



Université  
de Toulouse

# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Institut National Polytechnique de Toulouse (Toulouse INP)

Discipline ou spécialité :

Science et Génie des Matériaux

---

Présentée et soutenue par :

M. EMMANUEL FESSLER

le vendredi 15 décembre 2017

Titre :

Étude des interactions fatigue-fluage-environnement lors de la propagation de fissure dans l'Inconel 718 DA

---

Ecole doctorale :

Sciences de la Matière (SDM)

Unité de recherche :

Centre Inter-universitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux (CIRIMAT)

Directeur de Thèse :

M. ERIC ANDRIEU

Rapporteurs :

M. JEAN-YVES BUFFIERE, INSA LYON

M. GILBERT HENAFF, ENSMA

Membres du jury :

MME SYLVIE POMMIER, ENS PARIS-SACLAY, Présidente

M. ERIC ANDRIEU, TOULOUSE INP, Membre

MME CATHERINE MABRU, ISAE-SUPAREO, Membre

M. VINCENT BONNAND, ONERA, Membre

# Remerciements

Enfin arrivé au sommet, l'objectif est finalement atteint. Le temps de profiter de la vue en repensant à l'aventure que ce fut pour parvenir jusqu'ici et il est déjà l'heure de repartir. Mais avant de tourner définitivement la page, il est temps de remercier tous mes compagnons de cordée sans qui rien de tout cela n'aurait été possible.

Tout d'abord, je tiens à remercier les membres de mon jury. Merci à Sylvie Pommier pour avoir présidé ce jury. Merci à Gilbert Henaff et Jean-Yves Buffière pour avoir rapporté ce travail de thèse ainsi qu'à Catherine Mabru pour son implication dans ce jury. Soutenir ma thèse devant un jury tel que vous, sous le feu nourri de vos questions aura été un plaisir. Vous aurez représenté le dernier crux de cette folle ascension.

A Eric. Malgré la distance qui nous séparait, tu as toujours su te montrer disponible pour échanger sur les "dernières nouvelles du front" et les difficultés rencontrées. J'aurais énormément appris durant ces longues discussions téléphoniques le soir durant lesquelles tu as toujours apporter des éléments de réflexion nouveaux. S'il y a bien quelque chose que je retiendrais de ces années à travailler à tes côtés c'est ta conception du matériau comme étant quelque chose de "vivant". Cette vision aura apporté à ce sujet de thèse d'apparence éminemment "mécanique" un aspect métallurgique qui est à la base d'une partie de la discussion tenue dans ce manuscrit. Enfin, je retiendrais cette capacité que tu as à toujours proposer une petite expérience simple mais riche de sens pour répondre rapidement à une question d'apparence complexe. Un grand merci à toi pour tout ce que tu m'auras appris, et bien plus encore. Si ce manuscrit ne fait pas honneur à ces petites expériences, elles auront cependant occupé mes journées lors de ma venue au Toulouse. A ce sujet, je tiens à remercier toute l'équipe du Cirimat pour l'accueil voulu.

Merci également à Stéphane. C'est avec toi que cette aventure a commencé il y a bientôt cinq ans, alors que tu m'accueillais en tant que stagiaire dans l'équipe de mécanique des matériaux métalliques à *Safran Aircraft Engines*. Suite à ce stage tu m'auras fait confiance pour poursuivre l'aventure en thèse. Un grand merci pour ces années passées à travailler avec toi et ce sera avec plaisir que je continuerai à le faire pour les années à venir. En dehors de ces considérations purement professionnelles, je garderai également en tête nos escapades aux USA ou bien en Italie à gravir les clochers des cathédrales florentines, les sommets de l'Etna ou affronter des limaces de mer et autres bestioles sous-marines.

Quelques mots maintenant pour la team du labo. Un grand merci à Vincent pour m'avoir encadré au jour le jour et pour m'avoir donné ce goût à l'expérimental et bien plus encore. Merci à Didier, le maître des lieux, pour m'avoir formé au maniement des machines hydrauliques. Mais toutes ces heures sur les machines n'auraient pas été les mêmes s'il n'y avait pas eu des problèmes : explosion du drain d'huile à l'allumage d'une

machine et la pluie d'huile qui s'en suit sur le laboratoire, éponger quelques fuites d'huile cachées sous le faux plancher du laboratoire et enfin, descendre patauger dans l'eau et l'huile dans la salle des groupes hydrauliques lorsqu'ils disjonctaient faute à un défaut de refroidissement. Un dicton qui correspond particulièrement bien à toutes ces situations serait : "cent fois sur le métier remettez votre courage". Un grand merci à Xavier, voisin doctorant de bureau, qui vient compléter l'équipe du laboratoire et membre de l'équipe "le bon la brute et le truand". J'espère que le hall du laboratoire résonnera encore longtemps de nos séances impromptues de chant. Enfin, l'esprit du laboratoire tient aussi à ces moments de convivialité partagés autour de spécialités culinaires "faites labo". On retiendra en particulier ce tartare découpé au labo accompagné de ses frites à la belge, cette pierrade, cette fondue bourguignonne...après tout un thèse mérite une bonne bouffe. "Vous avez l'air d'aimer le goût du blanc, reprenez donc un coup de Chinon et goûtez moi cette farce". Bref, que perdure l'esprit du labo!

Merci également à toutes les personnes de l'ONERA que j'aurais côtoyées au jour le jour. Merci à l'équipe du laboratoire de microscopie pour votre aide sur le maniement des MEB, à nos expertes métallurgistes pour vos conseils sur la préparation des échantillons et à nos numériciens pour votre aide dès que je rencontrais des difficultés dans le maniement de ce cher *Zebulon*. Je tiens également à tous vous remercier pour votre accueil et votre bonne humeur durant ces années passées à vos côtés. Vous êtes une des raisons qui fait que je n'oublierai pas ces années passées à l'ONERA. Petite pensée enfin pour l'équipe des doctorants que je quitte mais que je n'oublierai pas non plus, les plus récents : Edi, Eva, Pierre, Anis, bon courage à vous pour la suite, et les plus "anciens" : Francesco, Amélie, Alexandre, Georges, Teddy. Petit clin d'œil à Jean-Patrick pour ces quelques jours passés ensemble à Boston et New-York.

Enfin, une pensée particulière pour mes parents et mes amis pour m'avoir soutenu durant ces années, merci!

*5 contrepèteries*

# Table des matières

<b>Remerciements.....</b>	<b>1</b>
<b>Table des matières .....</b>	<b>iii</b>
<b>Introduction.....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I Bibliographie .....</b>	<b>5</b>
<b>I.1 Métallurgie de l’Inconel 718.....</b>	<b>5</b>
I.1.1 Matrice austénitique $\gamma$ .....	5
I.1.2 Précipités $\gamma'$ .....	6
I.1.3 Précipités $\gamma''$ .....	7
I.1.4 Phase $\delta$ .....	8
I.1.5 Carbures et carbonitrides .....	9
<b>I.2 Propagation de fissure sous air dans l’Inconel 718 .....</b>	<b>9</b>
I.2.1 Effet de fréquence et de température .....	10
I.2.2 Propagation en fatigue-fluage .....	11
I.2.3 Effet de la microstructure .....	16
<b>I.3 Effet de l’environnement .....</b>	<b>19</b>
I.3.1 Mécanisme d’oxydation et mode de rupture.....	19
I.3.2 Effet de l’environnement en fissuration.....	23
I.3.3 Couplage mécanique-environnement en fissuration .....	25
<b>I.4 Effet du comportement mécanique local.....</b>	<b>26</b>
I.4.1 Mécanismes de déformation dans l’Inconel 718.....	27
I.4.2 Lien modes de déformation – rupture .....	28
<b>I.5 Conclusions du chapitre .....</b>	<b>29</b>
<b>Chapitre II Matériau et procédures .....</b>	<b>33</b>
<b>II.1 Matériau de l’étude, l’Inconel 718 DA .....</b>	<b>33</b>
II.1.1 Elaboration de la matière.....	33
II.1.2 Mise en forme et traitement thermique .....	34
II.1.3 Microstructure de l’Inconel 718 DA.....	34

II.1.4	Propriétés mécaniques élémentaires de l'Inconel 718 DA .....	36
<b>II.2</b>	<b>Géométries d'éprouvettes, prélèvement et contextualisation .....</b>	<b>38</b>
II.2.1	Prélèvement et usinage des éprouvettes .....	38
II.2.2	Eprouvettes SEN et KBr, contextualisation et spécificités .....	39
<b>II.3</b>	<b>Procédure standard d'essais de fissuration par fatigue .....</b>	<b>41</b>
II.3.1	Bancs d'essais utilisés et spécificités du chauffage .....	41
II.3.2	Suivi électrique de fissure .....	42
II.3.3	Déroulement d'un essai de fissuration par fatigue .....	44
<b>II.4</b>	<b>Développements autour de la méthode électrique et dépouillement.....</b>	<b>45</b>
II.4.1	Amélioration de la méthode en fatigue-fluage.....	45
II.4.2	Méthodologie de recalage .....	47
<b>II.5</b>	<b>Essais de propagation spécifiques.....</b>	<b>48</b>
II.5.1	Fissuration par fluage.....	48
II.5.2	Pilotage à $K_{max}$ constant.....	49
II.5.3	Essais de recherche de seuil en fatigue-fluage.....	50
<b>II.6</b>	<b>Outils et méthodes numériques .....</b>	<b>51</b>
II.6.1	L'outil <i>Zcracks</i> , fissuration 3D et calcul de $K_I$ .....	51
II.6.2	Calibration numérique de la méthode du potentiel électrique .....	53
II.6.3	Essais numériques de fissuration par fatigue .....	55
<b>II.7</b>	<b>Conclusions du chapitre .....</b>	<b>56</b>
<b>Chapitre III</b>	<b>Fissuration par fatigue et fatigue-fluage sous air .....</b>	<b>59</b>
<b>III.1</b>	<b>Prélude aux effets de géométrie.....</b>	<b>59</b>
<b>III.2</b>	<b>Analyse macroscopique : vitesses de propagation .....</b>	<b>62</b>
III.2.1	Effet de la fréquence.....	62
III.2.2	Effet du temps de maintien .....	66
III.2.3	Mise en évidence de l'interaction fatigue-fluage.....	68
<b>III.3</b>	<b>Analyse microscopique : modes de rupture.....</b>	<b>76</b>
III.3.1	Fatigue dans le régime de Paris .....	76
III.3.2	Fatigue-fluage dans le régime de Paris .....	79
III.3.3	Fatigue-fluage dans le régime des faibles $\Delta K$ .....	80
III.3.4	Bilan sur les modes de rupture .....	83
<b>III.4</b>	<b>Vers une échelle mésoscopique : faciès de rupture.....</b>	<b>83</b>
<b>III.5</b>	<b>Conclusions du chapitre .....</b>	<b>90</b>
<b>Chapitre IV</b>	<b>Approche géométrique en fatigue-fluage .....</b>	<b>93</b>
<b>IV.1</b>	<b>Approche statique : effet de la morphologie du front.....</b>	<b>93</b>
IV.1.1	Effet de la courbure .....	93
IV.1.2	Effet de la tortuosité.....	95

IV.1.3	Bilan des effets géométriques sur la calibration de la méthode électrique.	97
<b>IV.2</b>	<b>Approche dynamique : effet de l'évolution de la morphologie du front</b>	<b>98</b>
IV.2.1	Essais numériques sur front expérimentaux courbes .....	98
IV.2.2	Essais numériques sur fronts tortueux.....	101
<b>IV.3</b>	<b>Scénario d'évolution du front de fissure en fatigue-fluage.....</b>	<b>105</b>
IV.3.1	Retour sur les faciès de rupture observés et proposition du scénario.....	105
IV.3.2	Simulation et validation du mécanisme proposé.....	105
IV.3.3	Limites du scénario d'évolution du front de fissure .....	109
<b>IV.4</b>	<b>Conclusions du chapitre .....</b>	<b>111</b>
<b>Chapitre V Effets de l'environnement.....</b>		<b>113</b>
<b>V.1</b>	<b>Impact sur le comportement en fissuration .....</b>	<b>113</b>
V.1.1	Echelle macroscopique : vitesses de propagation.....	113
V.1.2	Echelle mésoscopique : faciès de rupture.....	116
V.1.3	Echelle microscopique : mode de rupture.....	119
V.1.4	Synthèse sur le comportement en propagation sous vide .....	122
<b>V.2</b>	<b>Lien mécanisme d'oxydation et mode de rupture .....</b>	<b>122</b>
V.2.1	Extraction par FIB de lames minces.....	122
V.2.2	Caractérisation par MET des oxydes en présence.....	124
V.2.3	Synthèse sur les caractérisations des oxydes .....	130
<b>V.3</b>	<b>Conclusions du chapitre .....</b>	<b>131</b>
<b>Chapitre VI Propagation sous chargement complexe.....</b>		<b>135</b>
<b>VI.1</b>	<b>Effet de la vitesse de mise en charge en fatigue.....</b>	<b>135</b>
VI.1.1	Formes des cycles asymétriques.....	135
VI.1.2	Vitesses de propagation.....	136
VI.1.3	Mode de rupture.....	137
VI.1.4	Faciès de rupture.....	138
<b>VI.2</b>	<b>Effet de la vitesse de mise en charge en fatigue-fluage .....</b>	<b>139</b>
VI.2.1	Vitesses de propagation.....	139
VI.2.2	Mode de rupture .....	140
VI.2.3	Faciès de rupture.....	141
<b>VI.3</b>	<b>Effet de surcharge en fatigue-fluage .....</b>	<b>142</b>
VI.3.1	Formes de cycles investiguées .....	142
VI.3.2	Vitesses de propagation sous chargement complexe.....	144
VI.3.3	Modes de rupture .....	151
VI.3.4	Faciès de rupture.....	153
<b>VI.4</b>	<b>Conclusions du chapitre .....</b>	<b>154</b>

<b>Chapitre VII Discussion.....</b>	<b>159</b>
<b>VII.1 Conditions d'annulation de la rupture intergranulaire .....</b>	<b>159</b>
VII.1.1 Concept de ténacité des joints de grains.....	159
VII.1.2 Retour sur les transitions intergranulaire-transgranulaire.....	161
VII.1.3 Simulation numérique des champs mécaniques en pointe de fissure .....	162
VII.1.4 Relation comportement mécanique – mode de rupture .....	170
<b>VII.2 Origine des morphologies de fissure observées en fatigue-fluage .....</b>	<b>173</b>
VII.2.1 Le fluage, initiateur de la courbure et la tortuosité.....	173
VII.2.2 Mécanismes possibles à l'origine de la courbure .....	173
VII.2.3 Mécanismes possible à l'origine de la tortuosité.....	178
<b>VII.3 Conclusions du chapitre .....</b>	<b>181</b>
<b>Conclusions et perspectives.....</b>	<b>183</b>
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>189</b>

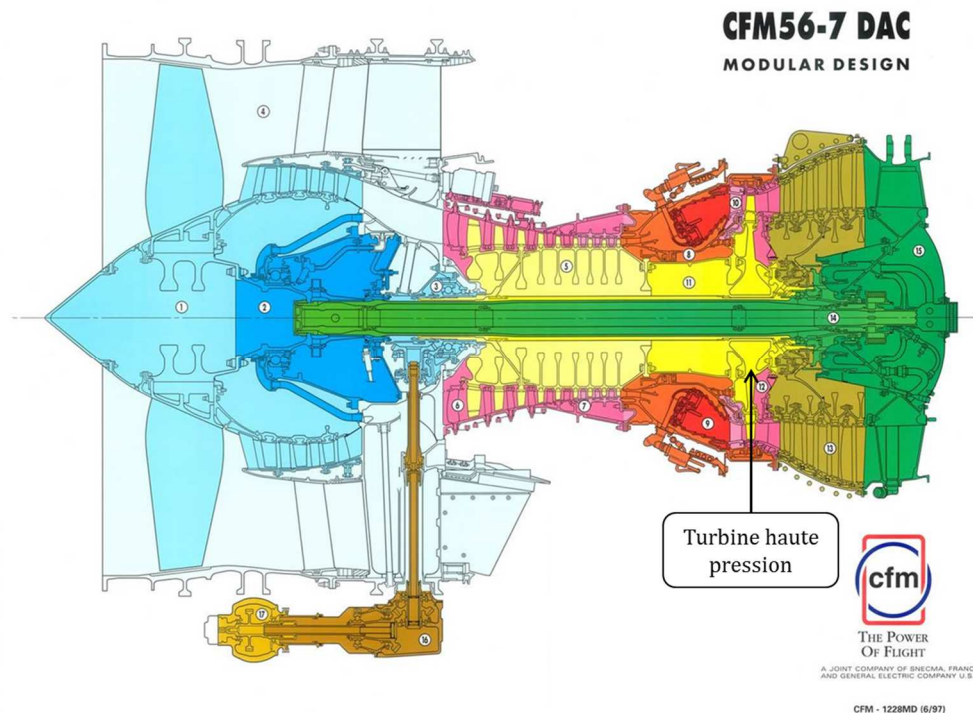






# Introduction

La propulsion des avions modernes est assurée par des turboréacteurs. Il s'agit d'ensembles mécaniques complexes, dont l'architecture moderne est dite « double flux, double corps » (Figure 1). La soufflante aspire l'air en avant du moteur et l'accélère. Une partie est directement éjectée à l'arrière du réacteur, produisant l'essentiel de la poussée. Ce flux d'air froid est appelé « flux secondaire ». La partie restante de l'air constitue le flux primaire. Ce flux traverse les différents étages du compresseur avant d'arriver à la chambre de combustion. Après la combustion, l'air se détend à travers la turbine qu'il entraîne alors. La turbine, haute puis basse pression entraîne à son tour le compresseur et la soufflante.



**Figure 1 : Schéma d'un turboréacteur de construction CFM**

Les turboréacteurs comportent des pièces dites critiques telles que les disques de turbine. La rupture de ces pièces en service est inadmissible car les débris générés en cas de rupture ne peuvent être contenus par le carter du moteur. La propagation d'une fissure est un des mécanismes pouvant mener à la rupture de la pièce. Aussi, le dimensionnement de ces pièces nécessite de déterminer leur durée de vie en propagation de fissure par fatigue par des approches telles que la tolérance au dommage. Ceci se fait traditionnellement en considérant de simples cycles de chargement sinusoïdaux. En service, le cycle de chargement subi par les pièces

correspond à la séquence « décollage, croisière, atterrissage ». Le régime de croisière représentant un temps de maintien à effort constant. Sous l'action des forces centrifuges (vitesse de rotation des disques de l'ordre de 10.000 tour/min), les contraintes peuvent dépasser localement les 800MPa. Situé juste derrière la chambre de combustion, le disque de turbine haute pression peut être exposé à des températures allant jusqu'à 600°C environ. C'est afin de se rapprocher de ces conditions de sollicitation sévères que cette étude s'intéressera à la propagation de fissure en fatigue-fluage.

Les disques de turbine haute pression sont élaborés en Inconel 718 DA (« *Direct Aged* »), matériau de l'étude. Ce superalliage base nickel présente une très bonne résistance à l'oxydation, à la corrosion ainsi qu'une bonne tenue mécanique jusqu'à 650°C. Le comportement mécanique de cet alliage a été largement étudié.

Concernant la propagation de fissure, des études pionnières telles que celles de Pédrón, Chassaigne ou encore Ponnelle montrent que le comportement en fissuration de l'Inconel 718 est particulièrement sensible à l'application de cycles de fatigue-fluage à des températures de l'ordre de 550°C et 650°C. Dans ces conditions, la propagation de fissure est assistée par l'aspect cyclique du chargement (fatigue) et le temps de maintien à effort maximal (fluage). L'effet endommageant de l'environnement à ces températures est également très présent et contribue à la propagation. Ces différentes contributions sont bien évidemment couplées.

Les mécanismes de propagation en présence d'interactions fatigue-fluage-environnement ne sont toujours pas pleinement compris, bien qu'ils aient fait l'objet de nombreuses études. La modélisation de la propagation de fissure en fatigue-fluage se fait usuellement en sommant une contribution de fatigue et de fluage. Faute de données expérimentales, la répartition de ces contributions est basée sur des hypothèses fortes. De plus, les modèles ne prennent généralement en compte ni l'effet de l'environnement, ni les interactions entre la fatigue, le fluage et l'environnement. Les modèles établis permettent toutefois de calculer des durées de vie en propagation par fatigue-fluage, mais celles-ci sont souvent fortement conservatives.

Cette étude se propose donc de caractériser les interactions fatigue-fluage-environnement lors de la propagation de fissure dans l'Inconel 718 DA. Les différentes études recensées dans la littérature abordent souvent la problématique à une échelle macroscopique (les vitesses de propagation) et/ou à une échelle microscopique (à laquelle agissent les effets de l'environnement). Aussi, la propagation sera ici caractérisée de l'échelle macroscopique à microscopique. Le point focal de cette étude portera sur une échelle intermédiaire afin d'établir un lien plus évident entre le macroscopique et le microscopique.

Ce manuscrit est structuré de la façon suivante :

Tout d'abord, l'étude bibliographique qui suit, présente la métallurgie générale de l'Inconel 718. Ensuite, les différents paramètres mécaniques et environnementaux connus, qui influent la propagation de fissure à haute température sont évoqués. Bien qu'orientée sur l'Inconel 718, cette revue bibliographique intègre des résultats obtenus sur d'autres superalliages base nickel.

Dans un deuxième temps, les spécificités métallurgiques du matériau de l'étude, en lien avec son élaboration, sont présentées, ainsi que ses propriétés mécaniques élémentaires. Puis, les outils expérimentaux et numériques mis en place afin de parvenir aux objectifs de la thèse sont introduits.

Il s'en suit une présentation et une analyse détaillée des résultats collectés. Dans un premier temps, nous nous concentrerons sur des chargements de fatigue pure et de fatigue-fluage, à 550°C essentiellement, et 650°C. Les essais réalisés sont caractérisés expérimentalement et numériquement, de l'échelle des vitesses de propagation à l'analyse *post-mortem* des mécanismes d'oxydation. Un cheminement d'analyse liant les différentes échelles est ainsi mis en œuvre. Ce schéma d'analyse est ensuite transposé à l'analyse de chargements plus complexes qui intègrent des temps de maintien et des surcharges. Ces essais sous chargements complexes révéleront un certain nombre de mécanismes qui serviront à alimenter la discussion qui suivra.

Une réflexion est enfin menée, aboutissant à la proposition d'un scénario de propagation et sa justification, valable pour les nombreuses conditions d'essais testées durant l'étude. Le manuscrit se termine par une conclusion ainsi que les perspectives associées à cette étude, notamment des propositions de méthodes numériques permettant une simulation 3D de la propagation de fissure en fatigue-fluage, aspect crucial dans ces conditions.



# Chapitre I Bibliographie

## I.1 Métallurgie de l'Inconel 718

Les superalliages constituent une famille d'alliages métalliques développés afin de garantir de bonnes propriétés mécaniques à haute température ainsi qu'une bonne tenue à l'oxydation et à la corrosion. L'industrie naissante des turbines aéronautiques au début de la seconde guerre mondiale a constitué un tournant important dans l'histoire des superalliages. Les années d'après-guerre se sont révélées être un véritable âge d'or pour le développement de ces matériaux avec la mise sur le marché de nombreux alliages dont certains, tels que l'Inconel 718, sont toujours largement utilisés aujourd'hui.

L'inconel 718, alliage de cette étude, est un superalliage base nickel-fer polycristallin développé dans les années cinquante par Eiselstein [1]. De nombreuses études ont depuis permis d'optimiser sa composition chimique et les traitements thermomécaniques à lui appliquer afin d'en contrôler la microstructure en fonction des propriétés mécaniques recherchées. Sa composition est donnée au Tableau I-1. Ses bonnes propriétés mécaniques (limite élastique et contrainte à rupture notamment) jusqu'à 650°C, sa tenue à la corrosion et à l'oxydation ainsi que son faible coût en font le superalliage le plus utilisé. En effet, il représente environ 70% de la consommation mondiale en superalliages. Dans l'industrie aéronautique, son principal consommateur, il est notamment utilisé pour la fabrication des disques des compresseurs haute pression et des turbines.

%massique	Ni	Fe	Cr	Nb + Ta	Mo	Ti	Al
Min - max	50 - 55	17 - 21	Balance	4,75 - 5,5	2,8 - 3,3	0,65 - 1,15	0,2 - 0,8

%massique	Co	Mn	Si	Cu	C	P	S	B
Max	1	0,35	0,35	0,3	0,08	0,015	0,015	0,006

Tableau I-1 : Composition de l'Inconel 718 donnée par la société *SpecialMetals*

### I.1.1 Matrice austénitique $\gamma$

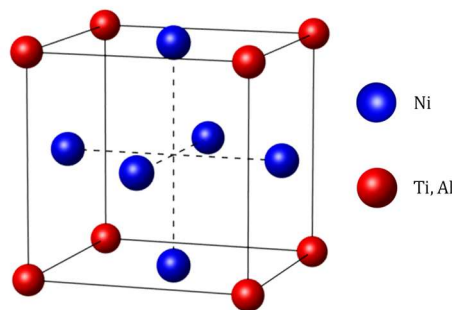
L'Inconel 718 est constitué d'une matrice austénitique  $\gamma$ , solution solide désordonnée de structure CFC. À la température ambiante, le paramètre de maille du nickel pur est  $a_{\gamma}=3.52\text{\AA}$  [2]. Dans l'Inconel 718, la présence d'éléments d'alliage (voir

Tableau I-1) tels que Fe, Cr, Mo et Nb, entraîne une distorsion de la maille cristalline [3]. Le paramètre de maille moyen, selon la composition, vaut alors  $a_{\gamma}=3.61\text{\AA}$  [4], ce qui peut être associé à une expansion isotrope moyenne de l'ordre de 2.5%. À l'échelle des dislocations, les mailles ne sont plus rigoureusement cubiques et cette distorsion du réseau cristallin entraîne un durcissement par solution solide de la matrice  $\gamma$ .

Ce durcissement par solution solide est complété par un durcissement structural, essentiellement responsable des bonnes propriétés mécaniques de l'Inconel 718. Ce durcissement structural est assuré par la présence des phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$ , précipités intermétalliques dont la précipitation est rendue possible par la présence d'éléments d'alliage tels que Nb, Ti, Al et Ta, en sursaturation dans la matrice austénitique.

### I.1.2 Précipités $\gamma'$

La phase  $\gamma'$  est présente dans la plupart des superalliages monocristallins et polycristallins et contribue à leur durcissement structural. Elle présente une structure cubique simple de type  $L1_2$  (voir Figure I-1) et son paramètre de maille  $a_{\gamma'}=3.59\text{\AA}$ , proche de celui de la matrice  $\gamma$ , la rend cohérente avec celle-ci. Cet écart paramétrique avec la matrice est un paramètre important pour la stabilité morphologique à haute température de la phase  $\gamma'$  lorsque l'alliage est sollicité mécaniquement. La formule chimique générale de la phase  $\gamma'$  est  $Ni_3(Ti, Al, Nb)$ . La solubilité du niobium dans cette phase étant faible, il y est présent en faible proportion, se substituant ponctuellement à l'aluminium [5].



---

Figure I-1 : Structure  $L1_2$  de la phase  $\gamma'$  de formule  $Ni(Ti,Al)$

---

Selon la composition de l'alliage et l'état de déformation, cette phase précipite à une température de l'ordre de  $650^{\circ}\text{C}$  [6]. Les précipités  $\gamma'$  se présentent sous forme sphéroïdale, cuboïdale, voire sous une forme coalescée en radeaux [7]. Dans le cas de l'Inconel 718 ayant subi un traitement de vieillissement aéronautique standard, ces précipités  $\gamma'$  se présentent sous forme sphérique avec un diamètre moyen de 20 à 60nm [8]. Leur fraction massique est de l'ordre 2.4% [9].

L'écart paramétrique entre la matrice  $\gamma$  et les précipités  $\gamma'$  conduit à une déformation locale pouvant être accommodée élastiquement ou par la formation d'un réseau de dislocations géométriquement nécessaires dont le champ de contrainte induit perturbe la mobilité des dislocations au voisinage des précipités  $\gamma'$ . De plus, le cisaillement de ces précipités par une dislocation nécessite sa dissociation en une paire

de dislocations partielles. Ceci conduit donc à une augmentation de la contrainte critique de cisaillement des précipités  $\gamma'$  et contribue donc au durcissement de l'alliage. Dans l'Inconel 718, la contribution des précipités  $\gamma'$  au durcissement structural n'est que de 10 à 20% [3]. L'essentiel du durcissement structural est assuré par la présence des précipités  $\gamma''$ .

### I.1.3 Précipités $\gamma''$

La phase  $\gamma''$  précipite selon une structure quadratique centrée (voir Figure I-2 ) de type  $DO_{22}$  [10], à une température de l'ordre de 650°C [Niang 2010]. À température ambiante ses paramètres de maille sont  $a_{\gamma''}=3.59\text{\AA}$  et  $c_{\gamma''}=7.40\text{\AA}$  [11]. Les précipités  $\gamma''$  ont pour formule chimique  $Ni_3Nb$  mais le niobium peut occasionnellement être substitué par Ti, Al ou Ta, ces éléments étant plus solubles dans la phase  $\gamma''$  que dans la matrice  $\gamma$ . Semi-cohérente avec la matrice, la phase  $\gamma''$  précipite sous forme lenticulaire avec un rayon de 150 à 200nm et une épaisseur de 5 à 15nm [8]. Les relations d'épitaxie entre la phase  $\gamma''$  et la matrice  $\gamma$  sont les suivantes :  $(111)_{\gamma} // (111)_{\gamma''}$ ,  $(-110)_{\gamma} // (-110)_{\gamma''}$ ,  $(001)_{\gamma} // (001)_{\gamma''}$  et  $(100)_{\gamma} // (100)_{\gamma''}$  [6]. Les précipités  $\gamma''$  peuvent donc se présenter selon trois variants, illustrés en Figure I-3.

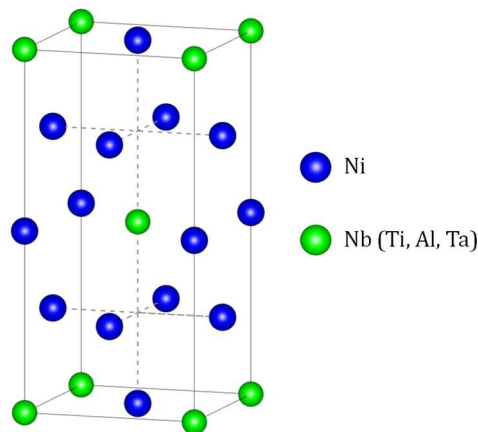


Figure I-2 : Structure  $DO_{22}$  de la phase  $\gamma''$  de formule  $Ni_3Nb$

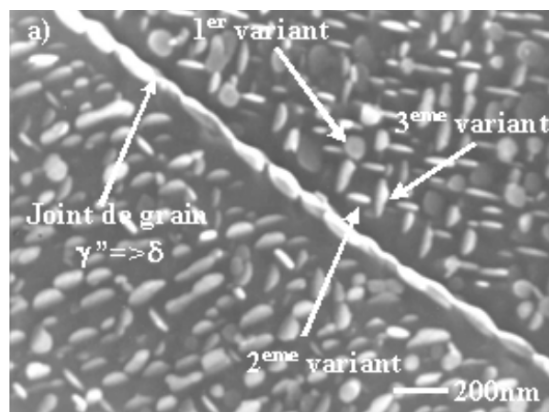


Figure I-3 : Présentation des 3 variants des précipités  $\gamma''$  dans l'Inconel 718 [12]



Les précipités  $\gamma''$  constituent la principale phase durcissante de l'Inconel 718 et contribuent à hauteur 80 à 90% au durcissement structural total de l'alliage. Selon les traitements thermiques utilisés, leur fraction volumique peut atteindre 10 à 15% [13]. Les mécanismes de durcissement sont similaires à ceux rencontrés pour les précipités  $\gamma'$  à ceci près que le cisaillement d'un précipité  $\gamma''$  par une dislocation parfaite nécessite sa dissociation en un quadruplet de dislocations, induisant donc une plus forte densité de dislocations et donc, un durcissement plus efficace.

La phase  $\gamma''$  est cependant métastable [14]. En effet, dès 750°C, des vieillissements prolongés auront pour effet la coalescence des précipités  $\gamma''$ , voire leur transformation en phase  $\delta$ . Cette température dépend du niveau d'érouissage, des précipités  $\gamma''$  fortement cisailés constituant des sites favorables pour la germination de la phase  $\delta$  [15].

### I.1.4 Phase $\delta$

La phase  $\delta$  précipite selon une structure orthorhombique de type  $DO_a$  [13] dont les paramètres de maille sont  $a_\delta=5.14\text{\AA}$ ,  $b_\delta=4.23\text{\AA}$  et  $c_\delta=7.40\text{\AA}$  [4]. Elle est semi cohérente ou non avec la matrice. Sa formule chimique est  $Ni_3Nb$ , identique à celle de la phase  $\gamma''$  dont elle est la version thermodynamiquement stable.

Cette phase est largement présente en position intergranulaire mais également à l'intérieur des grains. Elle précipite à partir de précipités  $\gamma''$  [15] [16] mais peut également se former dans des zones de la matrice saturées en niobium [6]. Plusieurs morphologies de phase  $\delta$  peuvent être distinguées selon la température à laquelle elle se forme. À haute température, lors d'un traitement d'hypertrempe entre 900°C et le solvus  $\delta$ , la phase  $\delta$  se caractérise par une morphologie globulaire en position essentiellement intergranulaire [17]. Formée à des températures plus basses, comprises entre 600°C et 900°C, elle présente une morphologie aciculaire [18]. Les aiguilles se forment au niveau des joints de grains et s'étendent dans un grain adjacent le long des plans denses de la matrice  $\gamma$ . Ces deux morphologies sont illustrées en Figure I-4a.

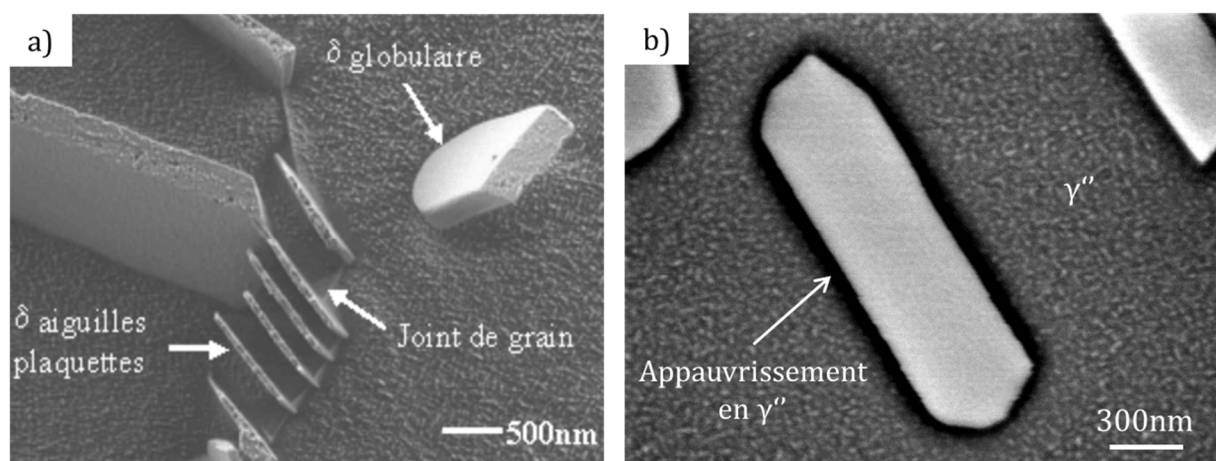


Figure I-4 : a) Différentes morphologies de phase  $\delta$  [19], b) appauvrissement en précipités  $\gamma''$  aux alentours d'un globule  $\delta$

Suivant l'histoire thermique du matériau, la fraction surfacique de phase  $\delta$  peut atteindre 5% [20]. Son rôle dans le durcissement structural de l'Inconel 718 est marginal face à celui assuré par les précipités  $\gamma''$  et  $\gamma'$ . En position intergranulaire, la phase  $\delta$  permet un ancrage mécanique des joints de grains, limitant ainsi leur croissance durant les étapes de forgeage. Par ce mécanisme, la phase  $\delta$  a donc un rôle indirect sur le durcissement de l'alliage. Sa présence aux joints de grains limite également leur glissement, améliorant ainsi la tenue en fluage de l'alliage [21]. La phase  $\delta$  étant la version stable de la phase  $\gamma''$ , elle se forme au détriment de cette dernière. Les précipités  $\delta$  sont donc entourés d'une zone appauvrie en précipités  $\gamma''$  (Figure I-4b) conduisant à des variations locales de propriétés mécaniques. Enfin, la phase  $\delta$  augmente légèrement la ductilité de l'Inconel 718, rendant sa mise en forme plus simple.

### **I.1.5 Carbures et carbonitrures**

Si la teneur en carbone dans l'Inconel 718 est faible (voir Tableau I-1), elle permet néanmoins la formation de carbures de différentes natures. Les carbures primaires se forment lors de la solidification aux alentours de 1250°C, dans les espaces inter-dendritiques. Ils peuvent co-précipiter avec des nitrures de titane créant ainsi des carbonitrures. Les carbures secondaires se forment à plus basse température et peuvent apparaître lors de traitements thermiques très particuliers.

En position intergranulaire, les carbures vont, à l'instar des précipités  $\delta$ , permettre d'ancrer les joints de grains et limiter leur grossissement au cours des étapes de forgeage. En revanche, s'ils sont présents en trop grande quantité, ils sont néfastes pour la tenue mécanique de l'alliage. En particulier, lorsqu'ils sont alignés, ils forment un chemin de propagation privilégié pour les fissures [22]. Ils sont également néfastes de façon isolée au niveau des joints de grains ou en proche surface pour la tenue à l'amorçage de fissures en fatigue et donc la durée de vie en fatigue [23] [24]. La faible ductilité des carbures et les incompatibilités élastiques avec les grains voisins contribuent à générer des concentrations de contrainte importantes au niveau des carbures. De plus, leur oxydation engendre une expansion volumique, de l'ordre d'un facteur deux, créant elle aussi des concentrations de contrainte suffisamment importantes pour entraîner une plastification locale. Ces effets sont d'autant plus importants que la taille des carbures est importante [25] et sont rédhibitoires notamment pour le comportement en fatigue.

## **I.2 Propagation de fissure sous air dans l'Inconel 718**

L'objectif de cette partie est de poser les bases bibliographiques nécessaires à l'étude de la propagation de fissure à haute température dans l'Inconel 718. Etant le superalliage base nickel le plus répandu, il a fait l'objet de nombreuses études. Celles-ci se sont intéressées à l'effet de différents cycles de chargement : des cycles de fatigue, sinusoïdaux ou triangulaires, sur une large gamme de fréquences, ainsi que des cycles trapézoïdaux, présentant un temps de maintien à effort maximal. Ces derniers sont plus représentatifs des conditions rencontrées en service par les pièces.

Les facteurs influençant la propagation sous air sont ici présentés. Ils seront distingués selon qu'il s'agisse de paramètres tenant au cycle de chargement considéré ou bien de paramètres liés au matériau lui-même. Les paramètres du cycle de chargement ici considérés sont la température, la fréquence du cycle et l'application d'un temps de maintien à charge maximale. Les paramètres en lien avec le matériau sont la morphologie et la taille des grains ainsi que la taille et la répartition des précipités durcissants. Ces paramètres ont également un effet sur le comportement mécanique de l'alliage. Essentiellement centrées sur l'Inconel 718, les données relevées seront complétées par des références montrant que les mécanismes mis en évidence sont communs à de nombreux superalliages base nickel.

### I.2.1 Effet de fréquence et de température

Pour un niveau de chargement  $K_{max}$  fixé, la vitesse de propagation de fissure est dépendante de la fréquence et de la température. Selon ces deux paramètres, trois régimes de propagation peuvent être définis (voir Figure I-5).

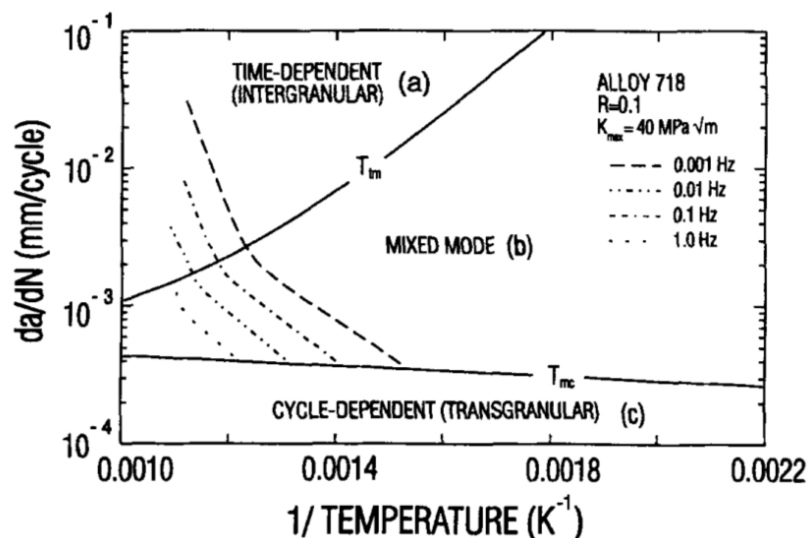


Figure I-5: Effet de la fréquence et de la température sur les vitesses de propagation dans l'Inconel 718. Définition des régimes de propagation dépendant du temps et dépendant du cycle [26]

Pour les plus fortes fréquences et les plus basses températures, les vitesses de propagation sont relativement faibles et la rupture est transgranulaire [27] [28] [29]. Les vitesses sont indépendantes de la fréquence du cycle et ne dépendent que du niveau de chargement  $\Delta K$  appliqué. Ce régime de propagation est appelé « dépendant du cycle » (domaine « C » en Figure I-5). Lorsque la fréquence est suffisamment élevée, la sensibilité de la vitesse de propagation à la température est faible (Figure I-6). La réciproque est également vraie. Il y a donc synergie entre fréquence et température. Dans ce régime dépendant du cycle, les faibles variations des vitesses de propagation avec la température peuvent s'expliquer par la diminution du module d'Young et l'état de déformation plastique en pointe de fissure [30]. Enfin, à température ambiante, aucun effet de fréquence n'est identifiable [31].

Aux plus faibles fréquences et aux plus hautes températures, des vitesses de propagation élevées sont mesurées, associées à une rupture intergranulaire [29] [32]. Il s'agit du régime dépendant du temps (domaine « A » en Figure I-5). En effet, dans ce régime les vitesses de propagation sont fortement dépendantes de la fréquence du cycle, et donc du temps passé à un niveau de chargement élevé. Cette dépendance à la fréquence est d'autant plus importante à haute température (Figure I-6).

Enfin, il existe un régime mixte (domaine « B » Figure I-5) pour les vitesses de propagation intermédiaires. Le mode de rupture est mixte, associant rupture intergranulaire et rupture transgranulaire. La proportion de rupture intergranulaire est d'autant plus importante que la température est élevée ou que la fréquence est faible. Il est toutefois possible de définir une fréquence de transition entre le régime dépendant du temps et du cycle. Cette fréquence de transition augmente avec la température. Inversement, la température de transition entre les deux régimes est d'autant plus élevée que ne l'est la fréquence.

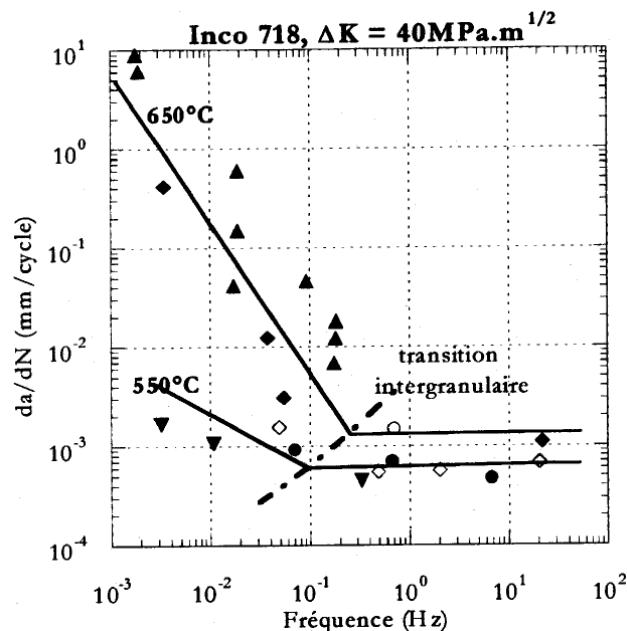


Figure I-6 : transition du mode de rupture selon la fréquence et la température [29]

La dépendance des vitesses de propagation à la fréquence de chargement est associée à un effet de la vitesse de déformation en pointe de fissure et à l'homogénéité de la déformation plastique le long du front de fissure. Ceci sera discuté en détails au chapitre I.4.1).

