316L FA brut (sans traitements thermiques d'homogénéisation), l'endommagement apparaît et se propage à la frontière des bains de fusion laissés par le procédé FA (Figure 8b). Sur un échantillon similaire ayant subi un traitement de recristallisation (Figure 8a), les bains de fusions ne sont plus visibles et la fracture est alors très proche de celle observée sur une cible de même acier forgé (Figure 8c), serpentant légèrement et parallèle au plan d'écaillage. Des impacts de projectiles à

hautes vitesses de déformation via un canon à gaz sur un acier 304L [54] confirment une limite élastique et une limite d'écaillage supérieure pour les aciers inoxydables FA. Si la limite d'élasticité est identique dans les cibles Z ou XY, la limite à rupture semble être supérieure pour les impacts suivant Z.

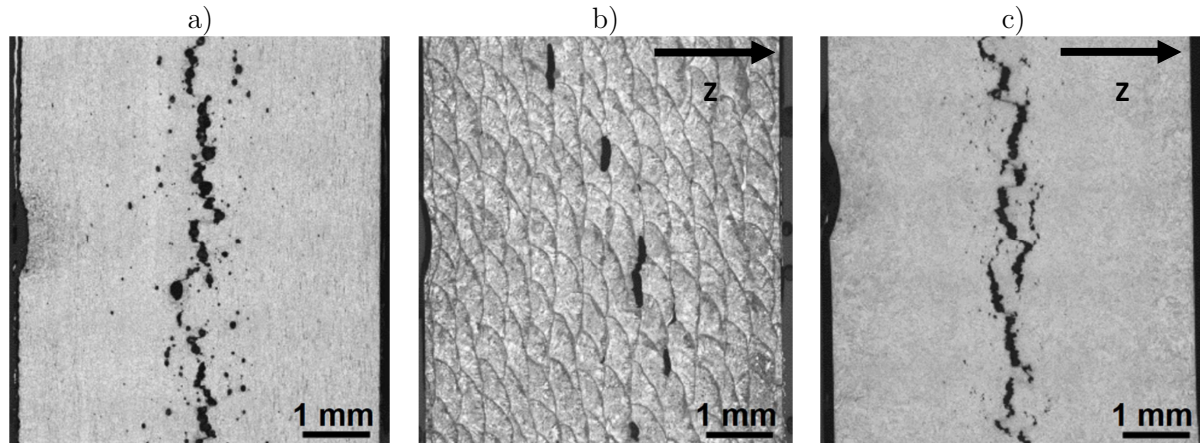


Figure 8: Sections transversales post-choc d'échantillons d'aciers 316L [53] : forgée a), FA brute b) et FA après un traitement de recristallisation c). A gauche la face choquée et à droite la surface libre : dans b) et c) la direction de fabrication Z est horizontale et dans le plan de l'image.

Des essais d'impact de plaque ($\dot{\epsilon}=10^4 \text{ s}^{-1}$) permettent une comparaison entre la fabrication additive et le laminage à chaud dans le cas de l'acier allié à haute résistance 09CrNi2MoCu [55], qui présente une teneur en Nickel d'environ 2%. Ils montrent une limite d'élasticité supérieure pour la nuance laminée à chaud face à une nuance FA brute : toutefois, après traitements thermiques sur les échantillons issus de FA, leur limite élastique égale voire dépasse celle des cibles issues de la voie conventionnelle. Pour la limite à rupture le constat est plus marqué : les cibles issues du laminage à chaud sont plus résistantes que leurs homologues fabriquées additivement, certains traitements thermiques permettent de se rapprocher des performances affichées par le laminage à chaud sans les égaler.

I.3.D. Alliage de Titane

Les alliages de Titane sont des matériaux à hautes performances répandus dans les applications aéronautiques de pointe. L'étude du comportement sous impact de plaque [56] de cibles de TA6V fabriquées additivement par fusion laser sur lit de poudre (LPBF) et forgées illustre une limite d'écaillage dépendante de la vitesse de déformation, et de l'orientation d'extraction pour les cas FA : 3,4 GPa pour les cibles XY et 5 GPa pour les Z. La comparaison entre les procédés de FA et de forgeage montre une résistance à la traction dynamique supérieure pour la voie forgée (5,3 GPa). La limite d'élasticité est autour de 2,7 GPa sans distinction de procédé.

I.3.E. Intermétallique Ni_3Al

Le Ni_3Al est la phase durcissante des superalliages base Nickel (voir § I.1.A.). Les alliages à base de l'intermétallique Ni_3Al connaissent un intérêt croissant de la part des motoristes aéronautiques, russes et chinois particulièrement. Des caractéristiques structurales propres aux intermétalliques découlent des propriétés physiques et mécaniques excellentes [57] : un point de fusion relativement élevé, une excellente résistance à haute température et une ductilité relativement faible. Si

toutefois les propriétés les rendent similaires aux céramiques, une bonne conductivité thermique et électrique, ainsi qu'une certaine susceptibilité à la déformation plastique les rapprochent des matériaux métalliques. Le Ni₃Al fabriqué par voie additive (LPBF) a été étudié sous choc par impact au canon à gaz ($\dot{\epsilon}=3.10^3 \text{ s}^{-1}$) [58]. Sa limite d'élasticité élevée varie entre 2,9 GPa et 2 GPa pour des épaisseurs de cible entre 0,3 et 1 mm.

I.3.F. Superalliages base Nickel

Si les superalliages de Nickel sont largement étudiés en quasi-statique, la littérature sur leur comportement son choc est plus rare, qu'ils soient fabriqués par voie conventionnelle ou par voie additive.

Le comportement dynamique de l'Inconel 718 issu d'un mode de fabrication conventionnel, (laminé), ou fabriqué additivement, (Arc-fil WAAM, procédé voisin du dépôt de matière), est documenté pour des essais d'impact via, respectivement, un canon à gaz ($\dot{\epsilon}=1,6.10^3$ à 5.10^3 s^{-1}) [59] et un dispositif de type barres d'Hopkinson ($\dot{\epsilon}=1.10^3$ à $3,5.10^3 \text{ s}^{-1}$) [60,61]. Les expériences au canon sur plusieurs cibles d'Inconel 718 laminées traitées thermiquement montrent une meilleure résistance à l'impact d'un échantillon recuit face à celui vieilli : la déformation plastique avant la perforation est supérieure pour le recuit. Ces essais balistiques montrent également la présence post-choc de bandes de cisaillement aux bords de la zone choquée par le projectile. Les essais sur la nuance d'Inconel 718Plus via un essai type barres d'Hopkinson [60] présentent une dépendance modérée du superalliage à la direction d'extraction, la résistance la plus élevée étant mesurée pour les cibles Z (environ 1,2 GPa). La résistance au choc est meilleure dans le superalliage forgé que dans celui brut de FA. Après une mise en solution et un vieillissement, la limite élastique dynamique FA et forgé est identique. Enfin, la nuance 718Plus, à son état brut en sortie du procédé WAAM, voit sa limite d'élasticité augmenter avec la température, entre 25 et 800 °C, et la vitesse de déformation, entre $1,5.10^3$ et $3,5.10^3 \text{ s}^{-1}$.

La limite d'écoulement du superalliage Inconel 690 dans des conditions de hautes vitesses de déformation ($\dot{\epsilon}=2,3.10^3$ à $8,3.10^3 \text{ s}^{-1}$) en compression dynamique [62] est fortement influencée par la vitesse de déformation et la température : 1,3 GPa à 25 °C elle baisse de près de 200 MPa à 900 °C. La fracturation est dominée par des bandes de cisaillement adiabatique. Les cupules observées sur le faciès dépendent du taux de déformation et de la température. La distribution des dislocations dans des conditions de taux de déformation élevé et de température ambiante est aléatoire. Ces dislocations sont annihilées lorsque la température augmente.

En 1993, l'étude du comportement du superalliage Haynes 230, nuance durcie par solution solide, sous choc à l'explosif ($\dot{\epsilon}=3.10^3 \text{ s}^{-1}$) [63] suggère que la plasticité présente un réseau de dislocations planes dépendant de la vitesse de déformation et de la température. Contrairement au Nickel pur, le superalliage contenant du Tungstène (W) n'emmagasine pas de dislocations avec le passage du choc.

Des impacts de plaque accélérées par un canon à gaz sur les superalliages polycristallin Inconel 738LC et monocristallin de Pratt&Whitney PWA 1483 permettent d'évaluer le comportement dynamique [64] à très forte vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}=3.10^5 \text{ s}^{-1}$). La limite d'élasticité et la limite d'écaillage de deux nuances est mesurées en fonction de la température. A température ambiante la limite d'élasticité de l'Inconel 738LC (Figure 9a) est de 1,7 GPa quand celle du PWA 1483 (Figure 9b) est supérieure à 2,5 GPa. Jusqu'à un peu plus de 500 °C la limite élastique des deux

alliages baisse jusqu'à, respectivement, 1,1 GPa et 1,8 GPa environ, pour remonter ensuite vers un pic à 2,0 GPa et 3,2 GPa, respectivement, peu avant 600 °C. Pour des températures supérieures à celles du pic, la limite d'élasticité dynamique chute drastiquement. Les limites d'écaillage des deux alliages suivent une évolution en fonction de la température similaire à celle décrite ci-avant (Figure 9c). Ces constats n'ont pas été faits à de faibles vitesses de déformation.

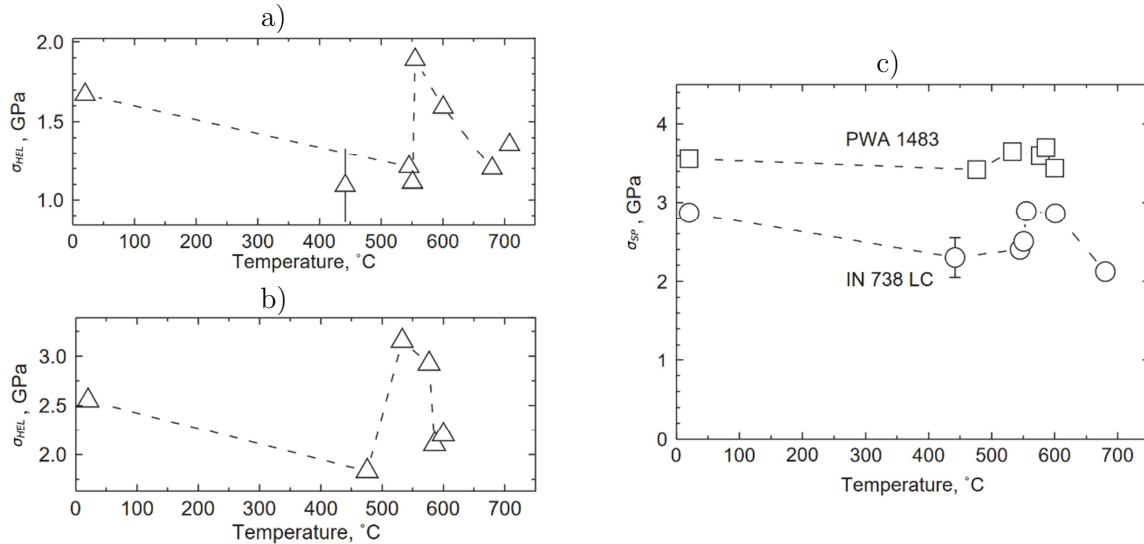


Figure 9 : Evolutions en fonction de la température des limites d'élasticité de l'Inconel 738LC a) et du PWA 7483 b). c) Evolution de la limite d'écaillage en fonction de la température pour les deux superalliages précités, d'après [64].

Il ressort de cette étude bibliographique que la FA semble avoir des effets complexes sur la réponse au choc, qui dépendent fortement du matériau considéré et des procédés (Tableau 4), mais aussi très largement de la vitesse de déformation et de la température. Globalement, les métaux issus de FA semblent présenter des tenues aux chocs tout à fait comparables à celles de leurs homologues fabriqués conventionnellement.

Tableau 4 : Bilan des connaissances sur le comportement dynamique des matériaux métalliques issus de la FA.

+ : supérieur, - : inférieur, ~ : équivalent, f(x) : fonction de x et TT : traitements thermiques

Matériau	Nuance	Limite élastique d'Hugoniot	Limite d'écaillage
Tantale [49]	Forgé	-	+
	Z	+	-
	XY	+	--
Alliage d'Aluminium [50,51,65]	Forgé	-	-
	Z	+	+
	XY	+	+
Aciers	Forgé	- [52-54] + [55]	- [52-54] + [55]
	Z	+ [52-54] -/~ [55]	++ [52-54] - [55]
	XY	++ [52-54] -/~ [55]	+ [52-54] - [55]
TA6V [56]	Forgé	~	+
	Z	~	--
	XY	~	-
Superaliages base Nickel	Forgé	/	+ +/~TT [60,61]
	Z	f($\dot{\epsilon}$) [60,61] f(T) [64]	+/~TT [60,61] f(T) [64]
	XY	f(T) [64]	- [60,61] f(T) [64]

I.4. Choix des matériaux étudiés

Dans le contexte décrit ci-dessus, nous avons fixé à la thèse deux objectifs :

- Caractériser le comportement dynamique des superalliages base Nickel sur une gamme de très hautes vitesses de déformation encore inexplorée et fournir les données nécessaires à la modélisation et la simulation numérique de ce comportement.
- Evaluer les effets de la fabrication additive sur ce comportement dynamique (effets encore peu étudiés comme indiqué dans l'état de l'art) en comparant avec une référence issue d'un procédé de fabrication conventionnel

Pour atteindre ces objectifs, nous avons mis à profit l'expertise reconnues des collègues de notre équipe « Endommagement et Durabilité » qui travaillent depuis de nombreuses années sur le comportement thermomécanique de ces superalliages et sur leur tenue en fatigue [66], et le partenariat étroit qu'ils ont établi avec un géant français des motorisations aéronautiques civiles et militaires [67,68]. Ainsi, nous avons pu étudier les deux superalliages évoqués plus haut, le René 65 et le Waspaloy, en nous procurant des lots de :

- Waspaloy obtenu par LMD
- René 65 produit par LPBF, avec traitements thermiques Subsolvus et Supersolvus
- René 65 issu de forgeage et traité Subsolvus, pour comparaison avec le René 65 FA

Les paramètres de FA sont la propriété des fournisseurs : nous n'y avons pas eu accès dans le détail. L'état microstructural de ces matériaux FA a été étudié en détail [69-72]. Pour chaque lot issu de FA, les échantillons sont prélevés sous la forme de plaques minces, découpés suivant la direction de construction ou perpendiculairement à celle-ci (Figure 10).

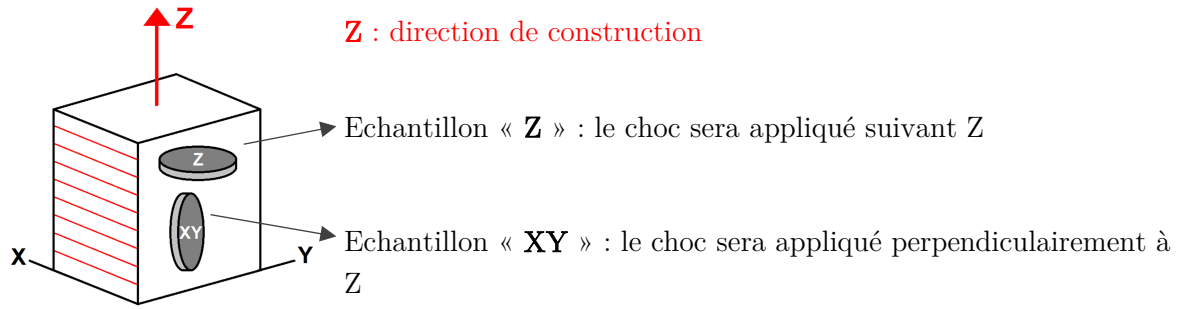


Figure 10 : Extraction des cibles dans un massif fabriqué additivement : les cibles sont désormais appelées Z et XY.

I.4.A. Microstructure du Waspaloy fabriqué additivement (FA)

Le Waspaloy produit par dépôt de matière fusionnée par laser présente une structure particulière et plusieurs travaux rapportent cet état microstructural et son évolution en fonction des paramètres du procédé FA. L'ensemble des cas étudiés [69–71] présente un panel de paramètres variés : vitesse de balayage, hauteur entre les passes, débit de poudre et énergie et temps du pulse de fusion. Des grains allongés suivant la direction de construction, sont observés par microscopie électronique entre les passes laser (c'est-à-dire dans la couche « métal déposé » sur la Figure 6) : leur longueur évolue entre 50 et 200 μm suivant les paramètres LMD et leur largeur entre 40 et 80 μm . Au passage du laser, la zone de fusion (voir Figure 6) présente une population de grains fins et proches d'être équiaxes. La texture d'orientation granulaire est majoritairement proche de [001] dans cette microstructure riche en grains colonnaires. Un certain niveau de porosité est relevé : de petits pores sphériques ($\varnothing 5$ à $\varnothing 50$ μm environ) peuvent être observés pour les échantillons illustrés dans la Figure 11. Ces pores ne se concentrent pas aux limites des passes laser.

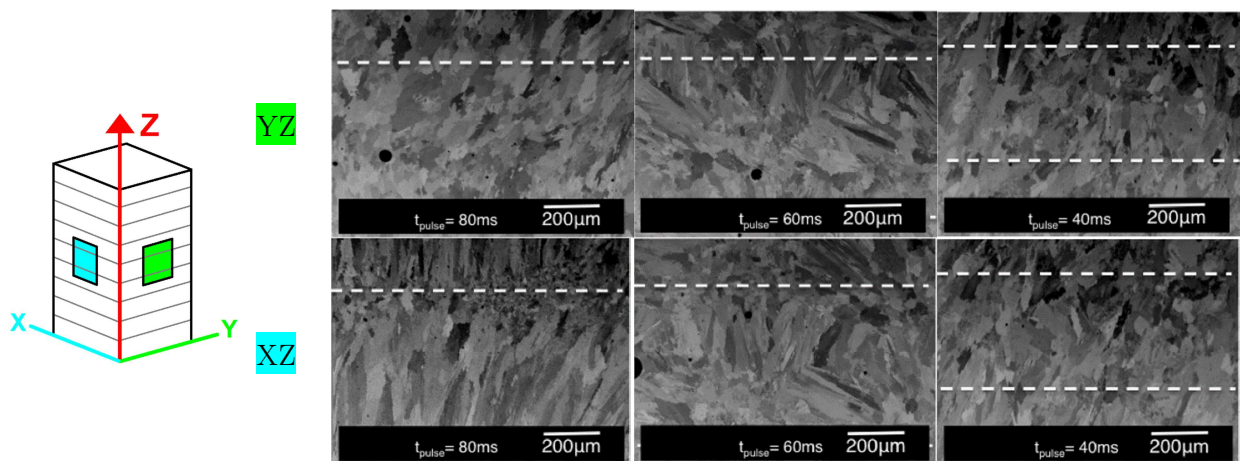
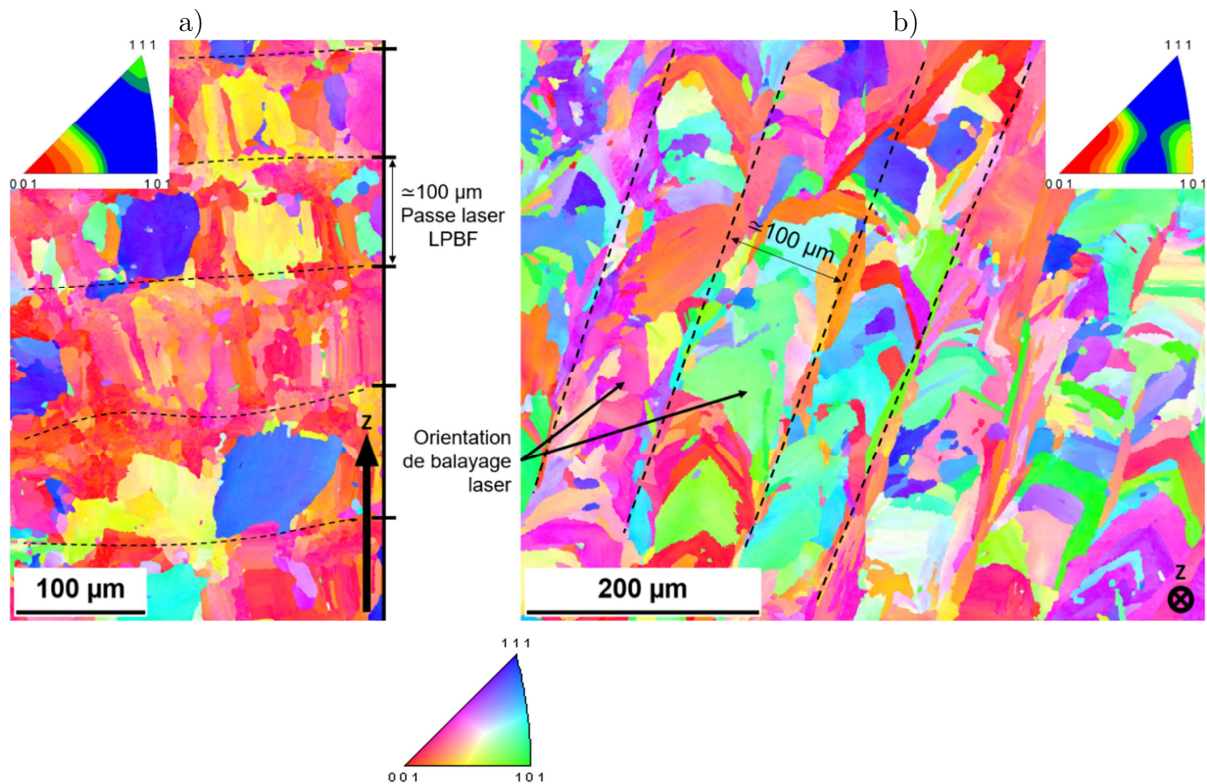


Figure 11 : Microscopies d'un mur de Waspaloy avec différentes durées d'impulsions laser t_{PULSE} des sections transversales YZ (en haut) et longitudinales XZ (en bas). Les lignes pointillées indiquent les limites des passes laser [71].

I.4.B. Microstructure du René 65 FA

Les propriétés microstructurales de notre superalliage René 65 fabriqué additivement sont connues : Subsolvus et Supersolvus ont précisément été analysés par Wessman et al. [72], dans des directions parallèles et perpendiculaires à la direction de construction Z. Comme le montre la Figure 12a-b, la microstructure FA Subsolvus présente des grains colonnaires d'une centaine de μm de long pour 40 μm de large. L'allongement des grains se fait parallèlement à la direction de fabrication. Dans la cartographie du Subsolvus Z, la présence importante de grains colonnaires, fins et orientés [001] est remarquée : l'empilement des grains est issu des passes successives du laser au fur et à mesure du procédé LPBF. Dans ce cas FA, le traitement Subsolvus a dissout les précipités γ' primaires, la microstructure ne présente que des grains biphasés γ - γ' secondaires sans macle. Dans un plan normal à la direction de construction (Figure 12b) (à Z constant), les bandes de grains traduisent la stratégie de balayage du procédé laser. Dans la Figure 12c-d, la microstructure traitée thermiquement Supersolvus a une géométrie granulaire très proche d'un cas équiaxe, la taille moyenne de grains est d'environ 80 μm . Une importante densité de macles est constatée dans l'état Supersolvus. D'après les textures d'orientation de la Figure 12, la texture [001] est très présente (couleur rouge majoritaire) dans les échantillons Subsolvus, parallèlement et perpendiculairement à la direction de fabrication. Dans le Supersolvus, les textures d'orientation sont plus aléatoires suggérant des propriétés mécaniques plus isotropes. Cette étude [72] rapporte également une distribution multimodale des précipités γ' , le matériau Supersolvus ayant une distribution généralement plus fine (Figure 13).



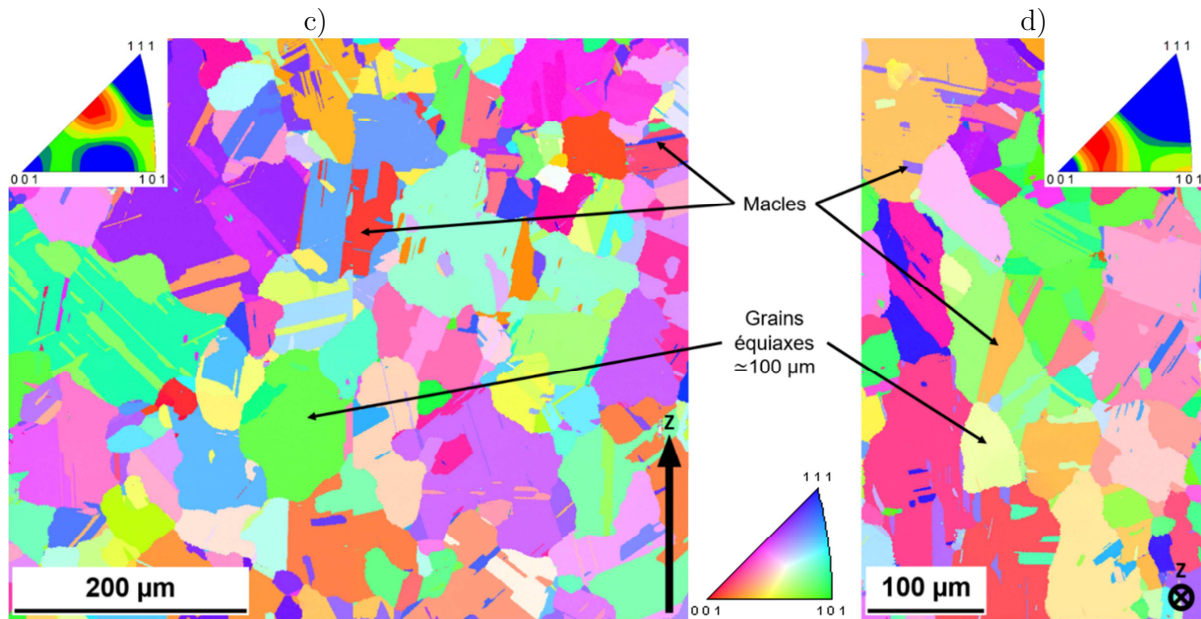


Figure 12 : Figure de pôle inverse EBSD, les orientations sont données suivant la direction de fabrication Z. Subsolvus Z a), Subsolvus XY b), Supersolvus Z c) et le Supersolvus XY d). Les textures d'orientation sont présentées pour chaque cartographie [72].

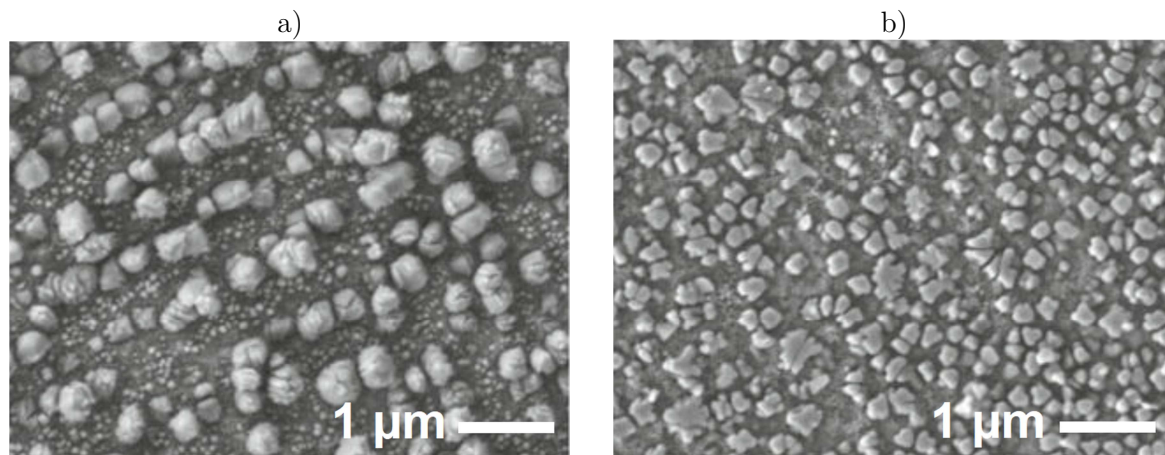


Figure 13 : Distribution des précipités γ'' dans le René 65 Subsolvus a) et Supersolvus b) [72].

I.4.C. René 65 forgé de référence

Le René 65 de référence, issu du forgeage, est obtenu plus précisément par voie coulée-forgée suivant le processus VIM-ESR-VAR détaillé dans la Figure 14. La première étape est une coulée par induction sous vide (Figure 14a), Vacuum Induction Melting (VIM), dans un creuset. Le lingot d'alliage de base obtenu présente des impuretés nées du manque de transferts de chaleurs durant la solidification. Les étapes de refusion sous laitier (Figure 14b), Electro-Slag Remelting (ESR) et de refusion à l'arc électrique sous vide (Figure 14c), Vacuum Arc Remelting (VAR), compactent et nettoient la microstructure sans altérer la composition du superalliage. Le lingot est ensuite compacté à chaud (Figure 14d) pour homogénéiser sa microstructure, étiré (Figure 14e) puis forgé (Figure 14f) pour aboutir aux bruts dont seront extraites nos cibles.

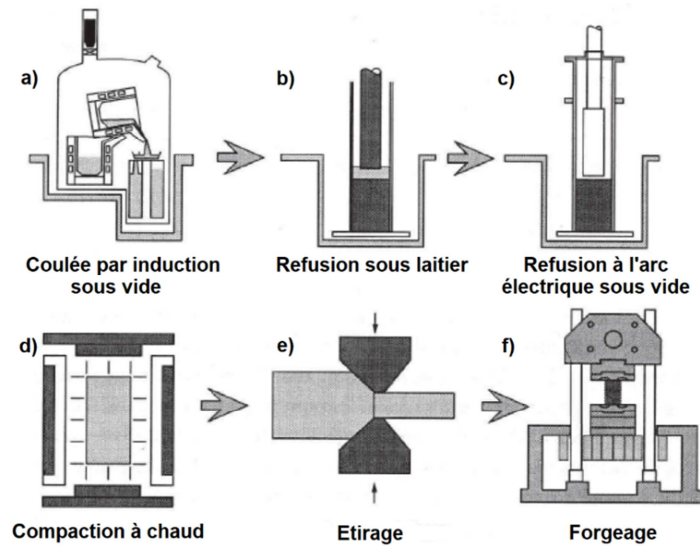


Figure 14 : Etapes du procédé d'élaboration du René 65 coulé-forgé.

Le René 65 forgé utilisé lors de l'étude est du René 65 Subsolvus : cette nuance présente des caractéristiques exceptionnelles en traction et en fatigue. En effet, sur le René 65 forgé, le traitement thermique Supersolvus donne des grains très grossiers, d'une taille souvent supérieure à 1 mm. Les précipités γ' primaires sont entièrement dissous à la température du traitement Supersolvus. Une telle granulométrie est incompatible avec le comportement mécanique attendu de ce superalliage : les tentatives d'obtenir une taille de grains intermédiaire ont été infructueuses. Pour ces raisons, l'industrie ne considère pas utile à la conception technique le René 65 forgé traité Supersolvus.

La caractérisation de microstructures de René 65 forgé est décrite dans la littérature [11] pour des traitements thermiques identiques (Subsolvus) aux échantillons testés dans cette étude. Pour des vitesses de refroidissement comprises entre 10 et 108°C/min (Figure 15), des grains fins (10 μm) équiaxes sont observés avec de nombreux précipités γ' primaires plus petits (5 μm) aux joints de grains. La distribution des γ' secondaires est de plus en plus fine avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement. Des inclusions (en blanc) non-métalliques sont relevées.

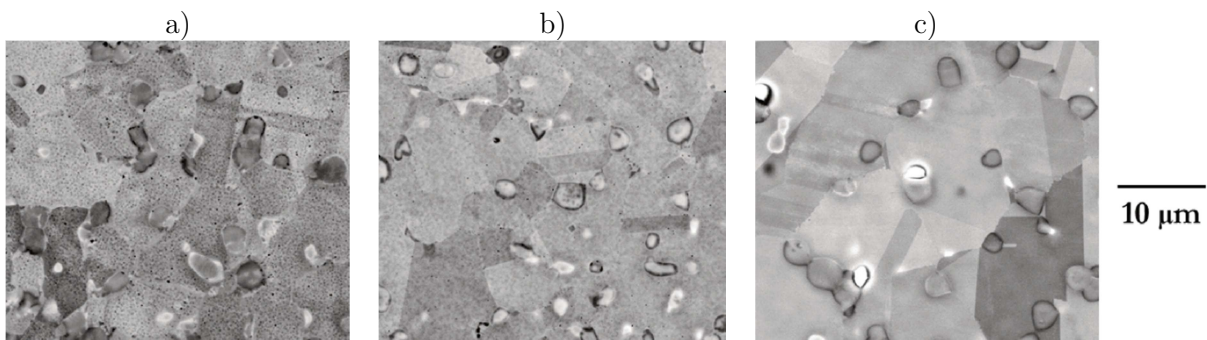


Figure 15 : Microstructures de René 65 forgé après une mise en solution Subsolvus puis un refroidissement de 10°C/min a), 37°C/min b) et 108°C/min c) [11].

Pour confirmer et compléter ces informations tirées de la littérature, les microstructures de nos échantillons sont caractérisées au chapitre III.

Chapitre II : Outils

II.1. Outils théoriques.....	31
II.1.A. Mécanique des chocs et courbes caractéristiques	31
II.1.B. Transmission et réflexion au passage d'une interface	33
II.1.C. Elasto-plasticité en dynamique rapide	33
II.1.D. Traction dynamique et écaillage.....	34
II.2. Outils expérimentaux.....	35
II.2.A. Chocs laser au LULI.....	35
II.2.A.1. HERA	36
II.2.A.2. LULI2000	37
II.2.B. Impact de plaque	39
II.2.B.1. Laser 25J PPRIME	39
II.2.B.2. Interaction confinée.....	40
II.2.B.3. Accélération d'un impacteur d'aluminium	41
II.2.B.4. Expériences d'impact de plaque	41
II.2.C. Instrumentation sous choc.....	42
II.2.C.1. Interférométrie Doppler de type VISAR	42
II.2.C.2. VISAR Valyn	42
II.2.C.3. VISAR ligne	44
II.2.C.4. Visualisation transverse.....	47
II.2.D. Moyens d'observation post-choc	49
II.2.D.1. Découpe et polissage pour les observations transversales.....	49
II.2.D.2. Microscopie optique et microscopie électronique.....	50
II.2.D.3. Diffraction d'électrons rétrodiffusés, EBSD.....	52
II.2.D.4. Rayons X : radiographies et tomographies.....	53
II.3. Outils numériques	54
II.3.A. Logiciel de simulation Radioss.....	54
II.3.A.1. Maillage.....	54
II.3.A.2. Schéma d'intégration temporel.....	54
II.3.B. Maillages polycristallins.....	55

II.1. Outils théoriques

Le comportement de la matière à très hautes vitesses de déformation est régi par la mécanique des ondes de choc en milieux condensés [73,74]. Cette partie présente succinctement quelques éléments théoriques qui seront utilisés par la suite pour décrire ce comportement.

A l'inverse du principe fondamental de la statique selon lequel la somme des forces extérieures est nulle ($\Sigma F = 0$), le principe fondamental de la dynamique prend en compte les effets d'inerties : la somme des forces extérieures est égale à la quantité d'accélération ($\Sigma F = ma$).

II.1.A. Mécanique des chocs et courbes caractéristiques

Une onde de choc se propage à une vitesse finie et vient modifier l'état physique et cinétique d'un milieu matériel. Elle crée une discontinuité dans le milieu étudié. Au passage du choc, l'état thermodynamique évolue et les variables caractéristiques, pression (P), masse volumique (ρ), vitesse matérielle (u), célérité du choc (D) et énergie interne (E), changent de l'état initial à l'état choqué. Si la variation de pression (dP) est positive l'onde est qualifiée d'onde de choc (ou de compression), sinon c'est une onde de détente.

- *Relations de Rankine-Hugoniot*

Le comportement du milieu condensé est assimilé à celui d'un fluide. Le front de choc est vu comme infiniment raide, plan et stable et les échanges de chaleur avec l'extérieur sont négligés (hypothèse adiabatique). Comme présenté dans la Figure 16, considérons qu'un solide passe de l'état 0 à l'état 1 sous l'effet d'un choc se propageant à une célérité D .

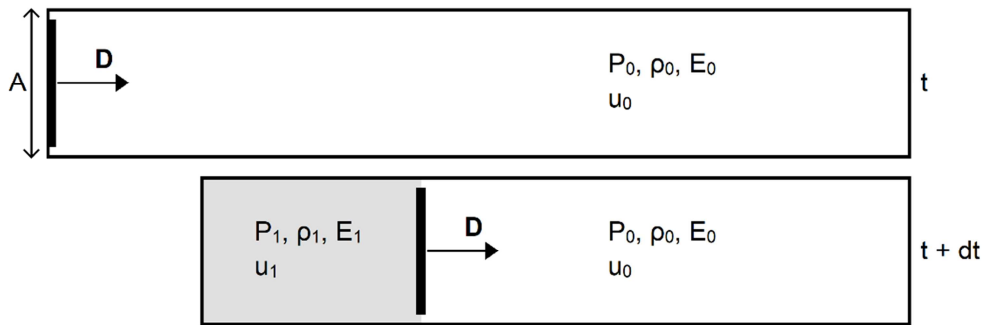


Figure 16 : Propagation d'un choc 1D dans un milieu.

Entre cet état initial 0 et l'état 1, la conservation de la masse, la loi fondamentale de la dynamique et la conservation de l'énergie fournissent les équations de Rankine-Hugoniot [73,74], respectivement :

$$\rho_0 (D - u_0) = \rho_1 (D - u_1) \quad 1$$

$$P_1 - P_0 = \rho_0 (D - u_0) (u_1 - u_0) \quad 2$$

$$E_1 - E_0 = \frac{1}{2} (P_1 + P_0) (V_0 - V_1) \quad 3$$

- **Equation d'état**

Les variables d'état P, V et E sont interdépendantes : les états thermodynamiques possibles pour le milieu d'étude sont situés sur une surface particulière de l'espace pression - volume (V) - énergie. Cette surface d'état comporte plusieurs nappes correspondant aux diverses phases que peut connaître la matière étudiée. Cette surface peut être décrite par une relation d'état $E=E(P,V)$.

- **Courbes caractéristiques**

Les relations de Rankine-Hugoniot et l'équation d'état relient les trois variables thermodynamique P, V et E ainsi que les deux grandeurs cinétiques du problème D et u. A partir de l'une de ces cinq variables, on peut donc calculer les quatre autres. Ainsi, des courbes caractéristiques lient ces variables deux à deux, en particulier la courbe d'Hugoniot dans le plan P-V (Figure 17a) et la polaire de choc dans le plan P-u (Figure 17b). La pente Z à l'origine de la polaire est l'impédance acoustique du matériau.

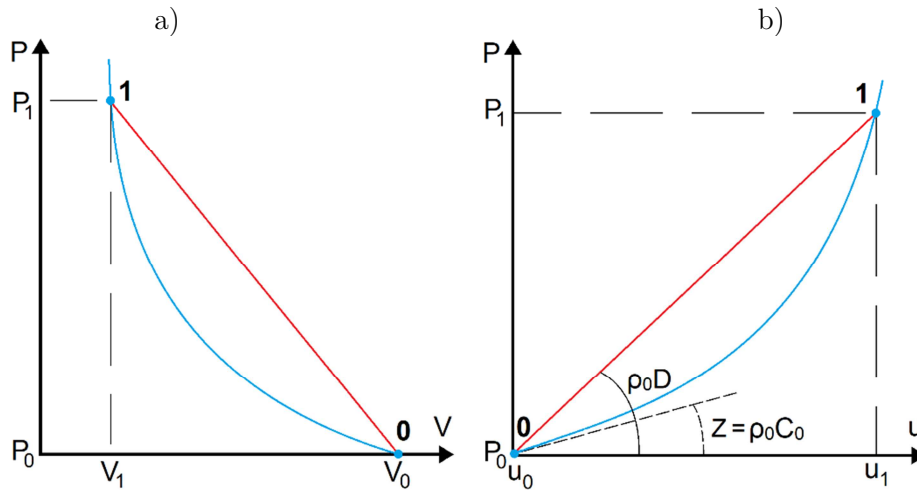


Figure 17 : Courbe d'Hugoniot a) et polaire de choc b).

De plus, l'expérience montre, dans la majorité des cas, une relation linéaire entre la célérité du choc D et la vitesse matérielle u :

$$D = c_0 + s_0 u \tag{4}$$

Où c_0 , la vitesse du son, et s_0 sont des constantes caractéristiques du matériau.

- **Polaire de choc**

L'équation de la polaire de choc de référence est obtenue par substitution de la célérité D de la relation 4 dans l'équation 2, avec une vitesse initiale nulle $u_0=0$ et une pression $P_0 \approx 0$ négligée au regard des pressions mise en jeu lors du choc. On obtient :

$$P = \rho_0(C_0 + s_0 u)u \tag{5}$$

Quelques approximations sont communément admises pour des pressions modérées ($P < 100$ GPa) [74] :

Isentropique : l'augmentation de l'entropie dans le front de choc peut être grande mais son influence dans le plan P-u est négligeable.

Polaire unique : Les polaires sont confondues pour des chocs successifs.

Adiabatique unique : Compte tenu des approximations précédentes, les états atteints par chocs et détente depuis un état choqué (P_1, u_1) se situent sur la polaire passant par cet état 1 et sur la polaire symétrique par rapport à l'axe $u=u_1$ pour une onde réfléchi.

II.1.B. Transmission et réflexion au passage d'une interface

En considérant deux milieux accolés A et B à u_0 et P_0 (Figure 18a), lorsqu'un choc se propage dans A (et le porte à l'état 1) et atteint l'interface entre A et B, l'équilibre hydrodynamique impose entre les deux milieux, de part et d'autre de l'interface et à chaque instant une égalité de pression (P) et de vitesse matérielle (u). Cette condition d'équilibre est maintenue tant que A et B sont en contact pour respecter la continuité et la non-pénétrabilité de la matière. Pour garantir l'équilibre lorsque le choc se propage de A à B, une onde est transmise dans B et une onde est réfléchi dans A : ces ondes portent alors les deux milieux à l'état 2 (Figure 18b).



Figure 18 : Passage d'un choc incident $0 \rightarrow 1$ à l'interface entre les milieux A et B initialement au repos a) : dans B une onde $0 \rightarrow 2$ est transmise, dans A une onde $1 \rightarrow 2$ est réfléchi b).

Deux cas se présentent selon les positions relatives des polaires du milieu A et B, autrement dit, selon le rapport des impédances acoustiques Z_A et Z_B . Si la polaire de B est au-dessus de celle de A ($Z_B > Z_A$), un choc est réfléchi, A est recomprimé et ralenti ($u_2 < u_1$) : au passage de l'interface, la pression augmente ($P_2 > P_1$). Si $Z_B < Z_A$, une détente est réfléchi : le milieu A accélère ($u_2 > u_1$) et la pression diminue ($P_2 < P_1$) [74].

II.1.C. Elasto-plasticité en dynamique rapide

Dans ce qui précède, les milieux ont été assimilés à des fluides compressibles. La réponse des matériaux solides est en réalité élastique jusqu'à une limite élastique (ou limite d'écoulement), puis plastique au-delà de cette limite. La propagation des ondes de choc et de détente, est directement affectée par ce comportement élasto-plastique. L'onde de choc se dédouble en un précurseur élastique suivi d'une onde plastique : ces deux ondes se propagent respectivement à la vitesse longitudinale du son C_L et à la vitesse D . Dans les plans P-V (Figure 19a) et P-u (Figure 19b) ce comportement élasto-plastique se traduit par une singularité appelée limite élastique d'Hugoniot et notée σ_{HEL} [74]. Cette limite n'est pas une caractéristique intrinsèque puisqu'elle dépend par exemple de la température et de la vitesse de déformation. Lors du débouché du choc

en surface libre, la vitesse de cette dernière passera de 0 à $2u_{HEL}$ lors du passage du précurseur élastique : de cette différence de vitesse est déduite σ_{HEL} telle que :

$$\sigma_{HEL} = \rho_0 C_L u_{HEL} \quad 6$$

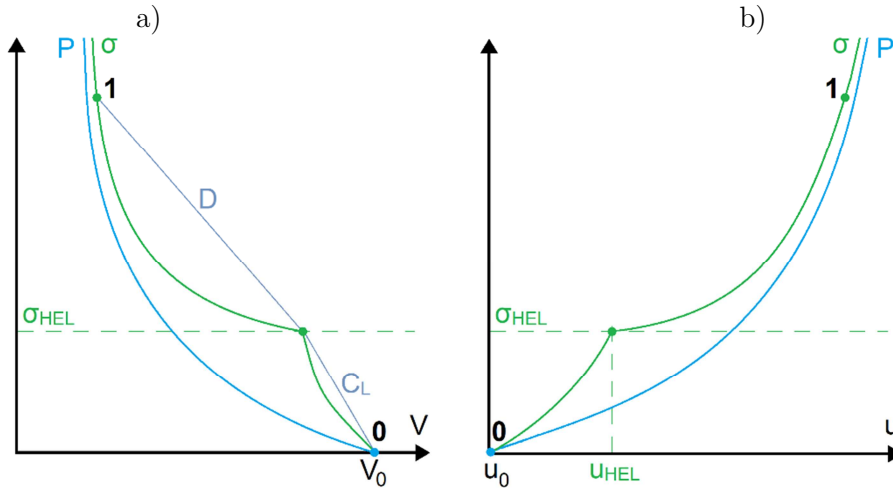


Figure 19 : Elasto-plasticité dans le plan P-V a) et le plan P-u b).

II.1.D. Traction dynamique et écaillage

La Figure 20 illustre schématiquement le phénomène d'écaillage dans une cible choquée par une impulsion de pression. Considérons un matériau à un état initial 0 de repos ($P_0=0$, $u_0=0$) soumis à un choc de pression P_1 et de durée τ . L'onde de choc se propage dans la matière et la porte à l'état 1 (P_1 , u_1). Pour simplifier le tracé, les polaires sont représentées comme des droites, et l'étalement des ondes de détente (représentées en bleu) est négligé. Sur la surface libre opposée au choc, l'onde de choc se réfléchit en une détente : l'état 2 est atteint avec la condition de surface libre, tel que $P_2=0$ et $u_2=2u_1$. Au temps τ après le choc, la surface choquée repasse de la pression P_1 au repos P_0 : une détente se propage derrière le choc. Le croisement des détente incidentes et réfléchies fait naître un état 3 de pression négative, le milieu est sollicité en traction. Si la contrainte dépasse le seuil d'endommagement σ_{SP} admissible par le matériau (Figure 20b), cet état 3 ne peut pas être atteint : la rupture (appelée écaillage) se produit dès que le seuil est atteint dans les états 3' et 3". Des ondes de recompression sont alors produites depuis les nouvelles surfaces libres que constitue la fracture. Les interactions d'ondes qui s'ensuivent font apparaître de nouveaux états. Leur analyse montre que [75] :

$$\sigma_{SP} = \frac{1}{2} \rho_0 C_0 \Delta U \quad 7$$

Où ΔU est la décélération de la surface libre entre u_2 et u_4 , avant sa réaccélération produite par l'arrivée de l'onde de recompression issue de la fracture.

chargement en pression a lieu sur la surface du matériau. L'amplitude de ce chargement est directement pilotée par le flux surfacique incident Φ_S :

$$\Phi_S = \frac{E}{\pi \frac{\phi^2}{4} \tau} \quad 9$$

Où E est l'énergie laser, τ la durée d'impulsion et ϕ le diamètre de la tache irradiée.

Pendant son expansion, le plasma se divise en deux régions [77] (Figure 21) :

- Le plasma sous-dense se détend dans la zone d'absorption. Dans ce volume, l'énergie de l'impulsion laser est absorbée et forme le plasma. Cette énergie est convertie en énergie thermique par les électrons.
- Le plasma dense est contenu dans la zone de conduction à la surface du matériau. L'énergie thermique du plasma sous-dense est transmise au matériau. La matière chauffée connaît une ablation soutenant l'expansion du plasma : en réaction, une onde de compression est transmise au matériau.

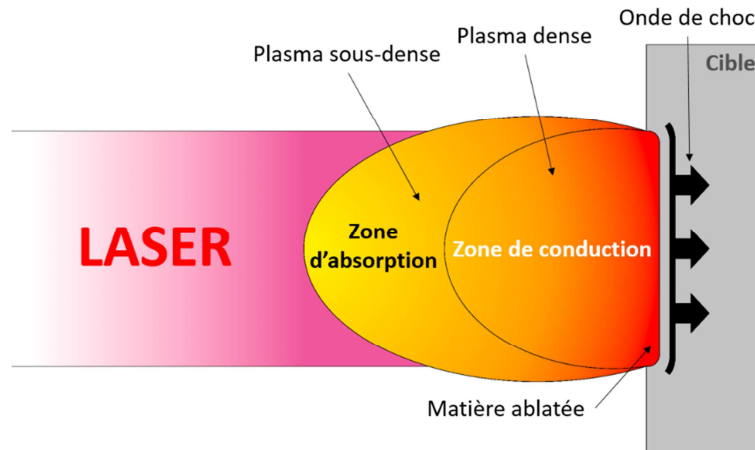


Figure 21 : Formation d'une onde de choc par irradiation laser directe

Aux fortes intensités considérées, le rayonnement laser ionise les molécules d'air, et l'énergie est absorbée avant d'atteindre la cible. Le phénomène de claquage dépend de la pression et de la nature du milieu traversé, de la qualité de l'optique de focalisation ainsi que de la longueur d'onde et la qualité de la tache émises par le laser [78,79]. Pour s'affranchir de ce phénomène de claquage, la cible est placée dans une enceinte sous vide : en effet à basse pression, la raréfaction de la population d'électrons limite le phénomène d'avalanche électronique menant à l'ionisation.

II.2.A.1. HERA

HERA, fille de CRONOS et mère d'HEPHAISTOS, est un laser impulsif situé dans l'enceinte du LULI. CRONOS est la plateforme d'étude du comportement des matériaux en conditions extrêmes par choc laser, à bas et moyen flux, elle regroupe le laser HEPHAISTOS du laboratoire Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux (PIMM) et HERA. Ce laser est de longueur d'onde 1053 nm, la chaîne d'amplification se partage entre des amplificateurs à barreaux puis à disques de verres de phosphate. L'oscillateur à l'origine de l'impulsion inclut un barreau de verre au Fluorure de Lithium d'Yttrium dopé au Néodyme (Nd :YLF), le pompage de la cavité est fait

par diodes. L'impulsion est pilotable en forme et en durée. La chaîne laser développe 200 J à pleine puissance, avec ici une impulsion au profil « carré » d'une durée de 15,7 ns (Figure 22a). Le temps de refroidissement de la chaîne permet une cadence d'un tir toutes les 20 minutes [80]. Dans nos expériences, le faisceau est focalisé sur une tache de diamètre 1,07 mm, les tirs sont réalisés sous vide secondaire ($<10^{-2}$ Pa). On utilise une lame de phase pour homogénéiser et répartir l'énergie dans la tache focale (Figure 22b). D'après l'équation 9, le flux surfacique incident est de $1,4 \text{ TW/cm}^2$ à 200 J et $0,6 \text{ TW/cm}^2$ lors des tirs aux plus faibles énergies (80 J).

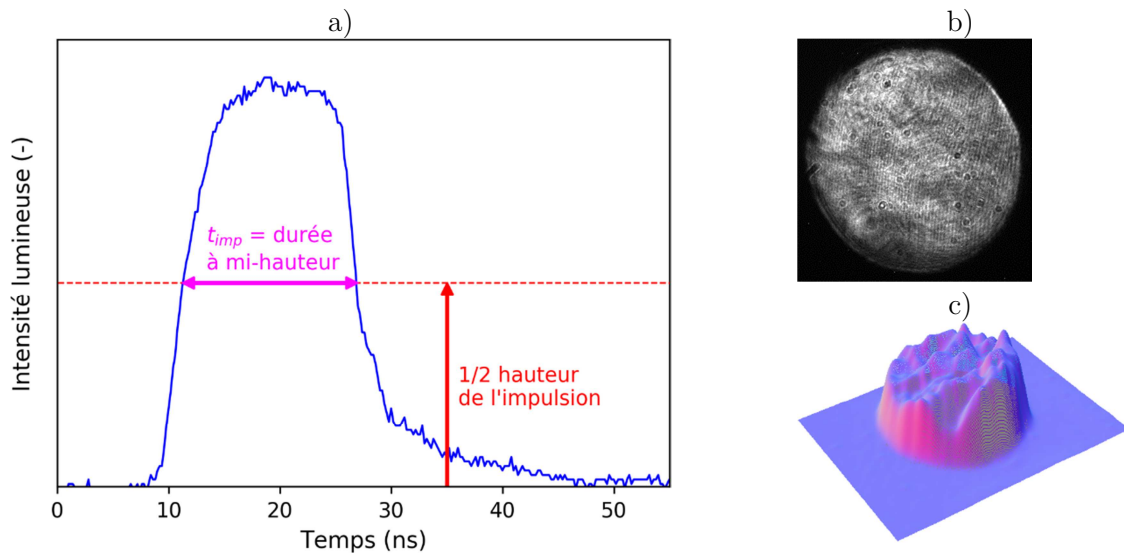


Figure 22 : Mesure oscilloscope de la durée d'impulsion t_{imp} a), image du laser plein faisceau (diamètre 1,07 mm) b) et répartition de l'énergie sur la tache laser c).

L'enceinte expérimentale permet la mise en place de trois cibles : la platine porte-échantillons est translatée verticalement après chaque tir pour aligner la cible suivante avec le faisceau : cette configuration évite la dépressurisation de la chambre à vide, les quelques minutes de pompage nécessaires et la remise à l'air plus longue. Un porte-échantillon accueille trois cibles, avec 35 mm d'écartement vertical.

II.2.A.2. LULI2000

La campagne sur LULI2000 permet de travailler à des niveaux d'énergie plus élevés et avec une tache laser de plus grand diamètre. Les pressions atteintes sont supérieures et permettent l'éjection de l'écaïlle, l'instrumentation mise en œuvre est également plus complète (décrite dans § II.2.C.3.). Le hall laser de LULI2000 contient deux chaînes mono-impulsionnelles identiques : Nord et Sud. Ces deux laser sont au verre dopé au Néodyme et de longueur d'onde $\lambda = 1053 \text{ nm}$. L'impulsion laser pilote passe dans plusieurs systèmes afocaux pour atteindre $\varnothing 37 \text{ mm}$ puis est successivement intensifiée et agrandie par des amplificateurs à barreaux (trois de $\varnothing 50 \text{ mm}$) puis à disques (deux de $\varnothing 94 \text{ mm}$, un de $\varnothing 150 \text{ mm}$ et trois de $\varnothing 208 \text{ mm}$) de verre dopé au néodyme. Tout le long du trajet d'amplification, des filtres spatiaux lissent le faisceau laser et des mesures permettent de quantifier la répartition d'énergie dans la tache (Figure 23b-c). Le délai de refroidissement de chaque chaîne est de 90 minutes, autorisant un tir des deux chaînes en

simultané chaque heure et demie pour une énergie maximale proche de 2 kJ, ou toutes les 45 minutes un tir par chaîne avec une énergie maximale de 1 kJ.

La configuration d'une chaîne par tir est retenue pour notre campagne : l'énergie disponible permet l'éjection complète de l'écaille et la cadence autorise un plan de tir ambitieux. On utilise des impulsions « carrées » de durées de 5 ns (Figure 23a) et 10 ns. Le diamètre de la tache focale sur la surface irradiée est contrôlé et mesuré chaque jour par une caméra CCD. On utilise un diamètre 2,5 mm (Figure 23b,c) pour la chaîne Nord et un $\varnothing 3$ mm pour la Sud. Le flux surfacique incident varie ainsi entre 1 et 3 TW/cm² suivant ce diamètre et la durée d'impulsion choisie.

Les tirs sont réalisés dans la chambre à vide CASIMIR. Les faisceaux parvenant des chaînes Nord et Sud sont focalisés au centre de l'enceinte, avec un angle de 10° entre les deux. De manière à éviter le phénomène de claquage dans l'air, un vide secondaire ($<10^{-2}$ Pa) est effectué dans la chambre d'expérience.

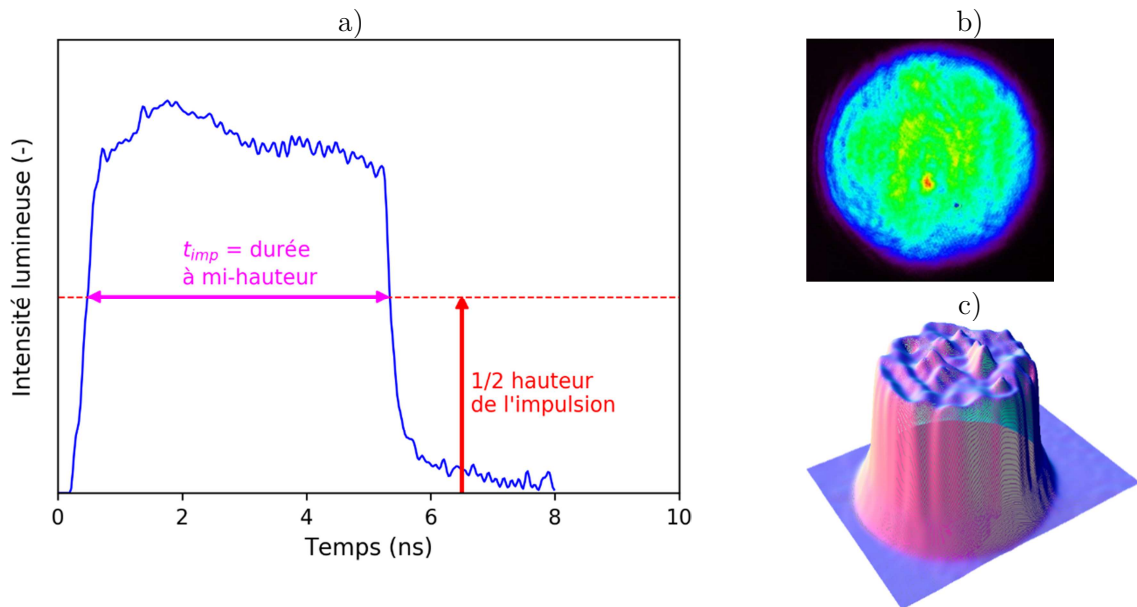


Figure 23 : Impulsion laser délivrée par LULI2000 ($t_{imp}=5$ ns) a), image plein faisceau (diamètre 2,5 mm) b) de la chaîne Nord et répartition de l'énergie sur cette tache laser c).

Pour assurer le bon positionnement de la cible, on utilise des platines micrométriques contrôlant les rotations et translations dans les trois dimensions ainsi que des supports aimantés. Ces portes-échantillons garantissent la bonne position et la bonne orientation de la surface libre de la cible au centre de la chambre et dans le plan normal au diagnostic de vitesse. Avant chaque tir, le réglage du porte cible est fait sur un banc d'alignement en salle de tir : le banc visualise le centre chambre, une fois la coïncidence avec le vrai centre chambre contrôlée

II.2.B. Impact de plaque

Les essais réalisés à l'Institut Pprime se font avec un dispositif expérimental sensiblement différent des essais HERA et LULI2000, qui permet de soumettre les échantillons à l'impact d'une feuille métallique mince propulsée par une impulsion laser d'énergie relativement faible. La Figure 24 montre un schéma de principe de ce dispositif. Les vitesses de déformation atteintes sont plus faibles, complétant les essais menés sur HERA et LULI2000.

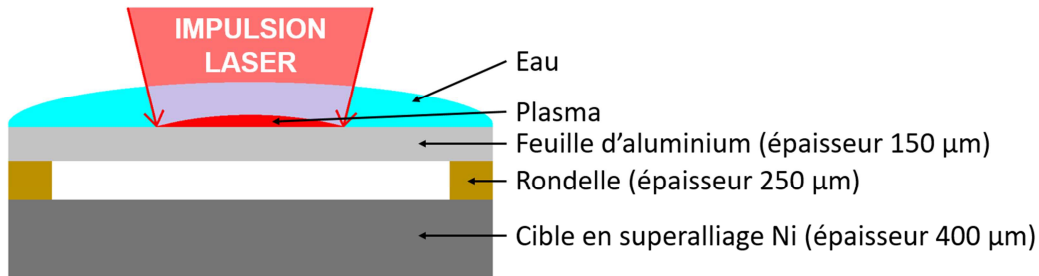


Figure 24 : Schéma de principe du dispositif PPRIME d'impact de plaque.

II.2.B.1. Laser 25J PPRIME

Le laser de l'Institut Prime est un chaîne mono-impulsionnelle dotée d'une cavité optique de longueur d'onde $\lambda = 1053 \mu\text{m}$ et de deux barreaux amplificateurs (Figure 25).

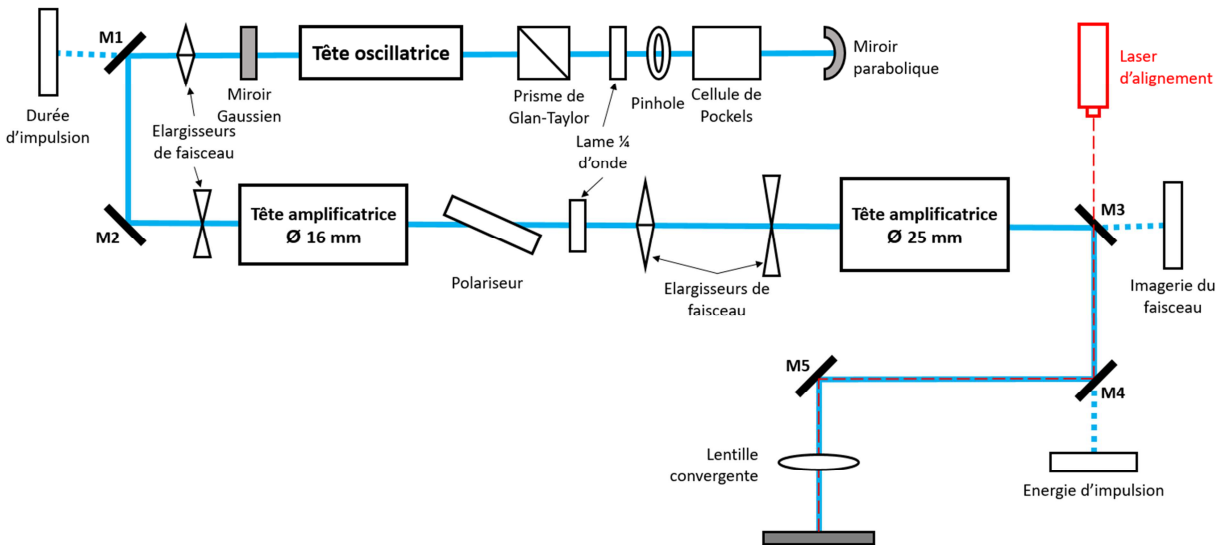


Figure 25 : Schéma du laser 25J PPRIME.

Le pompage de la cavité laser est amorcé dans la tête oscillatrice (Figure 25) par quatre lampes flash bombardant de photons un barreau de verre phosphate dopé au néodyme de diamètre 7 mm. Le train de photons fait alors des allers-retours entre un miroir parabolique de fond et un miroir gaussien de sortie en traversant plusieurs composants optiques :

- Le cube séparateur polarisant, ou prisme de Glan-Taylor, permet de polariser la cavité laser. Dans ce cas, le prisme décompose la lumière incidente et en deux faisceaux polarisés : l'un est transmis, un autre subit une réflexion totale.

- La cellule de Pockels agit comme un commutateur qualité (Q-switch) et permet au laser de fournir une impulsion optimale : courte et de haute puissance.
- Le pinhole du laser est une fine (150 μm) rondelle en polymère de diamètre intérieur choisi (ici \varnothing 5,5 mm). En agissant comme un filtre spatial, le pinhole bloque les modes transversaux de radiations électromagnétiques (Transverse Electromagnetic Modes (TEM)) supérieurs au TEM₀₀. Ce dernier est le mode fondamental de la cavité laser.

Au-delà d'une certaine intensité, le miroir de sortie laisse fuir l'impulsion laser : cette dernière est alors d'une énergie comprise entre 250 et 500 mJ. Le trajet d'amplification (Figure 25) commence par un agrandissement du faisceau pour pénétrer le barreau de \varnothing 16 mm et une photodiode ultrarapide mesure la durée d'impulsion (Figure 26a), en fuite du miroir M1. L'amplificateur de \varnothing 16 mm est celui permettant le plus fort gain. La tache laser est à nouveau agrandie pour son entrée dans le dernier étage d'amplification de diamètre 25 mm. Après cela, une image de la tache laser est faite par un capteur CCD (Figure 26b,c) en fuite du miroir M3 et l'énergie est mesurée en fuite du miroir M4 avec un calorimètre. Le faisceau est ensuite focalisé par une lentille convergente au-dessus du porte-cible : le diamètre de la tache irradiée est contrôlé en ajustant la hauteur de cette lentille.

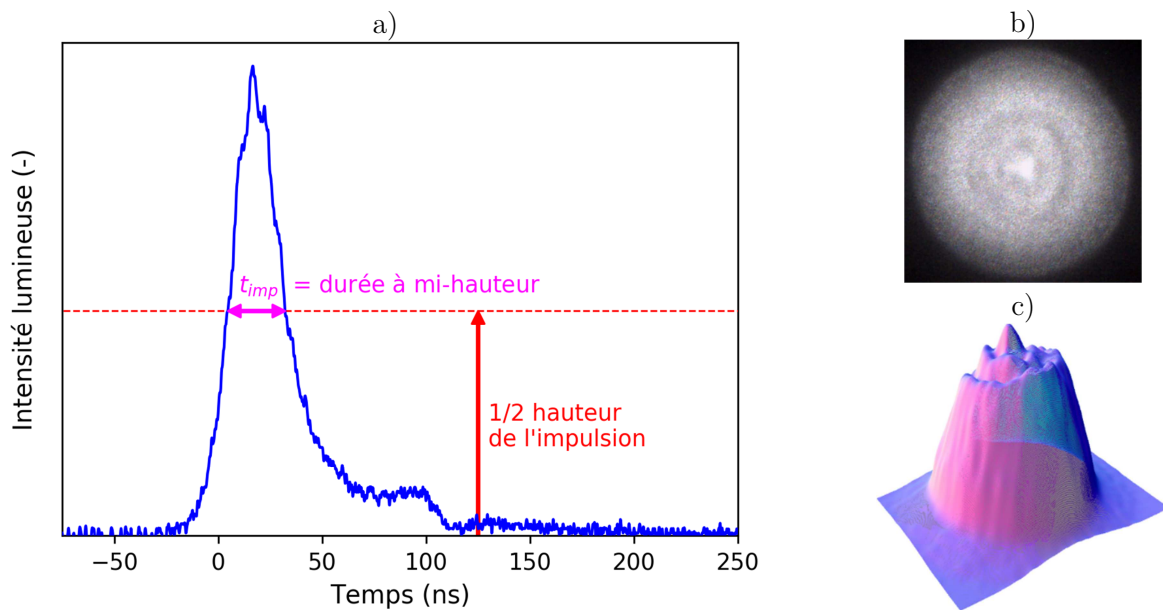


Figure 26 : Mesure oscilloscope de la durée d'impulsion t_{imp} a), image du laser plein faisceau b) et répartition de l'énergie sur la tache laser c).

II.2.B.2. Interaction confinée

Lors de nos essais, le diamètre de la tache focalisée varie entre 3,5 et 4 mm, l'impulsion est gaussienne (Figure 26a), sa durée t_{imp} à mi-hauteur est en moyenne de 35 ns et l'énergie E mesurée de l'ordre de 20 J. L'intensité du flux surfacique incident Φ_s est d'environ 6 GW/cm² d'après l'équation 9.

Cette intensité est trop faible pour produire un choc en interaction laser-matière directe comme dans les essais effectués au LULI. Pour amplifier la pression, on a recours à l'interaction dite confinée, en déposant sur la surface irradiée par le laser une couche d'un milieu transparent, ici de l'eau déminéralisée (Figure 24). L'énergie laser est déposée à travers ce milieu à l'interface eau-cible, le plasma est produit à cette interface, mais son expansion vers la source laser est confinée, ce qui augmente l'amplitude et la durée de l'impulsion de pression [81]. Cependant, au-delà d'une intensité laser critique appelée seuil de claquage, le milieu de confinement est ionisé, il absorbe l'énergie laser, et le rendement de l'interaction chute.

Avec nos paramètres laser (impulsions de longueur d'onde 1,06 μm et de durées de 25-30 ns), le seuil de claquage de l'eau est donné pour environ 10 GW/cm^2 [81,82], donc supérieur au flux moyen dans nos expériences. Cependant quelques phénomènes de claquage partiel sont constatés lors de quelques-uns de nos tirs. Cela est attribué à une répartition hétérogène de l'énergie dans la tache laser conduisant à des points chauds (Figure 26c) où le flux pourrait localement atteindre le seuil de claquage.

II.2.B.3. Accélération d'un impacteur d'aluminium

Dans nos expériences d'impact de plaques, l'irradiation laser en interaction confinée par eau est utilisée pour propulser un impacteur. L'impacteur retenu pour les essais est découpé dans des feuilles d'aluminium Goodfellow pur à 99 % d'épaisseur 150 μm . Découpés manuellement avec une cisaille, ces impacteurs sont des carrés de 15 mm de côté.

II.2.B.4. Expériences d'impact de plaque

Le choc dans les cibles de superalliages testées est issu de l'impact de la feuille d'aluminium sur la cible. La distance de vol choisie (épaisseur de la rondelle entre l'impacteur et la cible) est un compromis entre vitesse d'impact et qualité de l'impact. L'envol de l'impacteur n'est pas monotone, plus il prend de la vitesse plus il risque de se déformer : dans ces conditions l'impact ne sera plus plan dans la cible. Avec trop d'irrégularités dans le front de choc, l'impact n'est plus satisfaisant. Pour un impact plan donc, le dispositif expérimental s'est arrêté sur une feuille de 150 μm d'épaisseur choquant la cible de superalliage après un vol de 250 μm comme présenté dans la Figure 24.

II.2.C. Instrumentation sous choc

En dynamique rapide, une cible subit, par définition, une perturbation violente ne permettant pas une instrumentation classique comme celle employée dans les essais quasi-statiques. La grandeur mesurable sous choc communément relevée au cours du temps est la vitesse. La vélocimétrie laser autorise une mesure non-invasive hautement résolue en temps capable de suivre de rapides fluctuations de la vitesse locale et instantanée d'une surface en mouvement. En général, cette surface est la surface libre de la cible, opposée à la surface chargée. La mesure ne fournit alors pas directement la vitesse matérielle u du milieu choqué, mais on peut obtenir cette vitesse grâce à l'approximation de vitesse de surface libre, $u_{SL}=2u$, valable sur des gammes de pression de choc modérée (typiquement <100 GPa). On peut alors remonter à toutes les variables caractérisant le matériau sous chargement dynamique, au moyen des équations rappelées dans la partie II.1.

II.2.C.1. Interférométrie Doppler de type VISAR

L'interférométrie est une technique de mesure dans laquelle un signal électromagnétique est divisé, déphasé puis recombinaison pour créer des interférences. L'effet Doppler stipule que la longueur d'onde λ d'une onde réfléchi par une surface en mouvement varie proportionnellement à la vitesse $u(t)$ de cette surface, la variation $\Delta\lambda$ étant exprimée dans l'équation 10.

$$\Delta\lambda = \frac{\lambda(t) - \lambda_0}{\lambda_0} = -2 \frac{u(t)}{c} \quad 10$$

Où pour une onde lumineuse, c est la vitesse de la lumière dans le vide.

Enfin, un VISAR, ou en anglais « Velocity Interferometer System for Any Reflector » est un système optique d'interférométrie en fréquence basé sur le fonctionnement d'un interféromètre de Michelson [83,84]. Lors des essais à l'Institut Pprime ou à l'Ecole Polytechnique, deux déclinaisons de VISAR ont été employées : un VISAR Valyn, dit VISAR « point » pour les impacts poitevins et les chocs sur HERA, et un VISAR « ligne » lors de la campagne LULI2000. Le dépouillement des signaux de vitesse se fait au cas par cas via un script Python sous la distribution open source Jupyter. Ce script d'analyse a été rédigé et amélioré pendant la thèse, il invoque les bibliothèques classiques de lectures de fichier, de calculs mathématiques et de tracés bidimensionnels (csv, os, numpy, pandas, matplotlib).

II.2.C.2. VISAR Valyn

Dans les expériences d'impact de plaques à Poitiers et dans les essais de chocs laser sur HERA la surface libre de la cible, face opposée au choc, est éclairée par un laser monomode de longueur d'onde λ_0 focalisé sur la surface. La lumière diffusée, par réflexion sur la cible, est collectée et injectée dans l'interféromètre de Michelson. Ce dernier traite le signal lumineux afin de créer le phénomène d'interférence d'où le déphasage sera déduit, renseignant par extension sur la vitesse du point de la surface étudiée. Le laser sonde est un Coherent Verdi 5W (Institut Pprime) ou un Coherent Genesis (HERA) : il éclaire la surface libre de la cible à une longueur d'onde λ_0 532 nm au travers d'un miroir percé. La lumière réfléchi est une lumière diffuse, collimatée puis focalisée dans une fibre optique injectée dans l'interféromètre VISAR. Le principe de fonctionnement de cet interféromètre est décrit dans la Figure 27. Une lame séparatrice transmet une partie de la lumière et réfléchit l'autre. Le signal réfléchi est considéré comme référence. Le signal transmis est retardé

au travers d'un étalon de verre de longueur et indice de réfraction connus. Connaissant la vitesse de la lumière dans le vide c , la durée du retard τ_e qu'engendre la traversée de l'étalon est :

$$\tau_e = \frac{2L_e}{c} \left(n_e - \frac{1}{n_e} \right) \quad 11$$

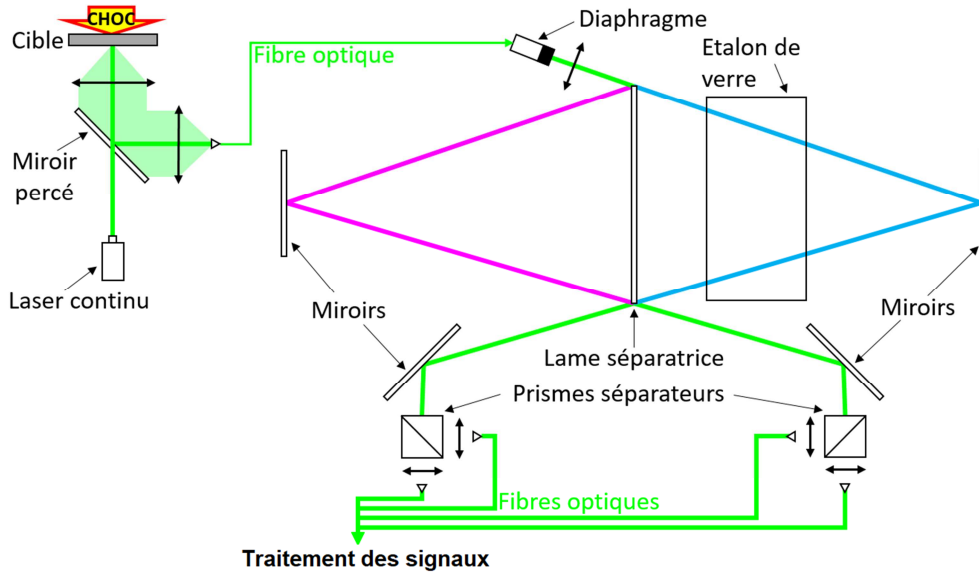


Figure 27 : Schéma simplifié de fonctionnement du VISAR Valyn.

Une gamme d'étalons, de longueurs et indices de réfraction différents, est disponible selon les essais pour rendre possible la mesure de variation de vitesses de diverses amplitudes. Le retard τ_e est d'autant plus important que les vitesses à mesurer sont faibles. Ces étalons se caractérisent par un facteur de frange K .

Dans le cas de l'étude de la mise en mouvement d'une surface libre (sans fenêtre), la formule de K est [85] :

$$K = \frac{\lambda_0}{2\tau_e} \quad 12$$

Le phénomène d'interférences apparaît à la superposition des faisceaux issus des branches de référence et de retard : du décalage de la longueur d'onde suivant l'effet Doppler et du retard engendré par l'étalon résulte un déphasage entre les deux signaux. On montre (voir Annexe 1) que ce déphasage Φ est relié à la vitesse de la surface v par :

$$v(t) = \frac{K}{2\pi} (\Phi(t) - \Phi_0) \quad 13$$

La mesure de ce déphasage (déterminé à $2n\pi$ près) fournit donc la vitesse recherchée (à nK près, c'est-à-dire modulo ce qu'on appelle des « sauts de franges »). Cette mesure est réalisée en créant, à partir du signal d'interférence, quatre signaux lumineux déphasés de $\pi/2$ et de π (selon le schéma appelé « push-pull » [86] (Annexe 1). Ces signaux sont collectés par quatre fibres optiques, puis convertis en signaux électriques par des photomultiplicateurs. Leur combinaison fournit le

déphasage $\Phi(t)$ sur la figure de Lissajou (Figure 28a) puis la vitesse d'après l'équation 13 (Figure 28b).

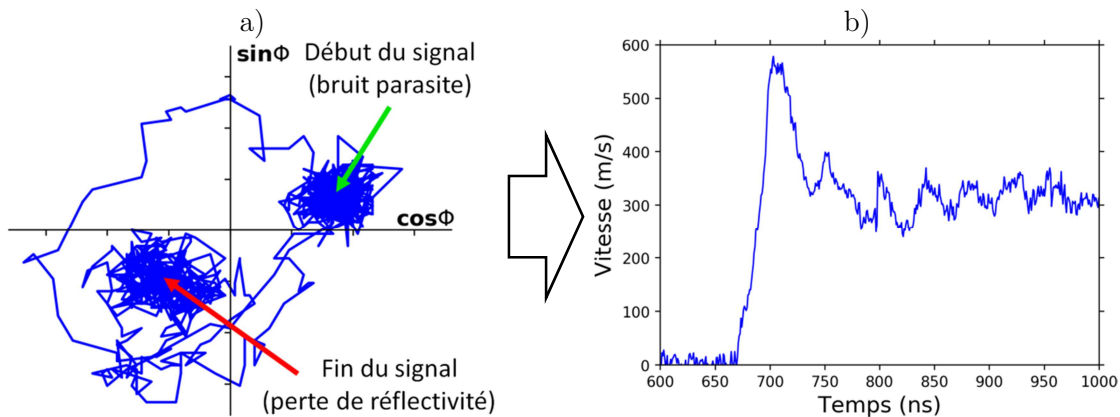


Figure 28 : Traitements des signaux VISAR : déphasage $\Phi(t)$ a) et vitesse de surface libre en fonction du temps b) d'une cible de René 65 forgé choquée par impact de feuille.

L'interféromètre VISAR Valyn possède un temps de réponse de l'ordre de la nanoseconde, qui dépend du temps de montée des photomultiplicateurs et du retard τ_e engendré par l'étalon.

II.2.C.3. VISAR ligne

Un inconvénient du VISAR Valyn est qu'il ne fournit que la vitesse d'un « point » sur la surface libre. Le VISAR ligne utilisé sur LULI2000 permet une mesure de vitesse avec une résolution spatiale le long d'une ligne de 0,5 mm dans nos expériences. L'intervalle temporel de la mesure est de 100 ns. L'insertion du dispositif dans la chambre expérimentale de LULI2000 est schématisée dans les Figure 29 et Figure 32. L'éclairage de la surface libre est confié à un laser Nd : YAG de deux longueurs d'ondes : le mode fondamental à $\lambda_0=1064$ nm pour celui appelé 1ω et le second harmonique ($\lambda_0=532$ nm) pour le 2ω . Le trajet des deux faisceaux est schématisé dans la Figure 29. Les rayonnements 1ω et 2ω sont acheminés vers la cible, ils sont réfléchis puis ils partent chacun vers un interféromètre VISAR. Ces interféromètres diffèrent par le facteur de frange des étalons, respectivement 3,44 km/s et 0,498 km/s pour 2ω et 1ω . La résolution temporelle du VISAR ligne est de l'ordre de 200 ps.

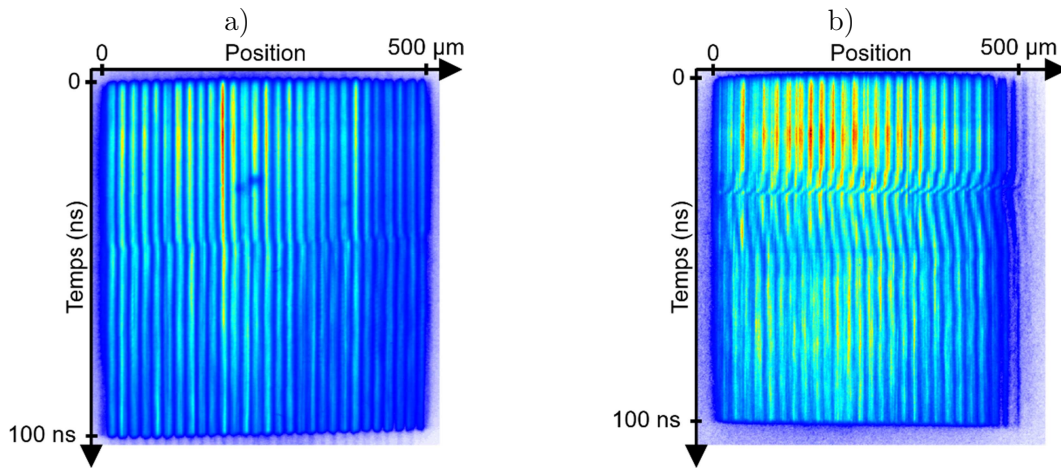


Figure 30 : Profils spatiaux des images d'interférences issues des VISAR 1ω ($FF=3,44$ km/s) a) et 2ω ($FF=0,498$ km/s) b).

La courbe vitesse-temps est obtenue par dépouillement des figures d'interférences imagées sur les cameras Streaks du VISAR ligne : cette étape est réalisée via le logiciel Neutrino [88], un logiciel de traitements d'images dédié aux analyses de figures d'interférométries, analyses VISAR ou analyses de Fourier. L'évolution de la vitesse de surface libre d'une cible choquée laser sur LULI2000 est présentée dans la Figure 31 : la précision de la mesure du VISAR 1ω est clairement supérieure à celle de 2ω avec un tracé net et une incertitude plus réduite. Dans le saut de vitesse brutal entre 100 et 900 m/s, le VISAR 1ω , dont le facteur de frange est 498 m/s, saute une frange.

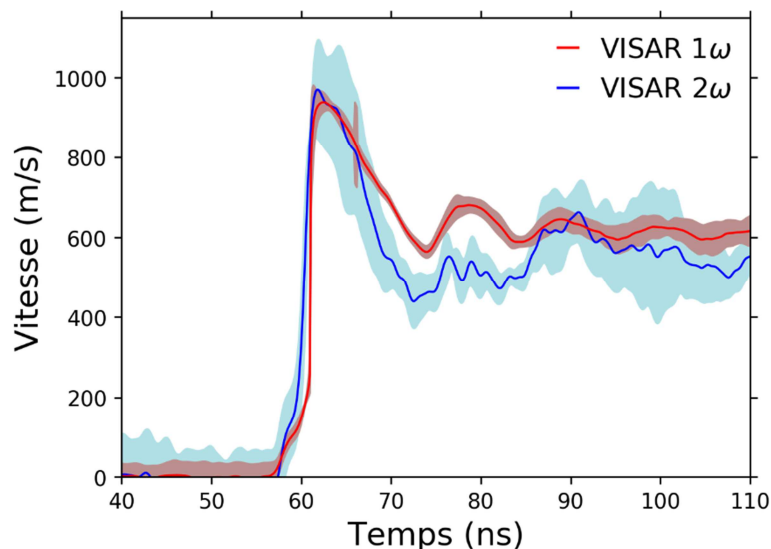


Figure 31 : Dépouillement d'une mesure VISAR : évolution de la vitesse de surface libre résolue en temps d'une cible de René 65 Subsolvus Z choquée laser sur LULI 2000. Les mesures des VISAR 1ω et 2ω sont tracées ainsi que les incertitudes de chacun de ces VISAR (aires claires).

Le VISAR ligne a deux incertitudes distinctes et non-miscibles. L'erreur du logiciel Neutrino, logiciel de lecture et dépouillement du signal des streaks $ERR_{NEUTRINO}$: cette erreur numérique est

directement calculée par Neutrino lors de son dépouillement. La seconde erreur est liée aux franges dans la mesure VISAR. Cette somme d'erreur Σ_{ERR} se décompose entre l'erreur sur le facteur de frange ERR_{FF} , due à l'épaisseur de l'étalon, et l'erreur sur l'interfrange ERR_{IF} , due à la sensibilité du VISAR. L'erreur sur le facteur de frange se calcule en fonction de l'étalon considéré, via la constante k_e , soit en pourcent :

$$ERR_{FF} = \frac{100}{k_e} n_{SF}$$

Avec n_{SF} le nombre de saut de frange ; le coefficient k_e est respectivement de 31500 et 9000 pour l'étalon 2ω (environ 3 cm) et le 1ω (10 cm). L'erreur portant sur l'interfrange est uniquement due à la sensibilité du VISAR, cette dernière est donnée et indépendante des étalons utilisés : $ERR_{IF} = 4\%$. On trouve l'erreur sur l'acquisition VISAR en sommant ERR_{FF} et ERR_{IF} , soit en pourcentage :

$$\Sigma_{ERR} = \frac{100}{k_e} n_{SF} + 4\%$$

Comme précisé ci-avant, les erreurs $ERR_{NEUTRINO}$ et Σ_{ERR} sont non-miscibles, la plus élevée des deux sera retenue pour estimer l'erreur sur une acquisition avec le VISAR ligne. Dans l'analyse à suivre des caractéristiques des matériaux (§ IV.1.), seules les données du VISAR 1ω , le plus précis, sont analysées : le VISAR 2ω n'est ici utilisé que pour lever l'incertitude sur le saut de frange.

II.2.C.4. Visualisation transverse

La visualisation, ou ombroscopie transverse illumine transversalement la surface libre des cibles pendant l'expérience de choc afin d'observer de profil le phénomène d'éjection lors de l'écaillage. L'imagerie se fait en opposition de la source de lumière sur une ou plusieurs caméras. La petitesse de l'écaillage et son importante vitesse d'éjection imposent un montage exigeant :

- Pour suivre des phénomènes très rapides, des fréquences d'acquisition très élevées sont nécessaires, donc des caméras ultra-rapides (94.10^3 im/s* et 5.10^6 im/s)
- Pour éviter le flou de bougé il faut des temps de pose faibles de l'ordre de quelques nanosecondes. Sur le principe de la photographie, ces temps d'acquisition courts requièrent un éclairage très intense pour une luminosité satisfaisante à l'image.
- Un grandissement approprié est mis en place pour observer la zone utile : le profil de l'écaillage et les premières centaines de microns qu'elle parcourt pendant sa course. Un système afocal de deux lentilles convergentes agrandit l'image.

Deux caméras numériques différentes sont installées lors de la campagne LULI2000 (Figure 32) : une caméra SIMD et une caméra TMX.

* im/s : images par seconde.

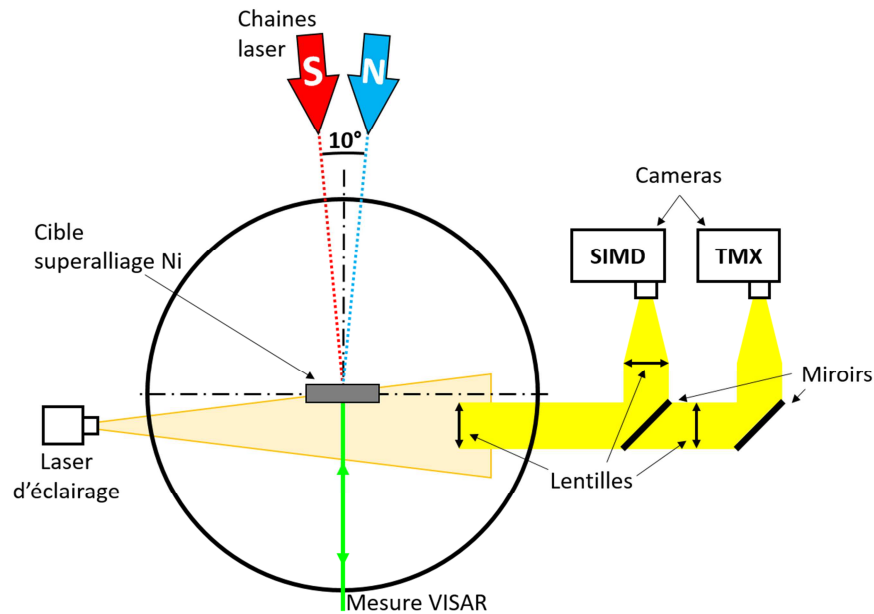


Figure 32 : Schéma de la chambre expérimentale de LULI2000, avec la visualisation transverse de la surface libre de la cible.

- Caméra ICCD SIMD :

La caméra numérique multiple ultra-rapide de marque Specialised Imaging dispose de 12 capteurs CCD intensifiés, elle est mise à disposition par le CEA/DIF. 24 images d'une résolution de 1360x1024 pixels en 16 bits noir et blanc sont enregistrées. Dans nos essais, la première image est réalisée 400 ns après le déclenchement du tir laser puis une toutes les 200 ns. Le temps de pose est de 5 ns : le flou de bougé est donc de 5 μm pour des vitesses d'écaïlles de l'ordre du kilomètre par seconde. L'éclairage est assuré par un laser vert continu de longueur d'onde 527 nm collimaté. Un filtre devant le capteur de la camera atténue le motif de speckle (bruit de fond lié à la cohérence spatiale du laser).

- Caméra CMOS TMX :

La marque Ametek Vision Research's Phantom nous a prêté une caméra rapide TMX lors de la campagne LULI2000. L'appareil présente un capteur CMOS BSI (Back Side Illumination) améliorant la réception de la lumière. Le temps de pose est de 95 ns, la résolution de 21,66 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ et la fréquence d'acquisition de 94 000 images par seconde fournissent un film de l'éjection de l'écaïlle sur des temps longs. L'éclairage est fait par une diode fibrée bleue, un léger speckle apparait en fond des films lorsque la TMX fonctionne simultanément à la SIMD et son laser vert.

II.2.D. Moyens d'observation post-choc

Un avantage de nos expériences sur les techniques plus conventionnelles de canon ou d'explosifs est la possibilité de récupérer plus aisément les échantillons choqués. Leur observation par différents moyens renseigne sur les transformations de la matière (déformation plastique, compaction, etc) et sur l'endommagement et la rupture.

Les cratères laissés par l'éjection complète ou partielle d'une écaille sont examinés à la lunette binoculaire et par des moyens de microscopies optiques et électroniques. Dans les cas d'endommagement interne sans arrachement de fragments, les fractures sont d'abord visualisées, après préparation des sections transversales des échantillons, par les mêmes moyens de microscopies puis la microstructure est caractérisée par la détection des électrons rétrodiffusés (BSE) et la diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD). En parallèle, la tomographie aux rayons X est utilisée comme moyen d'observation non-destructif apportant une information tridimensionnelle de la porosité et de l'endommagement dans les cibles.

II.2.D.1. Découpe et polissage pour les observations transversales

La préparation d'une section transversale débute par le découpage à la scie à fil de la cible choquée dans un plan proche de la zone écaillée et normal à la surface de la cible. Le polissage de cette section a été une véritable question pendant la thèse et plusieurs dispositifs, avec des avantages et des inconvénients, ont été utilisés pour maintenir la cible pendant cette étape. Les observations au MEB, en particulier en mode BSE, nécessitent une rugosité inférieure au μm . Le polissage est un polissage mécanique sous eau, il débute avec des papiers au carbure de silicium (SiC) de grains 500, 1000, 2000 puis 4000 et se poursuit avec une suspension de particules diamantées de $3\ \mu\text{m}$ sur un drap de taffetas tissé en laine puis avec une suspension diamantée $1\ \mu\text{m}$ sur un drap de feutrine synthétique à poil. On termine avec une suspension de particules de silices colloïdales ($0,04\ \mu\text{m}$) sur un drap de néoprène poreux.

- **Le problème de polir droit et bien**

La section à polir fait environ $400\ \mu\text{m}$ de large pour $10\ \text{mm}$ de long (Figure 33a). Avec de pareilles dimensions, il est inenvisageable de tenir le morceau d'échantillon du bout des doigts. Deux solutions ont été essayées pendant la thèse.

- L'enrobage dans la résine

Pincée dans un clip de fixation puis coulée dans une résine d'enrobage à froid, la cible enrobée forme un ensemble préhensible. La résine transparente à prise lente ne contraint pas la cible et n'abime pas la fine écaille en durcissant. Cependant, la résine légèrement opaque se loge parfois dans la fracture d'écaillage, la vue dans la profondeur de la fracture est alors perdue. Le processus de polissage voit la résine refouler et micro-rayer la section. Un autre défaut de cette solution est l'absence de conductivité de la résine et le risque accru de dégazage* et de contamination des optiques du MEB [89]. Une tentative de correction est faite en mélangeant des mines en carbone

* Dégazage : L'exposition d'un composé organique, telle les résines d'enrobage à froid, à un faisceau électronique mène à l'absorption de l'énergie des électrons incidents par le milieu organique. Celui-ci se dégrade et libère des espèces volatiles susceptibles d'endommager toute la chambre du microscope.

de crayon concassées à la résine lors de l'enrobage : le résultat est décevant, le phénomène de micro-rayures est amplifié. Pour éviter le phénomène de dégazage, la cible enrobée est couverte d'adhésif conducteur sur ses côtés et une fine pellicule conductrice de Palladium (Pd) est déposée par métallisation sur la surface à observer (Figure 33b). Globalement, l'enrobage dans la résine facilite le polissage mais nuit à l'observation.

- Le montage dans un mors

Après la découpe, la cible est montée dans un support en acier (Figure 33c). Dans ce mors de polissage, la mise en position, et plus particulièrement le parallélisme et la planéité de la section sont assurés par deux pions d'alignement. Le maintien en position est réalisé par le serrage de 4 vis. Une fois la cible serrée, l'ensemble de processus de polissage doit être réalisé avant démontage sous peine de perdre le parallélisme entre la cible et le support de polissage. Ce système aboutit à un polissage de bonne facture, malgré quelques rayures provenant de particules arrachées, depuis les fractures ou les porosités.

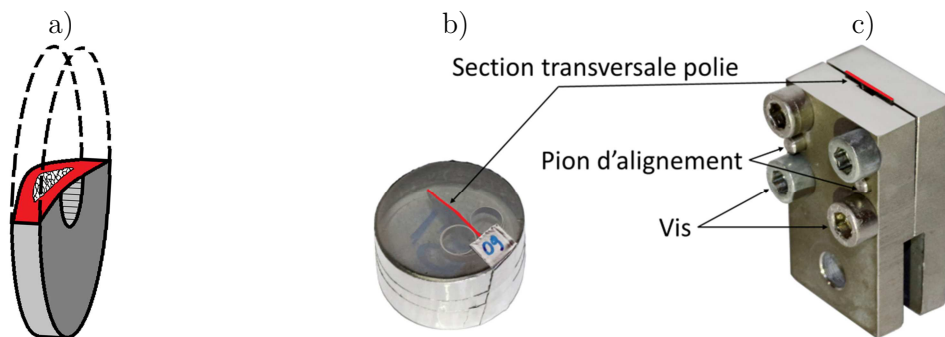


Figure 33 : Schéma d'une section transversale écaillée à polir ($\approx 1\text{cm}$ de diamètre) a), section polie, enrobée et métallisée b) et cible montée dans le mors de polissage c).

II.2.D.2. Microscopie optique et microscopie électronique

Le microscope optique Nikon Epiphot 200 a permis de rapidement et facilement observer les cibles à des grossissements importants (de $\times 2.5$ à $\times 50$). La résolution autorisée par le capteur Leica DFC 320 offre une excellente résolution lors de l'acquisition sur le logiciel AxioVision. En revanche, la très faible profondeur de champ limite l'utilisation à l'examen des sections polies.

La très grande majorité des observations est effectuée par microscopie électronique à balayage (MEB) à l'Institut Pprime. Le principe du MEB repose sur un canon à électrons : sous un vide secondaire poussé ($< 10^{-3}$ Pa) un filament de Tungstène est chauffé pour produire un faisceau d'électrons primaires. La tension d'accélération parcourant le filament fait monter la température de ce dernier entre 1700 et 2400 °C. Schématiquement, lors de sa traversée de la colonne électronique, le faisceau est focalisé par une lentille électromagnétique pour réduire son diamètre et augmenter son intensité, il est ensuite filtré par un diaphragme pour limiter les aberrations liées à son faible angle d'ouverture. Puis le faisceau électronique passe dans une bobine de déflexion afin de générer le balayage. Lorsqu'il atteint l'échantillon, les électrons primaires incidents rencontrent les atomes de la matière étudiée et les électrons découlant de l'interaction entre le faisceau et la matière sont captés et amplifiés pour former une image à fort grossissement. Nous avons d'abord utilisé un MEB JEOL 7000 muni d'un canon à émission de champ (Field Emission Gun, FEG) puis un Tescan Vega 3. Pour nos observations, et pour les deux instruments, la tension

d'accélération du filament est de 20 kV ou à 25 kV sont faites. La distance entre l'objet étudié et la lentille objectif est appelée distance de travail, c'est le second paramètre important pour la qualité des images : une vue lointaine perd en résolution pour gagner en profondeur de champs et inversement. Nos observations comportent deux modes d'interaction électrons-matière :

- **Electrons secondaires, SE**

Un capteur d'électrons secondaires (Secondary Electrons, SE) détecte les électrons de faibles énergies (± 50 eV) produits par l'échantillon. Le bombardement du faisceau sur un atome entraîne une collision entre les électrons primaires et le nuage électronique de l'atome, ce qui arrache de l'échantillon des électrons, appelés secondaires (Figure 34a). Dans ce mode d'interaction limité aux couches superficielles de la matière, l'information électronique captée et amplifiée fournit la topographie de la surface observée [90].

- **Electrons rétrodiffusés, BSE**

Un électron rétrodiffusé (Back-Scattered Electron, BSE) est un électron primaire réémis après une collision élastique avec le noyau d'un atome de l'échantillon (Figure 34b). La conservation de l'énergie cinétique confère une énergie élevée à des tels électrons, supérieure d'un facteur proche de 1000 comparée à des électrons secondaires [91]. Un capteur BSE récupère des électrons dans la profondeur sous la surface de l'échantillon. La prise de vue en un point traduit l'état de la matière dans l'épaisseur (quelques centaines de nm) sous ce point. Enfin, le mode BSE contraste les éléments lourds des éléments plus légers. Ce lien entre le rendement de rétrodiffusion et le numéro atomique de l'élément bombardé est mis à profit pour observer les précipités γ' dans la matrice γ et les inclusions non-métalliques.

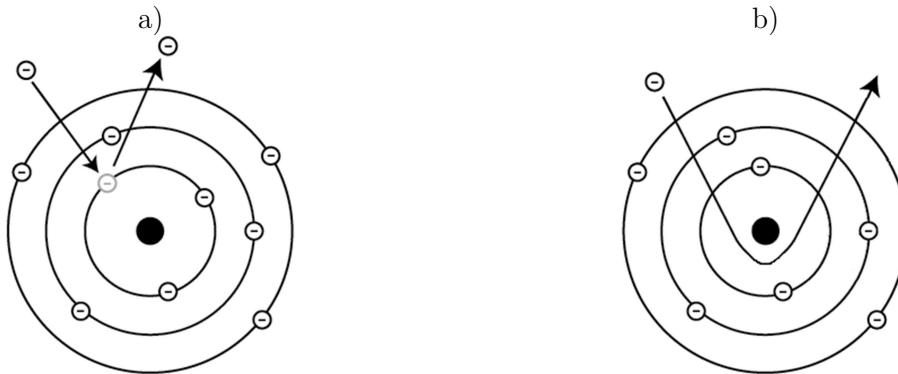


Figure 34 : Comportement d'un électron primaire sur un atome : en mode SE a) et BSE b).

II.2.D.3. Diffraction d'électrons rétrodiffusés, EBSD

La diffraction d'électrons rétrodiffusés (Electron Backscatter Diffraction, EBSD) est une technique d'analyse cristallographique fondée sur l'analyse des clichés de diffraction des électrons rétrodiffusés. L'EBSD permet de relier la structure cristallographique à la microstructure et fournit de fait une information d'orientation de la matière observée. L'analyse de la diffraction des électrons rétrodiffusés se fait dans un MEB : Les électrons primaires balayent la surface de l'échantillon, inclinée à 70° par rapport à l'axe du faisceau incident. Cette inclinaison favorise le contraste et le nombre d'électrons rétrodiffusés renvoyés vers le détecteur EBSD. Une partie des électrons rétrodiffusés est diffractée et satisfait la loi de Bragg, qui établit un lien entre les distances interatomiques et les angles de diffraction du cristal bombardé. Chaque structure cristalline d'orientation donnée a un cliché de diffraction EBSD (« lignes de Kikuchi ») propre (Figure 35a). L'observation d'une surface et l'interprétation de l'ensemble des clichés de diffraction collecté donne les orientations relatives des grains dans la microstructure examinée. La lecture d'une cartographie EBSD (Figure 35b) se fait avec un triangle standard exprimant les orientations via un code couleur référencé sur une direction connue par l'utilisateur. La technique EBSD nécessite un très bon état de surface, avec une rugosité inférieure au μm .

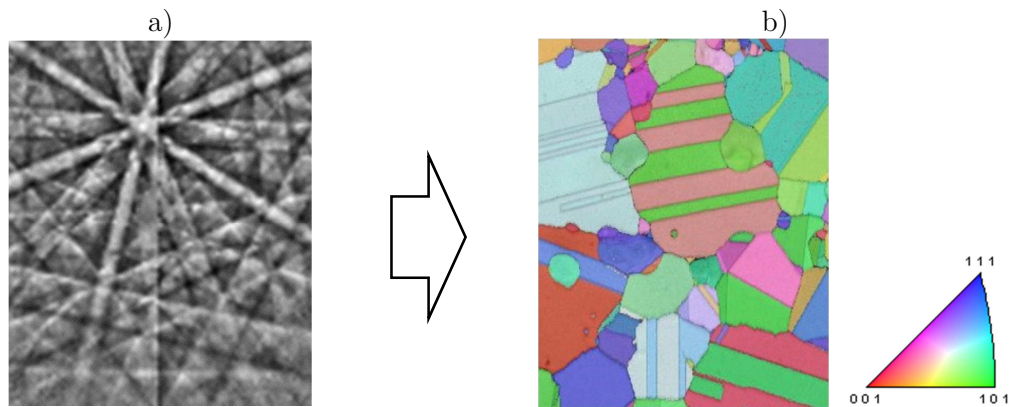


Figure 35 : EBSD : lignes de Kikushi de la matrice γ (CFC) a) et cartographie d'orientation d'une microstructure de superalliage René 65 forgé b) [12].

II.2.D.4. Rayons X : radiographies et tomographies

L'emploi des rayons X par transmission repose sur le principe suivant : une source émet des rayons X vers le sujet observé. Les rayons X traversent l'objet qui absorbe une partie du faisceau. Enfin, le faisceau à la sortie de l'objet est imagé sur un détecteur de rayons X pour former une radiographie (Figure 36). L'absorption dépend de la densité, donc le rayonnement transmis, mesuré par le détecteur, fournit une cartographie de densité. En particulier dans nos échantillons, cela donne des distributions de pores et de fissures.

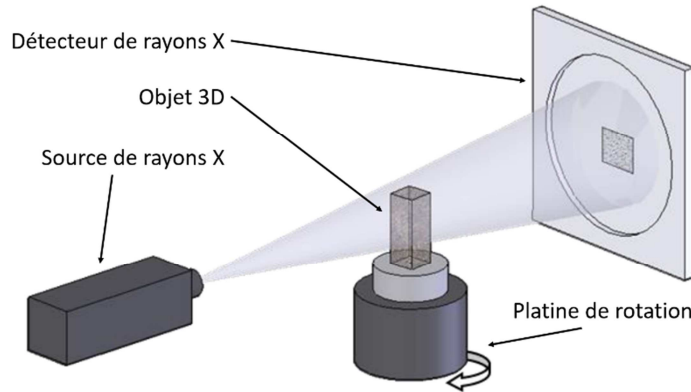


Figure 36 : Schéma du dispositif de tomographie aux rayons X.

La tomographie par rayons X est une technique d'acquisition d'images tridimensionnelles par série de radiographies X. L'échantillon est disposé sur une platine de rotation entre la source X et le détecteur (Figure 36) [92]. Sous plusieurs angles de vues autour de l'objet d'étude, plusieurs radiographies sont imagées sur le détecteur de rayons X (Figure 37a). Le volume est obtenu par une reconstruction numérique des projections X (Figure 37b) [93,94]. Nos reconstructions tomographiques pratiquées à l'Institut Pprime ont une résolution spatiale de l'ordre de 5 $\mu\text{m}/\text{voxel}$. Chaque reconstruction rassemble 1440 radiographies prises pour une rotation complète de la cible, soit une radiographie tous les 0,25°.

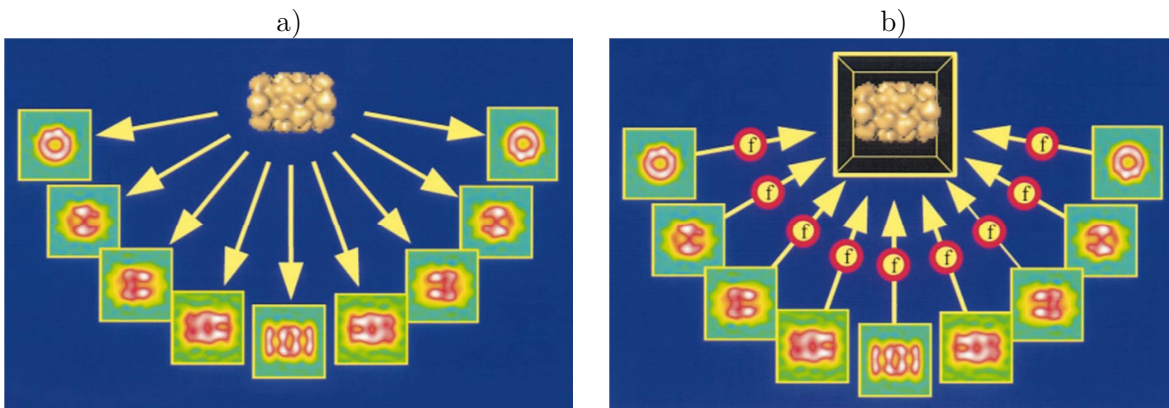


Figure 37 : Principe de la tomographie aux rayons X [94]. a) Un ensemble de projections 2D est réalisé pendant que l'objet 3D est progressivement tourné. b) Ces acquisitions 2D permettent la reconstruction 3D et donc la distribution de densité de l'objet observé.

II.3. Outils numériques

Nous n'avons pas trouvé dans la littérature de modèle pour décrire le comportement d'un superalliage base Nickel sous chargement dynamique. En tirant parti des campagnes expérimentales nous avons donc proposé un modèle simple pour simuler avec un code de calcul par éléments finis (EF) le comportement macroscopique des matériaux testés. Puis, les observations post-choc ont permis de commencer à intégrer numériquement différents effets à l'échelle microscopique : rupture intergranulaire et compaction de pore par exemple. Deux outils numériques sont utilisés dans cette partie simulation du travail : le code EF Radioss et un code de génération de maillages polycristallins par germination.

II.3.A. Logiciel de simulation Radioss

Radioss est un code de calcul explicite par éléments finis développé initialement par Mecalog et actuellement par Altair Engineering [95] employé pour résoudre des problèmes non-linéaires multi-physiques et multi-corps.

II.3.A.1. Maillage

Les maillages des modèles construits dans ce travail emploient des éléments finis lagrangiens : le maillage discrétise dans l'espace les corps simulés et déformés. Chaque maille contient une quantité de matière donnée et se déforme pour conserver cette même masse.

Les maillages 2D sont constitués de quadrilatères à quatre nœuds (/QUAD4) et les modèles 3D contiennent des hexaèdres du premier ordre à 8 nœuds et un point d'intégration (/BRICK). Le comportement associé à ces éléments solides peut être isotrope (/PROP/SOLID) ou orthotrope ((PROP/TYPE6 (SOL_ORTH)). Chaque élément orthotrope travaille dans un repère local défini par l'utilisateur.

II.3.A.2. Schéma d'intégration temporel

En statique et quasi-statique, le calcul des déformations se fait avec un pas de temps constant. A chaque nouvel incrément de temps, le code trouve un équilibre au problème. Si la stabilité d'un tel code est un avantage dans la résolution, le coût en temps est très important.

Pour s'affranchir de calculs longs pour des problèmes simples en dynamique, un autre schéma de résolution dit explicite est employé [95–97]. Le pas de temps n'est plus une constante du problème. Désormais, une solution directe à chaque nouveau pas de temps en fonction de la résolution du problème à l'incrément précédent. La résolution est simplifiée et accélérée, toutefois la véracité de la solution proposée est conditionnée par la stabilité du pas de temps pendant la résolution. Radioss invoque la condition de stabilité de Courant-Friedrich-Lewy (CFL). Lors d'un chargement dynamique, la condition CFL exige que l'onde la plus rapide ne traverse pas l'intégralité d'une maille en un pas de temps, soit :

$$\Delta t \leq \frac{\Delta l}{c + u} k \quad 14$$

avec Δt le pas de temps, Δl la taille de la maille, c la vitesse de l'onde la plus rapide, u la vitesse matérielle, et k le coefficient de Courant (<1).

II.3.B. Maillages polycristallins

Certains de nos résultats expérimentaux ont montrés des effets de la microstructure sur la réponse au choc, en particulier la forme des grains et les joints de grains sur l'endommagement par l'écaillage. Pour chercher à restituer ces effets par simulation numérique, nous avons effectué quelques calculs Radioss sur des volumes représentatifs (VR) de nos polycristaux. Pour restituer des microstructures représentatives, les VR polycristallins simulés ont été réalisés sur la base d'orientations cristallographiques observées par EBSD [98].

Dans le cas de nos matériaux polycristallins, est appelé VR un volume dans lequel la propagation des ondes et leurs effets sont représentatifs de la réponse d'un échantillon choqué. L'étude numérique se fait dans un volume cubique de 400 μm de côté, soit l'épaisseur moyenne d'une cible. Les morphologies des grains 3D sont générées à l'aide d'un code interne via une représentation par sphère de la géométrie des grains 3D [99]. L'agrégat final est un polycristal de près de 5.10^4 grains équiaxes. Notre VR de travail est extrait de ce polycristal, il est composé d'une trentaine de grains équiaxes avec entre 50 et 150 éléments par grain. Les orientations cristallographiques sont assignées à partir des observations EBSD. Pour représenter des grains colonnaires, l'agrégat équiaxe est retravaillé: les orientations d'extraction des VR de travail varient pour simuler des cibles Z et des cibles XY. Des joints de grains, d'un élément d'épaisseur, sont simulés entre les grains.

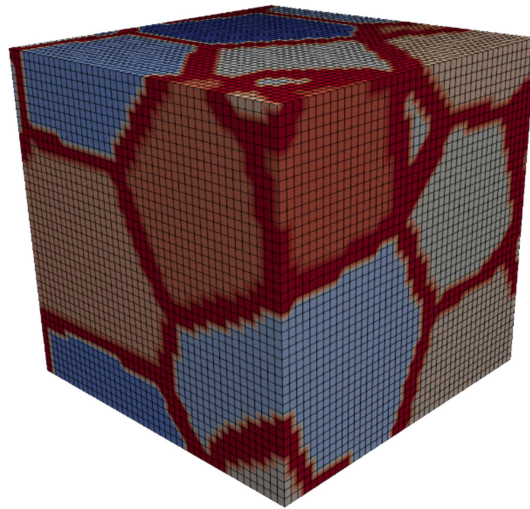


Figure 38 : Agrégat polycristallin équiaxe isotrope et son joint de grain (en rouge)

Les maillages décrits sont importés dans Radioss pour construire les calculs numériques : chaque joint de grains et chaque grain a des propriétés mécaniques propres, associées à un comportement isotrope ou orthotrope selon les besoins.

Chapitre III : Caractérisation pré-choc

III.1. Préparation des cibles.....	57
III.2. Microstructures initiales	58
III.2.A. Rayons X : porosités et inclusions.....	58
III.2.B. Microscopie électronique : géométries et orientations des grains.....	60
III.2.B.1. Microstructure du René 65	61
III.2.B.2. Microstructure du Waspaloy.....	63
III.3. Masse volumique	64
III.3.A. Calcul d'incertitude.....	65
III.4. Vitesses de propagation des ondes élastiques.....	66

Avant les essais, les matériaux testés sont analysés pour connaître leurs caractéristiques initiales. La préparation des cibles est d'abord détaillée puis les microstructures sont observées par radiographie aux rayons X, microscopie électronique à balayage et cartographie EBSD pour révéler la présence de porosités ou d'inclusions ainsi que la géométrie et les dimensions des grains. La présence éventuelle de macles avant le passage de l'onde de choc est également précisée. Enfin, les vitesses de propagation des ondes et la masse volumique des échantillons sont mesurées car elles interviennent dans le calcul des limites dynamiques d'élasticité et de rupture (voir Chapitre II).

III.1. Préparation des cibles

L'étude du comportement sous choc des superalliages base Nickel est réalisée sur des cibles minces prélevées dans des pièces massives fournies par un partenaire du laboratoire (Safran Châtelleraut). Le protocole de préparation est décrit comme suit. Une colonne cylindrique ou rectangulaire est extraite d'un brut de matière (Figure 39a) par électroérosion (EDM). Le diamètre ou la largeur, suivant la géométrie de la colonne prélevée (Figure 39b-c), est compris entre 12 et 16 mm, selon nos demandes d'usinage. Cette dimension est largement supérieure au diamètre intérieur des portes-cibles utilisés, elle-même supérieure au diamètre des taches laser employées au cours des diverses campagnes, c'est-à-dire au diamètre de la zone soumise au choc. La carotte de matière (Figure 39c) est ensuite tronçonnée, toujours par EDM, en section de 400 μm d'épaisseur environ (Figure 39d).

Le recours à l'électroérosion limite les efforts mis en jeu par l'usinage et réduit ainsi l'apparition de contrainte résiduelle dans la cible. L'EDM laisse toutefois un état de surface rugueux qu'il convient d'améliorer sur la face choquée, afin de présenter une face à peu près lisse pour y appliquer un choc laser, et sur la surface libre pour qu'elle réfléchisse le laser sonde pour la mesure de vitesse (voir Chapitre II). Pour cela les échantillons sont polis mécaniquement à l'eau aux papiers abrasifs aux carbures de silicium (SiC) sur leurs deux côtés (Figure 39e) : à un grain de 500 puis 1000 pour la face impactée et jusqu'à un grain de 4000 pour la surface libre. L'épaisseur initiale des cibles est 400 μm environ, elle est peu réduite par ces opérations de polissage, et est vérifiée avant les tirs.

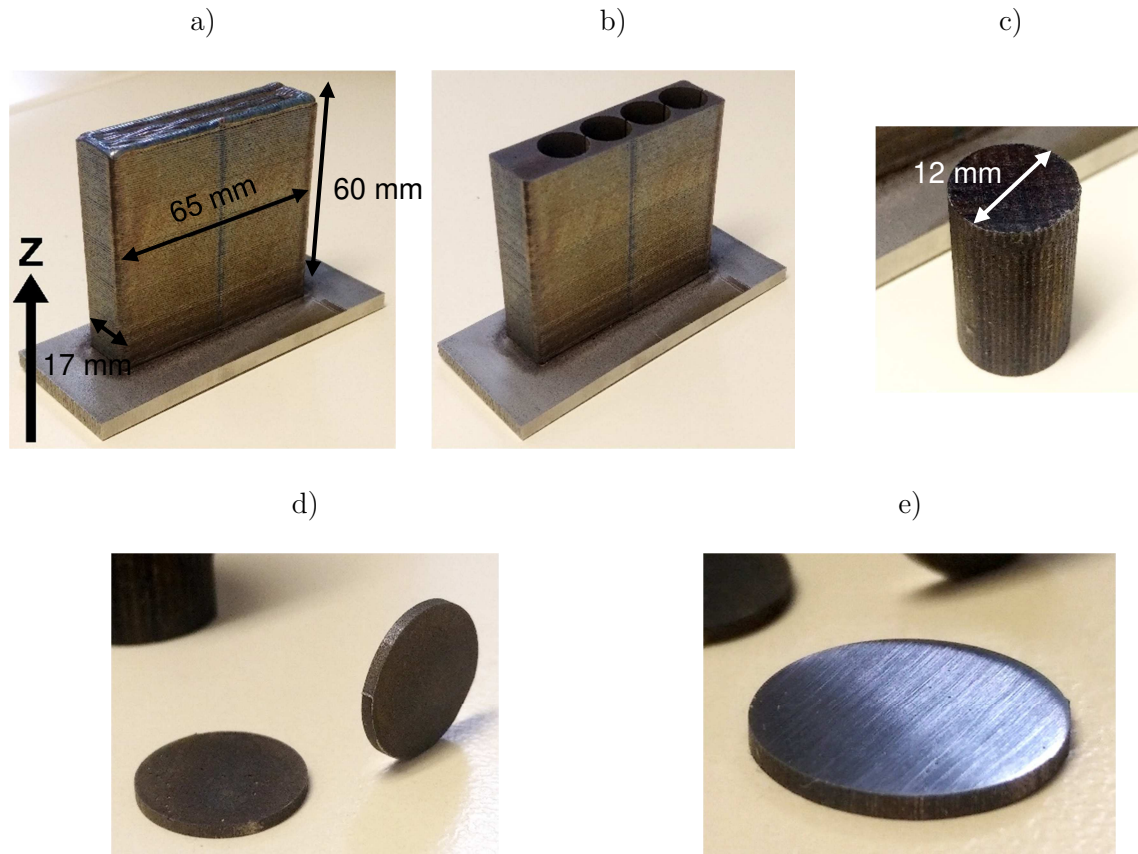


Figure 39 : Extraction et finition des cibles : mur de matière a), carottage par EDM dans le mur b) et c), tronçon dans la carotte par EDM d) et cible finale polie e).

III.2. Microstructures initiales

La caractérisation de la microstructure initiale se fait par radiographie X et par microscopie électronique (avec ou sans EBSD).

III.2.A. Rayons X : porosités et inclusions

Certaines cibles sont radiographiées avant les essais de choc, au moyen du tomographe du laboratoire. Pour rappel, ce sont des plaques minces de 400 μm d'épaisseur et 12 à 16 mm de diamètre. Les cibles sont collées sur une tige en graphite qui absorbe une partie du rayonnement X : la tige verticale apparaît sombre au centre de l'image, tout comme la goutte de colle sur la tige. La résolution des radiographies est de 5 μm par pixel.

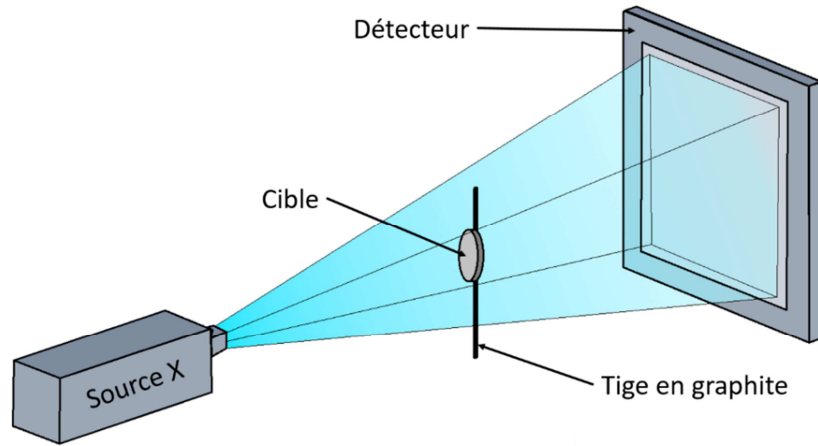


Figure 40 : Schéma de principe des radiographies X : la cible est collée sur une tige en graphite.

La Figure 41a montre une cible de 15 mm de diamètre de René 65 Z traitée Supersolvus. Compte tenu de la résolution limitée en densité de l'appareil, le matériau apparaît comme homogène à l'exception de quelques inclusions, localement plus denses, qui apparaissent en noir dans la cible : celles-ci mesurent entre 10 et 20 μm de large comme l'illustre le détail de la radiographie en Figure 41b. Des observations similaires sont faites dans l'ensemble des cibles de René 65, indépendamment du procédé de fabrication, de l'orientation ou des éventuels traitements thermiques.

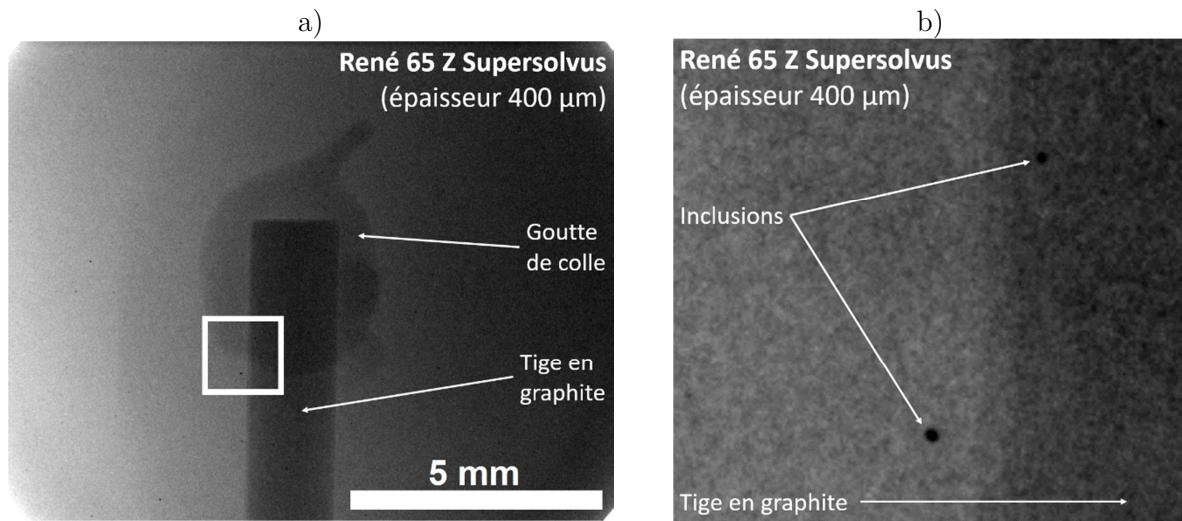


Figure 41 : Radiographie aux rayons X a) d'une cible de René 65 Z Supersolvus et détail b) de quelques inclusions absorbant plus de rayonnement.

La Figure 42 montre des radiographies typiques du Waspaloy: une cible de Waspaloy Z (Figure 42a) et une cible XY (Figure 42b). Les deux cibles font 12 mm de diamètre. Les cibles XY laissent apparaître les passes successives du procédé LMD avec des cordons parallèles traversant la cible du N/NE au S/SO. Les cibles Z ne montrent pas d'effets à lier au procédé de fabrication additive. Le matériau Waspaloy présente de la porosité, sous la forme de vides blancs dont la répartition des pores dépend de l'orientation de la cible: les cibles Z montrent des pores aléatoirement répartis

quand les cibles XY voient ces pores s'aligner préférentiellement dans les plans séparant les couches d'empilement (Figure 42b). La présence de pores de grandes tailles entre ces couches fondues s'explique par les défauts de fusion (« lack of fusion ») souvent observés dans les procédés LMD [100]. La dispersion de la taille des pores est logiquement la même quelle que soit la direction d'extraction des cibles : des vides sphériques de 10 à 20 μm jusqu'à environ 150 μm de diamètre (Figure 42c).

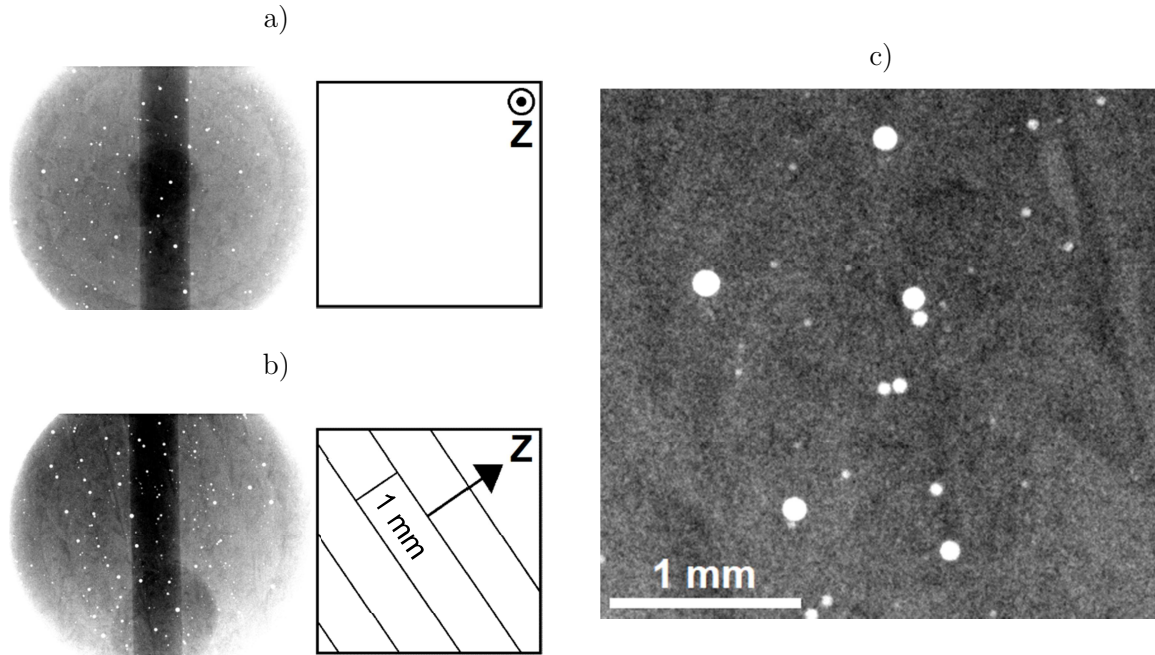


Figure 42 : Radiographies aux rayons X de cibles $\Phi 12\text{mm}$ de Waspaloy : une cible extraite suivant la direction de construction Z a), une cible XY b) et détail de la cible XY c).