## I.2.2 Propagation en fatigue-fluage

Afin d'être le plus représentatif possible des conditions rencontrées en service par les pièces, la propagation de fissure est également étudiée avec des cycles trapézoïdaux, présentant un temps de maintien (TM) à charge maximale. On parle également de fatigue-fluage. Ces cycles se veulent représentatifs du régime de croisière d'un turboréacteur. Dans ces conditions, la propagation de fissure est assistée par

l'aspect cyclique du chargement (fatigue), le maintien à effort maximal (fluage), les effets de l'environnement, ainsi que les interactions entre ces trois contributions.

De nombreux auteurs ont étudié la propagation de fissure en fatigue-fluage à haute température et ce, sur une large gamme de temps de maintien : des durées courtes, inférieures à la minute [32] [33] [34], des temps intermédiaires de 5min à 1h [19] [29] [35], jusqu'aux durées les plus longues allant jusqu'à 6h [36]. Il est largement admis que l'ajout d'un maintien à effort maximal dans un cycle de fatigue conduit à une augmentation des vitesses de propagation de fissure dans l'Inconel 718 et de nombreux autres superalliages base nickel [37] [38].

L'effet du temps de maintien superposé à un cycle de fatigue à 0.5Hz (1s de charge et de décharge) est illustré en Figure I-7. Pour un maintien de 6h, les vitesses de propagation sont jusqu'à trois ordres de grandeur supérieures à celles obtenues avec le cycle de fatigue à 0.5Hz. Pour tous les temps de maintien testés, les auteurs observent une rupture intergranulaire alors qu'elle est transgranulaire en fatigue à 0.5Hz [39].

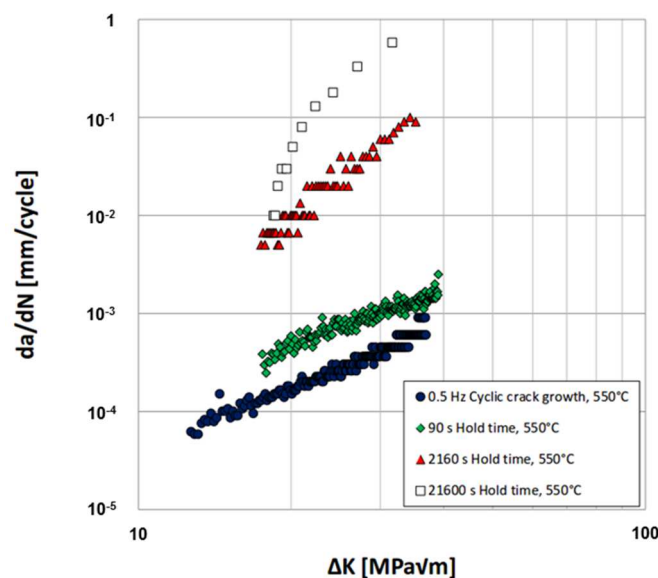


Figure I-7 : Effet de la durée du temps de maintien à 550°C dans l'Inconel 718 pour un cycle de forme 1s-TM-1s [36]

L'effet du temps de maintien est d'autant plus important que la température est élevée [40]. Si la température n'est pas suffisamment élevée, le temps de maintien peut n'avoir aucun effet [41] [42]. En effet, les auteurs rapportent qu'un temps de maintien d'une minute à 425°C n'a aucun effet sur les vitesses de propagation comparativement au cycle de fatigue pure (voir Figure I-8). À 550°C, un effet du temps de maintien n'est observé qu'à faible  $\Delta K$ . Cet effet disparaît à plus fort  $\Delta K$ . En revanche, la comparaison avec les données de Gustafsson (voir Figure I-7) tend à montrer que ceci n'est vrai que pour des temps de maintien courts. Enfin, à 650°C une forte augmentation des vitesses est observée sur toute la plage en  $\Delta K$ . Les auteurs expliquent l'absence d'effet du temps de maintien à 425°C par le fait qu'à cette température, en fatigue pure, la propagation est en régime dépendant du cycle. Toutefois, ils ne précisent pas la fréquence du cycle de fatigue.

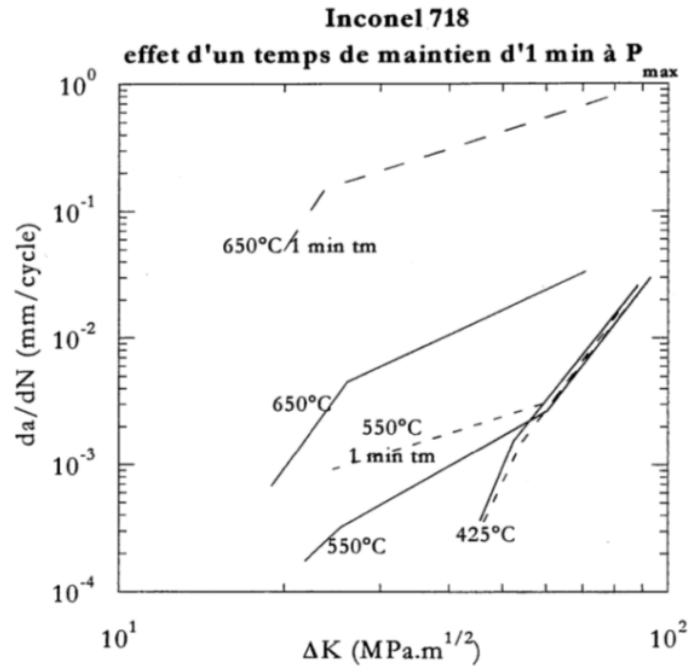


Figure I-8 : Effet d'un temps de maintien à effort maximal à différentes températures dans l'Inconel 718 [42]

La vitesse de mise en charge lors d'un cycle de fatigue fluage est cependant un paramètre à ne pas négliger. En fatigue pure, il a été montré au paragraphe I.2.1 que la fréquence du cycle influe sur les vitesses de propagation, notamment dans le régime dépendant du temps. L'effet de la vitesse de mise en charge a été étudié en fatigue-fluage [34]. Dans cette étude des essais ont été réalisés avec des cycles présentant un maintien de 30s à effort maximal. Des rampes de 5s et 17.5s, linéaires et paraboliques, ont été appliquées. Ces durées de rampes correspondent à des fréquences de 0.1Hz et  $\sim 0.05\text{Hz}$ , respectivement. À 650°C, ces fréquences correspondent au régime dépendant du temps (Figure I-6).

Pour ces deux vitesses de rampes et un maintien de 30s à charge maximale, un effet du temps de maintien est bien visible par rapport à la fatigue à 2Hz et de la rupture intergranulaire est observée. De plus, pour un maintien de 30s, les rampes de 17.5s conduisent à des vitesses de propagation plus élevées que les rampes de 5s (voir Figure I-9). Les auteurs montrent ainsi l'importance de la vitesse des rampes lors d'un cycle de fatigue-fluage pour des temps de maintien toutefois courts. L'effet du temps de maintien peut donc être conditionné par la vitesse de mise en charge et donc, la vitesse de déformation en pointe de fissure avant le maintien à effort maximal.

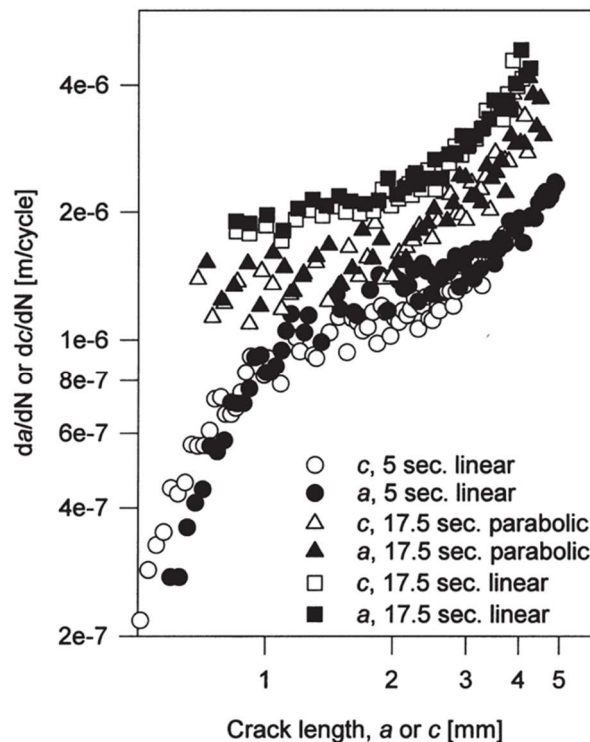


Figure I-9 : Effet de la vitesse de rampe en fatigue-fluage (TM=30s) à 600°C dans l'Inconel 718 [34]

Ces travaux sont à mettre en parallèle de ceux menés par Clavel sur l'effet de la forme du cycle. Dans cette étude [32], les auteurs réalisent des essais à 550°C pour trois formes de cycles (voir Figure I-10a) : des cycles en créneaux avec 10s de maintien à charge maximale et minimale et des rampes de 0.25s (cycle 1), des cycles de fatigue pure à 2Hz (cycle 3) présentant les mêmes vitesses de rampes que le cycle 1 et enfin, des cycles de fatigue pure de fréquence identique aux cycles en créneaux, soit ~0.05Hz (cycle 2). Si la diminution de la fréquence des cycles de fatigue pure de 2Hz à 0.05Hz (cycles 3 et 2, respectivement) conduit bien à une augmentation des vitesses de propagation, l'application d'un maintien de 10s à charge maximale n'augmente pas significativement les vitesses comparativement au cycle de fatigue pure à vitesses de rampes identiques (comparer cycle 1 et 3). Pour les cycles 2 et 3 la rupture est essentiellement transgranulaire, voire mixte, tandis qu'elle est intergranulaire pour le cycle 1 (0.05Hz).

Les auteurs expliquent cela par la vitesse de rampe et la vitesse de déformation en pointe de fissure, identiques pour les cycles 1 et 3, et leur impact sur l'homogénéité de la déformation plastique. Des observations similaires sont faites dans l'Inconel 718 DA à 700°C pour un maintien de 60s superposé à un cycle de fatigue à 2Hz [43]. Pour ces vitesses de mise en charge, aucun effet notable du temps de maintien n'est observé.

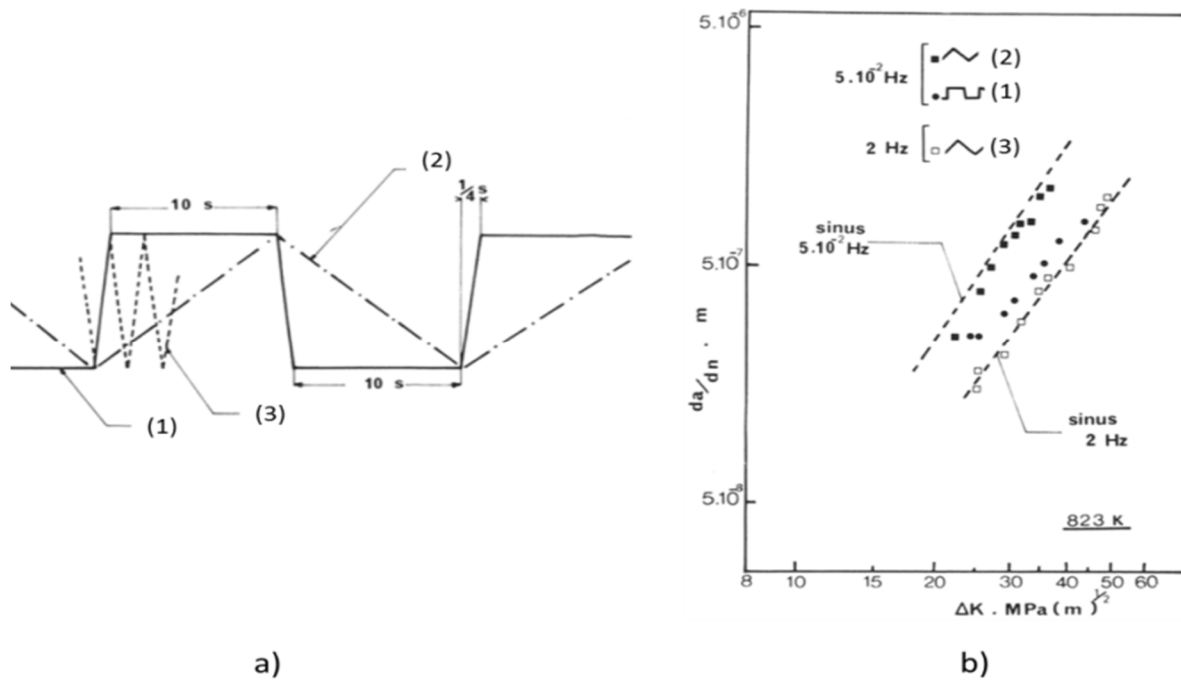
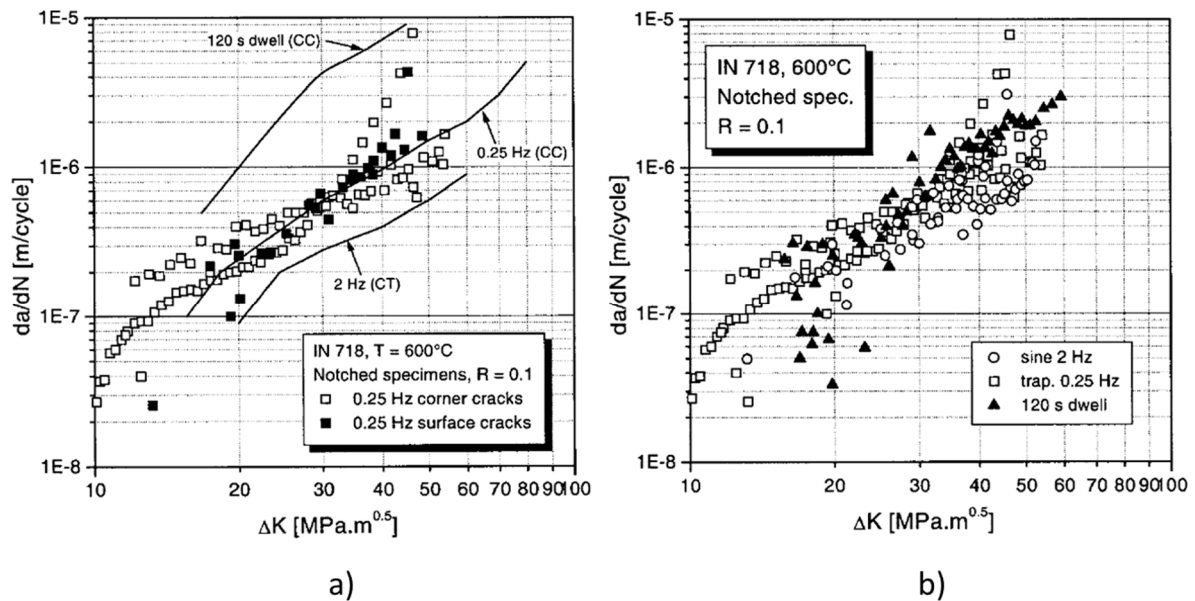


Figure I-10 : a) Différentes formes de cycles et b) vitesses de propagation correspondantes dans l'Inconel 718 à 550°C [32]

L'effet du temps de maintien semble donc conditionné par la vitesse de déformation en pointe de fissure. Les travaux d'Heuler [44] montrent une disparition de l'effet du temps de maintien sur des éprouvettes entaillées (cycle 1-120-1). Sur des éprouvettes CT ou CC, un fort effet du temps de maintien de 120s est observé (Figure I-11a). À l'inverse, sur éprouvettes entaillées, les vitesses mesurées en fatigue-fluage et fatigue pure sont comparables (Figure I-11b). Les vitesses en fatigue ne semblent quant à elles pas influencées par la présence de l'entaille. La disparition de l'effet néfaste du cycle 1-120-1 est expliquée par la forte déformation, et donc vitesse de déformation, en fond d'entaille. Les éprouvettes entaillées présentent en effet un  $Kt=2.23$ , ce qui correspond à une zone plastifiée monotone en fond d'entaille s'étendant sur 1.5mm pour les chargements appliqués. Pour une fissure de 1.5mm le niveau de chargement est alors  $\Delta K=50MPa\sqrt{m}$ . Ces forts niveaux de chargement influent sur le mode de déformation plastique en pointe de fissure et donc sur les vitesses de propagation, surtout pour les faibles fréquences de chargement, comme c'est le cas pour le cycle 1-120-1.





**Figure I-11 : Propagation de fissure à 600°C dans l'Inconel 718 [44]**  
**a) Comparaison des résultats en fatigue pure sur éprouvettes lisses (Lignes) et entaillées (points)**  
**b) Disparition de l'effet du temps de maintien sur éprouvettes entaillées**

## I.2.3 Effet de la microstructure

En dehors des paramètres purement mécaniques, la propagation de fissure est également dépendante de paramètres matériaux tels que la taille et la morphologie des grains, la morphologie des joints de grains et la taille des précipités durcissants.

### I.2.3.1 Effet de la taille de grains et de joints de grains

Si une faible taille de grains améliore généralement les propriétés mécaniques statiques d'un matériau métallique par effet Hall-Petch, et donc potentiellement sa tenue en fatigue, elle est souvent néfaste du point de vue de la fissuration. Plusieurs études montrent en effet que de gros grains sont bénéfiques en propagation en fatigue-fluage ou en fatigue à faible fréquence, dans le régime dépendant du temps [45] [29] (voir Figure I-12).

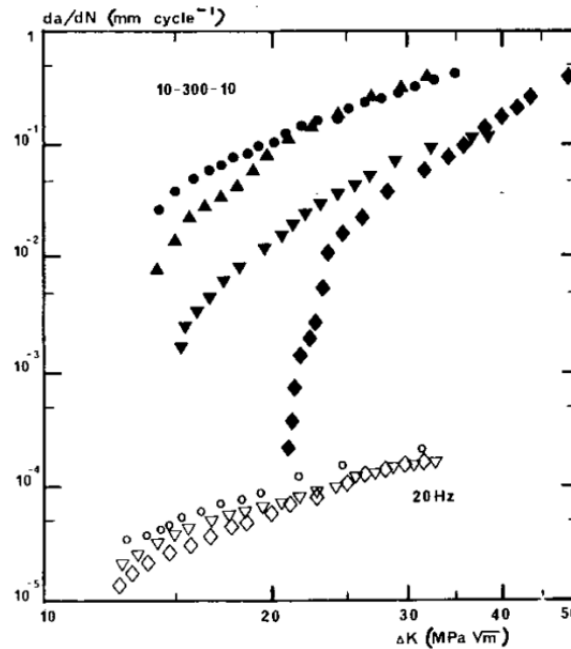


Figure I-12 : Effet de microstructure dans l'Inconel 718 à 650°C [29]  
 • Grains fins, ▲ gros grains S-L, ▼ gros grains L-S, ◆ microstructure en collier

L'effet de la taille de grains disparaissant sous vide, il est attribué à la diffusion intergranulaire d'oxygène en pointe de fissure [46] [47], une microstructure à grains fins présentant une surface plus importante de joints exposés aux effets de l'environnement. La microstructure en collier est quant à elle la plus favorable en fissuration (Figure I-12). Ceci est expliqué par une bifurcation importante des fissures se propageant dans les colliers de grains fins entourant les plus gros grains, la faisant ainsi dévier du plan normal à la sollicitation.

En fatigue pure à 20Hz, les effets de microstructure sont moindres. Si un léger effet est observé pour les faibles chargements, celui-ci disparaît totalement à plus fort  $\Delta K$  (Figure I-12). Les différences de comportement pour les microstructures testées semblent liées à leur comportement vis-à-vis de l'environnement. À une fréquence de 20Hz, le temps d'exposition de la pointe de fissure à l'environnement est bien plus faible qu'en fatigue-fluage, expliquant la dépendance moindre à la microstructure pour cette fréquence de chargement.

Comme indiqué au chapitre I.1.4, la phase  $\delta$  améliore les propriétés en fluage de l'Inconel 718 en limitant le glissement intergranulaire [21]. La phase  $\delta$  a également un effet bénéfique sur la propagation en fatigue-fluage [48]. L'effet bénéfique est expliqué par la présence d'une zone appauvrie en précipités durcissants  $\gamma''$  autour des globules de  $\delta$ , conduisant à des zones molles et donc à une meilleure accommodation de la déformation plastique locale. Ceci contribue à réduire la contrainte s'appliquant sur les joints de grains et prévient donc la rupture intergranulaire associée aux fortes vitesses de propagation.

Le fibrage a également un effet sur les vitesses de propagation. Il se manifeste par des alignements de carbures et de nitrures ainsi qu'une orientation privilégiée de la phase  $\delta$  dans la pièce, dû aux opérations de forgeage. Ponnelle montre que les vitesses de propagation sont dépendantes de l'orientation du front de fissure par rapport aux nappes de fibrages [19], pouvant entraîner l'annulation des effets du temps de maintien lors d'une propagation perpendiculaire aux nappes de fibrage, ou bien conduire à un fort effet du temps de maintien (Figure I-13). La disparition des effets du temps de maintien se traduit par un changement du mode de rupture d'intergranulaire à partiellement transgranulaire.

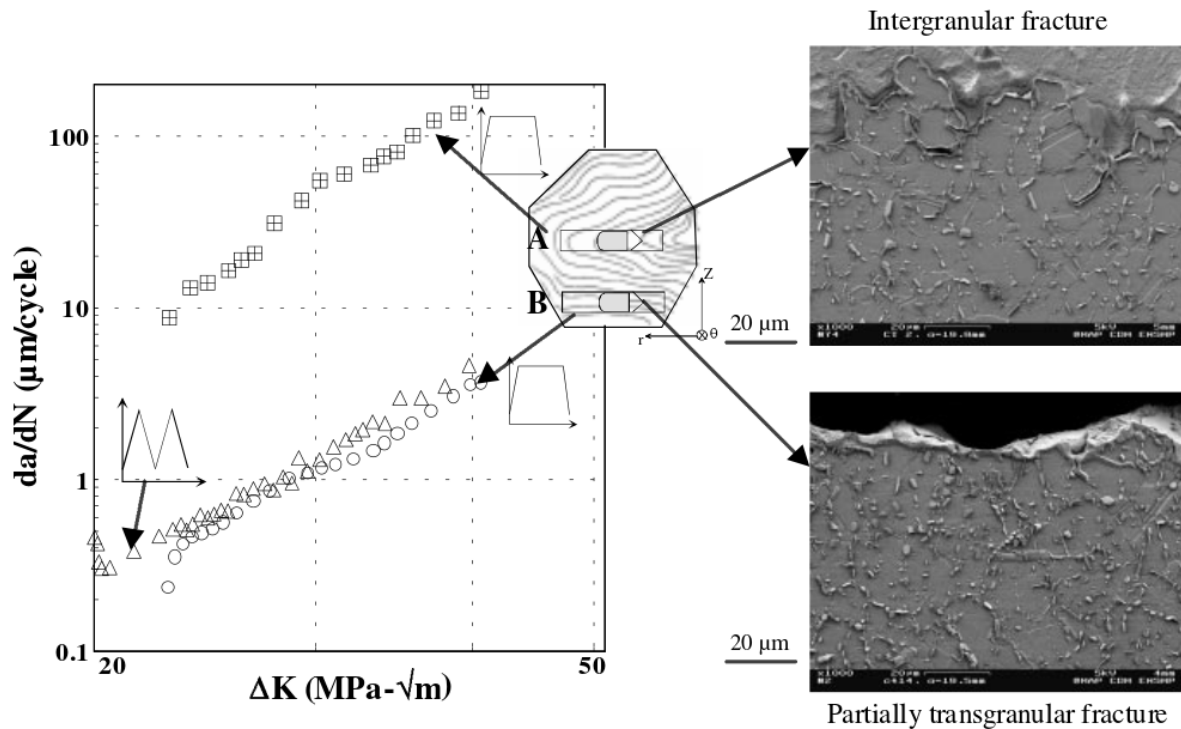


Figure I-13 : Vitesses de propagation dans l'Inconel 718 à 650°C [19]  
Effet de l'orientation de la propagation par rapport au fibrage

### I.2.3.2 Effet de la taille des précipités durcissants

Plusieurs auteurs ont démontré l'effet bénéfique d'un traitement de vieillissement sur la propagation dans l'Inconel 718 à faible fréquence et en fatigue-fluage sous air à 650°C [49] et 427°C [50] (voir Figure I-14).

Dans ses travaux, Guédou applique un traitement de vieillissement de 50h à 750°C. Ce traitement conduit à une coalescence des précipités durcissants  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . Dans l'état de référence, la taille des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  est de l'ordre de 10-15nm. Après traitement de vieillissement, leur taille est comprise entre 100 et 300nm. Si les auteurs n'indiquent pas d'autres modifications microstructurales suite au vieillissement, des études montrent par ailleurs que, pour un même vieillissement, une partie des précipités  $\gamma''$  se transforment en phase  $\delta$  [51]. L'effet bénéfique sur les vitesses de propagation est expliqué par la meilleure homogénéité de la déformation plastique, favorisée par

l'augmentation de la taille des précipités [52] [53]. À plus haute fréquence, dans le régime dépendant du cycle, Floreen montre que l'effet de la taille des précipités durcissant tend à disparaître [28].

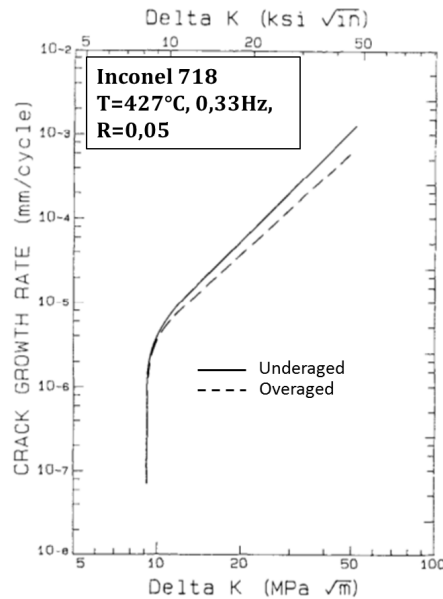


Figure I-14 : Effet du vieillissement sur la propagation en fatigue dans l'Inconel 718 [50]

## I.3 Effet de l'environnement

Ce paragraphe aborde les effets de l'environnement. Dans un premier temps, les mécanismes généraux d'oxydation dans l'Inconel 718 seront présentés. Ensuite, l'effet de l'environnement sur les vitesses de propagation sera introduit. Enfin, des données mettant en avant des phénomènes couplés entre le chargement mécanique et l'environnement seront présentées.

### I.3.1 Mécanisme d'oxydation et mode de rupture

Les éléments métalliques ayant une forte affinité avec l'oxygène de l'air peuvent réagir avec celui-ci pour former un ou plusieurs oxydes, selon les conditions de température et de pression partielle d'oxygène. Le domaine de stabilité des oxydes est représenté sur un diagramme d'Ellingham en fonction de ces paramètres (Figure I-15). La formation d'une couche d'oxyde se fait en deux temps : la germination, durant laquelle les premiers germes d'oxydes se forment et croissent jusqu'à une taille critique, puis la croissance de la couche.

Après germination, afin que la couche d'oxyde croisse, il faut que les éléments présents dans l'alliage rencontrent l'oxygène de l'air. Cela se fait par diffusion à travers la couche d'oxyde. L'oxygène de l'air diffuse sous forme anionique  $O^{2-}$  à travers la couche d'oxyde vers l'interface métal/oxyde. Ce mécanisme est à l'origine de la composante de croissance anionique de la couche lorsqu'il existe. Les éléments métalliques diffusent

quant à eux vers l'interface oxyde/air sous forme cationique. Ces deux flux, qui impactent le mouvement de l'interface métal-oxyde et oxyde-air, peuvent entraîner une injection de lacunes dans la matière [54].

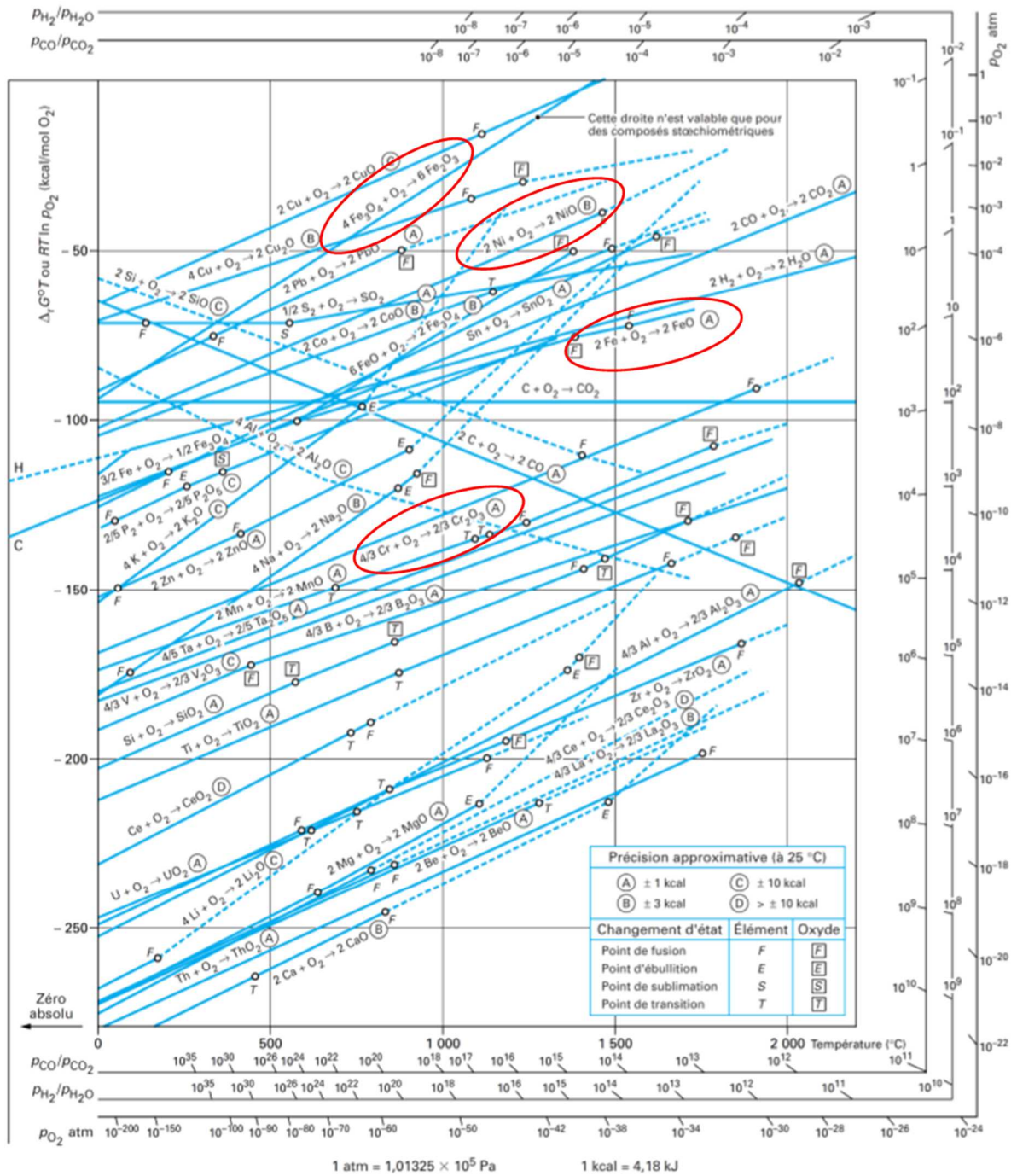


Figure I-15 : Diagramme d'Ellingham de différents oxydes [55].  
 Mise en évidence de quelques oxydes pouvant se former sur l'Inconel 718

Dans l'Inconel 718, les éléments susceptibles de s'oxyder sont le nickel, le fer, le chrome, chacun d'eux représentant au moins 17% de la composition de l'alliage. Différents oxydes pouvant se former à partir de ces éléments sont indiqués sur le

diagramme d'Ellingham en Figure I-15. Parmi eux, il est intéressant de noter la formation d'un oxyde de chrome, la chromine ( $Cr_2O_3$ ). Cet oxyde est plus stable thermodynamiquement que les oxydes de fer et de nickel. La chromine forme une couche dense, passivante. La diffusion des espèces étant fortement limitée dans cette couche, elle constituera, une fois formée, une barrière contre l'oxydation de l'alliage sur lequel elle se forme. Les oxydes de nickel et de fer ne sont quant à eux pas protecteurs vis-à-vis de l'oxydation.

À une température donnée, le diagramme d'Ellingham indique que la chromine se forme à une pression partielle d'oxygène ( $P_{O_2}$ ) plus faible que les oxydes de nickel et de fer. Andrieu a étudié la nature des oxydes formés sur un échantillon en Inconel 718 selon la pression partielle d'oxygène [46] [56]. Des échantillons polis sont oxydés à  $650^\circ C$  sous différentes  $P_{O_2}$ , puis la nature des oxydes formés est identifiée par spectrométrie Auger. Il est ainsi montré que pour une faible  $P_{O_2}$ , seule la chromine se forme, tandis que sous air une couche duplex est observée, constituée d'une couche d'oxydes de types spinelles riches en nickel et en fer et d'une couche de  $Cr_2O_3$  à l'interface métal/oxyde. De plus, il est démontré l'existence d'une pression de transition entre ces deux régimes (voir Figure I-16a).

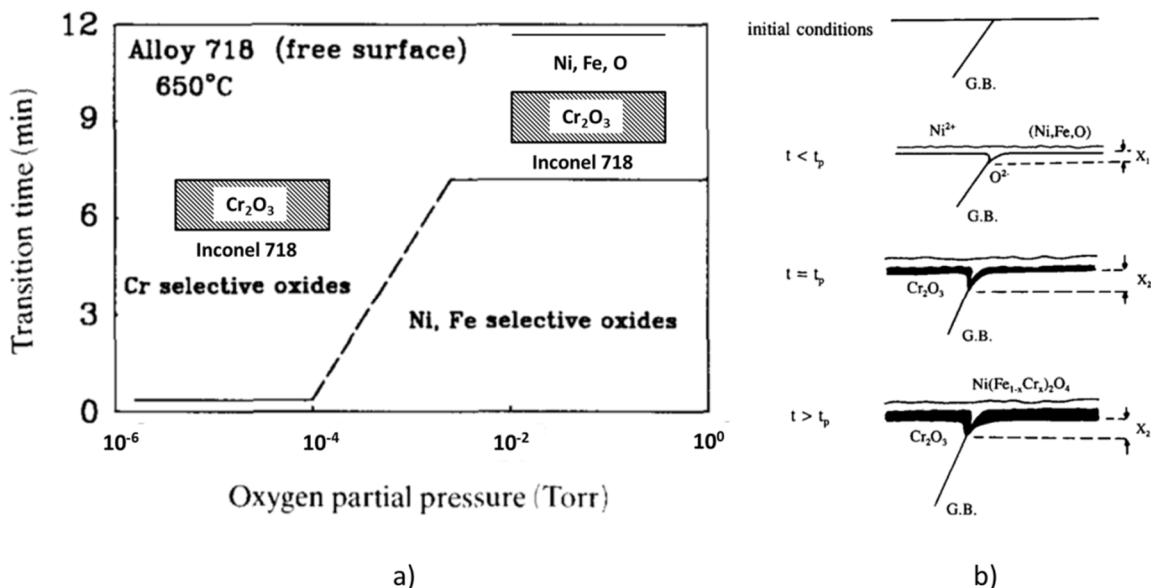


Figure I-16 : Mécanisme d'oxydation à  $650^\circ C$  dans l'Inconel 718 [46]

a) Lien entre oxydes formés et pression partielle d'oxygène  
b) mécanisme de formation de la couche d'oxyde sous air

Ceci conduit à la proposition d'un mécanisme d'oxydation sous air. À forte  $P_{O_2}$  les oxydes riches en nickel et en fer se forment en premiers, étant stables à haute pression partielle (Figure I-15). La perméabilité de cette couche d'oxyde conduit à une pression partielle réduite à l'interface métal/oxyde, rendant possible la formation de  $Cr_2O_3$  (Figure I-16b). Ces observations faites sur des échantillons polis seront confirmées par la suite en caractérisant les oxydes présents sur des faciès de rupture intergranulaire [57].

La  $P_{O_2}$  a également un effet sur le mode de rupture. En réalisant des essais de traction à faible vitesses de déformation sur des éprouvettes pré-entaillées, les mêmes auteurs montrent que la rupture est intergranulaire à haute  $P_{O_2}$  et redevient transgranulaire en dessous d'une pression de transition (Figure I-17).

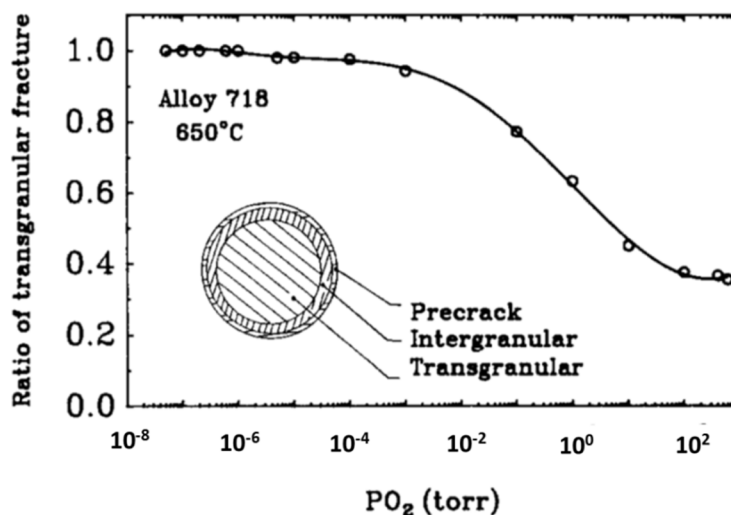


Figure I-17 : Effet de la pression partielle sur le mode de rupture dans l'Inconel 718 [46]

Une faible  $P_{O_2}$  favorise donc une rupture transgranulaire, corrélée avec la formation privilégiée de  $Cr_2O_3$ . De façon analogue, la formation de cet oxyde peut également être favorisée par un enrichissement en chrome [58]. Une pré-déformation par grenailage d'un échantillon favorise également la formation de  $Cr_2O_3$  [56]. Une formation exclusive de  $Cr_2O_3$  est alors observée sous air et sous vide. Une pré-déformation avant un essai de fissuration a par ailleurs un effet bénéfique sur les vitesses de propagation, lequel est justement associé à la formation privilégiée de  $Cr_2O_3$  [59]. Cette formation de  $Cr_2O_3$  est favorisée par la pré-déformation, la forte densité de bandes de glissement induite permettant une diffusion rapide du chrome vers la pointe de fissure. Un mécanisme d'écrantage de la pointe de fissure par la formation de  $Cr_2O_3$  se met alors en place.

La  $P_{O_2}$  régit donc le mécanisme d'oxydation et le mode de rupture. Il apparaît donc que l'Inconel 718 soit particulièrement sensible à la fissuration intergranulaire assistée par l'oxydation. Les études citées démontrent le lien entre le mode de rupture et le mécanisme d'oxydation. La rupture intergranulaire observée sous air est associée à la formation d'oxydes non protecteurs, riches en nickel et fer. Lorsque qu'une couche de  $Cr_2O_3$  se forme, la rupture est transgranulaire. La formation des oxydes est également dépendante du mode de déformation, montrant un couplage fort entre l'environnement et la mécanique locale. Enfin, la dépendance du mode de rupture à la  $P_{O_2}$  peut être reliée au comportement en fissuration. En effet, rupture intergranulaire et transgranulaire sont les symptômes respectifs du régime dépendant du temps et du cycle.

Dans les études présentées, le mode de rupture est essentiellement corrélé à la  $P_{O_2}$  à laquelle les essais sont réalisés. Le mécanisme d'oxydation en dépend également. Cependant, les essais associés ne sont pas spécifiquement des essais de fissuration. Or,

sous air, selon le cycle de chargement, le mode de rupture peut être intergranulaire ou transgranulaire. Se pose alors la question de savoir, sous air, si la corrélation établie entre le mode de rupture et le mécanisme d'oxydation est encore valable. De plus, il s'agit de savoir si ces observations sont transposables aux essais de fissuration et quelles sont leur conséquence sur les vitesses de propagation.

### I.3.2 Effet de l'environnement en fissuration

L'effet de l'environnement sur la propagation de fissure dans l'Inconel 718 a été étudié sur une large gamme de fréquences, du régime dépendant du cycle au régime dépendant du temps, en fatigue [27] [60], fatigue-fluage [29] [34] et fluage [33]. Sous vide, les vitesses de propagation sont bien inférieures à celles obtenues sous air en fatigue à 0.05Hz (Figure I-18a), en fatigue-fluage (cycles 10-300-10, voir Figure I-18b).

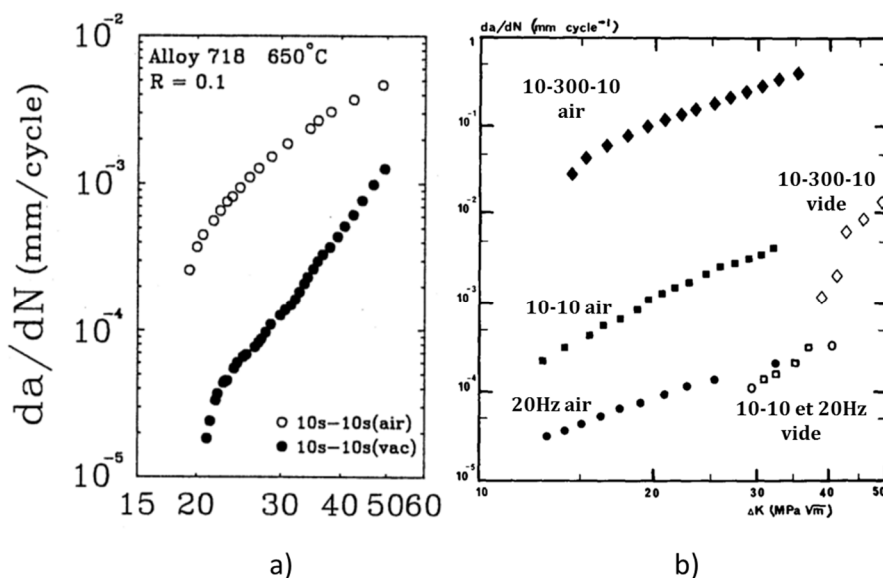


Figure I-18 : Effet de l'environnement dans l'Inconel 718 à 650°C  
a) effet de l'environnement en fatigue à 0.05Hz [30]  
b) Effet de l'environnement en fatigue et fatigue-fluage [29]

En fatigue à 0.05Hz (ou cycle 10-10), la propagation à 650°C est dépendante du temps (Figure I-6) et la rupture est intergranulaire sous air. Sous vide, la propagation devient transgranulaire [29] et les vitesses de propagation sont un ordre de grandeur inférieures à celles obtenues sous air. En fatigue-fluage, toujours dans le régime dépendant du temps, un fort abattement des vitesses de propagation est observé sous vide (Figure I-18b). En fatigue à 20Hz, dans le régime dépendant du cycle, Pédron montre un effet négligeable de l'environnement sur la propagation. Dans ces conditions, la rupture est transgranulaire sous air et sous vide. L'effet de l'environnement semble donc particulièrement marqué dans le régime dépendant du temps. Sous vide, l'abattement des vitesses de propagation se traduit par un changement d'une rupture intergranulaire à transgranulaire.



Il a été montré sous air (voir chapitre I.2.3) un fort effet de la microstructure en fatigue-fluage, lors du régime dépendant du temps. Toujours sous air, à plus haute fréquence, dans le régime dépendant du cycle, ces effets disparaissent. De façon analogue, l'effet de taille et de morphologie des grains (Figure I-19a) et de la taille des précipités durcissants (Figure I-19a) disparaît sous vide, ou sous environnement neutre. Ceci suggère que ces effets observés sous air sont le résultat d'un couplage entre la microstructure et l'environnement.