La zone choquée mesurant entre 1 et 4 mm de diamètre suivant les essais, elle comporte nécessairement des pores dans les cibles de Waspaloy, comme le confirmeront les observations post-chocs (Chapitre IV). Notons que ces radiographies intègrent les distributions suivant l'épaisseur des cibles. Des distributions volumiques complètes seront fournies par tomographies X (Chapitre IV).

III.2.B. Microscopie électronique : géométries et orientations des grains

Les échantillons sont observés en coupe, après polissage selon la procédure décrite au Chapitre II. Le choix du plan observé ne se pose pas pour les échantillons forgés où la distribution en forme et en tailles des grains, précipités et inclusions est supposée homogène et aléatoire. En revanche, les échantillons issus de FA sont observés dans des plans de coupe contenant la direction Z et dans des plans orthogonaux à cette direction. Les microstructures observées sont à priori semblables à celles trouvées dans la littérature (voir § I.4.A-C), mais il nous a paru important de le vérifier (notamment suite aux opérations de prélèvement et de préparation décrite plus haut (§ III.1.)) afin de bien connaître les états initiaux à comparer ensuite aux états post-choc.

La tension d'accélération du MEB est de 20 kV et la distance de travail est comprise entre 7,5 et 10 mm. En EBSD la tension est de 25 kV pour une distance de travail fixée à 15 mm.

III.2.B.1. Microstructure du René 65

Le René 65 étudié provient de plusieurs procédés et plusieurs traitements thermiques. La microstructure présente systématiquement une matrice γ dans laquelle une précipitation γ' secondaire apparaît. La taille des précipités est de l'ordre de 500 nm en moyenne. Aucune porosité n'est observée à l'exception de rares défauts de fusions locaux et ponctuels au bord des cibles FA.

III.2.B.1.a. René 65 forgé

Le superalliage forgé est utilisé a subi un traitement thermique Subsolvus : dans ces conditions, le René 65 présente une granulométrie fine (environ 10 μm en moyenne).

La cartographie EBSD (Figure 43a) et la vue BSE (Figure 43b) illustrent l'isotropie et la complexité de la microstructure du René 65 forgé. Les grains forment une structure équiaxe, sur la population observée leur taille est de l'ordre de 10 μm avec les valeurs les plus élevées à 22 μm et les plus faibles à quelques microns. Ces grains sont très largement maclés. La texture cristallographique est également isotrope. Sur la microscopie BSE, un grand nombre de précipités γ' , d'une taille moyenne de 5 μm , ponctue la microstructure aux joints de grain. A ces mêmes joints, des inclusions non-métalliques (en blanc) sont présentes.

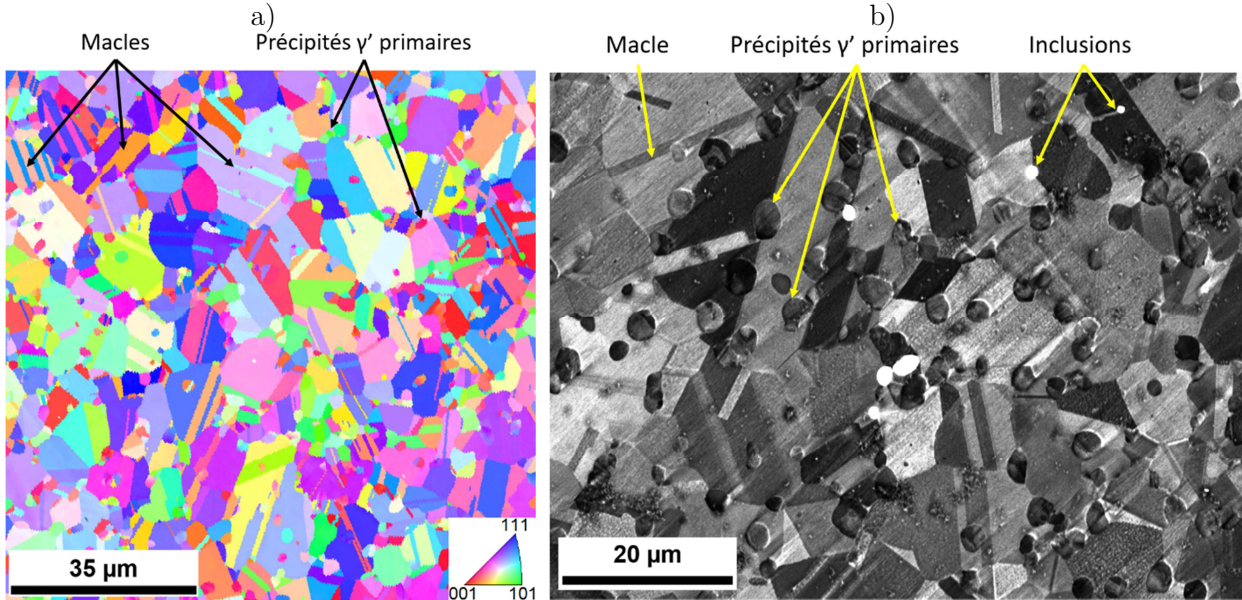


Figure 43 : René 65 forgé : cartographie EBSD a) et microscopie BSE b). les orientations EBSD sont données suivant la direction verticale dans le plan de l'image.

III.2.B.1.b. René 65 FA Subsolvus

Le traitement Subsolvus appliqué au René 65 fabriqué additivement conduit à une microstructure fortement anisotrope comme annoncé par Wessman et al. [72] (voir § I.4.B.). Ni inclusions ni précipités γ' primaires ne sont détectés. Suivant la direction de fabrication Z, les grains sont allongés, de l'ordre de la centaine de microns de long comme montré sur la cartographie de la Figure 44a. La texture cristallographique est homogène avec des orientations semblables dans les grains (proche [001], couleur rouge-orangée dominante). Cette vue illustre la jonction entre une population de grains colonnaires et de petits grains recristallisés par le chauffage du laser bordant les passes successives du laser. Dans un plan normal à la direction de fabrication (Figure 44b) une nette épitaxie est observée dans la microstructure. L'épithaxie granulaire est le processus de croissance orientée et ordonnées des grains [101].

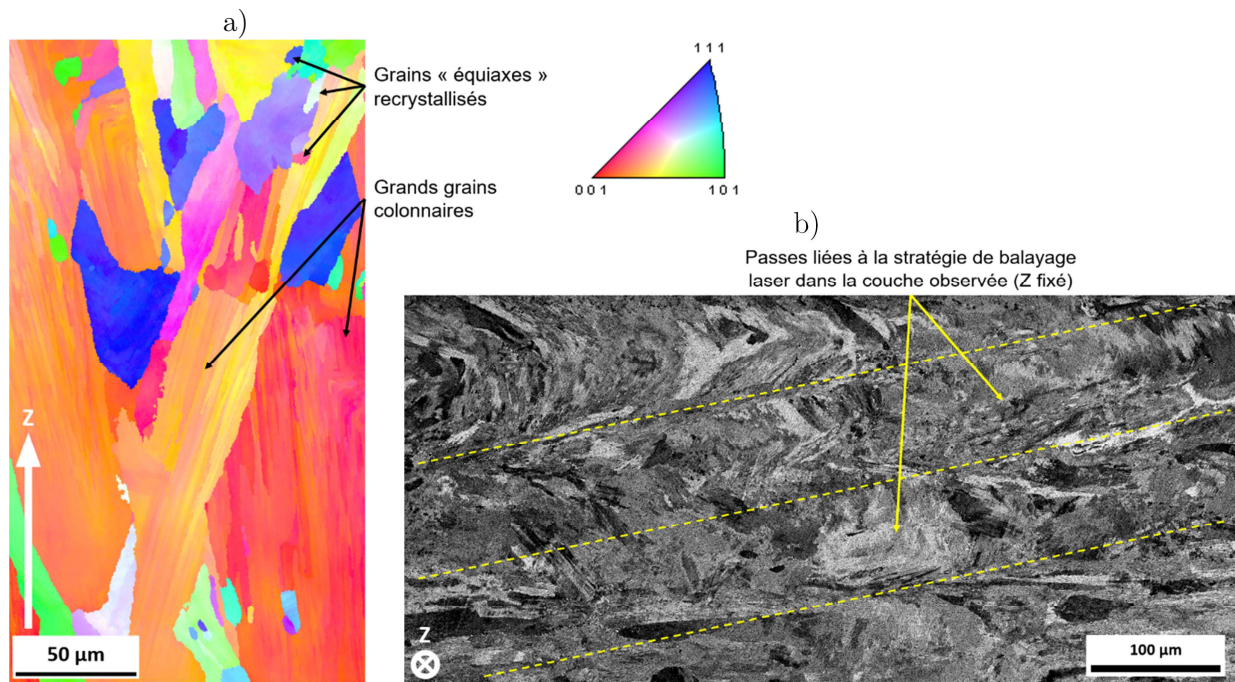


Figure 44 : Microstructure du René 65 FA Subsolvus : cartographie EBSD pour un plan colinéaire à la direction de fabrication Z a) : les orientations sont données suivant Z. Microscopie BSE dans un plan normal à Z b).

III.2.B.1.c. René 65 FA Supersolvus

La microstructure du René 65 fabriqué additivement et traité Supersolvus se rapproche d'une microstructure isotrope, comme rapporté au § I.4.B. . Sur la cartographie dans un plan contenant Z (Figure 45a) comme sur la cartographie normale à Z (Figure 45b), des grains équiaxes (ou quasi-équiaxes) d'une taille de 100 μm environ sont observés. De manière similaire au René 65 forgé et comme constaté dans l'étude de la microstructure du René 65 FA [72], les grains présentent de nombreuses macles et la texture cristallographique est faible (i.e. les couleurs sur la cartographie sont uniformément variées).

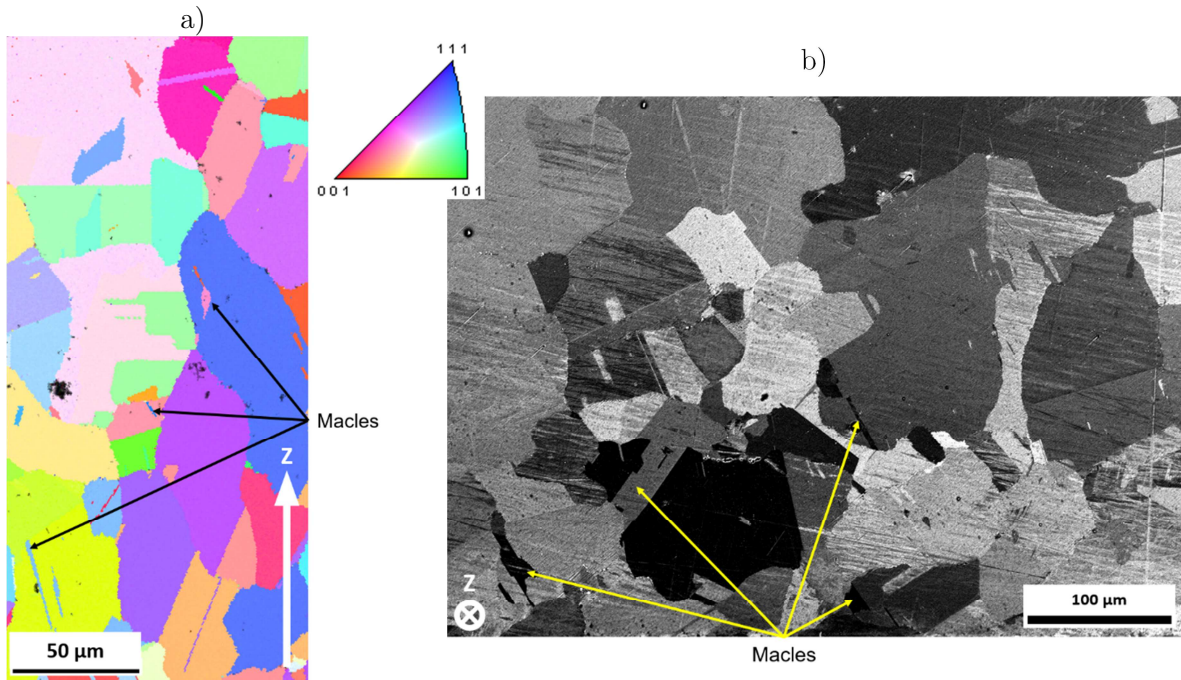


Figure 45 : Microstructure du René 65 FA Supersolvus : cartographie EBSD pour un plan colinéaire à la direction de fabrication Z a) : les orientations sont données suivant Z. Microscopie BSE dans le plan normal à Z b).

III.2.B.2. Microstructure du Waspaloy

Le Waspaloy étudié est issu de la fabrication additive, sa microstructure comporte de longs grains colonnaires parallèles à la direction de fabrication Z (Figure 46a) d'une taille moyenne de 250 μm . Pour un chargement perpendiculaire à la direction de fabrication (Figure 46b) et comme pour le René 65 Subsolvus, l'aspect des grains (tailles et formes) dépend de l'orientation de la coupe. Comme observé par radiographie, le Waspaloy présente des pores sphériques (Figure 46) de 10 à 100 μm de diamètre environ. Comme dans le René 65 fabriqué additivement, aucune précipitation γ' primaire n'est observée. L'allure générale des grains et la répartition de la porosité dans la microstructure rappelle la littérature [69–71], avec toutefois des paramètres du procédé LMD différents.

On constate moins de pores que dans la Figure 42 : les microscopies rendent compte de la porosité dans le plan de la coupe alors que les radiographies (§ III.2.A.) présentent des informations intégrées dans l'épaisseur de la cible.

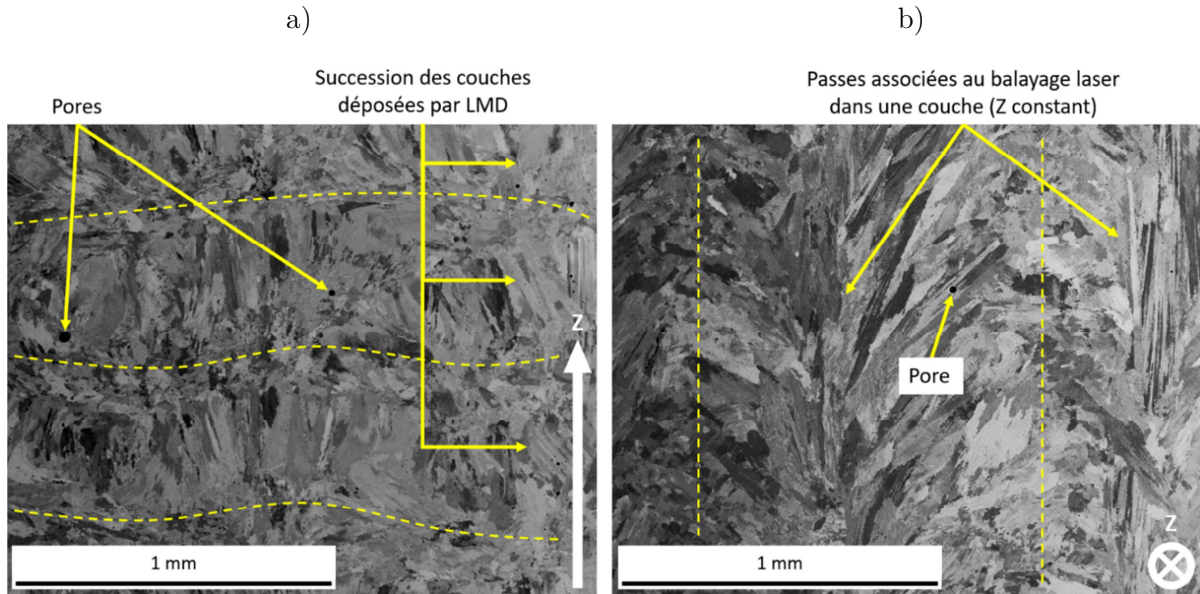


Figure 46 : Microstructure du Waspaloy FA : microscopies BSE dans un plan parallèle à la direction de fabrication Z a) et pour un plan normal à Z b).

III.3. Masse volumique

La masse volumique ρ_0 est un paramètre indispensable aux calculs des contraintes dynamiques (cf. § II.1.) et à la modélisation. Nous l'avons donc mesurée pour chacun des matériaux étudiés. Les dimensions des solides bruts sont mesurées au pied à coulisse, avec une précision de $\pm 0,01$ mm. Les mesures de chaque dimension sont répétées puis le volume est ensuite calculé à partir des dimensions moyennes. Le volume d'un brut cylindrique de rayon r et de hauteur h est $V_{\text{cylindre}} = \pi r^2 h$ et le volume d'un pavé droit de longueur L , de largeur b et de hauteur h est $V_{\text{pavé}} = L b h$. Les solides sont pesés à plusieurs reprises avec une balance d'une précision de $\pm 0,01$ g. La masse volumique est calculée comme $\rho_0 = m_{\text{moy}}/V_{\text{moy}}$. Les masses volumiques des quatre nuances testées sont présentées dans l'historgramme de la Figure 47. Les valeurs ρ_0 sont discutées et les barres d'erreur sont expliquées ensuite.

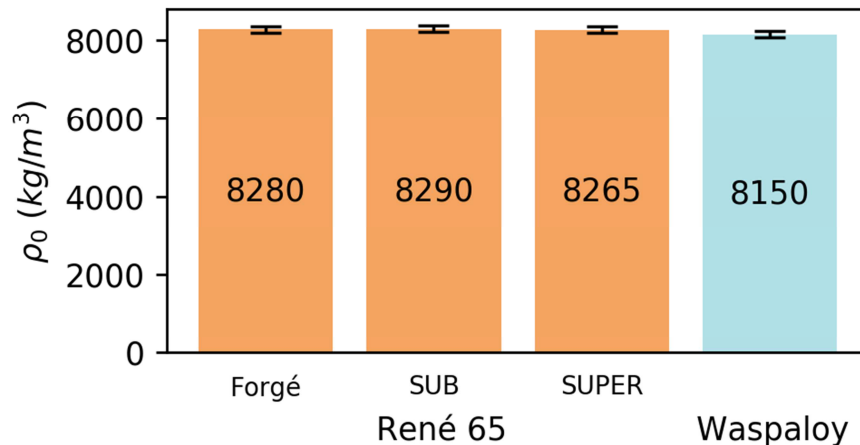


Figure 47 : Masse volumique des René 65 forgé, FA Subsolvus, FA Supersolvus et du Waspaloy.

Ces valeurs de ρ_0 sont en accord avec les données rapportées dans les données fournisseurs et la littérature des superalliages. La masse volumique moyenne communément rapportée pour les superalliages semble être aux environs de 8,3 t/m³ [102]. De nombreux superalliages similaires [64,103] à ceux testés ont une masse volumique comprise entre 8 (PER5 [104]) et 8,4 t/m³ (PER625 [105]). Cette même littérature donne une masse volumique de 8,2 t/m³ pour le Waspaloy [106,107]. Egalement, les masses volumiques similaires entre les nuances forgées et fabriquées additivement ont déjà été soulignées sur un acier 304L [108].

III.3.A. Calcul d'incertitude

Chacune des mesures est répétée et l'erreur expérimentale déduite correspond à l'écart-type, ou déviation standard. L'écart-type σ_{ET} d'une population est la racine carrée du quotient de la somme des carrés de l'écart à la moyenne arithmétique μ de chaque individu x_i de la population par la taille n de cette population, soit :

$$\sigma_{ET\text{population}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n |x_i - \mu|^2}{n}}$$

L'erreur inhérente aux appareils de mesure Δ_{appareil} est connue et précisée. Ces deux erreurs σ_{ET} et Δ_{appareil} portent respectivement sur la dispersion de la population et l'incertitude de la mesure : elles sont non-miscibles, aussi la plus grande des deux est donnée. Le calcul de l'erreur statistique suit la loi de propagation des incertitudes. Le cas de l'erreur dans une somme puis dans un produit sont rappelés ici : si $Y = A + B$ alors $\Delta Y = \Delta A + \Delta B$ et si $Y = A B$ alors $\Delta Y = (\Delta A/A + \Delta B/B)Y$.

Pour le Waspaloy par exemple et dans le cas de sa masse volumique $\rho_0 = m_{\text{moy}}/V_{\text{moy}}$ on a $\Delta\rho_0 = \left(\frac{m}{\Delta m} + \frac{V}{\Delta V}\right)\rho_0$. L'incertitude sur le volume ΔV se calcule telle que $\Delta V = \left(\frac{L_a}{\Delta L_a} + \frac{L_b}{\Delta L_b} + \frac{L_c}{\Delta L_c}\right)V$ avec pour les longueurs L_a , L_b et L_c une incertitude de mesure $\Delta L_i = \max(\sigma_{ET\ L_i} ; \Delta_{\text{pied_coulisse}})$, on rappelle que le volume V est le produit des dimensions L_i . L'incertitude sur la masse est connue : $\Delta m = \max(\sigma_{ETm} ; \Delta_{\text{balance}})$. Le Tableau 5 synthétise les résultats de cet exemple : valeur moyenne de chaque donnée et incertitudes (écart-type et erreur de mesure) associées.

Tableau 5 : Calculs et propagations d'incertitudes : exemple de la masse volumique du Waspaloy

	Calcul de la masse volumique $\rho_0 = m/V$					
	Calcul du volume $V=L_a L_b L_c$				Masse m (g)	ρ_0 (g/cm ³)
	La (cm)	Lb (cm)	Lc (cm)	V (cm ³)		
Valeur moyenne	1,4685	1,6695	1,4705	3,6052	29,3762	8,1482
Ecart-type σ_{ET}	0,0012	0,0009	0,0013	0,0083	0,0004	0,0190
Erreur appareil Δ_{appareil}	0,001	0,001	0,001		0,001	

Par la suite, chaque fois qu'une valeur d'incertitude est donnée ou tracée sous la forme de barre d'erreur, elle a été calculée comme dans cet exemple.

III.4. Vitesses de propagation des ondes élastiques

Les célérités de propagation du son sont des grandeurs essentielles pour caractériser le comportement en dynamique rapide des matériaux étudiés. La mesure se fait classiquement par une méthode ultrasonore, qui donne accès à la vitesse longitudinale C_L et la vitesse transversale C_T autorisant le calcul de la vitesse hydrodynamique C_0 :

$$C_0 = \sqrt{C_L^2 - \frac{4}{3}C_T^2} \quad 15$$

C_L traduit la vitesse des ondes résultantes d'une stimulation de traction-compression, C_T la vitesse des ondes issues d'une sollicitation en cisaillement (sans changement de volume).

La mesure se fait sur des cylindres d'environ 1 cm de hauteur et du diamètre des cibles impactées (≈ 15 mm). La hauteur de chaque cylindre est mesurée au pied à coulisse d'une précision de $\pm 0,01$ mm. Un capteur ultrason de fréquence 10 MHz permet la mesure de C_L , un second capteur de fréquence 5 MHz est utilisé pour C_T (Figure 48a). Le capteur est disposé à la surface des échantillons, l'emploi de miel ou de gel est nécessaire pour parfaire l'interface entre l'outil d'acquisition et le solide massif. Sur l'oscilloscope, le temps d'un aller-retour dans la hauteur du solide correspond à la durée entre deux pics de fréquence. La durée d'un aller-retour moyen est le temps que met une onde, longitudinale ou transversale suivant le cas, à traverser le cylindre dans un sens puis dans l'autre.

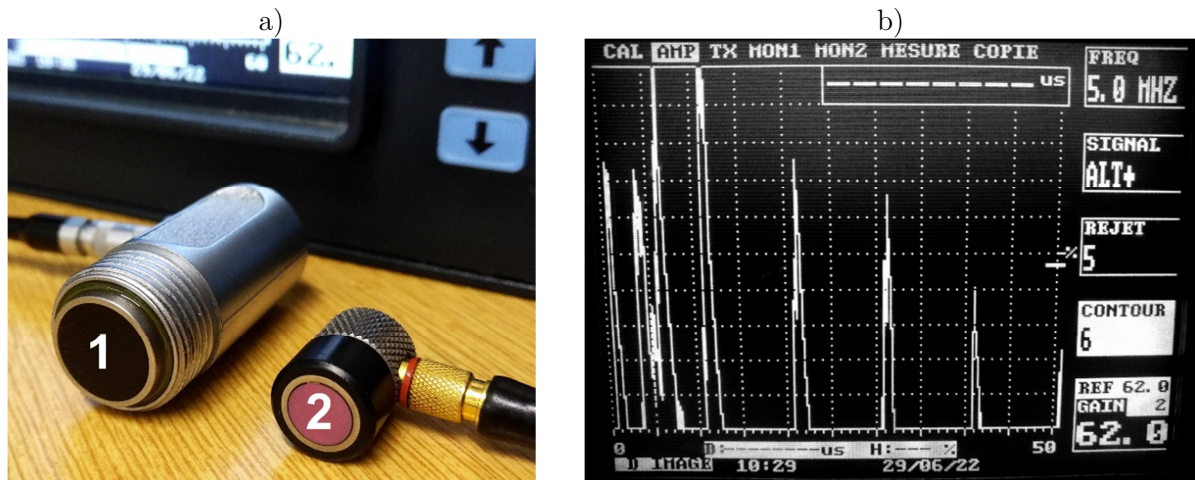


Figure 48 : Mesures ultrasoniques : capteurs ultrasons (1 transversal et 2 longitudinal) a) et périodes des allers-retours ultrasons dans le matériau testé b).

La vitesse de propagation est donnée par :

$$C_{L \text{ ou } T} = \frac{2h}{t_{A/R}} \quad 16$$

avec h la hauteur de l'échantillon et $t_{A/R}$ la période des oscillations.

Les résultats obtenus pour le René 65 sont donnés dans la Figure 49. Compte tenu des barres d'erreur, les vitesses mesurées sont indépendantes du procédé (forgé ou fabriqué additivement) et des traitements thermiques.

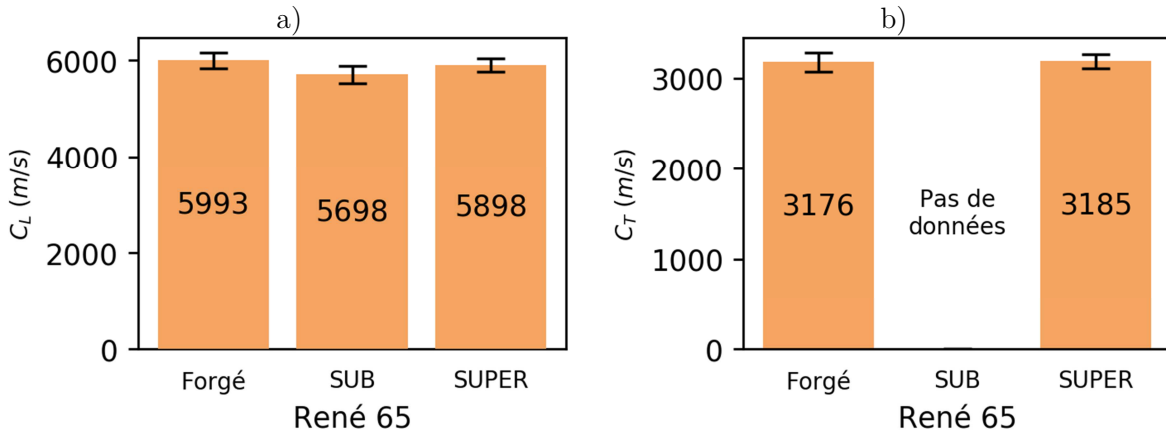


Figure 49 : Vitesses des ondes élastiques dans les massifs René 65 : vitesses des ondes longitudinales a) et transversales b).

Avant de comparer ces valeurs expérimentales de nos matériaux à celles des superalliages base Nickel en général, notons que les vitesses des ondes élastiques C_L et C_T peuvent être déduite de la masse volumique ρ_0 et des paramètres élastiques classiques, comme le module d'élasticité E , le coefficient de poisson ν ou le module de cisaillement G :

Vitesse longitudinale C_L

$$C_L = \sqrt{\frac{E(1-\nu)}{\rho_0(1+\nu)(1-2\nu)}}$$

$$C_L \simeq \sqrt{\frac{E}{\rho_0}}$$

Vitesse transversale C_T

$$C_T = \sqrt{\frac{C_L^2(1-2\nu)}{2(1-\nu)}}$$

$$C_T \simeq \sqrt{\frac{G}{\rho_0}}$$

Les valeurs C_L et C_T mesurées par ultrasons pour le René 65 apparaissent en bon accord avec la littérature des superalliages : Zaretsky et Al. [64] donne des C_L et C_T proches pour le superalliage Inc738LC (respectivement 6060 m/s et 3150 m/s) et le PWA1483 (respectivement 5610 m/s et 3740 m/s). L'extraction de C_L et C_T des paramètres élastiques de la littérature montre la cohérence de nos mesures : un C_L moyen de l'ordre de 5965 m/s et un C_T moyen d'environ 3075 m/s sont calculés [103,109–111] pour un panel de superalliages répandus (Inconel 718, René, CMSX, Mar-M, TMS, etc). Les vitesses des ondes élastiques (C_L et C_T) sont équivalentes entre le matériau forgé et du matériau FA (Subsolvus et Supersolvus) : un constat similaire est rapporté pour l'acier 304L, sous sa forme forgée et sa forme fabriquée additivement [108].

Les sondes ultrasonores disponibles n'ont pas permis de mesurer des vitesses de propagation dans le cas du Waspaloy LMD, probablement à cause de la porosité de ce matériau (cf. § III.2.A. et § III.2.B.2.). Ainsi, les vitesses C_L et C_T pour ce superalliage seront prises dans les données de la littérature. En approximant ces vitesses à partir de ρ_0 , E , ν et G , les valeurs moyennes [106,111,112] $C_L=5995$ m/s et $C_T=2880$ m/s sont obtenues. Le recours à ces valeurs moyennées, proches de celles d'autres superalliages base Nickel [64,103,109–111], et le bon accord entre la masse volumique mesurée dans nos échantillons et celles rapportées pour le Waspaloy apparaît comme pleinement justifié. On considère les vitesses de propagation des ondes élastiques mesurées par ultrasons pour le Waspaloy [107] : $C_L=6010$ m/s et $C_T=3216$ m/s.

Chapitre IV : Résultats

IV.1. Mesures de vitesses résolues en temps	69
IV.1.A. Caractérisation du chargement dynamique	69
IV.1.A.1. Impacts de feuille.....	69
IV.1.A.2. Irradiation laser directe	72
IV.1.B. Caractéristiques des matériaux	74
IV.1.B.1. Limite élastique d'Hugoniot σ_{HEL}	74
IV.1.B.2. Contrainte d'écaillage σ_{SP}	77
IV.1.B.3. Influence de la vitesse de déformation ε sur σ_{HEL} et σ_{SP}	81
IV.1.B.4. Vitesse de propagation des ondes longitudinales C_L	82
IV.1.B.5. Célérité du choc D	84
IV.1.C. Implémentation d'un modèle de comportement macroscopique simple	85
IV.2. Observations post-choc	90
IV.2.A. Fracture interne complète	90
IV.2.A.1. René 65 forgé	90
IV.2.A.2. René 65 fabriqué additivement	95
IV.2.A.3. Waspaloy	100
IV.2.A.4. Influence de l'angle de coupe sur l'observation des fractures internes complètes	107
IV.2.B. Ejection complète de l'écaillage	109
IV.2.B.1. Visualisation de l'envol de l'écaillage.....	109
IV.2.B.2. Cratères d'écaillages.....	110
IV.2.C. Amorçage et propagation de l'endommagement dans le René 65 et le Waspaloy	114
IV.2.C.1. René 65 forgé	114
IV.2.C.2. René 65 fabriqués par voie additive.....	118
IV.2.C.3. Waspaloy	124
IV.2.D. Bilan récapitulatif des observations	127
IV.2.E. Vers la simulation d'un polycristal sous choc	128
IV.2.E.1. Polycristal globalement isotrope	129
IV.2.E.2. Grains colonnaires : orientation et rupture	132
IV.2.E.3. Bilan des simulations polycristallines.....	135

IV.1. Mesures de vitesses résolues en temps

La détermination des caractéristiques mécaniques (limite élastique d'Hugoniot et résistance à l'écaillage) se fait à partir des mesures de vitesses résolues en temps extraites de l'acquisition VISAR. Ces mesures permettent aussi de caractériser le chargement dynamique produit par impact de feuille mince ou par irradiation laser.

IV.1.A. Caractérisation du chargement dynamique

Avant d'analyser la réponse dynamique des matériaux étudiés, il convient de caractériser le chargement appliqué (pression de choc, temps d'application et vitesse de déformation). Pour les expériences d'impact de feuille cela passe par des mesures de vitesse de surface libre des impacteurs d'aluminium. Puis les diagrammes P-u des cibles sont analysés pour les impacts et les irradiations laser directes.

IV.1.A.1. Impacts de feuille

Un enregistrement de la vitesse de surface libre d'un impacteur d'Aluminium (Figure 50) est illustré dans la Figure 51a pour une intensité laser de 6 GW/cm^2 en interaction confinée eau : au débouché du choc produit par l'impulsion laser, la surface est d'abord accélérée à un pic de vitesse de 486 m/s . Selon l'hypothèse de surface libre classiquement invoquée à des pressions modérées, cette valeur est le double de la vitesse particulière u induite par le passage du front de choc. L'utilisation de l'équation 1 de conservation de la masse avec les paramètres hydrodynamiques de l'aluminium (Tableau 6) donne une pression de choc débouchant à la surface libre de l'impacteur de $3,7 \text{ GPa}$. Cette valeur de pression est en très bon accord avec les données rapportées pour des chocs lasers dans une géométrie similaire avec un confinement eau [81,113–115] (Figure 52).

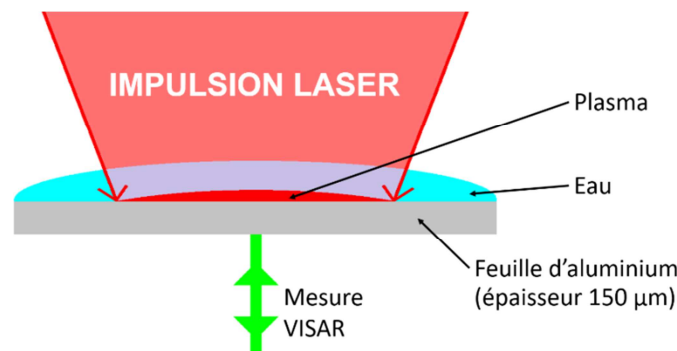


Figure 50 : Schéma de l'expérience de qualification d'accélération par laser d'une feuille d'Aluminium, la vitesse de surface libre est enregistrée par une mesure VISAR.

La suite de l'évolution de vitesse montre des oscillations : celles-ci correspondent à la réverbération d'ondes entre la surface irradiée et la surface libre sondée. En effet, sur la surface irradiée le plasma confiné continue d'exercer une pression, ce qui engendre une succession d'ondes de compression d'intensité décroissante. La période des oscillations représente le temps d'un aller-retour d'une onde de pression dans la feuille d'aluminium d'épaisseur $150 \mu\text{m}$. En approximant la vitesse de propagation des ondes de pression par la vitesse des ondes élastiques longitudinales C_L dans l'aluminium, le temps d'un aller-retour devrait être de 47 ns , en accord avec la période mesurée d'environ 42 ns . Au-delà de 600 ns , la surface libre atteint un plateau de vitesse de l'ordre

de 1000 m/s : cette mesure est cohérente avec les plages de vitesses rapportées dans la littérature pour des essais similaires avec le même laser, dans la même configuration [114,116].

Tableau 6 : Paramètres hydrodynamiques de l'Aluminium [117] et d'un superalliage base Nickel tiré de la caractérisation pré-choc (voir Chapitre III).

Matériau	C_L (m/s)	C_0 (m/s)	ρ_0 (kg/m ³)
Aluminium	6360	5209	2784
Superalliage base Nickel	5900	4607	8273

La vitesse d'impact peut être calculée en intégrant (surface bleue dans la Figure 51a) la vitesse de surface libre de l'impacteur sur la distance de 250 μm (épaisseur de la rondelle de laiton, Figure 24) parcourue avant de frapper la cible (Figure 51b). Cette distance de 250 μm est un compromis entre une vitesse d'impact suffisante du feuillet d'aluminium et une déformation modérée de celui-ci afin de garantir au mieux la planéité de l'impact. Dans l'exemple de la Figure 51, l'impacteur rencontre la cible après 430 ns à une vitesse d'impact de 890 m/s.

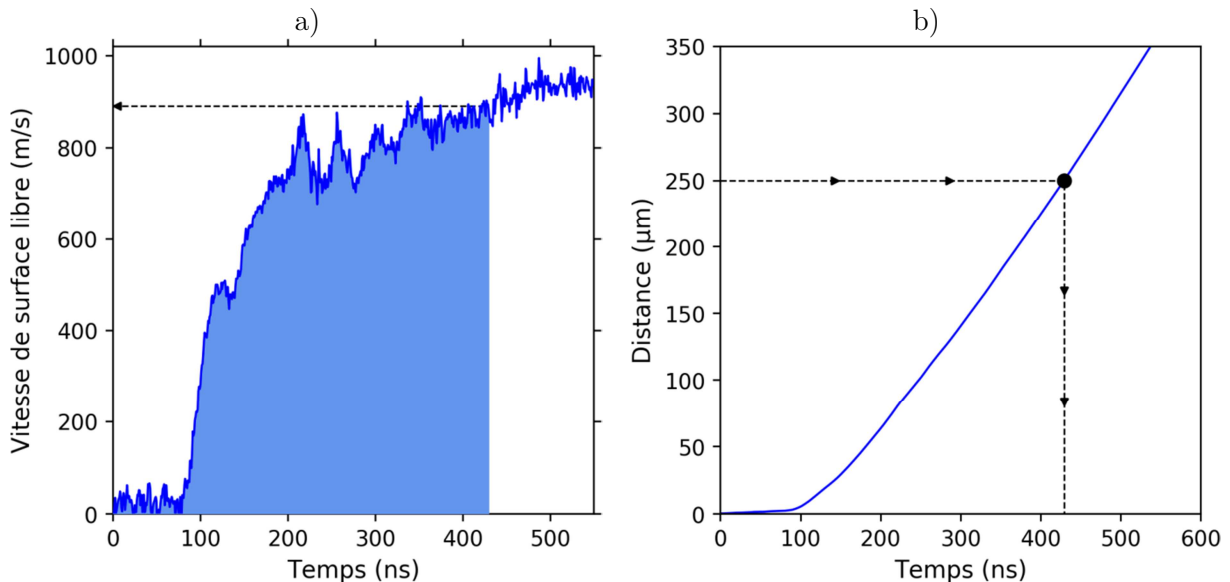


Figure 51 : Envoy de l'impacteur d'Aluminium (150 μm) : mesure de vitesse de surface libre a) et distance parcourue au cours du temps b), obtenue en intégrant la vitesse (aire bleue).

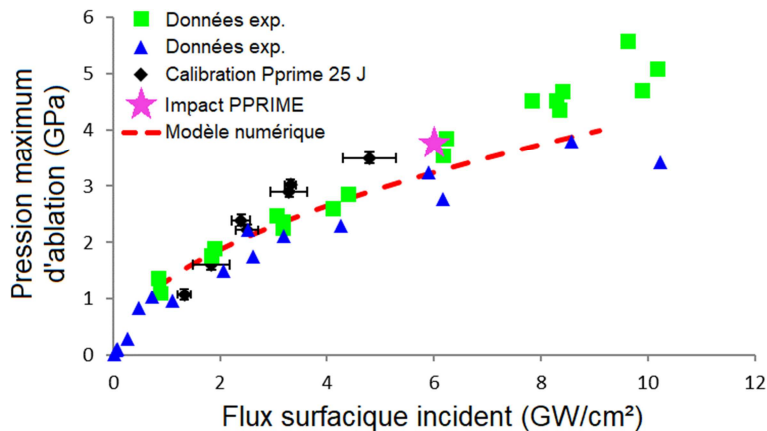


Figure 52 : Evolution de la pression maximale d'ablation en fonction du flux surfacique incident pour des chocs laser confinés eau [114,115].

La pression de choc induite dans la cible est évaluée par désadaptation d'impédance entre la feuille d'aluminium et la cible de superalliage base Nickel. A partir des paramètres hydrodynamiques du Tableau 6 et des équations 4 et 5 du Chapitre II on trace les polaires de l'Aluminium (orange) et du superalliage (vert) dans le diagramme pression-vitesse de la Figure 53b. L'approximation acoustique est employée en première approche pour décrire le superalliage : la polaire est une droite de pente $\rho_0 C_0$. La pression atmosphérique ambiante P_0 est négligée au regard des pressions évaluées dans ces expériences. Avant l'impact le projectile est à pression nulle et avance à 890 m/s (état 0'). L'impact porte ensuite les deux matériaux à une pression de choc de 10,6 GPa (état 1). Cette pression est maintenue pendant un temps τ correspondant à un aller-retour d'onde dans l'épaisseur du projectile (soit environ 42 ns d'après ce qui précède).

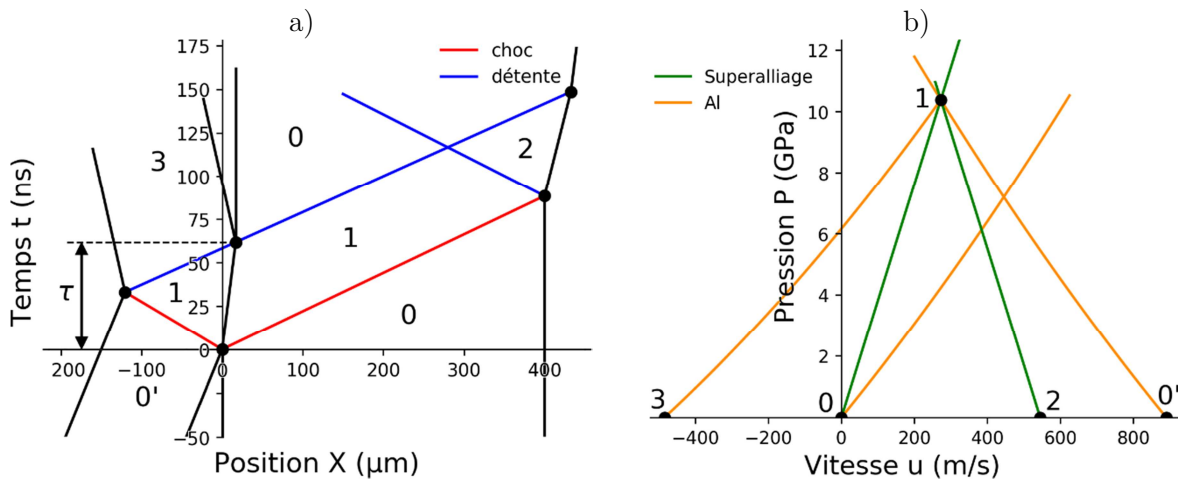


Figure 53 : Analyse hydrodynamique de l'impact d'une feuille d'Aluminium d'épaisseur 150 μm sur une cible de superalliage base Nickel à une vitesse d'impact de 890 m/s déduite d'une mesure (voir Figure 51a) : dans le plan $X-t$ a) et dans le plan $P-u$ b).

Par la suite, lorsque le choc débouche sur la face libre de la cible, cette surface accélère jusqu'à une vitesse d'environ 540 m/s (état 2). La Figure 54 montre une mesure de la vitesse de surface libre d'une cible de superalliage René 65 forgé soumis à un impact d'une feuille d'Aluminium propulsée par laser dans les conditions d'irradiation correspondant à la Figure 53. Au moment du débouché du choc, cette surface est accélérée à une vitesse maximale de 560 m/s, proche des 540 prédits par l'analyse hydrodynamique. Elle décélère ensuite lors de l'arrivée de la détente incidente. La durée de l'impulsion $\tau \approx 45$ ns est cohérente avec la prédiction théorique. La suite du profil est liée à la rupture par écaillage : elle sera détaillée plus loin. Enfin, une estimation de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ est donnée par :

$$\dot{\epsilon} = \frac{1}{2C_0} \frac{\Delta U}{\Delta t} \quad 17$$

Avec $\Delta U/\Delta t$ la pente de la décélération de la vitesse de surface libre en Figure 54. Dans cette expérience on obtient $\dot{\epsilon} \approx 8,2 \cdot 10^5 \text{ s}^{-1}$.

Au cours des essais, les paramètres laser relevés (énergie, durée et diamètre de l'impulsion laser) ne sont pas clairement corrélés aux vitesses mesurées des impacteurs d'Aluminium : une dispersion

est constatée dans les enregistrements VISAR sur les vitesses des cibles de superalliages base Nickel, qui varient entre 325 et 665 m/s (avec la plupart des valeurs autour de 530 m/s). Ces variations sont probablement dues à une déformation irrégulière du feuillet: la planéité et le parallélisme de l'impact sont alors compromis. Une autre cause probable de la dispersion des résultats est la possibilité d'un claquage complet ou partiel lié à une distribution non homogène de l'énergie dans le faisceau laser : de l'énergie est perdue dans l'ionisation du milieu de confinement (l'eau) et le choc transmis est alors de plus faible intensité [76].

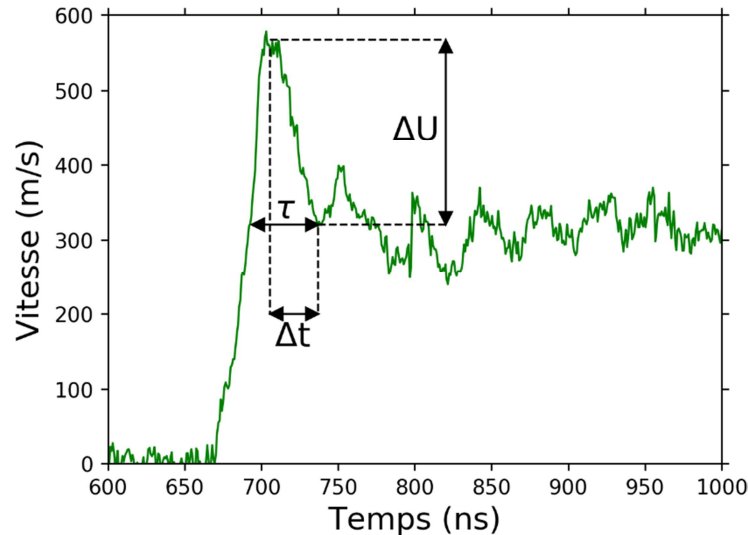


Figure 54 : Mesure de vitesse de surface libre sur un superalliage René 65 forgé impacté par un projectile d'Aluminium de 150 μm propulsé par laser.

IV.1.A.2. Irradiation laser directe

Dans les expériences de choc laser la pression de chargement ne peut être prédite que par simulation au moyen de codes de calcul décrivant l'interaction laser-matière comme ESTHER [118,119], MULTI [120] ou CHIC [121,122]. Dans nos expériences, la pression décroît pendant la propagation du choc depuis la surface chargée jusqu'à la surface libre. Comme c'est ce choc débouchant sur la surface libre qui nous intéresse, nous avons choisi de déterminer son amplitude sur chaque tir sur la base de la mesure de surface libre. En effet, comme pour l'analyse de la Figure 53, le pic de vitesse est directement lié à la pression de choc via l'équation 5 et l'approximation de vitesse de surface libre. Ainsi, sur les enregistrements de vitesses de la Figure 55a, la vitesse pic de chaque essai permet de remonter à la pression de choc P_{CHOC} sur le diagramme P-u en Figure 55b. Le temps τ d'application du chargement et la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ sont déduits respectivement de la largeur de l'impulsion et de la pente de la décélération comme pour les essais d'impact.

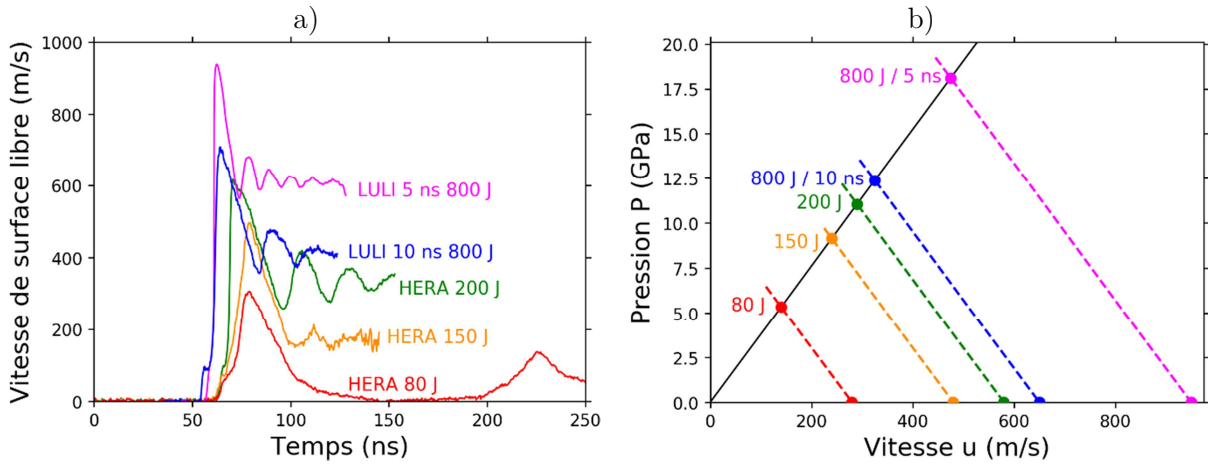


Figure 55 : a) Mesures de vitesses de surface libre dans des expériences de choc laser HERA (rouge, orange, vert) et LULI2000 (bleu et rose). b) Diagramme P-u pour ces mêmes essais : les pics de vitesse reportés sur l'axe des u permettent de remonter à P en ordonnée.

Le Tableau 7 fournit les plages de pressions de choc, de durées d'impulsion et de vitesses de déformation ainsi déterminées pour les trois types d'expériences. L'intervalle de pression P_{CHOC} est comme attendu supérieur dans les essais à très fort flux de LULI2000 que ceux d'HERA. Ces deux campagnes d'irradiation laser directe ainsi que les impacts de feuilles permettent de couvrir une large gamme de pression. Les durées d'application τ sont complémentaires entre les trois campagnes, avec des chargements durant entre 12 ns (LULI2000) et 55 ns (PPRIME). Les $\dot{\epsilon}$ moyennes des essais de choc laser sont supérieures à 1.10^6 s^{-1} et la plage $0,5 - 4,0 10^6 \text{ s}^{-1}$ est couverte avec les trois campagnes.

Tableau 7 : Bilan de la caractérisation des chargements dynamiques des campagnes d'impacts PPRIME et de chocs laser HERA et LULI2000.

Campagne	Impacts PPRIME	HERA	LULI2000
Pression P_{CHOC}	7 - 11 GPa	5 - 11 GPa	12 - 18 GPa
Durées τ	40 - 55 ns	27 - 46 ns	12 - 24 ns
Vitesses de déformation $\dot{\epsilon}$	$0,5 - 1,4.10^6 \text{ s}^{-1}$	$0,9 - 2,1.10^6 \text{ s}^{-1}$	$1,6 - 4,0.10^6 \text{ s}^{-1}$

IV.1.B. Caractéristiques des matériaux

Le post-traitement des mesures VISAR permet de déduire les caractéristiques dynamiques de chacun des matériaux étudiés et d'évaluer des différences ou ressemblances entre les procédés de fabrication, l'orientation du choc dans les cibles FA ou encore les traitements thermiques. Pour chaque matériau testé, la limite élastique d'Hugoniot et la limite d'écaillage sont calculées et discutées, notamment en fonction de la vitesse de déformation. Enfin, pour les essais de choc laser on tente de déterminer les vitesses d'ondes C_L et D .

IV.1.B.1. Limite élastique d'Hugoniot σ_{HEL}

La limite élastique d'Hugoniot est calculée à partir du précurseur élastique détecté dans les mesures de vitesse de surface libre des échantillons choqués (cf. § II.1.D.). La première onde débouchant sur cette surface libre se déplace à la vitesse C_L : elle produit une compression élastique jusqu'à la limite élastique d'Hugoniot σ_{HEL} (équation 6) du matériau et une vitesse matérielle u_{HEL} égale à la moitié du saut de vitesse en surface libre à environ 100 m/s (Figure 56a). Une onde de compression plastique suit le précurseur élastique et accélère la surface libre jusqu'au pic de vitesse.

Lors de la mesure du précurseur élastique, ce dernier peut se présenter sous deux formes dans les fronts de montée de nos mesures de vitesse : une marche ou une rupture de pente. Pour une marche, on fait une moyenne entre le minimum et le maximum dans le plateau comme illustré dans la FIG_marche. Dans le cas d'une rupture de pente, on considère que le précurseur élastique est la première onde débouchant en surface libre comme schématisé dans la FIG_marche. Cependant, pour des pressions de choc élevées, la séparation entre le précurseur et les ondes plastiques plus lentes est parfois très ténue, de sorte qu'on ne relève pas de précurseur élastique franc (Figure 56b).

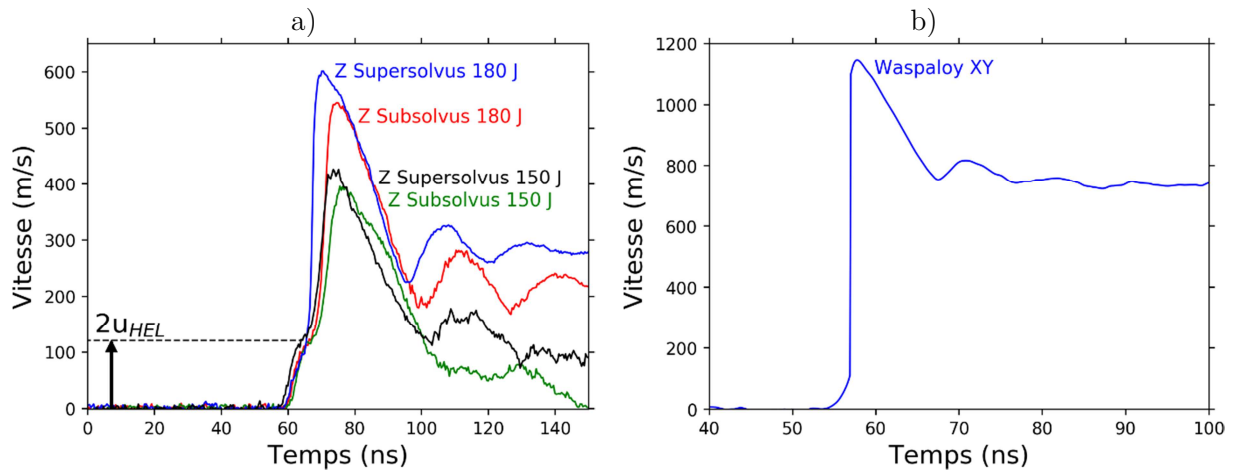


Figure 56 : a) Mesure du précurseur élastique sur des profils de vitesses de surface libre de cibles de René 65 Z testées lors de la campagne HERA. b) Difficulté à déterminer l'amplitude de ce précurseur u_{HEL} sur une mesure à flux surfacique élevé sur LULI2000.

D'après les mesures d' u_{HEL} , σ_{HEL} est calculée et l'ensemble des valeurs dans différentes expériences est tracé dans la Figure 57 : une dispersion certaine est bien visible au sein des populations, quel

que soit le superalliage étudié et/ou le type d'expérience (impact ou choc laser) considéré. Cette dispersion explique les barres d'incertitudes importantes sur les histogrammes (Figure 58) présentés ci-après. D'après la caractérisation pré-choc des matériaux, les microstructures des cibles extraites d'un même matériau sont plurielles, ce qui explique probablement cette dispersion.

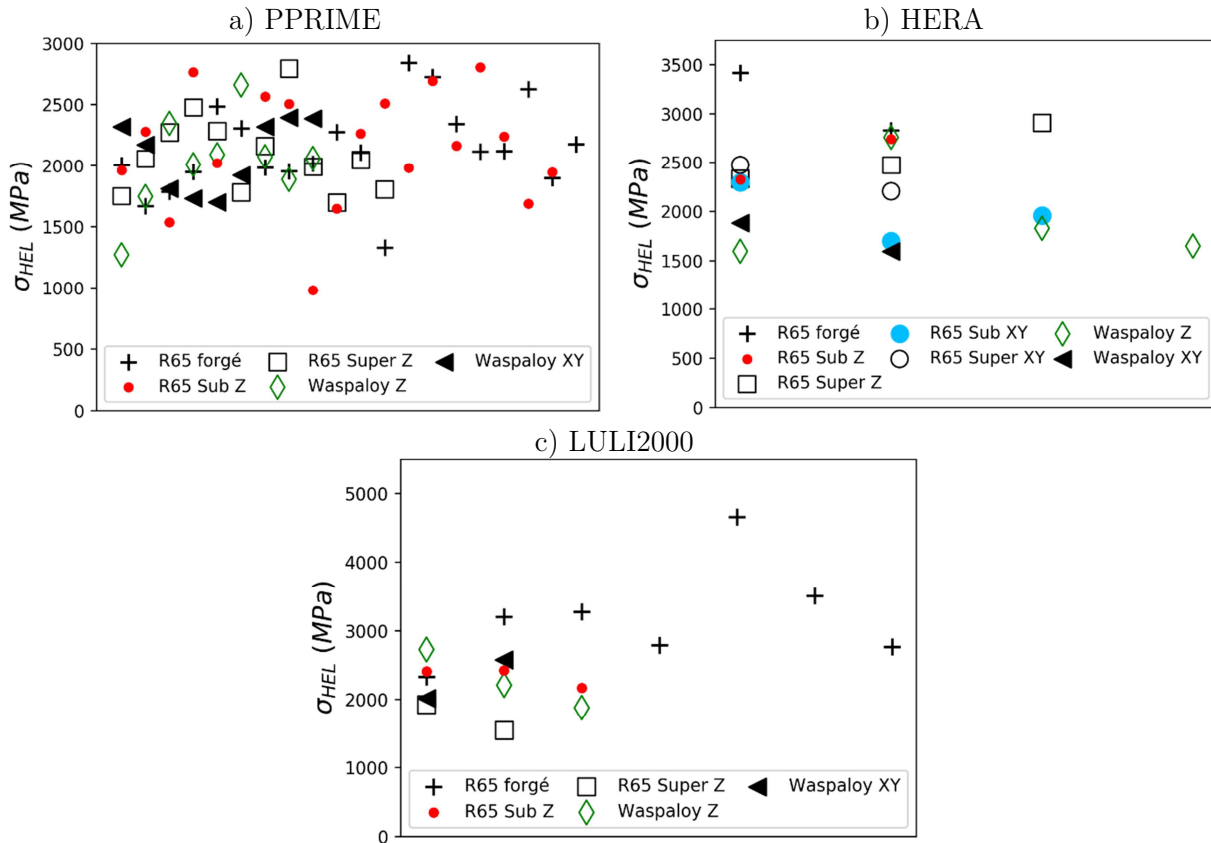


Figure 57 : Dispersion des limites élastique d'Hugoniot σ_{HEL} des nuances de René 65 et Waspaloy testés lors des essais PPRIME a), LULI2000 b) et HERA c).

Les limites élastiques d'Hugoniot de chaque matériau étudié pour les différents types de chargement sont représentées dans les histogrammes de la Figure 58. La dispersion des résultats évoquée dans la Figure 57 est illustrée par les barres d'erreur sur chaque histogramme : le calcul de ces barres d'erreur reprend la démarche décrite dans la partie § III.3.A. . Les essais d'impact de feuille (Figure 58a) présentent des valeurs de σ_{HEL} d'environ 2,1 GPa et les résultats des chocs laser d'HERA et de LULI2000 (Figure 58b-c) des limites d'Hugoniot comprises entre 1,7 et 3,2 GPa. Ces différences entre les modes de chargement peuvent s'expliquer par la variation des vitesses de déformation entre les campagnes (Tableau 7). De plus, pour les chocs laser appliqués sur une petite tache dans la campagne HERA, des effets de bord (i.e. les détentes latérales issues de la périphérie de cette tache) peuvent perturber la propagation 1D du choc jusqu'au point sondé par le VISAR en surface libre.

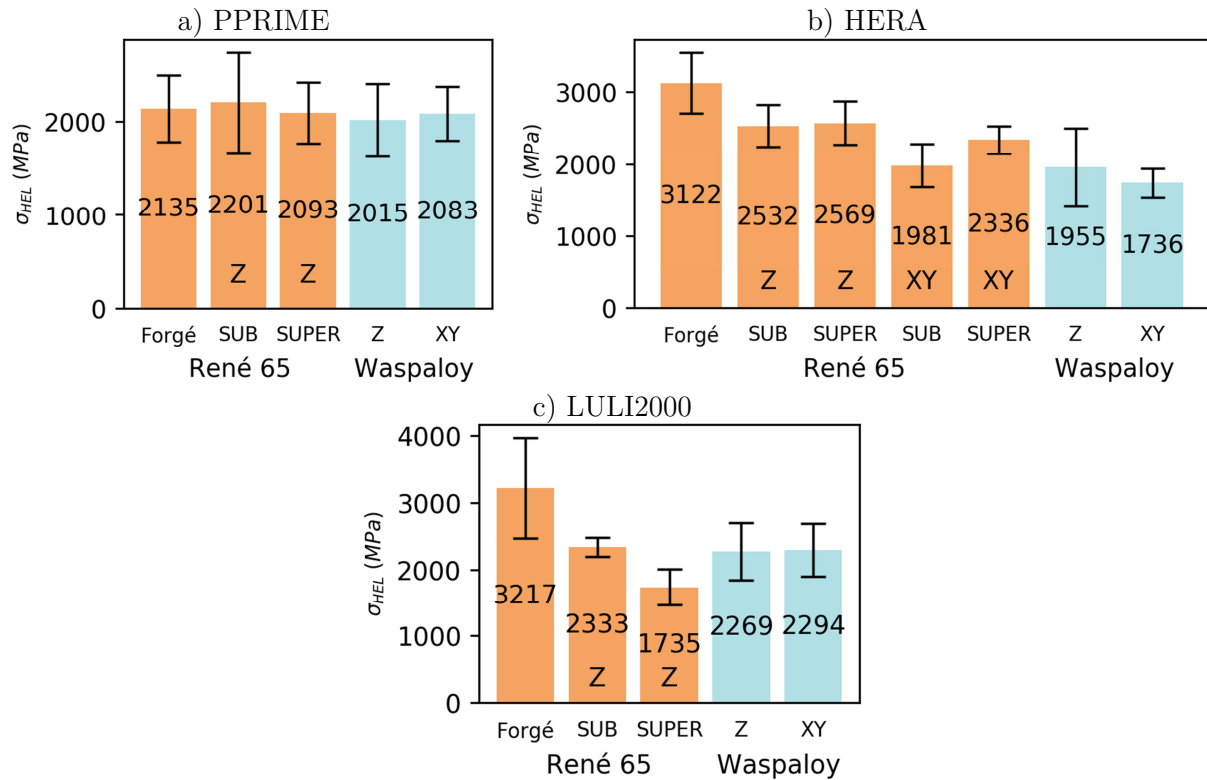


Figure 58 : Limites élastiques d'Hugoniot σ_{HEL} des René 65 et Waspaloy testés lors des essais PPRIME a), LULI2000 b) et HERA c).

Malgré la dispersion importante, ces premiers résultats apportent les premiers arguments pour évaluer les différences entre matériaux, procédés de fabrication, orientations du choc ou encore traitements thermiques. Suite aux impacts de feuilles, les limites élastiques dynamiques du René 65 et du Waspaloy sont similaires, aux alentours de 2 GPa, et insensibles aux procédés et aux orientations (dans la limite des barres d'erreur). Les chocs laser confirment l'insensibilité à l'orientation du choc en particulier pour le Waspaloy avec des valeurs très proches suivant Z et XY.

Dans les essais par choc laser, la plus faible dispersion des valeurs mesurées permet de mettre en évidence une légère influence du procédé entre le René 65 forgé et du René 65 FA. Sur ces tirs à $\dot{\epsilon}$ et P_{CHOC} plus élevées (Figure 58b,c) le René 65 forgé a une limite d'Hugoniot supérieure (3,1 GPa) au René 65 FA (moyenne 2,25 GPa).

L'insensibilité de la limite élastique d'Hugoniot aux traitements thermiques est également constatée. Sous impacts de feuilles, les σ_{HEL} moyennes du René 65 Subsolvus Z (18 tirs) et Supersolvus Z (12 tirs) sont identiques compte tenu de la dispersion. La comparaison entre les cibles Subsolvus et Supersolvus choquées à $\dot{\epsilon}_{HERA} \approx 1,5 \cdot 10^6 \text{ s}^{-1}$, confirme ce constat. Enfin, précisons que la campagne LULI2000, à vitesses de déformation plus élevées ($> 1,5 \cdot 10^6 \text{ s}^{-1}$), présente un nombre d'essais exploitables réduit (3 tirs Subsolvus et 2 tirs Supersolvus), du fait de la difficulté à mesurer leur précurseur élastique comme expliqué précédemment et illustré dans la Figure 56b.

IV.1.B.2. Contrainte d'écaillage σ_{SP}

Comme énoncé au § II.1.D, la contrainte d'écaillage est la contrainte de traction dynamique maximale admissible par le matériau testé à la vitesse de déformation considérée. Pour rappel, cette valeur est déduite de la mesure de ΔU (Figure 20) via l'équation 8. Rappelons que la réflexion de l'onde de choc sur la surface libre accélère cette surface (à une vitesse pic) et produit un faisceau réfléchi de détentes. Dans la cible, le faisceau de détente incident croise ces détentes réfléchies. Ce croisement engendre localement des contraintes de traction, qui créent des dommages si elles dépassent la résistance à la traction dynamique, contrainte d'écaillage σ_{SP} . Cet endommagement crée de nouvelles surfaces libres, d'où sont émises des ondes de recompression qui relaxent les contraintes de traction. L'arrivée de ces ondes sur la surface libre la réaccélère. Ainsi, sur la mesure VISAR de la Figure 59a, vers 820 ns, la décélération est interrompue par une nouvelle onde de compression liée à la relaxation des contraintes pendant l'ouverture de la fracture d'écaillage dans la cible. La différence de vitesse entre le maximum et le minimum de cette première décélération est le ΔU recherché et, pour rappel, la durée de cette décélération est Δt permettant le calcul de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$.

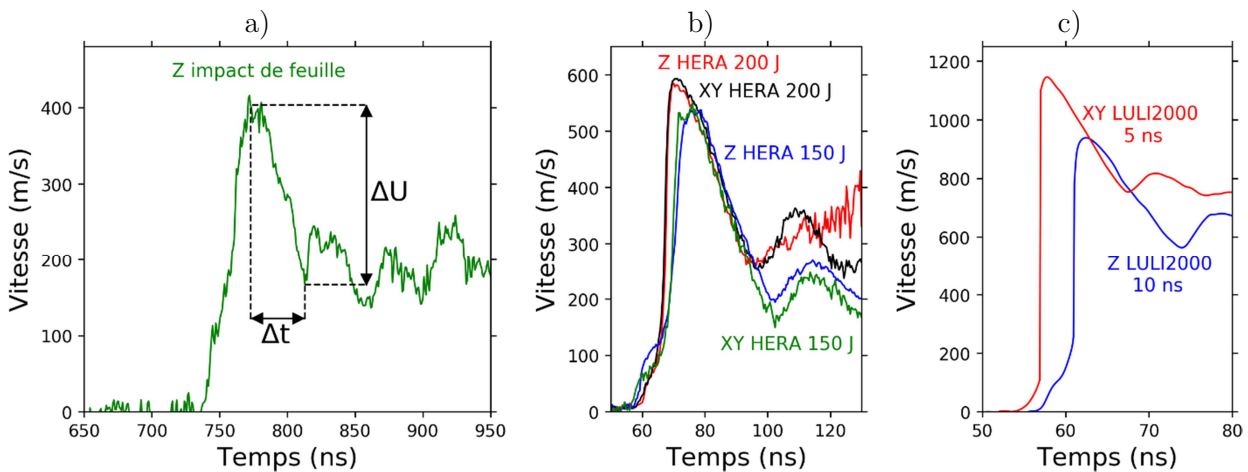


Figure 59 : Mesures de vitesses de surface libre sur des cibles de Waspaloy issu de FA soumises à un impact de feuille a) ou à des chocs laser sur HERA b) et sur LULI2000 c). La direction du choc est indiquée à côté de chaque profil.

La Figure 60 rassemble toutes nos mesures de contraintes d'écaillage. Comme pour σ_{HEL} , on constate une dispersion importante. Elle s'explique à nouveau par les différentes microstructures d'une cible à l'autre. En particulier, les contraintes à rupture calculées sont plus groupées dans les essais de chocs laser (HERA et LULI, Figure 60b-c) que pour les impacts PPRIME (Figure 60a). Dans ces essais d'impact, comme indiqué précédemment, la planéité parfois imparfaite de la feuille d'aluminium, due à la distribution hétérogène de la pression appliquée par le plasma, conduit à des incertitudes importantes. En effet, la mesure VISAR est effectuée sur le point opposé au centre de la tache irradiée (Figure 27 et Figure 29), mais ce point ne correspond pas forcément au centre de la zone impactée, ce qui peut entraîner des effets de bord et des erreurs importantes pour la détermination de σ_{SP} .

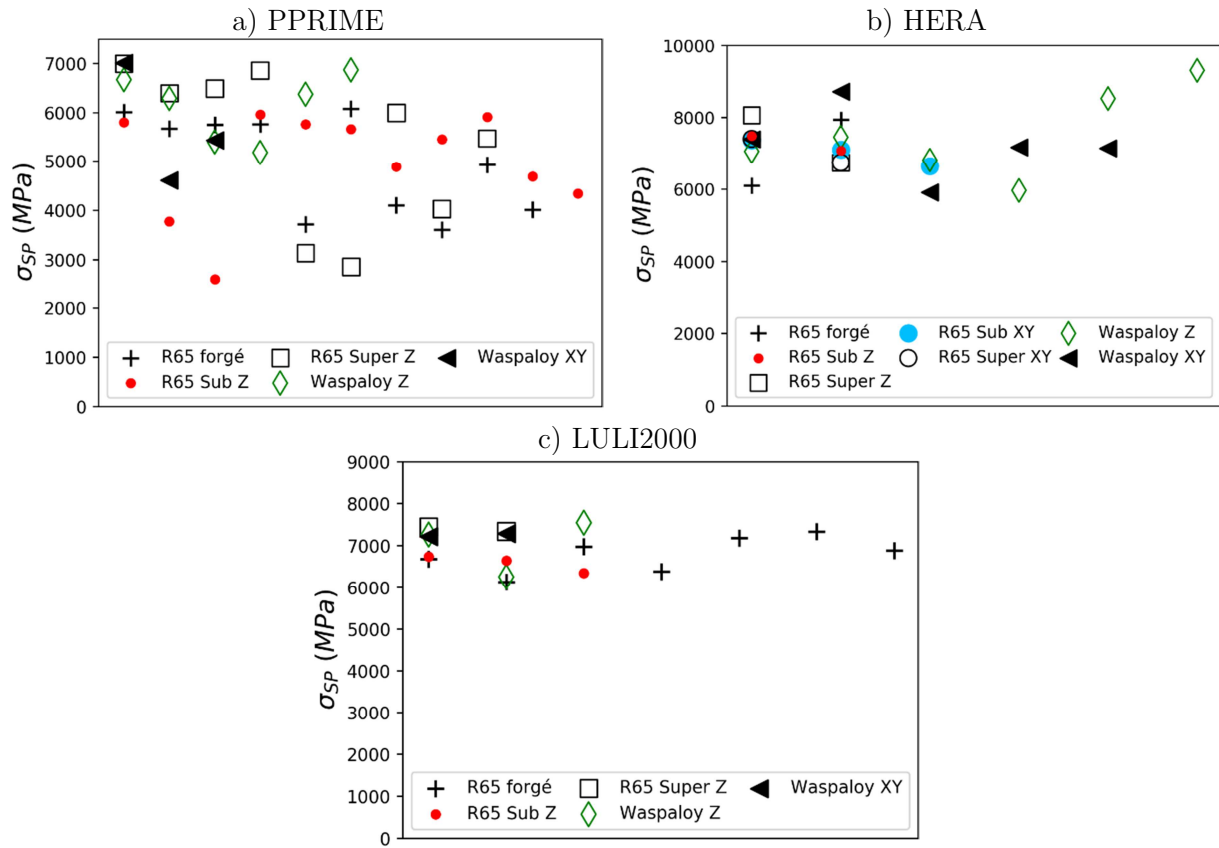
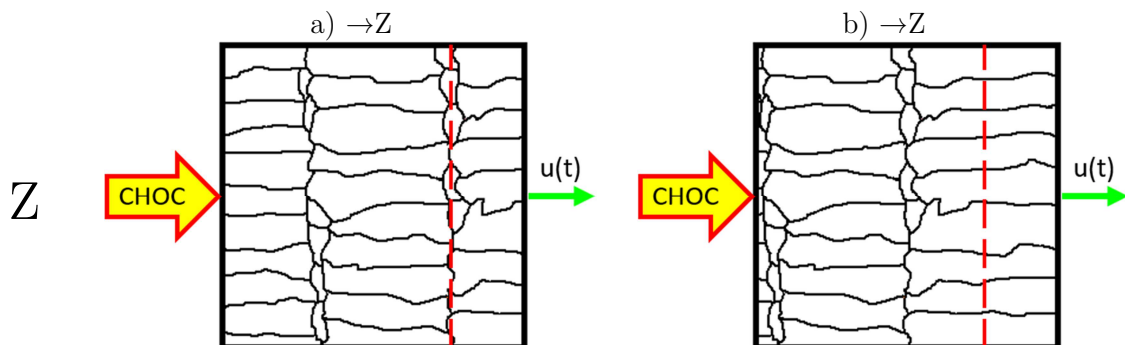


Figure 60 : Dispersion des limites d'écaillage σ_{SP} des nuances de René 65 et Waspaloy testés lors des essais PPRIME a), LULI2000 b) et HERA c).

Les histogrammes en Figure 62 synthétisent les valeurs de σ_{SP} déduites des différentes campagnes. Les barres d'erreur sur chaque histogramme traduisent la dispersion déjà discutée au sein des populations testées. Cette dispersion s'explique en partie par l'état initial des microstructures présentées dans la partie § III.2.B. : suivant l'orientation du choc et la position du plan de traction maximale, la rupture n'intervient pas dans les mêmes configurations microstructurales. Dans le cas Z, le σ_{SP} calculé peut rendre compte d'une rupture entre les grains colonnaires (Figure 61a) ou dans les grains colonnaires (Figure 61b). Pour les cibles XY, la mesure VISAR dont découle σ_{SP} peut, schématiquement, sonder la zone de transition entre deux passes lasers (Figure 61c) ou au cœur des grains colonnaires (Figure 61d).



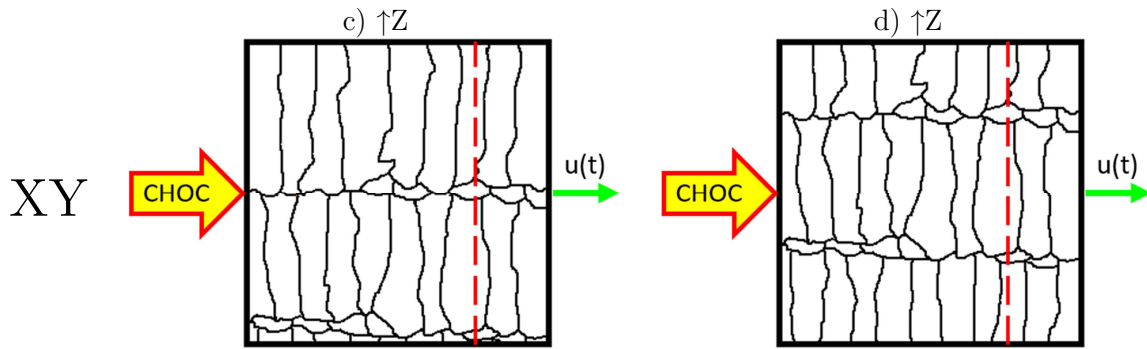
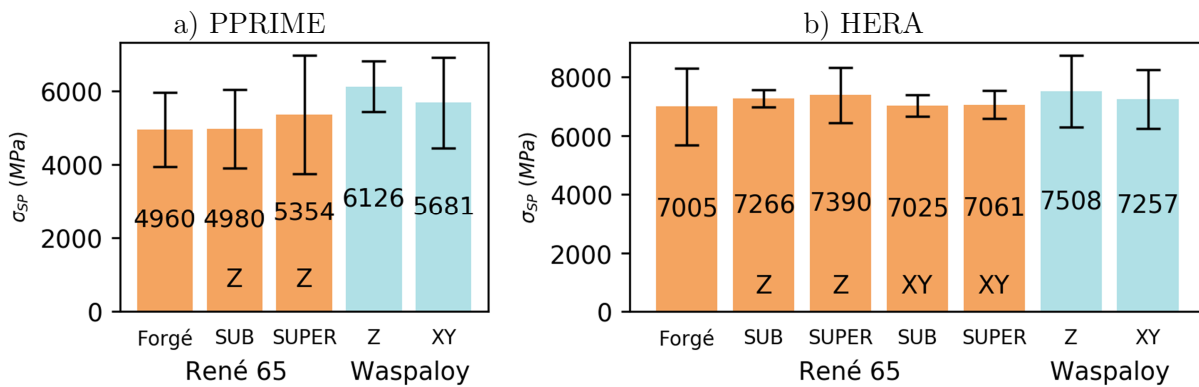


Figure 61 : Schémas des différentes configurations de rupture mesurées par les VISAR, le plan de traction maximale est en pointillés rouges. Pour le cas Z, une rupture entre les grains colonnaires a) et dans ces grains b). Pour le cas XY, le VISAR observe la zone entre les grains colonnaires c) et dans ces grains d).

Premier constat, la limite d'écaillage des superalliages base Nickel est particulièrement élevée, entre 5 et 7 GPa comparable à celle des matériaux employés dans les applications militaires tels que le Tantale [48]. Ainsi, les superalliages de Nickel testés dans cette étude font preuve d'une très bonne résistance en dynamique rapide.

Le René 65 a en moyenne, tous procédés, orientations et traitements thermiques confondus, une limite à rupture aux environs de 5,1 GPa pour les impacts de plaques, 7,1 GPa pour les chocs lasers. Cette différence s'explique probablement (au moins en partie) par la sensibilité de σ_{SP} à la vitesse de déformation [123,124] plus élevée sous chocs laser que sous impacts. Dans les différentes conditions d'essais, le Waspaloy se montre aussi performant que le René 65 avec des σ_{SP} relevés à 5,9 GPa, 7,2 GPa pour, respectivement, les impacts de plaques, et les chocs laser. Les valeurs de σ_{SP} calculées dans les deux superalliages René 65 et Waspaloy apparaissent, pour ces vitesses de déformation, comme globalement insensibles au procédé de fabrication, à la direction d'extraction ou encore aux traitements thermiques. Les écarts sont contenus dans la limite des barres d'erreur. Comme remarqué auparavant ces barres d'erreur sont réduites dans les expériences menées sur LULI2000 mais cela n'est dû qu'au faible nombre d'essais dans cette campagne.



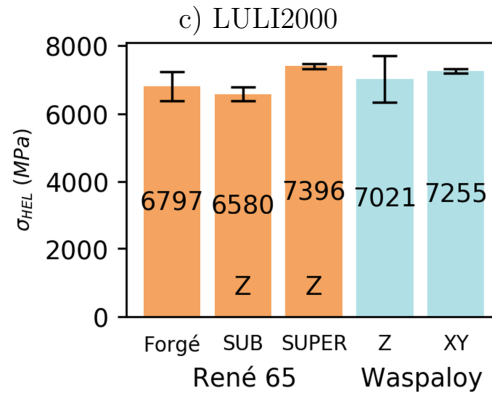


Figure 62 : Limites d'écaillage σ_{SP} des nuances de René 65 et Waspaloy testés lors des essais PPRIME a), LULI2000 b) et HERA c).

La comparaison des résultats de ces expériences en dynamique rapide avec ceux d'essais en traction uniaxiale montre en dynamique une limite d'élasticité dynamique et une limite à rupture nettement plus élevée. Suivant les nuances de superalliages base Nickel et les traitements thermiques, les propriétés mécaniques en quasi-statique [21,104–106] donnent des valeurs entre 0,9 et 1,2 GPa pour la limite d'élasticité à 0,2% et une résistance à la rupture en traction entre 1,3 et 1,6 GPa. Les valeurs moyennes mesurées à nos vitesses de déformation élevées ($\dot{\epsilon} = 106 \text{ s}^{-1}$) illustrent en dynamique rapide un domaine élastique deux fois supérieur et une limite à rupture au moins trois fois plus élevée qu'en statique.

Après la mesure de ΔU , la suite des enregistrements de vitesse de surface libre montrent des oscillations dans l'écaillage (Figure 20a). Ces oscillations dans le fragment écaillé donnent des durées d'aller-retour différentes suivant les conditions de chargement. A nouveau, avec la vitesse de propagation des ondes C_0 du superalliage « moyen » ($\approx 4600 \text{ m/s}$) et les périodes mesurées, les épaisseurs des écailles sont calculées. La période moyenne des oscillations dans les cibles pour chaque type d'essai et les épaisseurs associées des écailles sont présentées dans le Tableau 8. Comme attendu, les épaisseurs d'écailles sont à peu près proportionnelles à la durée d'application de la pression du choc débouchant en surface libre τ .

Tableau 8 : Synthèse des périodes moyennes dans les écailles et épaisseurs moyennes associées en fonction des durées de chargement dans les différentes conditions d'essais.

	Période moyenne	Épaisseur d'écaillage moyenne
Impacts PPRIME ($\tau=52 \text{ ns}$)	45 ns	105 μm
HERA ($\tau=28 \text{ ns}$)	23 ns	52 μm
LULI2000 – 10 ns ($\tau=25 \text{ ns}$)	20 ns	45 μm
LULI2000 – 5 ns ($\tau=13 \text{ ns}$)	11 ns	25 μm

IV.1.B.3. Influence de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ sur σ_{HEL} et σ_{SP}

Comme mentionné au chapitre II.1., la limite élastique d'Hugoniot et la résistance à l'écaillage augmentent en général avec la vitesse de déformation [123,124]. Les résultats de nos mesures sont tracés en fonction de cette vitesse $\dot{\epsilon}$ sur la Figure 63 et la Figure 64.

La vitesse de déformation ne semble pas avoir d'effet sensible sur la limite élastique d'Hugoniot : les résultats sont dispersés et forment un nuage de points. Pour le René 65 (Figure 63a) une majorité (75%) des points est entre 2 et 3 GPa pour des vitesses de déformation comprises entre $0,5 \cdot 10^6 \text{ s}^{-1}$ et $4 \cdot 10^6 \text{ s}^{-1}$. Le point particulier (entouré en vert sur la Figure 63a) de René 65 forgé à plus 4,5 GPa pour seulement $2 \cdot 10^6 \text{ s}^{-1}$ (σ_{HEL} élevé pour $\dot{\epsilon}$ relativement faible) peut être considéré comme une erreur de mesure. Dans le cas du Waspaloy (Figure 63b), 85% des valeurs sont entre 1,5 et 2,5 GPa pour $\dot{\epsilon}$ entre $0,5 \cdot 10^6 \text{ s}^{-1}$ et $3,5 \cdot 10^6 \text{ s}^{-1}$, sans influence notable de $\dot{\epsilon}$ sur cette plage non plus.

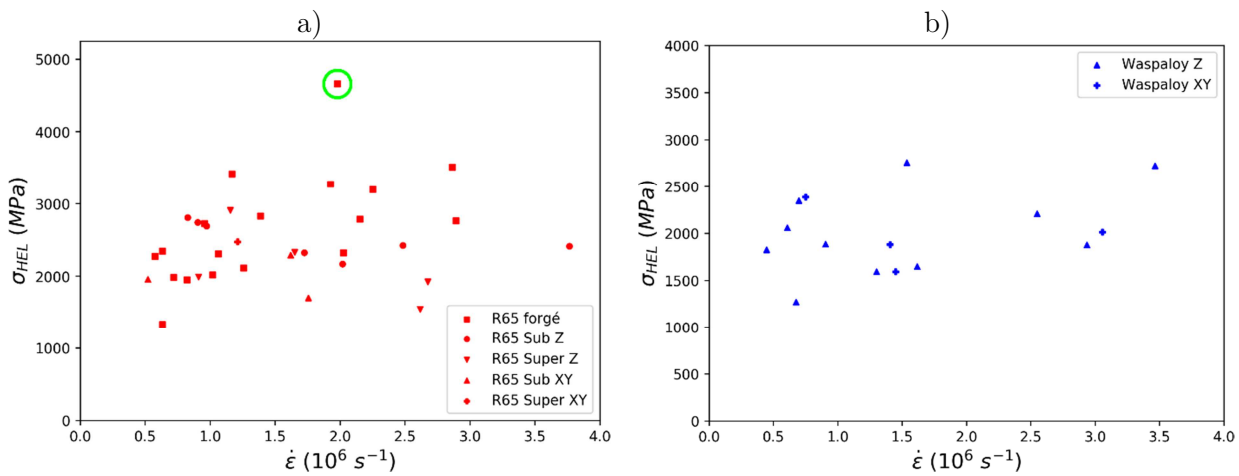


Figure 63 : Limite d'élasticité d'Hugoniot σ_{HEL} en fonction de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ pour le René 65 a) et le Waspaloy b).

Les contraintes d'écaillage en fonction du taux de déformation pour les nuances de René 65 et de Waspaloy sont présentées en Figure 64. Malgré la dispersion toujours importante, une tendance semble indiquer une augmentation de σ_{SP} avec $\dot{\epsilon}$ jusqu'à environ $1,5 \cdot 10^6 \text{ s}^{-1}$ puis une saturation à plus hautes vitesses de déformation, pour les deux superalliages étudiés. Rappelons que $\dot{\epsilon}$ est directement lié à la rapidité du chargement en traction juste avant la « rupture », c'est-à-dire la relaxation de cette traction par l'ouverture de nouvelles surfaces libres. Comme ce chargement est produit par l'interaction d'ondes planes au sein de l'échantillon, augmenter sa rapidité revient à réduire l'épaisseur de la zone soumise à ce chargement (Figure 65). On montrera dans la deuxième partie de ce chapitre que l'écaillage des superalliages base Nickel procède de la nucléation de fissures à des sites privilégiés (précipités γ' primaires, inclusions, joints de grains, etc) suivie de la propagation, principalement intragranulaire, de ces fissures. En augmentant $\dot{\epsilon}$, donc en réduisant l'épaisseur de la région chargée en traction, la probabilité pour que cette région comporte des sites propices à l'amorçage de fissures diminue, ce qui peut expliquer l'augmentation de la résistance à l'endommagement σ_{SP} . A vitesse extrêmement élevée, cette probabilité, devenue quasi-nulle (au moins au voisinage de la zone sondée par le VISAR en surface libre), n'évolue plus, ce qui pourrait expliquer la saturation de σ_{SP} (Figure 65b). La valeur d'environ 8 GPa correspondrait alors à la résistance du superalliage pratiquement « sans défaut ».

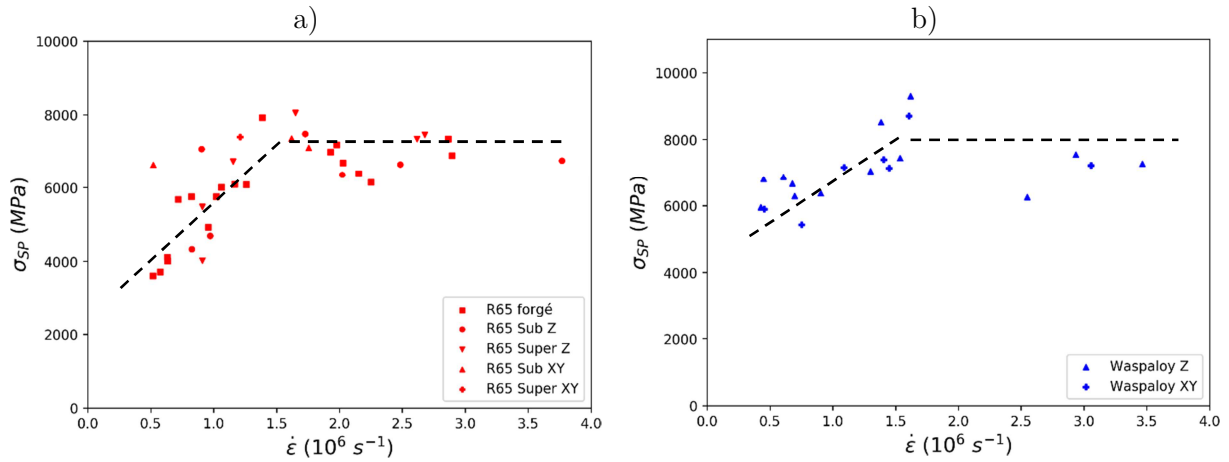


Figure 64 : Limite d'écaillage σ_{SP} en fonction de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ pour le Ren65 a) et le Waspaloy b).

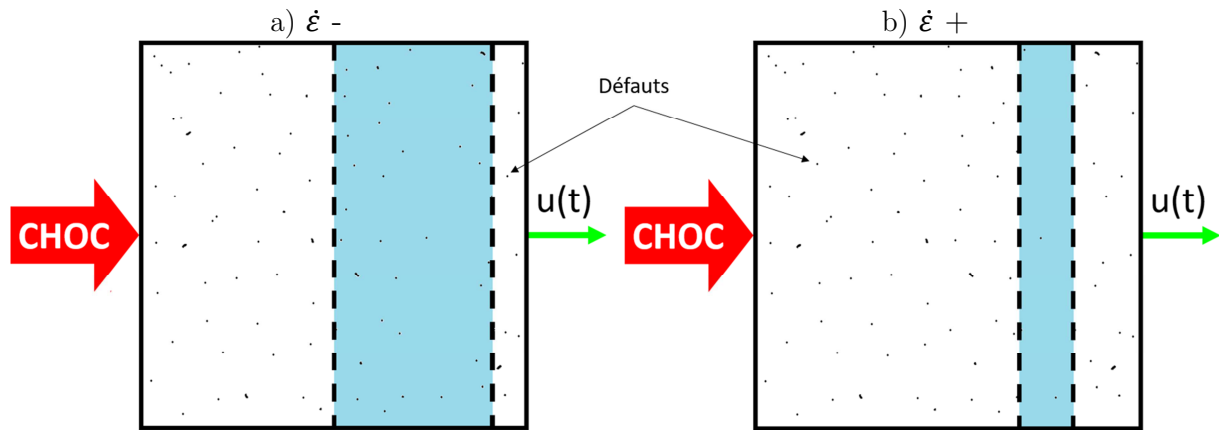


Figure 65 : Représentation schématique de la région chargée en traction dynamique (en bleu) avant l'écaillage pour une vitesse de déformation modérée a) ou très élevée b).

IV.1.B.4. Vitesse de propagation des ondes longitudinales C_L

Dans les tirs par irradiation laser directe, à l'inverse des impacts de plaque, le départ de l'onde de choc est maîtrisé : l'instant t_0 du tir laser est donné et le déclenchement de l'acquisition VISAR est synchronisé sur cet instant. On mesure ensuite le temps t_{CL} de débouché du précurseur élastique (Figure 66). La vitesse de propagation des ondes longitudinales C_L peut alors être déduite, connaissant l'épaisseur de la cible ep_{CIBLE} :

$$C_L = \frac{ep_{CIBLE}}{t_{C_L}} \quad 18$$

La vitesse de propagation des ondes élastiques longitudinales C_L est à priori une caractéristique élastique des matériaux. Les vitesses C_L ont été mesurées lors de l'étude pré-choc présentée dans le chapitre III. La Figure 67a-b montre les valeurs de C_L déduites des expériences de choc en fonction de la vitesse matérielle u . Ces valeurs sont comparées aux mesures de C_L par ultrasons de la caractérisation initiale (rappelée sur l'axe $u=0$ pour les différents types d'échantillons).

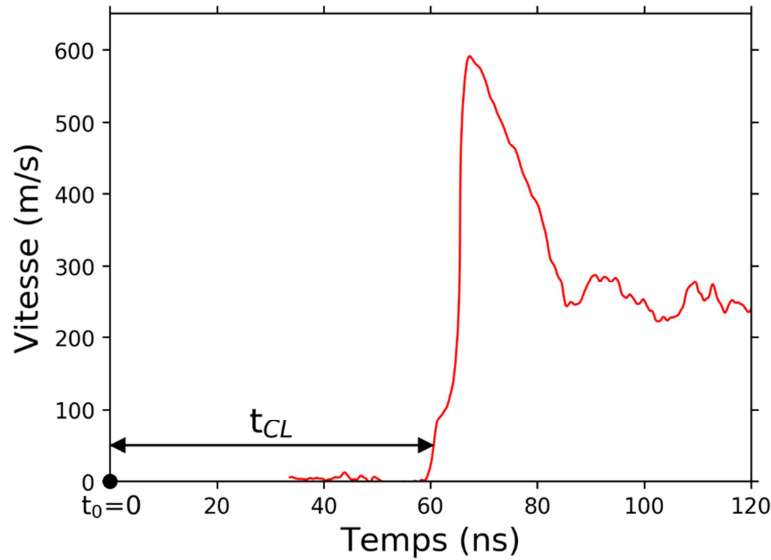


Figure 66 : Mesure du temps t_{CL} de débouché des ondes élastiques en surface libre d'une cible de René 65 forgé

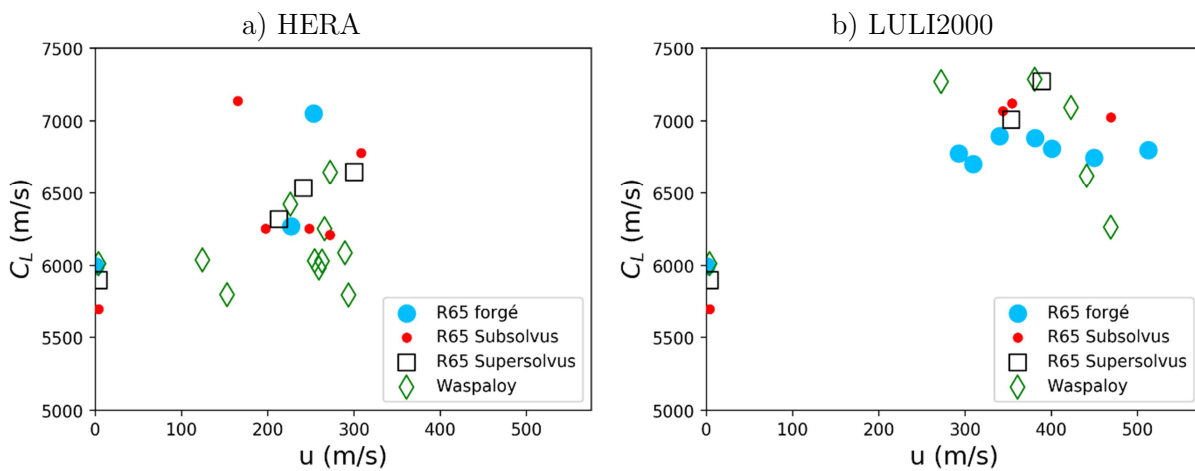


Figure 67 : Vitesses des ondes longitudinales C_L mesurées avant choc ($u=0$) et sur les essais de choc laser HERA a) et LULI2000 b).

Les vitesses de propagation des ondes élastiques longitudinales C_L sont tracées pour les deux campagnes de choc laser HERA et LULI2000, respectivement, dans les Figure 67a et Figure 67b. La cohérence entre les mesures pré-choc et les C_L expérimentaux varie entre ces deux campagnes. Sur HERA 75% des C_L des mesures sont à $\pm 10\%$ des valeurs pré-choc. La synchronisation de ces essais semble correcte et les épaisseurs de cibles sont précisément connues. La campagne à $\dot{\varepsilon} \approx 2,7 \cdot 10^6 \text{ s}^{-1}$ sur LULI2000 présente une moindre cohérence avec les vitesses de propagation des ondes élastiques longitudinales de l'analyse pré-choc : 95% de mesures expérimentales sont supérieures de 10% aux C_L au repos. Deux facteurs expliquent cet écart entre mesures initiales et expérimentales : les épaisseurs des cibles n'ont peut-être pas été précisément mesurées avant ces chocs laser et la synchronisation entre le tir laser et la mesure VISAR était peut être mal maîtrisée, notamment à cause des longueurs des câbles BNC de mesure.

IV.1.B.5. Célérité du choc D

D est la vitesse de propagation du choc dans le matériau : le temps de traversée t_D est relevé dans l'accélération de la surface libre avant son maximum de vitesse (Figure 68a). Il fournit une valeur moyenne de la célérité du choc \bar{D} pendant la traversée de la cible :

$$\bar{D} = \frac{ep_{CIBLE}}{t_D} \quad 19$$

Toutefois, compte-tenu du paragraphe précédent sur la vitesse C_L , le temps t_D est corrigé. On calcule un temps de traversée de l'onde élastique t_{CLR} corrigé tel que :

$$t_{CLR} = \frac{ep_{CIBLE}}{C_{L \text{ pré-choc}}}$$

La différence entre ce temps t_{CLR} de débouché théorique et le temps de débouché expérimental t_{CL} est déduit ($\Delta t_R = t_{CL} - t_{CLR}$) et cet écart Δt_R est additionné au temps t_D mesuré expérimentalement pour aboutir au temps corrigé t_{DR} du débouché du choc : $t_{DR} = t_D + \Delta t_R$ (Figure 68b). La célérité moyenne corrigée du choc, \bar{D}_R est alors $\bar{D}_R = ep_{CIBLE}/t_{DR}$. Pour la suite, \bar{D}_R est simplement appelée \bar{D} .

Ce paragraphe sur la célérité du choc vise à observer la variation de D avec l'intensité du choc, représentée ici par la vitesse particulière u . On veut retrouver l'évolution de la célérité \bar{D} comme énoncé précédemment dans l'équation 4, soit la fonction $\bar{D}(u) = c_0 + s_0 u$. \bar{D} varie entre 4750 et 6200 m/s pour une variation de u entre 125 et 550 m/s. Les vitesses relevées lors de chocs HERA (Figure 69a) sont naturellement plus faibles comprises entre 4700 et 5500 m/s pour des vitesses u entre 120 et 310 m/s. Sur LULI2000 (Figure 69b) les vitesses relevées sont entre 5600 et 6200 m/s pour u et entre 280 et 550 m/s.

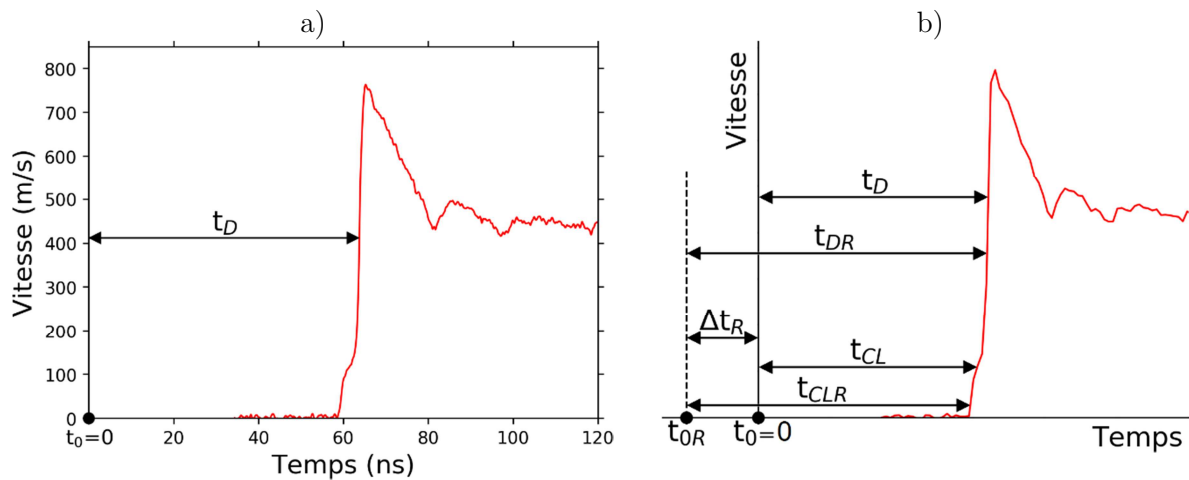


Figure 68 : Mesure du temps t_D de débouché de l'onde plastique en surface libre d'une cible de René 65 forgé a). Schéma de la correction des temps de traversée à partir de la vitesse C_L réelle b).

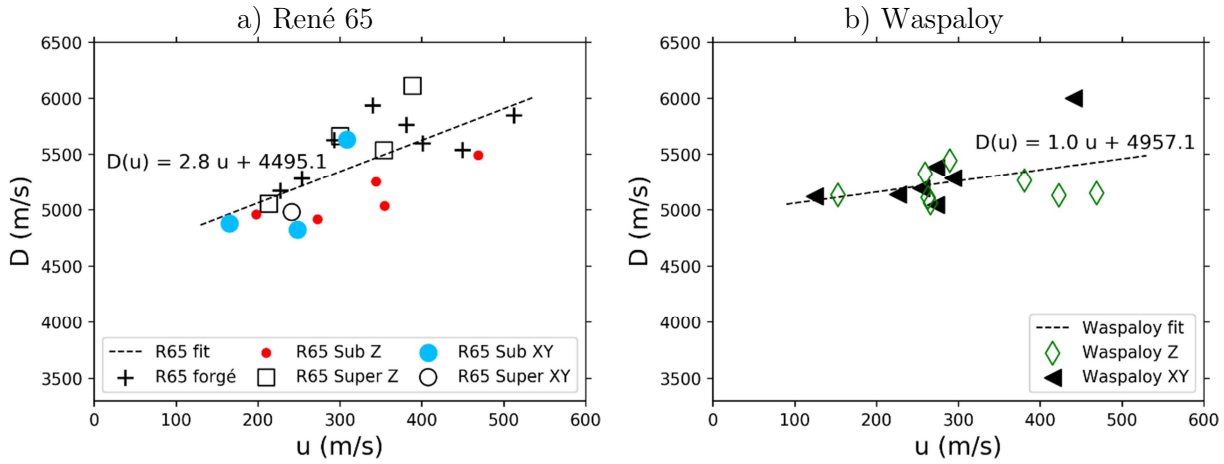


Figure 69 : Evolution de la célérité moyenne du choc \bar{D} en fonction de la vitesse matérielle u pour le René 65 a) et le Waspaloy b).

Dans ce tracé $\bar{D}(u)$ la dispersion est toujours présente. En réalisant une régression linéaire sur ces essais pour le cas, fourni, du René 65 forgé, une fonction affine $\bar{D}(u)=c_0+s.u$ (équation 4) est obtenue : $\bar{D}(u)=5007,7+1,7u$, soit $c_0=5007$ m/s et $s=1,7$. La vitesse hydrodynamique C_0 du René 65 forgé calculée lors de la caractérisation pré-choc, à partir de l'équation 15, est de 4780 m/s. Le c_0 expérimental est proche, 5%, du c_0 de l'étude au repos.

Le temps d'application de ces chocs produits par laser est court, typiquement 10 ns à 40 ns d'après le Tableau 7. Une telle impulsion de pression s'amortit en se propageant dans les cibles, même dans des conditions de déformation uniaxiale, car la tête de la détente rattrape le front de choc [73,74]. Une estimation quantitative de cet amortissement sera fournie dans le paragraphe suivant. Il en résulte que la pression de choc diminue au cours de la traversée des échantillons de 400 μm d'épaisseur, et la vitesse du choc D diminue également. La vitesse moyenne \bar{D} déterminée précédemment est donc supérieure à la vitesse D du choc qui débouche sur la surface libre, associé à la vitesse u dans la Figure 69. Les coefficients s_0 déduits des droites $\bar{D}(u)$ sont donc à considérer avec prudence.

IV.1.C. Implémentation d'un modèle de comportement macroscopique simple

Les caractéristiques matériaux en dynamiques des différents superalliages ont été calculées, comparées et discutées. Ces données expérimentales permettent de construire un modèle numérique, simple, simulant le comportement macroscopique des superalliages testés. Le comportement du matériau simulé comporte une partie hydrodynamique, une partie élastoplastique et une partie endommagement. La loi matériau hydroplastique (`\LAW3 (HYDPL)`) permet de décrire l'évolution de la pression hydrostatique par une équation d'état type Mie-Gruneisen :

$$P(\rho, E) = \frac{\rho_0 C_0^2 \mu \left(1 - \frac{\Gamma_0}{2} \mu\right)}{(1 - s_0 \mu)^2} + \Gamma_0 E \quad \text{avec } \mu = 1 - \rho_0/\rho \quad 20$$

ρ_0 et C_0 sont respectivement la masse volumique et la vitesse hydrodynamique des ondes du matériau. Le paramètre de Gruneisen Γ_0 est une constante du matériau et s_0 est la pente

expérimentale de la relation linéaire entre la célérité du choc \bar{D} et la vitesse matérielle u (§ IV.1.B.5.).

Cette loi hydroplastique décrit aussi le comportement élasto-plastique du matériau. Le module d'élasticité E et le coefficient de Poisson ν sont nécessaires pour décrire la partie élastique. La partie plastique est simulée par une loi de plasticité parfaite au-delà d'une limite élastique σ_Y .

Enfin un modèle de rupture représente l'écaillage par un critère de traction maximale : tout élément où la contrainte de traction atteint une valeur seuil σ_R (la contrainte à rupture) est instantanément « érodé » (c'est-à-dire que les contraintes seront dès lors uniformément nulles dans cet élément).

Les paramètres matériaux du modèle sont rappelés dans le Tableau 9. Ces paramètres (ρ_0 , ν , E , σ_Y , σ_R) sont des valeurs moyennes des résultats obtenus pour les superalliages testés. ν et E sont calculés comme suit :

$$\nu = \frac{1 - 2 \left(\frac{C_T}{C_L}\right)^2}{2 - 2 \left(\frac{C_T}{C_L}\right)^2} \qquad E = \frac{C_L^2 \rho_0 (1 + \nu)(1 - 2\nu)}{1 - \nu}$$

On suppose en première approximation un comportement plastique parfait. La limite d'écoulement σ_Y est calculée à partir de la limite d'élasticité d'Hugoniot σ_{HEL} moyenne mesurée lors des essais, du module d'élasticité isostatique K et du module de cisaillement G . Les valeurs de K et G sont obtenues à partir de E et ν tels que :

Module d'élasticité isostatique

$$K = \frac{1}{3} \frac{E}{(1 - 2\nu)}$$

Module de cisaillement

$$G = \frac{E}{2(1 + \nu)}$$

Comme illustré dans la Figure 70, à contrario d'une description hydrodynamique (fluide), dans un modèle élasto-plastique avec une déformation plastique 1D type Von Mises, la contrainte d'écoulement nécessaire pour provoquer la déformation plastique σ_Y est la partie déviatoire ($2\sigma_Y/3$) de la loi de comportement lorsque la limite élastique est franchie. La contrainte d'écoulement σ_Y est calculée comme :

$$\sigma_Y = \frac{2}{3} \frac{\sigma_{HEL}}{\left(\frac{K}{2\mu}\right) + \frac{2}{3}} \qquad 21$$

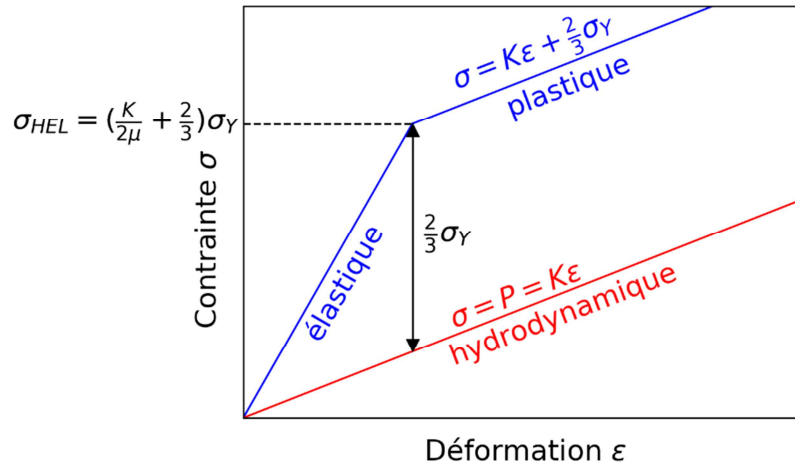


Figure 70 : Représentation schématique de la description hydrodynamique (rouge) et élasto-plastique (bleu) du comportement matériau.

La limite à rupture σ_R est la limite d'écaillage moyenne σ_{SP} issue de l'expérience. La partie hydrodynamique est décrite par une équation d'état de Gruneisen à partir des paramètres c_0 , s_0 et Γ_0 . c_0 est calculées à partir des C_L et C_T de la caractérisation pré-choc (§ III.3. et § III.4.), s_0 est issu de l'analyse des mesures expérimentales de D en fonction u . Γ_0 n'est pas une donnée mesurée ou connue pour les superalliages base Nickel, la valeur considérée est celle du Nickel communément rapportée dans la littérature [125–127] : cette approximation influe peu sur les prédictions proposées par le modèle final.

Tableau 9 : Modèle de comportement macroscopique : paramètres issus des expériences de choc.

Loi hydroplastique							Rupture
Hydrodynamique (EOS Gruneisen)			Elastique (Loi de Hooke)			Plastique (parfait)	
C_0 (m/s)	s_0	Γ_0	ρ_0 (kg/m ³)	E (GPa)	ν	σ_Y (GPa)	σ_R (GPa)
4607	2	2	8246	220	0,3	0,76	7

Les lois de comportement et de rupture utilisées dans notre modèle ne sont pas directement disponibles dans Radioss. En pratique, on choisit donc une loi de Ludwig ($\sigma = \sigma_Y + b\epsilon_p^n$, avec ϵ_p la déformation plastique) où b et n sont fixés à 0, et une loi de Tuler-Butcher, où la rupture se produit quand $\int_0^t (\sigma - \sigma_R)^\lambda dt = K$, avec $\lambda=0$ et $K=10^{-20}$ (≈ 0).

Pour évaluer la capacité de ce modèle très simple à restituer nos mesures, nous avons simulé des expériences d'impact de feuilles minces et de chocs laser. Dans toutes ces expériences, le choc est plan et la déformation est uniaxiale dans la direction de propagation. Il suffit donc de réaliser des simulations unidimensionnelles dans cette direction.

Le maillage est constitué de 12000 éléments solides QUAD4 représente une cible de 400 μm d'épaisseur. Pour représenter les expériences de choc laser, Yoann Raffray (Institut de Physique de Rennes) a apporté son aide en réalisant des calculs avec le code d'interaction laser-matière Esther [118,119] : ils permettent d'estimer les chocs laser ($\omega=1053$ nm) à 800 J d'une durée de 5 et 10 ns réalisés lors de la campagne LULI2000. Ces simulations sont faites sur des cibles de Nickel pur épaisses de 400 μm à défaut d'informations suffisantes sur nos superalliages. Les résultats donnent

le chargement de pression en fonction du temps appliqué en surface (Figure 71a). L'amortissement du chargement lors de sa traversée de l'épaisseur de la cible est figuré dans la Figure 71b : les pressions dans les éléments proches du plan d'écaillage (environ 25 à 50 μm sous la surface libre d'après le Tableau 8) sont 70% plus faibles que les pressions délivrées par le chargement ESTHER illustrant bien le rattrapage du choc par la tête de la détente. Pour simuler les chargements par choc laser, ces profils $P(t)$ calculés sur la surface irradiée (Figure 71a) sont appliqués comme conditions à la limite sur la surface gauche de la cible (Figure 72a). Pour les essais d'impact (Figure 72b), on simule directement l'impact d'une feuille de 150 μm d'épaisseur sur une cible de superalliage épaisse de 400 μm . La vitesse calculée en surface libre est comparée à celle de l'expérience.

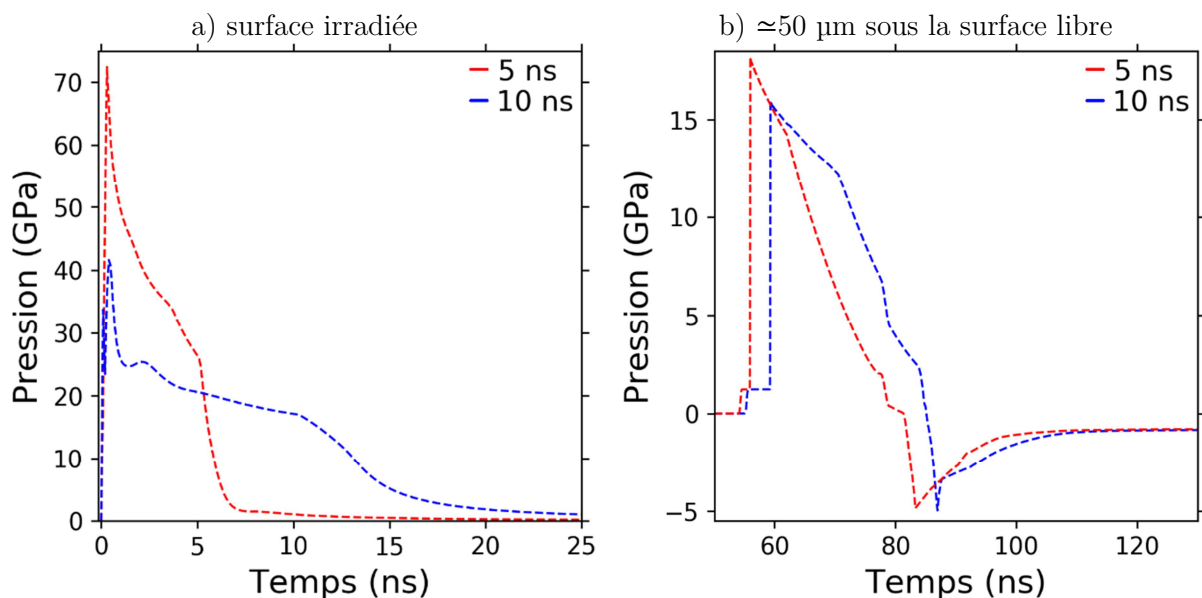


Figure 71 : Profils temporels des pressions d'ablation calculée en surface choquées de deux cibles irradiées sur LULI 2000 (5 ns en rouge, 10 ns en bleu), d'après les simulations d'interaction laser-matière a). Profils des pressions à $\approx 50 \mu\text{m}$ sous la surface libre (5 ns en rouge, 10 ns en bleu) b).

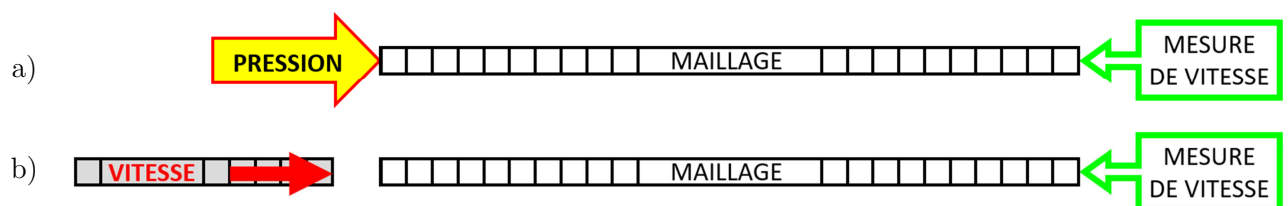


Figure 72 : Schéma des simulations 1D des expériences de choc sur une cible de superalliage par irradiation laser a) et par impact de feuille b).

Quatre de ces comparaisons sont présentées sur la Figure 73, pour des expériences LULI2000 et d'impacts PPRIME. Le cas d'une impulsion LULI2000 de 5 ns est présenté dans la Figure 73a et le cas de 10 ns dans la Figure 73b. Les impacts de feuilles à 730 m/s et 900 m/s sont représentés dans la Figure 73b,c. Le temps de débouché des ondes en surface libre des expériences est ajusté

pour correspondre aux simulations par méconnaissance de l'origine des temps t_0 (cf. § IV.1.B.4.). Le précurseur élastique numérique est une marche très marquée dans les simulations à cause de la simplicité extrême du modèle de comportement. La comparaison entre les u_{HEL} montre une bonne corrélation entre l'expérience et le numérique pour les chocs laser, le cas des impacts de feuille montre un plus grand écart entre les u_{HEL} (≈ 25 m/s). Les pics de vitesses de la simulation sont bien restitués dans la plupart des cas, sauf la simulation de l'impulsion courte (5 ns) et très intense ($P_{\text{MAX}} \approx 72$ GPa) de LULI 2000. Les durées des décélérations (Δt) sont similaires dans les essais et les calculs. Les ΔU numériques des expériences de choc laser sont plus faible que dans les essais : environ 100 m/s d'écart. Les impacts de feuilles permettent une meilleure cohérence entre les ΔU expérimentaux et simulés : l'écart est d'environ 30 m/s pour une vitesse d'impacteur de 730 m/s et de 50 m/s pour une vitesse de 900 m/s. Globalement, ce modèle rudimentaire permet donc une prédiction approximative de la réponse au choc de nos superalliages, mais une modélisation plus élaborée reste nécessaire pour décrire plus finement leur comportement dynamique.

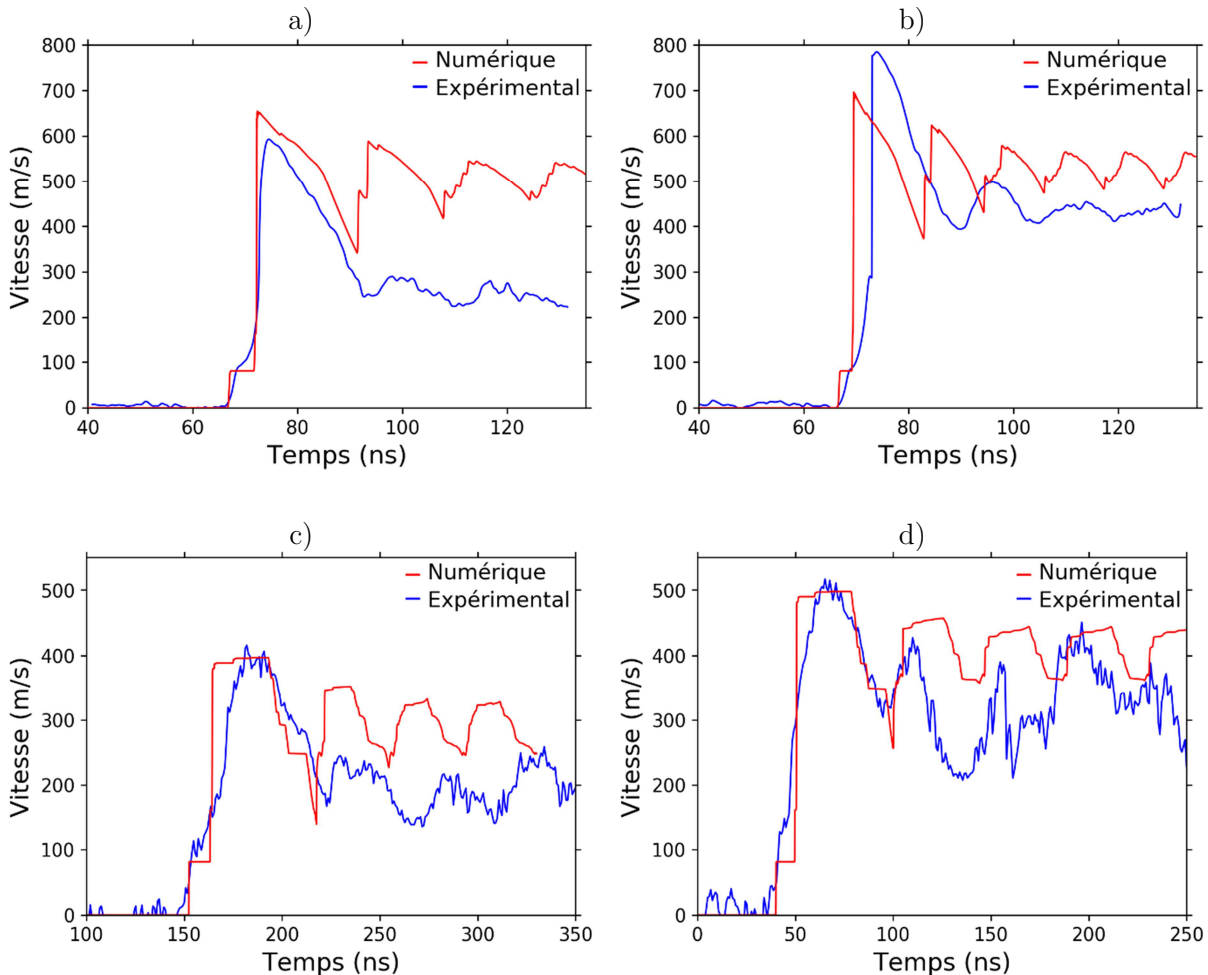


Figure 73 : Vitesse de surface libre en fonction du temps : comparaison entre les mesures et les simulations pour un choc laser LULI2000 à 800 J de 10 ns a) et 5 ns b) et impacts de feuille à 730m/s c) et 900 m/s d).

IV.2. Observations post-choc

L'avantage commun aux trois campagnes d'essais PPRIME, HERA et LULI2000 est la possibilité de récupérer la cible après l'expérience de choc ce qui est extrêmement difficile, voire impossible, avec les techniques de chargement plus conventionnelles à base d'explosifs ou de canons. Les observations post-choc de ces cibles récupérées apportent des informations précieuses, qui complètent les mesures résolues en temps présentées précédemment. Egalement, ces observations révèlent l'influence des particularités microstructurales (géométrie granulaire, précipités γ' , inclusions, pores) de nos alliages sur leur comportement dynamique. Le phénomène d'écaillage se traduit par différents stades d'endommagement selon l'intensité du choc, de la nucléation de vides sous la surface libre à l'éjection complète du fragment écaillé. Après les expériences, l'écaillage interne est observé par tomographie X, microscopie électronique et cartographie EBSD. Ces visualisations transverses et les cratères laissés par le détachement du fragment sont analysés. Les sites préférentiels d'amorçage de l'endommagement sont étudiés par l'observation en microscopie électronique et diffraction d'électrons rétrodiffusés.

IV.2.A. Fracture interne complète

Les premiers examens des ruptures internes sont effectués par microtomographie aux rayons X. Ces observations 3D révèlent l'ampleur de l'endommagement dans la cible sans qu'il soit nécessaire de la découper : de quelques vides ponctuels à une fracture continue autour d'un plan d'écaillage sous la surface libre. En plus de ces analyses, des microscopies et des vues EBSD permettent d'observer plus en détail la fracture et la microstructure.

IV.2.A.1. René 65 forgé

La Figure 74 illustre une analyse tomographique d'une cible de René 65 forgé écaillée par l'impact d'une feuille mince propulsée par laser. Elle montre 8 sections parallèles, issues de la reconstruction 3D de l'échantillon, qui balaient la zone ayant subi l'impact (de gauche à droite sur la vue schématique présentée au-dessus de chaque section). On met ainsi en évidence une fracture à peu près plane, parallèle à la surface libre, à environ 120 μm de profondeur sous cette surface, étendue sur une large zone en forme de croissant (hachurée en rouge sur les vues schématiques). Cette forme coïncide probablement avec la zone impactée, non-circulaire suite à la planéité imparfaite du projectile d'Aluminium propulsé par le laser. En effet ces projectiles sont irradiés sur une surface de 4 mm de diamètre environ or les plus grandes sections écaillées observées font à peine plus de 2 mm de long. Cette observation s'explique [128] par un impacteur bombé lors de l'impact comme peut le suggérer la répartition de l'énergie du laser (Figure 26c). Dans de telles conditions, le projectile se déforme et l'impact qu'il crée peut ne pas être parfaitement plan, d'où la zone écaillée patatoïde de la tomographie en Figure 74. Egalement, des effets de bords sont possibles avec un évanouissement de l'onde de choc au loin du centre de l'impacteur.

L'aspect très accidenté du faciès de rupture est lié à la microstructure initiale de l'alliage forgé. Il sera examiné en détail plus loin. De part et d'autre de la fracture d'écaillage (Figure 74a,b et Figure 74g,h), la fracture est fine : celle-ci s'ouvre en allant vers le cœur de la zone écaillée (Figure 74d,e).

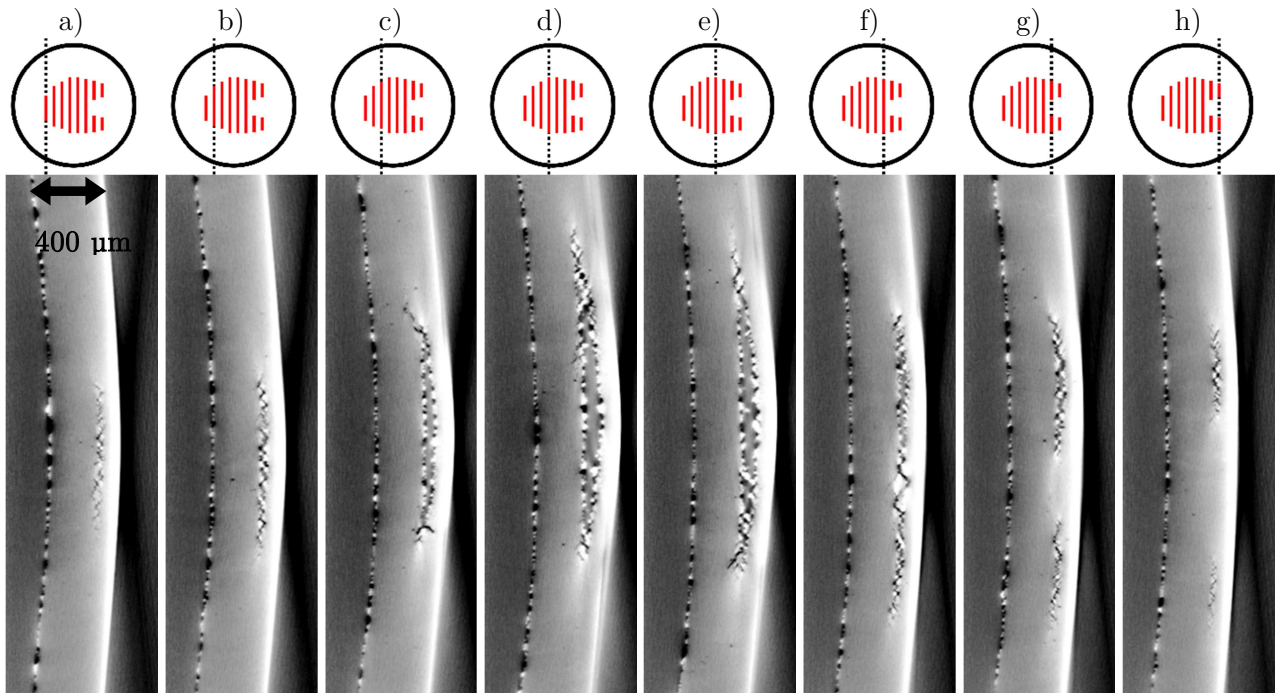


Figure 74 : Vue transversale en microtomographie X ($5 \mu\text{m}/\text{voxel}$) d'une cible de René 65 forgé ($400 \mu\text{m}$ d'épaisseur) choquée par impact de plaque.