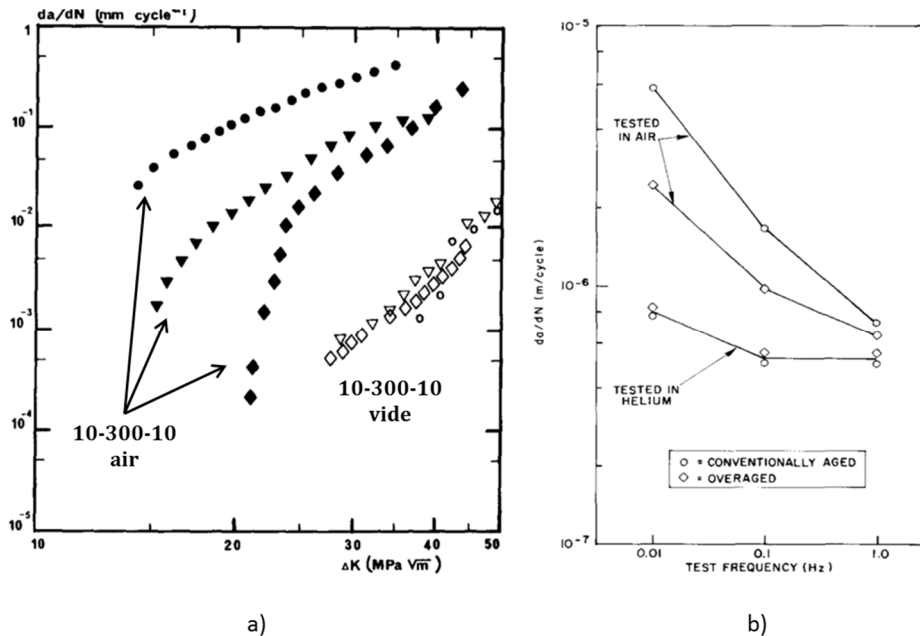


Figure I-19 : Effet de d'environnement et de microstructure dans l'Inconel 718 à 650°C  
 a) Fatigue fluage 10-300-10 : ● grains fins, ▼ gros grains L-S, ◆ microstructure en collier [29]  
 b) effet d'environnement et de la taille des précipités durcissants en fatigue [60]

Ces résultats sous vide montrent que les fortes vitesses de propagation en fatigue-fluage et en fatigue à faible fréquence sont dues à un effet endommageant de l'oxygène de l'air. Le mécanisme endommageant n'est pas clairement identifié, mais deux propositions se dégagent. Le mécanisme d'oxydation des joints de grains assistée par la contrainte (Stress Assisted Grain Boundary Oxydation, SAGBO) [61] [62] [63] stipule la pénétration intergranulaire d'oxydes en avant de la pointe de fissure. Lors de la remise en charge, cette zone oxydée rompt, faisant avancer la fissure et créant deux surfaces déjà oxydées. À l'inverse, un mécanisme d'endommagement dynamique (Dynamic Embrittlement, DE) [64] [65] [47] assume une diffusion intergranulaire d'espèces endommageantes (oxygène...) en pointe de fissure, diminuant la ténacité des joints de grains. L'ouverture des joints de grains fait donc propager la fissure. Les surfaces ainsi créées sont saines et s'oxyderont a posteriori.

Ces mécanismes ont pour point commun la présence d'un volume de matière endommagée en pointe de fissure par les effets de l'environnement. La matière affectée présente une ténacité moindre. Ce concept a été investigué à différentes échelles. À partir d'essais de fissuration, des auteurs remontent à une taille de zone endommagée en alternant propagation en fatigue-fluage et fatigue pure. Un transitoire sur les vitesses de propagation en fatigue pure est alors observé avant stabilisation. L'avancée de fissure

lors de ce transitoire est associée à la taille de la zone endommagée. Les dimensions relevées vont de  $100\mu\text{m}$  [66] au millimètre [67] selon le temps de maintien, la température et le matériau. D'autres auteurs observent sous MET de la pénétration d'oxydes en pointe d'une fissure [62] [68]. Considérant cette pénétration comme ladite zone endommagée, les auteurs lui attribuent une taille de l'ordre de  $1\mu\text{m}$ . Ces différents résultats montrent qu'il n'y a pas de consensus quant au mécanisme à l'origine de la zone endommagée et sa portée en avant de la pointe de fissure.

### I.3.3 Couplage mécanique-environnement en fissuration

L'effet de l'environnement en fissuration est souvent considéré de façon binaire : air/vide secondaire. Or, il a été montré au chapitre I.3.1 que le mode de rupture dépend de la  $P_{O_2}$ .

Molins s'est donc intéressée à l'effet de la  $P_{O_2}$  sur les vitesses de propagation en fatigue et fatigue-fluage. Des essais de propagation ont été réalisés sous différentes  $P_{O_2}$ . Les résultats sont présentés en Figure I-20. Les différents oxydes identifiés selon la  $P_{O_2}$  (voir chapitre I.3.1) sont également reportés sur le graphique ainsi que les modes de rupture.

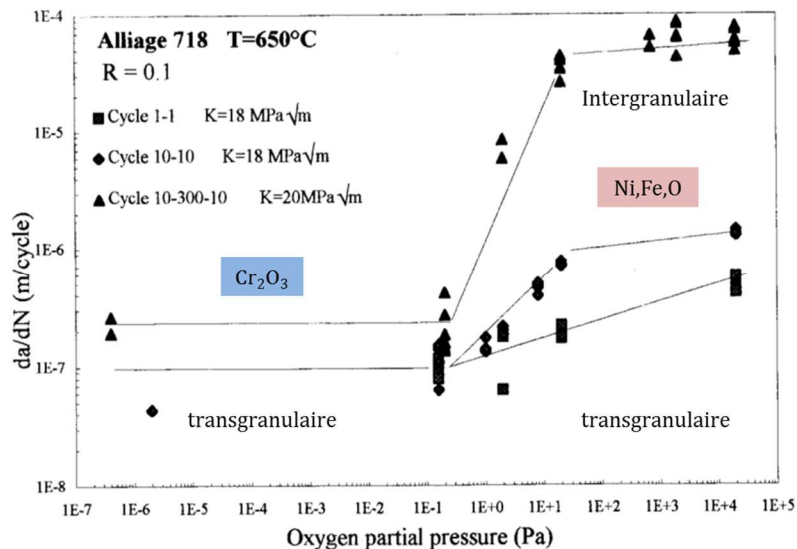
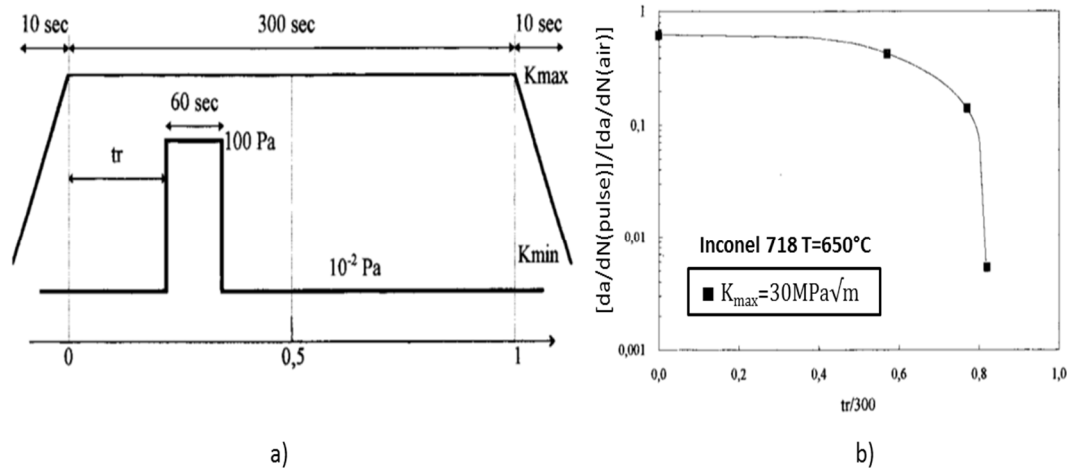


Figure I-20 : Effet de la  $P_{O_2}$  sur les vitesses de propagation, le mode de rupture et le mécanisme d'oxydation [57]

Les auteurs démontrent l'existence d'une pression partielle de transition au dessus de laquelle les vitesses de propagation augmentent avant de se stabiliser. En dessous de cette pression, les vitesses de propagation sont indépendantes de la  $P_{O_2}$ . Cette pression de transition est indépendante de la forme du cycle, de la fréquence et du niveau de chargement  $\Delta K$ . Les auteurs montrent en revanche qu'elle dépend de la teneur en chrome de l'alliage. Plus la teneur en chrome est importante, plus la pression de transition est élevée. L'existence d'une telle pression a également été montrée dans le N18 [37] et dans l'acier 316 [69].

Dans un second temps, cette pression de transition a été exploitée pour étudier le couplage entre l'environnement et la mécanique. Des essais en fatigue-fluage ont été réalisés sous vide. Un cycle de pression, au dessus de la valeur de transition, est alors appliqué en différents instants du cycle de fatigue-fluage. L'effet accélérateur de ce pulse en pression en fonction de sa position dans le cycle de chargement est présenté en Figure I-21.



**Figure I-21 : a) échantillonnage d'un cycle de fatigue-fluage avec un cycle environnemental  
b) Influence de l'amplitude du déphasage (tr) du cycle en pression sur la vitesse de propagation de fissure.  
D'après [57]**

L'effet de l'environnement n'est actif que si le cycle de pression est appliqué au début du temps de maintien. Son effet diminue lorsque celui-ci est appliqué plus tard au cours du maintien. Les auteurs expliquent cela par la relaxation des contraintes en pointe de fissure durant le temps de maintien et aux vitesses de déformations associées. Au début du temps de maintien, tant que la vitesse de déformation locale est positive, un effet endommageant de l'environnement a lieu, contribuant à accélérer les vitesses de propagation. Lorsque la relaxation est terminée, la vitesse de déformation est nulle et l'effet néfaste de l'environnement disparaît. Les auteurs concluent donc qu'un matériau relaxant rapidement sera moins sensible à un temps de maintien. De façon analogue, Ponnelle [19] montre qu'en forçant la relaxation en début d'un cycle de fatigue-fluage, son effet est moindre. Cela est montré en augmentant la température en début du temps de maintien de sorte à accélérer la relaxation des contraintes. Finalement, ces résultats démontrent le couplage fort entre les champs mécaniques locaux en pointe de fissure et les effets de l'environnement, largement responsables de l'effet endommageant des cycles de fatigue-fluage.

## I.4 Effet du comportement mécanique local

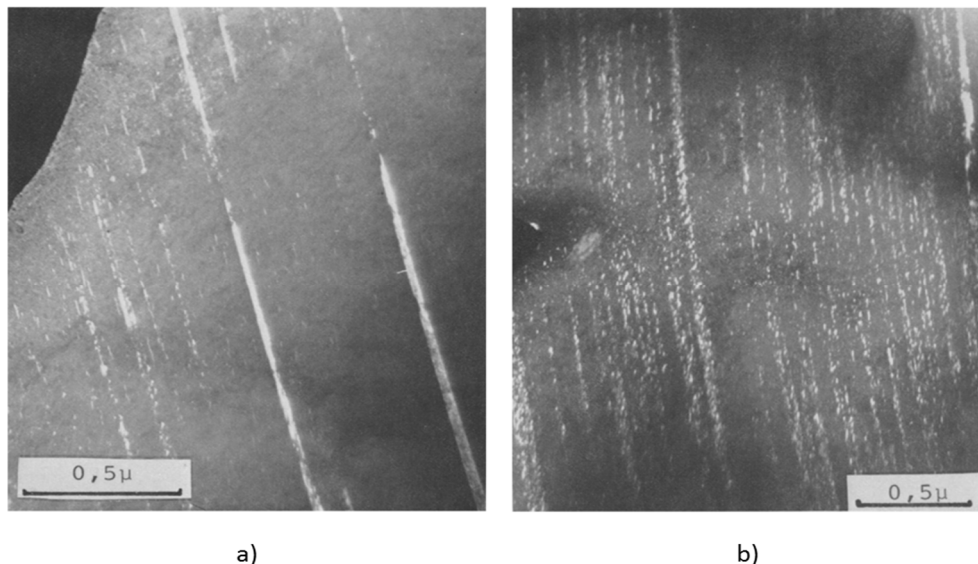
Au cours des paragraphes précédents il a été montré que la propagation de fissure sous air dans l'Inconel 718 est fortement dépendante de la fréquence de chargement, de la température et de l'application d'un temps de maintien. Certains paramètres microstructuraux ont également un effet, notamment la taille des précipités durcissants. Enfin, les effets de l'environnement apparaissent comme étant étroitement couplés avec

les champs mécaniques en pointe de fissure. Les auteurs cités expliquent souvent les effets constatés par la vitesse de déformation et l'homogénéité de la déformation plastique. Il semble donc important d'aborder maintenant les mécanismes de déformation plastique mis en jeu dans l'Inconel 718. Cela sera fait à une échelle microscopique puis plus macroscopique.

#### I.4.1 Mécanismes de déformation dans l'Inconel 718

Les mécanismes de déformation en pointe de fissure ont été caractérisés par Clavel [32] selon la fréquence du cycle de chargement et donc, la vitesse de déformation. Des lames minces ont été prélevées proches d'une pointe de fissure, dans la zone plastique. À 550°C, les mécanismes de déformation sont comparés pour des fréquences de 20Hz et 0.05Hz conduisant respectivement à une rupture transgranulaire et intergranulaire.

À 0.05Hz, la déformation est répartie de façon hétérogène (Figure I-22a). Elle se concentre dans quelques bandes intenses de glissement plan, identifiées comme étant des macles. Entre ces bandes, la déformation se fait par cisaillement des précipités  $\gamma''$  et formation de fautes d'empilement. À 20Hz, la déformation est répartie de façon homogène (Figure I-22b). Prasad [70] montre par ailleurs qu'un cycle de fatigue-fluage conduit à une déformation plus hétérogène qu'un cycle de fatigue continue. Une faible vitesse de déformation ou un temps de maintien favorisent donc un état de déformation hétérogène. Fournier [71] montre quant à lui que les températures les plus élevées favorisent une déformation hétérogène. Les faibles fréquences de chargement, les temps de maintien et les hautes températures sont précisément des conditions menant à une propagation intergranulaire et de fortes vitesses de propagation (voir Figure I-6).



**Figure I-22 : Structure de déformation en pointe de fissure dans l'Inconel 718 à 550°C [32]**  
 a) fatigue à 0.05Hz,  $\Delta K=25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$   
 b) fatigue à 20Hz,  $\Delta K=25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$

Ces effets de fréquence et de température sur la propagation de fissure (voir chapitre I.2.1) sont donc associés à un état de déformation plastique plus ou moins hétérogène. Lorsque la déformation est hétérogène, l'intersection des quelques bandes de glissement intenses avec les joints de grains conduit à des concentrations locales de contrainte. Ceci va favoriser la rupture intergranulaire et de fortes vitesses de propagation. Une déformation plus homogène limitera un tel endommagement.

Il a été montré au chapitre I.2.3.2 que la coalescence des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  par vieillissement est bénéfique en fissuration. Cela peut également s'expliquer par l'homogénéité de la déformation plastique. En effet, de petits précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  sont cisailés tandis que des précipités plus gros conduisent à l'activation d'un mécanisme de contournement et à la formation de boucles de dislocations. Ce mécanisme conduit à une déformation plastique homogène [53].

Le couplage entre l'état de déformation plastique et l'environnement peut également conduire à des mécanismes plus ou moins endommageant. En effet, les bandes de glissement peuvent jouer le rôle de canaux de diffusion. Des éléments tels que le chrome peuvent donc migrer vers la pointe de fissure. Dans le cas d'une déformation homogène, un enrichissement en chrome de toute la surface en pointe de fissure aura lieu, favorisant sa passivation par formation d'une couche de  $Cr_2O_3$  [59]. À l'inverse, une déformation hétérogène ne conduira qu'à un enrichissement très local, ne permettant pas la formation d'une couche continue de  $Cr_2O_3$ .

L'oxygène de l'air peut également diffuser en pointe de fissure, dans les joints de grains, conduisant donc à une diminution de la ténacité de joints de grains [30]. Un état de déformation homogène jouera un rôle de coupe circuit efficace à cette diffusion intergranulaire en profondeur, réduisant donc la quantité de joints de grains impactés [72].

L'état de déformation plastique permet donc, à une échelle microscopique, d'expliquer qualitativement certains effets observés en fissuration. Il est donc important de considérer maintenant le comportement mécanique de l'alliage à une échelle plus macroscopique.

#### **I.4.2 Lien modes de déformation - rupture**

Selon la vitesse de déformation, des instabilités plastiques de type Portevin-Le-Chatelier (PLC) sont observées au cours d'essais de traction monotone sur Inconel 718. Ces instabilités apparaissent entre 350°C et 650°C pour des vitesses de déformation standards de  $10^{-3}s^{-1}$  à  $10^{-2}s^{-1}$ . Ces instabilités sont liées à l'interaction entre les dislocations en mouvement et les atomes en solution solide.

De façon générale, le vieillissement dynamique est l'interaction entre dislocations et atomes en solution. Ces atomes interagissent avec les champs de contrainte des dislocations en mouvement et peuvent diffuser vers le cœur de ces dernières, perturbant ainsi leur mobilité. La contrainte d'écoulement augmente donc. Si des vitesses de déformation élevées, incompatibles avec les cinétiques de diffusion des atomes, sont appliquées, des phénomènes d'ancrage et désancrage des dislocations ont

lieu. Les courbes de traction apparaissent alors saccadées. Si les vitesses de déformation sont suffisamment lentes, compatibles avec les cinétiques de diffusion, les instabilités disparaissent.

Différentes études ont démontré un lien entre l'occurrence ou non d'instabilités plastiques et le mode de rupture dans l'Inconel 718 [73] [74]. En l'absence d'instabilités plastiques, les auteurs relèvent de la rupture intergranulaire au cours d'essais de traction monotone. À l'inverse, lorsque des instabilités sont observées sur la courbe macroscopique, la rupture est transgranulaire ductile à cupules. Un lien entre le mode de rupture et le mode de déformation est donc clairement établi (Figure I-23).

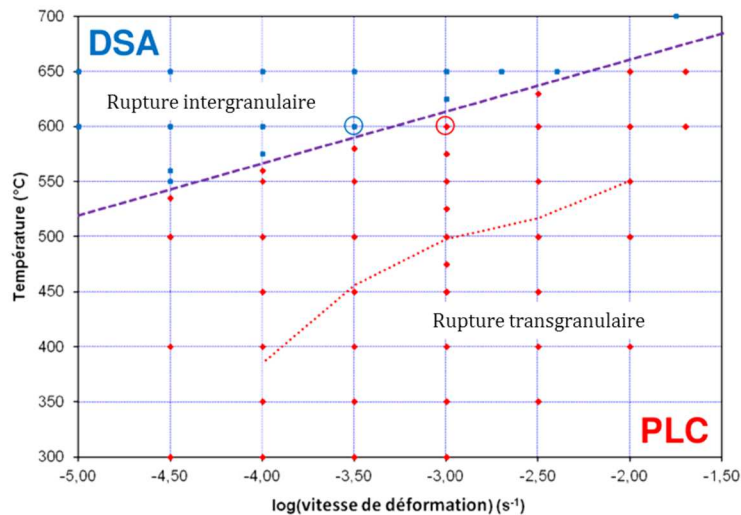


Figure I-23 : Cartographie du domaine d'occurrence du PLC dans l'Inconel 718. Corrélation mode de déformation – mode de rupture [74]

Les mêmes essais réalisés sous vide conduisent systématiquement à une rupture transgranulaire. Ceci suggère un couplage entre l'environnement et le mode de déformation.

## I.5 Conclusions du chapitre

Le comportement en fissuration de l'Inconel 718 est particulièrement sensible à l'application d'un temps de maintien à charge maximale. Les vitesses de propagation sont alors nettement plus élevées qu'en fatigue pure et la rupture est intergranulaire. De plus, une forte sensibilité à la microstructure est alors constatée. Ces effets tendent à disparaître sous vide. Dans ces conditions, la propagation de fissure est pilotée par les couplages entre le comportement mécanique, l'environnement et la microstructure. De plus, des couplages forts ont été mis en évidence entre le comportement mécanique (local et macroscopique), l'environnement et la microstructure. Au cours de cette revue bibliographique, il a été montré que de nombreux paramètres influent la propagation d'une fissure. À titre de synthèse, la Figure I-24 regroupe ces différents paramètres selon leur effet bénéfique ou néfaste sur la propagation. Leur effet est « pondéré » selon le type de cycle considéré.

Dans les études présentées, la problématique est considérée à deux échelles très distinctes : une échelle très macroscopique à travers les vitesses de propagation mesurées, et une échelle microscopique, par l'observation des effets de l'environnement et des mécanismes de déformation. Une échelle intermédiaire est donc manquante.

Cette étude se propose donc d'aborder le sujet en considérant différentes échelles, en particulier celle de la structure : l'éprouvette (ou la pièce) et la fissure elle-même. De plus, la propagation étant assistée par différents mécanismes couplés, il sera proposée une méthode permettant de quantifier la contribution de ces mécanismes au cours du cycle de chargement.

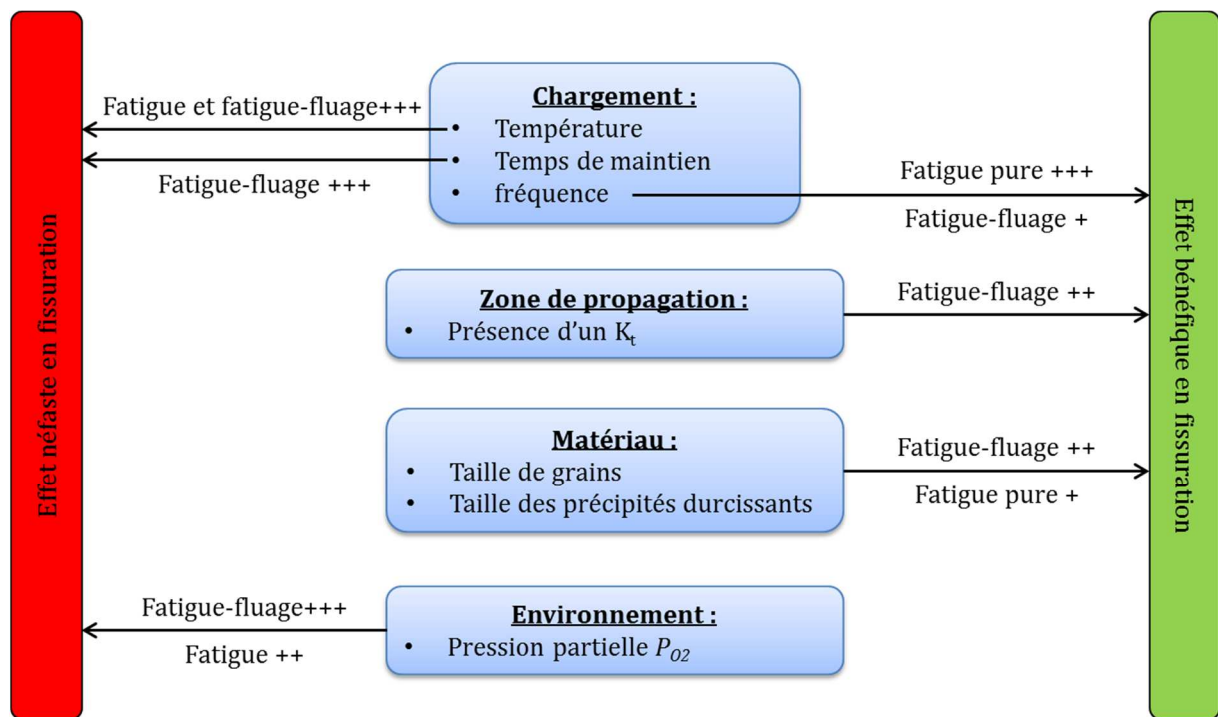


Figure I-24 : Synthèse (non exhaustive) des paramètres ayant un effet bénéfique ou néfaste sur la propagation de fissure dans l'Inconel 718







# Chapitre II Matériau et procédures

## II.1 Matériau de l'étude, l'Inconel 718 DA

Toutes les éprouvettes de cette étude ont été prélevées dans un disque de turbine haute pression issu de la production de *Safran Aircraft Engines*. Les différentes étapes d'élaboration et de mise en forme de la matière sont ici présentées. Puis, les différentes géométries d'éprouvettes utilisées dans cette étude sont décrites, ainsi que leur prélèvement dans le disque. Enfin, les propriétés mécaniques élémentaires du matériau seront présentées.

### II.1.1 Elaboration de la matière

Le disque duquel provient la matière de cette étude est issu de la voie d'élaboration dite « coulé-forgé ». La matière est coulée afin d'obtenir un lopin qui sera ensuite forgé pour obtenir un brut de forge dans lequel est enfin usiné un disque de turbine. L'élaboration du lopin se fait selon trois étapes de fusion successives. La plupart de ces étapes se font sous vide afin d'éviter la réaction d'éléments d'alliage tels que le titane ou l'aluminium avec l'oxygène ou l'azote de l'air. Ceci conduirait à la formation d'inclusions néfastes pour les propriétés mécaniques de la pièce finale.

La première étape est une fusion par induction sous vide (Vacuum Induction Melting, VIM). La composition chimique de l'alliage est fixée à cette étape. Au cours de cette première étape, des carbures primaires peuvent se former. La matière ainsi fondue sera moulée sous forme d'une électrode qui servira aux étapes suivantes.

Dans un deuxième temps, l'électrode obtenue par VIM est refondue sous laitier électro-conducteur (Electro Slag Remelting, ESR). Cette étape permet de purifier l'alliage. Les éléments indésirables tels que le soufre sont ainsi éliminés par réaction avec le laitier. Les inclusions de grande taille sont ainsi éliminées. Enfin cette étape permet de limiter les ségrégations. Le contact avec le laitier induit cependant une forte teneur en oxygène, azote et hydrogène qu'il s'agira de réduire par la suite.

Enfin, une fusion à l'arc sous vide est réalisée. Cette étape permet encore une fois de réduire les phénomènes de ségrégation par contrôle du front de solidification. De plus, une grande partie de l'oxygène, de l'azote et de l'hydrogène, héritée de l'étape d'ESR, est éliminée. Le lopin de matière ainsi obtenu est ensuite contrôlé par ultrasons afin de s'assurer qu'il ne contienne pas de défauts de type « Freckles » ou « white spots ».

### II.1.2 Mise en forme et traitement thermique

Le lopin est ensuite mis en forme par forgeage. Le forgeage comporte les différentes étapes suivantes :

- Ecrasement sous presse du lopin
- Débouchage afin d'obtenir une forme d'anneau
- Matriçage au marteau pilon afin d'obtenir la forme souhaitée

Les conditions de forgeage sont contrôlées avec attention afin de maîtriser la microstructure et d'éviter la formation de criques. Le brut de forge ainsi obtenu va ensuite subir différents traitements thermiques qui conditionneront sa microstructure et ses propriétés mécaniques.

Une pièce en Inconel 718 peut subir un traitement thermique selon les deux étapes suivantes :

- Remise en solution : 1050°C/1h suivi d'une trempe à l'air
- Vieillessement standard « aéronautique » : 720°C/8h, refroidissement à 50°C/h jusqu'à 620°C, maintien à 620°C/8h puis refroidissement à l'air

La remise en solution permet de limiter la ségrégation dans l'alliage. Durant cette étape, la phase  $\delta$  présente après les étapes de forgeage est remise en solution. Le traitement de vieillissement permet quant à lui la germination et la croissance des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . Selon l'application de l'une ou des deux étapes, différents états sont distingués.

Le premier état mis au point est dit « trempé, revenu » (TR). La matière subit alors la remise en solution et le vieillissement. Lors de la première étape, la phase  $\delta$  est remise en solution. L'ancrage mécanique des joints de grains n'est plus assuré et une croissance des grains aura lieu par la suite. La microstructure obtenue présente alors une taille de grains supérieure à 20 $\mu$ m.

À l'inverse, l'état dit « *Direct Aged* » (DA), ne subit pas la remise en solution. Le traitement de vieillissement est appliqué directement après les étapes de forgeage. La phase  $\delta$  est alors conservée et une microstructure à grains fins, de l'ordre de 5 $\mu$ m, est obtenue. De plus, l'absence de remise en solution permet de conserver l'écrouissage résiduel hérité du forgeage, contribuant au durcissement de l'alliage. C'est ce traitement *Direct Aged* qu'a subi la matière de cette étude.

### II.1.3 Microstructure de l'Inconel 718 DA

Ici, sont présentées quelques caractéristiques microstructurales de l'alliage de l'étude ayant subi les étapes d'élaboration et le traitement thermique décrits aux paragraphes II.1.1 et II.1.2. La composition chimique du lot matière utilisé pour cette étude est donnée par le Tableau II-1.

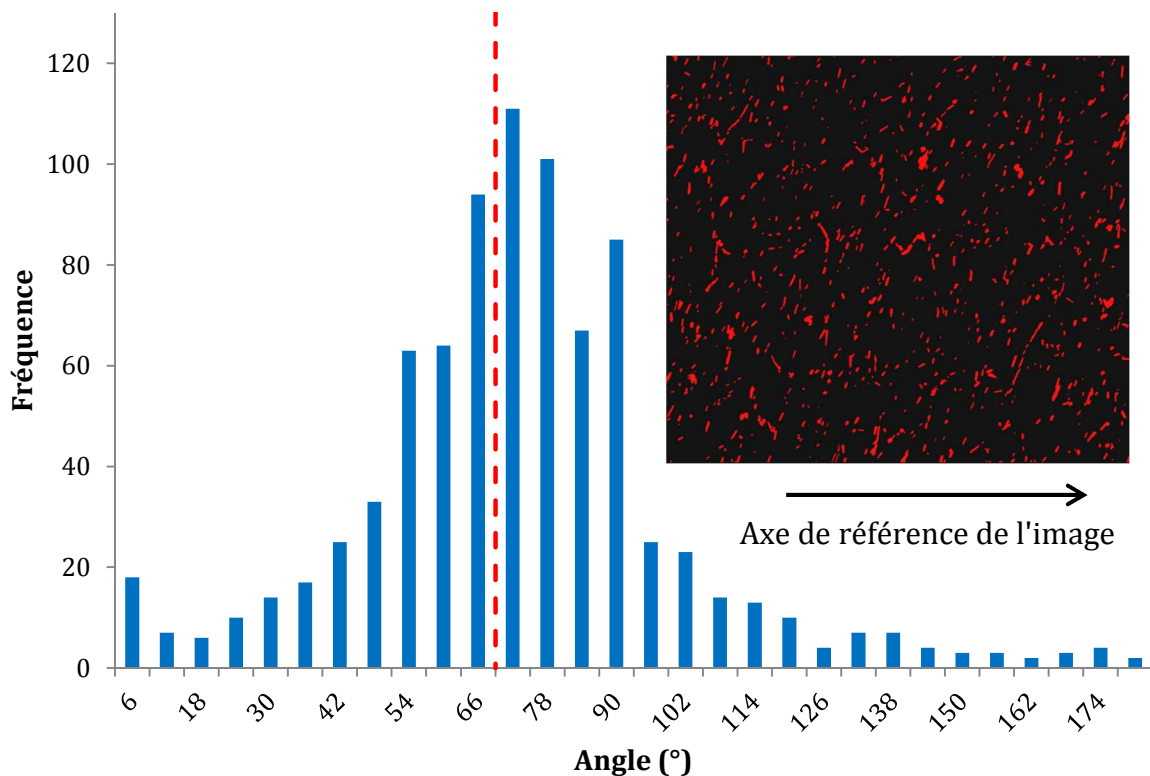
Elément	Ni	Cr	Fe	Nb+Ta	Mo	Ti	Al
% <sub>massique</sub>	Balance	17.97	17.31	5.4	2.97	1	0.56

Co	Mn	Cu	C	B
0.14	0.08	0.03	0.023	0.0041

**Tableau II-1: Composition chimique du lot matière d'Inconel 718 de l'étude**

La microstructure est analysée par EBSD sur un champ de  $300 \times 300 \mu\text{m}^2$ , soit environ 6400 grains. Les grains sont équiaxes et aucune texture particulière n'est observée. La taille de grains est estimée en ne prenant pas en compte les grains présents sur les bords des champs analysés. Les macles sont également exclues de l'analyse. Le diamètre moyen déterminé après une pondération en surface est de  $6.12 \mu\text{m}$  (soit 11ASTM).

La fraction surfacique de phase  $\delta$  est estimée à partir d'images prises en contraste d'électrons rétrodiffusés sous MEB. La fraction surfacique de phase  $\delta$  estimée après traitement d'image est de l'ordre de 5%, ce qui est en accord avec des données relevées par ailleurs [20]. Un fort fibrage est observé, révélé par un alignement des phases  $\delta$  selon une direction préférentielle. Ceci est illustré en Figure II-1. Le fibrage se manifeste également par des alignements de carbures et de nitrures se regroupant sous forme de chapelets (Figure II-2).



**Figure II-1 : Histogramme d'orientation des phases  $\delta$  par rapport à l'axe horizontal de l'image. Mise en évidence d'un alignement préférentiel des phases  $\delta$**

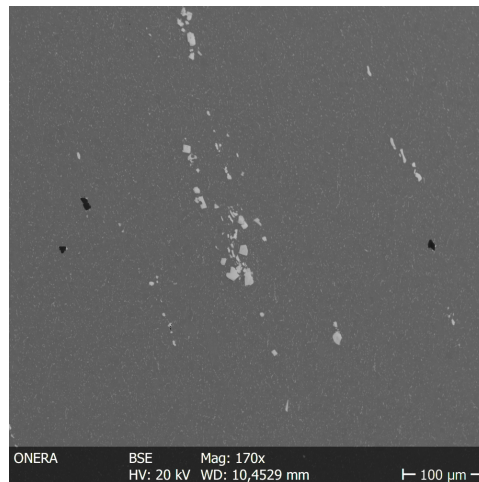


Figure II-2 : Micrographie MEB illustrant le fibrage, par alignements des carbures et nitrures (en blanc)

### II.1.4 Propriétés mécaniques élémentaires de l'Inconel 718 DA

Le comportement en traction de l'Inconel 718 DA de cette étude a été caractérisé à 550°C et 650°C (Figure II-3 Figure II-4 respectivement) pour des vitesses de déformation allant de  $10^{-6}.s^{-1}$  à  $10^{-2}.s^{-1}$ . Le pilotage des essais est réalisé par extensométrie jusqu'à une déformation de 10%. Au-delà, le pilotage est fait à vitesse de déplacement de traverse constante. Tous les essais sont menés jusqu'à rupture de l'éprouvette.

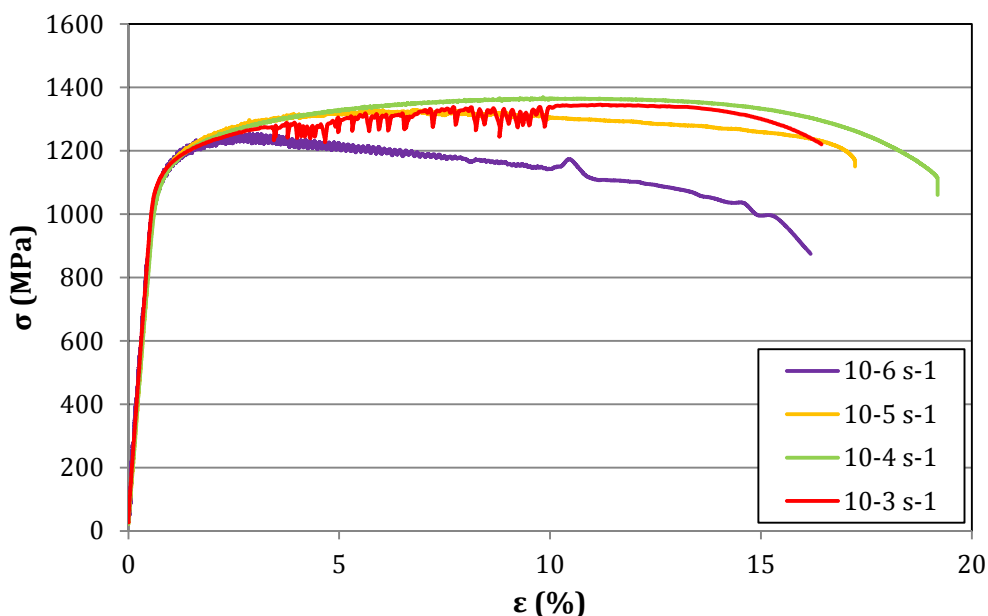


Figure II-3 : Comportement mécanique en traction de l'Inconel 718 DA à 550°C pour différentes vitesses de déformation

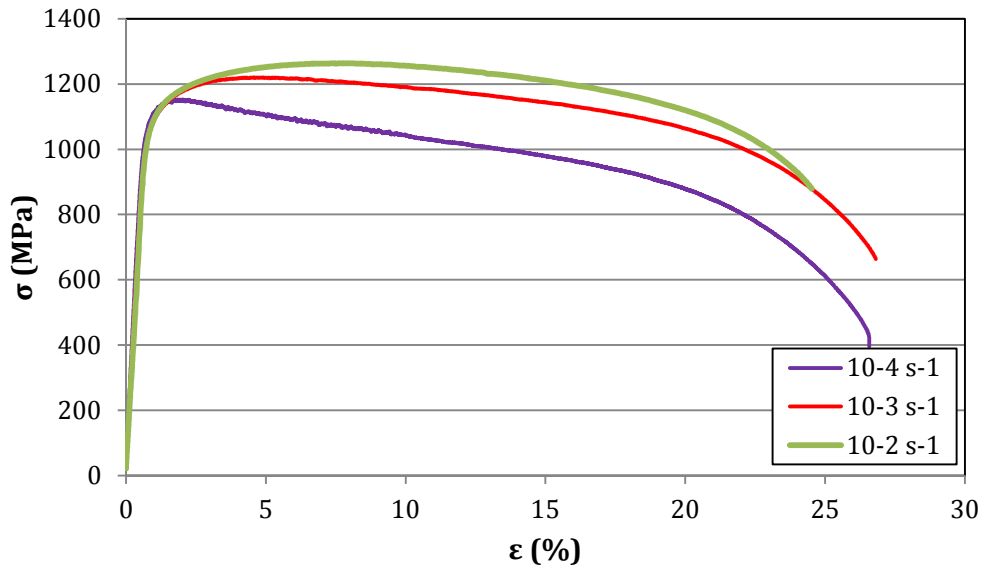


Figure II-4 : Comportement mécanique en traction de l'Inconel 718 DA à 650°C pour différentes vitesses de déformation

À 550°C, on note l'apparition d'instabilités plastiques de type PLC à partir d'une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . La disparition des instabilités plastiques à partir de 10% de déformation correspond au changement du mode de pilotage de l'essai. À plus faibles vitesses de déformation, l'effet PLC est absent et nous sommes alors dans un régime de vieillissement dynamique DSA. À 550°C et 650°C, il est à noter un adoucissement du comportement avec la diminution de la vitesse de déformation. À 550°C, le comportement semble également s'adoucir lorsque le PLC se déclenche. L'évolution des propriétés élémentaires en fonction de la vitesse de déformation est représentée en Figure II-5, à 550°C. La transition entre le domaine du PLC et du DSA y est reportée.

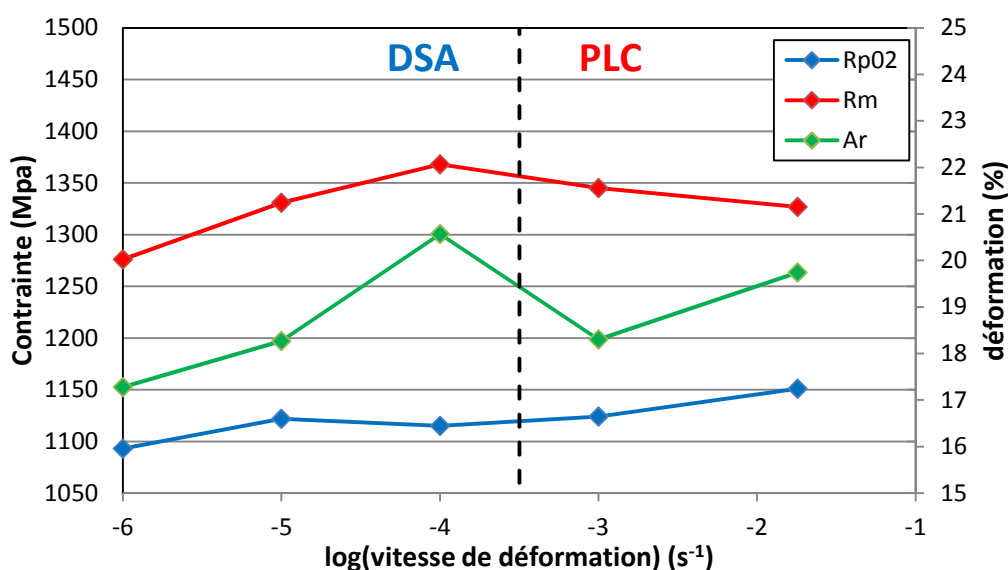


Figure II-5 : Evolution des propriétés en traction à 550°C selon la vitesse de déformation

Ces données élémentaires sur le comportement mécanique de l’Inconel 718 DA nourriront par la suite les discussions concernant les effets de la vitesse de déformation en pointe de fissure, en particulier son effet sur le mode de rupture.

## II.2 Géométries d’éprouvettes, prélèvement et contextualisation

### II.2.1 Prélèvement et usinage des éprouvettes

La matière de l’étude est réceptionnée sous la forme d’un brut de forge ayant subi le traitement *Direct Aged*. L’élaboration d’un disque fini nécessiterait à ce stade plusieurs étapes supplémentaires. Tout d’abord, la peau de forge est retirée. Il s’agit de la partie externe du brut de forge, zone dans laquelle la microstructure n’est pas homogène. La pièce ainsi obtenue est appelée « pré-usiné ». C’est dans cette partie, où la microstructure est homogène, que sera usiné le disque final.

Les éprouvettes de l’étude sont prélevées directement à partir du brut de forge. Le positionnement des éprouvettes dans le brut de forge est cependant choisi de sorte à ce qu’elles se situent dans la zone correspondant au « pré-usiné », loin de la peau. La microstructure des éprouvettes sera donc représentative de celle d’un disque de turbine haute pression.

Le prélèvement des éprouvettes commence par le découpage du pré-usiné en blocs. À l’intérieur des blocs, les ébauches des différentes éprouvettes sont prélevées dans la direction tangentielle, pour une propagation radiale. Le plan de prélèvement est visible en Figure II-6.

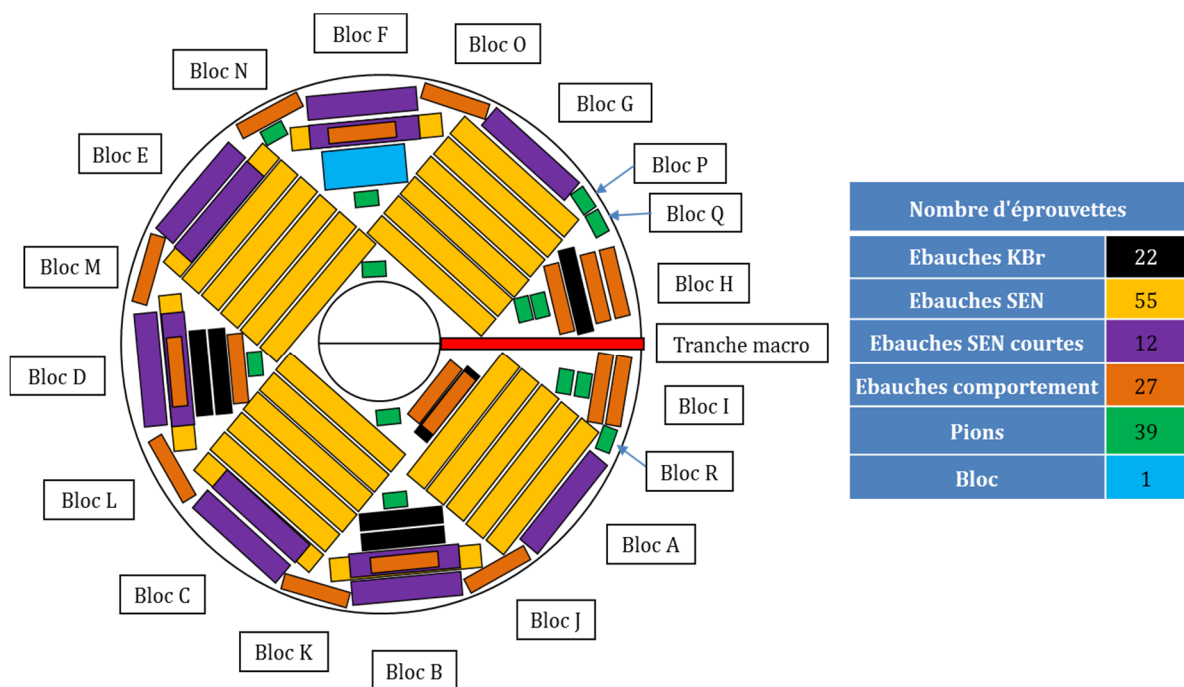


Figure II-6 : Plan de prélèvement des ébauches dans le disque de l’étude

Les différentes dimensions d'ébauches correspondent aux géométries d'éprouvettes utilisées dans cette étude, à savoir :

- Eprouvettes de fissuration de type « Single Edge Notch » (SEN, 2 longueurs différentes)
- Eprouvettes de fissuration de type « K-Bar reduced » (KBr)
- Eprouvettes lisses pour essais de comportement
- Pions et bloc de matière pour caractérisations métallurgiques

En plus des éprouvettes et pions, une tranche macro est découpée afin de caractériser la microstructure sur l'ensemble du disque.

Toutes les ébauches d'éprouvettes, les pions et le bloc sont repérés par le bloc duquel ils sont extraits ainsi que leur rangée dans la direction radiale et axiale. Ceci permet le recalage des données expérimentales par rapport au positionnement de l'éprouvette dans le disque, notamment vis-à-vis du fibrage. Une fois les ébauches extraites, les éprouvettes sont usinées. Après usinage, la surface des éprouvettes est rectifiée avec une spécification de  $R_a=0.8$ .

## II.2.2 Eprouvettes SEN et KBr, contextualisation et spécificités

Différentes géométries d'éprouvettes de fissuration ont été utilisées au cours de cette étude, selon le lieu de réalisation des essais. La plupart des essais ont été réalisés à l'*Onera* sur des éprouvettes de type SEN. D'autres essais ont été réalisés par le pôle d'essais mécaniques chez *Safran Aircraft Engines*. Des éprouvettes de type KBr sont alors utilisées.

Les éprouvettes SEN présentent une section rectangulaire de largeur 16mm et d'épaisseur 2mm ou 4mm. Ces deux épaisseurs ont été testées durant l'étude. L'impact de ce choix sur les résultats sera présenté et commenté plus tard. Une entaille de 0.3mm est usinée par électroérosion (Electrodischarge machining, EDM) sur l'épaisseur de l'éprouvette. La fissure propageant dans cette géométrie est donc traversante et supposée rectiligne. Cette géométrie permet d'obtenir une fissure de grande taille (quelques millimètres) et donc de couvrir une large amplitude en  $\Delta K$ . De plus, cela facilite sa manipulation lors des préparations pour des observations post-mortem. Pour cette géométrie, le facteur d'intensité des contraintes (FIC)  $\Delta K$  est calculé selon la formule dite de Murakami [75] :

$$\Delta K = (1 - R)\sigma\sqrt{\pi a} \cdot (1.12 - 0.231x + 10.55x^2 - 21.72x^3 + 30.399x^4)$$

*avec  $x = a/W$*

où 'a' est la longueur de fissure, ' $\sigma$ ' est la contrainte maximale, R est le rapport de charge et W la largeur de l'éprouvette. Cette formule fait l'hypothèse d'une fissure rectiligne et d'un état de déformation plane.

Les éprouvettes KBr présentent également une section rectangulaire, de 3.5mm d'épaisseur pour 8.3mm de large. Une lunule de 0.3mm de profondeur est usinée par EDM au centre de la grande face de l'éprouvette. La fissure propagera donc sous forme semi-circulaire (ou semi-elliptique) jusqu'à une longueur de 2.5mm, afin de ne pas



rompre de pas rompre l'éprouvette et rester en situation de plasticité confinée. Cette géométrie est relativement petite et permet donc d'obtenir un grand nombre d'éprouvettes dans un volume de matière donné. Cependant l'amplitude de propagation en  $\Delta K$  est réduite à 25-30MPa $\sqrt{m}$ . Elle est largement utilisée chez *Safran Aircraft Engines* pour les études en fissuration. Pour cette géométrie, le FIC est calculé selon la formule suivante [76] :

$$\Delta K = (1 - R) \frac{\sigma \sqrt{\pi a}}{E(k)} F\left(\frac{a}{T}, \frac{a}{c}, \varphi\right)$$

où 'a' est le rayon de la fissure au centre de l'éprouvette, 'c' son rayon en surface, 'T' l'épaisseur de l'éprouvette, 'W' sa largeur. 'E(k)' une intégrale elliptique et la fonction 'F' est un facteur de correction dépendant de la géométrie de l'éprouvette et de la position du point considéré le long du front de fissure, repéré par un angle  $\varphi$  par rapport au plan médian.

Les plans des géométries utilisées et notations associées sont représentés en Figure II-7.

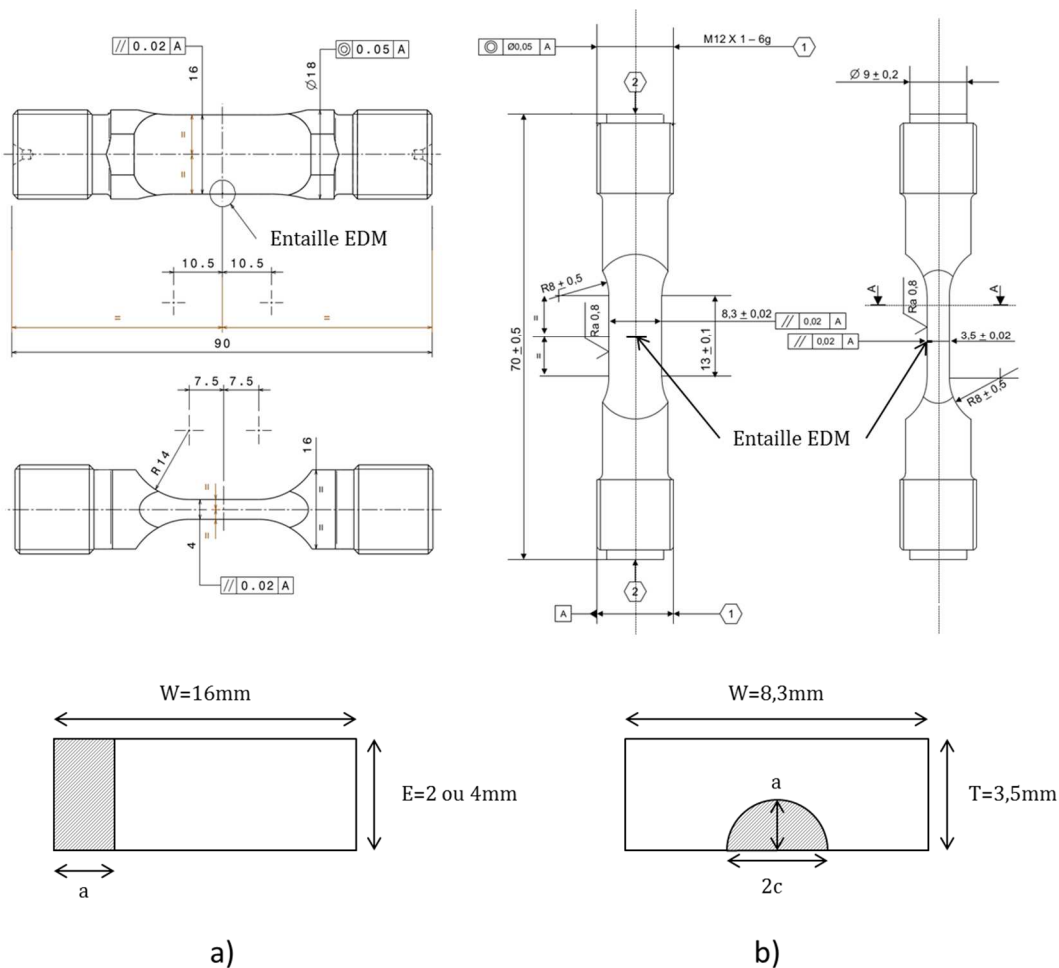


Figure II-7 : Plan des éprouvettes, schémas des sections utiles et notations : SEN a) et KBr b)

## II.3 Procédure standard d'essais de fissuration par fatigue

Ce paragraphe introduit les spécificités des différents bancs d'essais utilisés, les procédures appliquées ainsi que la méthode du potentiel électrique utilisée pour le suivi de la longueur de fissure. Bien que des essais aient été réalisés à l'*Onera* et à *Safran Aircraft Engines*, tous suivent la même procédure. De plus, les développements apportés aux essais de fissuration (présentés au chapitre II.4) sont appliqués dans les deux laboratoires.

### II.3.1 Bancs d'essais utilisés et spécificités du chauffage

Deux bancs d'essais ont été utilisés à l'*Onera*. Il s'agit de deux machines de fatigue servo-hydrauliques de marque *Schenk*, l'une d'une capacité de 40kN, l'autre de 63kN. Elles sont respectivement équipées d'un chauffage par induction, associé à des mors refroidis par une circulation d'eau, et d'un four à résistances, associé à des mors chauds. Les précautions prises pour le contrôle de la température sont ici décrites selon le moyen de chauffage.

Dans le four à résistance, la régulation est relativement aisée. Une première éprouvette est utilisée pour réaliser un étalonnage en température des trois zones du four. Trois thermocouples sont reliés au contrôleur du four. Ils sont positionnés face aux résistances, deux sur les mors haut et bas et un troisième est positionné en l'air, entre la résistance centrale et l'éprouvette. Pour l'étalonnage, trois autres thermocouples sont soudés sur la section utile de l'éprouvette. Il s'agit alors de déterminer les températures de consigne de chacune des trois zones du four afin d'atteindre une température homogène sur toute la section utile de l'éprouvette. Une fois l'étalonnage réalisé, seuls deux thermocouples de contrôle seront soudés sur l'éprouvette pour l'acquisition de la température et surveiller toute dérive. Dans ces conditions, la variation de température au cours d'un essai est de 2°C. Après la montée en température, un délai de 1h30 est respecté afin de s'assurer que la température soit homogène dans le volume et pour être comparable aux procédures adoptées pour le chauffage par induction.

Dans le cas du chauffage par induction, l'éprouvette n'est pas confinée dans une enceinte et est donc exposée à l'air ambiant, justifiant donc un contrôle d'autant plus rigoureux de la température. De plus, l'inducteur ne dispose pas de boucle d'asservissement de type PID. Tout d'abord, l'inducteur présente deux séries de spires situées au niveau des épaulements de l'éprouvette. Aucune spire n'est positionnée face à la section utile. L'intérêt est de conserver un maximum d'accessibilité à la zone utile pour l'instrumentation. Les têtes de l'éprouvette sont donc chauffées par induction. La section utile est chauffée par conduction depuis les têtes, plus chaudes. Typiquement, pour une température de 550°C sur la section utile, la température au niveau des têtes est de 580°C. Cet écart est jugé raisonnable.

Trois thermocouples sont soudés sur la section utile, dont un au niveau du plan de propagation de la fissure, sur la tranche de l'éprouvette à l'opposé de celle où est usinée l'entaille EDM. Un thermocouple est soudé au niveau de l'épaulement, face aux spires. Lorsque la température souhaitée est atteinte sur le plan de propagation, la température au niveau de la tête est relevée. C'est cette dernière qui servira de consigne

pour des raisons de sensibilité. Une boucle de régulation a été programmée selon le principe suivant (illustré en Figure II-8). La température sur la tête de l'éprouvette est moyennée sur 20s avec une fréquence d'échantillonnage de 10Hz. Selon la valeur de la moyenne par rapport à la consigne, la puissance injectée dans l'inducteur est ajustée. En d'autres termes, ce choix de régulation au niveau de la tête, face aux spires, est justifié par le fait que c'est à ce niveau-là que la température réagit le plus vite aux variations de puissance injectée. Une régulation via le thermocouple soudé sur le plan de propagation serait moins efficace, du fait du retard lié à la conduction de la chaleur depuis les têtes.

En complément des mesures ponctuelles par thermocouples, une caméra thermique est adjointe vers une face de l'éprouvette, recouverte de peinture noire. Ceci permet d'obtenir une émissivité la plus homogène possible de la face observée. La thermographie, couplée avec les différents thermocouples et la boucle de régulation permet un contrôle de la température à  $\pm 5^\circ\text{C}$ .

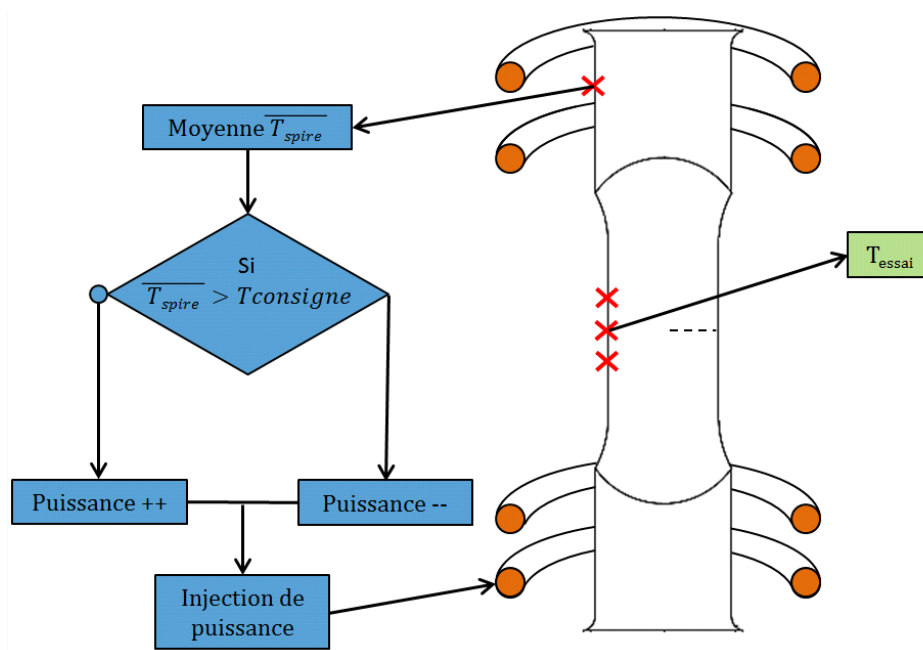


Figure II-8 : Schéma de principe de l'asservissement sous induction

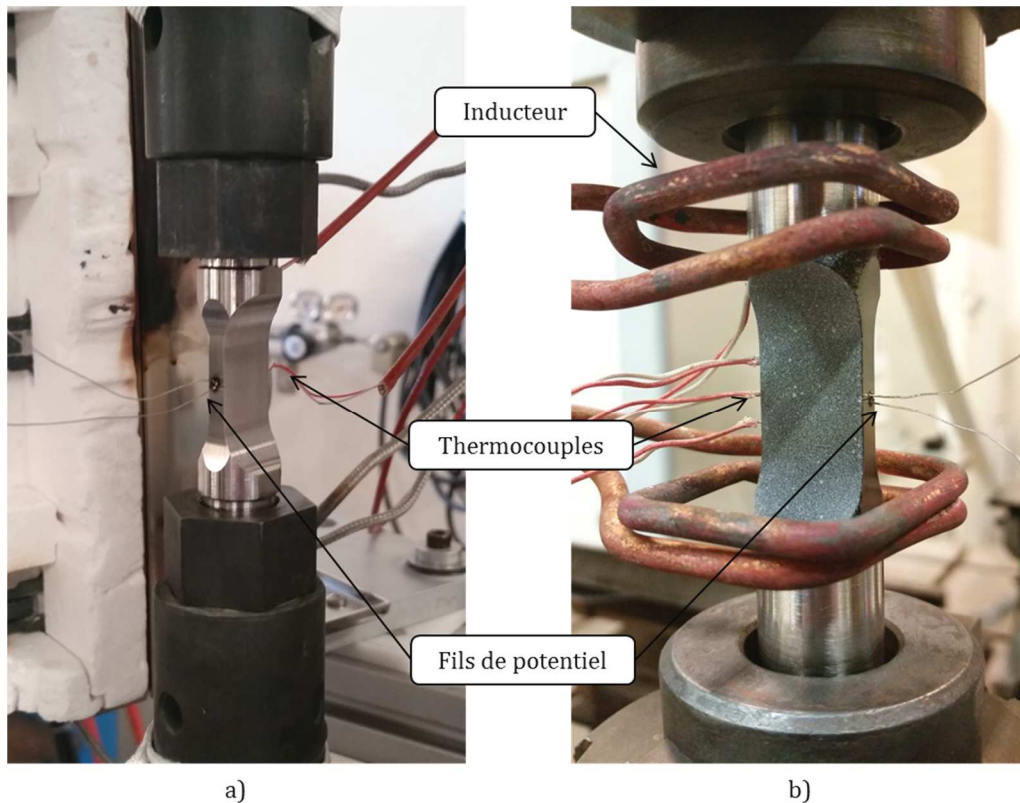
Enfin, l'induction peut conduire à une augmentation très rapide de température. Afin d'éviter une mise en température trop brusque et une surchauffe de l'éprouvette, l'inducteur est piloté manuellement lors de la mise en chauffe. De même que pour le chauffage à l'aide du four à résistance, une fois que la température de l'essai est atteinte un délai de 1h30 est respecté avant le lancement de l'essai pour permettre à la température de s'homogénéiser.

### II.3.2 Suivi électrique de fissure

Lors des essais, la longueur de fissure est déterminée par la méthode du potentiel électrique, recommandée par la norme ASTM [77]. Un courant pulsé est injecté à travers l'éprouvette. La réduction de section de celle-ci, liée à l'avancée de fissure, conduit à une

augmentation de sa résistance et donc de la tension, mesurée de part et d'autre du plan de propagation. Cette tension est ensuite associée à une longueur de fissure via une courbe de calibration.

Les arrivées et sorties de courant sont installées au niveau des mors. L'ensemble est isolé du reste du bâti par des plaques d'isolant afin de limiter significativement le bruit lors de la mesure du potentiel. Les prises de potentiel sont soudées de part et d'autre de l'entaille EDM, à une distance voulue de 0.3mm (voir Figure II-9). Une soudure au plus proche de l'entaille et du plan de propagation rend la mesure de potentiel plus sensible à l'avancée de la fissure [78].



**Figure II-9 : Eprouvettes instrumentées avec chauffage sous four a) et sous induction b)**

La méthode du potentiel électrique requiert une courbe de calibration pour relier le potentiel mesuré à une longueur de fissure. Cette calibration peut être prédéfinie (analytiquement ou numériquement) pour une géométrie d'éprouvette donnée, ou bien défini spécifiquement pour l'essai, en réalisant plusieurs marquages du front de fissure en cours d'essai. Les longueurs mesurées post-mortem sont alors associées à la valeur correspondante du potentiel pour définir la calibration.

Usuellement, la mesure du potentiel est normalisée par une valeur de référence, correspondant à la mesure initiale. C'est cette valeur normalisée qui est convertie, à travers la calibration, en longueur de fissure. L'intérêt de la normalisation est notamment de s'affranchir de la résistivité électrique du matériau et de sa dépendance à la température. La calibration est alors indépendante de la température et du matériau. Typiquement, la valeur de référence est relevée au début de l'essai, à la température de

l'essai, et est associée à la longueur de l'entaille initiale. La distance entre les fils de potentiel est généralement un paramètre de la calibration. Elle est donc estimée après soudure. De plus, l'application du cycle de chargement conduit à une variation de la distance entre les fils de potentiel, par l'allongement de l'éprouvette. Afin de ne pas introduire un biais, la valeur de référence est relevée à effort maximum, lors du premier cycle.

La calibration dépend de la géométrie d'éprouvette et de la forme du front. Pour les éprouvettes SEN, la courbe de calibration établie par Johnson est utilisée, valable pour une fissure rectiligne, plane, sans dépendance à l'épaisseur (milieu supposé 2D) [79]. Cette calibration est recommandée dans la norme ASTM E647 [77] pour la géométrie SEN. Pour la géométrie KBr, une courbe de calibration a été préalablement identifiée numériquement, supposant une fissure semi-circulaire [78].

Au cours d'un essai avec un chargement de fatigue pure, la mesure du potentiel est acquise de façon synchrone avec les extrema du cycle de chargement. Après application de la calibration, les vitesses de propagation sont calculées entre les maxima de deux cycles successifs.

La méthode du potentiel est appliquée en cours d'essai afin d'avoir une estimation de la longueur de fissure. Ceci servira à automatiser les procédures d'essais, permettant par exemple de gérer l'enchaînement entre différentes étapes de la procédure, piloter une décroissance de charge ou encore déclencher des marquages thermiques.

### **II.3.3 Déroulement d'un essai de fissuration par fatigue**

Un essai commence par la mise en chauffe de l'éprouvette à la température de l'essai en appliquant les précautions décrites au paragraphe II.3.1, selon le moyen de chauffage.

Une fois en température, une phase d'amorçage est réalisée de sorte à initier rapidement une fissure à partir de l'entaille EDM. Sur une éprouvette SEN, cela se fait avec un chargement de fatigue à 5Hz, une contrainte de 600MPa et un rapport de charge  $R=-0.5$ . Ces conditions, spécifiques à cette étude, sont en accord avec la norme ASTM. L'amorçage se termine pour une longueur de fissure  $a=0.45\text{mm}$ . Après amorçage une procédure de pré-fissuration est appliquée. Le but est de réduire progressivement le niveau de chargement tout en faisant propager la fissure afin d'obtenir en fin de procédure une fissure présentant une zone plastifiée réduite avant d'appliquer le cycle d'intérêt. Durant la pré-fissuration un cycle de fatigue à 5Hz est appliqué pour  $R=0.05$  (identique à la propagation). La décroissance de charge se fait par paliers successifs dès qu'une avancée de  $30\mu\text{m}$  est détectée. Le niveau d'effort est réduit linéairement depuis celui appliqué en amorçage jusqu'à celui souhaité pour la phase de propagation. Conformément à la norme ASTM E647, à chaque palier, la fissure propage suffisamment pour sortir de la zone plastique issue du palier précédent. La pré-fissuration termine pour une longueur de fissure de  $0.6\text{mm}$ .

Suite à ces deux étapes, le cycle d'intérêt est appliqué. Différents cycles de chargement ont été testés durant cette étude :

- Cycles de fatigue sinusoïdaux ou triangulaire à différentes fréquences
- Cycles de fatigue fluage de type 10-TM-10, TM étant le temps de maintien à charge maximale
- Cycles complexes avec surcharge

Sur géométrie SEN, tous les essais ont été réalisés avec un niveau de chargement  $\sigma_{max}$  identique de 400MPa, que ce soit pour les cycles de fatigue pure ou de fatigue-fluage. Le rapport de charge est également toujours le même :  $R=0.05$ .

Si certains essais seront réalisés de façon « standard », en appliquant le même cycle de chargement du début à la fin de l'essai, d'autres, plus complexes, comporteront différentes phases de propagation avec différents cycles. Ces essais seront précisés au cas par cas. La phase de propagation est arrêtée pour une longueur de 7mm permettant, pour les niveaux de chargement appliqués, de rester en condition de plasticité confinée. D'une part, la contrainte dans le ligament de matière non rompu n'excède pas les 800MPa, soit bien inférieure à la limite élastique de l'Inconel 718 DA à chaud et d'autre part, la zone plastique reste petite face à la longueur de fissure et au ligament non rompu. Le critère, empirique, donné par la norme ASTM est respecté. Ce critère de confinement s'exprime comme :

$$(W - a) \geq (4/\pi)(K_{max}/\sigma_y)^2$$

## II.4 Développements autour de la méthode électrique et dépouillement

La procédure décrite ci-dessus est tout à fait standard dans le cas d'un chargement de fatigue, en particulier concernant l'acquisition du potentiel de façon synchrone avec les extrema du cycle et son exploitation pour le calcul d'une vitesse de propagation cycle à cycle.

Ces méthodes sont tout à fait transposables aux cycles de fatigue-fluage. Cependant, en fatigue-fluage, l'étude bibliographique montre que des mécanismes liés au temps pilotent la propagation et que des couplages existent entre la fatigue, le fluage et l'environnement. Il est donc réducteur d'appliquer cette méthode aux cycles de fatigue-fluage. Des développements ont été réalisés autour de la méthode électrique afin d'étudier finement ces cycles de chargement, ou autres cycles encore plus complexes.

### II.4.1 Amélioration de la méthode en fatigue-fluage

Le but est ici de tendre vers un suivi « quasi-continu » de la longueur de fissure en cours d'essai pour les cycles de fatigue-fluage. Pour cela, la mesure du potentiel (comme toutes les autres données d'essai) est acquise de façon temporisée, à raison d'une acquisition par seconde. Ce choix de l'échantillonnage est fait de manière à ce qu'une

acquisition soit réalisée de façon synchronisée avec chacun des points descriptifs du cycle de chargement, à savoir : les deux points à  $F_{\min}$  ainsi que le premier et dernier point du temps de maintien à  $F_{\max}$ . Entre ces instants particuliers, un grand nombre d'acquisitions est réalisé.

Cette méthode permet un calcul de la vitesse de propagation en comparant deux points identiques entre deux cycles successifs, de façon similaire à ce qui est fait en fatigue pure. La vitesse de propagation sur le cycle complet peut ainsi être calculée. Cette vitesse globale peut être décomposée en une contribution dite de fatigue et une contribution dite de fluage. La contribution de fatigue est l'avancée de fissure mesurée au cours de la décharge-recharge du cycle. La contribution de fluage est l'avancée de fissure mesurée entre le début et la fin du temps de maintien. La somme de ces deux contributions est l'avancée sur le cycle complet. Le principe de cette décomposition est présenté en Figure II-10.

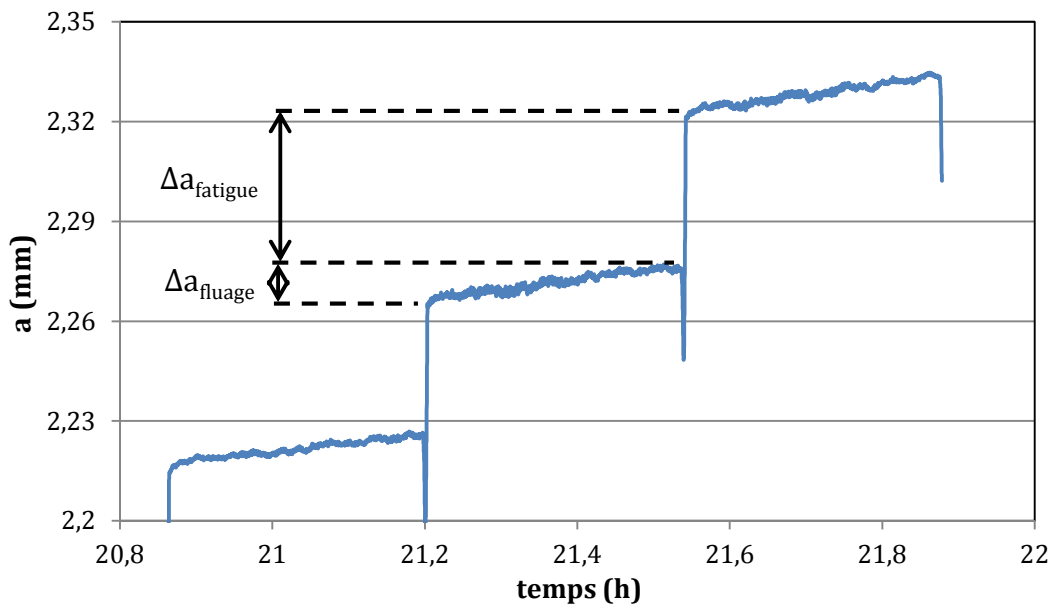


Figure II-10 : Décomposition de l'avancée de fissure en fatigue-fluage.  
Cas d'un cycle 10-1200-10 à 550°C

Cette méthode nécessite l'acquisition d'un grand nombre de données qu'il s'agit de traiter. Ceci est réalisé de façon automatisée à l'aide d'un programme *Matlab* développé dans ce but. Il est à noter que l'avancée de fissure, et donc la variation du potentiel, au cours du temps de maintien peut être faible. Le bon fonctionnement de cette méthode est donc conditionné par une bonne isolation électrique de la ligne (voir chapitre II.3.2) afin de limiter le bruit de mesure pouvant rendre cette méthode inefficace. Enfin, de toutes les données acquises, seules celles mesurées à  $F_{\max}$  seront exploitées pour la décomposition. En effet, la calibration du potentiel électrique est dépendante de la distance entre les fils de potentiel, variable à la mise en charge du fait de l'allongement de l'éprouvette. Il est à noter que cette méthode est rarement utilisée dans la littérature.

## II.4.2 Méthodologie de recalage

Afin de calculer au plus juste les vitesses de propagation il est nécessaire d'avoir une mesure fiable de la longueur de fissure en cours d'essai. Pour rappel, la calibration dite de Johnson [79] est celle préconisée pour la géométrie SEN, donc pour une fissure traversante, supposée rectiligne. Sa formulation est la suivante :

$$a = \left(\frac{2W}{\pi}\right) \cos^{-1} \left( \frac{\cosh\left(\frac{\pi d}{2W}\right)}{\cosh\left(\frac{V}{V_{ref}} \cosh^{-1}\left(\frac{\cosh\left(\frac{\pi d}{2W}\right)}{\cos\left(\frac{\pi a_{ref}}{2W}\right)}\right)\right)} \right)$$

Cette formulation est utilisée en cours d'essai pour un suivi en direct de l'avancée de fissure sur géométrie SEN. Dans ce cas, la distance 'd' entre les fils de potentiel est estimée après soudure. La longueur de référence 'a<sub>ref</sub>' est prise comme la profondeur de l'entaille EDM : 0.3mm. La valeur du potentiel 'V<sub>ref</sub>' associée est mesurée en début d'essai, une fois l'éprouvette en température et sous charge. Ceci permet une estimation en direct de la longueur de fissure en cours d'essai.

Lors du dépouillement final d'un essai, seule la phase de propagation est analysée. La longueur de référence 'a<sub>ref</sub>' est prise comme la longueur de fissure en fin de pré-fissuration, mesurée sur les faciès. La valeur du potentiel 'V<sub>ref</sub>' associée est alors la tension mesurée au premier cycle de la phase de propagation. Enfin la distance inter-prises 'd' est également mesurée. Ceci permet donc de dépouiller l'essai. Dans un deuxième temps, un recalage peut cependant être nécessaire pour corréliser les longueurs calculées et celles mesurées sur les faciès, grâce à des marquages thermiques ou mécaniques. Le marquage thermique consiste à arrêter le cyclage mécanique, maintenir l'éprouvette à un niveau de charge jugé suffisant pour ouvrir la fissure et la maintenir ainsi, en température, pendant 1h. Le marquage mécanique, quant à lui, consiste simplement à changer le cycle de chargement appliqué : fréquence, ou forme du cycle.

Le recalage se fait tout d'abord en mesurant post-mortem la distance entre les fils de potentiel. Enfin, la courbe de calibration peut être utilisée en prenant pour longueur de référence (et valeur du potentiel associée) soit la profondeur de l'entaille EDM, soit la longueur de la fissure après pré-fissuration, soit la longueur finale de la fissure. Cette dernière méthode donne les meilleurs résultats en fatigue. Ceci peut s'expliquer par l'aspect 3D ou 2D du défaut pris pour référence. En prenant comme état de référence l'entaille EDM ou la longueur après pré-fissuration, le défaut considéré est alors essentiellement 3D. À l'inverse, en prenant la fissure obtenue en fin d'essai pour référence, le défaut considéré est alors essentiellement 2D, l'entaille EDM devenant négligeable face à la longueur de fissure. La calibration de Johnson étant basée sur une fissure rectiligne, plane et supposée 2D, cela explique pourquoi un recalage par l'état final donne les meilleurs résultats. L'effet du choix de l'état de normalisation est illustré en Figure II-11 et les résultats sont comparés à des mesures réalisées par marquages thermiques.



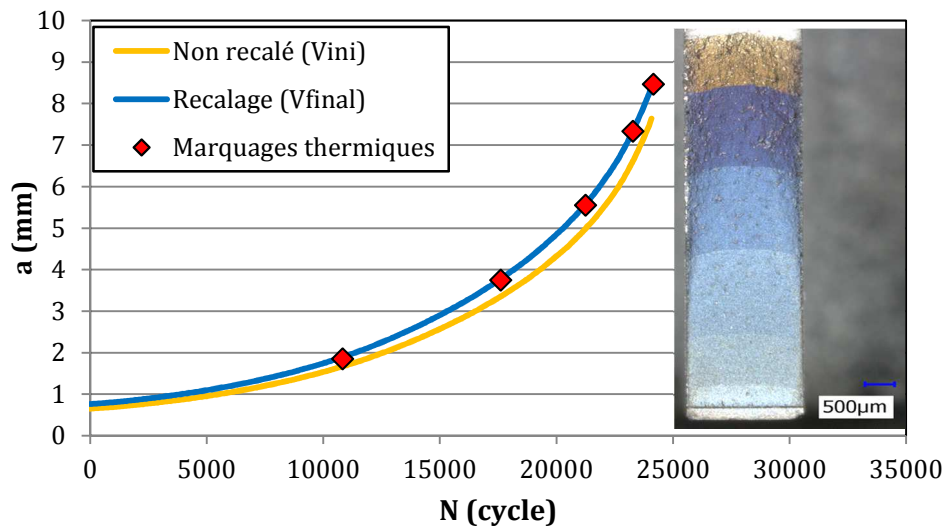


Figure II-11 : Comparaison entre mesures par marquages thermiques et méthode du potentiel électrique, avec normalisation par l'état initial (pré-fissuration) et par l'état final.

Tous les essais réalisés dans cette étude en fatigue pure sur géométrie SEN seront recalés avec la méthode ici présentée. Dans de telles conditions, l'écart moyen entre les mesures effectuées par la méthode du potentiel et les mesures optique *post-mortem* est de 50µm.

## II.5 Essais de propagation spécifiques

Les procédures d'essais décrites ci après seront utilisées afin d'étudier des régimes de propagation spécifiques, hors du régime de Paris par des essais de recherche de seuil, ou bien dans un régime purement dépendant du temps grâce à des essais de propagation par fluage. Enfin, quelques essais pilotés en  $K_{max}$  constant ont été réalisés. Ces différents essais apporteront des informations complémentaires aux essais de propagation décrits au chapitre II.3.3.

### II.5.1 Fissuration par fluage

La propagation par fluage pur est considérée comme un cas limite de cycle de fatigue-fluage, pour un temps de maintien très long. Des essais de propagation par fluage pur ont donc été réalisés afin d'étudier ce régime de propagation qui, par nature, est purement dépendant du temps. Ces essais ont été réalisés sur des éprouvettes SEN (4mm d'épaisseur). Comme pour les essais de propagation par fatigue ou fatigue-fluage, ces essais commencent sur une machine de fatigue par une procédure d'amorçage puis de pré-fissuration, décrite au chapitre II.3.3.

L'éprouvette est ensuite montée sur une machine de fluage. L'éprouvette est ensuite mise en température grâce à un four à résistances trois zones. Un temps de maintien en température est respecté afin de garantir l'homogénéité de la température dans le volume de l'éprouvette.

La mise en charge est ensuite réalisée. La machine utilisée est équipée d'un bras de levier avec une amplification d'un facteur 10. Comme pour les essais de fatigue et de fatigue-fluage sur géométrie SEN, une contrainte de 400MPa est appliquée, ce qui représente une charge de 250kg. Cette mise en charge est faite progressivement (environ 10min) et de façon la plus reproductible possible d'un essai à l'autre.

L'avancée de fissure est mesurée par la méthode du potentiel. La ligne d'amarrage est isolée d'un seul côté par un isolant électrique positionné au-dessus du four. L'acquisition du potentiel est assurée par un contrôleur externe, toutes les 10s. Le dispositif utilisé pour les essais de propagation par fluage est illustré en Figure II-12.

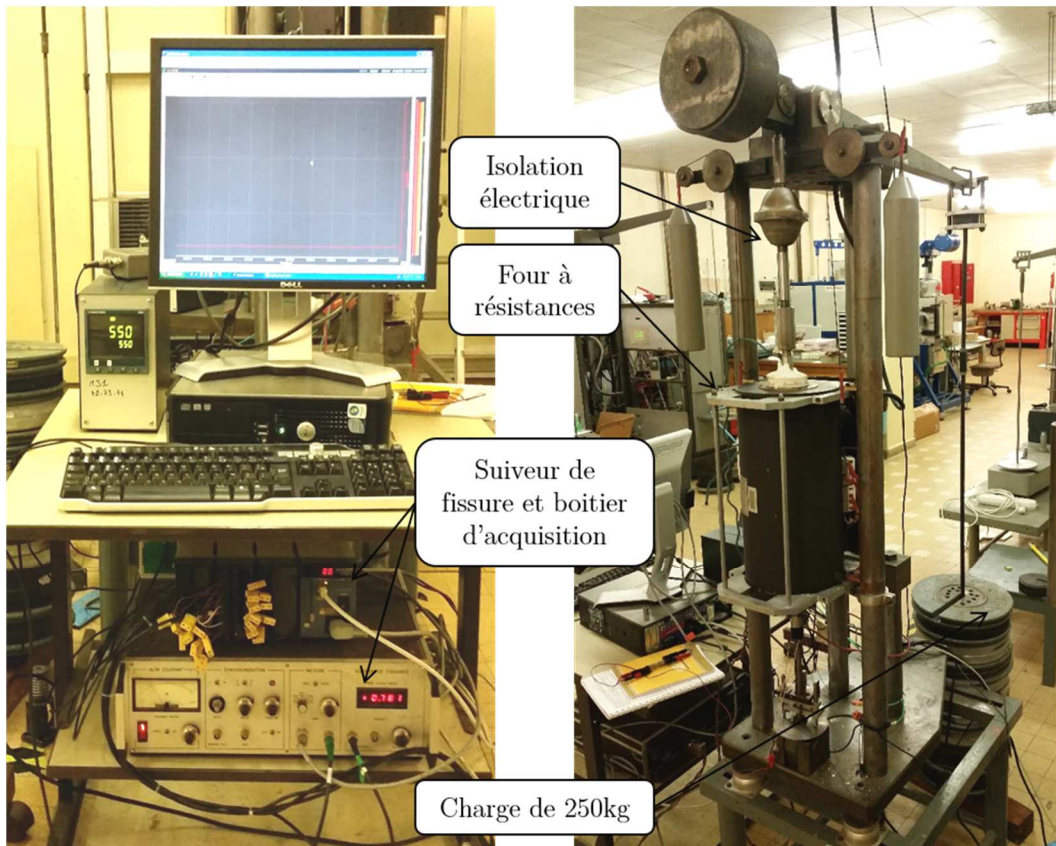


Figure II-12 : Dispositif de fissuration par fluage

### II.5.2 Pilotage à $K_{max}$ constant

Des essais de propagation en fatigue-fluage ont été pilotés à  $K_{max}$  constant. Cela revient à une procédure de décroissance de charge pilotée en fonction de l'avancée de la fissure. Ce pilotage est réalisé en cours d'essai grâce au suivi en direct de la longueur de fissure par la méthode du potentiel. Ces essais sont réalisés spécifiquement pour caractériser l'effet de l'évolution de la plasticité en pointe de fissure sur le comportement en propagation et l'évolution du front de fissure, par comparaison avec les essais standards.

Durant l'application d'un cycle de fatigue-fluage, la longueur moyenne de fissure au cours du cycle est calculée à partir d'acquisitions de la longueur de fissure réalisées toutes les 10s. Cette période d'échantillonnage est choisie afin que les mesures effectuées à  $F_{\min}$  impactent au minimum le calcul de la moyenne. Si la longueur courante ainsi déterminée dépasse une valeur seuil, le niveau d'effort sera réajusté afin de maintenir  $K_{\max}$  à sa valeur de consigne.

Le niveau d'effort est réactualisé dès qu'une avancée de fissure de  $100\mu\text{m}$  est détectée par la méthode décrite ci-dessus. La régulation du niveau d'effort n'est pas réalisée à chaque cycle afin de s'affranchir d'éventuels problèmes liés au bruit de mesure et d'assurer une décroissance de charge progressive. De plus, une régulation par pas de  $100\mu\text{m}$  d'avancée de fissure permet de réguler la valeur de  $K_{\max}$  à  $\pm 1.5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

### II.5.3 Essais de recherche de seuil en fatigue-fluage

Afin d'étudier le régime du seuil de non propagation pour les cycles de fatigue-fluage, des essais dédiés ont été réalisés. Pour cela, deux procédures différentes ont été utilisées.

La première consiste en un pilotage par décroissance de charge par paliers. Le cycle de fatigue-fluage d'intérêt est appliqué jusqu'à ce qu'une avancée de fissure de  $100\mu\text{m}$  soit détectée par la méthode du potentiel électrique. Le niveau d'effort est alors ajusté selon les recommandations ASTM.

Cette procédure, telle que décrite dans la norme ASTM est valable dans le cas de cycles de fatigue pure. Elle est ici directement adaptée au cas des cycles de fatigue-fluage. Afin de déterminer le seuil de non propagation, il est recommandé d'appliquer cette décroissance de charge jusqu'à une vitesse de propagation de  $10^{-10}\text{m/cycle}$ . Dans le cas des cycles de fatigue-fluage, ce critère conduirait à des durées d'essais déraisonnables. Le seuil sera donc considéré comme atteint pour une vitesse de  $10^{-8}\text{m/cycle}$ .

La seconde procédure de recherche de seuil utilisée consiste en une croissance de charge. Tout d'abord, une recherche de seuil en fatigue pure est effectuée selon la procédure ASTM (décroissance de charge). Le seuil en fatigue pure est inférieur au seuil en fatigue-fluage. Lorsqu'il est atteint, le cycle de fatigue-fluage est appliqué au niveau de contrainte que celui correspondant au seuil en fatigue pure. La contrainte sera augmentée de 10% toutes les 24h jusqu'à ce qu'une avancée significative soit détectée. Cette procédure a l'intérêt de conduire à des durées d'essais bien inférieures à celles de la procédure par décroissance de charge et les valeurs du seuil identifiées par les deux méthodes sont comparables.

## II.6 Outils et méthodes numériques

Le dépouillement des essais de propagation, nécessite une hypothèse sur la morphologie du front de fissure afin de déterminer d'une part, la longueur de fissure à partir de la méthode du potentiel électrique et d'autre part, calculer la valeur de  $\Delta K$ . Les résultats expérimentaux montreront les limites de cette hypothèse pour certaines conditions de chargement. Afin de permettre une analyse correcte et approfondie des résultats d'essais une stratégie numérique a été mise en place dans le cadre de cette étude. Le but étant de réaliser des « essais numériques de propagation », résultat du chainage de simulations de la propagation de fissure et de la méthode du potentiel électrique. Les méthodes expérimentales sont donc transposées au cadre numérique.

### II.6.1 L'outil *Zcracks*, fissuration 3D et calcul de $K_I$

*Zcracks* fait partie de la suite logiciel *Zset-Zebulon*. Cet outil est développé à l'*Onera* et à l'école des Mines de Paris pour permettre la réalisation de calculs EF sur des structures fissurées, de l'insertion de fissures 3D dans un maillage au calcul des grandeurs de la mécanique linéaire élastique de la rupture (MLR) en pointe de fissure.

L'insertion d'une fissure nécessite dans un premier temps la création du maillage de la pièce saine, non fissurée. Dans un second temps, il s'agit de créer le maillage de la surface qui deviendra par la suite la fissure. Ce maillage est réalisé à partir d'éléments surfaciques 3D de type *s3d*. La fissure est ensuite positionnée à l'endroit voulu dans la pièce saine. L'intersection des deux maillages est alors réalisée. Enfin, un raffinement du maillage est réalisé en pointe de fissure. Le maillage est paramétré par une taille de maille minimale, à la pointe de fissure, une taille maximale, appliquée loin de la fissure, et une vitesse avec laquelle le maillage sera raffiné à l'approche de la pointe de fissure (Figure II-13).

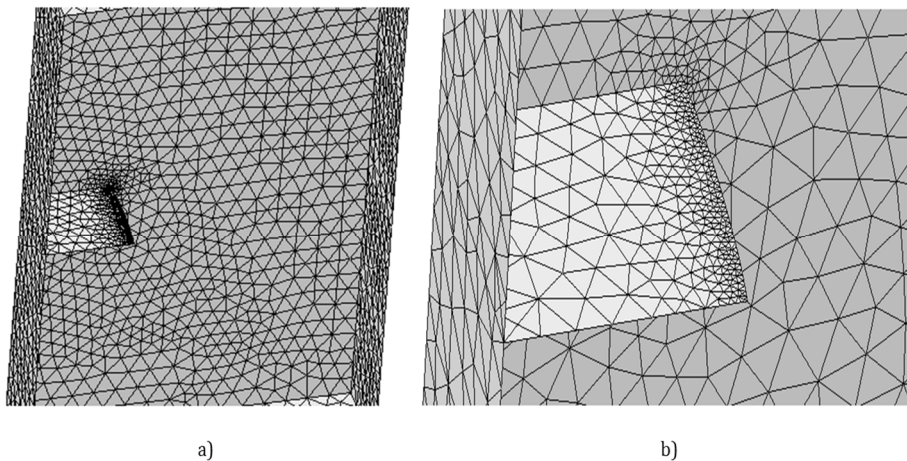


Figure II-13 : Maillage d'une fissure obtenu par *Zcracks*  
a) fissure insérée dans la section utile d'une éprouvette SEN  
b) raffinement du maillage en pointe de fissure

Le maillage obtenu en pointe de fissure est dit conforme. De plus, des éléments de Barsoum [80] sont utilisés en pointe de fissure. Ces éléments, présentent des nœuds situés au quart de la longueur de deux côtés adjacents, proches du nœud au coin de l'élément. Ce positionnement des nœuds rend le champ de contrainte et de déformation singulier le long des deux côtés de l'élément. Les champs de contrainte et de déformation varient le long de ces côtés comme  $1/\sqrt{r}$ . Ces éléments sont donc particulièrement adaptés pour représenter la singularité des contraintes et de la déformation en pointe de fissure.

Une fois le maillage obtenu, il est possible de réaliser un calcul linéaire élastique sur la structure fissurée. Il s'agira ensuite de déterminer par post-traitement la valeur de  $K$  le long du front de fissure. Cela peut être fait par extrapolation du champ de déplacement en pointe de fissure et en utilisant l'expression asymptotique du saut de déplacement le long des lèvres de la fissure. Cette méthode est simple d'utilisation mais reste imprécise.