Sous sa forme forgée, le René 65 présente, pour rappel du Chapitre 3, une microstructure initiale équiaxe composée de petits grains ($\approx 10 \mu\text{m}$) souvent maclés, des précipités γ' primaires et quelques rares inclusions aux joints de grains. La Figure 75a illustre une vue transversale après découpe et polissage d'une autre cible de René 65 forgé écaillée par impact de feuille mince. Elle montre à nouveau une fracture droite suivant un plan d'écaillage parallèle à la cible ce qui suggère une bonne planéité du choc. Le profil de rupture laisse apparaître un faciès à peu près homogène et globalement cupulaire sur les deux surfaces libres nées de la fracture. A la périphérie de la zone choquée, une zone de fort cisaillement, de petites fissures se propagent et serpentent vers la région non-choquée. Sous les surfaces écaillées, des pores sphériques, absents de la microstructure initiale, bordent la fracture. Des agrandissements d'une autre section transversale endommagée par impact sont présentés : la Figure 75b illustre l'aspect ductile de la fracture avec un faciès rugueux et cupulaire. Egalement, des vides sphériques peuplent le voisinage proche de cette fracture, des vides similaires sont détaillés dans la Figure 75c. Cette microscopie en pointe de la fracture montre la nucléation de vides à partir de microfissures, entre des cristaux. Le détail des sites d'amorçage du René 65 forgé sera donné dans la partie IV.B.1.

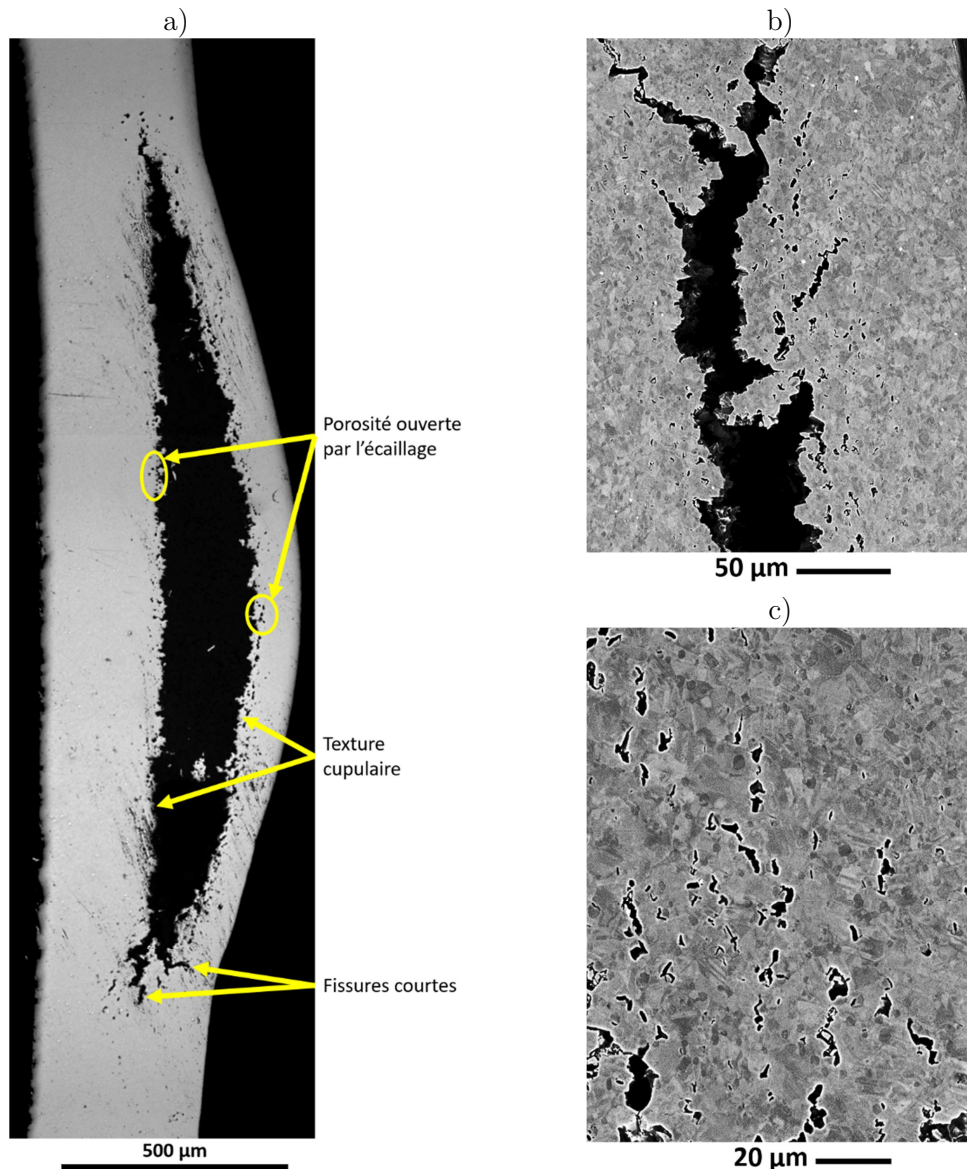


Figure 75 : Ecaillage dans une cible de René 65 forgé : Vue d'ensemble d'une section transversale a), fracture ductile bordée des vides b) et amorçage de vides en pointe de la fracture d'écaillage c).

Sur les vues de coupe d'un échantillon choqué par impact et d'un autre choqué par irradiation laser directe, la fracture laissée par la rupture en traction dynamique affiche également un profil principalement ductile avec la présence de cupules. L'écaille se détache parallèlement de la zone endommagée : l'épaisseur de l'écaille et celle du reste de la cible sont constantes. Les chocs laser de LULI2000 (Figure 76b) laissent une zone écaillée de dimensions très proches du diamètre de la tache irradiée, respectivement 2,5 et 3 mm de diamètre pour les chaînes Nord et Sud de LULI 2000. Les vitesses de déformation au cours de ces essais sont différentes, mais ne semblent pas avoir d'effets sur les observations. En revanche, le temps d'application de la pression, différent dans ces différents types d'expériences (cf. § 4.I.A.), joue un rôle majeur sur l'épaisseur d'écaille.

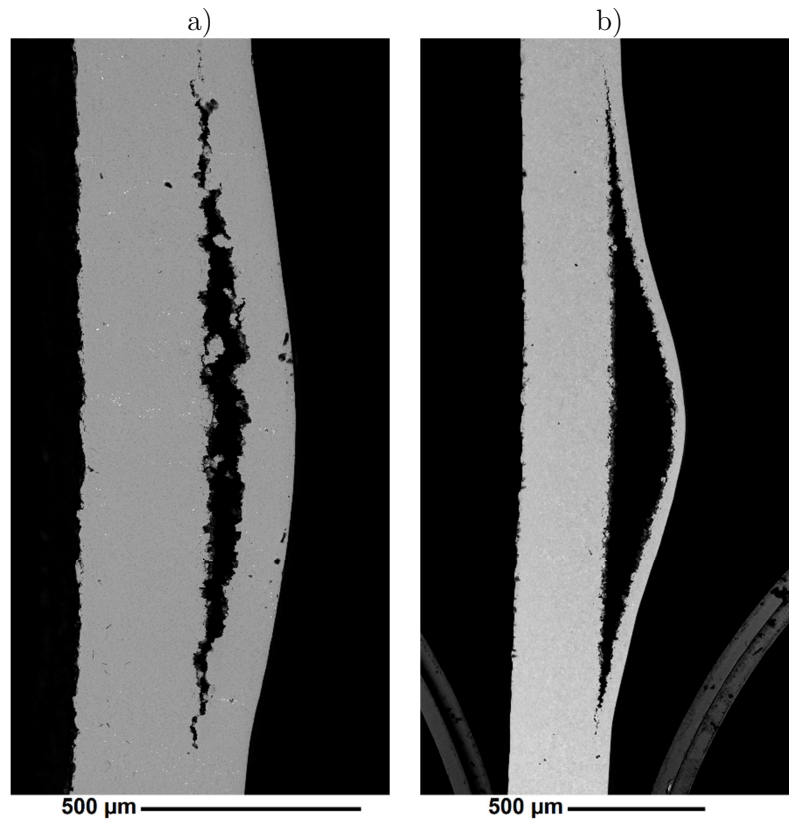


Figure 76 : Vues transversales en microscopie BSE de cibles de René 65 forgé choquées lors des campagnes d'impact de feuilles a) et d'irradiation laser directe (LULI2000) b).

L'épaisseur écaillée, son allure et ses dimensions sont directement liées à la durée d'application du choc. L'épaisseur de l'écaille observée peut être confrontée aux signaux de vitesse acquis par les VISAR en la comparant à la fréquence des allers-retours dans la couche écaillée. Pour les essais d'impact, la durée d'application du choc est le temps entre le contact de l'impacteur sur la cible et le passage dans la cible de la détente incidente en provenance de la surface irradiée de l'impacteur (Figure 53, § IV.1A.). Cette détente débouche donc dans la cible après un aller-retour dans l'épaisseur ($e_{\text{imp}} = 150 \mu\text{m}$) de l'impacteur. Ainsi comme établi au paragraphe I.A., les essais d'impacts de feuille produisent une impulsion de pression de durée $\tau \approx 45 \text{ ns}$, alors que dans les expériences de chocs laser, cette durée est de l'ordre de 12 à 40 ns (Tableau 7). La Figure 77 illustre schématiquement la propagation des ondes de choc et de détente (assimilée à des ondes acoustiques en première approximation) dans des cibles de 400 μm d'épaisseur soumises à ces deux types d'impulsions.

Les trajectoires des surfaces, impactée, libre et ouvertes par l'écaillage, sont tracées en noires. D'après le diagramme de la Figure 77a correspondant à l'impact, l'écaille fera 91 μm d'épaisseur : cette valeur théorique est similaire aux écailles expérimentales issues des impacts de feuilles avec une écaille moyenne mesurée à 110 μm . Pour les essais de choc laser sur, l'épaisseur théorique de l'écaille est de 47 μm . Cette estimation est sensiblement plus faible que l'épaisseur moyenne de 68 μm mesurée sur les échantillons récupérés.

Plusieurs causes peuvent expliquer cet écart :

- Un temps de chargement τ mal connu dans les expériences
- Un étalement important des détetes pendant leur traversée de la cible (ignoré dans le schéma simplifié)

Ces épaisseurs moyennes des observations sont pleinement cohérentes avec les épaisseurs estimées à partir des périodes des oscillations du fragment écaillé relevées dans les signaux VISAR (Tableau 8).

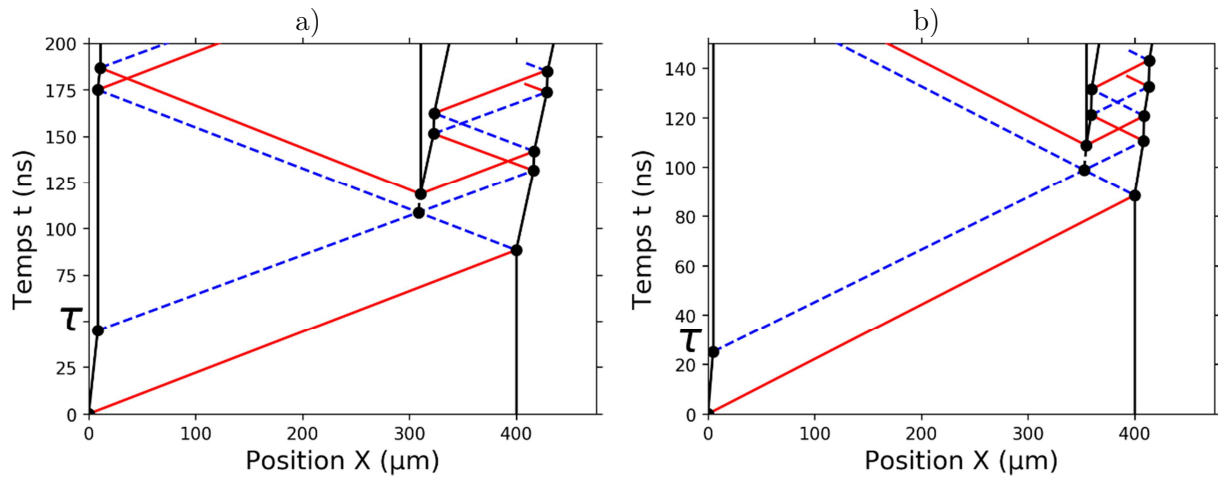


Figure 77 : Diagrammes X-t simplifiés des impacts de feuilles PPRIME a) et d'un choc laser typique d'HERA b). En noir les surfaces, en rouge les chocs et en bleu les détetes.

IV.2.A.2. René 65 fabriqué additivement

IV.2.A.2.a. René 65 FA Subsolvus

Fabriqué additivement, le René 65 Subsolvus présente une microstructure initiale fortement anisotrope avec, pour rappel, des grains allongés parallèlement à la direction de fabrication et une croissance granulaire épitaxiale dans le plan normal à cette direction de fabrication. Une analyse par microtomographie X d'une cible choquée de René 65 Subsolvus Z est présentée dans la Figure 78. Le plan d'écaillage est toujours à peu près parallèle au plan de la cible. Les zones peu endommagées (pointes de fissures par exemple) présentent une forte porosité débouchant sur de fines fissures serpentant sur le plan d'écaillage. Ces vides semblent marquer l'amorçage de l'écaillage dans la cible. La texture du faciès est majoritairement ductile avec une surface rugueuse constituée de cupules de part et d'autre de la fracture d'écaillage. Dans la direction normale au plan d'écaillage, quelques fissures sont observées s'enfonçant dans la cible (flèches jaunes). Quelques pores isolés, hors de la zone endommagée donc antérieurs au choc, sont observés et n'avaient pas été détectés lors des radiographies X de la caractérisation pre-choc (§ III.2.A.).

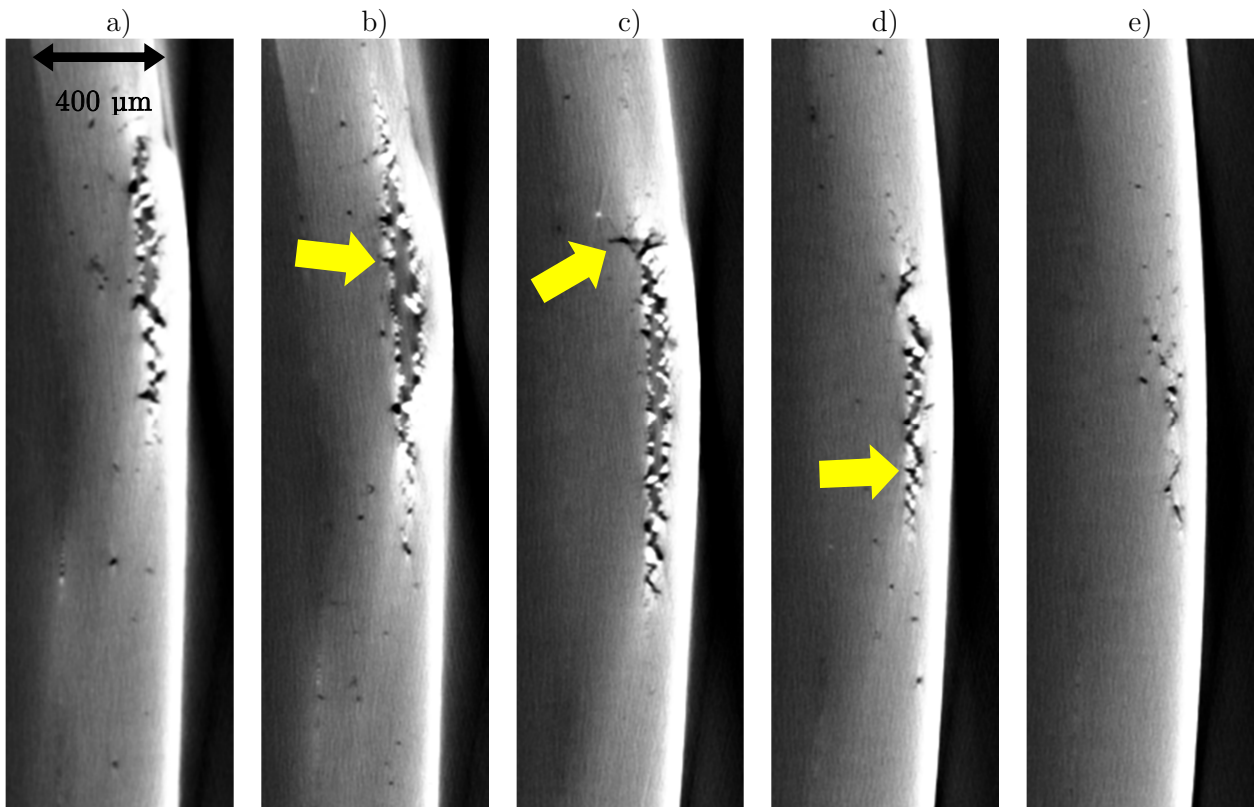


Figure 78 : Vue transversale en micro-tomographies X d'une cible de René 65 Subsolvus Z choquée par impact de plaque. De courtes fissures droites s'enfonçant dans la cible perpendiculairement au plan écaillée sont fléchées en jaune.

Des observations au MEB d'un autre échantillon de René 65 Z écaillé par impact de plaque sont illustrées dans la Figure 79. La fracture présentée est majoritairement interne avec un éclat éjecté, d'environ 300 μm de long, au centre de l'écaillage. Les bords de l'écaillage sont de fines fissures. La fracture est ductile, droite et parallèle au plan d'écaillage. Juste sous ce plan, des fissures traduisant un stade d'endommagement moindre sont observées. La fracture principale présente (Figure 79b) cependant des marches d'environ 35 μm de long entrecoupées par des fissures droites d'une trentaine μm de haut, souvent normales à la fracture principale, pour relier les zones ductiles endommagées : à l'échelle macroscopique (Figure 79b), le profil de fracture à la forme d'un escalier. Sous la surface libre (50 μm), deux pores de 10 μm de diamètre sont visibles : ils ne semblent pas influencer sur le phénomène d'écaillage.

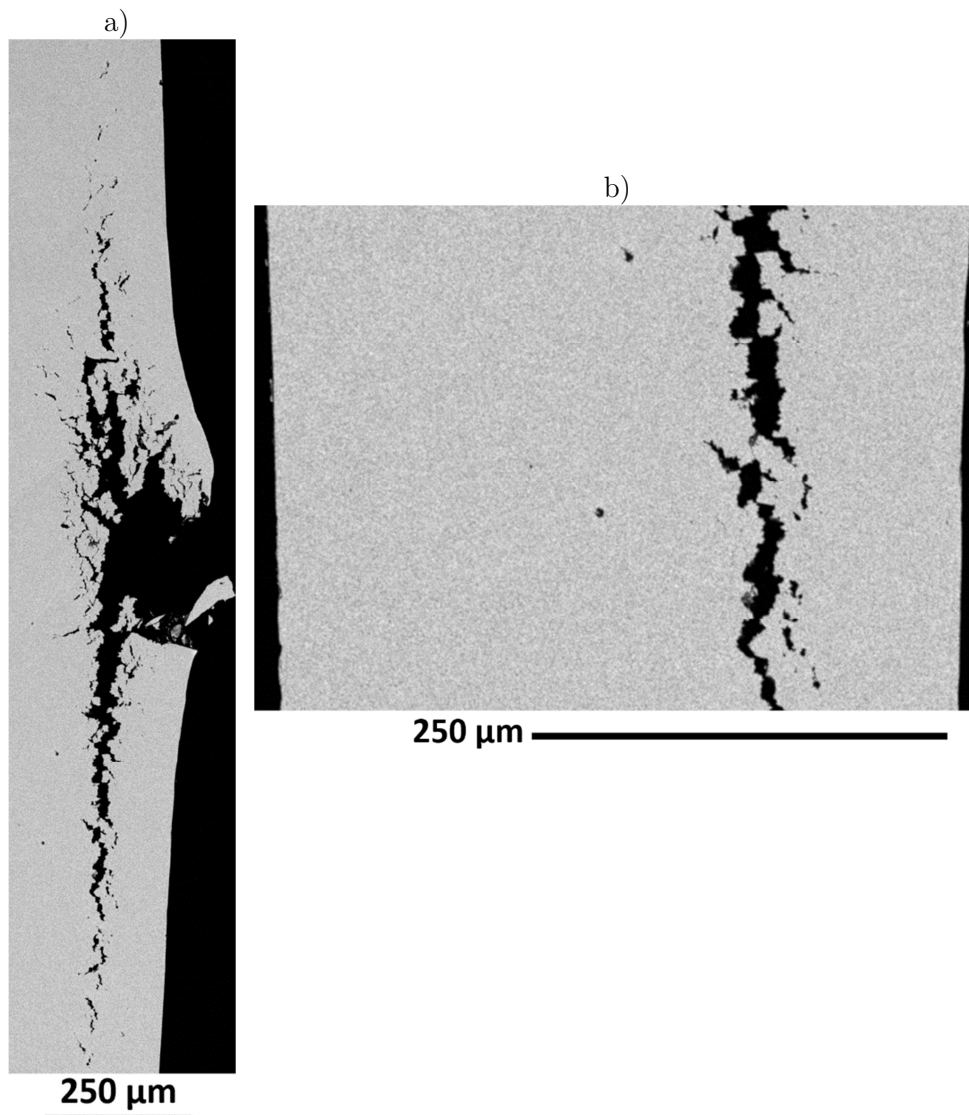


Figure 79 : Ecaillage par impact de feuille dans une cible de René 65 Subsolvus Z : fracture interne complète a) et détail du profil en escalier b).

De manière similaire à l'échantillon Z présenté dans la Figure 78, une fracture d'écaillage dans une cible de René 65 Subsolvus XY est analysée par microtomographie dans la Figure 80. Cette cible est choquée lors de la campagne HERA : le diamètre de la zone écaillée est proche de 1 mm cohérent avec le diamètre de la tache laser. L'écaillage est plan et parallèle à la cible. Quelques pores apparaissent à priori sans rapport avec le choc. La surface écaillée est droite et apparaît comme ductile et fortement cupulaire. Cet échantillon présente un stade d'endommagement important. L'écaille est fortement bombée et les bords de la zone écaillée sont sollicités en cisaillement : les pointes de fissures (Figure 80b-e) se dirigent vers la surface libre (flèches jaunes), ce qui conduirait à l'arrachement de l'écaille pour un choc plus intense. Globalement, la comparaison entre les Figure 78 (Z) et Figure 80 (XY) ne montre pas d'influence remarquable de la direction du choc par rapport à la direction de construction.

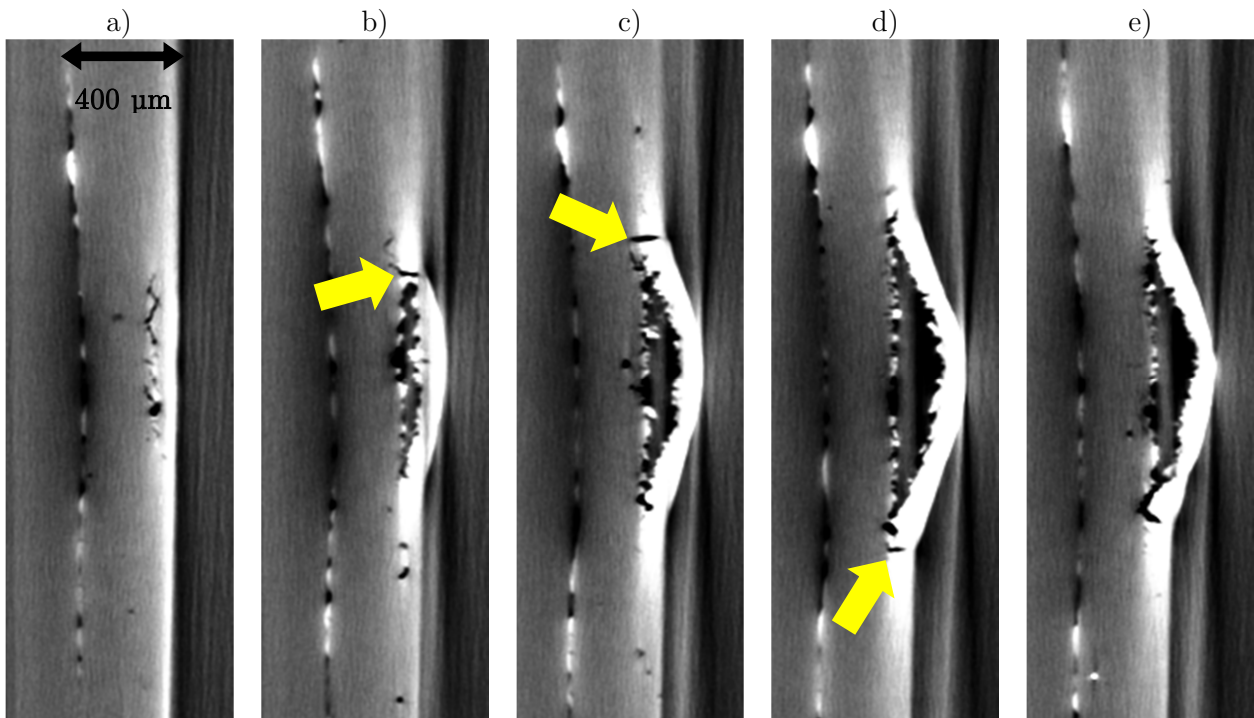


Figure 80 : Vue transversale en microtomographie X d'une cible de René 65 Subsolvus XY choquée par irradiation laser directe (HERA). Les fissures liées au cisaillement avant l'arrachement complet de l'écaille sont fléchées en jaune.

IV.2.A.2.b. René 65 FA Supersolvus

Le René 65 Supersolvus FA a une microstructure quasi-isotrope avec des grains, maclés, proches d'être équiaxes. L'analyse tomographique de la Figure 81 montre 5 sections transversales écaillées d'un échantillon de René 65 Supersolvus Z. Dans ces vues transversales, la fracture d'écaillage est plane et globalement parallèle au plan de la cible. Les sections (la première et la dernière) faiblement endommagées montrent de nombreux vides autour et sur le plan d'écaillage. La fracture a un profil en dent de scie : elle serpente à $\pm 45^\circ$ autour de la fracture d'écaillage. Lorsque l'endommagement est plus conséquent (Figure 81b-d), la surface écaillée est ductile et quelques pores se retrouvent sous celle-ci. De fines fissures droites s'enfoncent d'environ 50 μm dans la cible et/ou l'écaille (flèches jaunes).

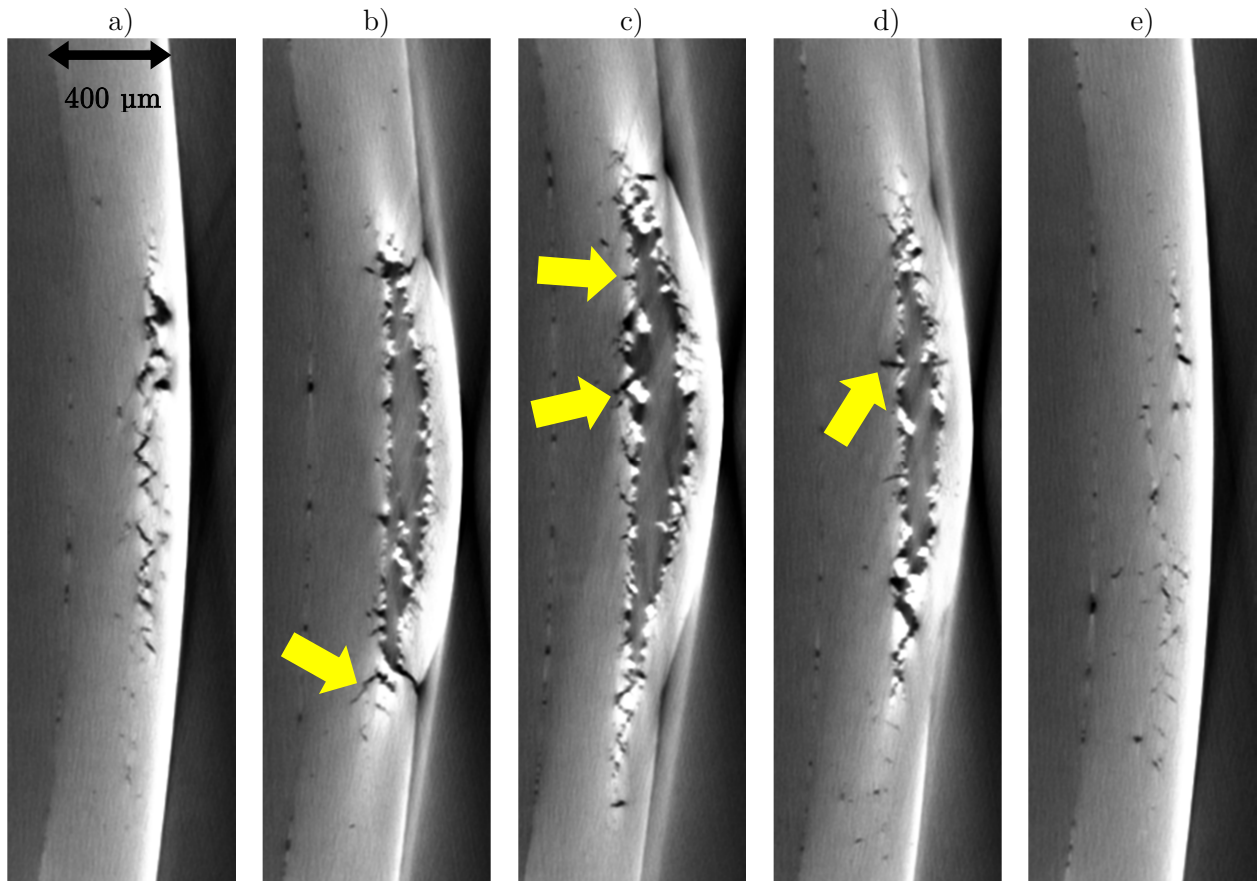


Figure 81 : Vue transversale en micro-tomographies X d'une cible de René 65 Supersolvus Z choquée par impact de plaque. Les flèches jaunes pointent de courtes fissures droites s'enfonçant perpendiculairement au plan de rupture depuis la surface écaillée.

La fracture complète d'une deuxième cible de Supersolvus Z est présentée dans la Figure 82a en microscopie électronique donc avec une bien meilleure résolution que les tomographies. De plus le mode BSE permet de révéler les grains. Une allure en dent de scie de la fracture ductile est à nouveau observée. L'endommagement modéré et le détail de la Figure 82b confirment la présence d'une fracture serpentant autour du plan d'écaillage par facettes inclinées à 45°. Le profil de la fracture (Figure 82a) reprend l'allure en escalier déjà aperçue lors de l'analyse de la Figure 79. En continuant la métaphore scalariforme, les marches de l'escalier sont des fractures ductiles reliées par de courtes fissures droites et lisses. De nombreux vides ouverts par l'écaillage peuplent le voisinage proche de la fracture. Dans une cible de René 65 Supersolvus XY après un choc laser sur HERA, la section écaillée présentée dans la Figure 83 montre une fracture longiligne de plus de 600 μm de long, dans un plan d'écaillage parallèle à la cible le plan de la cible. Le motif en escalier est particulièrement observé au cœur de la zone endommagée : deux grandes ouvertures ductiles sont reliées par une fine fissure droite. Comme dans l'exemple du Supersolvus Z, des vides sont constatés de part et d'autre de la surface écaillée.

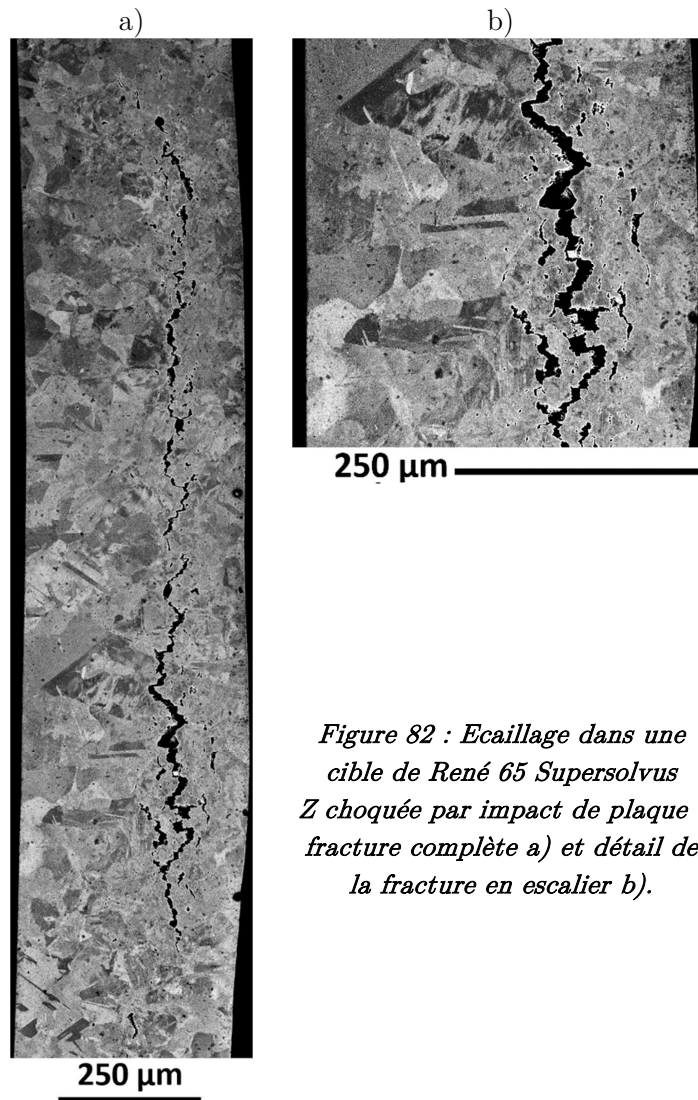


Figure 82 : Ecaillage dans une cible de René 65 Supersolvus Z choquée par impact de plaque : fracture complète a) et détail de la fracture en escalier b).

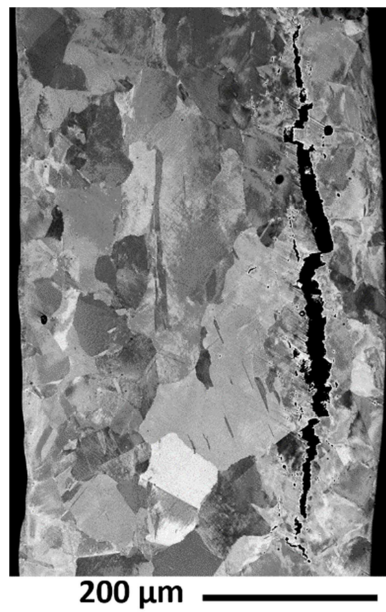


Figure 83 : Fracture complète illustrant l'écaillage par choc laser (HERA) dans une cible de René 65 Supersolvus XY.

IV.2.A.3. Waspaloy

Les échantillons de Waspaloy présentait une microstructure initiale grossière comparée à celles des cibles de René 65. Suite au procédé FA, les grains sont allongés suivant la direction de construction et de la porosité est présente dans le matériau (voir chapitre III). Les vues globales de sections transversales de Waspaloy Z (Figure 84a) et XY (Figure 84b) écaillées laissent voir une large prédominance d'endommagement ductile : les surfaces libres ouvertes par la traction dynamique ont un faciès rugueux et cupulaire typique de la rupture ductile. La cible Z est tirée de la campagne HERA ce qui justifie le petit diamètre endommagé et la cible XY de plus grand diamètre a subi un impact de plaque PPRIME. Un profil scalariforme de la fracture est noté dans le Waspaloy Z. Le stade d'endommagement plus développé du Waspaloy XY (Figure 84b) présenté illustre à la fois quelques profils en escalier en bord de fracture ainsi qu'un écaillage multiple au centre de la zone endommagée. Dans ces deux sections, des vides se sont ouverts dans le voisinage proche de la fracture d'écaillage, avant et après cette dernière.

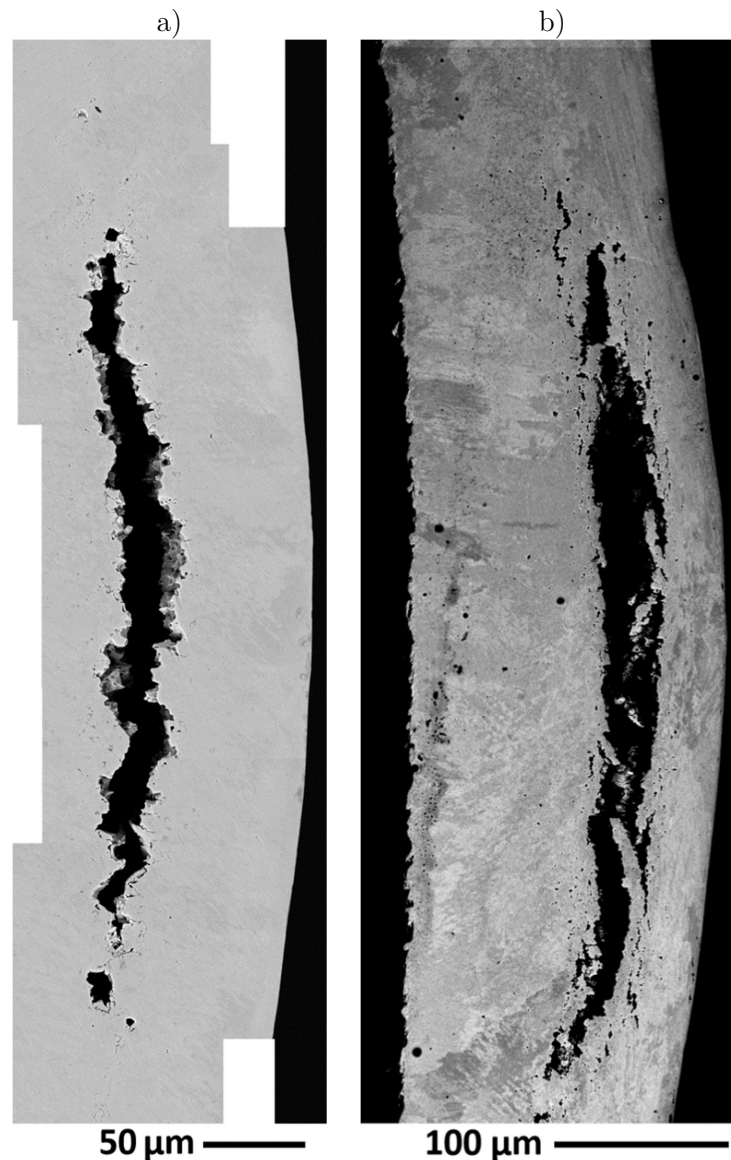


Figure 84 : Fractures d'écaillage dans le Waspaloy Z (choc laser HERA) a) et XY (impact de feuille) b).

Dans la Figure 85a une pointe de fracture d'écaillage dans une cible Waspaloy Z est présentée : le faciès est principalement ductile dans la partie très endommagée. Cette zone endommagée s'arrête au centre de l'image en une facette plane et lisse. Les vides ouverts semblent au cœur des grains. Certains de ces vides sont connectés par une fracture. Le chemin suivi par la fracture lors de sa progression paraît suivre une succession de vides se rejoignant par coalescence. On distingue de nombreux micro-pores dans la matière, d'une taille inférieure à 1 μm . Une population similaire de petits vides est observée dans la Figure 85b. Dans cette vue, la surface écaillée est visible à la droite de l'image. L'hypothèse d'une succession de vides sphériques se rejoignant pour former une fracture continue semble confirmée. La surface endommagée semble en effet formée d'une suite de cupules. Des vides d'environ 4 μm de diamètres bordent l'ensemble de la surface libre sur une profondeur de 25 à 50 μm .

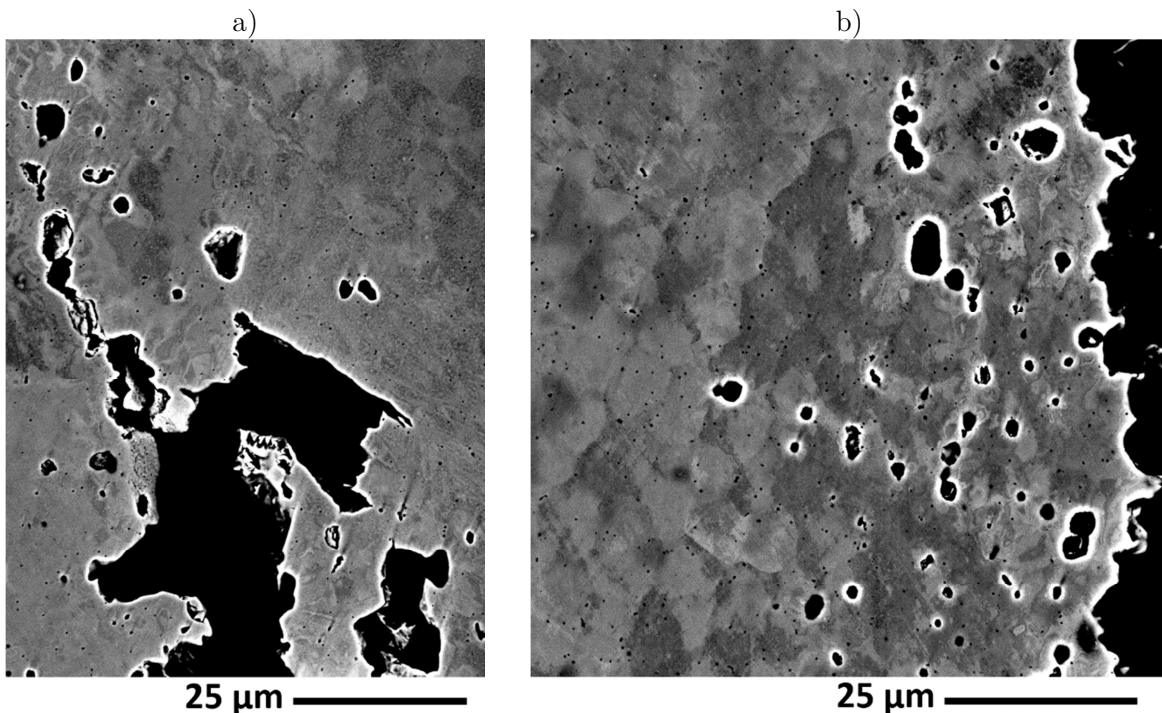


Figure 85 : Détails de l'écaillage dans le Waspaloy Z : fracture ductile et facette plane a) et microscopie de la nucléation de vides sous la surface écaillée b).

La Figure 86 présente l'analyse tomographique d'une cible de Waspaloy Z choquée par impact de plaque. Elle montre un profil d'écaillage ductile ponctué de cupules. Le plan d'écaillage est toujours parallèle à la cible. Cet exemple met bien en lumière le rôle de la porosité initiale sur le comportement dynamique de l'alliage. Un pore de diamètre environ 30 μm borde la partie peu endommagée de la zone écaillée dans la Figure 86a : l'endommagement s'arrête sur le pore, aucune fracture n'est constatée au-dessus de celui-ci. De manière similaire en Figure 86b, un vide de gros diamètre ($\approx 80 \mu\text{m}$) est encadré de part et d'autre par de fort dommages et des fissures, mais au voisinage proche du pore, le matériau n'est pas endommagé. En Figure 86c un autre pore, de diamètre proche de 50 μm , borde la fracture : celle-ci s'arrête à environ 200 μm du pore et aucun témoin d'endommagement n'est aperçu après. Ainsi, la porosité initiale, lorsqu'elle est présente sur le plan d'écaillage et dans la zone écaillée, semble empêcher dans son voisinage proche (200 μm environ) le développement de la fracture. En revanche, un pore sous le plan d'écaillage (Figure

86d) ne semble pas freiner la propagation des ondes : l'endommagement, au cœur de la zone écaillée ici, est très important indépendamment de la présence de la porosité.

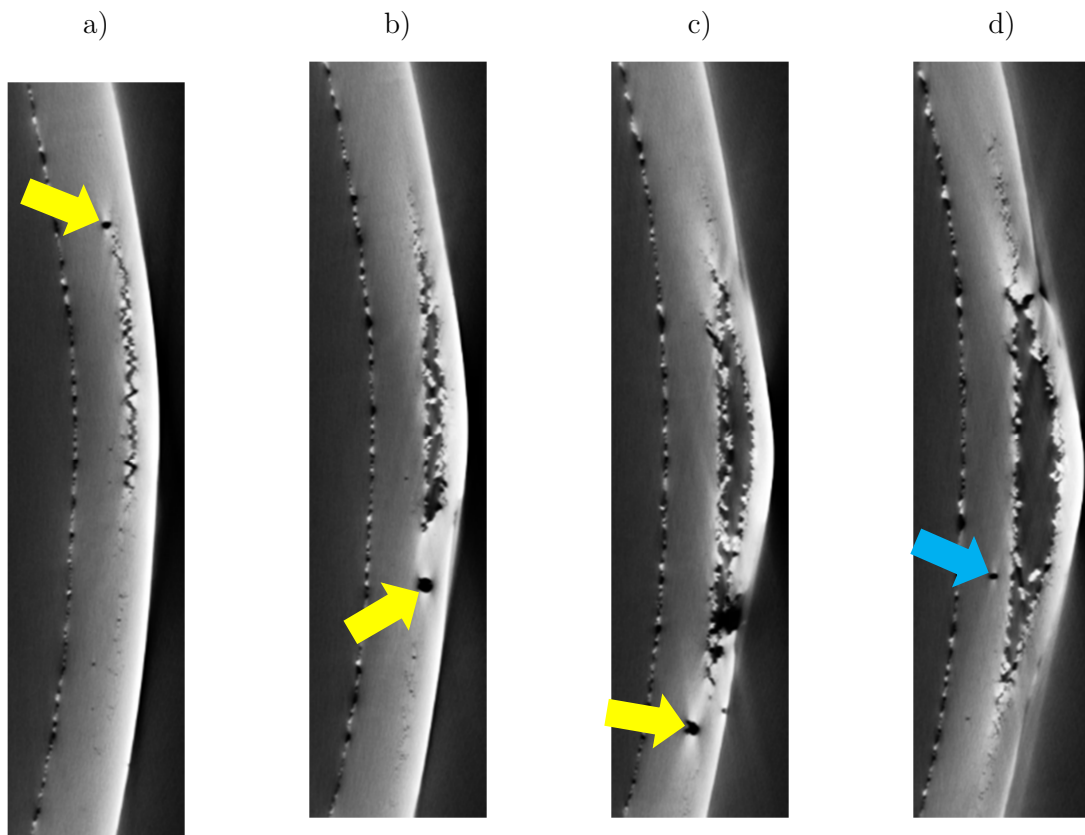


Figure 86 : Porosité vue par microtomographie X dans une cible de Waspaloy Z écaillée par impact de plaque. Les flèches jaunes montrent des pores sur le plan d'écaillage empêchant localement la fracture et la flèche bleue pointe un pore sous la zone choquée, sans effet notable sur l'écaillage.

L'écaillage dans une cible de Waspaloy XY est observé par microtomographie X dans la Figure 87. L'endommagement ductile est confirmé et un profil en escalier de la fracture est clairement visible. De grandes marches ductiles (jusqu'à 250 μm de long) sont observées en dent de scie autour du plan d'écaillage. Ce profil en escalier n'avait pas été observé dans la cible de Waspaloy Z de la Figure 86. Les effets de la porosité dans du Waspaloy XY écaillé sont également illustrés dans la Figure 87. Hasard lié à l'extraction des échantillons, cette cible présente beaucoup plus de cas où la porosité est dans la zone d'écaillage. A nouveau, de nombreuses vues (les flèches jaunes) montrent des cas où la porosité semble inhiber l'endommagement. Les pores sont de tailles variées, de 10 à 80 μm de diamètre environ, et ils sont aussi bien observés aux extrémités qu'au cœur de la zone écaillée. De la porosité est observée sous le plan d'écaillage (flèches bleues), elle ne semble pas, comme évoqué à propos de la cible de Waspaloy Z, affecter la propagation des ondes et/ou le phénomène d'écaillage. Les flèches vertes sont des pores à fleur de la surface choquée, ici par impact de plaque. La faible épaisseur de matière entre ces pores et la surface libre cède, potentiellement lors du passage de la première onde de chargement. Ces grosses porosités d'un diamètre proche de 100 μm ne paraissent pas empêcher ou limiter l'endommagement. Les deux pores pointés en rouge font figures d'exception dans ces observations : la fracture les traverse.

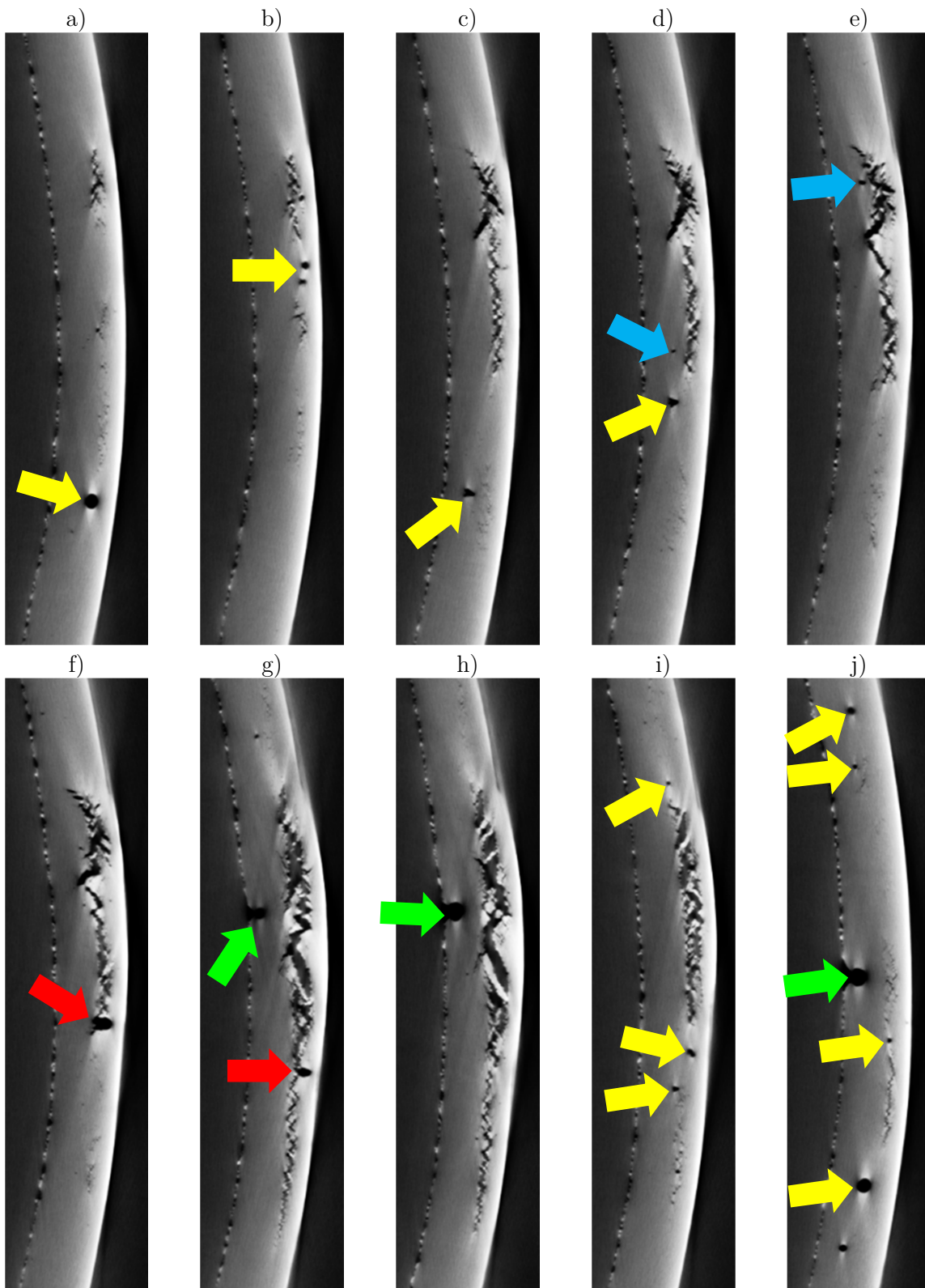


Figure 87 : Microtomographie X d'une cible de Waspaloy XY écaillée par impact de feuille. Les flèches jaunes montrent des pores sur le plan d'écaillage empêchant localement la fracture et les flèches rouges pointent des pores traversés par la rupture dans la zone écaillée. Les pores sans influence sur l'écaillage, sont en bleu pour ceux sous la zone choquée et en vert pour ceux sur la face choquée de la cible.

L'observation par microscopie électronique d'un pore sur le plan d'écaillage, au bord de la fracture, a été possible sur cette cible de Waspaloy XY. La vue MEB de la Figure 88a montre la position du pore vis-à-vis de l'endommagement lié l'écaillage : la fracture s'arrête et 45 μm plus loin apparait le pore étudié. Ce pore est déformé, comme enfoncé du côté de la surface choquée (à gauche) et il semble intact (circulaire) du côté de la surface libre (à droite). L'observation en diffraction d'électrons rétrodiffusés illustre l'orientation cristalline de la microstructure dans cette même zone. En effet, l'orientation de chaque grain apparait comme des taches dont la couleur dépend de l'orientation : certains de ces grains sont striés par des macles, droites et parallèles, qui s'arrêtent aux joints des grains. Cette cartographie (Figure 88b) montre que ce pore est entre deux grains d'orientations différentes (jaune \simeq [102] et vert \simeq [101]). Du côté choqué de la cible, les grains présentent une importante désorientation interne, ce qui est confirmé par la Figure 88c. La désorientation dans les grains peut être assimilée au résultat de l'historique de la déformation plastique après le choc. Effectivement, à la gauche du pore la désorientation est conséquente : de 0° à 30° entre la surface du pore et à 30 μm de celle-ci. En plus de cette désorientation, cette surface gauche n'est pas circulaire et semble enfoncée dans le volume du pore. Les plis, en haut et en bas du vide observé, laissent une désorientation interne aux grains (Figure 88b) allant jusqu'à 45° sur une zone d'environ 10 μm de long. La désorientation constatée dans les grains traduit la déformation plastique locale dans les grains, particulièrement importante dans les sites pré-cités. Si la présence de pores semble souvent empêcher la propagation de la fracture d'écaillage comme expliqué dans l'analyse des Figure 86 et Figure 87, elle entraîne des déformations importantes lors de l'interaction de l'onde de choc avec la surface libre concave du pore. Ce processus est similaire à la dynamique du « microjetting » qui régit l'éjection de matière depuis des rugosités (rayures, cavités, ...) sur la surface libre d'une cible soumise à un choc intense [129–132].

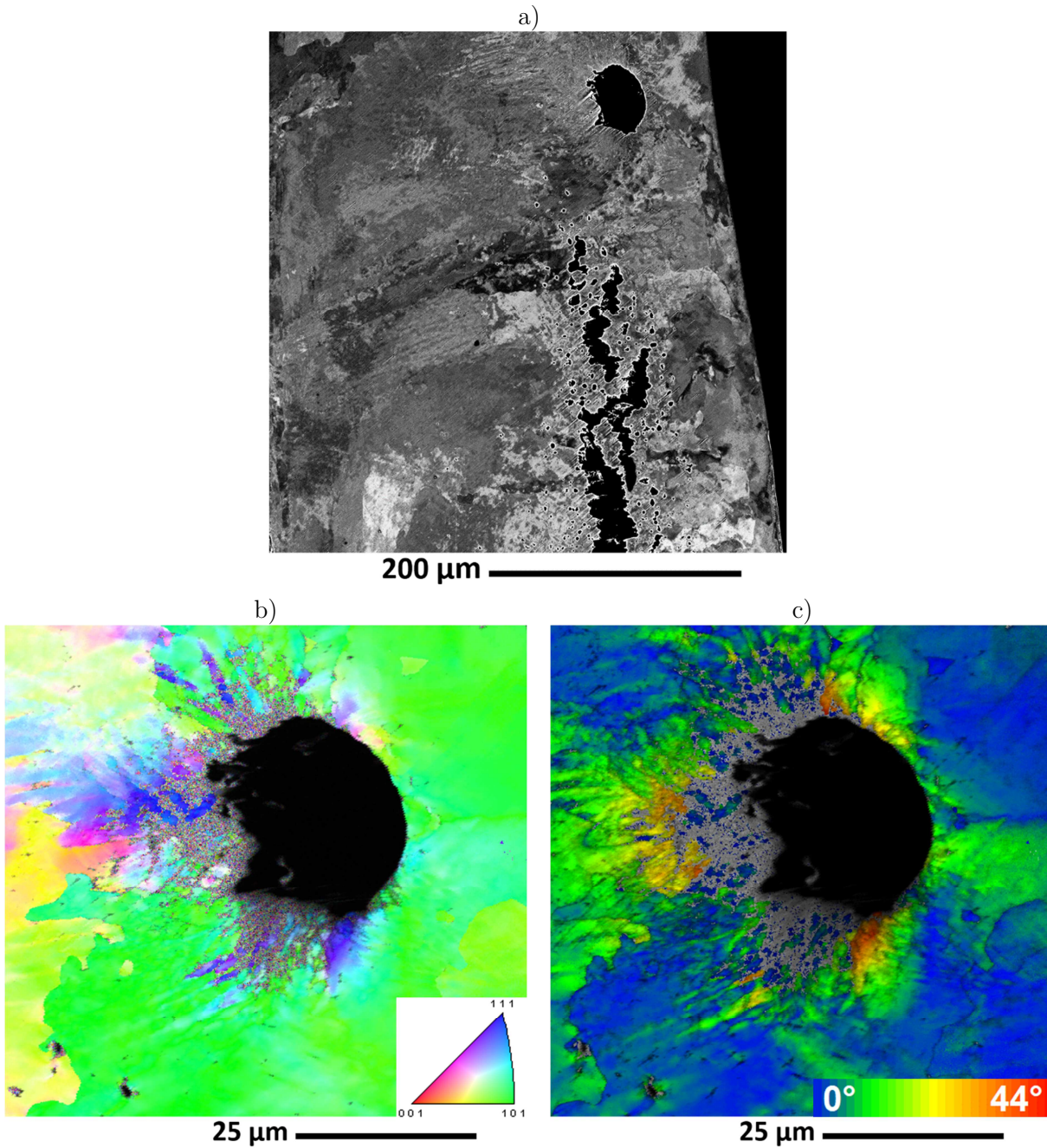


Figure 88 : Pore déformé plastiquement par le choc : microscopie électronique (mode BSE) du bord de la fracture principale (en bas) et du pore (en haut) a), cartographie d'orientations des grains b) et cartographie des désorientations internes aux grains c) autour du pore.

Nous avons cherché à confirmer ces effets d'un pore sur l'écaillage au travers de simulations numériques. Les paramètres matériaux du modèle sont ceux de la loi de comportement macroscopique présentée au paragraphe § 4.I.C. On discrétise en géométrie 2D plane une portion de cible de 400 μm d'épaisseur au cœur de la zone écaillée (400 μm de large). Plusieurs diamètres de pores sont simulés (ø25 μm et ø50 μm) : le vide est placé au milieu de la cible, sur le plan d'écaillage. Suivant la taille du pore, le maillage évolue entre 17190 (ø25 μm) et 17459 éléments (ø50 μm) plaques à quatre nœuds (QUAD4). Des conditions de symétrie sont assignées aux bords de l'échantillon (en haut et en bas). Pour représenter l'expérience d'impact de feuille un

chargement temporel de pression est délivré sur la surface gauche de la cible. Cette pression découle de la simulation de l'impact d'une feuille d'Aluminium épaisse de 150 μm frappant à 850 m/s une cible de 400 μm d'épais de superalliage base Nickel.

L'onde de choc comprime le pore dont le diamètre se réduit sous le chargement. Lorsque la traction apparaît et donne lieu à la rupture, celle-ci ne se déclare pas sur 100 μm de rayon autour du pore. Dans le cas d'un pore de $\varnothing 25 \mu\text{m}$ (Figure 89) l'onde de chargement est divisée en franchissant le pore : cette onde déforme la surface libre de cette porosité et sa taille diminue de 25 à 8 μm (70% de réduction) environ. La propagation désormais bidimensionnelle de l'onde continue, un état de traction apparaît au loin (100 μm) du vide et endommage le matériau. Dans le cas d'un pore de 50 μm de diamètre soumis aux mêmes conditions de chargement les constats sont similaires : le front de choc se divise également, le diamètre du pore se réduit (-50%) et de l'écaillage se déclare environ 100 μm au-delà du pore.

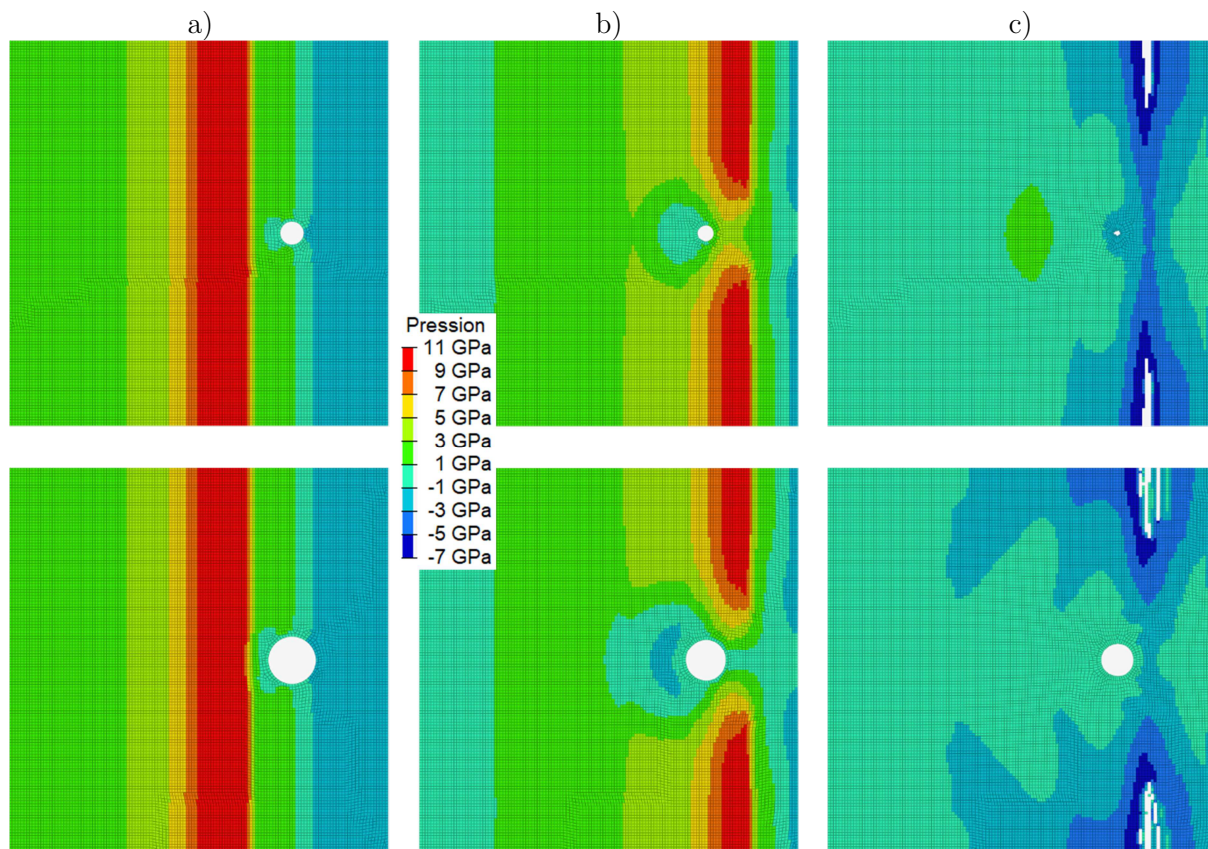


Figure 89 : Simulation d'une cible (400x400 μm) de superalliage choqué contenant un pore de $\varnothing 25 \mu\text{m}$ (haut) ou $\varnothing 50 \mu\text{m}$ (bas), vues isobares de l'onde de choc a), scission du front de choc et compression du pore b), et écaillage de part et d'autre du pore comprimé c).