Dans *Zcracks*, la valeur de  $K$  est déterminée indirectement. Le taux de restitution d'énergie  $G$  est calculé par la méthode  $G$ -thêta. Les trois valeurs de  $K$  (correspondant au mode d'ouverture, de cisaillement plan et de cisaillement anti-plan) sont alors déterminées, connaissant  $G$ , par la formule d'Irwin dont l'écriture générale en 3D est :

$$G = \frac{1 - \nu^2}{E} (K_I^2 + K_{II}^2) + \frac{K_{III}^2}{2\mu}$$

En se restreignant au cas du pur mode I, en hypothèse de déformation plane, on obtient :

$$G = \frac{1 - \nu^2}{E} K_I^2$$

C'est ainsi que sera déterminé  $K$ . Cette méthodologie donne des résultats en bon accord avec le formulaire dit de Murakami [75], donné pour une géométrie SEN en 2D. Un calcul est réalisé sur géométrie SEN, en bloquant les déplacements transverses, afin de simuler un milieu 2D (absence d'effet d'épaisseur). L'écart entre les résultats et le formulaire n'excède pas 1% (Figure II-14). Les valeurs de  $K_I$  reportées sont obtenues pour un chargement unitaire de 1MPa. L'outil est donc jugé fiable pour les calculs de  $K_I$ .

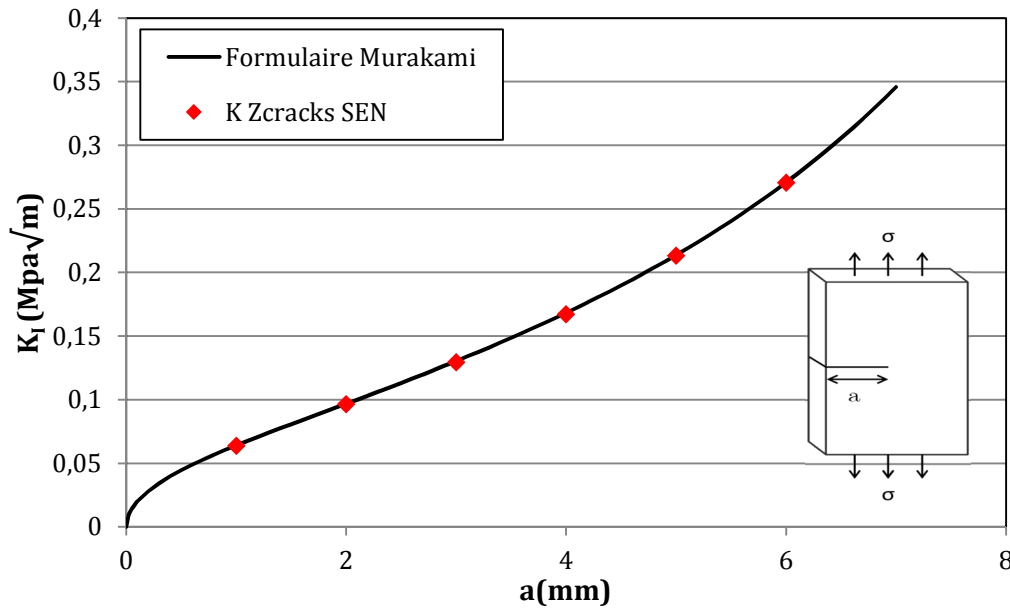


Figure II-14 : Comparaison des valeurs de  $K_I$  entre un formulaire analytique et les calculs EF

## II.6.2 Calibration numérique de la méthode du potentiel électrique

Avec *Zcracks*, il est possible de générer des géométries d'éprouvettes fissurées (SEN, KBr...) avec différentes longueurs de fissure. À l'instar de son utilisation pour la calibration de formulaires de facteur d'intensité des contraintes (Figure II-14), il est possible de l'utiliser pour la calibration numérique de la méthode du potentiel électrique. Ces deux types de calibration sont nécessaires à l'analyse des essais de propagation.

La simulation de la méthode du potentiel électrique est faite par un calcul de thermique, en utilisant l'analogie entre température et électricité. Le courant traversant l'éprouvette est simulé par un flux de chaleur unitaire entrant sur une tête de l'éprouvette et sortant sur l'autre. La conductivité thermique est uniforme et est fixée à  $20\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{C}^{-1}$ . Sa valeur importe peu dans la méthode du potentiel électrique, la normalisation de la tension permettant notamment de s'affranchir de la conductivité thermique du matériau considéré et de sa dépendance à la température.

Le calcul est post-traité en relevant la valeur de la température à une distance ' $d$ ' du plan de propagation (Figure II-15). La température est l'analogue du potentiel électrique. Ainsi, il est possible de simuler la méthode du potentiel et d'établir diverses courbes de calibration. La comparaison est ici faite entre une courbe de calibration obtenue numériquement pour une géométrie SEN et la calibration analytique de *Johnson*. La comparaison est faite pour différentes distances inter-prises (Figure II-16).

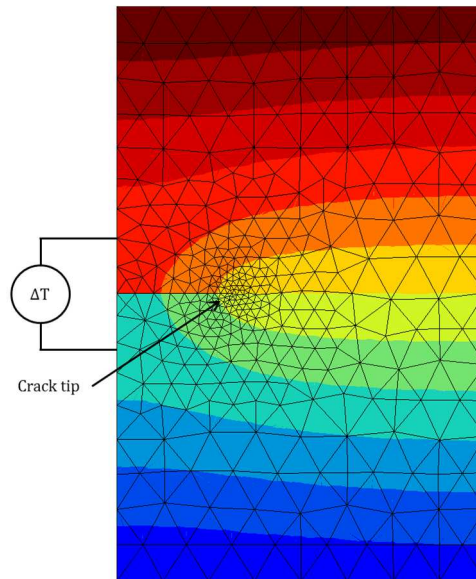


Figure II-15 : Schéma de principe de la simulation de la méthode du potentiel électrique.  
Iso-valeurs de température

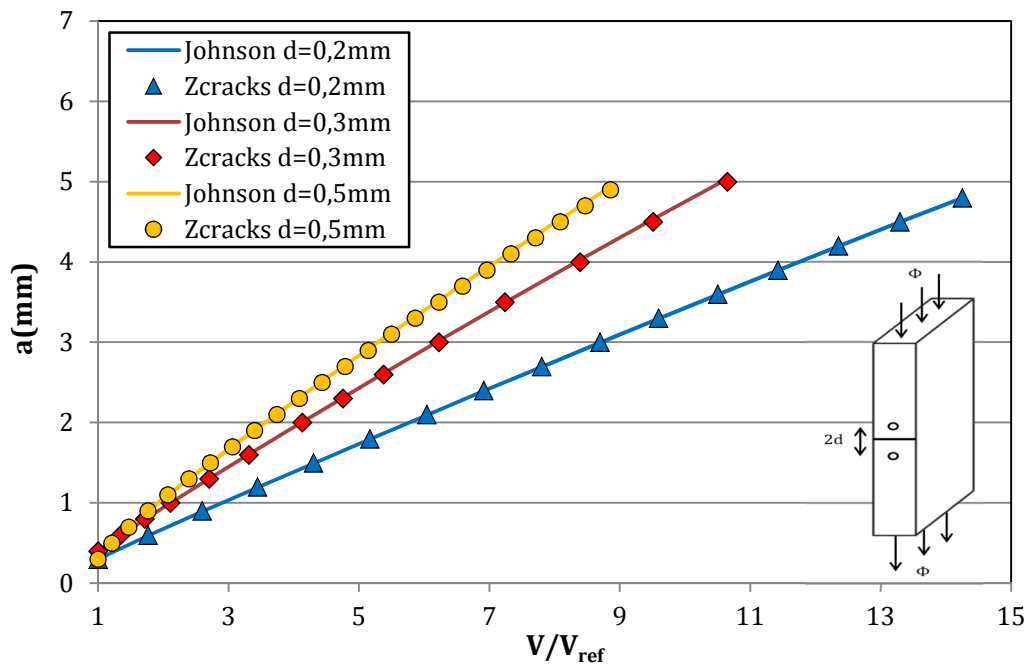


Figure II-16 : Calibration numérique de la méthode du potentiel électrique et comparaison avec la calibration analytique de Johnson

La méthode utilisée permet un bon accord entre la calibration analytique et numérique. De plus, il est mis en évidence que le potentiel mesuré est d'autant plus sensible à l'avancée de fissure que la distance inter-prises est faible, d'où le choix de souder les fils de potentiel à une distance  $d=0.3\text{mm}$  de l'entaille EDM. Les fils étant soudés *in-situ*, sur l'éprouvette montée, il est difficile de souder les fils plus proches de l'entaille.

### II.6.3 Essais numériques de fissuration par fatigue

Les méthodes décrites ci-dessus permettent donc calculer correctement le FIC et simuler la méthode du potentiel électrique. Les calibrations issues de la littérature et utilisées pour le dépouillement des essais sont en effet vérifiées numériquement.

*Zcracks* permet de simuler la propagation de fissure. Restreint à des cycles de fatigue pure et dans un cadre MLR, l'algorithme de propagation peut être décrit comme suit :

1. Initialisation  $K_{\min} = K_{\max} = 0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
2. Calcul du pas de temps courant et détermination des extrema du cycle  $K_{\max}$  et  $K_{\min}$
3. Calcul de  $\Delta a$  en tout nœud le long du front de fissure
4. Identification de l'avancée maximale. Si elle est supérieure à un paramètre  $\Delta a_{\max}$  (régissant l'avancée), alors  $\Delta N$  est réduit en conséquence pour l'intégration de la loi de Paris.
5. Mise à jour de  $N$  par la valeur de  $\Delta N$  puis réalisation du remaillage avec la position actualisée du front de fissure
6. Recommencer à 1.

Dans cet algorithme, un remaillage a lieu avec la position actualisée du front dès qu'un nœud propage d'une valeur supérieure à  $\Delta a_{\max}$ . Il s'agit d'un paramètre du calcul choisit comme valant une à trois fois la taille de maille minimale en pointe de fissure.

La propagation est pilotée en chaque nœud le long du front de fissure par une loi de Paris. Cette loi est appelée « loi locale ». Selon les valeurs de  $\Delta K$ , le long du front, tous les nœuds ne propageront pas à la même vitesse. Ces vitesses sont appelées « vitesses locales ». Les maillages générés à chaque étape sont conservés au cours de la simulation. Ils seront ensuite exploités afin de simuler la méthode du suivi de potentiel.

La méthode du potentiel est simulée puis les résultats sont exploités à travers la calibration de Johnson (utilisée expérimentalement) pour déterminer la longueur de fissure pour chaque étape de remaillage. L'incrément  $\Delta a$  de fissuration est donc déterminé. Connaissant le nombre  $\Delta N$  de cycle utilisé pour l'intégration de la loi de Paris, la vitesse de propagation  $da/dN$  entre deux étapes est déterminée. Cette vitesse, déterminée par l'intermédiaire de la méthode du potentiel, est appelée « vitesse globale ». Enfin, connaissant la longueur de fissure, obtenue par la méthode du potentiel numérique, et le chargement appliqué,  $\Delta K$  est calculé selon la formule donnée au chapitre II.2.2, utilisée pour le dépouillement des essais. Ainsi, la propagation simulée est dépouillée à l'identique des essais expérimentaux. Cette procédure sera appelée « essai numérique ».

Cette procédure est ici appliquée à titre d'exemple pour une géométrie SEN (4mm d'épaisseur), avec un chargement de fatigue pure, pour  $\sigma=400\text{MPa}$  et  $R=0$ . La longueur de fissure initiale est  $a=1\text{mm}$  et la distance inter-prises pour la simulation de la méthode du potentiel est  $d=0.3\text{mm}$ . La comparaison entre la loi de Paris locale et la loi apparente obtenue suite au dépouillement de l'essai numérique est présentée en Figure II-17.



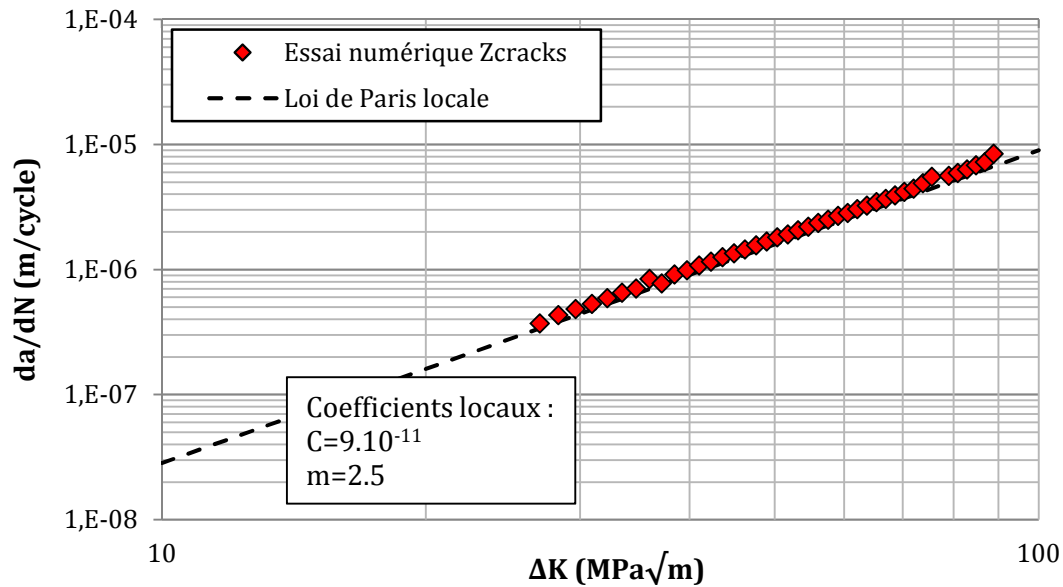


Figure II-17 : Résultat d'un essai numérique de propagation par fatigue sur géométrie SEN 4mm. Comparaison entre les vitesses globales mesurées par la méthode du potentiel numérique et les vitesses définies par la loi de Paris locale

Suite au dépouillement de l'essai numérique, une loi de Paris peut être identifiée, comme il serait fait pour un essai. Elle est qualifiée de « loi globale ». Le résultat de l'essai numérique présenté en Figure II-17 montre une très bonne corrélation entre la loi locale et globale. Cette stratégie d'essais numériques peut également s'appliquer à la géométrie KBr. Il suffit alors de dépouiller la simulation en utilisant la courbe correspondante pour la méthode du potentiel et le calcul de  $\Delta K$ .

L'intérêt de cette procédure est de disposer d'essais dont le déroulement est connu en tout instant, à l'échelle (faible) du pas de temps du calcul. Ceci n'est pas le cas lors d'un essai expérimental. Notamment, la morphologie du front de fissure n'est expérimentalement accessible que par marquages thermiques ou mécaniques, autrement dit, à des instants discrets à grande échelle de temps. De plus, le déroulement d'un essai numérique peut être « forcé ». Des états inatteignables ou non simplement accessibles expérimentalement peuvent donc être caractérisés. La propagation peut donc être analysée à une échelle géométrique et temporelle que n'offrent pas les essais expérimentaux. Cette stratégie sera utilisée par la suite pour permettre une analyse fine des essais réalisés.

## II.7 Conclusions du chapitre

Durant ce chapitre, le matériau propre à l'étude, issu de la production de *Safran Aircraft Engines*, a été présenté. Quelques spécificités de sa microstructure et de son comportement mécanique ont été caractérisées. Il est à retenir que le matériau présente un fort fibrage, hérité des étapes de mise en forme du disque par forgeage. Ce fibrage se manifeste par un alignement évident des globules de phase  $\delta$ . Les carbures et les nitrures s'alignent également sous forme de chapelets. Concernant le comportement mécanique en traction, un effet de la vitesse de déformation sur le comportement de

l'Inconel 718 DA est observé. Selon les vitesses de déformation, des instabilités plastiques de type PLC peuvent se déclencher. Ces quelques résultats élémentaires alimenteront par la suite la discussion finale de cette étude.

Les procédures d'essais de fissuration sont également présentées. Des développements ont été réalisés afin de permettre la décomposition de l'avancée de fissure au cours des cycles de fatigue-fluage. Ceci sera utilisé afin d'étudier les interactions entre fatigue et fluage lors de la propagation. Des procédures plus spécifiques comme la propagation par fluage ou bien la régulation à  $K_{max}$  constant seront utilisées plus ponctuellement au cours de cette étude mais apporteront des éclaircissements quant à certains phénomènes observés en fatigue-fluage.

Enfin, une procédure numérique a été développée afin de permettre la réalisation d'essais numériques de fissuration. Elle se base sur le chainage d'un code de simulation 3D de la propagation de fissure (*Zcracks*) d'une part, et d'une simulation numérique de la méthode du potentiel électrique. Le but est de reproduire à l'identique le déroulé d'un essai de fissuration numériquement et l'analyser avec la même méthodologie que pour l'expérience. Ceci permettra un dialogue essai-calcul fort et sera exploité largement pour l'analyse des essais de propagation en fatigue-fluage.



# Chapitre III Fissuration par fatigue et fatigue-fluage sous air

Dans cette partie seront présentés les résultats de nombreux essais réalisés à l'Onera et Safran Aircraft Engines, en fatigue pure, fatigue-fluage, dans le régime classique de Paris ainsi que dans le régime du seuil de non propagation. La présentation des résultats sépare volontairement différentes échelles. La première, dite macroscopique, concerne les vitesses de propagation mesurées. La deuxième concerne, quant à elle, l'analyse des modes de rupture. Somme toute classique jusqu'à ce point, cette présentation sera complétée d'un aspect rarement abordé dans les détails, à savoir l'analyse des faciès de rupture.

## III.1 Prélude aux effets de géométrie

Différentes géométries d'éprouvettes ont été utilisées dans cette étude : SEN 2mm, 4mm et KBr. Il est ici précisé pourquoi ces géométries sont employées et surtout, quel est leur impact sur les vitesses de propagation mesurées.

Des études internes, à l'Onera et Safran Aircraft Engines, ont porté sur la fissuration dans différents alliages, autres que l'Inconel 718 (DA). La géométrie employée était la SEN 2mm. C'est sur cette géométrie SEN 2mm qu'ont été réalisés les premiers essais de cette étude. La comparaison des résultats obtenus en fatigue pure sur cette géométrie avec des données issues d'éprouvettes KBr est illustrée en Figure III-1.

En fatigue pure, à 550°C et pour une fréquence de 2Hz, les éprouvettes SEN 2mm présentent des pentes plus faibles (pente de 1.6) que les KBr (pente de 2.8) dans le régime de Paris. Le coefficient de la loi de Paris diffère également :  $9.10^{-10}$  sur SEN 2mm et  $2.10^{-11}$  sur KBr. Des essais ont alors été réalisés à Safran Aircraft Engines sur le même lot matière pour des géométries SEN 2mm et KBr, afin d'identifier l'origine de cette différence de comportement. Pour les essais sur géométrie KBr, les résultats des essais se recalent bien sur les bases de données et écartent donc une origine potentielle liée au lot matière. De plus, comme les données sur SEN concordent indépendamment du lieu où sont réalisés les essais, l'effet de la géométrie est confirmé.

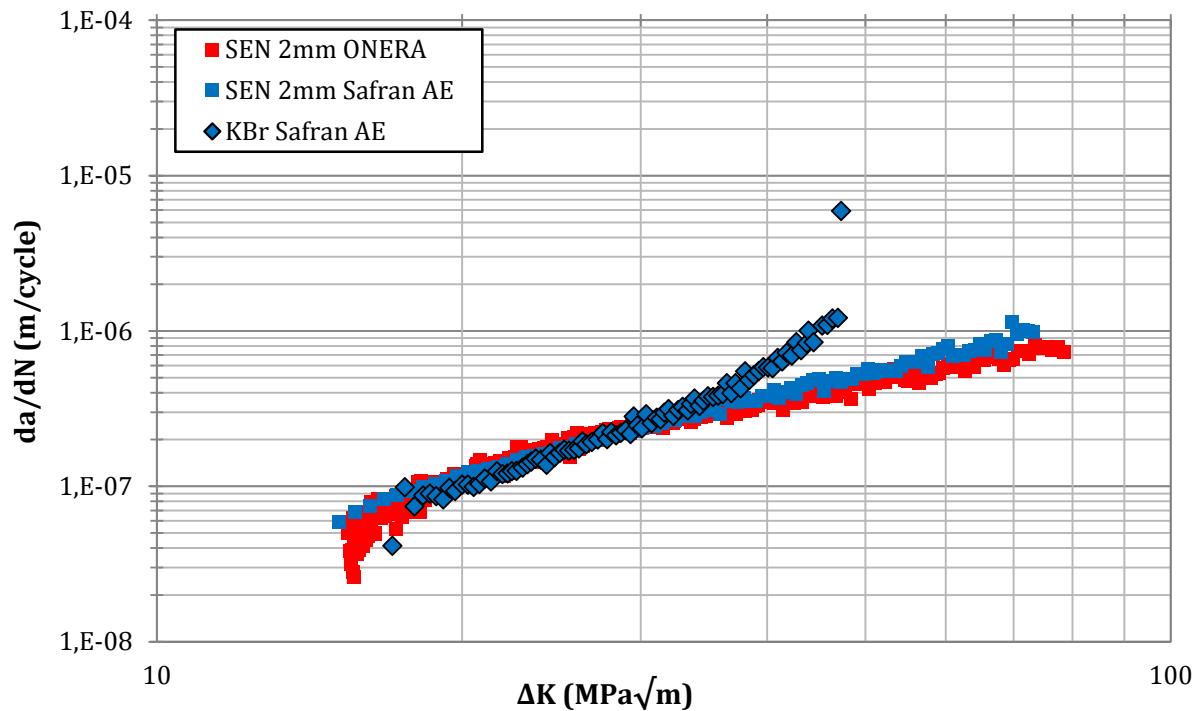


Figure III-1 : Fissuration par fatigue : 550°C, 2Hz, R=0.05, effet de géométrie entre SEN 2mm et KBr

Il est connu qu'un état de contrainte plane entraîne une réduction de la vitesse de propagation comparativement à un état de déformation plane [81] [82]. Ceci peut être relié à un effet de fermeture plus prononcé en surface, dans la zone en état de contrainte plane, qu'à cœur de l'éprouvette [83]. Ainsi, la contribution de l'état de contrainte plane sur la vitesse globale de propagation de fissure est plus importante pour une géométrie de faible épaisseur qui favorise justement cet état mécanique.

Le rayon plastique le long du front de fissure est déterminé numériquement afin d'illustrer la différence entre état de contrainte ou déformation plane selon la géométrie d'éprouvette. Des calculs EF élastiques ont été réalisés pour les géométries SEN et KBr afin d'obtenir le profil du rayon plastique le long du front de fissure. La taille de la zone plastique est définie selon un critère de Von Mises. La longueur de fissure est de 1mm dans les deux cas et le chargement est choisi de façon à obtenir la même valeur de  $K_I=25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Sur le plan médian des éprouvettes, dans la zone en déformations planes, les rayons plastiques sont identiques pour les deux géométries. Ils augmentent en se rapprochant de la surface libre, zone en état de contrainte plane (Figure III-2).

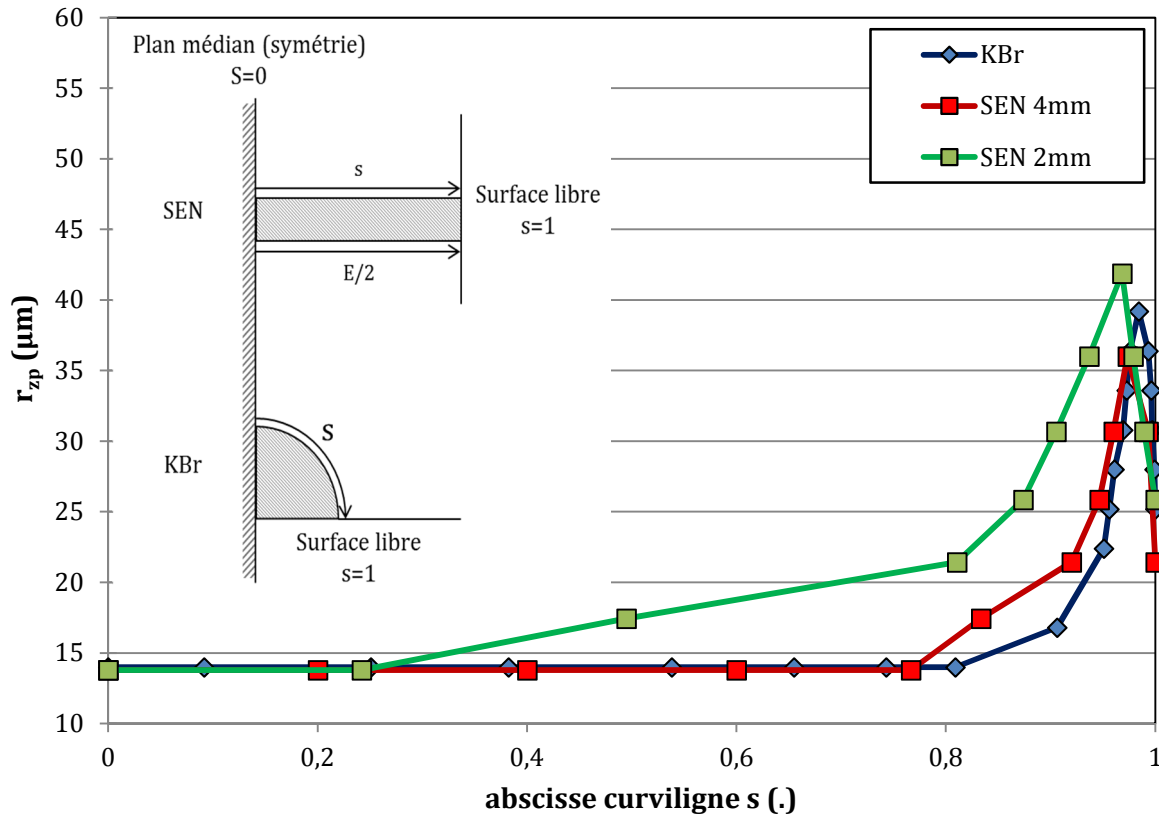


Figure III-2 : Profils de zone plastique monotone pour différentes géométries d'éprouvettes,  $\Delta K=25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$

Le front de fissure est considéré dans un état de déformation plane lorsque le rayon plastique est constant et égal à sa valeur sur le plan médian. Selon ce critère, 80% de la longueur projetée du front est en déformation plane sur la géométrie KBr. Seulement 20% du front l'est pour une éprouvette SEN 2mm. Cette différence de chargement en pointe de fissure pourrait expliquer la différence de comportement constatée en fissuration.

Une nouvelle géométrie SEN a alors été définie, comparable à la géométrie KBr en termes d'état de déformation (contrainte) le long du front. Une épaisseur de 4mm induit un état de déformation plane sur 75% du front de fissure (Figure III-2), ce qui est comparable à la géométrie KBr. Des essais de fissuration par fatigue montrent que le comportement en fissuration par fatigue est identique entre les géométries KBr et SEN 4mm (Figure III-3).

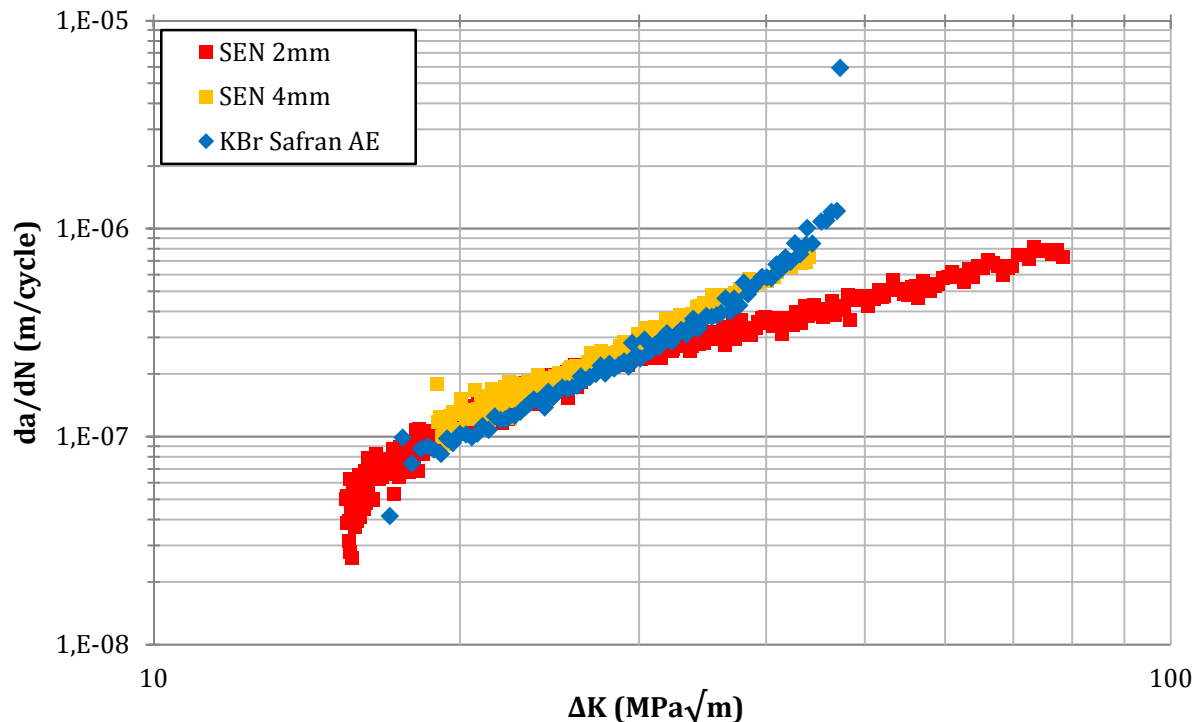


Figure III-3 : Fissuration par fatigue : 550°C, 2Hz, R=0.05, effet d'épaisseur sur géométrie SEN et corrélation avec la géométrie KBr

Ceci explique pourquoi des SEN 2mm et 4mm sont utilisées dans cette étude. Les essais montreront, par la suite, que les modes de rupture sont identiques entre ces deux géométries (ainsi que les KBr) qui ne diffèrent donc que par un changement de pente dans le régime de Paris. Les résultats présentés dans la suite du manuscrit mêleront donc SEN 2mm, SEN 4mm et KBr. La géométrie employée sera précisée systématiquement.

## III.2 Analyse macroscopique : vitesses de propagation

### III.2.1 Effet de la fréquence

Avant d'aborder l'effet des cycles de fatigue-fluage, des essais de propagation par fatigue pure ont été réalisés à 550°C et 650°C sur une gamme de fréquences allant de 20Hz à  $\sim 3 \cdot 10^{-3}$ Hz. Des cycles sinusoïdaux et triangulaires sont utilisés et sont nommés soit par leur fréquence, soit par la durée (en seconde) des rampes de charge-décharge. Les conditions détaillées sont les suivantes :

- 20Hz sinus (KBr)
- 5Hz sinus (KBr)
- 2Hz sinus (SEN 2mm, 4mm et KBr)
- 0.5Hz sinus (KBr)
- 0.05Hz (10s-10s) sinus et triangulaire (SEN 2mm et KBr)
- $3 \cdot 10^{-3}$ Hz (160s-160s) triangulaire (SEN 4mm)

Tous les essais sont réalisés pour un rapport de charge  $R=0.05$ . La contrainte appliquée est de 400MPa pour les éprouvettes SEN, 550MPa pour les KBr. L'effet de fréquence est illustré en Figure III-4.

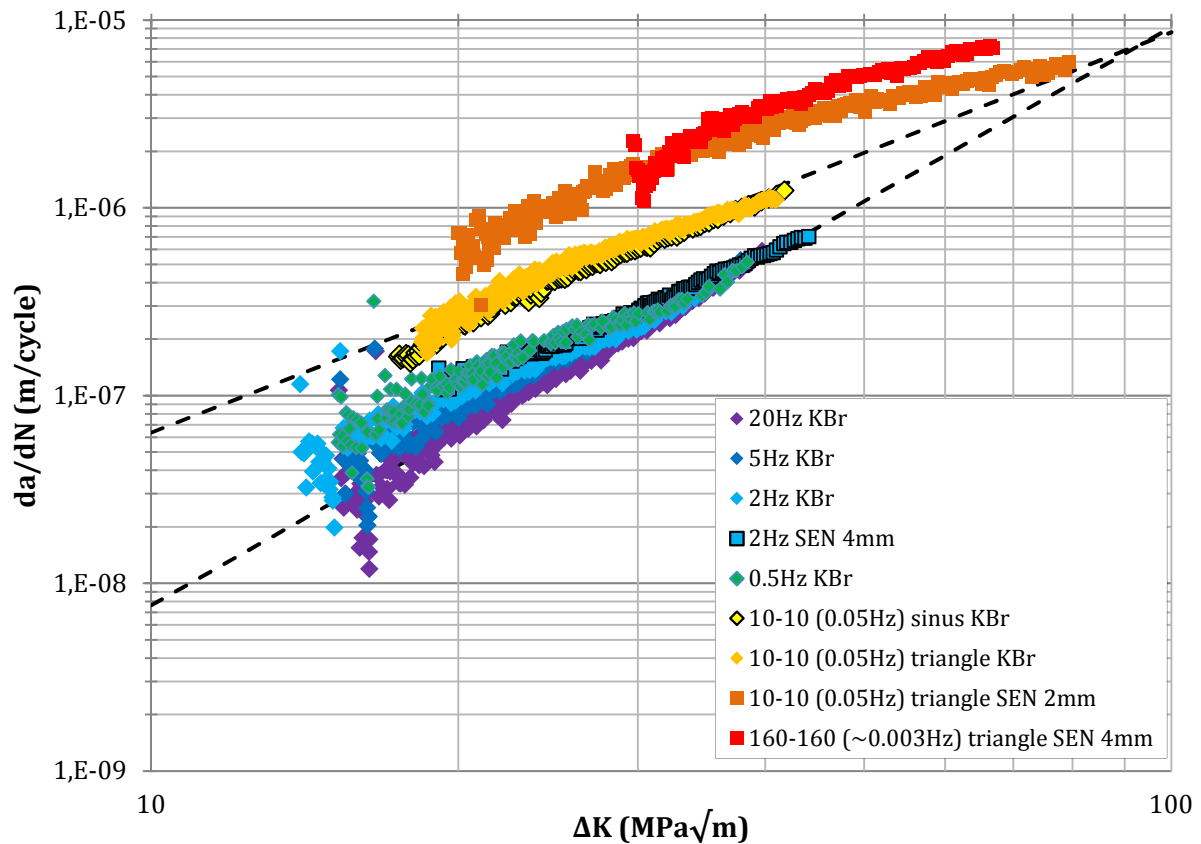


Figure III-4 : Fissuration par fatigue à 550°C, effet de fréquence

La gamme de fréquences investiguée peut être séparée en deux domaines. Le premier, concerne les fréquences comprises entre 20Hz et 0.5Hz. Dans ce domaine, pour les « faibles » valeurs de  $\Delta K$ , une diminution de la fréquence conduit à une augmentation des vitesses de propagation. Au-delà de  $\Delta K=30MPa\sqrt{m}$ , les courbes s'infléchissent et "collapsent" en une seule courbe maîtresse. L'effet de fréquence semble donc totalement absent au-delà de  $30MPa\sqrt{m}$ . Le second régime identifiable correspond aux fréquences inférieures à 0.05Hz. Les vitesses de propagation sont nettement plus élevées, quelque soit le niveau de chargement  $\Delta K$ . L'effet de fréquence apparaît largement dépendant du niveau de chargement en pointe de fissure.

Des observations similaires sont faites à 650°C (Figure III-5). De 20Hz à 2Hz, un effet de fréquence est visible jusqu'à  $\Delta K=30MPa\sqrt{m}$ . Au-delà, les vitesses sont comparables. Ce n'est qu'à partir de 0.5Hz que les vitesses de propagation sont augmentées indépendamment de  $\Delta K$ . En Figure III-4 et Figure III-5, les droites en pointillés sont des tendances obtenues pour quelques conditions et tracées sur toute la plage de  $\Delta K$ . Elles illustrent le fait que, pour les plus fortes valeurs de  $\Delta K$ , toutes les conditions ici testées tendent à converger vers une seule courbe maîtresse. Les vitesses de propagation seraient alors indépendantes de la fréquence du cycle à fort  $\Delta K$ .



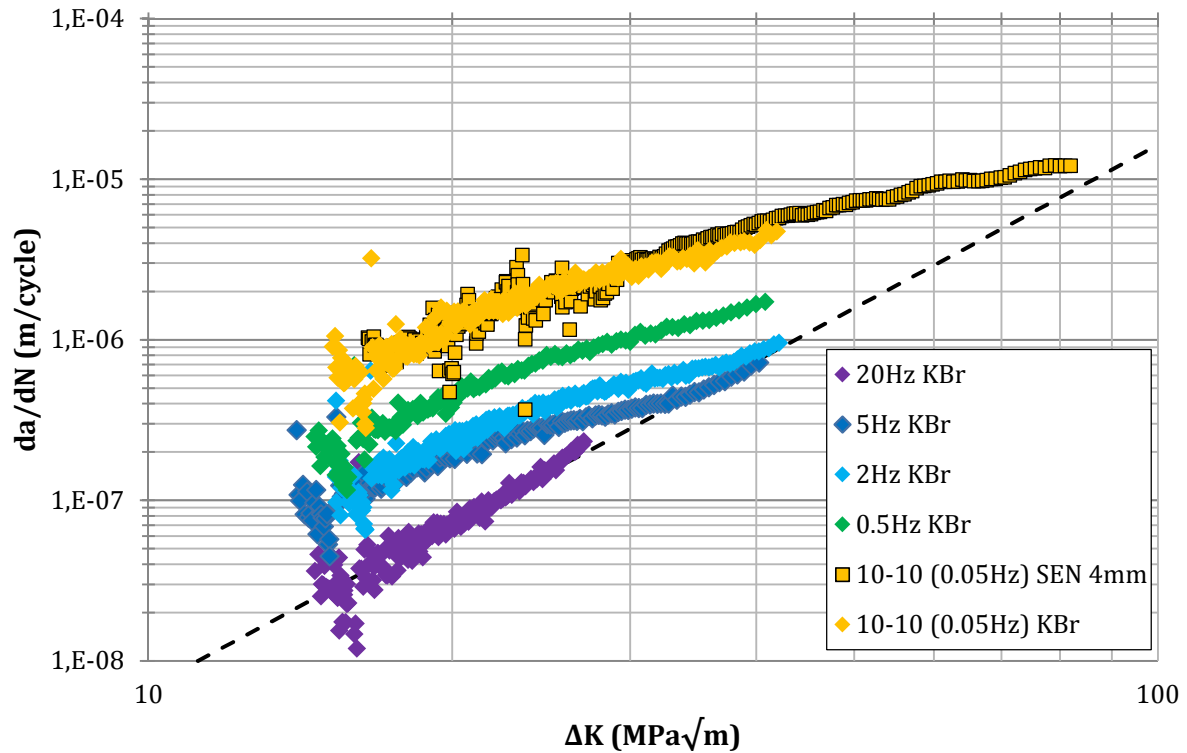


Figure III-5 : Fissuration par fatigue à 650°C, effet de fréquence

L'effet de fréquence est donc fortement dépendant du niveau de chargement et de la température. À 550°C et pour  $\Delta K=40\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ , au-delà d'une fréquence de transition de l'ordre de 0.5Hz, les vitesses sont indépendantes de la fréquence (Figure III-6). La propagation est dépendante du cycle. À plus faible fréquence, la propagation est dépendante du temps. À 650°C, la fréquence de transition est plus élevée qu'à 550°C, conformément aux travaux de Pédrón [29], et vaut 2Hz (Figure III-6).

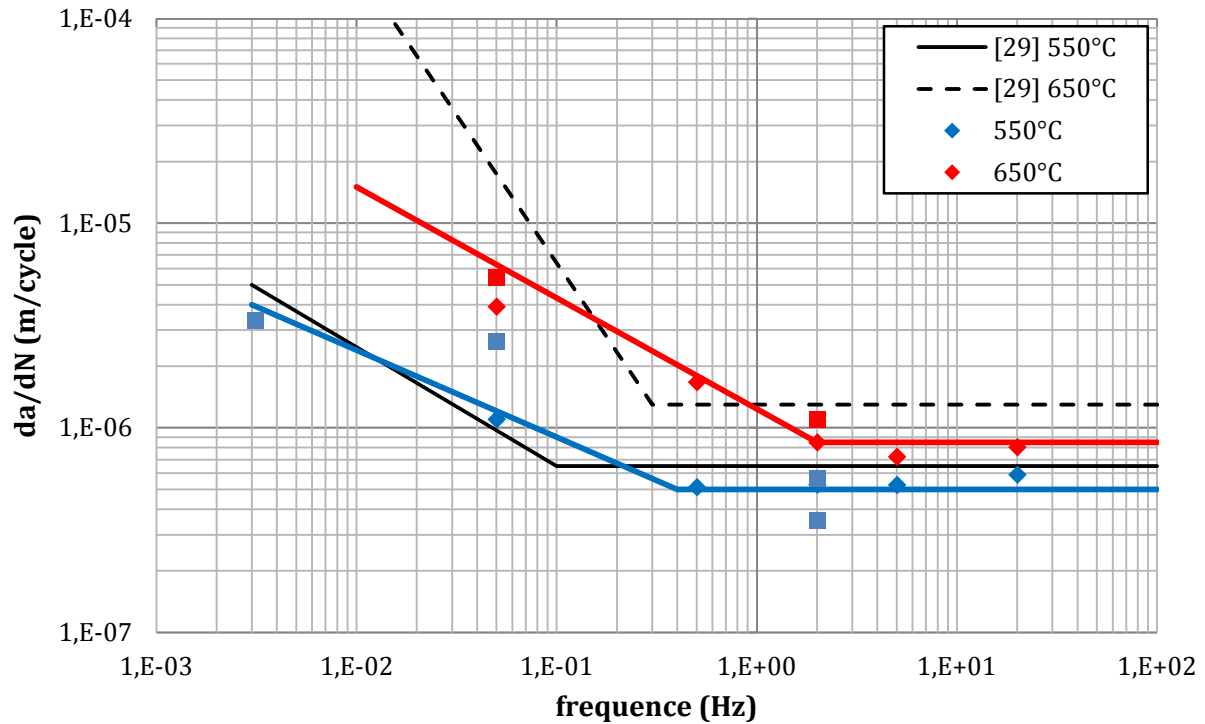


Figure III-6 : Effet de fréquence à 550°C et 650°C pour un chargement  $\Delta K=40\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$

L'effet de fréquence est souvent présenté pour un niveau de chargement  $\Delta K$  donné. Or, les essais réalisés montrent que celui-ci est dépendant du chargement  $\Delta K$  (voir Figure III-4 et Figure III-5). L'effet de fréquence est donc illustré en Figure III-7 pour deux niveaux de chargement.

Si pour un chargement  $\Delta K=40\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  un régime dépendant du cycle et un régime dépendant du temps peuvent être distingués, cela est difficile pour  $\Delta K=20\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  (Figure III-7). Une transition peut, à la rigueur, être définie à 2Hz, mais cette fréquence de transition pourrait être plus élevée et serait à confirmer en réalisant des essais à des fréquences supérieures à 20Hz.

Lorsque le niveau de chargement  $\Delta K$  est faible,  $20\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ , la sensibilité des vitesses de propagation à la fréquence du cycle est plus importante qu'à plus fort  $\Delta K$  (Figure III-7). La propagation apparaît dépendante du temps à  $20\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  quelle que soit la fréquence, tandis qu'à  $40\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ , au-delà de 0.5Hz, un régime dépendant du cycle est clairement identifié. Cela suggère donc que lorsque le chargement mécanique est faible, les mécanismes dépendant du temps influent fortement sur la propagation. À l'inverse, à plus fort chargement, les mécanismes dépendants du cycle sont prépondérants, au détriment des mécanismes dépendants du temps.