La Figure 90 présente la déformation plastique accumulée dans la simulation. De manière similaire aux observations, le matériau se déforme plastiquement au voisinage du pore. Une déformation plastique importante du côté choqué du pore est relevée : la zone déformée varie avec la taille du pore. Enfin, ϵ_P est constatée, comme dans la Figure 88c, aux plis du pore : la déformation est très localisée et particulièrement intense dans cette zone. Dans les observations, un aperçu de la déformation plastique ϵ_P autour d'un pore a été présenté dans la Figure 88c au travers de la

désorientation dans les grains. Des constatations similaires à la cartographie EBSD (Figure 88) sont faites.

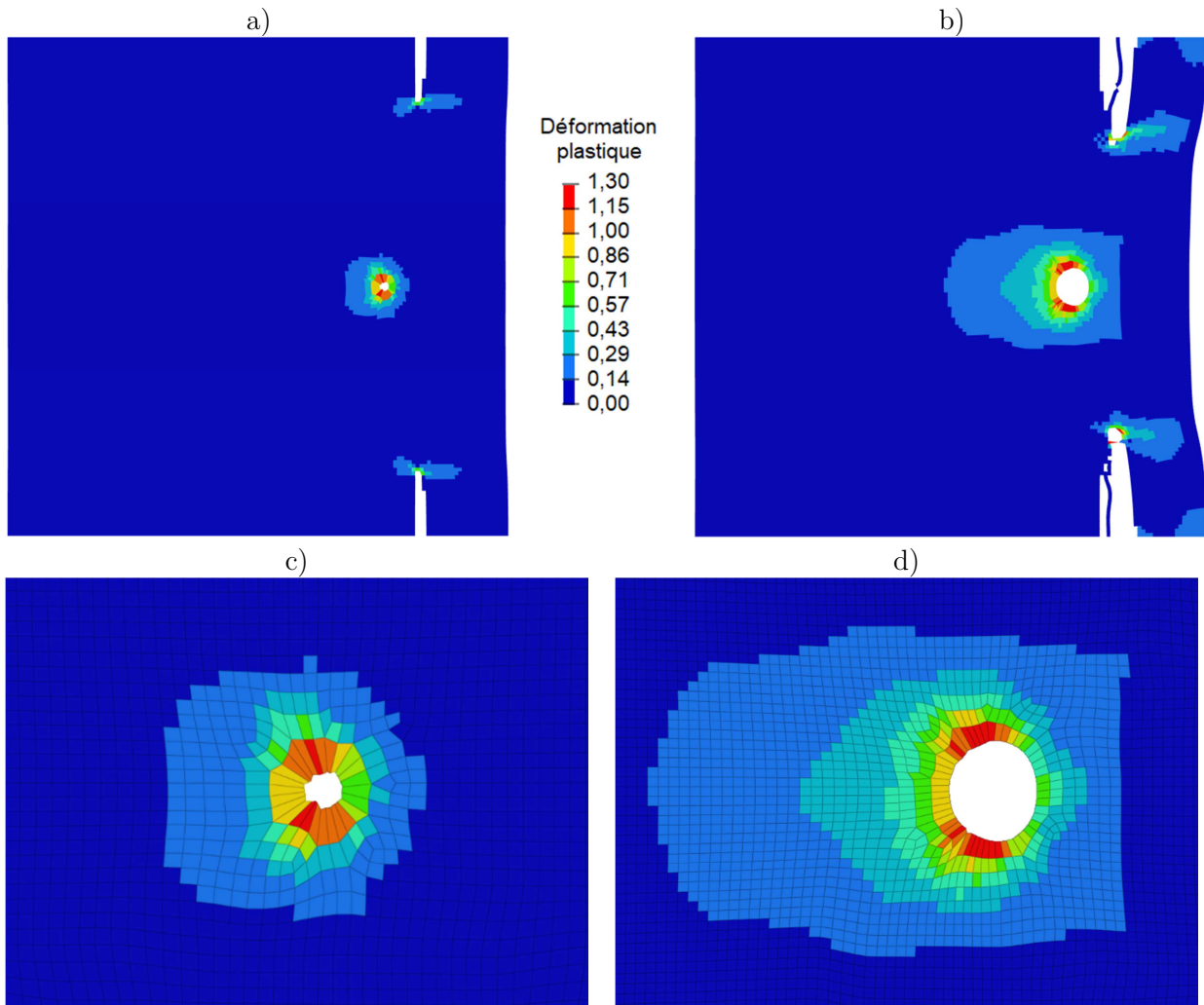


Figure 90 : Déformation plastique accumulée dans les simulations de cibles (400x400 µm) choquées avec un pore de ø25 µm a) et ø50 µm b).

IV.2.A.4. Influence de l'angle de coupe sur l'observation des fractures internes complètes

Les fractures internes observées en coupe rendent compte du phénomène d'écaillage, tridimensionnel, dans un repère bidimensionnel. Les orientations des plans d'observation des sections transversales, en tomographie et en microscopie, sont aléatoires. On sait simplement que ces plans contiennent la direction de propagation du choc (parallèle ou normal à la direction Z selon les cas). Cette orientation de la coupe dans la cible écaillée ne semble pas avoir d'effet sur les cibles Z : comme schématisé dans la Figure 91a, ces microstructures présentent des grains parallèles à la direction du choc quel que soit l'angle d'observation. A contrario dans les cibles XY, suivant l'angle de coupe les grains ne se présentent pas de la même façon comme le schématise la Figure 91b. Pour analyser l'influence de l'angle d'observation sur les sections

transversales, 9 reconstructions tomographiques ont été faites à 20° d'écart sur la zone centrale de la fracture interne d'une cible de Waspaloy XY comme le résume le schéma de la Figure 91c.

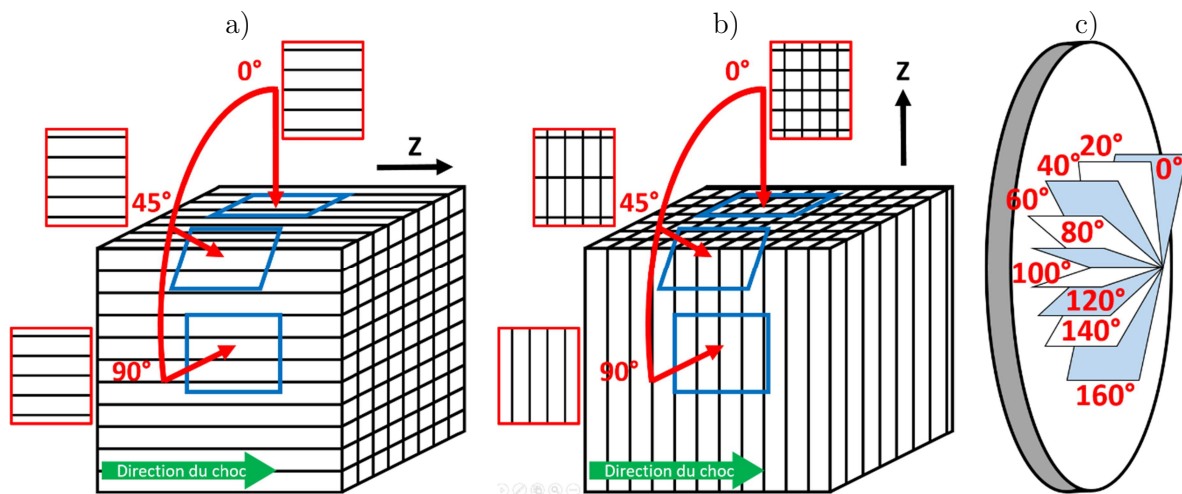


Figure 91 : Schéma de l'influence de l'orientation de l'observation sur les sections transversales des échantillons a) Z et b) XY. c) Illustration schématique des angles de vues de l'analyse microtomographique de la Figure 92

Ces reconstructions sont présentées sur la Figure 92 : la fracture interne est scrutée sous plusieurs angles, de 0° à 160° par tranche de 20° . On reconnaît l'observation de la même zone par la grande fissure droite de $400\ \mu\text{m}$ en biais au milieu de la cible. Quel que soit l'angle, la texture ductile est omniprésente. Sur la majorité des vues, la fissure serpente à 45° autour du plan d'écaillage, des fissures droites sont également constatées. Il est compliqué de trancher sur un effet, ou non, de l'orientation de l'angle d'observation sur la section transversale. Pour répondre à cette interrogation, une solution serait de pratiquer des microscopies BSE et/ou des cartographies EBSD sur des sections transversales dont l'angle de coupe est connu. Toutefois, nous ne sommes pas parvenus à réaliser des sections en maîtrisant les angles de vue, il n'a donc pas été possible de reconnaître les angles d'observation sur les microscopies et les cartographies des cibles XY.

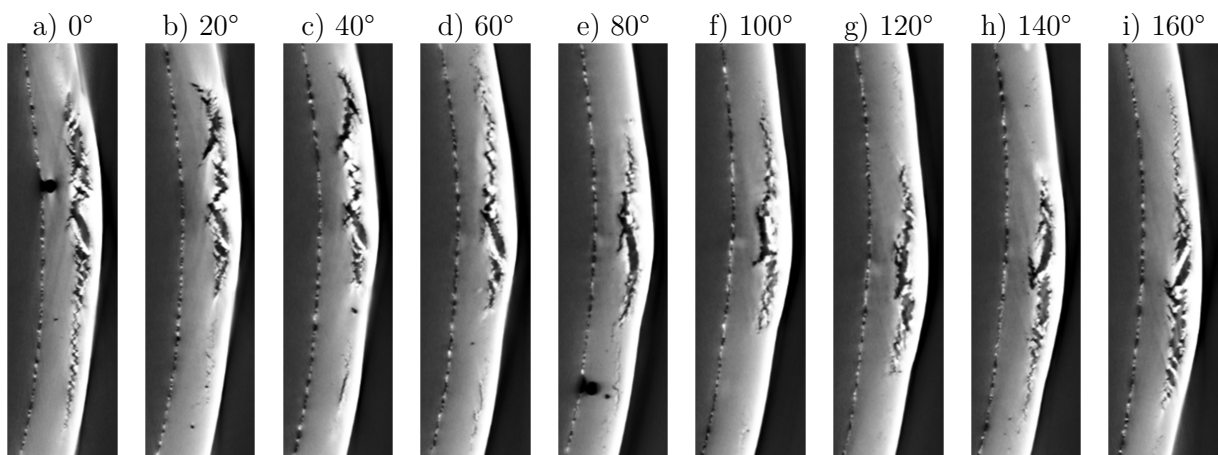


Figure 92 : Reconstructions tomographiques à 160° de la fracture dans une cible de Waspaloy XY.

IV.2.B. Ejection complète de l'écaille

IV.2.B.1. Visualisation de l'envol de l'écaille

Lors des essais réalisés sur LULI2000, les caméras ultra-rapides permettent de visualiser l'arrachement et l'éjection des écailles. La caméra capture 27 images, une toutes les 200 ns. Ces ombroscopies transverses montrent cinq cibles de 400 μm d'épaisseur de René 65 forgé, Subsolvus Z, Supersolvus Z et Waspaloy Z et XY : un résumé de quatre images prises à 800 ns d'intervalles est donné pour chaque matériau. Le porte-cible et la partie non-choquée de la cible, à gauche, ne se déplacent pas dans l'intervalle de temps considéré.

Dans ces tirs sur l'installation LULI 2000, la bonne homogénéité de l'énergie laser dans le faisceau (voir Chapitre II) garantit dans une certaine mesure l'application d'une pression uniforme sur la surface chargée. Les premières images présentées (2,2 μs), juste après la séparation des écailles, montrent des différences importantes entre les cinq matériaux. L'écaille arrachée du René 65 forgé (Figure 94a) a un contour régulier, symétrique, bombé à cause de la résistance à la rupture en cisaillement à la périphérie du plan d'écaillage (Figure 93a). Dans la suite de la séquence (Figure 94a), cette écaille s'envole à une vitesse constante d'environ 540 m/s, sans se déformer davantage et en restant bien parallèle à la surface de la cible. Des écailles analogues ont été observés dans des métaux purs dans des conditions similaires [133].

En revanche, dans le René 65 issus de FA (Figure 94b,c), l'écaille se fragmente dès les premiers instants, avec une perte de symétrie autour de l'axe central. On observe l'éjection un peu chaotique des fragments de tailles variées, avec parfois d'importantes vitesses radiales et de rotation. Cette fragmentation chaotique est très probablement liée à la microstructure de ces échantillons FA, dont on verra plus loin qu'elle a une influence majeure sur la rupture.

Dans le Waspaloy, lui aussi issu de FA, on observe l'arrachement précoce d'une écaille principale, bien plane et parallèle à la cible pour le choc suivant la direction Z (Figure 94d), bombée asymétrique et en rotation pour le cas XY (Figure 94e). Ce détachement précoce de la première écaille peut être attribué à une rupture en cisaillement plus facile à la périphérie de la zone choquée [134], comme illustré schématiquement sur la Figure 93b.

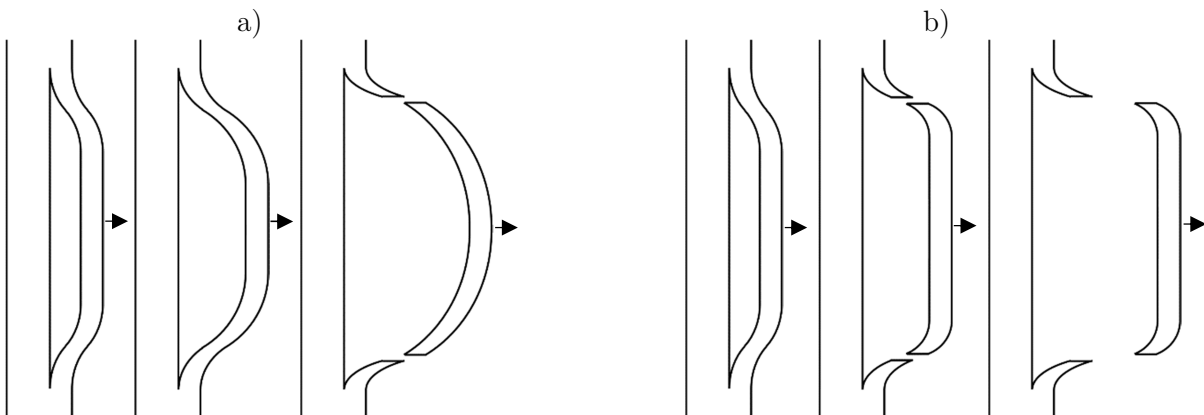


Figure 93 : Description schématique de l'effet de la rupture en cisaillement sur la forme de l'écaille. a) Rupture en cisaillement tardive : écaille bombée et séparation peu visible entre l'écaille et la cible. b) Rupture en cisaillement précoce : écaille plate et séparation bien ouverte entre l'écaille la cible.

Dans l'échantillon de Waspaloy XY, l'écaillage principale est suivie d'un nuage de débris de tailles importantes. Ces débris peuvent provenir de ruptures multiples à différentes profondeurs sous la surface libre (écaillage multiple) déjà mise en évidence dans le Waspaloy XY (Figure 84b) mais aussi de la rupture irrégulière en cisaillement à la périphérie de l'écaillage principale (comme discuté plus loin).

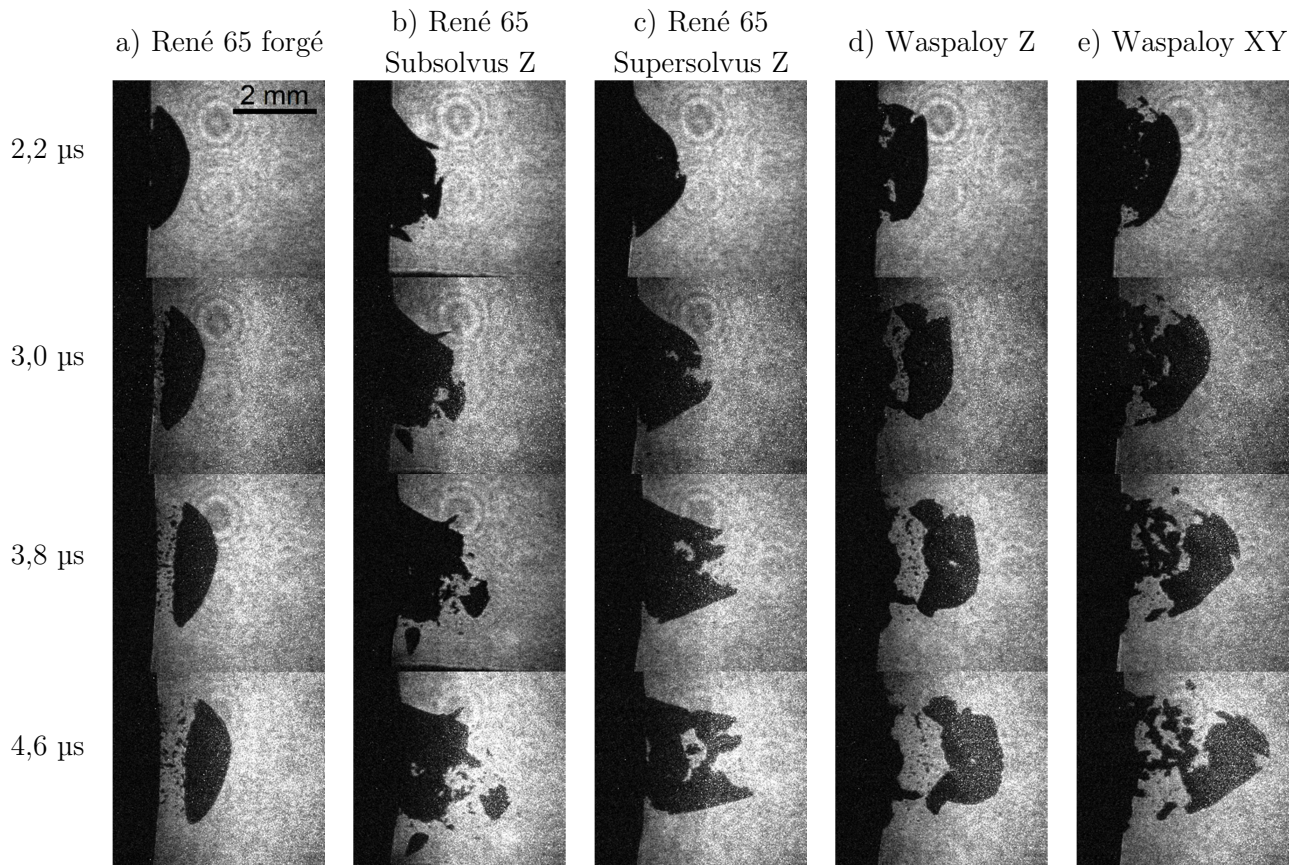


Figure 94 : Ombroscopies transverses réalisées au LULI2000 de l'éjection des écailles

IV.2.B.2. Cratères d'écaillages

L'arrachement de ces fragments laisse un cratère sur la surface libre des échantillons. L'observation de ces cratères permet une analyse des faciès de rupture dans les différents matériaux testés, et des corrélations avec les visualisations transverse.

La Figure 95 illustre des cratères d'écaillage dans les René 65 forgés, Subsolvus Z et Supersolvus Z : toutes ces microscopies présentent des cibles choquées sur LULI2000 avec un important flux surfacique (impulsion de 5 ns, 800 J et 2,5 mm de diamètre). Le René 65 forgé présente un cratère circulaire de 2,55 mm de diamètre pratiquement identique à celui de la surface choquée (2,5 mm) (Figure 95a). Sur les cibles de René 65 fabriquée additivement (Subsolvus Z (Figure 95b) et Supersolvus Z (Figure 95c)), l'écaillage laisse aussi des cratères aux contours nets : mais leur forme est moins circulaire, et leurs lèvres sont très irrégulières.

Ces différences sont tout à fait cohérentes avec les visualisations transverses présentées au paragraphe précédent. Le cratère du René 65 forgé confirme l'arrachement d'une écaille bien symétrique et régulière, alors que dans les cibles issues de la FA, les bords dissymétriques et très relevés par endroits résultent logiquement de la fragmentation chaotique observée par ombroscopie. De même, dans le Waspaloy, ces bords relevés apparaissent clairement sur les cibles à la fin des séquences (Figure 94d,e). La rupture irrégulière de ces bords explique probablement l'éjection de gros fragments derrière l'écaille principale comme schématisé dans la Figure 98. Certains de ces fragments secondaires, dans le Waspaloy XY (Figure 94e), semblent cependant provenir de ruptures multiples (Figure 98) à différentes profondeurs autour du plan d'écaillage (Figure 97).

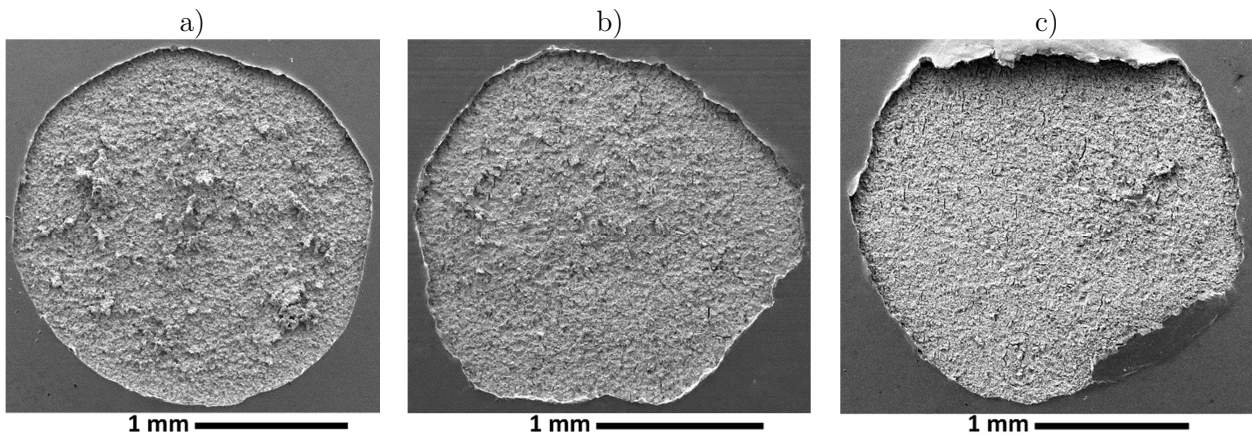


Figure 95 : Cratères laissés par l'écaillage (LULI2000) dans des cibles de René 65 forgé a), Subsolvus Z b), Supersolvus Z c).

La texture de la surface endommagée est similaire dans ces trois nuances de René 65 (Figure 95a-c) : un faciès rugueux, majoritairement ductile, constitué de cupules (Figure 96a). La texture cupulaire évolue entre les nuances de René 65 testées : les zones de dépression sont de dimensions plus réduites sur les nuances FA (Figure 96b) que sur la nuance forgée (Figure 96a). En plus des cupules, les cibles FA présentent des fissures courtes et droites s'enfonçant dans le cratère (Figure 96b) comme entrevue dans les tomographies X des René 65 Subsolvus Z (Figure 78), XY (Figure 80) et Supersolvus Z (Figure 81). Les bords de ces fissures sont nets et les surfaces fissurées semblent planes (Figure 96c), suggérant un endommagement fragile dans ces failles.

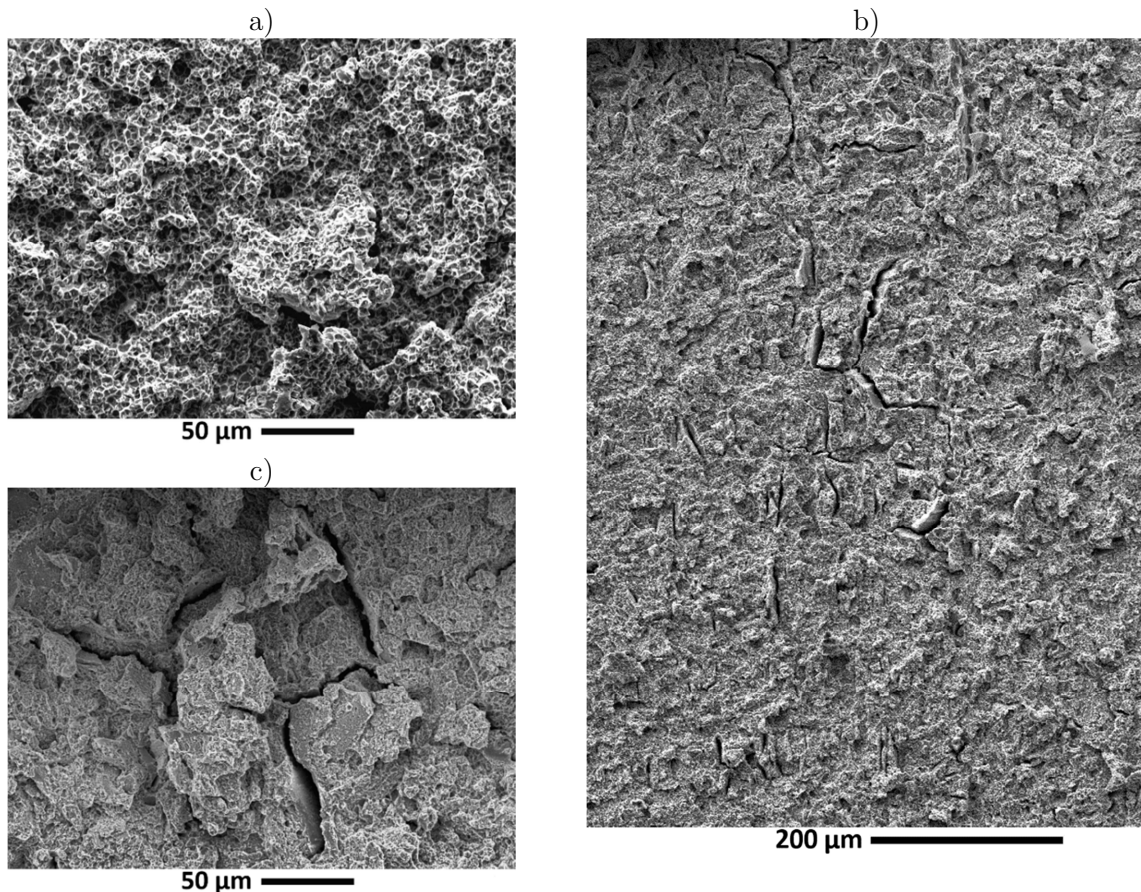


Figure 96 : Détails des cratères d'écaillage : cupules dans une cibles de René 65 forgé a) et fissures droites s'enfonçant dans l'épaisseur cibles de René 65 Supersolvus Z b) et Subsolvus Z c).

Sur les échantillons de Waspaloy, les cratères ont une allure différente, dans des conditions d'expériences équivalentes (épaisseur de cible et choc laser). Les bords des cratères, quelle que soit la direction d'application du choc, sont extrêmement irréguliers (Figure 97a,c). Sur le Waspaloy, comme sur le René 65, la surface endommagée présente un faciès principalement ductile avec encore de nombreuses cupules de petites tailles (10 µm). Le fond du cratère a un état de surface très perturbé : du relief et des motifs (des alignements de cupules) sont visibles. Sur la cible orientée Z, la surface est un ensemble chaotique de plans endommagés et ductiles. De tels plans se retrouvent au fond des cratères XY, avec cependant un étagement des plaques : les cupules semblent alors s'aligner en stries parallèles avec des orientations variables selon les zones (Figure 99). Ce constat se rapproche de ceux faits lors de l'analyse des microtomographies X d'une cible de Waspaloy XY de la Figure 87 : le profil en dent de scie évoqué peut justifier l'étagement des motifs observés dans le cratère. Cet étagement des motifs est lié à la microstructure plus grossière du Waspaloy avec une structure dendritique encore présente dans nos cibles de Waspaloy quand les cibles de René 65 sont toutes suffisamment traitées thermiquement pour éliminer les dendrites.

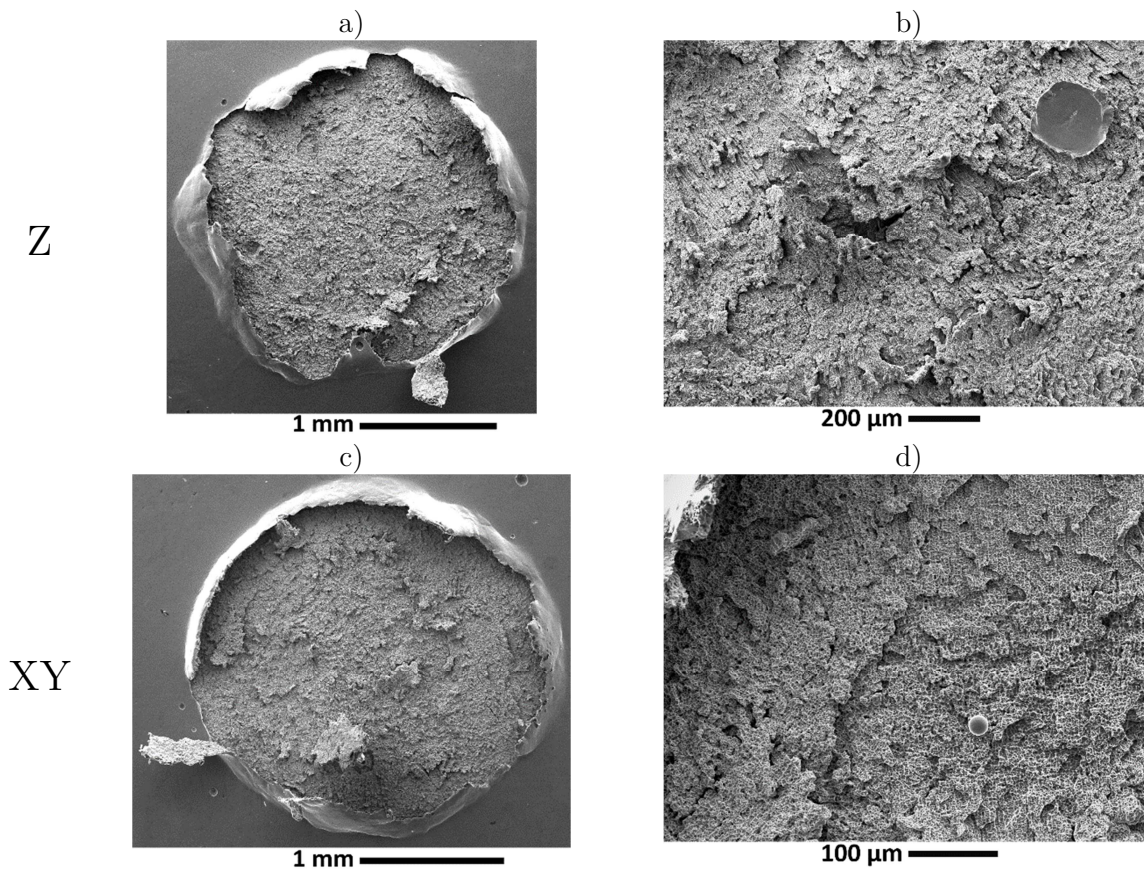


Figure 97 : Endommagement par écaillage (LULI2000) sur le Waspaloy FA : cratère a) et détails b) d'une cible orientée Z et cratère c) et détails d) d'une cible XY.

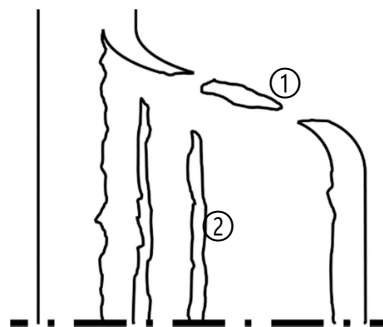


Figure 98 : Schéma d'une section transverse pendant l'éjection des fragments : rupture par cisaillement au bord ① et ruptures multiples au cœur ② de l'écaillage.

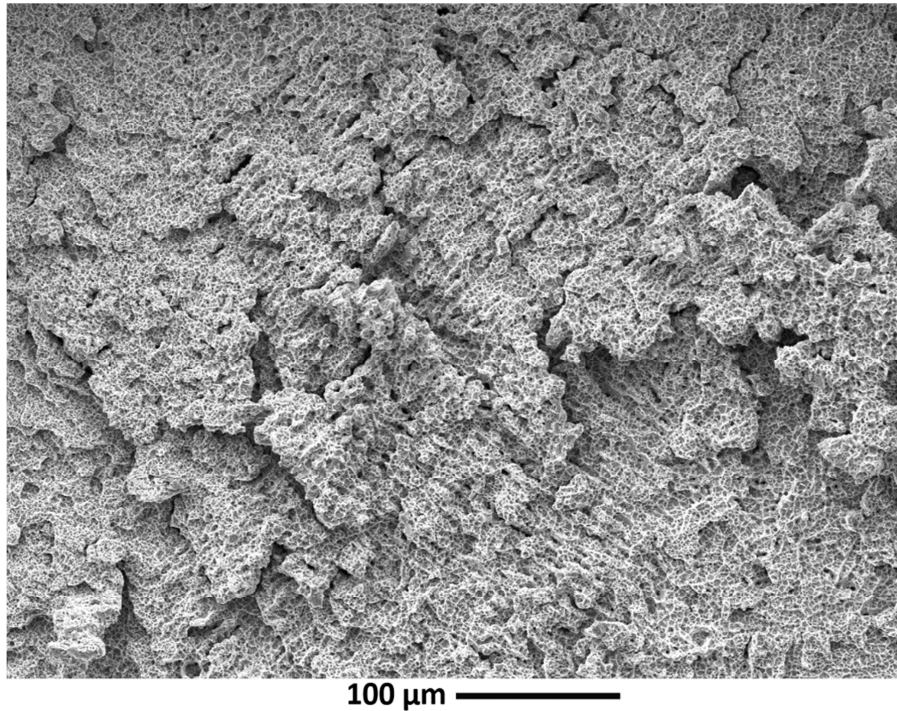


Figure 99 : Motifs cupulaires organisés en stries parallèles laissés par la rupture ductile dans le cratère écaillé d'une cible de Waspaloy XY (la direction de construction Z est dans le plan de l'image).

IV.2.C. Amorçage et propagation de l'endommagement dans le René 65 et le Waspaloy

Les observations précédentes ont permis de dégager des différences entre les matériaux étudiés et d'identifier un mode de rupture très majoritairement ductile. Cependant, elles portaient principalement sur des stades très avancés de l'endommagement (jusqu'à la rupture complète). Dans ce qui suit, des observations plus fines dans des zones moins sévèrement endommagées permettent d'évaluer les rôles, bénéfiques ou néfastes, des sites particuliers sur l'amorçage et la propagation de fissures. Dans sa progression, une fissure peut emprunter deux chemins : au travers des grains (transgranulaire) ou entre les grains (intergranulaire). Le René 65, sous sa forme forgée, est d'abord étudié, puis le René 65 par voie additive et enfin le Waspaloy.

IV.2.C.1. René 65 forgé

La Figure 100 présente à fort grossissement l'amorçage et le début de la propagation des fissures. L'amorçage de ces fissures se fait majoritairement aux interfaces des précipités γ' primaires. En effet, cinq des six vides ouverts par l'écaillage dans la Figure 100a commencent sur ces précipités. Cet amorçage favorisé au niveau des γ' primaires peut être relié aux conditions de forgeage : comme précédemment rapporté [135–137], les particules de γ' primaires sont enveloppées de matrice γ pauvre en précipitation γ' secondaire fine et durcissante. Le carbure, en blanc sur la microscopie, est complètement détruit par l'endommagement. La Figure 100b illustre la coalescence et la formation progressive de fissures. Les décohésions ouvertes aux bords des précipités et/ou des inclusions se rejoignent autour du plan de traction maximale. De nouvelles fissures serpentent autour des précipités et au travers des grains pour rejoindre les vides par

coalescence. Les vides isolés trop éloignés du plan de traction maximum ne semblent pas progresser. Un nitrure (en gris foncé) bordé de deux carbures (en blanc) est présenté dans la Figure 100c : ils apparaissent complètement fragmentés par l'écaillage, montrant ainsi la grande sensibilité à la rupture en traction dynamique de ces inclusions. La nucléation de vides sur les inclusions non-métalliques est un phénomène connu sous des chargements quasi-statiques et/ou cycliques [138–141].

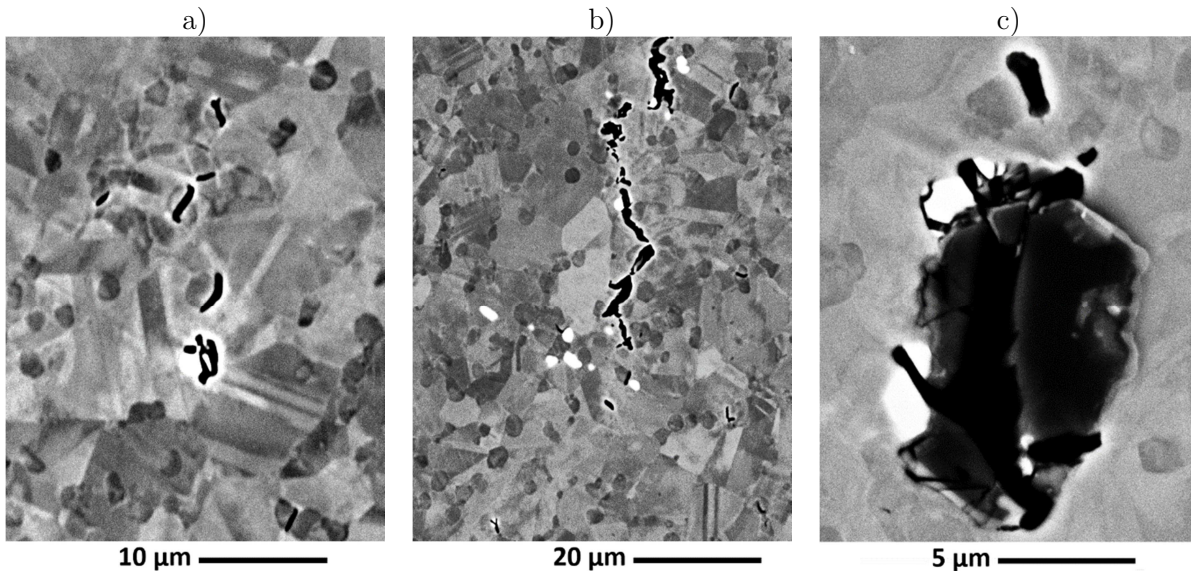


Figure 100 : Sites privilégiés d'amorçage de l'écaillage dans le René 65 forgé : amorçage sur les précipités γ' primaires et carbure a), coalescence et réunion des vides b) et nitrure et carbures fortement endommagés c). Le choc s'est propagé de la gauche vers la droite et le plan de traction maximale est vertical.

Des preuves d'amorçage des dommages liés à la traction dynamique aux interfaces des précipités γ' primaires sont apportées dans les cartographies EBSD de la Figure 101. Ces dernières montrent l'orientation cristalline de la microstructure dans cette même zone. En effet, l'orientation de chaque grain apparaît comme des taches dont la couleur dépend de l'orientation : certains de ces grains sont striés par des macles, droites et parallèles, qui s'arrêtent aux joints des grains. Les précipités γ' primaires (flèches blanches) sont de petites tailles (≈ 3 à $5 \mu\text{m}$) avec des contours arrondis quand les grains sont plus grands et de forme plus polygonale (flèche noire). Rappelons également que la distribution des orientations cristallines est homogène dans nos échantillons choqués de René 65 forgé. Dans ces cartographies EBSD, plusieurs configurations de nucléations de vides sont présentées. Les cas d'amorçage de fracture illustrés dans la Figure 101a présentent systématiquement une désorientation importante entre les cristaux (précipité endommagé et grain frontalier). Dans le cas d'amorçage d'une cavité dans un précipité noyé entre deux grains (Figure 101b-c), un fort contraste de désorientation est relevé. Notons que la distribution des orientations des précipités endommagés apparaît comme homogène sur la population évaluée. Egaleme nt, dans les premiers instants de coalescence des vides (endommagement faible ou ébauche d'une fissure dans un précipité), l'endommagement semble pouvoir se propager dans une direction pas nécessairement parallèle au plan de traction maximale, selon les trajets favorisés par la microstructure.

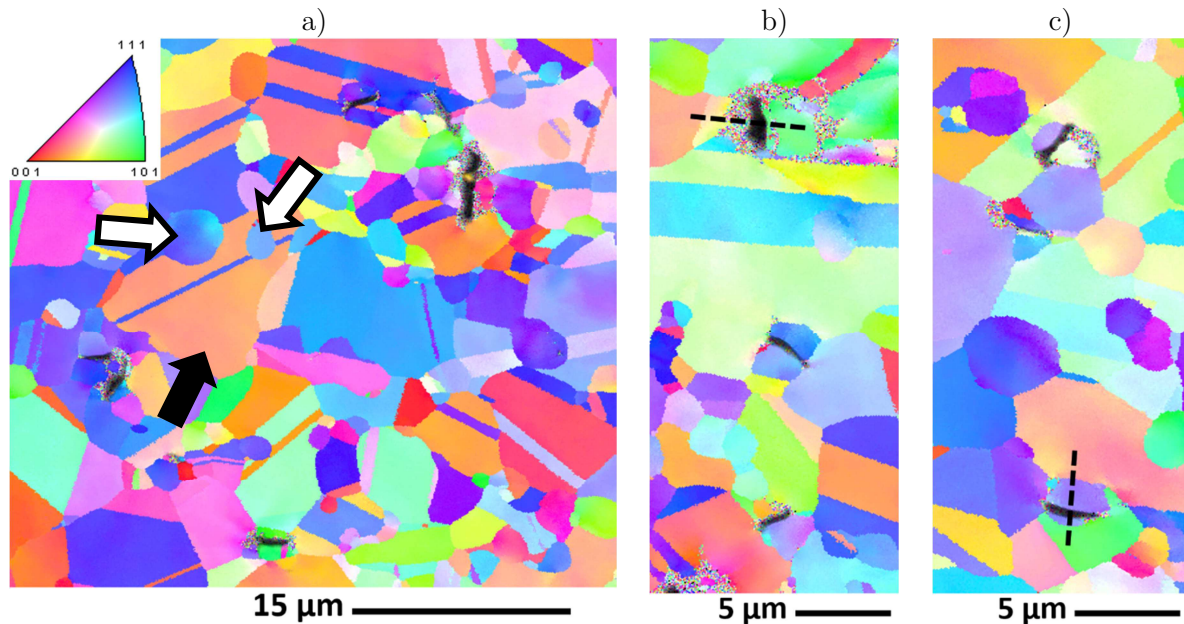


Figure 101 : Figures de pole inverse illustrant l'amorçage de l'écaillage sur les précipités γ' primaires. Les orientations sont données suivant la direction horizontale. Deux γ' primaires sont fléchées en blancs, un grain est fléché en noir et les lignes pointillées représentent les fortes désorientations entre précipités et grains.

L'amorçage préférentiel des fissures au niveau des γ' primaires semble s'expliquer dans la plupart des cas, par la désorientation substantielle avec certains grains limitrophes : 50° environ d'après les mesures faites sur les lignes pointillées de la Figure 101b-c. Notons que généralement les γ' primaires sont cohérents avec l'un des grains entourant le précipité (i.e. peu de désorientation cristalline entre le précipité et le grain parent). Cette désorientation entre les cristaux et, suivant les conditions de forgeage, une matrice dépourvue de γ' secondaires au voisinage des précipités γ' primaires, sont deux facteurs favorisant le développement préférentiel de l'écaillage sur les γ' primaires.

Des vues en coupe d'une fracture de René 65 forgé présentées dans la Figure 75 sont rappelées en Figure 102. La Figure 102a illustre la propagation de la fracture dans le matériau : les grains et les précipités γ' primaires apparaissent en nuance de gris, les inclusions sont en blanc. De chaque côté de la fracture, de nombreux vides bordent la fracture principale. Ces cavités sont détaillées dans la Figure 102b : l'amorçage semble à nouveau se faire majoritairement aux joints des précipités (flèches rouges) puis la propagation traverse les cristaux (grains et/ou précipités). La présence de vides en coalescence s'atténue en s'éloignant de la fracture : leur taille diminue progressivement et aucun vide n'est observé au-delà de $50\ \mu\text{m}$ environ de la surface écaillée.

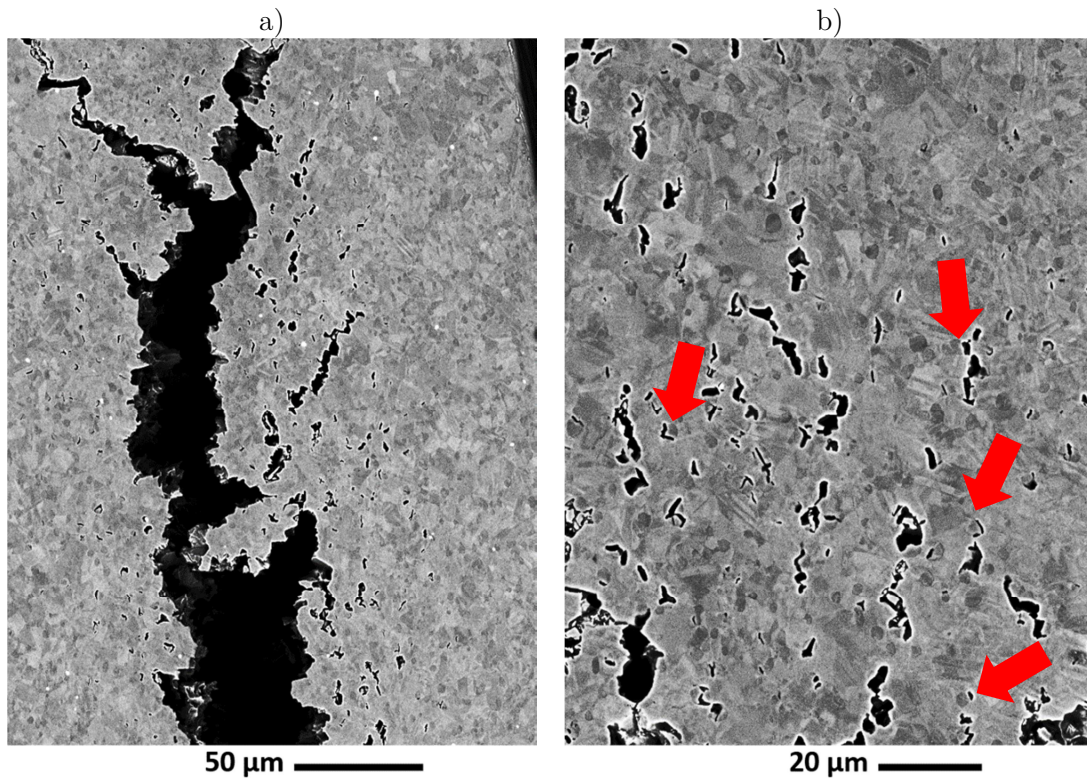


Figure 102 : Microscopie BSE de l'écaillage dans le René 65 forgé : rupture bordée de vides a) et vides en coalescence au bord de la fracture d'écaillage b). Les flèches rouges pointent des cavités ouvertes sur des précipités γ' primaires.

La Figure 103 montre la pointe de fracture d'une cible de René 65 forgé, dans une zone modérément endommagée. L'observation de la Figure 103a permet de distinguer les grains des précipités γ' primaires, la cartographie EBSD (Figure 103b). Ces observations EBSD montrent une rupture mixte, majoritairement intergranulaire et localement intragranulaire ainsi qu'un amorçage privilégié sur les précipités γ' primaires. Avec une distribution homogène des γ' primaires entre les grains de cette microstructure forgée, la fracture serpente de vides en vides entre les précipités et au travers des grains comme discuté précédemment sur la Figure 100b.

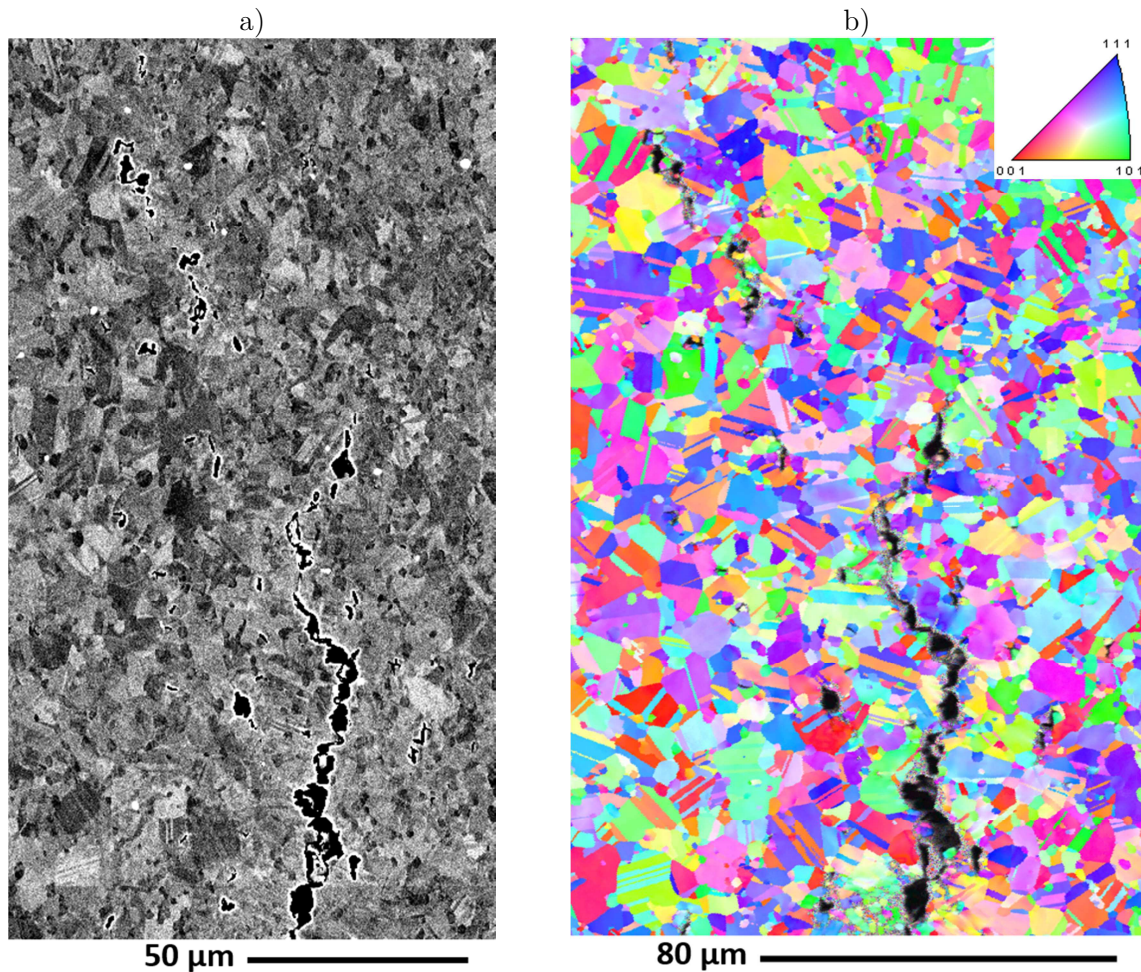


Figure 103 : Pointe de fracture d'écaillage dans le René 65 forgé : microscopie BSE a) et cartographie EBSD b). Les orientations de cette vue sont données suivant la direction horizontale.

IV.2.C.2. René 65 fabriqués par voie additive

Les microstructures particulières des cibles issues de la fabrication additive dépendent fortement des traitements thermiques réalisés après le procédé de FA. Les sites préférentiels d'amorçage de l'endommagement dans les cibles FA sont eux aussi dépendants de ces traitements, Subsolvus et Supersolvus.

IV.2.C.2.a. René 65 FA Subsolvus

La Figure 104 illustre l'amorçage et la propagation des dommages dans une cible de René 65 Subsolvus Z choquée. La Figure 104a, réalisée à quelques microns d'une zone très endommagée où les grains sont traversés par une fracture ductile (à gauche), présente les premiers stades d'endommagement. Comme évoqué précédemment et par la littérature [138–141] des inclusions non-métalliques (en blanc) peu cohérentes avec les grains sont observés aux joints. Egalement, des vides sont observés entre les grains. En effet, la précipitation γ' secondaire (taches sub-micrométriques gris foncé) est visible dans les grains (de matrice γ , en gris plus clair) et les motifs de répartition de ces précipités semblent différents de part et d'autre de la fissure droite : cela permet de supposer que l'amorçage se fait sur un joint de grain comme le schématise la Figure

104b. Cet argument d'une sensibilité des joints de grain à l'écaillage est appuyé à plus fort grandissement en Figure 104c. Encore une fois, la précipitation γ' secondaire se distingue dans les grains et des vides éclosent et s'alignent sur les joints de grains. Enfin, la vue en Figure 104d montre de courtes fissures lisses, normales à la fracture principale et souvent en ramification pour relier les zones ductiles endommagées comme observé dans la Figure 79b.

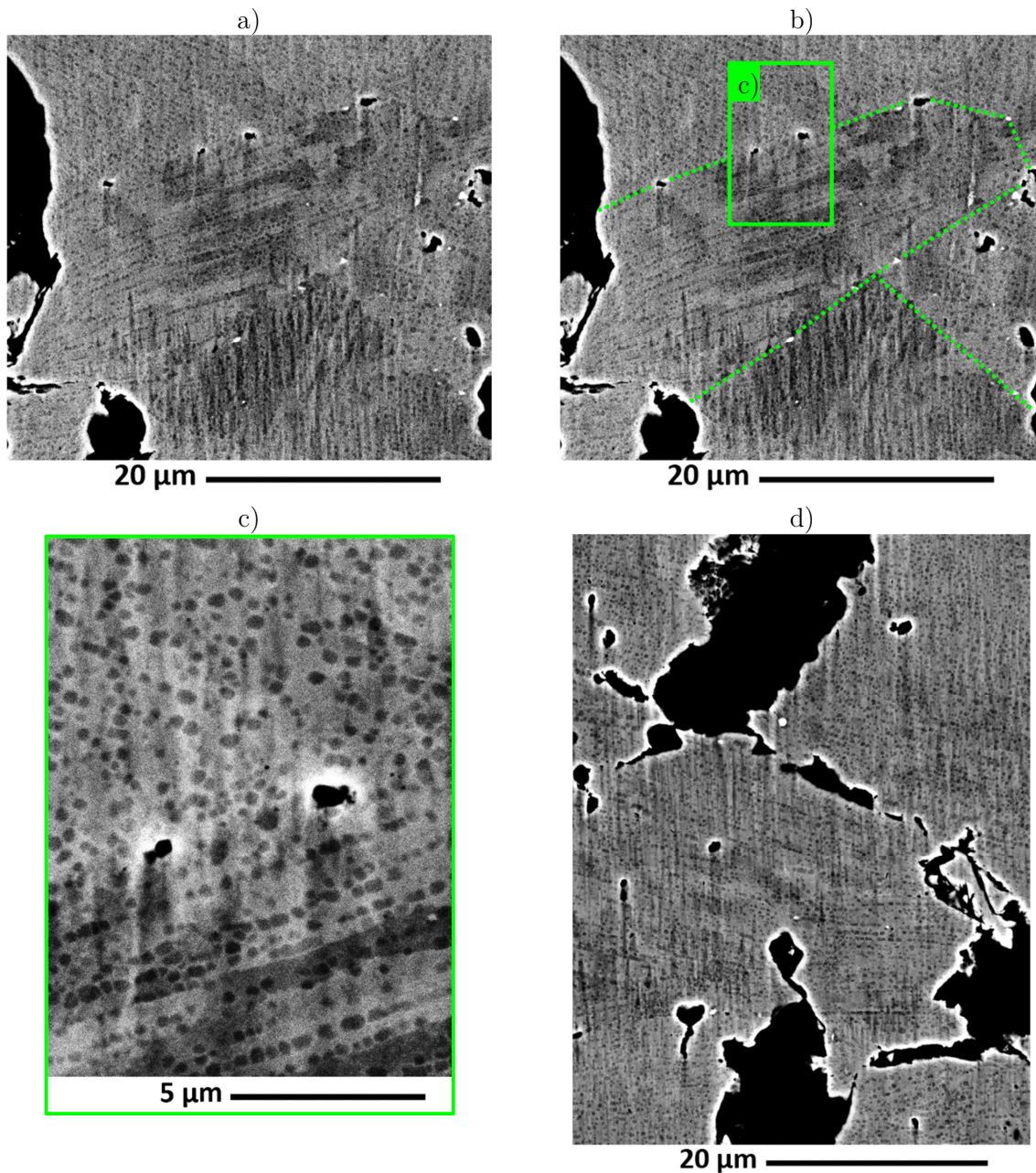


Figure 104 : Observations microscopiques (BSE) de René 65 Subsolvus Z endommagé par impact de feuille : le choc s'est propagé de la gauche vers la droite et le plan de traction maximale est vertical. Amorçage de l'endommagement entre les grains a), schéma des joints de grains b) et du grandissement illustrant deux vides sur un joint c). d) Détail de fissures planes courtes entre deux zones cupulaires.

Les cartographies EBSD de la Figure 105 apportent un autre éclairage sur la propagation de la rupture dans les cibles de René 65 Subsolvus Z écaillées. La Figure 105a montre des sites, peu marqués, d'amorçage de fissures aux joints de grains ainsi qu'une fracture principalement intragranulaire : les diverses zones endommagées sont des grains traversés par l'écaillage. Dans cette vue, des grains d'orientations variées sont présentés : la fracture semble se propager dans les grains indépendamment de leur orientation. Toutefois, la déformation dans les grains endommagés varie suivant l'orientation de ceux-ci : le grain violet d'orientation proche $[112]$ le long de l'axe horizontal au centre présente une forte désorientation de part et d'autre de la rupture quand le grain vert d'orientation proche $[101]$ suivant cette même direction en haut de l'image est fracturé sans désorientation interne particulière. Une zone fortement écaillée et présentant la texture cristallographique typique du René 65 Subsolvus Z est illustrée dans la Figure 105b. L'écaillage se fait ici à plusieurs profondeurs sous la surface libre (avec jusqu'à $60\ \mu\text{m}$ d'écart entre deux fractures parallèles), toujours parallèlement à cette surface. Les fractures ouvertes ont le profil rugueux en cupules caractéristique de la rupture ductile. Comme sur le René 65 forgé, des vides isolés sont répartis autour de la fracture principale : ces vides sont, comme dans la Figure 104, principalement présents aux joints de grains. Enfin, la Figure 105c laisse apparaître une éventuelle influence de l'orientation sur la progression de la fracture sur le plan d'écaillage. Dans cette cartographie, la fracture est importante en haut de l'image et au-delà, dans une texture majoritairement $[001]$ (dans les teintes rouges) au sein de la population de grains allongés typique de ces échantillons. Les grains d'orientation proche $[111]$ au centre sont traversés par la rupture et d'autres dommages naissent dans ces grains. Cependant l'écaillage ne continue pas ou peu au-dessus de ce grain. La désorientation moyenne mesurée entre le grain bleu et les grains rouges est de 50° . L'hypothèse avancée repose sur le contraste d'orientation entre $[111]$ et $[001]$: les vides nés au bord d'un grain $[111]$ bleu se propagent facilement dans des grains orientés $[111]$ mais avec difficulté dans ceux orientés $[001]$.

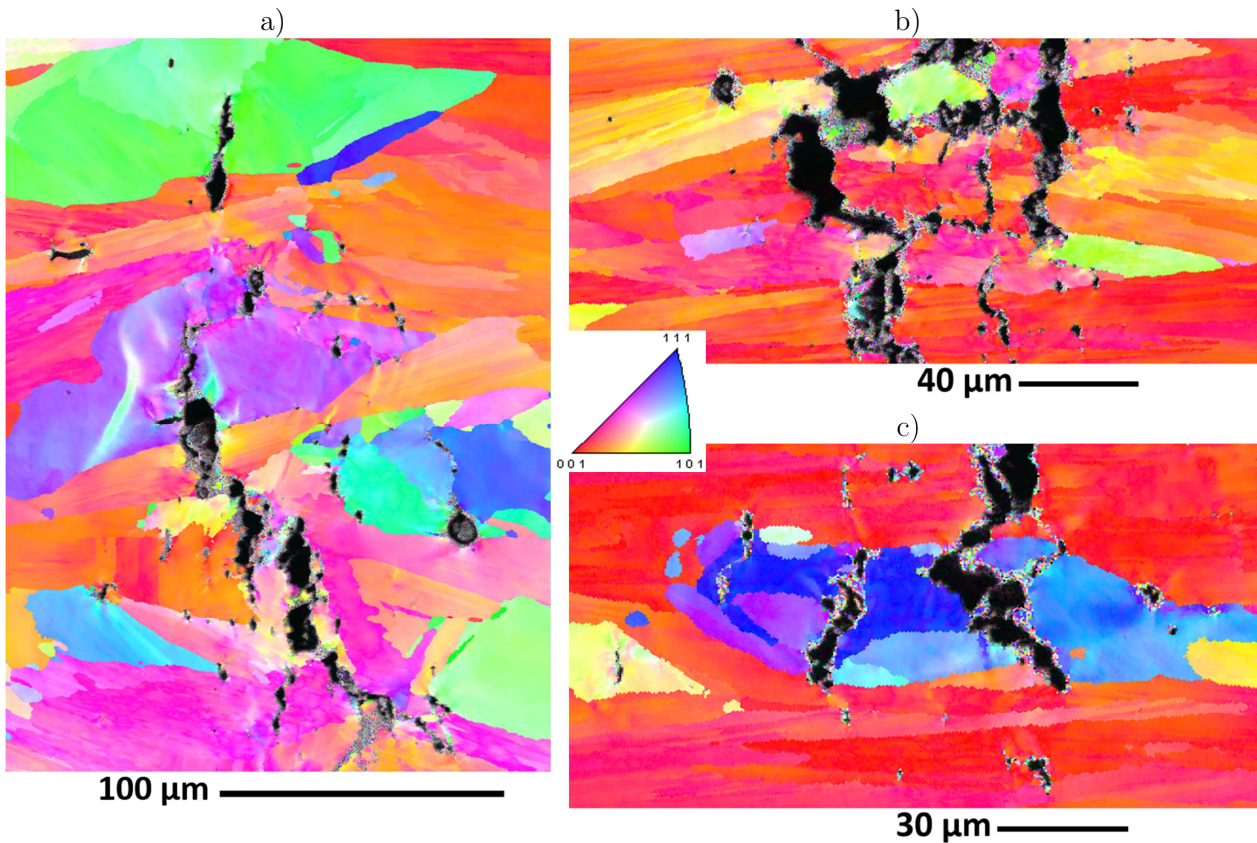


Figure 105 : Cartographies EBSD d'une cible de René 65 Z Supersolvus écaillée : pointe de la fracture a), cœur de l'endommagement b) et détail de la progression de la fracture c). Les orientations sont données suivant la direction horizontale (Z).