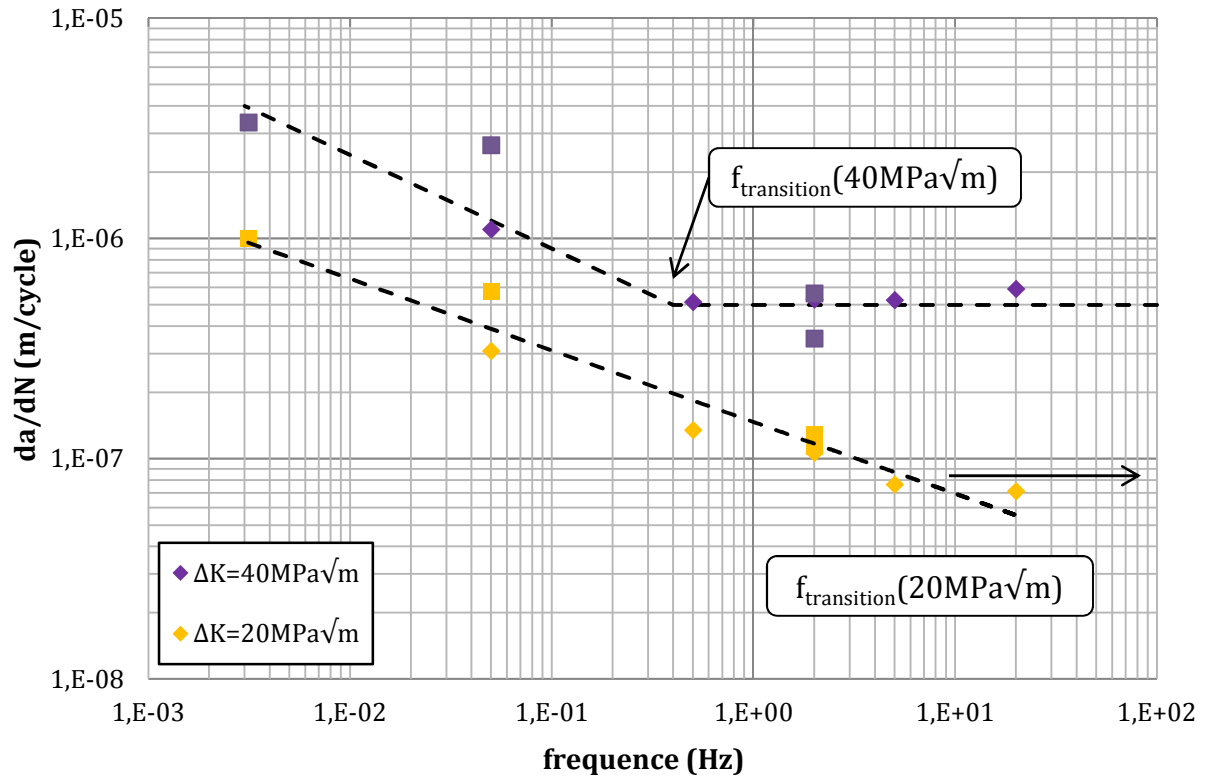


Figure III-7 : Effet de fréquence en fatigue pure à 550C, couplage avec le niveau de chargement.  
 ■ éprouvettes SEN, ◆ éprouvettes KBr

### III.2.2 Effet du temps de maintien

La propagation en fatigue-fluage a été caractérisée avec des cycles 10-TM-10, pour des durées de temps de maintien de 90s, 300s, 1200s et 3600s. Les essais sont réalisés à 550°C et 650°C pour un rapport de charge  $R=0.05$ . Pour les essais réalisés à l'*Onera* sur géométrie SEN, le niveau maximal de contrainte sur le palier du cycle est systématiquement 400MPa.

L'effet du temps de maintien à 550°C est illustré en Figure III-8. À titre de référence, des données obtenues en fatigue à 2Hz, dans le régime dépendant du cycle, sont représentées. Comparativement au cycle triangulaire 10-10 (0.05Hz, en régime dépendant du temps), un net effet accélérateur du temps de maintien est observé dès 300s de maintien. Les vitesses de propagation augmentent linéairement avec la durée du temps de maintien.

À 550°C, cet effet ne semble pas saturer jusqu'à 3600s. Par ailleurs, Gustafsson a réalisé des essais avec des cycles de forme 1s-TM-1s avec un temps de maintien allant jusqu'à 21600s et n'a pas non plus révélé de saturation de l'effet du temps de maintien [84]. Enfin, les pentes des droites de Paris sont sensiblement identiques pour les différents temps de maintien testés. Ceci suggère que l'effet accélérateur lié au temps de maintien est indépendant du chargement mais essentiellement dépendant du temps.

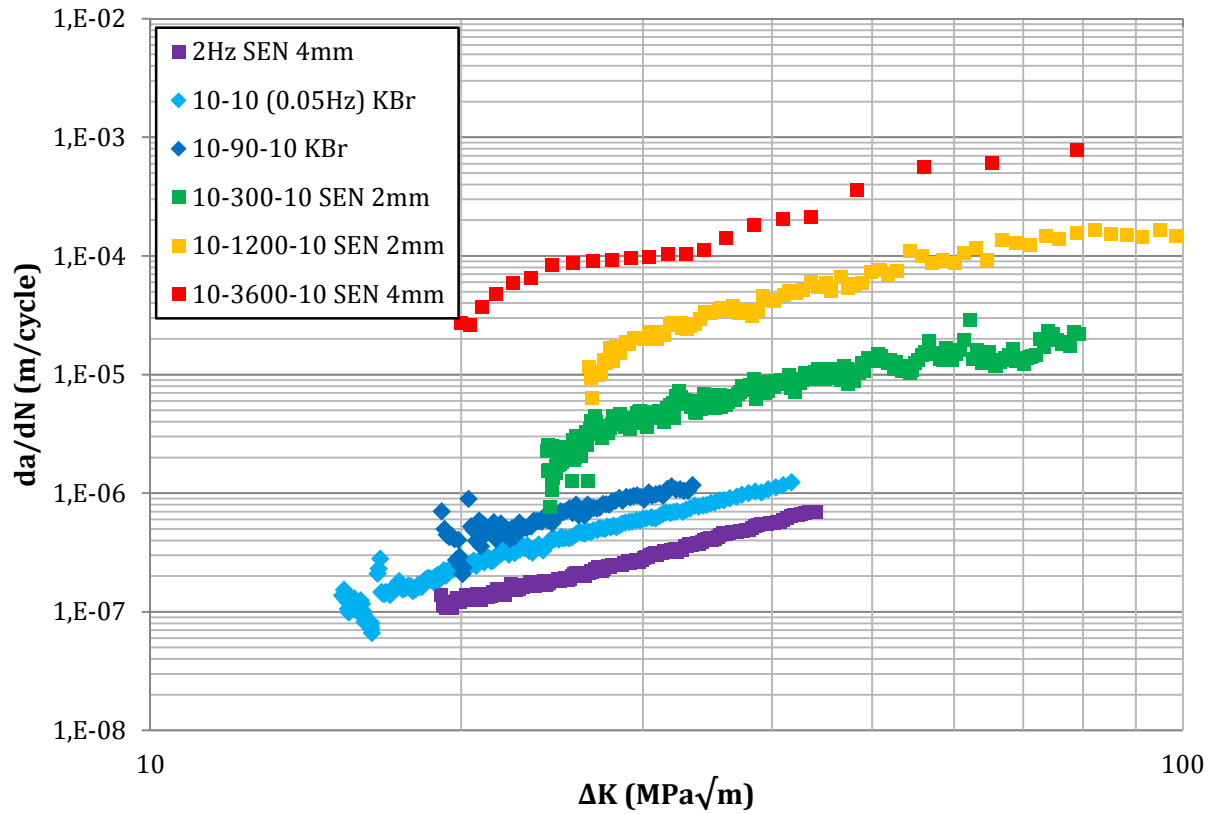


Figure III-8 : Effet du temps de maintien à 550°C pour des cycles de forme 10-TM-10, R=0.05

Un cycle de fatigue-fluage peut également être vu comme un cycle de fatigue pure de fréquence correspondante. Le graphique présenté en Figure III-6 est complété par les données obtenues en temps de maintien (Figure III-9). Cette représentation démontre clairement que, pour des temps de maintien de 300s à 3600s, la propagation est dans un régime dépendant du temps à 550°C et 650°C. À 650°C, il semble tout de même que les vitesses de propagation soient sensiblement les mêmes pour les cycles 10-1200-10 et 10-3600-10. Peu d'essais étant disponibles à 650°C, il n'est pas possible de conclure quant à une saturation de l'effet du temps de maintien à cette température.

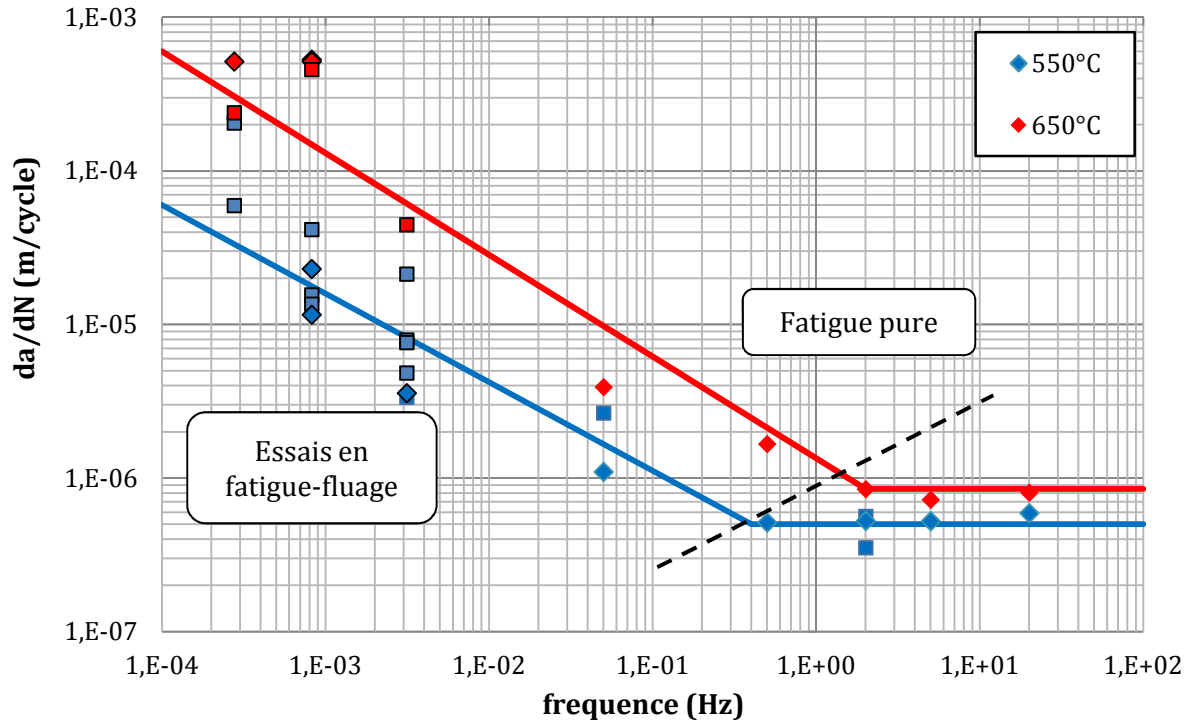


Figure III-9 : Analogie entre effet du temps de maintien et de fréquence à  $550^{\circ}\text{C}$  et  $650^{\circ}\text{C}$  pour  $\Delta K=40\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$   
 ■ éprouvettes SEN, ◆ éprouvettes KBr

### III.2.3 Mise en évidence de l'interaction fatigue-fluage

Les vitesses de propagation présentées jusqu'ici sont calculées de façon identique en fatigue pure et fatigue-fluage, en comparant la longueur de fissure entre deux instants identiques de deux cycles successifs. La propagation en fatigue-fluage étant essentiellement dépendante du temps, il est nécessaire de caractériser l'avancée de fissure au cours du temps, lors d'un cycle de fatigue-fluage. La méthode de décomposition de l'avancée de fissure en une contribution de fatigue et une contribution de fluage, présentée au paragraphe II.4.1, est donc ici utilisée. Les données ainsi obtenues renseignent sur la partition de l'avancée de fissure selon le principe suivant :

$$\frac{da}{dN} = \left. \frac{da}{dN} \right|_{\text{fatigue}} + \left. \frac{da}{dN} \right|_{\text{fluage}}$$

Cette décomposition est illustrée en Figure III-10 à Figure III-12. À  $550^{\circ}\text{C}$ , la contribution de fatigue est prédominante face à la contribution de fluage. La quasi-totalité de l'avancée de fissure a lieu lors de la décharge-recharge du cycle de fatigue-fluage. L'avancée durant le temps de maintien est bien plus faible. Cette contribution de fluage devient cependant plus importante à mesure que la durée du temps de maintien et la température augmentent (cf. Figure III-10, Figure III-11 et Figure III-12). Dans une étude portant sur l'Astrolloy et le N18, Carbou montre que la contribution de fluage peut devenir prédominante, sous chargement 10-300-10, pour les températures les plus élevées ( $750^{\circ}\text{C}$ ) et les fortes valeurs de  $\Delta K$  [38].

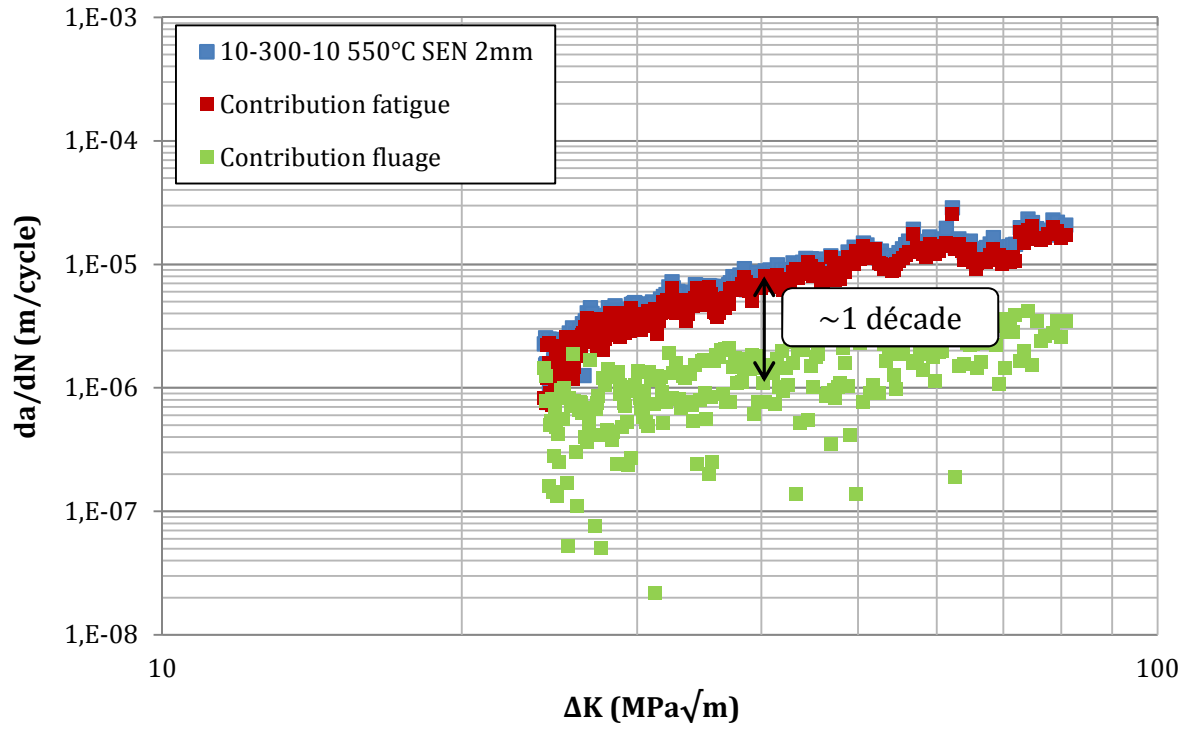


Figure III-10 : Décomposition des contributions de fatigue et fluage pour un cycle 10-300-10 à 550°C

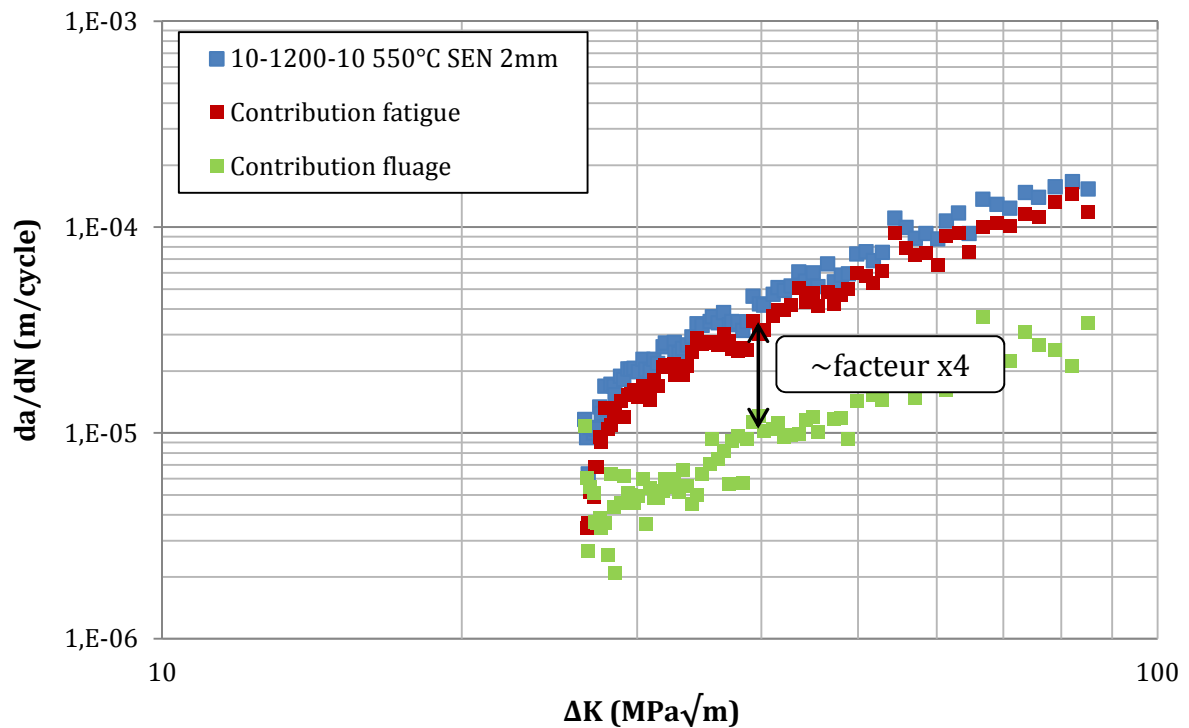


Figure III-11 : Décomposition des contributions de fatigue et fluage pour un cycle 10-1200-10 à 550°C

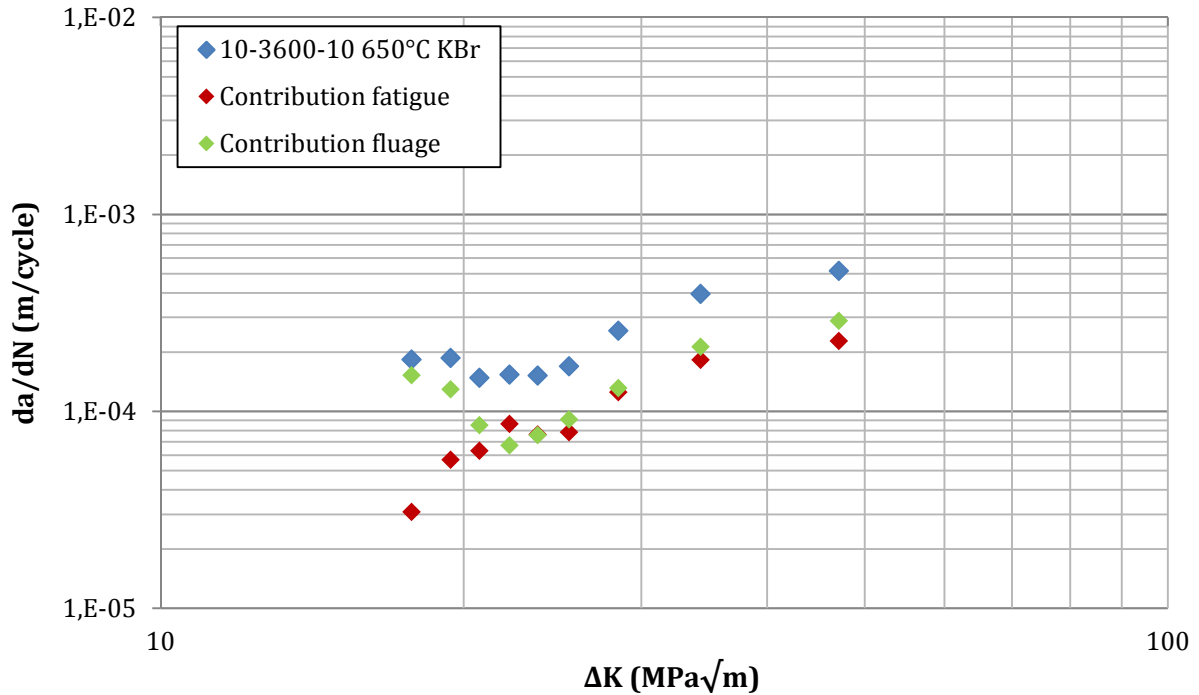


Figure III-12 : Décomposition des contributions de fatigue et fluage pour un cycle 10-3600-10 à 650°C

En fissuration, l'effet du fluage sur la fatigue peut être mis en évidence de la façon suivante. Reprenant un principe de cumul de l'avancée de fissure, il serait intuitif d'écrire :

$$\left. \frac{da}{dN} \right|_{10-TM-10} = \left. \frac{da}{dN} \right|_{fatigue} + \left. \frac{da}{dN} \right|_{fluage}$$

$$\left. \frac{da}{dN} \right|_{10-TM-10} = \left. \frac{da}{dN} \right|_{10-10} + \left. \frac{da}{dN} \right|_{TM}$$

Suivant ce principe, la contribution de fatigue d'un cycle de type 10-TM-10 serait équivalente à la vitesse obtenue lors d'un cycle de fatigue pure de forme 10-10 (0.05Hz). Ceci n'est pas vérifié expérimentalement. En effet, la contribution de fatigue au cours d'un cycle 10-TM-10 est bien supérieure aux vitesses mesurées pour un cycle 10-10. Ceci est illustré en Figure III-13 par comparaison de la décomposition d'un cycle 10-1200-10 et d'un cycle 10-10. L'écart entre les vitesses sous chargement 10-10 et la contribution de fatigue d'un cycle de fatigue-fluage est d'autant plus important que le temps de maintien est long et la température est élevée. Cette amplification de la contribution de fatigue par la présence du temps de maintien met en évidence l'interaction entre fatigue et fluage. Des études menées sur le comportement mécanique de divers superalliages base nickel [85] [86] montrent par ailleurs une réduction significative de la durée de vie résiduelle en fatigue lorsque qu'un chargement de fluage est préalablement appliqué. Cette interaction fatigue-fluage est donc présente sur le comportement en fatigue et en propagation de fissure.

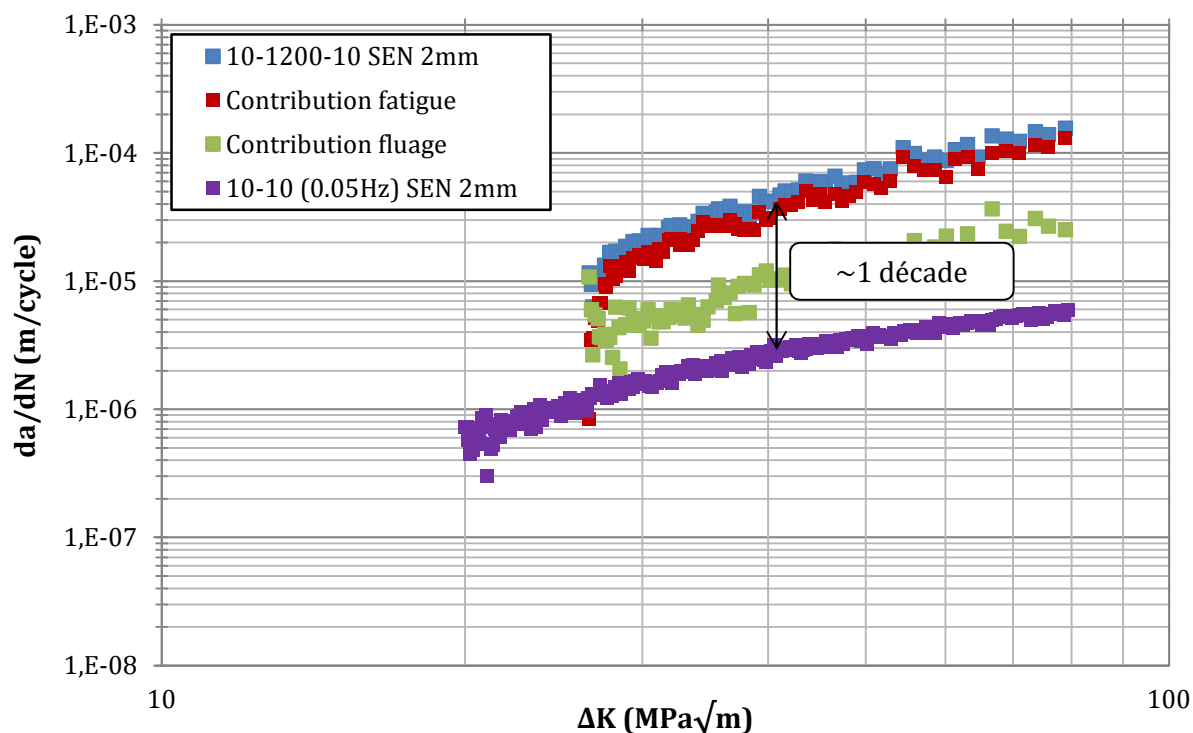


Figure III-13 : Mise en évidence de l'interaction fatigue-fluage à 550°C

La contribution de fluage, telle que présentée en Figure III-10 à Figure III-12 est donnée comme une vitesse cyclique (m/cycle). Il semble plus intuitif de la traiter comme un essai de propagation par fluage. La vitesse ( $da/dt$ ) est déduite des contributions de fluage selon le principe :

$$\frac{da}{dt} = \frac{1}{TM} \cdot \frac{da}{dN} \Big|_{fluage}$$

Les vitesses ainsi obtenues sont corrélées avec la valeur de  $K_{max}$  sur le temps de maintien et non plus  $\Delta K$ . Les données obtenues pour tous les temps de maintien sont reportées en Figure III-14. Si les données sont relativement dispersées, la vitesse de propagation lors du temps de maintien d'un cycle de fatigue-fluage apparaît globalement indépendante de la durée de celui-ci. Un régime stable de propagation par fluage semble donc instauré dès 300s de maintien en charge.

Les vitesses de propagation obtenues en fluage pur, pour un même niveau de contrainte qu'en fatigue-fluage (400MPa), sont également reportées en Figure III-14. En fluage pur, les vitesses sont légèrement supérieures aux contributions de fluage extraites des cycles de fatigue-fluage. Gustafsson, dans une étude sur l'Inconel 718 montre une bonne corrélation entre les vitesses de propagation en fluage pur et celles issues de la contribution de fluage de cycles avec un temps de maintien très long, de 21600s [66]. Les temps de maintien testés dans la présente étude sont cependant bien plus courts.

Nous retiendrons finalement que, sur la gamme de temps de maintien de 300s à 3600s, la contribution de fluage semble indépendante du temps de maintien. En



revanche, comparativement à un essai de propagation par fluage pur, un effet de la fatigue sur le fluage est suspecté. Des essais complémentaires de propagation par fluage seraient nécessaires afin d'appréhender la dispersion expérimentale et conclure plus précisément quant à un effet de la fatigue sur le fluage.

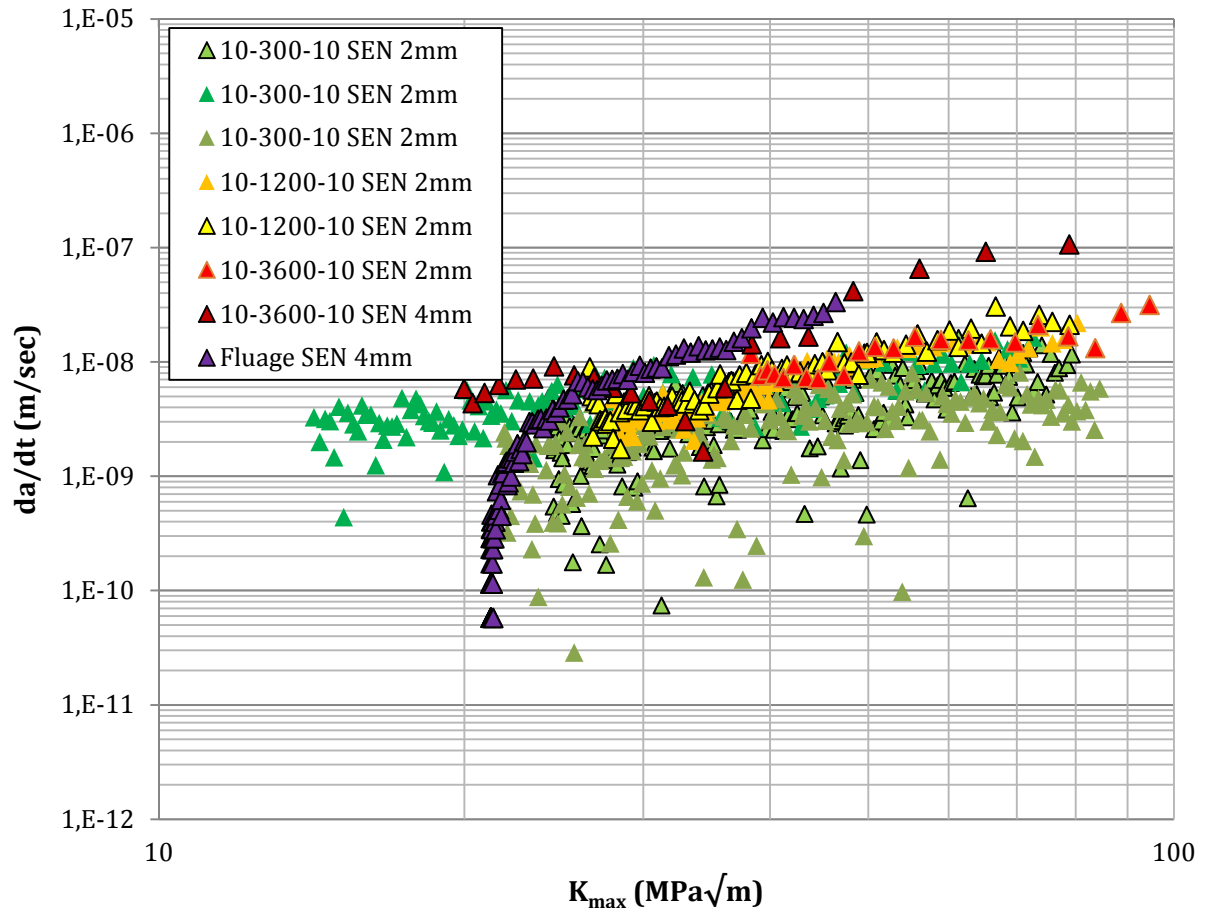


Figure III-14 : Contribution du fluage à 550°C pour différents temps de maintien et corrélation avec un essai de propagation par fluage pur

Encore une fois, un parallèle peut être établi avec le comportement (en fluage) de divers superalliages base nickel. En effet, des études montrent qu'un pré-chargement de fatigue n'a qu'un effet très limité sur le comportement en fluage successif [85] [86].

Le temps de maintien n'est donc pas la partie la plus nocive d'un cycle de fatigue-fluage, au sens de l'avancée de fissure qu'il génère directement. En revanche, c'est bien son effet sur la décharge-recharge suivante qui rend la contribution de fatigue très significative. Ceci met donc en avant l'interaction fatigue-fluage, responsable des fortes vitesses de propagation sous chargement avec temps de maintien.

Les observations rapportées plus haut, peuvent se traduire, du point de vue de la modélisation de l'effet du temps de maintien, de la façon suivante :

$$\frac{da}{dN} = \left. \frac{da}{dN} \right|_{fatigue} (\Delta K, f, TM \dots) + \left. \frac{da}{dN} \right|_{fluage} (K_{max}, TM \dots)$$

$$\frac{da}{dN} = \left. \frac{da}{dN} \right|_{fatigue} (\Delta K, f, TM \dots) + \int_{TM} C_{fluage} K_{max}^{\eta_{fluage}} dt$$

La contribution de fluage est donc simple à modéliser dans la mesure où elle correspond à un régime de propagation par fluage stabilisé. Elle peut donc se modéliser par simple intégration sur la durée du temps de maintien d'une loi puissance (de coefficient  $C_{fluage}$  et puissance  $\eta_{fluage}$ ), analogue à la loi de Paris. En revanche, l'interaction fatigue-fluage est portée essentiellement par la contribution de fatigue qui est alors fortement dépendante du chargement  $\Delta K$ , du temps de maintien  $TM$  et des effets environnementaux au sens le plus large. En fatigue pure ( $TM=0s$ ), la contribution de fluage s'annule. L'interaction fatigue-fluage, portée par la dépendance de la contribution de fatigue au temps de maintien ne doit alors conduire à aucune amplification de la contribution de fatigue. Le modèle de propagation par fatigue n'est donc fonction que de  $\Delta K$ , de la fréquence du cycle ( $f$ ) et de la température, a priori :

$$\frac{da}{dN} = F(\Delta K, f, T)$$

L'interaction fatigue-fluage est classiquement associée au concept de zone endommagée en pointe de fissure. Cette zone endommagée peut se former au cours du temps de maintien par effet de l'environnement (oxydation ou diffusion d'espèces endommageantes en pointe de fissure). Lors de la décharge-recharge suivante, la fissure traverserait alors cette zone, de ténacité moindre, d'où les fortes vitesses de propagation à la remise en charge, suite au fluage. Ce concept, quels que soient les mécanismes physiques sous-jacents, est largement admis et utilisé dans la modélisation de la propagation en fatigue-fluage [87] [66].

Afin d'évaluer l'applicabilité de cette démarche de modélisation à l'Inconel 718 DA, des essais ont été réalisés afin de caractériser cette zone endommagée. La procédure employée consiste à alterner, sur la même éprouvette, propagation en fatigue-fluage puis en fatigue pure (2Hz). Lors de l'application du chargement de fatigue, un transitoire des vitesses de propagation est observé. Plusieurs études l'assimilent à une manifestation de ladite zone endommagée [65] [67] [84]. Pour les auteurs, l'incrément d'avancée de fissure mesuré durant ce transitoire est associé à la taille de la zone endommagée (Figure III-15).

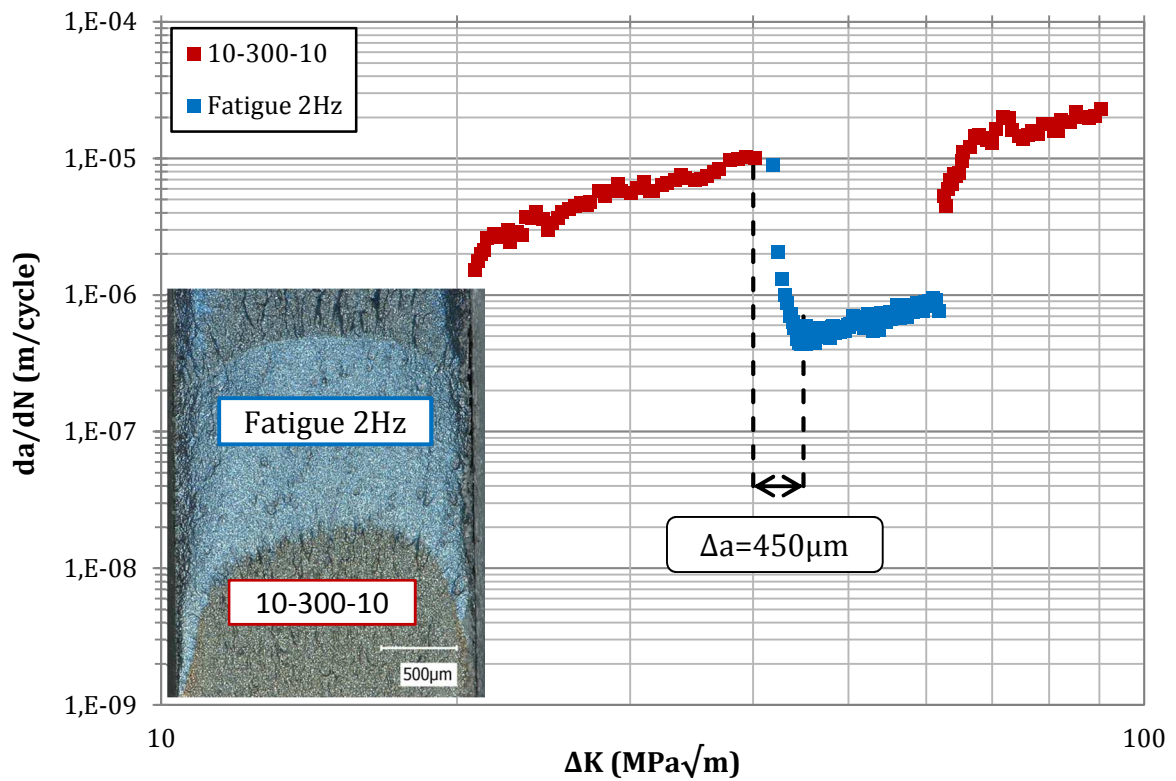


Figure III-15 : Essai avec transition fatigue-fluage 10-300-10 / fatigue 2Hz, à 550°C sur SEN 2mm.  
Mise en évidence et quantification d'une zone endommagée

Par cette méthode, pour un cycle 10-300-10 et un chargement  $\Delta K = 40 MPa\sqrt{m}$ , la taille de la zone endommagée est estimée à  $450 \mu m$  sur géométrie SEN (2mm). Des essais similaires menés sur des éprouvettes KBr montrent que la taille de la zone endommagée augmente avec la durée du temps de maintien (Figure III-16). Cependant, les valeurs relevées dans la présente étude sur SEN et KBr ainsi que les valeurs rapportées par Gustafsson sur géométrie KBr ne sont pas comparables [66].

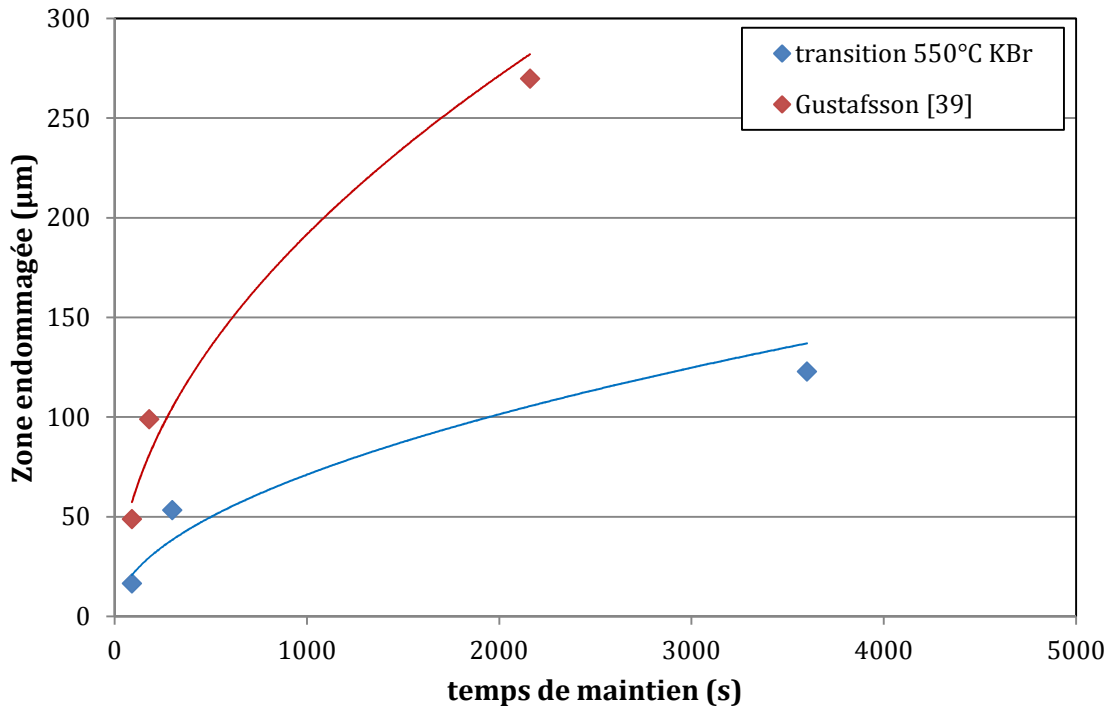


Figure III-16 : Evolution de la zone endommagée selon la durée du temps de maintien pour  $\Delta K=40\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  à  $550^\circ\text{C}$

Toutes les données ont été obtenues pour un chargement  $\Delta K=40\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Celui-ci ne permet donc pas de justifier les écarts entre les différentes données. Supposant une origine environnementale de la zone endommagée, à chargement mécanique identique, la taille de la zone endommagée devrait être comparable d'une géométrie à une autre, ce qui n'est pas le cas. De plus, les tailles de zone endommagée relevées semblent incompatibles avec des cinétiques connues d'oxydation ou de diffusion. À titre d'exemple, Molins montre qu'une couche d'oxyde de 400nm d'épaisseur se forme sur de l'Inconel 718 exposé 15min à  $650^\circ\text{C}$ , soit une vitesse de croissance moyenne de 0.45nm/s [57]. Supposant qu'une telle oxydation ait lieu en pointe de fissure durant un temps de maintien de 300s, une oxydation se ferait sur 90nm de profondeur en pointe de fissure. La comparaison avec les vitesses de propagation montre tout de suite qu'une telle zone endommagée serait entièrement traversée par la fissure à chaque cycle de fatigue-fluage. Ainsi une zone endommagée « résiduelle » ne pourrait exister en fin de cycle et donc, être mesurée de quelque façon que ce soit. Ces arguments permettent donc d'émettre un doute quant à l'applicabilité de ce concept de zone endommagée et son origine environnementale. Tout du moins, les grandeurs relevées en Figure III-16, semblent irréalistes vis-à-vis des mécanismes environnementaux possibles. Dans le cadre de notre étude, une autre analyse de ce phénomène transitoire sera proposée, hors concept de zone endommagée.

Une conséquence notable de la procédure employée est le marquage du front de fissure qu'elle entraîne. Ceci met en avant des différences évidentes de morphologie du front de fissure entre un chargement de fatigue-fluage et de fatigue pure (voir Figure III-16). Ces aspects seront discutés plus en détails par la suite.

### III.3 Analyse microscopique : modes de rupture

Après l'analyse des essais à l'échelle des vitesses de propagation, ce paragraphe se concentre sur l'analyse des modes de rupture, transgranulaire ou intergranulaire. Pour une sollicitation donnée, le mode de rupture prédominant est identifié. Les éventuelles variations du mode de rupture sur les faciès sont également relevées. Les observations sont mises en regard des vitesses de propagation mesurées à l'échelle macroscopique.

#### III.3.1 Fatigue dans le régime de Paris

En fatigue à 550°C, pour des fréquences de 20Hz à 2Hz, la rupture est totalement transgranulaire (Figure III-17a). Pour une fréquence de 0.5Hz, la rupture est mixte en début de propagation (Figure III-17b) puis 100% transgranulaire au-delà de  $\Delta K \approx 30 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Cette valeur de transition est cohérente avec celle relevée en Figure III-4, au delà de laquelle les vitesses mesurées de 20Hz à 0.5Hz sont identiques.

À une fréquence de 0.05Hz (cycle 10-10), la rupture est intergranulaire (Figure III-17c). Toutefois, la rupture est mixte au-delà de  $\Delta K \approx 35 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  au centre du faciès et également localement en surface de l'éprouvette, sur KBr (Figure III-17d). Sur géométrie SEN (2mm), la rupture est intergranulaire et de la rupture transgranulaire n'apparaît qu'au-delà de  $\Delta K \approx 70 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . La rupture transgranulaire plus présente sur KBr que sur SEN pourrait expliquer les différences de vitesses mesurées entre ces deux géométries (Figure III-4). Enfin, une fréquence de sollicitation de  $3 \cdot 10^{-3} \text{Hz}$  (cycle 160-160) conduit à une rupture intergranulaire sur l'intégralité du faciès.

À 650°C, seule une fréquence de 20Hz permet une rupture transgranulaire durant toute la propagation. Dès 5Hz, la rupture est initialement mixte puis devient transgranulaire au-delà de  $\Delta K \approx 25 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . À 2Hz, la rupture est initialement intergranulaire puis devient transgranulaire au-delà de  $\Delta K \approx 30 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Encore une fois, ces transitions de mode de rupture inter-/transgranulaire sont cohérentes avec la disparition progressive de l'effet de fréquence (Figure III-5). En dessous de 0.5Hz, la rupture est intergranulaire. Seuls quelques îlots de rupture transgranulaire sont observés en surface de l'échantillon ou à cœur, à forte valeur de  $\Delta K$  pour une fréquence de 0.5Hz.

Ces observations permettent de délimiter le domaine de rupture transgranulaire à 550°C (Figure III-18) et 650°C (Figure III-19), ce dernier étant contenu dans le domaine à 550°C. Sur les graphiques, les points complétés d'une flèche correspondent à des conditions menant à de la rupture intergranulaire et pouvant tendre vers de la rupture transgranulaire à fort  $\Delta K$  ou localement, en surface de l'éprouvette. Il est à noter que les modes de rupture relevés selon la sollicitation sont cohérents avec ceux rapportés par Pédrón [29]. Rares sont les études discutant d'un changement local du mode de rupture. Cependant les observations ici relevées sont cohérentes avec celles rapportées par Antunes [88] qui rapporte également des variations locales du mode de rupture en surface de ses éprouvettes. Connaissant maintenant le domaine de rupture transgranulaire, il semble important de noter que la vitesse de propagation maximale admissible pour ce mode de rupture est de l'ordre de  $1 \mu\text{m}/\text{cycle}$ . Cet ordre de grandeur est estimé à partir des données en Figure III-19.