IV.2.C.2.b. René 65 FA Supersolvus

La Figure 106 détaille le bord d'une fracture d'écaillage et les sites d'amorçage de l'endommagement. Comme observé dans les autres nuances de René 65, des vides sont ouverts de part et d'autre de la fracture : ils semblent apparaître aux joints de grains. Dans la cartographie EBSD (Figure 106a), beaucoup de ces vides sont sur des joints de grains un peu tortueux (flèche verte). De même, la Figure 106b montre deux cavités à la frontière entre deux grains, sur un joint qui apparaît foncé (flèche verte) sur la microscopie, ce qui semble indiquer une richesse en précipitation ψ' secondaire (pour rappel, sub-micrométrique). La désorientation entre les grains de chaque côté du joint est faible entre les orientations « rose » et « verte » (22°) au regard des désorientations plus élevée (entre 35 et 60°) entre les autres cristaux de cette cartographie. L'observation MEB de la Figure 106c et la cartographie EBSD en Figure 106a permettent une analyse du cœur de l'écaillage. Les fractures le long du plan d'écaillage (verticales sur la Figure 106) sont plutôt ductiles et les fines fissures planes perpendiculaires à ce plan (horizontales) semblent plus lisses. L'écaillage ductile est majoritairement intragranulaire : le grain magenta d'orientation proche $[112]$ et le grain cyan d'orientation proche $[121]$ sont traversés par cet endommagement. Entre les deux, la fracture contourne un grain jaunâtre d'orientation proche $[102]$. C'est dans les grains que la fracture prend sa forme en escalier évoquée dans l'analyse des

Figure 82 et Figure 83 (§ IV.2.A.2.b.). Les macles présentes dans les grains ne semblent pas influencer sur la progression de la fracture.

Des pointes de fracture sont illustrées dans les Figure 107a et Figure 107b. Ces pointes, moins ouvertes que le reste de la fracture, permettent de mieux appréhender la propagation des dommages. Une fracture principalement intragranulaire est présente et quelques fissures intergranulaires sont observées à son extrémité. Sur la Figure 107b, une autre fracture ductile est observée traversant un grain de grande taille : elle est bordée de cavités et la pointe de cette fissure se termine aux joints des grains voisins. A nouveau, une nucléation importante de vides aux joints de grain est observée. En haut à droite de la fracture, quelques vides s'ouvrent entre les grains : les joints de grains sont ici particulièrement sombres (flèches vertes) et semblent riches en précipités γ' secondaires comme évoqué avec la Figure 106c.

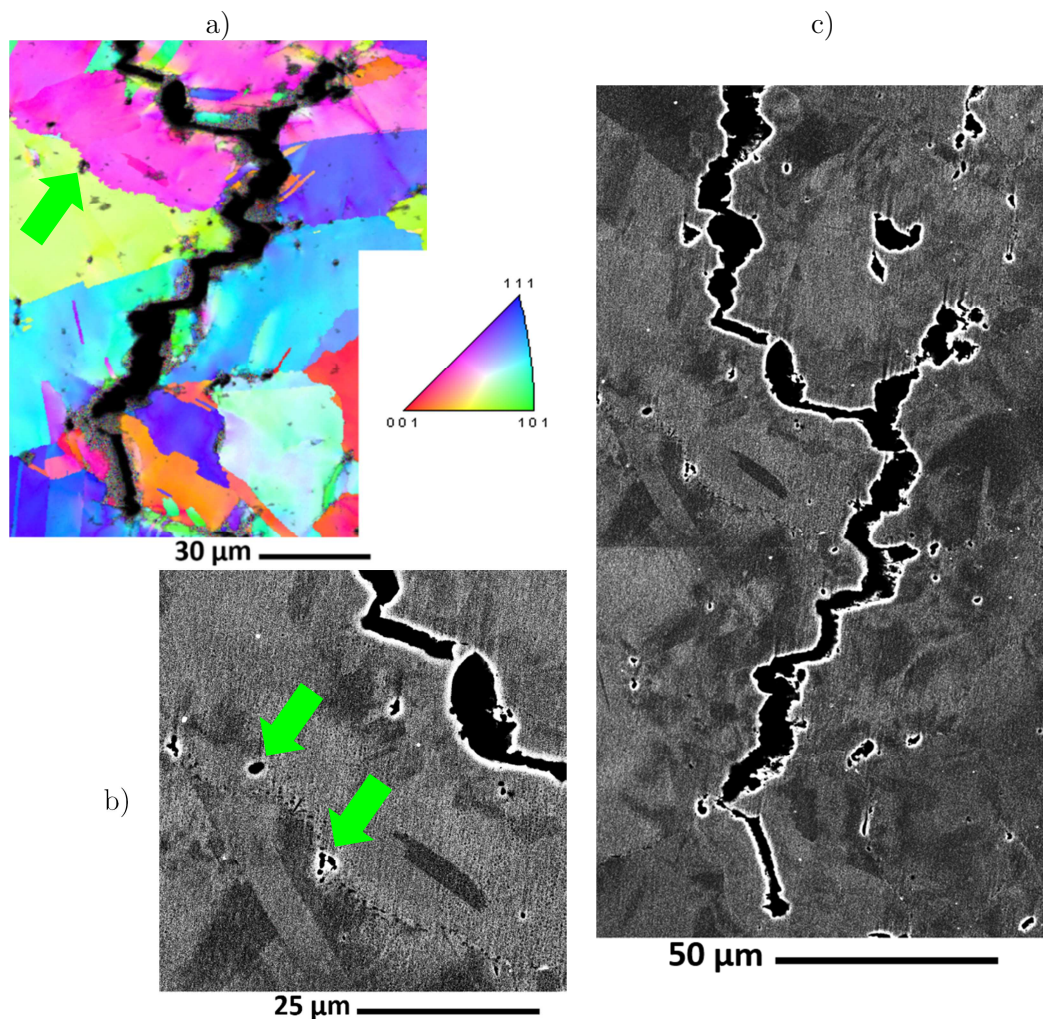


Figure 106 : René 65 Supersolvus Z: cartographie EBSD a) et microscopie BSE c) des dommages ductiles et fissures droites et joint de grain riche en γ' secondaires b). Des cavités ouvertes sur des joints de grains riches en γ' secondaires sont fléchées en vert.

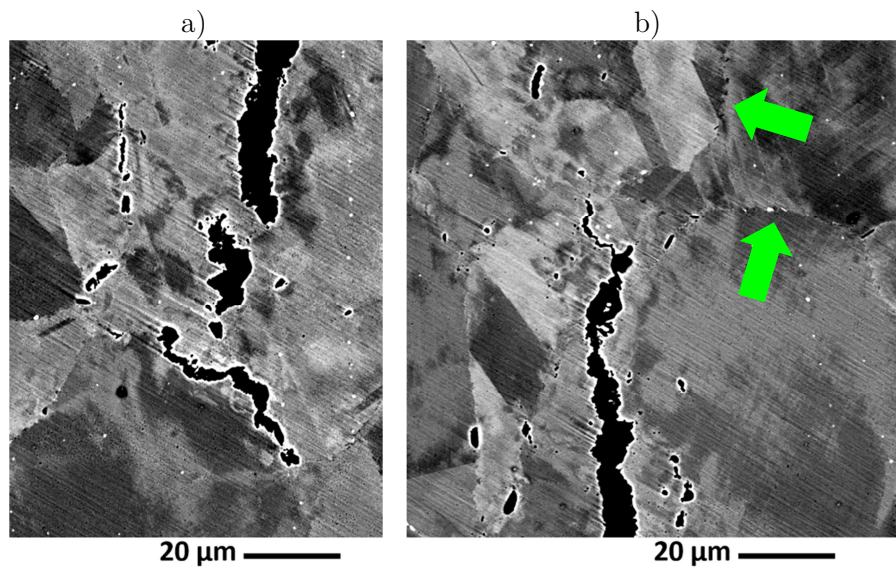


Figure 107 : René 65 Supersolvus XY: pointes de la fracture a) et nucléation de cavités (flèches vertes) sur un joint de grains riches en γ' secondaires b).

IV.2.C.3. Waspaloy

La Figure 108 présente deux vues par diffraction d'électrons rétrodiffusés de la zone écaillée d'une cible de Waspaloy Z choquée par impact de feuille. Dans la cartographie EBSD de la Figure 108a (même zone que la microscopie BSE en Figure 85) les vides se retrouvent aussi bien au cœur qu'aux joints de grains. Certains vides naissent à la frontière des joints internes au grain et aux joints de grains en général : cela laisse supposer à nouveau une sensibilité particulière des joints de grains (ou des joints interne aux grains) à la traction dynamique. Toutefois, quelques exemples de vides apparaissant indépendamment de ces joints sont observés. La coalescence de ces vides forme une fracture macroscopique (Figure 108b). La surface gauche de cette fracture est bien constituée d'une suite de cupules. Cette cartographie illustre une fracture cupulaire avec de part et d'autre des vides ouverts par l'écaillage. La texture cristallographique est globalement [001], comme souvent pour les grains colonnaires issus de la fabrication additive. Une variation interne ($<5^\circ$) d'orientations associée à la structure dendritique de l'alliage se distingue nettement dans les grains. Elle est symbolisée par un changement de couleur dans le cristal sondé.

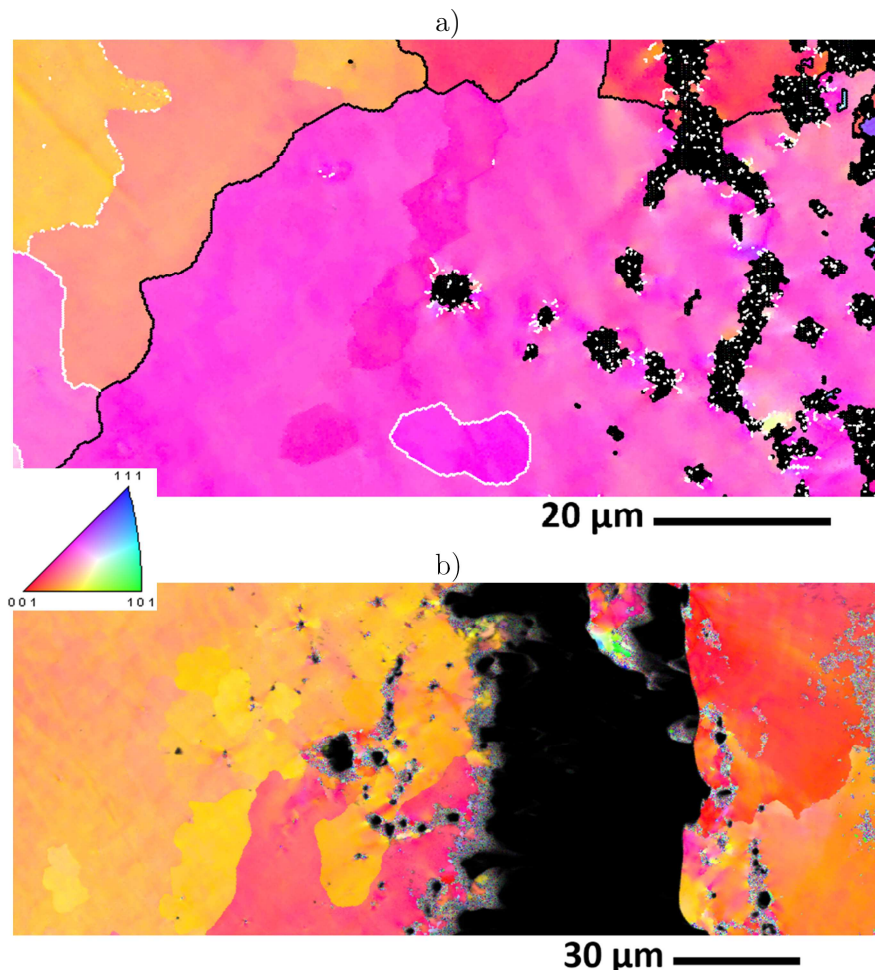


Figure 108 : Cartographies EBSD de détails de l'écaillage dans le Waspaloy Z : nucléation de vides sous la surface écaillée : les joints de grain $>15^\circ$ sont en noir et ceux entre 5° et 15° en blanc a). Fracture d'écaillage et des pores autour de cette fracture b). Toutes les orientations sont données suivant la direction horizontale (Z).

Pour des chocs appliqués perpendiculairement à la direction de fabrication, la fracture d'écaillage du Waspaloy FA XY semble résulter d'une coalescence de vides sphériques, comme le montrent les microscopies de la Figure 109. La rupture est transgranulaire sur la Figure 109a : deux fractures (ou alignement de vides) parallèles traversent successivement plusieurs grains. La Figure 109b montre un exemple de fissure plane et lisse (non-ductile) reliant deux petites fractures ductiles distantes d'une dizaine de μm .

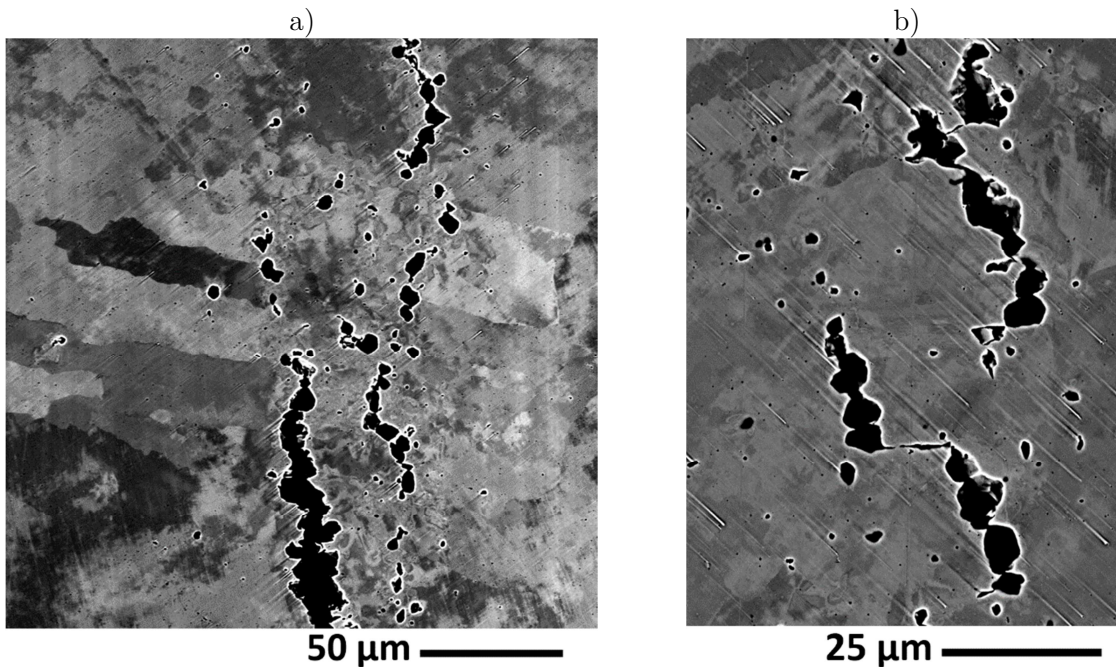


Figure 109 : Détails de l'écaillage dans le Waspaloy XY : dommages ductiles sur le plan d'écaillage a) et facette plane reliant entre deux zones ductiles b).

La Figure 110 présente une analyse EBSD de sections écaillées dans le Waspaloy XY. La fracture transgranulaire ductile largement évoquée est illustrée dans la Figure 110a : la fracture traverse plusieurs grains sans distinction de leurs orientations respectives. De nombreux joints de grains perpendiculaires au trajet de la rupture sont vus mais la fracture continue son chemin intragranulaire sur le plan d'écaillage. La Figure 110b montre un grain traversé par deux fractures parallèles : ce grain présente des déformations locales importantes aux abords de l'endommagement. Egalement, la partie du grain encerclée par les fissures est désorientée (entre 10° et 20°) par rapport au reste du cristal : ce phénomène peut être attribué à la rotation de cette partie du grain lors de l'écaillage.

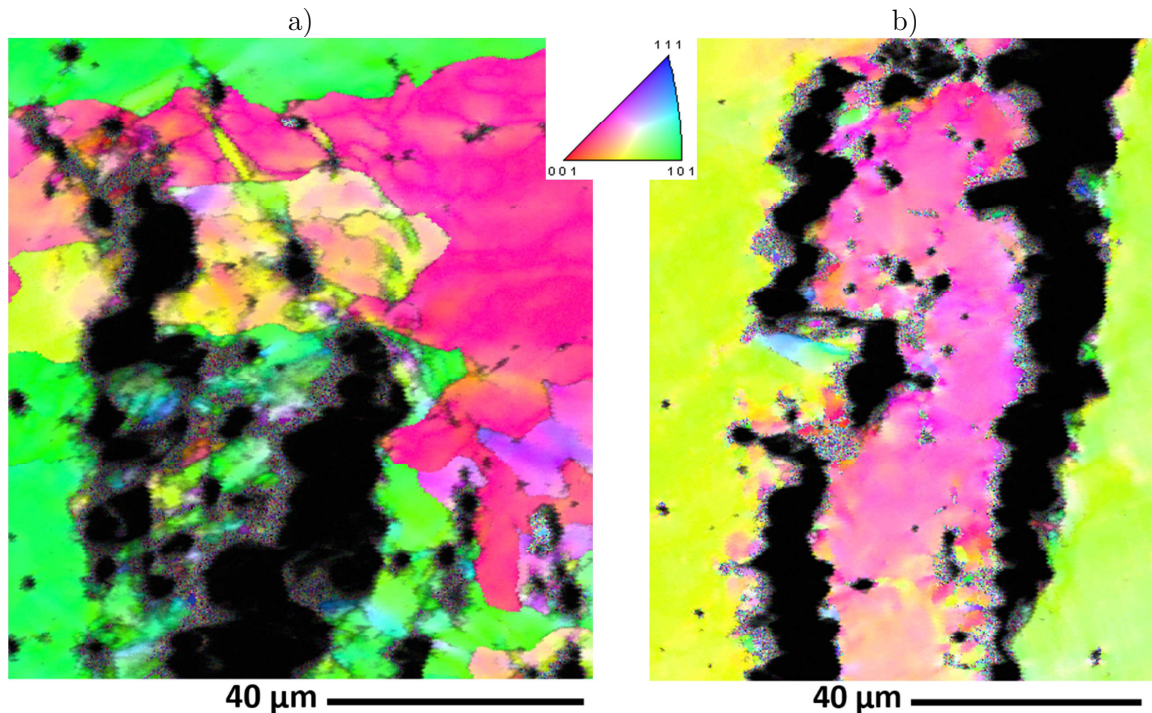


Figure 110 : Analyses EBSD d'une cible de Waspaloy XY écaillée : fractures multiples au travers de grains a) et désorientations locale et globale engendrée par la rupture dans un grain b). Les orientations cristallographiques sont données par rapport à la direction horizontale.

Si la rupture intragranulaire domine, quelques cas d'une propagation intergranulaire des fractures sont observés comme montré dans la Figure 111. Une fracture traverse le grain rose d'orientation proche [112] et atteint sa frontière avec le grain vert d'orientation proche [101]. Ce joint de grain est incliné à 45° environ du plan d'écaillage. La fracture suit ce joint qui semble donc permettre la progression de la fissure plus aisément que la traversée du grain d'orientation proche [101]. Cette configuration a été rarement observée dans les échantillons : toutefois les échantillons appelés XY se prêtent particulièrement à ce schéma intergranulaire de propagation. Comme schématisé dans la Figure 112, les microstructures FA choquées dans cette étude présentent des grains allongés orientés dans deux directions : parallèlement (cibles Z, Figure 112a) et perpendiculairement (cibles XY, Figure 112b) au choc. Les joints de grains parallèles au plan d'écaillage sont dans le cas XY statistiquement plus nombreux sur le plan de traction maximale que pour les microstructures choquées parallèlement à Z. La Figure 111b illustre la désorientation interne aux grains sondés : cette vue montre dans un grain la différence d'orientation entre les points sondés dans ce grain. En bleu la différence d'orientation est nulle puis en vert, jaune et rouge la désorientation avec le point voisin augmente. On observe ici une désorientation forte (26°) dans le grain alors rosé de la Figure 111a. Ce constat sur les différences d'orientation s'applique autour de la fracture principale mais aussi aux vides ouverts autour de cette fracture. Le grain vert d'orientation proche [101] qui n'est pas traversé par la rupture ne présente quasiment pas de désorientation interne : les seuls cas notables sont au voisinage de la fracture intergranulaire. La rupture semble engendrer de la désorientation dans les grains, on peut assimiler cette désorientation à un témoin de la déformation plastique subie par les grains au cours du phénomène d'écaillage.

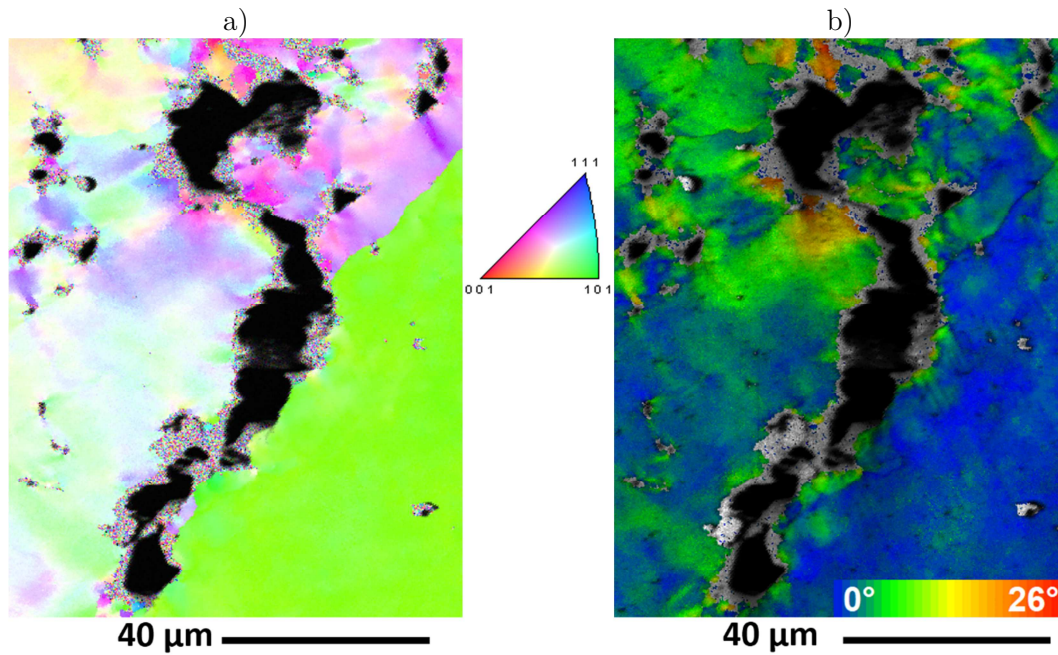


Figure 111 : Rupture intra- et localement intergranulaire dans le Waspaloy XY. a) Figure de pole inverse : les orientations sont données suivant la direction horizontale. b) Désorientation locale à l'intérieur des grains.

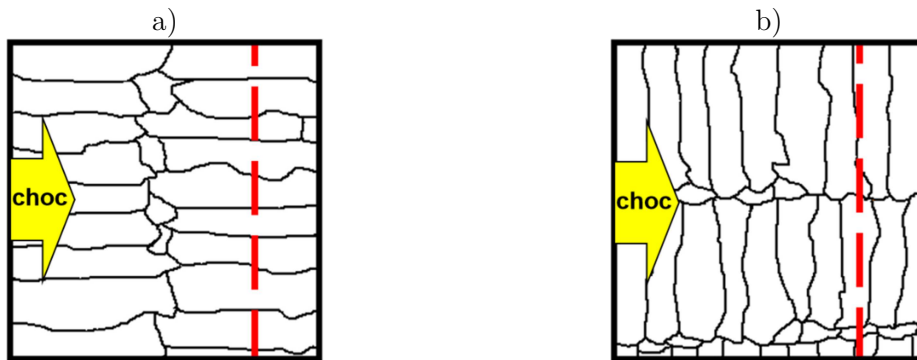


Figure 112 : Schématisation de la rupture dans les microstructures fabriquées additivement : grains parallèles (Z) à la direction du choc a) et perpendiculaires (XY) au choc b).

IV.2.D. Bilan récapitulatif des observations

L'ensemble de ces observations illustrent un mode de rupture principalement ductile dans nos superalliages avec un faciès cupulaire récurrent dans la fracture d'écaillage. La microstructure semble influencer l'amorçage et les tous premiers stades de propagation de fissures (sur 1 à 2 μm) avec un caractère très souvent intergranulaire. Egalement, la propagation de cette fracture se fait dans tous les cas (forgé et FA, René 65 et Waspaloy et Z et XY pour les cas FA) dans les grains et en suivant de plus ou moins près le plan de traction maximale : la microstructure ne semble plus s'exprimer. Le René 65 forgé, avec sa microstructure plus fine mais aussi plus complexe, montre une propension à l'amorçage de fissures dans ou autour des nombreux précipités γ'

Avec pour un superalliage base Nickel [142], $C_{11}= 233$ GPa, $C_{12}= 153$ GPa et $C_{44}= 112$ GPa.

- Les modules de traction d'élasticité longitudinale $E_{11} = E_{22} = E_{33} = 112$ GPa
- Les modules de cisaillement $G_{23} = G_{13} = G_{12} = 45$ GPa
- Les coefficients de Poisson $\nu_{12} = \nu_{23} = \nu_{13} = 0,4$

Les parties hydrodynamique et plastique de la loi de comportement du matériau simulé ne sont pas intégrées ici par manque de données disponibles (pour traduire l'orthotropie). La masse volumique ρ_0 est toujours de $8,246$ kg/cm³. Un premier modèle représente un cube polycristallin et un second simule un cube identique avec un joint de grain. Le joint de grain est simulé comme un constituant supplémentaire, maillé, au même titre que les grains modélisés comme plusieurs maillages. Le joint de grain est supposé isotrope : son comportement est décrit par le même modèle macroscopique présenté au § IV.1.C.. Un critère de rupture en traction maximale permet de décrire le phénomène d'écaillage : la valeur de cette contrainte seuil est toujours 7 GPa dans les grains, elle a été arbitrairement fixée à 5 GPa dans le joint de grain pour privilégier la rupture intergranulaire constatée expérimentalement.

IV.2.E.1. Polycristal globalement isotrope

Le premier volume représentatif cubique comporte 32 grains équiaxes. Il représente les microstructures équiaxes ou quasi-équiaxes observées dans les superalliages René 65 forgé et René 65 FA Supersolvus. L'ensemble du maillage de ce volume élémentaire fait 83248 (43x44x44) éléments (\BRIC) cubiques à 8 nœuds et un point d'intégration. Les résultats principaux de cette simulation sont résumés dans la Figure 113. Les orientations des grains sont assignées par un tirage aléatoire entre 0° et 180° pour traduire le comportement macroscopiquement isotrope du volume représentatif. Sans joint de grains, l'intérêt est de tester l'anisotropie dans les grains et son effet éventuel sur le comportement du polycristal. La première figure illustre le maillage initial : la surface inférieure du cube est choquée, les quatre faces verticales sont soumises à des conditions de symétrie pour représenter la continuité de la matière. La propagation des ondes dans ce cube est illustrée dans la Figure 113b-c. L'onde de choc initialement plane produite par l'impact (Figure 113b) est affectée par l'orthotropie des grains, de sorte que sa réflexion sur la surface libre entraîne une mise en vitesse non-uniforme de celle-ci (Figure 113c). Les vitesses varient entre 500 et 600 m/s environ. Le croisement des détentes après cette réflexion (Figure 113d) entraîne un état de traction lui aussi non-uniforme. Dans la Figure 113e, La rupture intervient 105 ns environ après le choc, en moyenne à 55 μm (6 éléments) sous la surface libre. Cette épaisseur d'écaillage est en accord avec les résultats expérimentaux. L'endommagement se fait à plus ou moins un ou deux éléments autour de ce plan principal d'écaillage. 500 ns après le choc (Figure 113f) l'écaillage s'est éloignée et laisse apparaître une surface peu rugueuse (faible relief), avec quelques agrégats d'éléments qui peuvent rappeler des « fragments » (mais entièrement dépendant des tailles de mailles et de paramètres purement numérique).

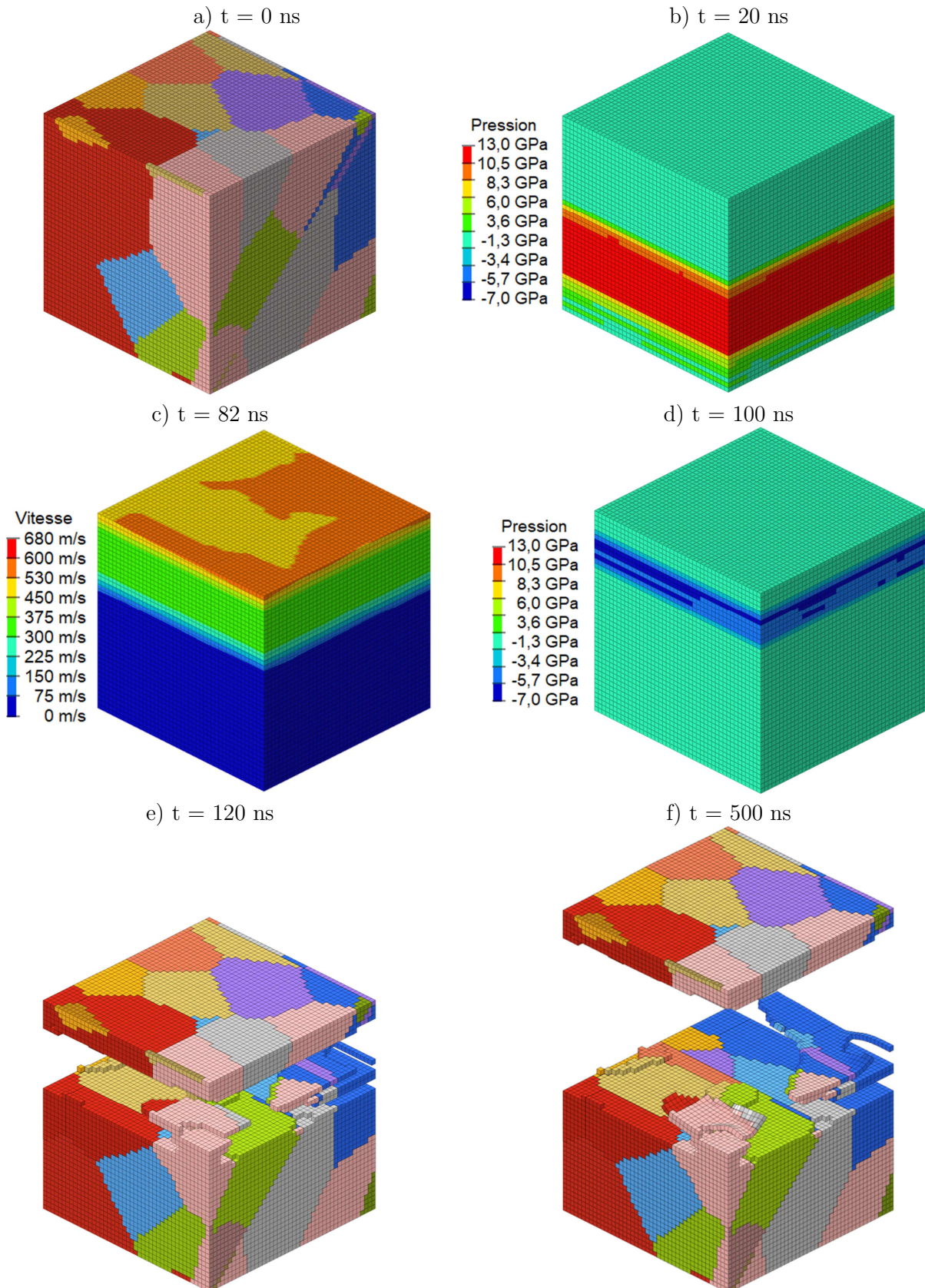


Figure 113 : Ecaillage d'un volume cubique polycristallin de $400\mu\text{m}$ de côté : maillage initial a), propagation de l'onde de choc b) et mise en vitesse anisotrope de la surface libre c), détente réfléchie d) et écaillage puis envol de l'écaille e-f).

Le maillage initial du volume représentatif d'un polycristal à peu près équiaxe et son joint de grain est illustré dans la Figure 114a. Les premiers dommages (suppression d'éléments) ont lieu à partir de 85 ns. L'endommagement se fait dans la profondeur des joints de grain de part et d'autre du plan d'écaillage : ces joints de grains cèdent plus tôt et davantage que les grains (Figure 114b) puisque leur résistance a été choisie inférieure à 7 GPa. Des fissures aux joints de grains s'enfonçant jusqu'à 70 μm dans la cible sont relevées. Dans les grains, l'endommagement se fait le long du plan d'écaillage en traversant les grains. Le plan d'écaillage est à 73 μm (8 éléments) sous la surface libre. Cette écaille légèrement plus épaisse que dans le cas précédent s'explique par une première relaxation des contraintes de traction lors de la rupture précoce des joints de grains. L'écaille éloignée de la cible initiale (Figure 114c) laisse apparaître un faciès transgranulaire ponctué de ruptures intergranulaires qui restituent qualitativement les observations dans les cratères de René 65 FA de la Figure 96.

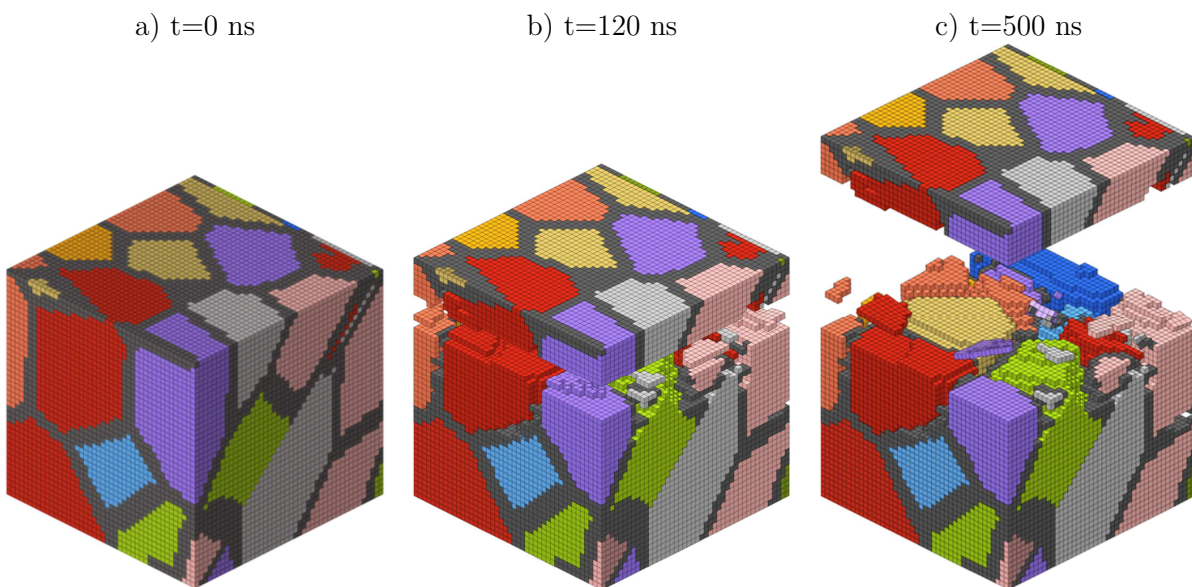


Figure 114 : Ecaillage d'un volume cubique polycristallin de 400 μm de côté avec un joint de grain : maillage initial a), rupture aux joints et dans les grains b) et envol de l'écaille laissant apparaître une rupture intra et intergranulaire c).

IV.2.E.2. Grains colonnaires : orientation et rupture

Pour représenter la microstructure des superalliages fortement colonnaires du René 65 Subsolvus et du Waspaloy testés issus de la fabrication additive, des maillages présentant des grains allongés ont été réalisés. Trois orientations ont été simulées (Figure 115) : des grains parallèles au choc, perpendiculaires et inclinés à 45° .

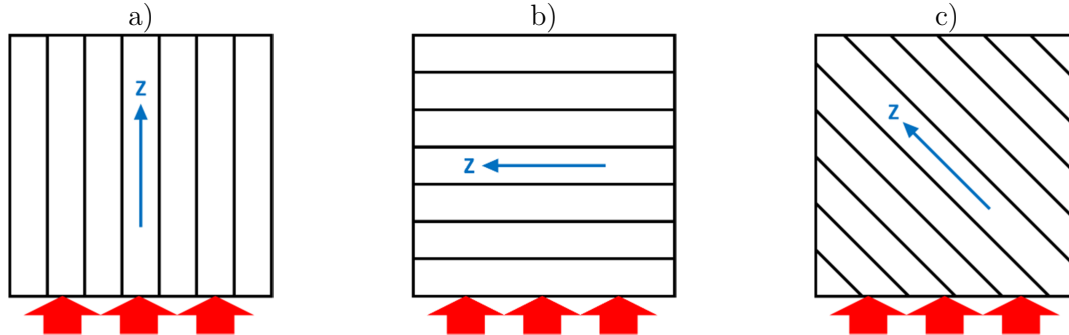


Figure 115 : Orientations des grains par rapport à la direction d'application du choc dans les simulations de polycristaux orthotropes : parallèles a), perpendiculaires b) et à 45° c).

Le comportement du matériau est représenté de la même manière que dans le modèle équiaxe avec joint de grain illustré dans la Figure 114. Chaque grain a un comportement orthotrope. Dans le cas représentant une cible Z (0°) (Figure 116a), la direction principale des grains est à $\pm 20^\circ$ autour de 0° , la rupture intervient à 7 GPa. Le joint de grains est toujours isotrope et rompt à 5 GPa. Le calcul montre une rupture transgranulaire dans la Figure 116b avec quelques fissures droites sur les joints de grain s'enfonçant dans la fracture d'écaillage. Cela peut se rapprocher des observations expérimentales (Figure 78 et Figure 96b) : une fracture quasi-plane et ponctuellement intergranulaire avec quelques vides ouverts par l'endommagement entre les grains. L'envol de l'écaille (Figure 116c) montre quelques agrégats dans le sillage du fragment principal : ces éléments peuvent rappeler les observations par ombroscopie transverse pour l'ensemble des cibles Z testées par choc laser (Figure 94b-d). Mais là encore, cette « fragmentation » est entièrement régie par des paramètres numériques.

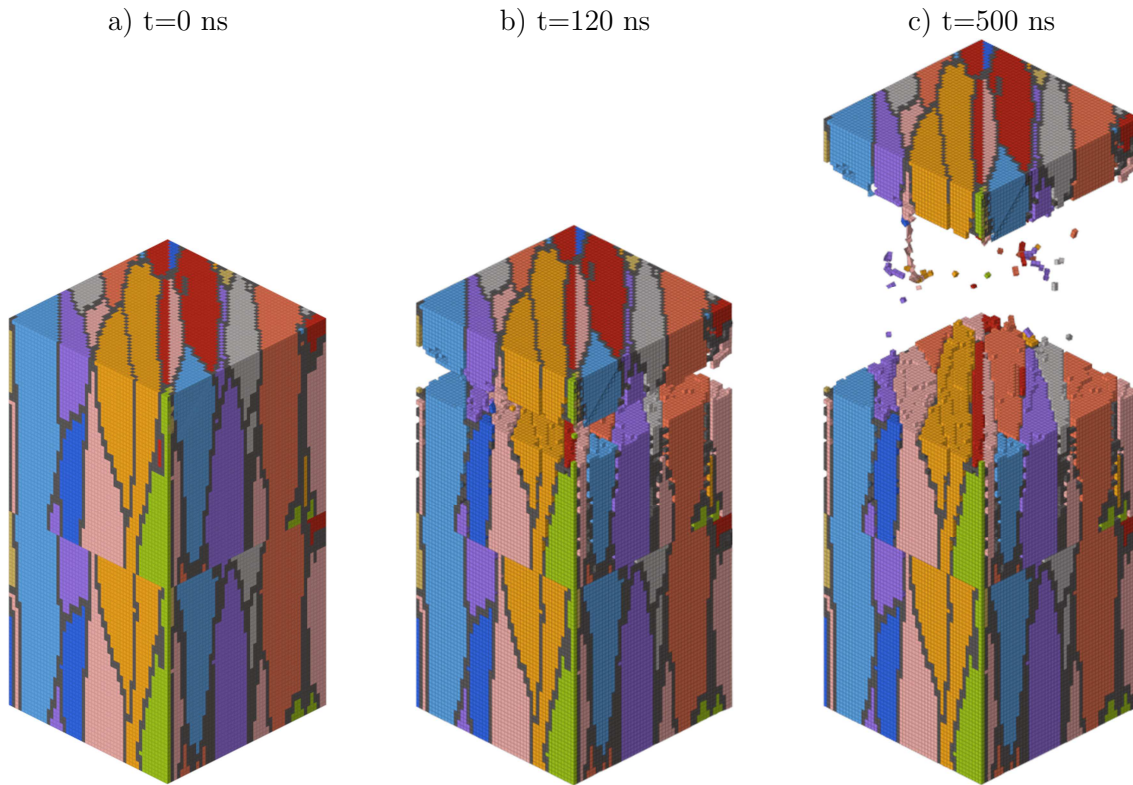


Figure 116 : Simulation d'un polycristal (400 μm de haut) présentant des grains colonnaires (en couleurs) parallèles au choc et un joint de grains (en gris) : maillage initial a), rupture b) et envol de l'écaille c).

Pour simuler les cibles XY, un maillage polycristallin est réalisé avec des grains perpendiculaires au choc (Figure 117a). De manière similaire au cas vertical, les grains sont orthotropes avec des directions principales comprises entre 70° et 110° . Le résultat de la simulation, en Figure 117b, illustre une rupture très importante aux joints de grains mais également dans les grains. Les joints de grains parallèles au plan de la cible au voisinage du plan d'écaillage sont complètement érodés par le critère de rupture. Le plan de la fracture principale se trouve à environ $90 \mu\text{m}$ sous la surface libre et la surface est très tourmentée : ce constat rappelle les observations faites dans les analyses des cratères de Waspaloy XY (Figure 99) avec une surface très rugueuse et présentant un étagement. Les grains sur la surface écaillée, dépourvus de joints de grain suite à l'endommagement, se déforment et semblent emportés par l'arrachement de l'écaille. Lors de son envol, l'écaille est accompagnée par des fragments de grains ($\approx 300 \mu\text{m}$ de long) endommagés se morcelant (Figure 116c), rappelant bien les ombroscopies transverses du Waspaloy XY (Figure 94e).

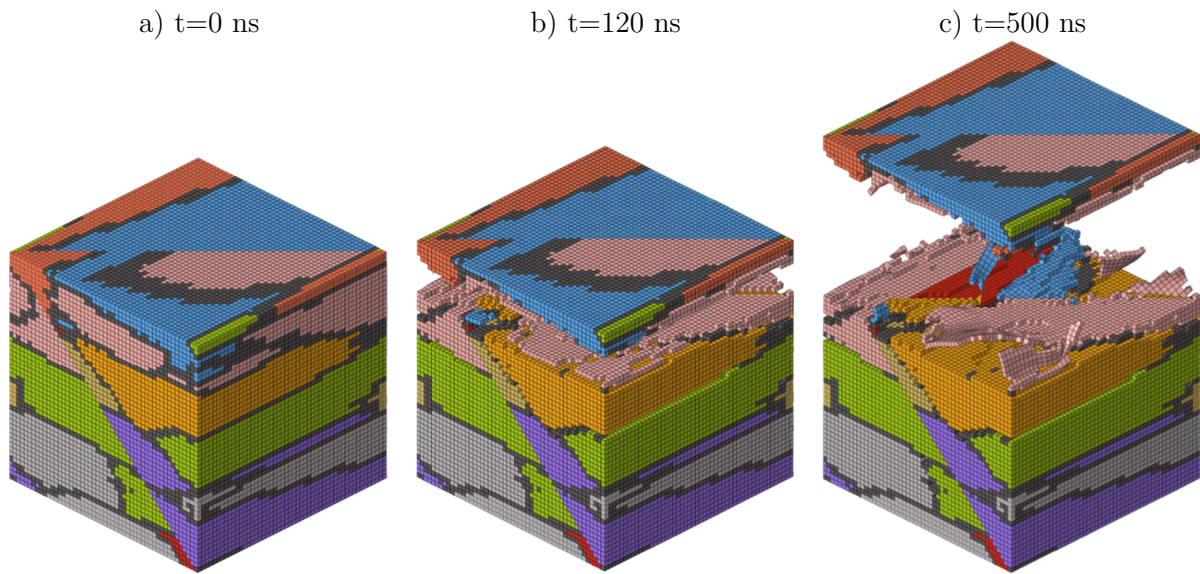


Figure 117 : Simulation d'un polycristal (400 μm de haut) présentant des grains colonnaires (en couleurs) perpendiculaires au choc et un joint de grains (en gris) : maillage initial a), rupture b) et envol de l'écaille c).

Une dernière simulation est réalisée pour explorer l'effet d'un choc à 45° (Figure 115c) des grains colonnaires (Figure 118), configuration non-testée expérimentalement. Hormis le repère d'orthotropie des grains, ce calcul reprend les caractéristiques des simulations avec des grains parallèles et des grains perpendiculaires : contrainte à rupture à 7 GPa dans les grains, 5 GPa dans le joint, conditions aux limites et de chargement identiques, etc... Le faciès de rupture (Figure 118b-c) est très proche de celui montré dans la Figure 116 pour le choc appliqué suivant Z : une rupture très majoritairement transgranulaire mais quelques fissures intergranulaires perpendiculaires au choc autour du plan d'écaillage.

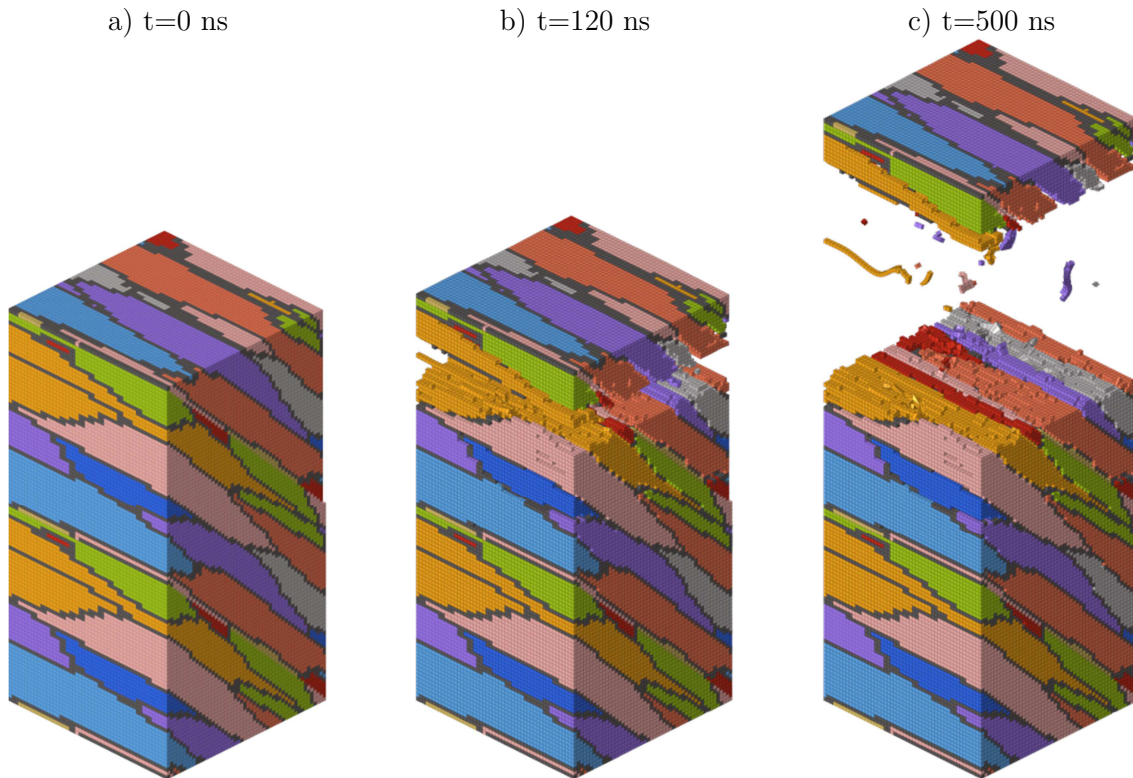


Figure 118 : Simulation prospective d'un polycristal (400 μm de haut) présentant des grains (en couleurs) inclinés à 45° du plan de chargement et un joint de grains (en gris) : maillage initial a), rupture b) et envol de l'écaille c).

IV.2.E.3. Bilan des simulations polycristallines

Nos simulations permettent de prendre en compte, malgré une description toujours simplifiée du comportement matériau, les rôles de l'orthotropie des grains, des joints de grains ou encore de l'orientation des grains colonnaires sur la réponse dynamique.

Sur un volume représentatif d'un polycristal isotrope constitué de grains orthotropes distribués aléatoirement, la propagation des ondes élastiques n'est pas plane du fait de l'orientation des grains. En conséquence, les vitesses induites sur la surface libre varient (de 50 m/s environ) selon la zone sondée, la rupture par écaillage se produit sur quelques éléments autour du plan de traction maximale, ce qui restitue l'apparence d'un faciès de rupture rugueux (mais très tributaire du maillage et de paramètres purement numériques). Lorsque l'on maille un joint entre les grains, en lui assignant une limite à rupture inférieure à celle des grains, la rupture reste majoritairement transgranulaire avec toutefois quelques ruptures intergranulaires perpendiculaires à la surface libre. Ces fissures droites s'enfonçant de quelques microns sous le plan d'écaillage rappellent les observations.

Les modèles polycristallins avec un joint de grains et des grains colonnaires orthotropes permettent de représenter les microstructures anisotropes typiques des superalliages issus de la FA (René 65 Subsolvus et Waspaloy particulièrement). Avec des orientations granulaires traduisant un comportement orthotrope de ces volumes polygranulaires, les simulations peuvent rendre compte de chocs se propageant parallèlement (Z), perpendiculairement (XY) et à 45° des grains

colonnaires. Pour le cas Z, la fracture est majoritairement intragranulaire avec quelques dommages sur les joints de grains de part et d'autres de la fracture principale, qu'on peut rapprocher des vides constatés sur les joints de grains lors des observations post-choc. Une propagation du choc perpendiculaire aux grains permet une fracture localement intergranulaire en plus du mode intragranulaire habituellement observé : si le joint entre deux grains colonnaires est sur le plan de traction maximale, il rompt avant les grains voisins, comme observé dans la Figure 111. Dans le cas d'un choc à 45° des grains colonnaires, la fracture est proche de celle observée lors de la simulation Z : principalement intragranulaire avec des dommages sur les joints de grains autour de la fracture.

Conclusion

Bilan général

Le travail rapporté dans ce manuscrit porte sur le comportement dynamique des superalliages base Nickel et sur les effets de la fabrication additive sur ce comportement. L'état de l'art a montré une bibliographie riche sur l'étude thermomécanique des superalliages base Nickel face à l'oxydation, la corrosion ou encore la fatigue, mais encore très peu de travaux à ce jour sur la réponse au choc et les vitesses de déformations élevées. Egalement, les effets des nouveaux procédés de fabrication additive sur le comportement sous choc des métaux sont encore rarement documentés.

Ainsi, nous avons choisi d'étudier la réponse au choc de deux superalliages issus de la fabrication additive (FA) : le René 65 et le Waspaloy, respectivement produits par fusion laser sur lit de poudre et dépôt de matière fusionnée par laser. Le René 65 FA est disponible avec deux types de traitements thermiques : Subsolvus ou Supersolvus. L'influence de la FA sur le comportement dynamique a été évaluée et comparée à un procédé de fabrication conventionnel, le forgeage. Sur les échantillons FA, deux directions de choc ont été testées : parallèlement (Z) et perpendiculairement (XY) à la direction de fabrication.

Notre étude a commencé par une caractérisation des échantillons avant choc : masse volumique, vitesses de propagation des ondes élastiques longitudinales C_L et transversales C_T et microstructures initiales :

- René 65 forgé. La microstructure est isotrope et composée de grains fins ($\approx 10 \mu\text{m}$), maclés et équiaxes. De nombreux précipités γ' primaires ($\approx 5 \mu\text{m}$) sont présents aux joints des grains et quelques inclusions non-métalliques ($< 5 \mu\text{m}$) sont observées également aux joints.
- René 65 FA Subsolvus. La microstructure est orthotrope avec des grains allongés ($\approx 100 \mu\text{m}$) parallèlement à la direction de fabrication et la texture d'orientation est principalement [001]. Perpendiculairement à la direction de fabrication une certaine épitaxie des grains est observée.
- René 65 FA Supersolvus. La microstructure est quasi-isotrope, composée de gros grains ($\approx 100 \mu\text{m}$) maclés dans les directions parallèles et perpendiculaires à la direction de construction.
- Waspaloy FA. La microstructure est typique de la fabrication additive avec de gros grains colonnaires suivant la direction de fabrication et une architecture granulaire épitaxique perpendiculairement à cette direction. Du fait du procédé LMD, de nombreux pores (entre $\phi 5 \mu\text{m}$ et $\phi 100 \mu\text{m}$ environ) sont observés dans le matériau.

Nous avons ensuite mené plusieurs campagnes expérimentales, comportant des chargements par impacts de feuille de $150 \mu\text{m}$ d'épaisseur d'Aluminium (PPRIME) et de chocs par irradiation laser directe (HERA et LULI2000) sur des cibles épaisses de $400 \mu\text{m}$. Les pressions de choc P_{CHOC} varient entre 5 et 18 GPa pour des temps d'application τ de 12 à 55 ns, les vitesses de déformation $\dot{\epsilon}$ atteintes sont comprises entre 0,5 et $4 \cdot 10^6 \text{ s}^{-1}$. L'instrumentation des essais par plusieurs

Conclusion

diagnostics résolus en temps a permis de caractériser à de très hautes vitesses de déformation encore inexplorées ($\dot{\epsilon} \approx 10^6 \text{ s}^{-1}$) le comportement dynamique du René 65 et du Waspaloy.

Les mesures de vitesse de surface libre ont permis la détermination de la limite élastique d'Hugoniot σ_{HEL} et de la résistance à l'écaillage σ_{SP} . La limite d'élasticité dynamique se situe aux alentours de 2,2 GPa indépendamment de l'orientation du choc pour les cibles FA et des traitements thermiques pour les cibles de René 65 FA. Le René 65 forgé montre une limite σ_{HEL} d'environ 3,2 GPa, supérieure à celle du René 65 FA. Les contraintes d'écaillage σ_{SP} sont élevées, entre 5 et 7 GPa, indépendamment du procédé de fabrication, de l'orientation du choc ou des traitements thermiques. Cette bonne résistance en traction dynamique des superalliages est comparable sinon supérieure à celles de matériaux typiques des applications militaires. Ces paramètres, ainsi que la variation de la vitesse de propagation des chocs, ont permis d'implémenter un modèle de comportement macroscopique très simple et de tester son aptitude à restituer les principaux résultats des essais. Les principaux éléments de ce modèle sont :

- La masse volumique
- Une équation d'état type Mie-Gruneisen pour la description hydrodynamique
- Les paramètres élastique E et ν , calculés à partir des vitesses C_L et C_T mesurées au repos
- Un comportement plastique parfait, avec une limite d'écoulement σ_Y découlant de σ_{HEL}
- La limite à rupture en traction, assimilée à la limite d'écaillage σ_{SP}

La caractérisation post-choc des échantillons récupérés a apporté des informations complémentaires, avec notamment la mise en évidence du rôle des différentes microstructures sur la réponse au choc, l'endommagement et la rupture dynamique.

Ainsi, les tomographies et microscopies post-choc des fractures internes révèlent pour l'ensemble des cibles choquées une fracture majoritairement ductile et intragranulaire. Le rôle de la porosité inhérente au procédé de FA est mis en évidence et confirmé par la simulation numérique. Au passage du choc, les pores se déforment et accumulent de la déformation plastique : le phénomène d'écaillage est ensuite plus rare au voisinage des zones affichant de la porosité. D'après les visualisations transverses, la rupture en cisaillement entre l'écaillage et le reste de la cible intervient tardivement sur les échantillons forgés et FA Z (René 65 et Waspaloy) quand le Waspaloy XY affiche un arrachement net et précoce de l'écaillage. L'observation de l'amorçage et de la propagation de l'endommagement montre des différences entre les matériaux testés :

- Pour le René 65 forgé, les nombreux précipités γ' primaires et les quelques inclusions sont des sites privilégiés d'amorçage de la rupture. La fracture est ductile et se propage dans les grains et les γ' primaires.
- Les cibles issues d'un procédé de fabrication additive montrent un amorçage aux joints de grains puis une propagation au travers de grains, indépendamment du matériau, de l'orientation du choc et de l'historique thermique. Le faciès de rupture est ductile, constitué de cupules et parfois ponctué de courtes fissures, à l'intérieur des grains, planes et perpendiculaires au plan d'écaillage. De chaque côté de la zone écaillée, des vides ($< 5 \mu\text{m}$) sont ouverts entre les grains.
- Le Waspaloy XY, choqué perpendiculairement à la direction de construction, présente des preuves d'un écaillage multiple avec plusieurs fractures parallèles. En effet, la présence de

nombreux joints de grains parallèles et sur le plan de traction maximale favorise une rupture intergranulaire et plurielle.

- Un superalliage idéal avec un domaine élastique d'Hugoniot important et une limite d'écaillage élevée devra présenter une microstructure fine riche en joints de grains, de la porosité pour atténuer la propagation de l'onde de choc et une absence de précipités γ' primaires et d'inclusions non-métalliques.

Enfin, à partir de maillages polycristallins, équiaxes ou colonnaires, d'un modèle d'élasticité orthotrope et d'un critère de rupture en traction maximale, plus faible dans les joints que dans les grains, nous avons amorcé la simulation des effets anisotropes et des différents modes de rupture des superalliages base Nickel. La propagation des ondes est affectée par les différentes orientations granulaires et les faciès d'endommagement simulés se rapprochent qualitativement des observations. La fracture est principalement intragranulaire pour des géométries macroscopiquement isotropes (René 65 forgé) et colonnaires (FA Z) avec de plus rares dommages dans les joints de grains de part et d'autre de la fracture d'écaillage. Pour une direction de chargement perpendiculaire aux grains colonnaires (FA XY), la rupture se partage entre intra et intergranulaire.

Perspectives

Suite au travail réalisé au cours de cette thèse des questions subsistent et ouvrent la voie à de nouvelles études sur le front des expériences, des observations et de la simulation numérique.

Expérimentalement, des essais sur un plus grand intervalle de vitesses de déformation sont requis pour compléter la caractérisation des matériaux et l'évolution des caractéristiques dynamiques mesurées en fonction de $\dot{\epsilon}$. Des expériences dédiées (avec des mesures de vitesses sur des cibles « à marche »*) sont nécessaires pour mieux évaluer l'équation d'état, c'est-à-dire la relation entre pression et variation de volume. Les campagnes expérimentales rapportées dans ce manuscrit sont réalisées à température ambiante or les superalliages sont des matériaux fonctionnant à des températures élevées. Des tirs similaires à ceux de la thèse aux températures de fonctionnement du René 65 et du Waspaloy sont indispensables pour évaluer les caractéristiques dynamiques des superalliages dans les conditions de service d'une turbine. Pour compléter les résultats de cette thèse et réduire la dispersion due aux variations de microstructures, une meilleure maîtrise du plan d'écaillage dans les microstructures FA est un défi intéressant : l'usinage de cibles pour des conditions expérimentales précises permettra de positionner le plan de traction maximale dans les régions caractéristiques des procédés FA, pour différentes directions de choc (cf. Figure 61).

L'observation fine, pré-choc et post-choc, des cibles est un autre axe à creuser afin de cartographier par EBSD de plus grandes zones, sur un plus grand nombre d'échantillons et à différentes orientations de coupes. Une telle étude permettrait d'observer finement les

* Les cibles dites « à marche » comportent un épaulement très mince ($\approx 10 \mu\text{m}$) sur leur surface libre ce qui permet de mesurer la vitesse de propagation du choc en s'affranchissant de l'amortissement sur de trop grandes épaisseurs.

Conclusion

microstructures initiales ainsi que l'amorçage de la rupture et sa propagation en s'affranchissant de l'orientation du plan de coupe.

Dans l'approche numérique décrite dans ce manuscrit, les hypothèses matériaux employées pour décrire le comportement macroscopique des superalliages base Nickel sont très simples. L'identification numérique d'une loi hydro-élasto-plastique-endommageable plus réaliste à partir des essais de cette thèse peut être envisagée, mais elle nécessite probablement une base expérimentale élargie. Enfin, la deuxième approche, entreprise à l'échelle mésoscopique, n'est encore qu'exploratoire. Il faut maintenant incorporer dans nos volumes représentatifs des inclusions où s'amorcera l'endommagement, ainsi que des pores dont on a mis en évidence le rôle important. On peut même imaginer représenter la variation des géométries granulaires entre les passes du procédé FA. Le modèle de comportement devra être enrichi en intégrant la partie hydrodynamique (i.e. une loi d'état) et une loi de comportement plastique orthotrope. Des descriptions plus physiques de la rupture et de la fragmentation devront également être recherchées : on pourrait faire dépendre la résistance des joints de grains de la désorientation des cristaux limitrophes. A terme, un outil de simulation complet permettrait peut-être d'adapter les paramètres de fabrication et les orientations selon les applications visées (amortissement de chocs, bonne tenue à l'impact, protection balistique ou autre).

Bibliographie

- [1] A. Chêne-Pezot, N. Bernasconi, Les effets rebond des mesures d'efficacité énergétique : comment les atténuer ?, Ademe. (2010) 6.
- [2] J.-Y. Guédou, Les Superalliages base nickel : près d'un siècle de développement de matériaux pour l'aéronautique fonctionnant à haute température, Nacelles (en ligne). (2020). <https://revues.univ-tlse2.fr:443/pum/nacelles/index.php?id=958>.
- [3] M.J. Donachie, S.J. Donachie, Superalloys: A Technical Guide, 2nd ed., ASM International, 2002. <https://doi.org/10.31399/asm.tb.stg2.9781627082679>.
- [4] C.T. Sims, A History of Superalloy Metallurgy for Superalloy Metallurgists, in: Superalloys 1984 (Fifth International Symposium), TMS, 1984: pp. 399–419. https://doi.org/10.7449/1984/Superalloys_1984_399_419.
- [5] S.J. Patel, A century of discoveries, inventors, and new nickel alloys, JOM. 58 (2006) 18–20. <https://doi.org/10.1007/s11837-006-0076-y>.
- [6] A. Vattre, Durcissement des superalliages monocristallins: des mécanismes physiques à la modélisation continue, Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2009.
- [7] Serge Selezneff, Etude et développement de revêtements gamma – gamma prime riches en platine, élaborés par Spark Plasma Sintering (SPS). Application au système barrière thermique, Science de la matière, INP Toulouse, 2011.
- [8] H.K.D.H. Bhadeshia, Recrystallisation of practical mechanically alloyed iron-base and nickel-base superalloys, Materials Science and Engineering: A. 223 (1997) 64–77. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(96\)10507-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(96)10507-4).
- [9] R. Sowa, S. Arabasz, M. Parlinska-Wojtan, Classification and microstructural stability of high generation single crystal Nickel-based superalloys, Zas Mat. 57 (2016) 274–281. <https://doi.org/10.5937/ZasMat1602274S>.
- [10] N. Ratel-Ramond, Investigation of the strain induced rafting of the gamma prime precipitates in single crystal nickel based superalloys, Thèse de doctorat, Université Joseph-Fourier Grenoble I, 2007.
- [11] 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 Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, 2016.
- [12] M.-A. Charpagne, Evolutions de microstructure au cours du forgeage de l'alliage René 65, Thèse de doctorat, Université Paris sciences et lettres, 2016.
- [13] G. Couturier, Contribution à l'étude de la dynamique du Zener Pinning : simulations numériques par éléments finis, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de St Etienne, 2003.

Bibliographie

- [14] K. Huang, R.E. Logé, Zener Pinning, in: Reference Module in Materials Science and Materials Engineering, Elsevier, 2016: p. B9780128035818031000. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.03211-2>.
- [15] R.A. Ricks, A.J. Porter, R.C. Eob, The growth of γ' precipitates in Nickel-base superalloys, *Acta Materialia*. 31 (1983) 43–53.
- [16] M. Durand-Charre, *The Microstructure of Superalloys*, 1st ed., Routledge, 2017. <https://doi.org/10.1201/9780203736388>.
- [17] M. Fahrman, A. Suzuki, Effect of Cooling Rate on Gleeble Hot Ductility of UDIMET Alloy 720 Billet, in: *Superalloys 2008 (Eleventh International Symposium)*, TMS, 2008: pp. 311–316. https://doi.org/10.7449/2008/Superalloys_2008_311_316.
- [18] J. Tiley, G.B. Viswanathan, R. Srinivasan, R. Banerjee, D.M. Dimiduk, H.L. Fraser, Coarsening kinetics of γ' precipitates in the commercial nickel base Superalloy René 88 DT, *Acta Materialia*. 57 (2009) 2538–2549. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.02.010>.
- [19] A.R.P. Singh, S. Nag, J.Y. Hwang, G.B. Viswanathan, J. Tiley, R. Srinivasan, H.L. Fraser, R. Banerjee, Influence of cooling rate on the development of multiple generations of γ' precipitates in a commercial nickel base superalloy, *Materials Characterization*. 62 (2011) 878–886. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2011.06.002>.
- [20] A.R.P. Singh, S. Nag, S. Chattopadhyay, Y. Ren, J. Tiley, G.B. Viswanathan, H.L. Fraser, R. Banerjee, Mechanisms related to different generations of γ' precipitation during continuous cooling of a nickel base superalloy, *Acta Materialia*. 61 (2013) 280–293. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.09.058>.
- [21] J.A. Heaney, M.L. Lasonde, A.M. Powell, Development of a new cast and wrought alloy (René 65) for high temperature disk applications, in: *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, NJ, USA, 2014: pp. 67–77.
- [22] E. Chlebus, K. Gruber, B. Kuźnicka, J. Kurzac, T. Kurzynowski, Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Inconel 718 processed by selective laser melting, *Materials Science and Engineering: A*. 639 (2015) 647–655. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.05.035>.
- [23] L. Brossier, A. Foveau, M. Mabillot, A. Probst, B. Sivakumar, E. Thomas, J. Cormier, R. Bordas, G. Burlot, M. Czaplicki, BE : Durabilité et mécanismes de rupture par fatigue du superalliage René 65 élaboré par voie additive, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Poitiers, 2020.
- [24] R. Bordas, M. Huguet, F. Leproux, G. Reynaud, S. Anudeep, BE : Etude de Waspaloy mis en forme par Laser Metal Deposition, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Poitiers, 2019.
- [25] Greg, R. Leblanc, Hergé, Tintin et le lac aux requins, album extrait du grand dessin animé de Raymond Leblanc, Casterman, 1972.

- [26] A.-F. Obaton, A. Bernard, G. Taillandier, J.-M. Moschetta, Fabrication additive : état de l'art et besoins métrologiques engendrés, *R. franç. métrol.* (2015) 21–36. <https://doi.org/10.1051/rfm/2015003>.
- [27] A. Piaget, Maîtrise de la qualité en fabrication additive, Thèse de doctorat, Université Grenoble Alpes, 2019.
- [28] C. Bourlet, Développement de la fabrication additive par procédé arc-fil pour les aciers: caractérisation microstructurale et mécanique des dépôts en nuances ER100 et 316L pour la validation des propriétés d'emploi de pièces industrielles, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers ParisTech, 2019.
- [29] N. Dumontet, Étude de l'alliage de titane TA6V obtenu par fabrication additive: microstructure, élasticité et contraintes résiduelles, Thèse de doctorat, INP Toulouse, 2019.
- [30] S. Kou, *Welding metallurgy*, 2. ed, Wiley-Interscience, Hoboken, NJ, 2003.
- [31] I. Augustins-Lecallier, Conception de nouveaux superalliages MDP base nickel pour disques de turbines, Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011.
- [32] C. Körner, Additive manufacturing of metallic components by selective electron beam melting — a review, *International Materials Reviews.* 61 (2016) 361–377. <https://doi.org/10.1080/09506608.2016.1176289>.
- [33] J. Marwa, A. Slimen, M. Khalil, H. Walid, Etude des phénomènes thermiques dans les procédés de fabrication additive, application au “Selective Laser Melting,” in: Hammamet, 2020: p. 8.
- [34] Y. Liu, Y. Yang, S. Mai, D. Wang, C. Song, Investigation into spatter behavior during selective laser melting of AISI 316L stainless steel powder, *Materials & Design.* 87 (2015) 797–806. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.08.086>.
- [35] C.Y. Yap, C.K. Chua, Z.L. Dong, Z.H. Liu, D.Q. Zhang, L.E. Loh, S.L. Sing, Review of selective laser melting: Materials and applications, *Applied Physics Reviews.* 2 (2015) 041101. <https://doi.org/10.1063/1.4935926>.
- [36] W.J. Sames, K.A. Unocic, R.R. Dehoff, T. Lolla, S.S. Babu, Thermal effects on microstructural heterogeneity of Inconel 718 materials fabricated by electron beam melting, *J. Mater. Res.* 29 (2014) 1920–1930. <https://doi.org/10.1557/jmr.2014.140>.
- [37] W.J. Sames, F.A. List, S. Pannala, R.R. Dehoff, S.S. Babu, The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing, *International Materials Reviews.* 61 (2016) 315–360. <https://doi.org/10.1080/09506608.2015.1116649>.
- [38] L.E. Murr, Metallurgy of additive manufacturing: Examples from electron beam melting, *Additive Manufacturing.* 5 (2015) 40–53. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2014.12.002>.
- [39] N. Raghavan, S. Simunovic, R. Dehoff, A. Plotkowski, J. Turner, M. Kirka, S. Babu, Localized melt-scan strategy for site specific control of grain size and primary dendrite arm spacing in electron beam additive manufacturing, *Acta Materialia.* 140 (2017) 375–387. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.08.038>.

Bibliographie

- [40] Y.T. Tang, C. Panwisawas, J.N. Ghoussoub, Y. Gong, J.W.G. Clark, A.A.N. Németh, D.G. McCartney, R.C. Reed, Alloys-by-design: Application to new superalloys for additive manufacturing, *Acta Materialia*. 202 (2021) 417–436. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.09.023>.
- [41] J. Gunasekaran, P. Sevel, I. John Solomon, P. Tanushkumaar, A brief review on the manufacturing of metal components using selective laser melting, *Materials Today: Proceedings*. 64 (2022) 173–180. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.04.213>.
- [42] R. Mezari, Etude du contrôle de procédé de projection laser pour la fabrication additive: Instrumentation, Identification et Commande., Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers ParisTech, 2014.
- [43] S. Touze, Laser Metal Deposition of Aluminium-Copper alloys for Repair applications, Thèse de doctorat, Ecole centrale de Nantes, 2019.
- [44] I. John Solomon, P. Sevel, J. Gunasekaran, P. Tanushkumaar, A review on additive manufacturing of alloys using laser metal deposition, *Materials Today: Proceedings*. 64 (2022) 44–50. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.03.510>.
- [45] M. Moradi, Z. Pourmand, A. Hasani, M. Karami Moghadam, A.H. Sakhaei, M. Shafiee, J. Lawrence, Direct laser metal deposition (DLMD) additive manufacturing (AM) of Inconel 718 superalloy: Elemental, microstructural and physical properties evaluation, *Optik*. 259 (2022) 169018. <https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2022.169018>.
- [46] B. Song, Nouvelles voies de fabrication d'alliages métalliques à hautes performances à partir de poudres, Thèse de doctorat, Université de Technologie de Belfort-Montbeliard, 2014.
- [47] T. Antoun, L. Seaman, D.R. Curran, G.I. Kanel, S.V. Razorenov, A.V. Utkin, *Spall fracture*, Springer, New York, 2003.
- [48] G.I. Kanel, Spall fracture: methodological aspects, mechanisms and governing factors, *Int J Fract*. 163 (2010) 173–191. <https://doi.org/10.1007/s10704-009-9438-0>.
- [49] G.T. Gray, C.M. Knapp, D.R. Jones, V. Livescu, S. Fensin, B.M. Morrow, C.P. Trujillo, D.T. Martinez, J.A. Valdez, Structure/property characterization of spallation in wrought and additively manufactured tantalum, in: St. Louis, MO, USA, 2018: p. 060002. <https://doi.org/10.1063/1.5044799>.
- [50] E. Zaretsky, A. Stern, N. Frage, Dynamic response of AlSi10Mg alloy fabricated by selective laser melting, *Materials Science and Engineering: A*. 688 (2017) 364–370. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.02.004>.
- [51] M. Laurençon, T. de Rességuier, D. Loison, J. Baillargeat, J.N.D. Ngnékou, Y. Nadot, Effects of additive manufacturing on the dynamic response of AlSi10Mg to laser shock loading, *Materials Science and Engineering: A*. 748 (2019) 407–417. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.02.001>.
- [52] L.C. Smith, D.J. Chapman, P.A. Hooper, G. Whiteman, D.E. Eakins, On the dynamic response of additively manufactured 316L, in: St. Louis, MO, USA, 2018: p. 060007. <https://doi.org/10.1063/1.5044804>.

- [53] G.T. Gray, V. Livescu, P.A. Rigg, C.P. Trujillo, C.M. Cady, S.R. Chen, J.S. Carpenter, T.J. Lienert, S.J. Fensin, Structure/property (constitutive and spallation response) of additively manufactured 316L stainless steel, *Acta Materialia*. 138 (2017) 140–149. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.07.045>.
- [54] J.L. Wise, D.P. Adams, E.E. Nishida, B. Song, M.C. Maguire, J. Carroll, B. Reedlunn, J.E. Bishop, T.A. Palmer, Comparative shock response of additively manufactured versus conventionally wrought 304L stainless steel, in: Tampa Bay, Florida, USA, 2017: p. 100015. <https://doi.org/10.1063/1.4971640>.
- [55] O. Klimova-Korsmik, G. Turichin, R. Mendagaliyev, S. Razorenov, G. Garkushin, A. Savinykh, R. Korsmik, High-Strain Deformation and Spallation Strength of 09CrNi2MoCu Steel Obtained by Direct Laser Deposition, *Metals*. 11 (2021) 1305. <https://doi.org/10.3390/met11081305>.
- [56] D.R. Jones, S.J. Fensin, O. Dippo, R.A. Beal, V. Livescu, D.T. Martinez, C.P. Trujillo, J.N. Florando, M. Kumar, G.T. Gray, Spall fracture in additive manufactured Ti-6Al-4V, *J. Appl. Phys.* 120 (2016) 135902. <https://doi.org/10.1063/1.4963279>.
- [57] P. Jozwik, W. Polkowski, Z. Bojar, Applications of Ni3Al Based Intermetallic Alloys—Current Stage and Potential Perceptivities, *Materials*. 8 (2015) 2537–2568. <https://doi.org/10.3390/ma8052537>.
- [58] N. Frage, S. Kalabukhov, A. Wagner, E.B. Zaretsky, High temperature dynamic response of SPS-processed Ni3Al, *Intermetallics*. 102 (2018) 26–33. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2018.08.010>.
- [59] J.M. Pereira, B.A. Lerch, Effects of heat treatment on the ballistic impact properties of Inconel 718 for jet engine fan containment applications, *International Journal of Impact Engineering*. 25 (2001) 715–733. [https://doi.org/10.1016/S0734-743X\(01\)00018-5](https://doi.org/10.1016/S0734-743X(01)00018-5).
- [60] G. Asala, J. Andersson, O.A. Ojo, Improved dynamic impact behaviour of wire-arc additive manufactured ATI 718Plus®, *Materials Science and Engineering: A*. 738 (2018) 111–124. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.09.079>.
- [61] G. Asala, J. Andersson, O.A. Ojo, Analysis and constitutive modelling of high strain rate deformation behaviour of wire-arc additive-manufactured ATI 718Plus superalloy, *Int J Adv Manuf Technol*. 103 (2019) 1419–1431. <https://doi.org/10.1007/s00170-019-03616-2>.
- [62] W.-S. Lee, C.-Y. Liu, T.-N. Sun, Dynamic impact response and microstructural evolution of inconel 690 superalloy at elevated temperatures, *International Journal of Impact Engineering*. 32 (2005) 210–223. <https://doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2004.09.007>.
- [63] K.S. Vecchio, G.T. Gray, Effects of shock loading on a solid-solution strengthened superalloy, in: AIP Conference Proceedings, AIP, Colorado Springs, Colorado (USA), 1994: pp. 1213–1216. <https://doi.org/10.1063/1.46063>.
- [64] E.B. Zaretsky, G.I. Kanel, S.V. Razorenov, K. Baumung, Impact strength properties of nickel-based refractory superalloys at normal and elevated temperatures, *International Journal of Impact Engineering*. 31 (2005) 41–54. <https://doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2003.11.004>.

Bibliographie

- [65] H. Asgari, A. Odeshi, K. Hosseinkhani, M. Mohammadi, On dynamic mechanical behavior of additively manufactured AlSi10Mg_200C, *Materials Letters*. 211 (2018) 187–190. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.10.001>.
- [66] J. Cormier, Habilitation à Diriger des Recherches, HDR, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, 2022.
- [67] OPALE - Chaire industrielle ANR-Safran, Chaire OPALE. (2015). <https://chaire-opale.cemef.mines-paristech.fr/>.
- [68] TOPAZE - Chaire industrielle ANR-Safran, Chaire TOPAZE. (2020). <https://chaire-topaze.cemef.mines-paristech.fr/>.
- [69] A.J. Pinkerton, M. Karadge, W. Ul Haq Syed, L. Li, Thermal and microstructural aspects of the laser direct metal deposition of waspaloy, *Journal of Laser Applications*. 18 (2006) 216–226. <https://doi.org/10.2351/1.2227018>.
- [70] R.J. Moat, A.J. Pinkerton, L. Li, P.J. Withers, M. Preuss, Crystallographic texture and microstructure of pulsed diode laser-deposited Waspaloy, *Acta Materialia*. 57 (2009) 1220–1229.
- [71] R.J. Moat, A.J. Pinkerton, L. Li, P.J. Withers, M. Preuss, Residual stresses in laser direct metal deposited Waspaloy, *Materials Science and Engineering: A*. 528 (2011) 2288–2298. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.12.010>.
- [72] A. Wessman, J. Cormier, F. Hamon, K. Rainey, S. Tin, D. Tipardi, L. Dial, Microstructure and mechanical properties of additively manufactured Rene 65, in: Springer International Publishing, 2020: pp. 961–971.
- [73] J. Thouvenin, *Détonique*, Eyrolles, Paris, 1997.
- [74] P. Bauer, A. Chinnayya, T. de Ressaiguiet, *Ondes de choc et détonations: de la théorie aux applications cours, exercices et problèmes corrigés*, Ellipses, Paris, 2015.
- [75] S.A. Novikov, A.V. Chernov, Determination of the spall strength from measured values of the specimen free-surface velocity, *J Appl Mech Tech Phys*. 23 (1983) 703–705. <https://doi.org/10.1007/BF00914153>.
- [76] S. Zhang, X. Wang, M. He, Y. Jiang, B. Zhang, W. Hang, B. Huang, Laser-induced plasma temperature, *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*. 97 (2014) 13–33. <https://doi.org/10.1016/j.sab.2014.04.009>.
- [77] B. Jodar, *Etude du comportement dynamique sous choc des verres métalliques massifs*, Thèse de doctorat, Université de Rennes 1, 2018.
- [78] V. Chalmeton, Étude de la phase initiale du claquage d'un gaz par un laser, *J. Phys. France*. 30 (1969) 687–699. <https://doi.org/10.1051/jphys:01969003008-9068700>.
- [79] R. George, M. Orain, L. Zimmer, Caractérisation d'un claquage induit par laser en mono et double-impulsion, (2016) 9.

- [80] A. Morana, Caractérisation hydrodynamique et spectroscopique de plasmas de carbone, aluminium et germanium produits par impulsion laser picoseconde, Thèse de doctorat, Institut Polytechnique de Paris, 2021.
- [81] L. Berthe, R. Fabbro, P. Peyre, L. Tollier, E. Bartnicki, Shock waves from a water-confined laser-generated plasma, *Journal of Applied Physics*. 82 (1997) 2826–2832. <https://doi.org/10.1063/1.366113>.
- [82] A. Sollier, Etude des plasmas générés par interaction laser-matière en régime confiné. Application au traitement des matériaux par choc laser, Thèse de doctorat, Université de Versailles-St Quentin en Yvelines, 2002.
- [83] J.R. Asay, L.M. Barker, Interferometric measurement of shock-induced internal particle velocity and spatial variations of particle velocity, *Journal of Applied Physics*. 45 (1974) 2540–2546. <https://doi.org/10.1063/1.1663627>.
- [84] L.M. Barker, R.E. Hollenbach, Laser interferometer for measuring high velocities of any reflecting surface, *Journal of Applied Physics*. 43 (1972) 4669–4675. <https://doi.org/10.1063/1.1660986>.
- [85] P. Berterretche, Etude de transitions de phase et du comportement mécanique du quartz sous choc laser, Thèse de doctorat, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d’Aérotechnique, 2003.
- [86] W.F. Hemsing, Velocity sensing interferometer (VISAR) modification, *Review of Scientific Instruments*. 50 (1979) 73–78. <https://doi.org/10.1063/1.1135672>.
- [87] G. Huser, Equation d’état du fer comprimé par choc laser, Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique X, 2004.
- [88] V. Tommaso, Neutrino, Neutrino Tool Kit. (2022). <https://neutrinotoolkit.github.io/Neutrino/>.
- [89] A.-P. Mebiene-Engohang, Etude du dégazage des résines pour les lithographies électronique et extrême ultraviolet, Thèse de doctorat, Université Grenoble Alpes, 2015.
- [90] J.I. Goldstein, D.E. Newbury, J.R. Michael, N.W.M. Ritchie, J.H.J. Scott, D.C. Joy, Secondary Electrons, in: *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, Springer New York, New York, NY, 2018: pp. 29–37. https://doi.org/10.1007/978-1-4939-6676-9_3.
- [91] J.I. Goldstein, D.E. Newbury, J.R. Michael, N.W.M. Ritchie, J.H.J. Scott, D.C. Joy, Backscattered Electrons, in: *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, Springer New York, New York, NY, 2018: pp. 15–28. https://doi.org/10.1007/978-1-4939-6676-9_2.
- [92] A. Germaneau, P. Doumalin, J.-C. Dupré, Comparison between X-ray micro-computed tomography and optical scanning tomography for full 3D strain measurement by digital volume correlation, *NDT & E International*. 41 (2008) 407–415. <https://doi.org/10.1016/j.ndteint.2008.04.001>.
- [93] A. Sali, R. Glaeser, T. Earnest, W. Baumeister, From words to literature in structural proteomics, *Nature*. 422 (2003) 216–225. <https://doi.org/10.1038/nature01513>.

Bibliographie

- [94] A.J. Koster, R. Grimm, D. Typke, R. Hegerl, A. Stoschek, J. Walz, W. Baumeister, Perspectives of Molecular and Cellular Electron Tomography, *Journal of Structural Biology*. 120 (1997) 276–308. <https://doi.org/10.1006/jsbi.1997.3933>.
- [95] Altair Radioss 2022, Reference Guide, Altair, 2022. altair.com.
- [96] P. Legrand, Modélisation des effets d'une onde de souffle sur les structures de génie civil: de l'explosif à l'interaction fluide-structure, Thèse de doctorat, ENSTA Bretagne, 2020.
- [97] R. Courant, E. Isaacson, M. Rees, On the solution of nonlinear hyperbolic differential equations by finite differences, *Comm. Pure Appl. Math.* 5 (1952) 243–255. <https://doi.org/10.1002/cpa.3160050303>.
- [98] A. Nait-Ali, S. Hémerly, M. Gueguen, How macrozone size and morphology influence yield in titanium alloys investigated using fast Fourier transform-based crystal plasticity simulations, *International Journal of Solids and Structures*. 216 (2021) 1–16. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2021.01.008>.
- [99] M. Gueguen, L. Signor, Y. Sinchuk, S2M software, Welcome to S2M Documentation. (2022). <https://sourcesup.renater.fr/www/s2m/html/index.html>.
- [100] G.K.L. Ng, A.E.W. Jarfors, G. Bi, H.Y. Zheng, Porosity formation and gas bubble retention in laser metal deposition, *Appl. Phys. A*. 97 (2009) 641–649. <https://doi.org/10.1007/s00339-009-5266-3>.
- [101] A. Basak, S. Das, Epitaxy and Microstructure Evolution in Metal Additive Manufacturing, *Annu. Rev. Mater. Res.* 46 (2016) 125–149. <https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070115-031728>.
- [102] J.C.F. Millett, Y.J.E. Meziere, G.T. Gray, E.K. Cerreta, N.K. Bourne, The response of the intermetallic compound Ni₃Al to one-dimensional shock loading, *Journal of Applied Physics*. 100 (2006) 063506. <https://doi.org/10.1063/1.2347806>.
- [103] J.F.S. Markanday, M.A. Carpenter, N.G. Jones, R.P. Thompson, S.E. Rhodes, C.P. Heason, H.J. Stone, Occurrence of a brass texture and elastic anisotropy in laser blown powder processed superalloy IN718, *Materials Science and Engineering: A*. 825 (2021) 141781. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141781>.
- [104] Alliage Base Nickel PER5 NiCr19Co18Mo4Ti3Al3, Aubert & Duval, n.d.
- [105] Alliage Base Nickel PER625 NiCr22Mo9Nb, Aubert & Duval, n.d.
- [106] HAYNES® Waspaloy alloy, Haynes International, 2017.
- [107] F. Margetan, E. Nieters, P. Haldipur, L. Brasche, T. Chiou, M. Keller, J. Umbach, W. Hassan, T. Patton, K. Smith, Fundamental Studies of Nickel Billet Materials—Engine Titanium Consortium Phase II, U.S. Department of Transportation - Federal Aviation Administration, Office of Aviation Research Washington, D.C. 20591, 2005.
- [108] S.A. Thomas, M.C. Hawkins, R.S. Hixson, R.M. Martinez, G.T.G. Gray, D.J. Luscher, S.J. Fensin, Shock Hugoniot of Forged and Additively Manufactured 304L Stainless Steel, *Metals*. 12 (2022) 1661. <https://doi.org/10.3390/met12101661>.

- [109] Y.-C. Lin, C.-Y. Wang, Alloying-element dependence of structural, elastic and electronic properties of nickel-based superalloys: Influence of γ' volume fraction, *Journal of Alloys and Compounds*. 838 (2020) 155141. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.155141>.
- [110] M. Wen, X. Xie, H. Dong, Z. Lin, F. Wu, C.-Y. Wang, Compressive behavior and elastic properties of Ni-based γ/γ' ternary model superalloys: First-principles calculations and rule of mixtures predications, *Journal of Alloys and Compounds*. 839 (2020) 155661. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.155661>.
- [111] S. Ahmed, A. Narayan Biswas, René 41 & waspaloy based comparative study for high pressure turbine blades used in turboshaft engines, *Materials Today: Proceedings*. 56 (2022) 1234–1241. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.11.176>.
- [112] H.J. Stone, T.M. Holden, R.C. Reed, Determination of the plane specific elastic constants of waspaloy using neutron diffraction, *Scripta Materialia*. 40 (1999) 353–358. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(98\)00437-0](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(98)00437-0).
- [113] D. Devaux, R. Fabbro, L. TOLLIER, E. Bartnicki, Generation of shock waves by laser-induced plasma in confined geometry, *Journal of Applied Physics*. 74 (1993) 2268–2273. <https://doi.org/10.1063/1.354710>.
- [114] A. Sollier, L. Berthe, P. Peyre, E. Bartnicki, R. Fabbro, Laser-matter interaction in laser shock processing, in: I. Miyamoto, K.F. Kobayashi, K. Sugioka, R. Poprawe, H. Helvajian (Eds.), Osaka, Japan, 2003: p. 463. <https://doi.org/10.1117/12.497617>.
- [115] P. Pradel, T. de Ressaiguier, F. Malaise, M.P. Olbinado, A. Rack, J. Grenzer, D. Loison, L. Berthe, *In situ* radiographic and *ex situ* tomographic investigation of pore collapse in laser shock-loaded polyurethane foam, *Journal of Applied Physics*. 131 (2022) 055106. <https://doi.org/10.1063/5.0077613>.
- [116] T. de Ressaiguier, H. He, P. Berterretche, Use of laser-accelerated foils for impact study of dynamic material behaviour, *International Journal of Impact Engineering*. 31 (2005) 945–956. <https://doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2004.07.003>.
- [117] S.P. Marsh, ed., *LASL Shock Hugoniot Data*, University of California Press, 1980.
- [118] J.P. Colombier, P. Combis, A. Rosenfeld, I.V. Hertel, E. Audouard, R. Stoian, Optimized energy coupling at ultrafast laser-irradiated metal surfaces by tailoring intensity envelopes: Consequences for material removal from Al samples, *Phys. Rev. B*. 74 (2006) 224106. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.74.224106>.
- [119] S. Bardy, B. Aubert, L. Berthe, P. Combis, D. Hébert, E. Lescoute, J.-L. Rullier, L. Videau, Numerical study of laser ablation on aluminum for shock-wave applications: development of a suitable model by comparison with recent experiments, *Opt. Eng.* 56 (2016) 011014. <https://doi.org/10.1117/1.OE.56.1.011014>.
- [120] R. Ramis, R. Schmalz, J. Meyer-Ter-Vehn, MULTI — A computer code for one-dimensional multigroup radiation hydrodynamics, *Computer Physics Communications*. 49 (1988) 475–505. [https://doi.org/10.1016/0010-4655\(88\)90008-2](https://doi.org/10.1016/0010-4655(88)90008-2).

Bibliographie

- [121] P.-H. Maire, M. De Buhan, A. Diaz, C. Dobrzynski, G. Kluth, F. Lagoutière, A cell-centered Arbitrary Lagrangian Eulerian (ALE) method for multi-material compressible flows, *ESAIM: Proc.* 24 (2008) 1–13. <https://doi.org/10.1051/proc:2008026>.
- [122] P.-H. Maire, R. Abgrall, J. Breil, J. Ovadia, A Cell-Centered Lagrangian Scheme for Two-Dimensional Compressible Flow Problems, *SIAM J. Sci. Comput.* 29 (2007) 1781–1824. <https://doi.org/10.1137/050633019>.
- [123] T.P. Remington, E.N. Hahn, S. Zhao, R. Flanagan, J.C.E. Mertens, S. Sabbaghianrad, T.G. Langdon, C.E. Wehrenberg, B.R. Maddox, D.C. Swift, B.A. Remington, N. Chawla, M.A. Meyers, Spall strength dependence on grain size and strain rate in tantalum, *Acta Materialia*. 158 (2018) 313–329. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.07.048>.
- [124] B. Arad, E. Moshe, S. Eliezer, E. Dekel, A. Ludmirsky, Z. Henis, I.B. Goldberg, N. Eliaz, D. Eliezer, Spall strength measurements in aluminum, copper and metallic glass at strain rates of $\sim 10^7$ s⁻¹, in: *AIP Conference Proceedings*, AIP, Amherst, Massachusetts (USA), 1998: pp. 459–462. <https://doi.org/10.1063/1.55546>.
- [125] A. Migault, Détermination semi-analytique de l'équation d'état des métaux. Application à la détermination de propriétés élastiques et thermodynamiques des métaux sous haute pression, *J. Phys. France*. 32 (1971) 437–445. <https://doi.org/10.1051/jphys:01971003205-6043700>.
- [126] K.A. Gschneidner, Physical Properties and Interrelationships of Metallic and Semimetallic Elements, in: *Solid State Physics*, Elsevier, 1964: pp. 275–426. [https://doi.org/10.1016/S0081-1947\(08\)60518-4](https://doi.org/10.1016/S0081-1947(08)60518-4).
- [127] M.H. Rice, R.G. McQueen, J.M. Walsh, Compression of Solids by Strong Shock Waves, in: *Solid State Physics*, Elsevier, 1958: pp. 1–63. [https://doi.org/10.1016/S0081-1947\(08\)60724-9](https://doi.org/10.1016/S0081-1947(08)60724-9).
- [128] M. Arrigoni, Étude de l'influence des rugosités d'interface, de porosités et de l'épaisseur d'échantillon sur la propagation des chocs laser dans des systèmes revêtus : application au procédé LASAT (LASer Adhérence Test), Thèse de doctorat, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, 2004.
- [129] E. Lescoute, Etude de la fragmentation dynamique de métaux sous choc laser, Thèse de doctorat, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, 2010.
- [130] C. Roland, Formation de micro-jets depuis des défauts de surface dans des échantillons métalliques soumis à des chocs laser, Thèse de doctorat, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, 2017.
- [131] T. de Rességuier, C. Roland, G. Prudhomme, E. Lescoute, D. Loison, P. Mercier, Influence of edge conditions on material ejection from periodic grooves in laser shock-loaded tin, *Journal of Applied Physics*. 119 (2016) 185108. <https://doi.org/10.1063/1.4949483>.
- [132] G. Prudhomme, T. de Rességuier, C. Roland, A. Sollier, E. Lescoute, D. Loison, E. Brambrink, Velocity and mass density of the ejecta produced from sinusoidal grooves in

- laser shock-loaded tin, *Journal of Applied Physics*. 128 (2020) 155903. <https://doi.org/10.1063/5.0022940>.
- [133] E. Lescoute, T. De Ressaigui, J.-M. Chevalier, D. Loison, J.-P. Cuq-Lelandais, M. Boustie, J. Breil, P.-H. Maire, G. Schurtz, Ejection of spalled layers from laser shock-loaded metals, *Journal of Applied Physics*. 108 (2010) 093510. <https://doi.org/10.1063/1.3500317>.
- [134] T. de Ressaigui, E. Lescoute, D. Loison, J.M. Chevalier, F. Ducasse, Effects of cryogenic temperature on dynamic fragmentation of laser shock-loaded metal foils, *Journal of Applied Physics*. 110 (2011) 123504. <https://doi.org/10.1063/1.3670005>.
- [135] M.-A. Charpagne, P. Vennégues, T. Billot, J.-M. Franchet, N. Bozzolo, Evidence of multimetric coherent γ' precipitates in a hot-forged γ - γ' nickel-based superalloy, *Journal of Microscopy*. 263 (2016) 106–112. <https://doi.org/10.1111/jmi.12380>.
- [136] M.-A. Charpagne, T. Billot, J.-M. Franchet, N. Bozzolo, Heteroepitaxial recrystallization: A new mechanism discovered in a polycrystalline γ - γ' nickel based superalloy, *Journal of Alloys and Compounds*. 688 (2016) 685–694. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.07.240>.
- [137] S. Katnagallu, S. Vernier, M.-A. Charpagne, B. Gault, N. Bozzolo, P. Kontis, Nucleation mechanism of hetero-epitaxial recrystallization in wrought nickel-based superalloys, *Scripta Materialia*. 191 (2021) 7–11. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.09.012>.
- [138] J. Jiang, J. Yang, T. Zhang, J. Zou, Y. Wang, F.P.E. Dunne, T.B. Britton, Microstructurally sensitive crack nucleation around inclusions in powder metallurgy nickel-based superalloys, *Acta Materialia*. 117 (2016) 333–344. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.07.023>.
- [139] D. Texier, J. Cormier, P. Villechaise, J.-C. Stinville, C.J. Torbet, S. Pierret, T.M. Pollock, Crack initiation sensitivity of wrought direct aged alloy 718 in the very high cycle fatigue regime: the role of non-metallic inclusions, *Materials Science and Engineering: A*. 678 (2016) 122–136. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.09.098>.
- [140] D. Texier, J.-C. Stinville, M.P. Echlin, S. Pierret, P. Villechaise, T.M. Pollock, J. Cormier, Short crack propagation from cracked non-metallic inclusions in a Ni-based polycrystalline superalloy, *Acta Materialia*. 165 (2019) 241–258. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.11.051>.
- [141] D. Texier, A.C. Gómez, S. Pierret, J.-M. Franchet, T.M. Pollock, P. Villechaise, J. Cormier, Microstructural Features Controlling the Variability in Low-Cycle Fatigue Properties of Alloy Inconel 718DA at Intermediate Temperature, *Metall and Mat Trans A*. 47 (2016) 1096–1109. <https://doi.org/10.1007/s11661-015-3291-8>.
- [142] G. Altinkurt, Apport de la microdiffraction Laue pour la détermination des contraintes internes dans un superalliage à base de nickel grenailé: effets de la microstructure et des traitements thermomécaniques, Thèse de doctorat, Université de Lorraine, n.d.
- [143] L. Tollier, Caractérisation de chocs-laser à éclaircissements modérés par interférométrie doppler VISAR; application à l'étude de l'endommagement par écaillage de matériaux métalliques, Thèse de doctorat, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, 1996.

Annexe 1 : VISAR Valyn, équations

Selon l'effet Doppler, la longueur d'onde λ du signal réfléchi par la surface éclairée varie proportionnellement à la vitesse $u(t)$ de cette surface, la variation $\Delta\lambda$ est exprimée dans l'équation A1-1. Enfin, un VISAR, ou en anglais « Velocity Interferometer System for Any Reflector » est un système optique d'interférométrie en fréquence basé sur le fonctionnement d'un interféromètre de Michelson [83,84].

$$\Delta\lambda = \frac{\lambda(t) - \lambda_0}{\lambda_0} = -2 \frac{v(t)}{c} \quad ; \quad c \text{ la vitesse de la lumière dans le vide.} \quad \text{A1-1}$$

Le principe schématique d'un VISAR (Figure A1-1) est le suivant. La face libre de la cible, du côté opposé au choc, est éclairée par un laser monomode de longueur d'onde λ_0 focalisé en un point sur la surface. La lumière diffusée, par réflexion sur la cible, est collectée par une fibre optique et injectée dans l'interféromètre de Michelson. Ce dernier traite le signal lumineux afin de créer le phénomène d'interférence d'où le déphasage sera déduit, renseignant par extension sur la vitesse du point de la surface étudiée. Deux signaux créés le déphasage : un signal réfléchi est considéré comme référence et un signal transmis est retardé au travers d'un étalon de verre de longueur L_e et indice de réfraction n_e donnés. Connaissant la vitesse de la lumière dans le vide c , la durée du retard τ_e qu'engendre l'étalon se calcule comme présenté dans la relation A1-2 [83]:

$$\tau_e = \frac{2L_e}{c} \left(n_e - \frac{1}{n_e} \right) \quad \text{A1-2}$$

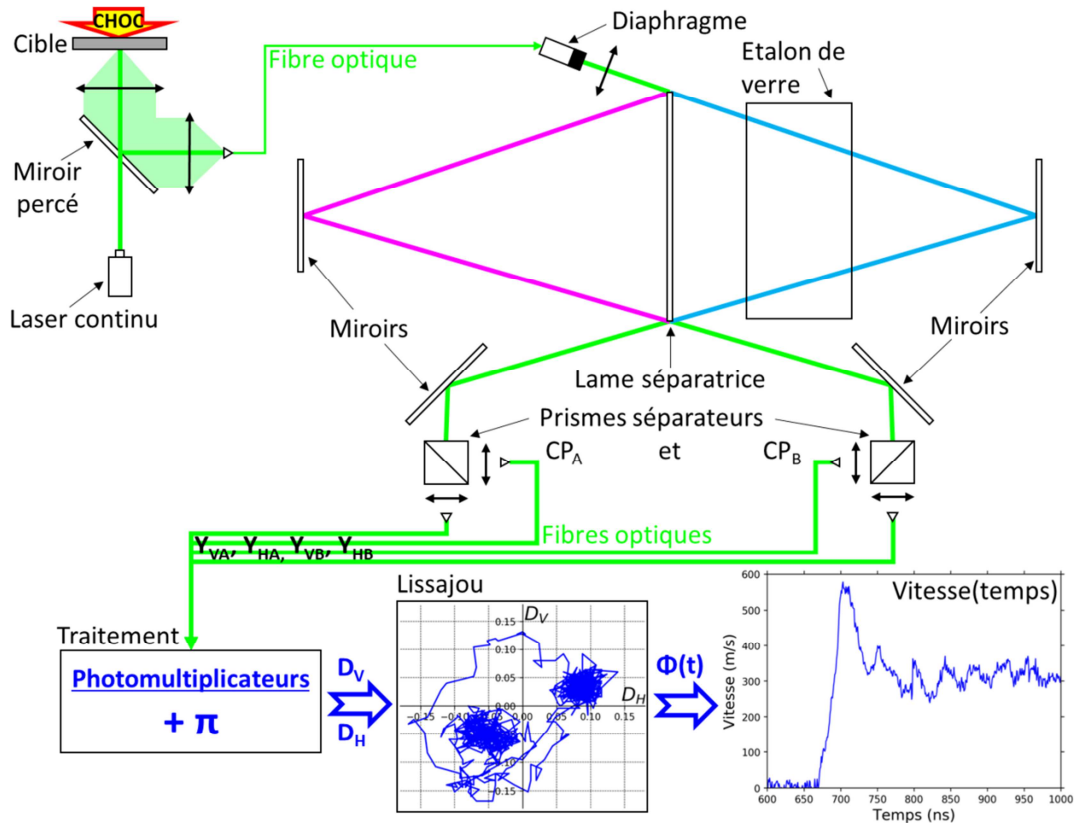


Figure A1-1 : Schéma de fonctionnement du VISAR Valyn

K est une valeur propre à chaque étalon, dans le cas de l'étude de la mise en mouvement d'une surface libre nue, la formule de K [85] est :

$$K = \frac{\lambda_0}{2\tau_e} \quad \text{A1-3}$$

Le phénomène d'interférences apparait à la superposition des faisceaux issus des branches de référence et de retard : du décalage de la longueur d'onde suivant l'effet Doppler et du retard engendré par l'étalon résulte un déphasage entre les deux signaux. Pour une cible fixe, le déphasage ϕ_0 entre les signaux se calcule via la relation A1-4:

$$\phi_0 = \frac{2\pi}{\lambda_0} 2L_e \left(n_e - \frac{1}{n_e} \right) = \frac{2\pi}{\lambda_0} \tau_e c \quad \text{A1-4}$$

Accélérée sous choc, la surface observée se mue à la vitesse $u(t)$. Dans la relation A1-5, l'évolution de la longueur d'onde au cours du temps est facilement déduite à partir de la relation A1-1. Comme corolaire, l'indice de réfraction n de l'étalon évolue avec λ au cours du temps, la variation linéaire $n(t)$ est exprimée dans l'équation A1-6.

$$\lambda(t) = \lambda_0 \left(1 - 2 \frac{v(t)}{c} \right) \quad \text{A1-5} \quad ; \quad n(t) = n_e + \left(\frac{dn}{d\lambda} \right) (\lambda(t) - \lambda_0) \quad \text{A1-6}$$

Le retard du pris par le train d'ondes fonction de l'indice de réfraction au cours du temps se formule suivant la relation A1-7 :

$$\tau(t) = \frac{2L_e}{c} \left(n(t) - \frac{1}{n_e} \right) \quad \text{A1-7}$$

L'expression du retard en fonction de la vitesse mesurée est trouvée en quelques étapes. En injectant les équations A1-5 puis A1-6 dans la relation A1-7, le retard au cours du temps s'exprime comme suit.

$$\tau(t) = \frac{2L_e}{c} \left(n_e - \frac{1}{n_e} - \left(\frac{dn}{d\lambda} \right) 2 \frac{v(t)}{c} \lambda_0 \right)$$

En identifiant le retard τ_e (A1-2) engendré par l'étalon au repos, la relation s'exprime ainsi :

$$\tau(t) = \tau_e - \frac{2L_e}{c} \left(\frac{dn}{d\lambda} \right) 2 \frac{v(t)}{c} \lambda_0$$

Or si (A1-2) $\tau_e = \frac{2L_e}{c} \left(n_e - \frac{1}{n_e} \right)$ alors $-\frac{2L_e}{c} = \tau_e \left(\frac{n_e}{1 - n_e^2} \right)$.

Aussi, l'expression de $\tau(t)$ se reformule en fonction $u(t)$ de la sorte (A1-8) :

$$\tau(t) = \tau_e \left(1 + 2 \frac{v(t)}{c} \delta \right) \quad \text{A1-8}$$

Avec δ le facteur de correction lié dispersion de l'indice de réfraction de l'étalon dû à l'effet Doppler ($\delta \ll 1$), δ s'exprime tel que (A1-9) [85] :

$$\delta = \frac{n_e}{1 - n_e^2} \lambda_0 \left(\frac{dn}{d\lambda} \right) \quad \text{A1-9}$$

A l'instant t , le déphasage $\phi(t)$ qu'engendre le mouvement de la surface s'écrit alors A1-10 [143]:

$$\phi(t) = \frac{2\pi}{\lambda_0} v(t) 2\tau_e (1 + \delta) + \phi_0 = \frac{2\pi}{\lambda_0} \tau_e (2v(t)(1 + \delta) + c) \quad \text{A1-10}$$

La vitesse $u(t)$ de la surface observée se traduit ainsi par la différence de phase entre l'état de repos et l'état choqué A1-11:

$$v(t) = \frac{(\phi(t) - \phi_0)}{2\pi} \frac{1}{1 + \delta} \frac{\lambda_0}{2\tau_e} \quad \text{A1-11}$$

En reconnaissant l'expression A1-3 du facteur de frange K et en négligeant la correction δ (pour rappel, $\delta \ll 1$), l'équation précédente s'écrit plus simplement A1-12:

$$v(t) = (\phi(t) - \phi_0) \frac{K}{2\pi} \quad \text{A1-12}$$

En sortie du VISAR, le signal superposé est envoyé vers un photomultiplicateur, ce dernier convertit les photons perçus en électrons, soit la lumière émise en courant électrique. L'intensité lumineuse enregistrée par un photomultiplicateur est donnée par A1-13:

$$Y(t) = Y^0 [\cos \phi(t) + p] \quad \text{A1-13}$$

Y^0 est le gain d'amplification appliqué à la voie de mesure et p l'offset lié au courant de passage dans un amplificateur électronique permettant le gain Y^0 . L'équation A1-13 admet cependant deux solutions ϕ_s dans l'intervalle $[0; 2\pi]$ et nécessite de connaître la valeur de l'offset p . La superposition du signal de référence et du signal retardé donne lieu à deux signaux de sorties déphasés de $\pi/2$. Au commencement de sa traversée de l'interféromètre, la lumière est polarisée rectilignement par le polariseur P . Du fait de son passage à l'aller et au retour dans la lame $\lambda/8$, le signal retardé est polarisé circulairement. Les composantes verticale et horizontale sont séparées par le cube polariseur CP_A . Ces signaux de sortie sont exprimés ci-après (A1-14 et A1-15):

$$\text{Signal vertical, de déphasage } \phi(t) : \quad Y_V(t) = Y_V^0 (\cos \phi(t) + p) \quad \text{A1-14}$$

$$\text{Signal horizontal, de déphasage } \phi(t) + \pi/2 : \quad Y_H(t) = Y_H^0 (\cos(\phi(t) + \pi/2) + q) \quad \text{A1-15}$$

L'ambiguïté entre les deux signaux se lève en résolvant $Y_H(\phi_s)$: si $Y_H(\phi_s) \simeq Y_H(t)$, alors $\phi = \phi_s$, sinon $\phi = \phi_s + \pi$. Persistent toutefois les offsets p et q dans les équations A1-14 et A1-15. L'abandon de ces composantes continues intervient lors de la superposition des deux signaux par la lame séparatrice, et par un procédé électronique lors de la conversion lumière/courant, où chacune des composantes $Y_V(t)$ et $Y_H(t)$ et divisées deux parties déphasées de π . La paire d'équation A1-14 et A1-15 s'étoffent alors :

A la sortie du cube polariseur CP_A :

$$\text{Signal vertical, de déphasage } \phi(t) : \quad Y_{VA}(t) = Y_{VA}^0 (\cos \phi(t) + p)$$

$$\text{Signal horizontal, de déphasage } \phi(t) + \pi/2 : \quad Y_{HA}(t) = Y_{HA}^0 (\cos(\phi(t) + \pi/2) + q)$$

A la sortie du cube polariseur CP_B :

Annexe 1 : VISAR Valyn, équations

Signal vertical, de déphasage $\phi(t)+\pi$: $Y_{VB}(t) = Y_{VB}^0(-\cos \phi(t) + p)$

Signal horizontal, de déphasage $\phi(t)+3\pi/2$: $Y_{HB}(t) = Y_{HB}^0(-\cos(\phi(t) + \pi/2) + q)$

Les offsets p et q disparaissent en soustrayant $Y_{xA}(t)$ à $Y_{xB}(t)$, soit les signaux $D_V(t)$ et $D_H(t)$ déphasés de $\pi/2$:

$$D_V(t) = (Y_{VA}^0 + Y_{VB}^0)\cos\phi(t)$$

$$D_H(t) = (Y_{HA}^0 + Y_{HB}^0)\cos(\phi(t) + \pi/2)$$

La variation du déphasage $\phi(t)$ lié au mouvement de la surface observée se déduit comme suit des signaux $D_V(t)$ et $D_H(t)$:

$$\phi(t) = \arctan\left(\frac{D_H(t)}{D_V(t)}\right)$$

En pratique, le déphasage de $\pi/2$ entre $D_V(t)$ et $D_H(t)$ et l'intensité des quatre signaux $Y_{VA}(t)$, $Y_{VB}(t)$, $Y_{HA}(t)$ et $Y_{HB}(t)$ s'ajustent avant chaque tir, respectivement en retouchant le miroir de fond du trajet retardé et en réglant les amplitudes de chaque voie telle que $Y_{VA}^0 = Y_{VB}^0 = -Y_{HA}^0 = -Y_{HB}^0$. Dans ces conditions, la courbe de Lissajous $D_H(D_V)$ est un cercle parfait centré sur (0,0) et de de diamètre Y_{VA}^0 .

Annexe 2 : Essais en température

Après la soumission de ce manuscrit, une campagne a été réalisée sur l'installation LULI2000 dans des conditions similaires aux campagnes LULI2000 présentées ci-avant. Ces derniers essais ont permis d'étudier la réponse dynamique en température de trois des nuances de superalliages présentées précédemment : le René 65 forgé et les René 65 FA Z traités Subsolvus et Supersolvus.

A2.1. Conditions de chargement

L'impulsion de LULI2000 développe à nouveau 800 J sur une durée de 5 ou 10 ns. Le diamètre de la tache focale est de 2 mm sur la chaîne Nord et 3 mm sur la Sud. Le VISAR ligne permet toujours de sonder la surface libre de la cible sur une ligne de 0,5 mm pendant 100 ns.

La nouveauté de ces essais est le recourt à un four qui permet de chauffer la cible avant et pendant le tir. La Figure A2-1 montre la cible dans le four ainsi que l'impulsion laser focalisée et l'éclairage de la surface libre pour la mesure VISAR. Le four comporte une résistance pilotable et asservie par un thermocouple et un second thermocouple permet de relever la température à la surface de la cible.

La cible est montée dans le porte-cible dans la chambre à vide : l'ensemble est placé sous un vide primaire. Une fois les conditions de pression atteinte, la cible est chauffée et maintenue à la température voulue au moins quinze minutes avant le tir.

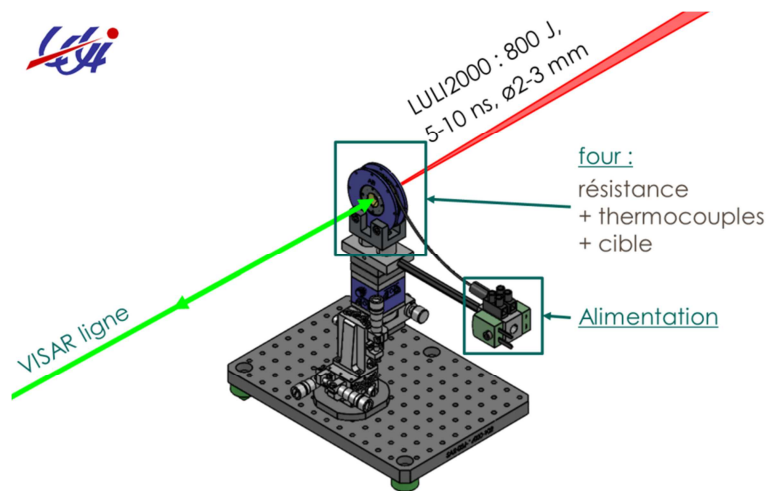


Figure A2-1 : Modélisation numérique du porte-cible avec le four dans l'enceinte LULI2000

A2.2. Effets de la température sur les propriétés dynamiques

A2.2.A. Limite élastique d'Hugoniot

Pour les trois nuances de René 65 testés en température, la Figure A2-2 présente les tracés de la limite élastique d'Hugoniot en fonction de la température. Les points à température ambiante (20 °C) montrent toujours la forte dispersion au sein des populations de résultats comme expliqué

précédemment. Pour les points en température, l'incertitude sur l'abscisse présente l'écart entre la consigne de température du four et la température mesurée par le thermocouple sur la cible (± 50 °C environ). Les valeurs de ρ_0 , C_L et C_0 utilisées pour le calcul de σ_{HEL} (Eq. 6) et de σ_{SP} (Eq. 8) sont les valeurs connues à température ambiante. Les variations de ces valeurs avec la température ont cependant été estimées d'après la littérature : les corrections correspondantes sont très minimales et ne changent en rien les tendances présentées et discutées dans cette annexe.

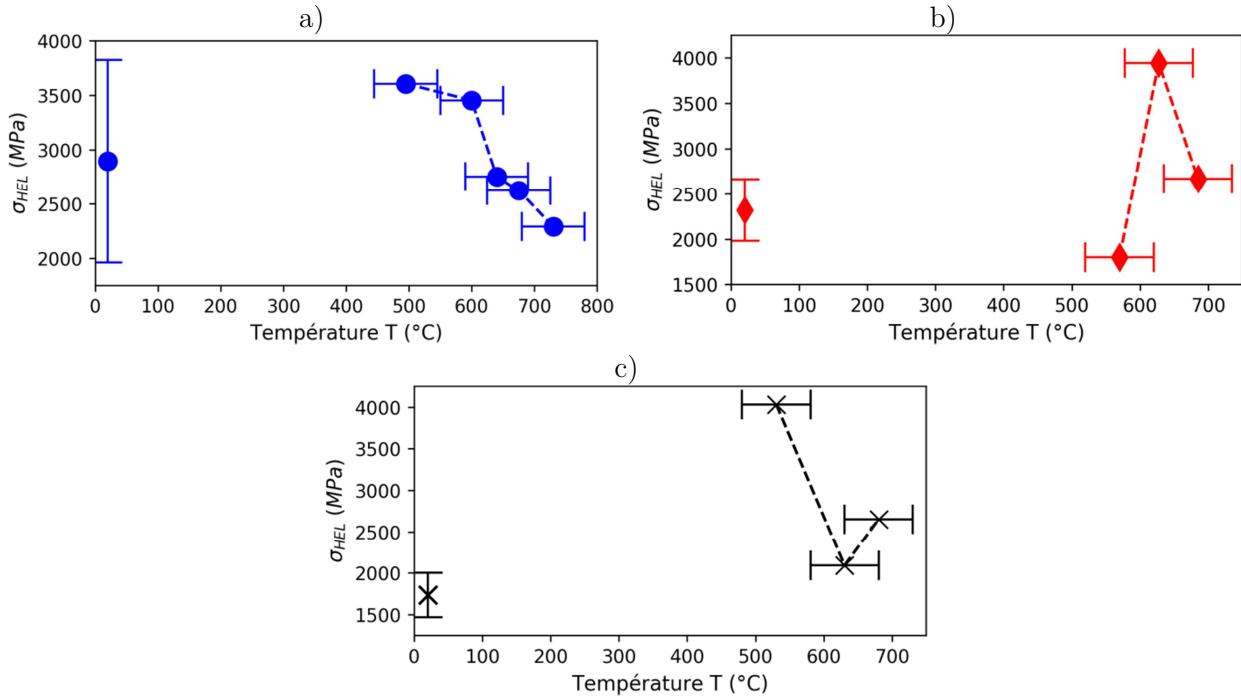


Figure A2-2 : Limite élastique d'Hugoniot en fonction de la température pour le René 65 forgé a), FA Subsolvus Z b) et FA Supersolvus Z c).

On voit pour le René 65 forgé (Figure A2-2a), pour le René 65 FA Z Subsolvus (Figure A2-2b) comme pour le René 65 FA Z Supersolvus (Figure A2-2c) un effet marqué de la température. Vers 500 – 600 °C, suivant les nuances, la limite élastique d'Hugoniot connaît un pic suivie d'une décroissance.

Une seule étude similaire est disponible à ce sujet. Dans celle-ci, Zaretsky [64] fait des observations similaires pour deux autres superalliages base Nickel : le polycristal d'Inconel 738 LC et le monocristal de PWA 1483. Si cette étude est faite pour un type de chargement différent et à des vitesses de déformation (canon à gaz et $\dot{\epsilon} = 3.10^5$ s⁻¹) dix fois inférieures à celles atteintes lors de nos tirs LULI2000 (choc laser et $\dot{\epsilon} = 3.10^6$ s⁻¹), les températures des essais sont semblables à notre étude (entre 400 et 700 °C environ). L'allure des courbes présentées par Zaretsky (Figure 9), l'amplitude des pics et les températures auxquelles se déclare ces pics sont similaires à nos constatations (Figure A2-2).

Pour cela Zaretsky avance un rôle de la capacité calorifique des superalliages qui augmenterait aux mêmes températures que les pics de σ_{HEL} . La baisse du domaine élastique qui suit ce pic serait d'après cette même étude liée à une réorganisation du réseau de dislocations avec l'élévation de température. Cette première explication peut être supplantée par une seconde justification étroitement liée à la composition des superalliages base Nickel : la limite d'élasticité de la

précipitation γ' augmente avec la température et l'évolution de la fraction volumique de ces précipités comme constatés à faibles vitesses de déformation [11,12].

A2.2.B. Contrainte d'écaillage

Sur la limite d'écaillage, les tracés de σ_{SP} en fonction de la température sont présentés dans la Figure A2-3 pour les trois mêmes superalliages testés (René 65 forgé, René 65 FA Z Subsolvus, René 65 FA Z Supersolvus). A nouveau, une décroissance non monotone est observée avec l'augmentation de la température : la limite d'écaillage décroît mais semble présenter un pic dans cette décroissance illustrant un comportement non-linéaire en température. Comme pour σ_{HEL} , la seule étude proche de nos essais (superalliages base Nickel, vitesses de déformation élevées et hautes températures) fait des observations proches des nôtres avec une décroissance de σ_{SP} qui n'est pas linéaire avec la variation de la température.

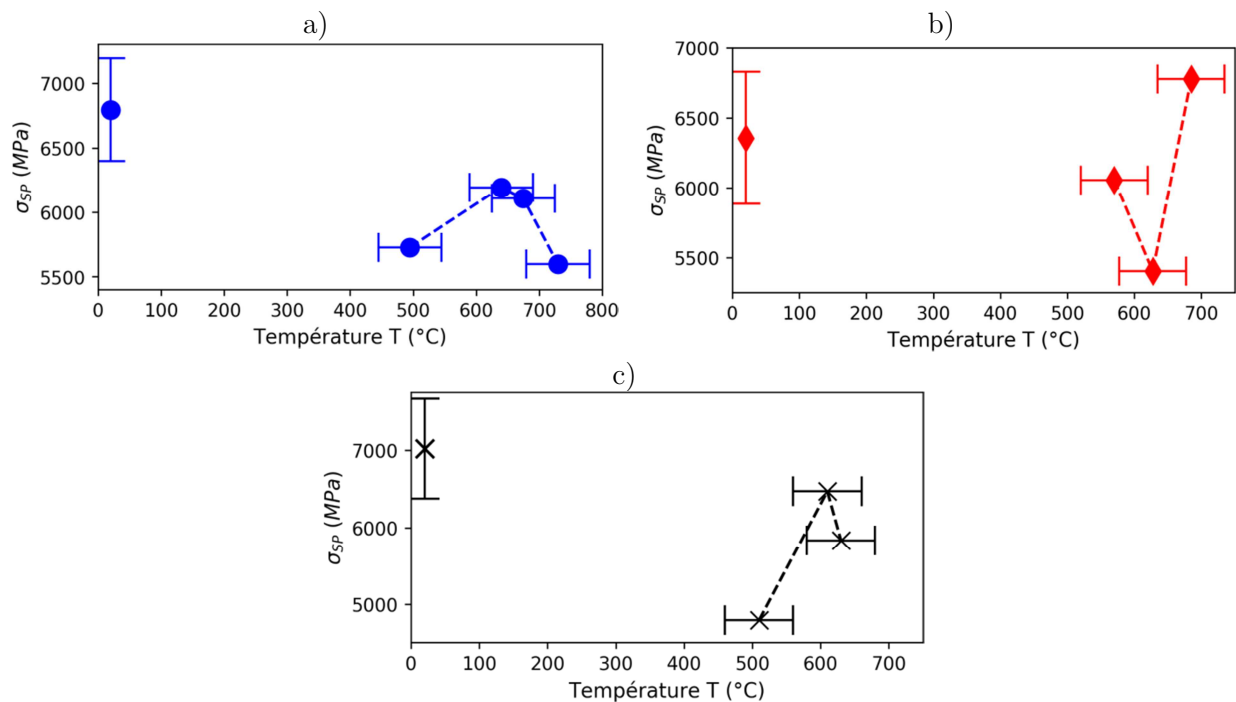


Figure A2-3 : Limite d'écaillage en fonction de la température pour le René 65 forgé a), FA Subsolvus Z b) et FA Supersolvus Z c).

Dans cette étude de référence, les cibles sont détruites par l'impacteur et les échantillons ne peuvent être étudiés post-choc. Après les chocs laser LULI2000, nos cibles sont seulement endommagées par le phénomène d'écaillage et les observations des cratères puis des sections transversales pourraient permettre d'expliquer les non-linéarités relevées dans les mesures de vitesse.

Réponse aux chocs de superalliages base Nickel produits par forgeage ou par fabrication additive

En dépit d'une importante utilisation des superalliages à base Nickel dans l'industrie, la réponse en dynamique rapide de ces matériaux est encore très peu documentée. De plus, beaucoup de ces alliages sont maintenant issus de la fabrication additive (FA), et les effets de la microstructure particulière associée à ces procédés sont encore largement méconnus. Dans ce contexte, nous avons étudié le comportement dynamique de deux superalliages polycristallins, le René 65 et le Waspaloy, soumis à des impacts de plaques et à des chocs laser à des pressions de choc comprises entre 5 et 20 GPa pour des vitesses de déformation très élevées de l'ordre de 10^6 s^{-1} . Quatre nuances ont été testées, une forgée et trois autres issues de la FA, par fusion sur lit de poudre (LPBF) ou par Laser Metal Deposition (LMD). Pour ces cibles FA, le choc a été appliqué soit parallèlement soit perpendiculairement à la direction de construction. Avant les essais, les microstructures de chaque nuance ont été caractérisées. On observe la précipitation durcissante γ' typique des superalliages sous plusieurs formes suivant les matériaux considérés, ainsi que la présence d'inclusions non-métalliques et de porosité. La masse volumique et les vitesses de propagation des ondes élastiques dans chaque matériau ont été mesurées. Les expériences de choc ont ensuite permis la mesure de la limite élastique d'Hugoniot (limite d'élasticité en compression) et de la résistance à l'écaillage (traction dynamique). Ces résultats ont permis d'alimenter un modèle très simple de comportement macroscopique sous choc de ces superalliages. Des analyses post-choc impliquant diverses techniques complémentaires (microscopie électronique, EBSD, microtomographie X) ont montré que l'endommagement et la rupture (principalement ductile et intragranulaire, avec aussi quelques fissures intergranulaires) dépendent des procédés de fabrication. Ainsi, les sites remarquables d'amorçage de fissures, joints de grains, précipités γ' ou pores, diffèrent selon les microstructures étudiées, elles-mêmes fortement conditionnées par ces procédés. Ces observations ont été comparées à des simulations dans un volume représentatif d'un polycristal, pour explorer qualitativement les influences de l'orientation des grains, des joints de grains et des pores sur la propagation du choc et le processus d'écaillage.

Mots clés : Alliages réfractaires-Fissuration, Choc (mécanique), Déformations (mécanique), Dynamique ultra-rapide, Forgeage, Inclusions, Joints de grains, Microstructure (physique), Nickel-Alliages, Porosité, Prototypage rapide, Mécanique de la Rupture, Choc laser, Écaillage, Fabrication additive, Dynamique rapide, Superalliages Base Nickel

Shock response of Nickel-based superalloys produced by forging or additive manufacturing

Despite the extensive use of Nickel-based superalloys in industry, the dynamic response of these materials is still poorly documented. Moreover, many of these alloys are now produced by additive manufacturing (AM), and the effects of the particular microstructure associated with these processes are still largely unknown. In this context, we studied the dynamic behaviour of two polycrystalline superalloys, René 65 and Waspaloy, subjected to plate impacts and laser shocks at loading pressures between 5 and 20 GPa for very high strain rates on the order of 10^6 s^{-1} . Four materials were tested, one forged and three others produced by AM, by Laser Powder Bed Fusion (LPBF) or by Laser Metal Deposition (LMD). For these AM targets, the shock loading was applied either parallel or perpendicular to the direction of construction. Prior to testing, the microstructures of each grade were characterised. The hardening precipitation γ' typical of superalloys is observed in several forms as well as the presence of non-metallic inclusions and porosity, depending on the materials considered. The density and elastic wave propagation velocities in each material were measured. The impact experiments then allowed the measurement of the Hugoniot elastic limit (compressive strength) and the spall strength (dynamic tension). These results were used to feed a very simple model of the macroscopic behaviour of these superalloys under impact. Post-recovery analyses involving various complementary techniques (electron microscopy, EBSD, X-ray microtomography) demonstrated that damage and fracture (mainly ductile and intragranular, with some intergranular cracks) depend on the manufacturing processes. Thus, the remarkable sites of crack initiation, grain boundaries, γ' precipitates or pores, differ according to the different microstructures, themselves strongly conditioned by these processes. These observations were compared with simulations in a representative volume of a polycrystal, to qualitatively explore the influences of grain orientation, grain boundaries and pores on the shock propagation and spall process.

Keywords: Forging, Inclusions, Grain boundaries, Microstructure, Nickel alloys, Porosity, Solid freeform fabrication, Fracture mechanics, Laser shock, Spall fracture, Additive manufacturing, Ultra-fast dynamics, Nickel based superalloys