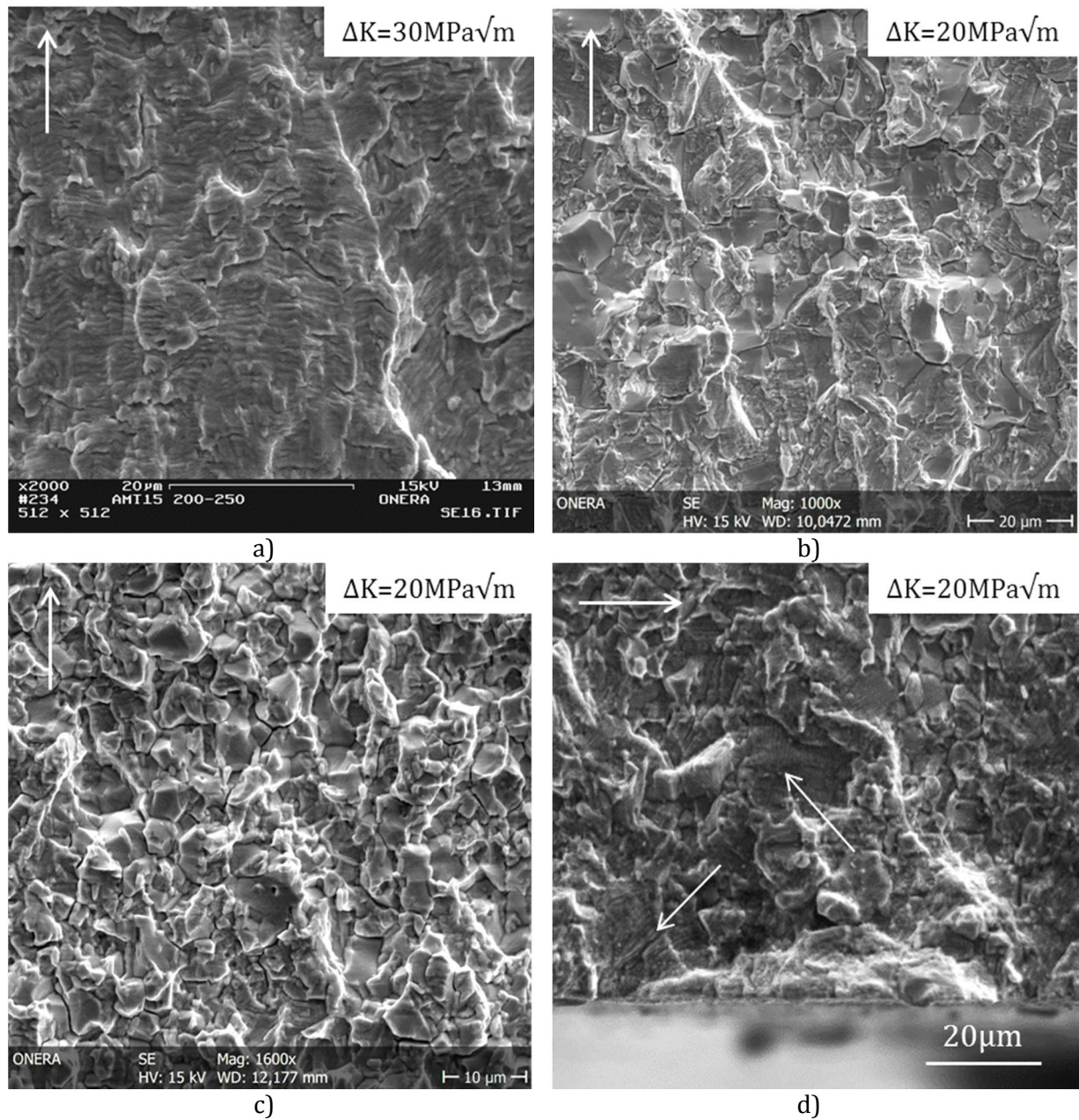


Figure III-17 : modes de rupture observés en fatigue à 550°C.  
a) rupture transgranulaire en fatigue 2Hz, b) rupture mixte en fatigue 0.5Hz, c) rupture intergranulaire en fatigue 0.05Hz (10-10), d) rupture transgranulaire en surface en fatigue 0.05Hz (10-10)

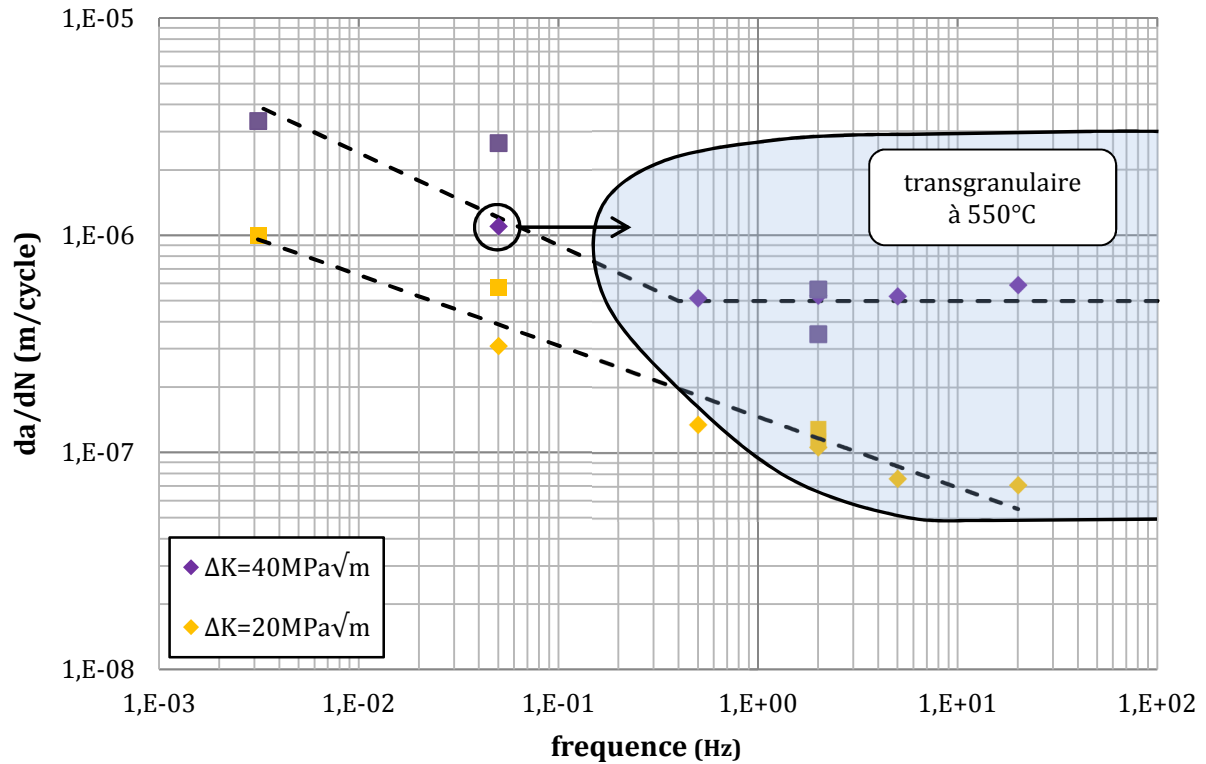


Figure III-18 : Représentation du domaine de rupture transgranulaire à  $550^\circ\text{C}$ .  
Données obtenues sous sollicitation de fatigue pure uniquement (■ SEN, ◆ KBr)

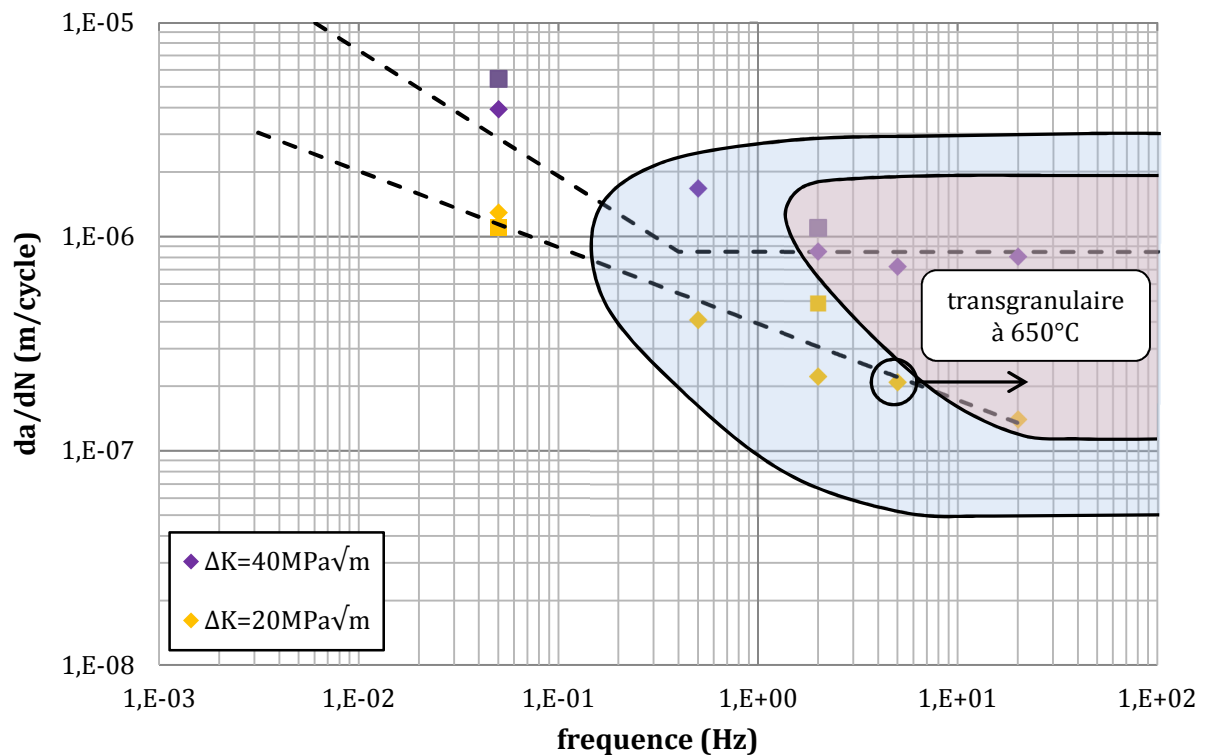


Figure III-19 : Représentation du domaine de rupture transgranulaire à  $650^\circ\text{C}$ .  
Données obtenues sous sollicitation fatigue pure uniquement (■ SEN, ◆ KBr)

### III.3.2 Fatigue-fluage dans le régime de Paris

En fatigue-fluage, à 550°C et 650°C, toutes les conditions testées conduisent à une rupture intergranulaire, de 90s à 3600s de maintien, sur l'ensemble de la plage de propagation (Figure III-20a). À l'instar des essais en fatigue pure, un effet de bord sur le mode de rupture est observé.

De la rupture transgranulaire avec des stries de fatigue est observée localement en surface de l'éprouvette pour des temps de maintien de 90s à 1200s (Figure III-20c).

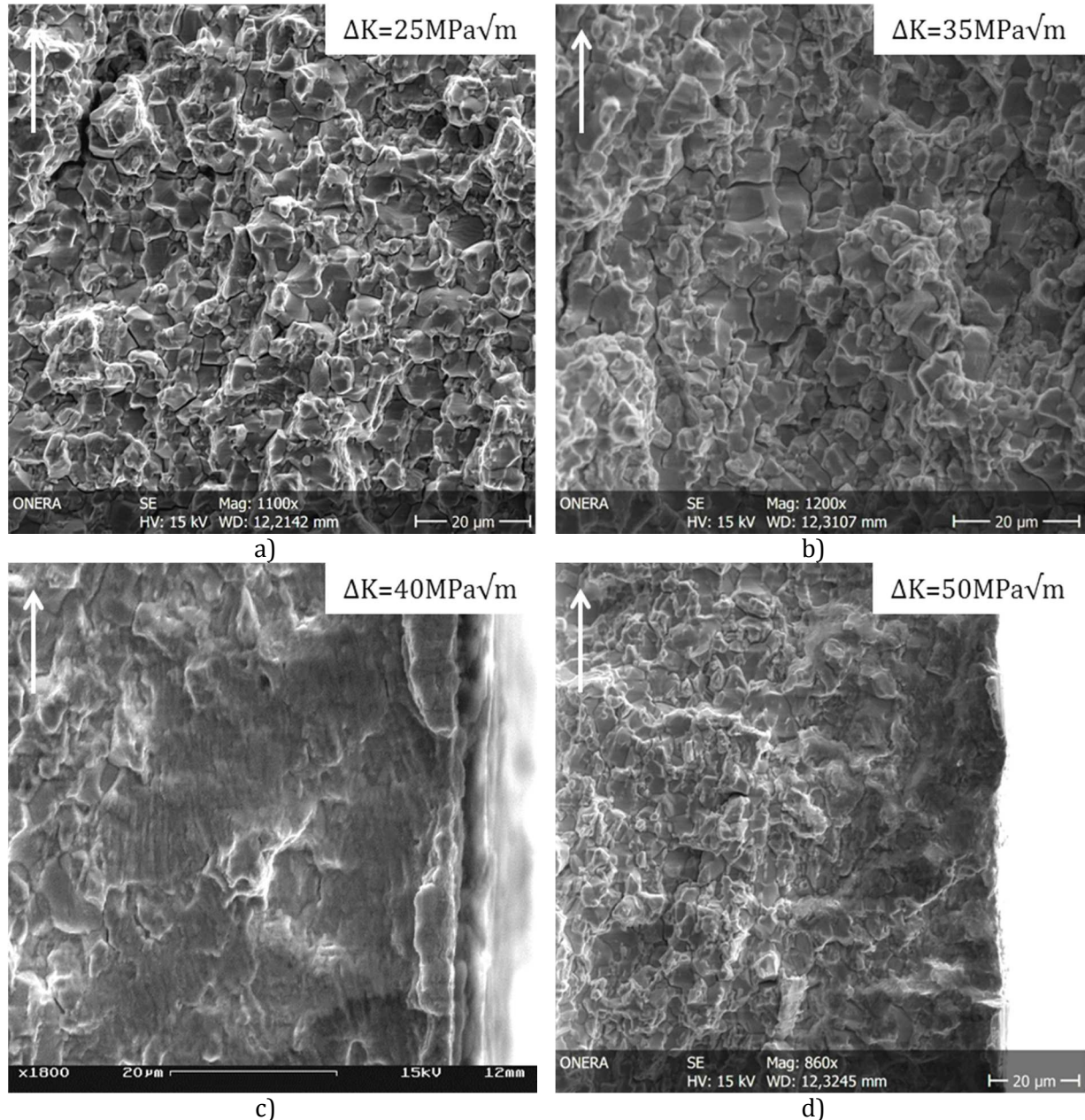


Figure III-20 : Modes de rupture à 550°C.

a) rupture intergranulaire pour des cycles 10-90-10, b) rupture intergranulaire en fluage, c) rupture transgranulaire à stries en surface 10-1200-10, d) rupture à caractère transgranulaire en surface en fluage



Le mode de rupture est essentiellement le même pour les cycles de fatigue-fluage et les cycles 10-10 (0.05Hz). Ceci suggère donc que le mode de rupture est essentiellement conditionné par la rampe de mise en charge du cycle, en fatigue-fluage et fatigue pure.

En fluage pur, la rupture est également intergranulaire (Figure III-20b) et un caractère transgranulaire apparaît en surface (Figure III-20d). Cependant, cette zone ne présente pas de stries de fatigue comme c'est le cas en fatigue-fluage (Figure III-20c). Si un tel changement local du mode de rupture en surface a déjà été reporté en fatigue [88], ce n'est pas le cas en fatigue-fluage ou fluage. Ceci sera discuté par la suite.

### III.3.3 Fatigue-fluage dans le régime des faibles $\Delta K$

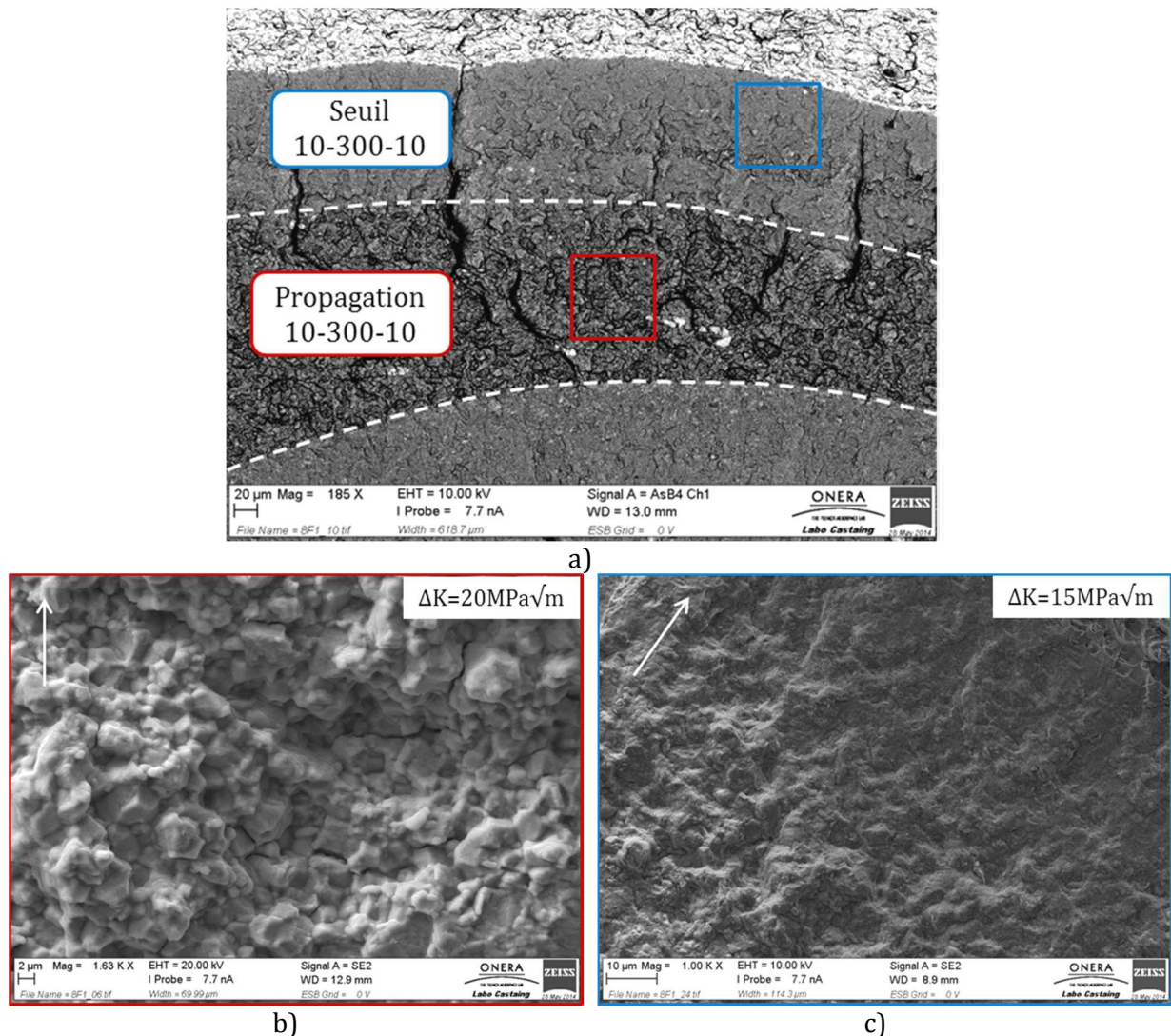
L'analyse des modes de rupture est ici complétée en fatigue-fluage dans le régime des faibles  $\Delta K$ . Des essais visant à caractériser ce régime du seuil de non propagation pour des chargements de fatigue-fluage ont été réalisés grâce à une procédure de décroissance ou de croissance de charge (voir II.5.3). La recherche du seuil de non propagation a été menée aux températures de 600°C et 650°C, pour des temps de maintien de 300s et 1200s. À 550°C, seul un temps de maintien de 300s a été testé en recherche de seuil. Les résultats présentés ici se focalisent sur le mode de rupture.

Un faciès de rupture obtenu lors d'un essai de recherche de seuil sous chargement 10-300-10 à 650°C est visible en Figure III-21a. Différentes zones sont identifiées. Une première, d'aspect très rugueux, correspond à une phase de propagation en fatigue-fluage dans le régime de Paris. La rupture y est intergranulaire (Figure III-21b). Une seconde zone de faible rugosité correspond à la procédure de décroissance de charge pour identification du seuil. Deux décroissances de charge successives sont réalisées. À plus fort grossissement (Figure III-21c), même si la rupture n'apparaît clairement pas intergranulaire, le faciès ne présente pas l'aspect typique d'une rupture transgranulaire (Figure III-17a).

Pour déterminer précisément le mode de rupture, des coupes métallographiques, perpendiculaires au faciès et le long du plan médian, sont réalisées afin de visualiser le chemin de propagation en coupe. Après découpe, un dépôt de nickel est réalisé afin de protéger le faciès de rupture et l'arête le long de laquelle se trouve le chemin de fissuration. Ainsi, l'arête ne sera pas émoussée lors du polissage, ce qui rendrait toutes observations sous MEB impossibles par la suite.

Les échantillons ainsi préparés sont analysés par EBSD afin d'obtenir une visualisation claire de la microstructure le long du chemin de propagation. Dans le régime de Paris, sous chargement de fatigue-fluage, le chemin de propagation est particulièrement tortueux et les grains adjacents sont entiers (Figure III-22), confirmant le caractère intergranulaire. À l'inverse, la zone correspondant au régime des faibles  $\Delta K$  présente un chemin de propagation d'aspect rectiligne et les grains adjacents semblent incomplets, coupés par le chemin de propagation. Ainsi, cette analyse permet de confirmer le caractère transgranulaire de la rupture proche du seuil. Les mêmes conclusions sont obtenues lorsque le seuil est déterminé par une procédure de croissance de charge. Dans ce cas, les résultats sont à rapprocher de ceux de Li qui

montre également de la rupture transgranulaire dans le régime de seuil en fatigue-fluage sur Udimet 720Li [89].



**Figure III-21 : Analyse d'un faciès de rupture dans le régime du seuil pour un chargement 10-300-10 à 650°C**  
 a) Identification de différentes morphologies du faciès,  
 b) rupture intergranulaire dans le régime de Paris, c) zone à caractère transgranulaire proche au seuil

Cette transition du mode de rupture est observée pour les essais réalisés à 600°C et 650°C avec des temps de maintien de 300s et 1200s. À 550°C, la transition du régime intergranulaire à transgranulaire lors de la recherche de seuil n'est pas observée.

Enfin, les observations faites ici se vérifient pour les deux procédures testées, en décroissance de charge ou en croissance de charge. Les valeurs identifiées des seuils de non propagation en fatigue-fluage sont également identiques pour les deux procédures.

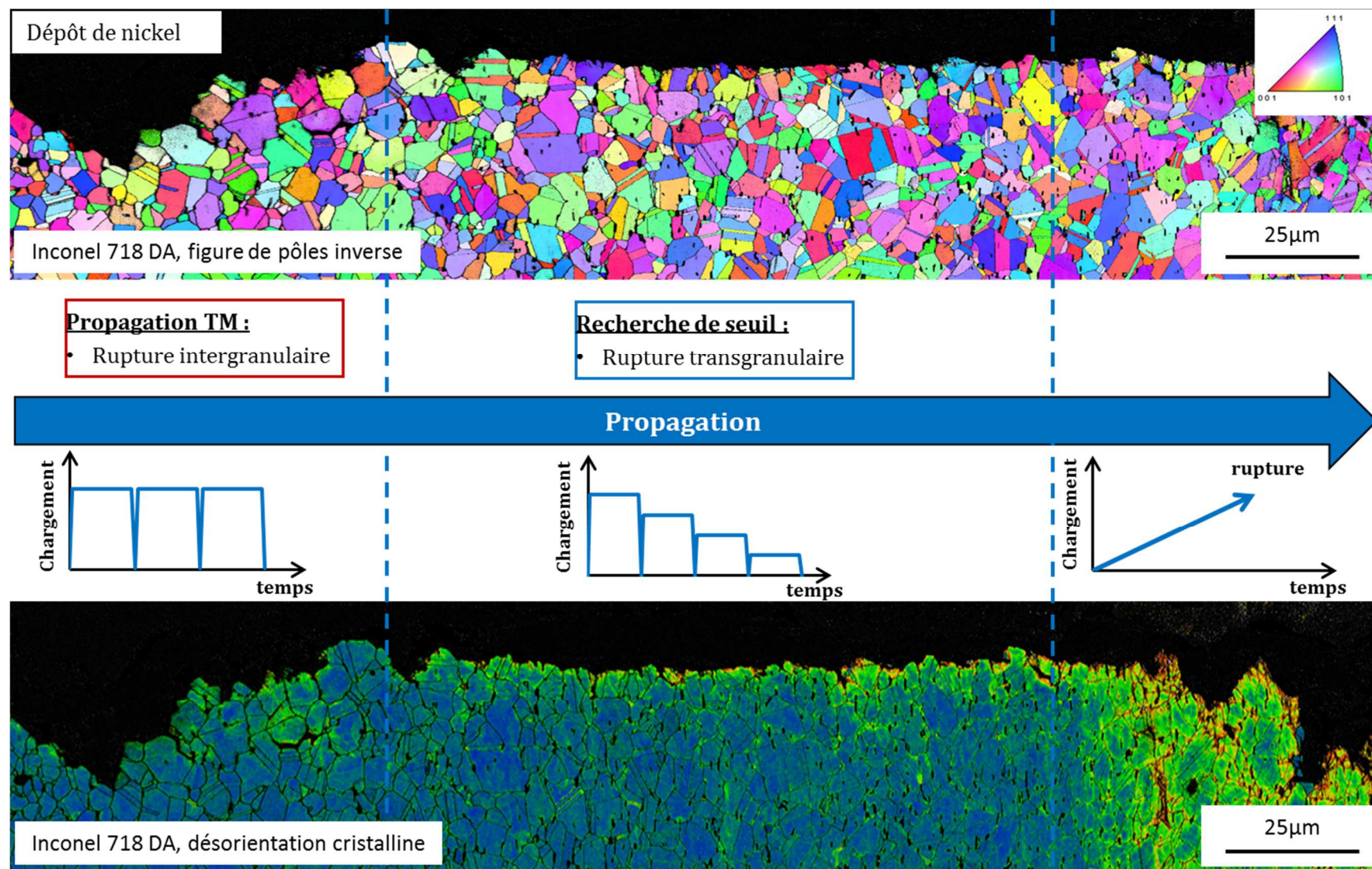


Figure III-22 : Recherche de seuil 10-300-10 à 650°C. Coupe métallographique pour identification du mode de rupture par analyse du chemin de propagation. Figure de pôles inverse et cartographie de désorientation cristalline

### III.3.4 Bilan sur les modes de rupture

L'analyse des modes de rupture peut se résumer de façon très simple comme ceci :

- Un chargement de fatigue pure au-delà d'une fréquence de transition conduit à de la rupture transgranulaire. La fréquence de transition est dépendante de la température et du chargement  $\Delta K$  appliqué
- Un chargement de fatigue-pure à faible fréquence, ou de fatigue-fluage conduit à de la rupture intergranulaire.

De façon binaire, la rupture transgranulaire est associée aux faibles vitesses de propagation et la rupture intergranulaire, aux plus fortes vitesses. Par analogie, la rupture intergranulaire est considérée comme étant le signe d'effets actifs de l'environnement, et la rupture transgranulaire, comme le signe de l'absence d'effets environnementaux.

Les variations locales du mode de rupture montrent que la rupture transgranulaire est également favorisée par un fort niveau de plasticité. En effet, certaines conditions conduisant à une rupture essentiellement intergranulaire peuvent présenter de la rupture transgranulaire en surface de l'éprouvette ou à fortes valeurs de  $\Delta K$ . Ces deux situations ont pour point commun de correspondre à de fortes tailles de zone plastique en pointe de fissure. Les champs mécaniques locaux en pointe de fissure semblent donc influencer le mode de rupture. Ceci sera discuté par la suite.

## III.4 Vers une échelle mésoscopique : faciès de rupture

L'analyse des vitesses de propagation en fonction des conditions d'essais appliquées et leur mise en regard des modes de rupture identifiés est un schéma classique d'analyse des essais. Cependant, les vitesses de propagation telle qu'elles apparaissent sur les courbes  $da/dN-\Delta K$ , correspondent à une échelle macroscopique, au sens de la structure et des hypothèses (fortes) faites pour les mesurer (fissure supposée rectiligne ou semi-circulaire). Le mode de rupture, quant à lui, correspond à une caractérisation à une échelle microscopique. Il manque donc une échelle intermédiaire dans l'analyse des essais. Cette échelle est celle des faciès de rupture, en particulier, la morphologie des fronts de fissure. Cette échelle est rarement considérée dans la littérature, d'où l'intérêt qui lui est porté ici. De plus, les essais alternant fatigue et fatigue-fluage (voir Figure III-15) montrent un changement de morphologie du front en plus du changement des vitesses de propagation. Vitesses de propagation et morphologies du front de fissure sont à ce stade supposées être liées.

Les différentes conditions de sollicitation se distinguent en deux grandes familles selon qu'elles donnent lieu à une rupture transgranulaire, intergranulaire ou mixte dans une moindre mesure. Ce dernier apparaît comme un état transitoire. De façon analogue, deux familles se distinguent à l'échelle des faciès de rupture.

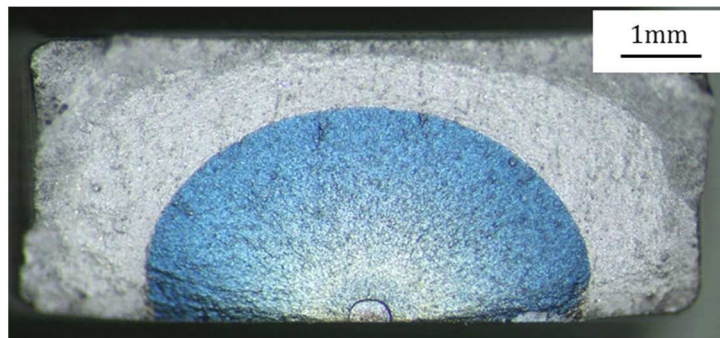
En fatigue pure, pour toutes les fréquences testées, à 550°C, le front de fissure est traversant avec une légère courbure sur la géométrie SEN, ou semi-circulaire avec un léger épingleage sur la géométrie KBr (Figure III-23). Les fronts sont également très

réguliers, lisses. À 650°C, les observations sont essentiellement les mêmes (Figure III-24). Pour les fréquences les plus faibles (0.003Hz à 550°C, voir Figure III-23f) et les plus fortes températures (650°C pour 0.05Hz, voir Figure III-24c) la courbure du front de propagation est légèrement plus marquée qu'à plus haute fréquence et est accompagnée d'une certaine tortuosité. Les morphologies du front de fissure restent globalement simples.

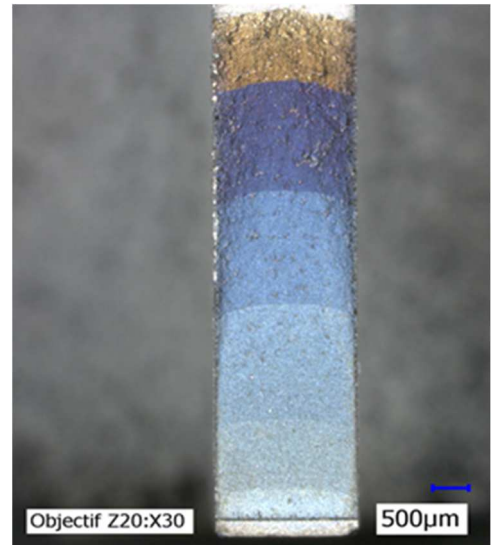
En fatigue-fluage, les morphologies des fronts sont bien plus complexes. Dès l'application d'un temps de maintien de 300s, le front de fissure apparaît très courbé, épinglé, quelle que soit la géométrie (Figure III-25). Cette courbure tend à s'amplifier avec la durée du temps de maintien et la température (Figure III-26). De plus, pour les conditions les plus sévères, la fissure peut se propager de façon asymétrique dans l'épaisseur de l'éprouvette (Figure III-26a). Cette courbure est considérée comme l'aspect le plus macroscopique lors de l'observation d'un faciès de rupture, visible à l'œil nu.

D'autres effets, à une échelle plus fine, peuvent être relevés. Le premier est le fort relief du plan de propagation observé en fatigue-fluage. Ceci se caractérise par des « rivières » orientées dans la direction principale de propagation. Ces dernières sont particulièrement visibles en Figure III-26. Le plan de propagation présente alors un relief en « montagnes et vallées », donnant une composante tridimensionnelle à la propagation de fissure.

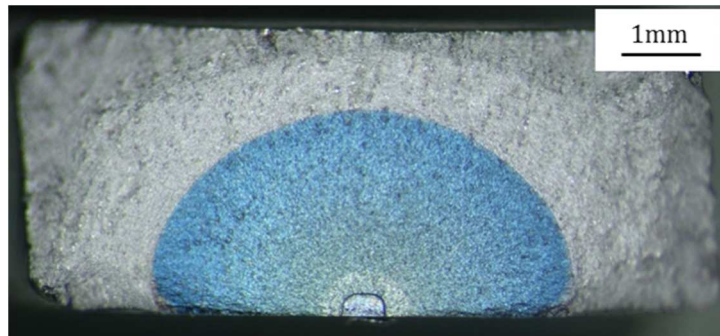
Enfin, l'observateur attentif notera l'aspect irrégulier des fronts de fissure en fatigue-fluage, contrairement à la fatigue pure. Les fronts présentent un aspect en « dents-de-scie », tortueux, systématique, pouvant être très prononcé comme illustré en Figure III-25b et d, et Figure III-26 ). L'amplitude de cette tortuosité peut être millimétrique.



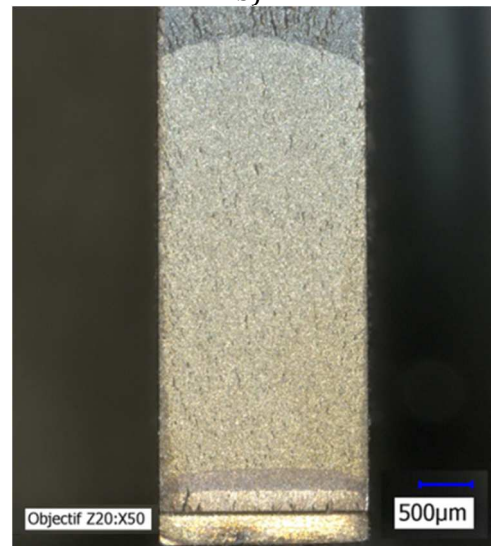
a)



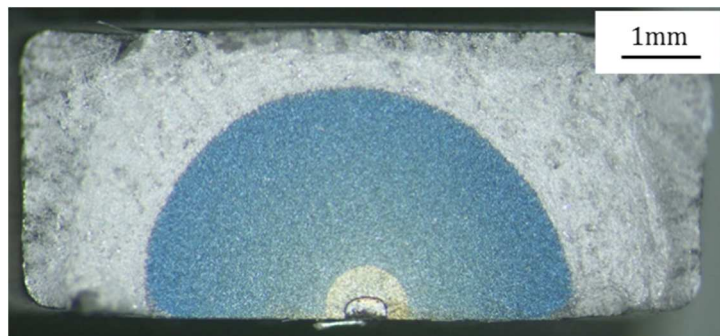
b)



c)



d)

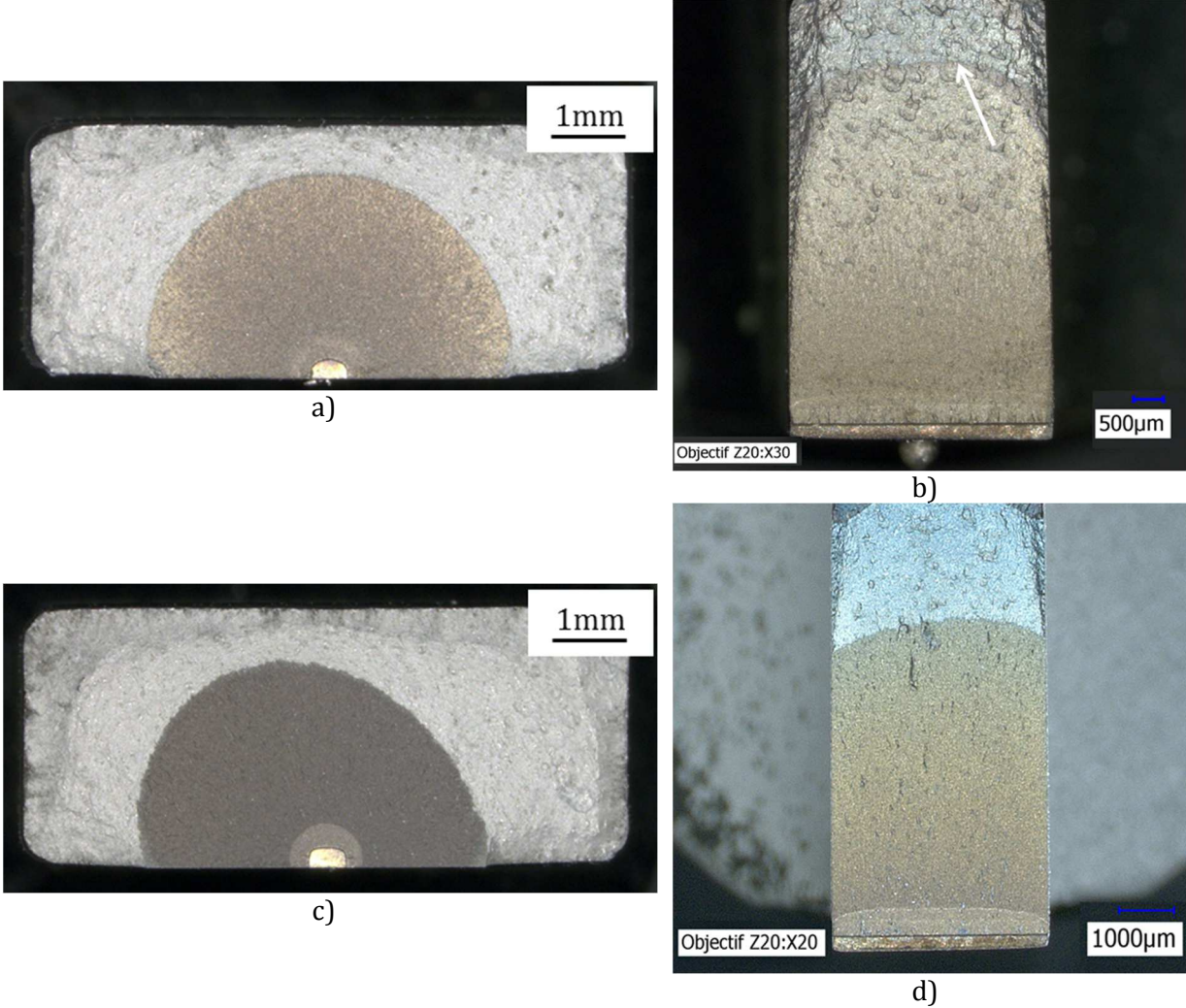


e)



f)

Figure III-23 : Faciès de rupture en fatigue à 550°C, comparaison des géométries SEN et KBr.  
a) 20Hz KBr, b) 2Hz SEN, c) 2Hz KBr, d) 0.05Hz (10-10) SEN, e) 0.05Hz (10-10) KBr, f) 0.003Hz (160-160) SEN



**Figure III-24 : Faciès de rupture en fatigue à 650°C, comparaison des géométries SEN et KBr.  
a) 2Hz KBr, b) 2Hz SEN, c) 0.05Hz (10-10) KBr, d) 0.05Hz (10-10) SEN**

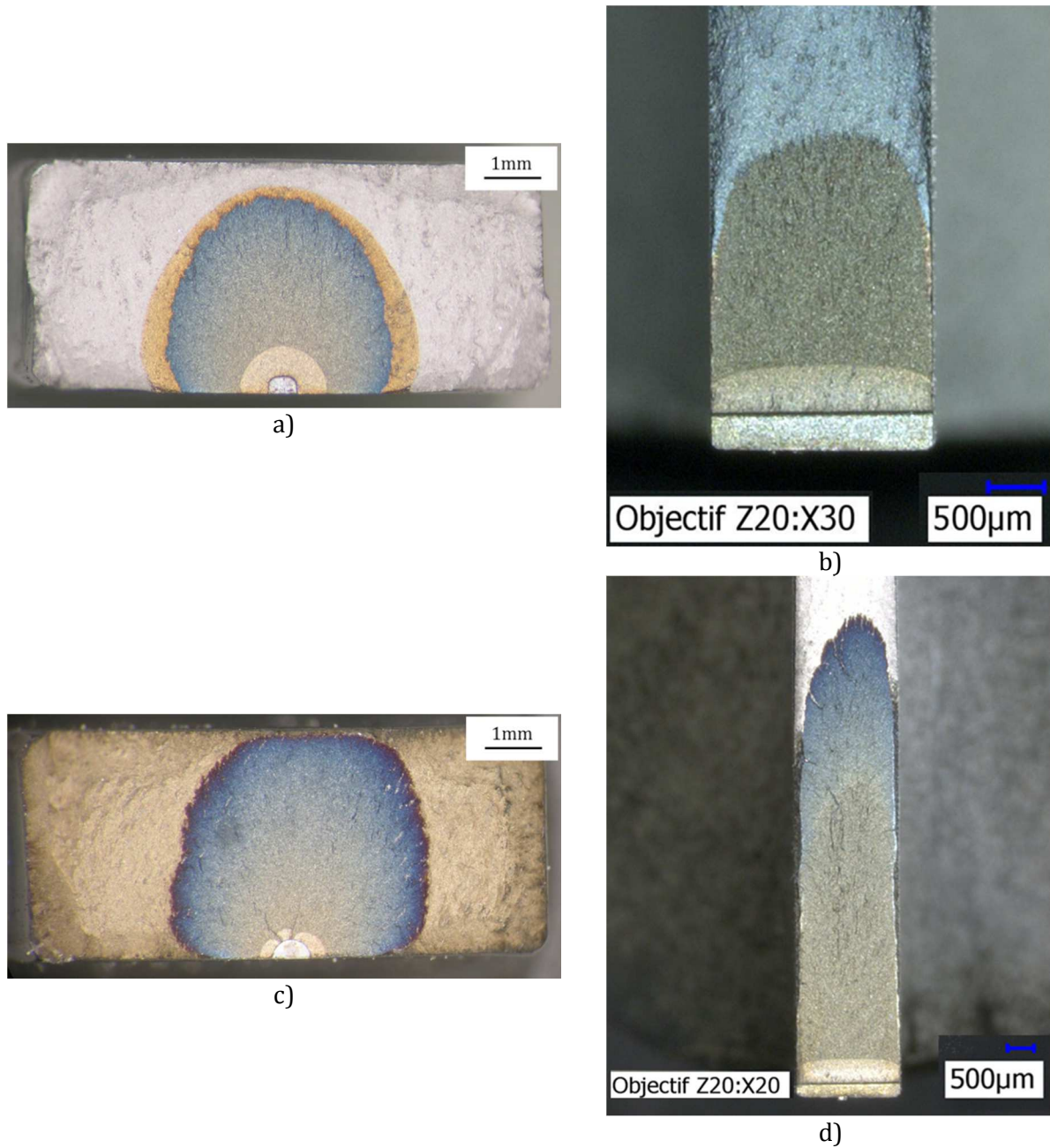


Figure III-25 : Morphologie des fronts de fissure en fatigue-fluage à 550°C.  
a) 10-300-10 KBr, b) 10-300-10 SEN, 10-1200-10 KBr, d) 10-1200-10 SEN



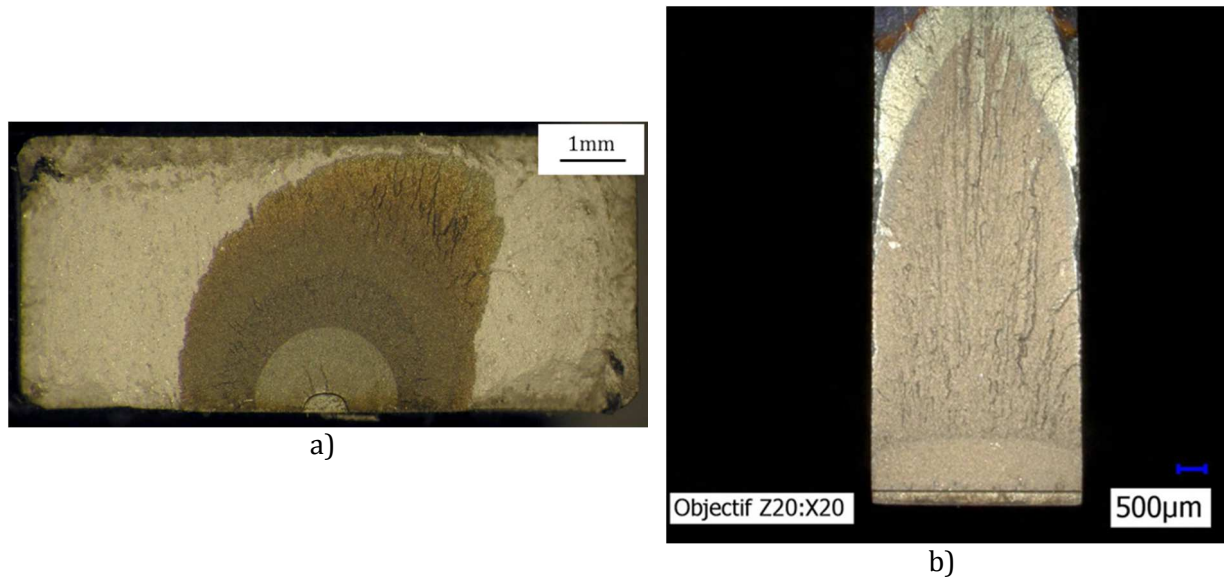


Figure III-26 : Morphologie de fronts de fissure en fatigue-fluage à 650°C  
a) 10-1200-10 sur KBr, b) 10-300-10 sur SEN 4mm

L'aspect tortueux des fronts de fissure en fatigue-fluage, visible à une échelle macroscopique pour les conditions les plus sévères, peut également être observé à une échelle plus microscopique, en observant la transition des modes de rupture lors d'essais avec transition entre fatigue-fluage et fatigue, ou inversement (Figure III-27).

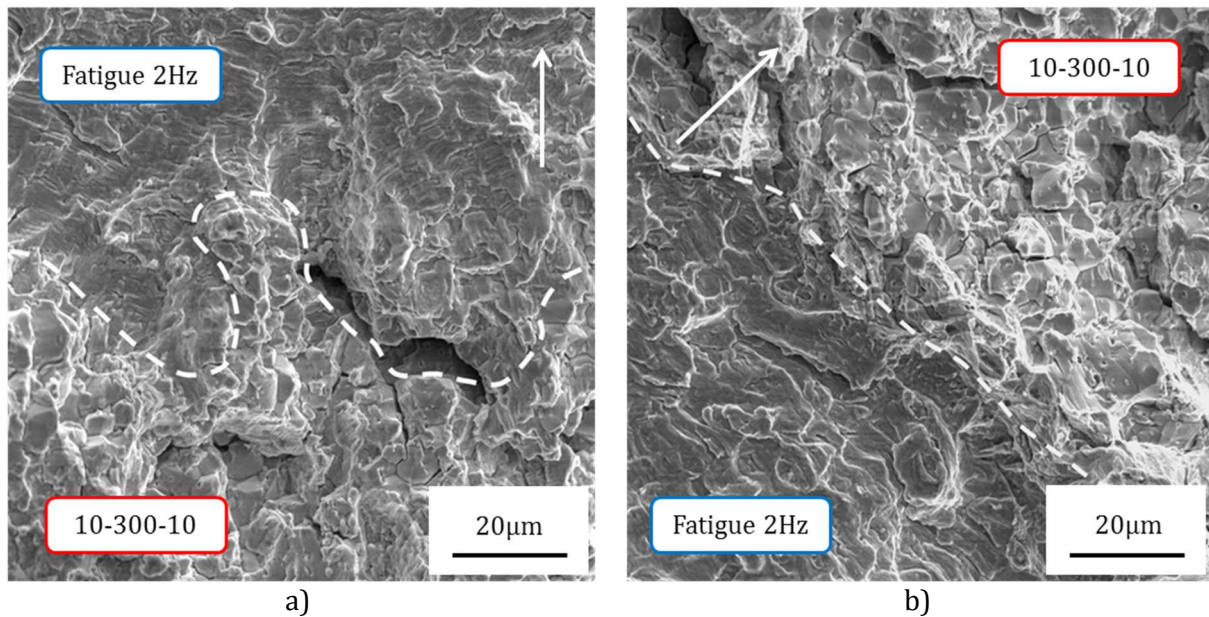
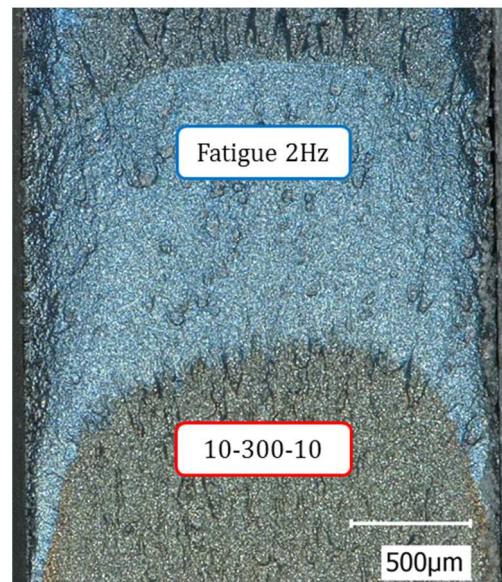


Figure III-27 : Tortuosité du front de fissure à l'échelle microscopique.  
a) trace d'un front obtenu sous chargement 10-300-10 à 550°C, b) trace d'un front de fissure obtenu en fatigue 2Hz à 550°C

Les grandes tendances à retenir de cette analyse des morphologies des fronts de fissure sont les suivantes :

- Un chargement de fatigue pure conduit à des fronts de forme presque idéalisée et d'aspect lisse et régulier
- Un chargement de fatigue-fluage entraîne systématiquement une forte courbure du front ainsi qu'un aspect tortueux, en dents-de-scie.

En complément, l'application d'un chargement de fatigue pure suite à un chargement de fatigue-fluage, et donc un front initialement courbe et tortueux, conduit à un dépliement du front de fissure (Figure III-28). Ceci confirme que les morphologies observées sont intrinsèques au chargement appliqué. Enfin, en fatigue-fluage, les zones où l'épinglage de la fissure en surface est le plus fort correspondent aux zones où la rupture peut être localement transgranulaire en surface, alors qu'elle est intergranulaire sur le reste du faciès.



---

**Figure III-28 : Dépliage de la courbure et de la tortuosité sous chargement de fatigue pure à 550°C**

---

Ces grandes tendances sont parfaitement reproductibles d'un essai à l'autre et sont valables pour les deux géométries testées. Les fronts de fissure sont trop peu montrés dans la littérature, encore moins commentés. Cependant, quelques études peuvent être relevées où des faciès de rupture obtenus dans des conditions similaires sont montrés et présentent les mêmes symptômes, pour de l'Inconel 718 [34] [90] [91], sur des géométries d'éprouvettes différentes de la SEN et KBr [88] et pur des superalliages base nickel élaborés par métallurgie des poudres [92] [93]. Les observations faites dans ce chapitre ne sont donc pas des cas isolés et leur analyse détaillée comblera un manque aux schémas d'analyse classiquement suivis en fissuration.

### III.5 Conclusions du chapitre

Dans un premier temps, une démarche standard d'exploitation des essais a été menée, visant à analyser les vitesses de propagation mesurées (échelle macroscopique, au sens de la structure) et les corréliser avec les modes de ruptures observés (échelle microscopique). Les conclusions importantes sont les suivantes :

- Les fortes fréquences de sollicitations conduisent à de faibles vitesses de propagation et une rupture transgranulaire
- Les faibles fréquences et les cycles de fatigue-fluage conduisent à des vitesses de propagation plus élevées, associées à une rupture intergranulaire (ces deux premiers points sont confortés par de nombreuses études antérieures)
- La décomposition de l'avancée de fissure mise en place montre que l'essentiel de la propagation en fatigue-fluage se fait lors de la remise en charge (dite contribution de fatigue). Celle-ci est impactée par le temps de maintien, montrant une forte interaction fatigue-fluage
- Pour une condition conduisant à une rupture essentiellement intergranulaire, de la rupture transgranulaire peut être observée localement, dans les zones où la plasticité est la plus développée, mettant en avant un couplage entre les champs mécaniques locaux et le mode de rupture.

Une attention particulière est ensuite portée à la morphologie des fronts de fissure, échelle rarement considérée. Les points clés de cette analyse sont les suivants :

- En fatigue pure, les fronts de fissure sont « idéaux », avec une faible courbure et d'aspect très lisse
- En fatigue-fluage, les fronts de fissure sont très courbes et tortueux. Ces deux effets s'amplifient avec la durée du temps de maintien et la température
- L'application de cycles de fatigue pure suite à de la fatigue-fluage conduit à un dépliement de la courbure et de la tortuosité préalablement générées, montrant le caractère intrinsèque de la géométrie du front au type de sollicitation.

Ces derniers éléments posent la question suivante : quel effet une telle morphologie du front de fissure peut-elle avoir sur le comportement en fissuration tel que caractérisé par les vitesses de propagation globales mesurées ?





# Chapitre IV Approche géométrique en fatigue-fluage

Tous les essais présentés jusqu'ici ont été dépouillés en faisant l'hypothèse d'une fissure rectiligne ou semi-circulaire, respectivement pour les éprouvettes SEN et KBr, pour déterminer la longueur de fissure (et donc les vitesses de propagation) ainsi que  $\Delta K$ . Cette hypothèse est mise en défaut étant données les morphologies de fronts de fissure observées en fatigue-fluage. Il s'agit donc de savoir dans quelle mesure les vitesses de propagation mesurées sont impactées par les morphologies des fronts de fissure.

Les simulations éléments finis sont largement utilisées pour calibrer la méthode du potentiel électrique pour différentes géométries d'éprouvette, voire de pièce [94], et de fissure. La plupart des calibrations obtenues concernent des morphologies idéalisées du front de fissure. Quelques rares études traitent des écarts à la géométrie idéale, soit dans une optique de quantifier le biais que cela peut avoir sur l'identification finale de la loi de Paris [90] soit dans une optique de calibration de la méthode électrique en prenant en compte ces irrégularités du front [78] [95].

La démarche adoptée ici vise à quantifier l'impact des fronts de fissure complexes tels que ceux observés expérimentalement en fatigue-fluage. Dans un premier temps, une approche « statique » est proposée afin de quantifier l'effet de la morphologie du front sur la lecture de la méthode du potentiel. Dans un second temps, la procédure d'essais numériques (voir paragraphe II.6.3) est appliquée afin d'appréhender l'impact de l'évolution de la morphologie du front au cours d'un essai. Dans ce dernier cas, l'effet de la morphologie sera considéré non seulement vis-à-vis de la méthode du potentiel mais également vis-à-vis du calcul de  $\Delta K$  le long du front de fissure. Cet aspect "dynamique" n'a jamais été, à notre connaissance, considéré.

## IV.1 Approche statique : effet de la morphologie du front

L'effet de la morphologie du front de fissure est, dans un premier temps, quantifié de façon « statique ». Diverses morphologies de fronts, représentatives des observations expérimentales, sont générées et insérées dans des maillages. Des calculs de potentiel sont alors réalisés.

### IV.1.1 Effet de la courbure

Le premier effet géométrique observable en fatigue-fluage est la courbure du front, également appelée « tunneling ». Des maillages avec des fronts courbes sont

réalisés pour différentes valeurs du paramètre de tunneling. Ce paramètre est défini comme [96]:

$$p_t = \frac{\Delta a_m - \Delta a_s}{E}$$

où  $\Delta a_m$  est la longueur de fissure sur le plan médian, et donc la longueur maximale de fissure dans l'épaisseur de l'éprouvette,  $\Delta a_s$  est la longueur de fissure en surface et E l'épaisseur de l'éprouvette (voir notations en Figure IV-1). Pour une valeur donnée du paramètre de tunneling, plusieurs longueurs de fissure  $\Delta a_m$  sont créées. La méthode du potentiel électrique est ensuite simulée et la longueur déterminée en utilisant la calibration de Johnson puis comparée à la longueur effective de la fissure, considérée comme  $\Delta a_m$  (voir Figure IV-1). Cette longueur sur le plan médian est typiquement celle sur laquelle un recalage de la longueur de fissure est fait.

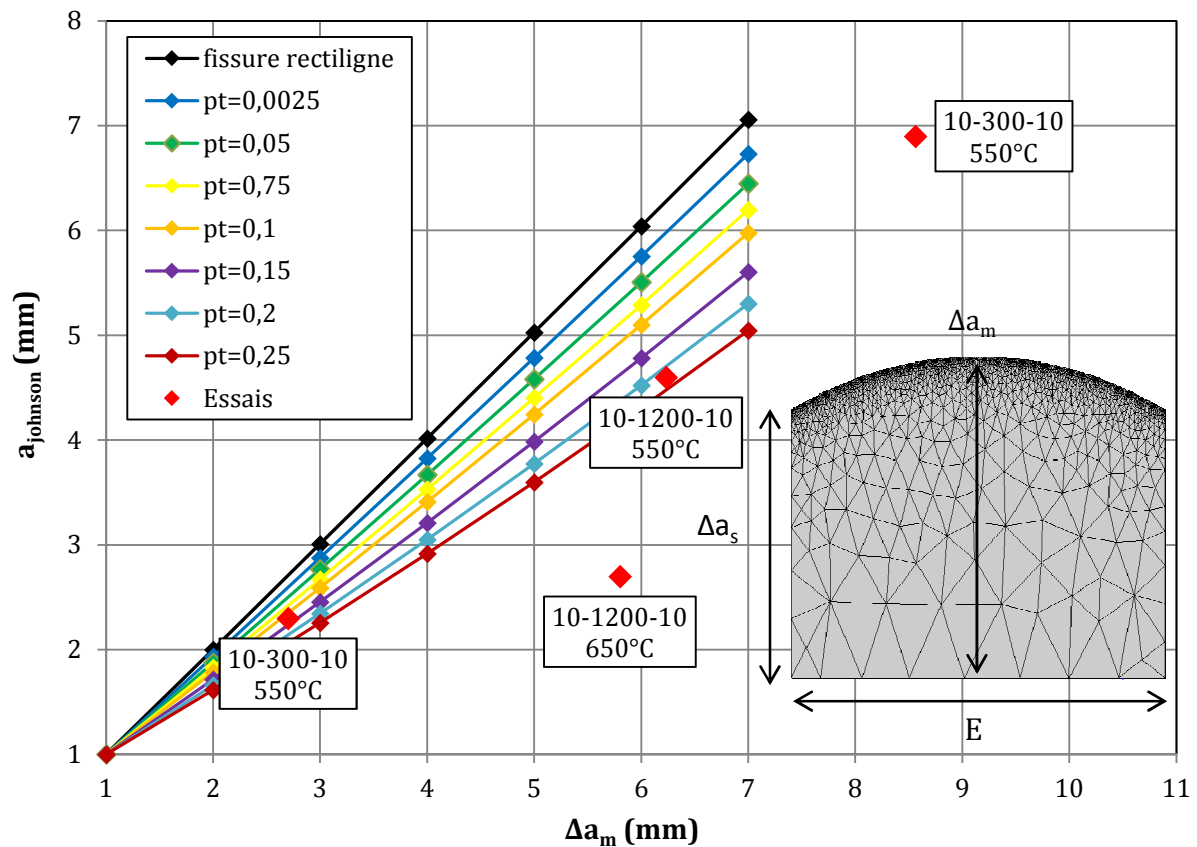


Figure IV-1 : Effet de la courbure sur la calibration de la méthode du potentiel. Illustration des notations utilisées. La partie maillée correspond à l'aire fissurée

Tout d'abord, le cas d'une fissure rectiligne montre (comme cela l'a été au paragraphe II.6.2) que la méthode de simulation du potentiel est viable car elle vérifie la solution analytique de Johnson, la pente alors obtenue en Figure IV-1 étant 1. Pour les fronts courbes, plus le paramètre de tunneling est élevé, plus l'écart entre la longueur mesurée et la longueur « réelle » ( $\Delta a_m$ ) est important. Cet écart est d'autant plus important que la fissure est longue et peu largement excéder l'écart entre  $\Delta a_s$  et  $\Delta a_m$ . À

titre d'exemple, pour  $p_t=0.15$  (avec  $E=4\text{mm}$ ),  $\Delta a_s-\Delta a_m=600\mu\text{m}$ , or l'erreur commise en utilisant la calibration de Johnson est de  $800\mu\text{m}$  pour une fissure de longueur  $\Delta a_m=4\text{mm}$ .

Les calculs montrent dans tous les cas que la longueur  $\Delta a_m$  d'une fissure courbe est sous estimée en utilisant la calibration de Johnson. Quelques mesures expérimentales, obtenues par marquages thermiques ou mécaniques du front, le confirment. Les valeurs expérimentales reportées correspondent à des valeurs de  $p_t$  comprises entre 0.2 et 0.7.

La courbure du front de fissure, telle qu'observée en fatigue-fluage, est donc un paramètre géométrique important introduisant un biais dans la mesure de la longueur de fissure par la méthode du potentiel. Un objectif expérimental est d'être capable, a posteriori, de recalibrer la longueur lue par la méthode du potentiel sur la longueur réelle. Des calculs tels que ceux présentés ici pourraient permettre de calibrer la méthode du potentiel en prenant en compte la courbure exacte d'une fissure.

Cependant, lorsque le front de fissure est courbé, se pose la question de la longueur de fissure à considérer, celle-ci n'étant pas unique. Ici le parti est pris de comparer les longueurs mesurées par la méthode du potentiel électrique à la longueur au centre de l'éprouvette ( $\Delta a_m$ ). Ce choix est assez naturel et se justifie notamment par l'état de déformation plane à cœur de l'éprouvette.

#### IV.1.2 Effet de la tortuosité

Le second effet géométrique observé en fatigue-fluage est la tortuosité du front de fissure. Comme pour la courbure du front, divers maillages sont réalisés avec des fissures tortueuses. La tortuosité est représentée dans les maillages comme une fissure d'aspect sinusoïdal, tout en restant essentiellement rectiligne (cas d'une géométrie SEN).

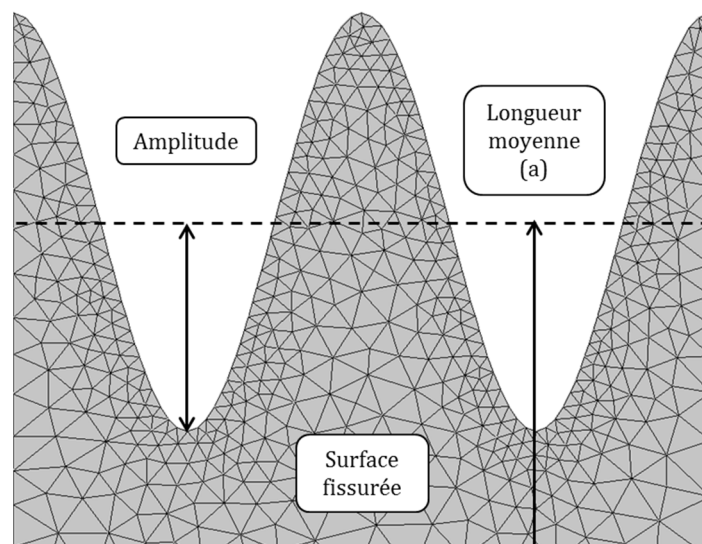


Figure IV-2 : Représentation de la tortuosité du front de fissure dans les maillages EF



La tortuosité est paramétrée par son amplitude. La longueur effective de la fissure est prise comme étant la longueur à mi amplitude de la tortuosité. Les calculs sont réalisés sur un milieu semi infini dans l'épaisseur. Ainsi, seules deux périodes de la tortuosité sont maillées. Le nombre entier de périodes et l'aspect sinusoïdal imposent que, pour une longueur effective donnée, la surface fissurée soit identique quelle que soit l'amplitude de tortuosité choisie.

Des calculs de potentiel sont donc réalisés pour différentes longueurs de fissure et amplitude de tortuosité. La longueur effective est comparée à celle obtenue par la calibration de Johnson, appliquée aux valeurs de potentiel obtenues numériquement (voir Figure IV-3).

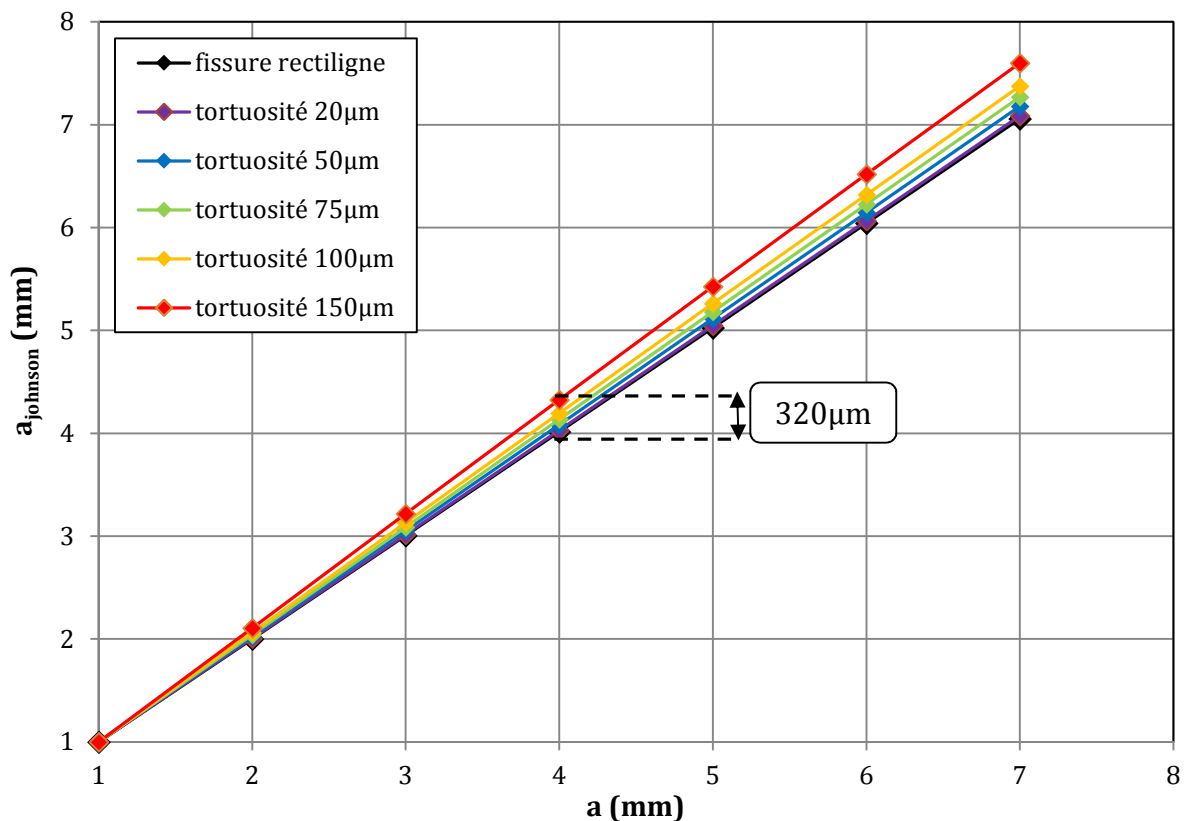


Figure IV-3 : Effet de la tortuosité sur la calibration de la méthode du potentiel

De même que la courbure, la tortuosité implique un biais de mesure sur la méthode du potentiel. La longueur moyenne de fissure est alors légèrement surestimée. Pour une amplitude de tortuosité donnée, ce biais augmente avec la longueur de fissure et devient, dès une longueur de fissure de 3mm, supérieur à la valeur de l'amplitude de tortuosité. Pourtant, pour une longueur donnée, toutes les fissures insérées ont la même surface. Le biais introduit par la tortuosité est cependant moindre que celui lié à la courbure. Cela peut s'expliquer par le fait que les fissures représentées sont, à la tortuosité près, essentiellement rectilignes, conformément à la calibration de Johnson.

### IV.1.3 Bilan des effets géométriques sur la calibration de la méthode électrique

Ces résultats permettent de quantifier l'effet des morphologies des fronts de fissure observées en fatigue-fluage sur la lecture de la méthode du potentiel. Courbure et tortuosité du front de fissure induisent toutes deux un biais de mesure. Ce biais est bien sûr dû au fait que la courbe de calibration utilisée n'est valable que pour le cas d'une fissure rectiligne, ce qui n'est pas le cas en fatigue-fluage.

Avec les simulations présentées, la méthode du potentiel électrique peut être calibrée afin d'intégrer la courbure et la tortuosité, en se basant sur la forme exacte des fronts observés expérimentalement. Cependant, bien que courbure et tortuosité soient symptomatiques des cycles de fatigue-fluage, les fronts de fissure observés pour des essais menés sous une même condition ne sont pas parfaitement identiques (voir paragraphe III.4). La calibration à établir serait alors unique pour chaque essai et nécessiterait les étapes suivantes :

- Réaliser en cours d'essai plusieurs marquages thermiques afin de visualiser l'évolution du front au cours de la propagation
- Reproduire exactement ces morphologies dans des maillages, réaliser les calculs de potentiel électrique, puis définir la courbe de calibration intégrant alors la morphologie du front et son évolution
- Dépouiller l'essai en utilisant la calibration ainsi définie.

Cette démarche, si elle peut sembler intéressante dans une optique de recalage des essais, amène différentes remarques :

- Il est également nécessaire de réaliser des simulations afin de déterminer l'évolution correcte de  $\Delta K$  au point d'intérêt selon la longueur de fissure
- Le besoin de réaliser des calculs éléments finis complexifie largement le processus de dépouillement
- Démarche très chronophage et difficilement transposable à de simples essais de caractérisation (pour du suivi de production par exemple)
- Quid de la comparabilité des données ?

Ce dernier point est important car d'une part, deux essais dans des conditions identiques ne donnent pas exactement la même morphologie du front (et donc la même réponse électrique) et d'autre part, la calibration utilisée pour l'analyse de la réponse électrique n'est plus la même d'un essai à l'autre. Le parti est donc pris de continuer le dépouillement avec les calibrations usuelles (pour la longueur de fissure et  $\Delta K$ ), faisant l'hypothèse d'une fissure plane à front droit, ou semi-circulaire pour les éprouvettes KBr. Cela permet d'analyser les essais à travers une même hypothèse de dépouillement, tout en ayant conscience, maintenant, des limites de ces hypothèses.

Ceci est une vision « statique » de la fissure qui est considérée comme un objet géométrique défini à un instant donné. Or en cours d'essai, la morphologie du front de fissure évolue. En effet, en fatigue-fluage, la fissure est courbée et tortueuse en fin de propagation alors qu'elle est initialement faiblement courbée suite à la pré-fissuration (réalisée en fatigue pure). L'effet « dynamique » lié à l'évolution de la morphologie du front de fissure au cours de la propagation va maintenant être traité en appliquant la

procédure d'essais numériques de propagation mise au point dans le cadre de cette étude.

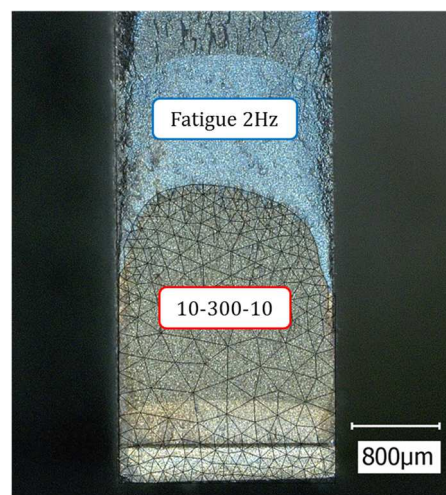
## IV.2 Approche dynamique : effet de l'évolution de la morphologie du front

Le but recherché est ici de déterminer l'impact de l'évolution de la morphologie du front de fissure sur la mesure des vitesses de propagation par la méthode du potentiel. Cet aspect « dynamique » du problème est ici traité en exploitant la procédure « d'essais numériques de propagation » qui seront alors analysés à travers les courbes de calibration et formulaires utilisés expérimentalement. Comme au paragraphe précédent, l'effet de la courbure et de la tortuosité seront considérés l'un après l'autre.

### IV.2.1 Essais numériques sur front expérimentaux courbes

#### IV.2.1.1 Reproduction de fronts expérimentaux

Des essais numériques sont ici réalisés à partir de fronts de fissures expérimentaux obtenus suite à un chargement de fatigue-fluage. La morphologie des fronts est reproduite exactement en « décalquant » numériquement lesdits fronts. Ce principe est illustré en Figure IV-4 par superposition d'un faciès de rupture avec le maillage du front de fissure. C'est à partir de tels fronts que sont réalisés les essais numériques de propagation. Le but va donc être de simuler, en particulier, les essais avec transition fatigue-fluage / fatigue pure, ces essais montrant une évolution évidente du front de fissure, se manifestant par le dépliement de la courbure lors de l'application des cycles de fatigue pure.



---

Figure IV-4 : Exemple de reproduction d'un front de fissure expérimental courbe dans un maillage éléments finis

---

### IV.2.1.2 Propagation de fronts de fissure courbes

Des essais numériques sont donc réalisés à partir de fronts expérimentaux courbes, tel que celui illustré en Figure IV-4. Un chargement de fatigue à 2Hz est simulé pour une contrainte de 400MPa et un rapport de charge  $R=0.05$ . Le comportement du matériau est purement élastique et la loi locale pilotant la propagation est une loi de Paris identifiée à partir de données d'essais pour les mêmes conditions, à 550°C. Un tel essai numérique, réalisé avec *Zcracks*, reproduit donc les essais avec transition présentés en (voir paragraphe III.4). Le résultat de l'essai numérique est présenté en Figure IV-5 et comparé à l'essai expérimental correspondant.

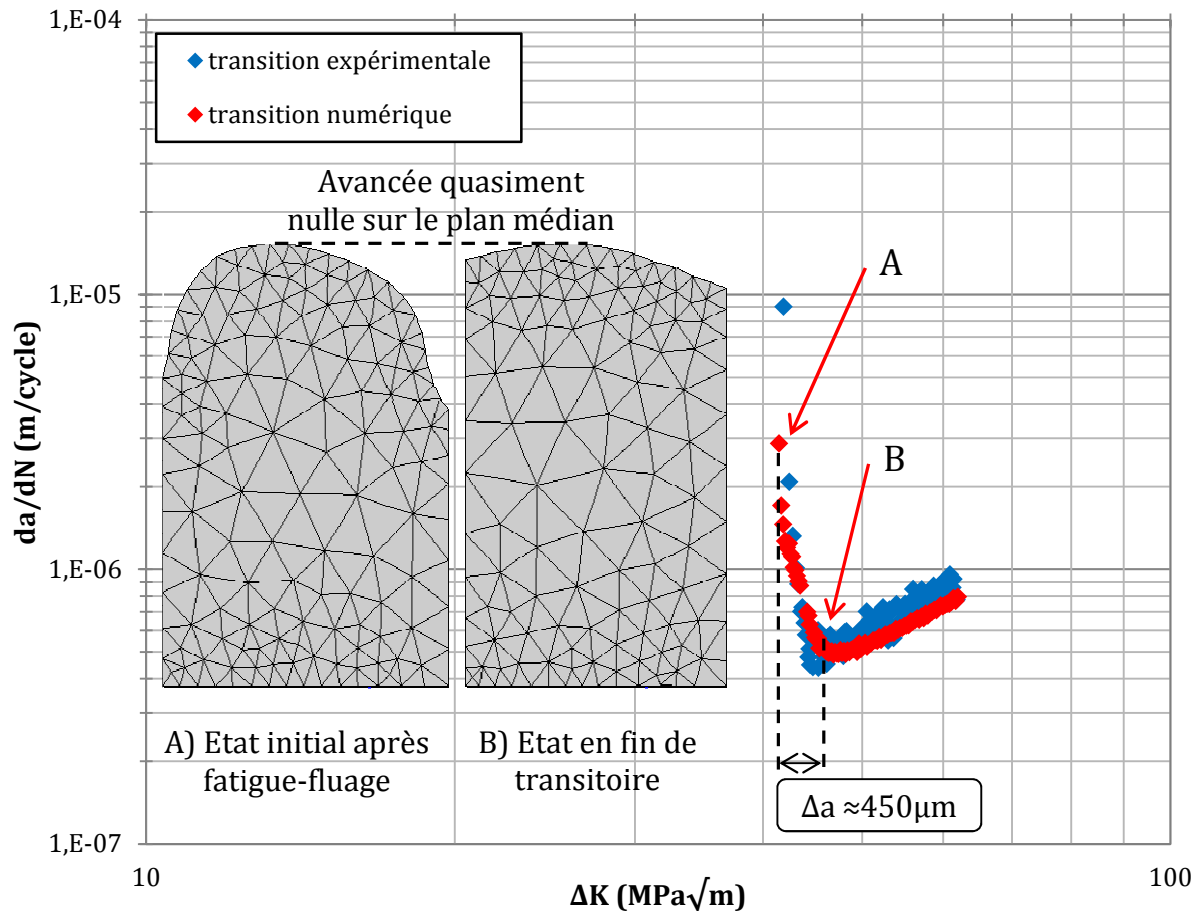


Figure IV-5 : Dépouillement d'un essai numérique : transition fatigue-fluage / fatigue

En commençant l'essai numérique à partir d'un front courbe expérimental, plusieurs éléments sont notables. Le premier est l'allure de la « droite » de Paris obtenue. De façon identique à l'essai correspondant, un transitoire est observé, avec une diminution des vitesses alors que  $\Delta K$  augmente, avant un régime stabilisé. De plus, l'incrément d'avancée de fissure déterminé lors du transitoire est estimé à  $\Delta a=450 \mu m$  pour l'essai numérique et l'expérience. Les mêmes simulations sur géométrie KBr montrent également une bonne corrélation entre le transitoire numérique et expérimental. À l'échelle très macroscopique des vitesses de propagation (toutes hypothèses d'analyse identiques), l'expérience et la simulation sont donc comparables.

Le second point remarquable est l'évolution du front de fissure lors de l'essai numérique. Initialement courbe, celui-ci se déplie au cours de la propagation et tend vers une morphologie rectiligne, peu courbée. Cette évolution de front de fissure en fatigue est, elle aussi, cohérente avec les observations expérimentales. Expériences et essais numériques sont donc en tous points comparables.

Numériquement, la propagation est pilotée aux nœuds du front de fissure par une loi de Paris locale. Pour expliquer le dépliement du front de fissure, il faut s'intéresser au profil de  $\Delta K$  le long du front de fissure. Celui-ci n'étant pas rectiligne, il n'y a pas une valeur unique de  $\Delta K$  le long du front et l'éprouvette fissurée doit être considérée comme une structure.

Le profil de  $K_I$  le long d'un front expérimental est illustré en Figure IV-6. Les valeurs sont obtenues pour un chargement de 400MPa. C'est sur le plan médian, là où la fissure est la plus longue, que les valeurs de  $K_I$  sont les plus faibles. À l'inverse, les valeurs de  $K_I$  sont maximales en surface. Cela s'explique par le fait qu'en surface, à cause de l'épinglage, le ligament de matière portant en avant du front de fissure est très fin, contrairement au cœur de l'éprouvette. Le formulaire utilisé pour l'analyse des essais sous-estime les valeurs de  $K_I$  en surface et surestime les valeurs à cœur de l'éprouvette.

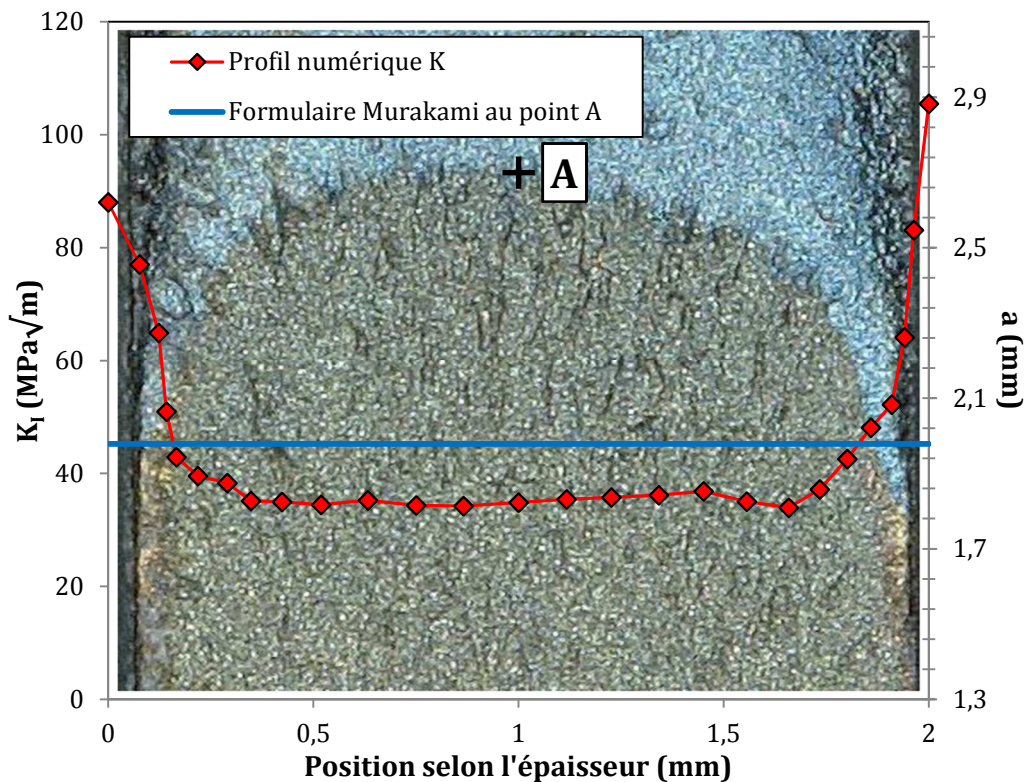


Figure IV-6 : Profil numérique de  $K_I$  le long d'un front de fissure expérimental et comparaison avec le formulaire utilisé pour le dépouillement des essais

Dans le cadre d'une loi de Paris, ce sont ces fortes valeurs locales de  $K_I$  qui expliquent le dépliement de la courbure. Les vitesses de propagation locales alors prédites en surfaces sont très importantes et celles à cœur, plus faibles. Au fur et à mesure du dépliement, le profil de  $K_I$  le long du front s'homogénéise. Une fois ce profil

homogénéisé, la forme du front n'évoluera plus et la propagation se fera uniquement par translation du front.

Une telle évolution du front de fissure en fatigue pure a également été observée numériquement par Branco [97]. En réalisant des simulations de la propagation avec des algorithmes similaires à ceux de *Zcracks*, les auteurs montrent sur une géométrie SEN que, quelle que soit la forme initiale du front, courbe et/ou irrégulière, celui-ci tend systématiquement vers une morphologie rectiligne dans le cadre de la MLR. Les auteurs ajoutent que le nombre de cycles nécessaire pour stabiliser la forme du front dépend notamment des coefficients de la loi de Paris locale employée.

Expériences et essais sont donc comparables à l'échelle des « droites » de Paris obtenues et de l'évolution de la morphologie du front de fissure. Si ce n'est pas possible expérimentalement, il est possible de connaître la forme exacte du front de fissure en tout instant de l'essai numérique. C'est d'ailleurs l'intérêt majeur de cette stratégie. Numériquement, à la fin du transitoire (point B en Figure IV-5), le front de fissure s'est totalement déplié. La fissure a fortement propagé en surface tandis que l'avancée à cœur est quasiment nulle. Ce n'est qu'après ce dépliement que la fissure propage par translation, sans évolution de la forme du front. Il est alors conclu que le transitoire observé n'est qu'un effet géométrique lié au dépliement du front de fissure.

Il est remarquable à quel point l'évolution du front de fissure impacte les « vitesses globales » de propagation mesurées et l'allure de la « droite » de Paris. Le transitoire observé numériquement et expérimentalement est, au premier ordre, lié au dépliement du front de fissure. Ceci remet en cause l'analyse de ce transitoire comme étant le signe d'une zone endommagée en pointe de fissure [36] [67]. Le concept de zone endommagée n'est pas ici remis en question mais sa manifestation à l'échelle des « vitesses globales » de propagation (lues par la méthode du potentiel) l'est, les effets géométriques étant du premier ordre et à des échelles bien plus grandes que la supposée zone endommagée. Enfin, il faut retenir que les effets géométriques ont un fort effet amplificateur sur les « vitesses globales ». En effet, lors des premiers instants du dépliement, les « vitesses globales » sont bien plus élevées que lors du régime stabilisé (voir Figure IV-5). À ce stade, il peut être supposé que ces effets géométriques sont en partie responsables des fortes vitesses de propagation mesurées en fatigue-fluage, lorsque le front de fissure est complexe.

## **IV.2.2 Essais numériques sur fronts tortueux**

La seconde échelle géométrique à considérer en fatigue-fluage est la tortuosité du front de fissure. Déjà abordé sous un aspect « statique », l'effet de la tortuosité du front est ici traité dynamiquement à l'aide d'essais numériques, comme cela a été fait pour la courbure.

### **IV.2.2.1 Profil de $K_I$ le long d'un front de fissure tortueux**

De façon identique à la courbure, le profil de  $K_I$  le long d'un front de fissure tortueux est présenté en Figure IV-7 pour une longueur moyenne de fissure de 2 mm (voir notation en Figure IV-2) et une contrainte nominale de 400MPa. Au sommet de la

tortuosité, les valeurs de  $K_I$  sont quasiment nulles. Les valeurs de  $K_I$  sont maximales dans le fond de la tortuosité, là où la longueur de fissure est la plus faible. De même que pour la courbure, c'est en cet endroit du front que le ligament de matière soutenant l'effort est le plus fin. De même que pour la courbure, le cadre de la MLR induit donc un dépliement de la tortuosité du front de fissure. Courbure et tortuosité sont donc analogues, au sens de la MLR.

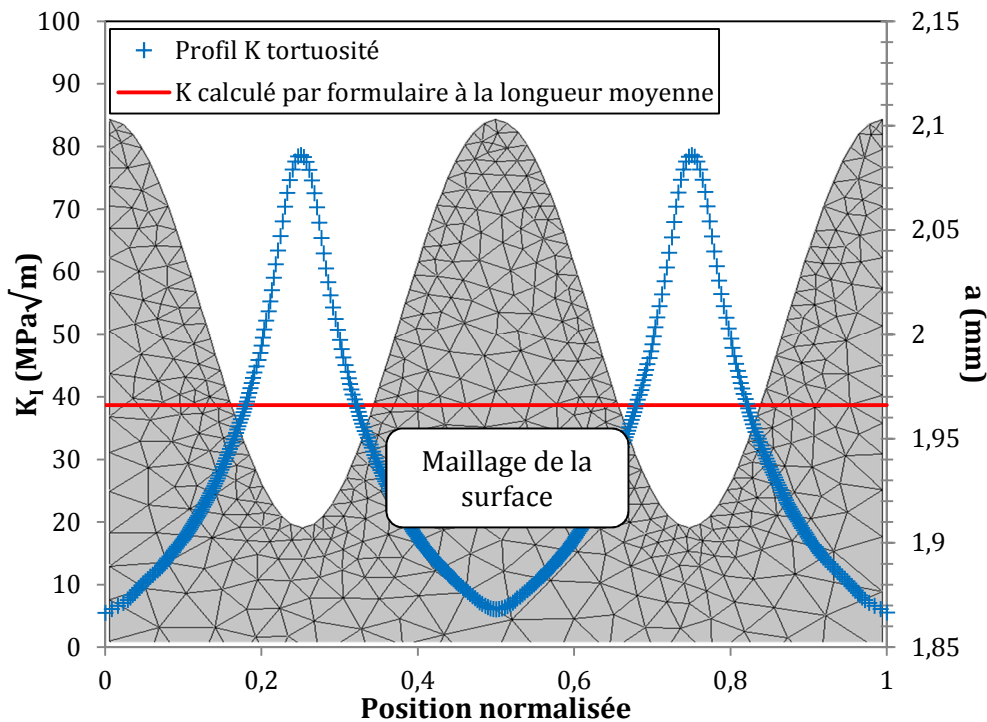


Figure IV-7 : Profil de K le long d'une fissure tortueuse. Longueur moyenne  $a=2\text{mm}$ , amplitude de tortuosité  $\pm 120\mu\text{m}$

Les très fortes valeurs locales de  $K_I$  ici présentées sont obtenues pour une fissure de longueur moyenne  $a=2\text{mm}$  et une amplitude de tortuosité de  $\pm 120\mu\text{m}$ . Les valeurs de  $K_I$  en fond de tortuosité, pour une longueur moyenne donnée, augmentent avec l'amplitude de la tortuosité. Il n'est pas rare d'atteindre numériquement des valeurs supérieures à  $100\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  (ordre de grandeur de la ténacité de l'Inconel 718), selon la longueur moyenne et l'amplitude de la tortuosité considérées.

#### IV.2.2.2 Propagation de fronts de fissure tortueux

Des essais numériques sont réalisés à partir de fissures tortueuses, pour différentes longueurs moyennes et amplitudes de tortuosité. Le calcul de propagation est arrêté après les trois premières étapes de remaillage. Le dépliement de la tortuosité n'est alors que partiel. Ce choix est fait car c'est précisément lors des premiers instants du dépliement que l'augmentation des vitesses globales mesurées par rapport au régime stabilisé est la plus importante (voir Figure IV-5). Les « vitesses globales » de propagation déterminées après dépouillement des essais numériques sur fissures tortueuses sont comparées à celles prédites par la loi de Paris locale (Figure IV-8).

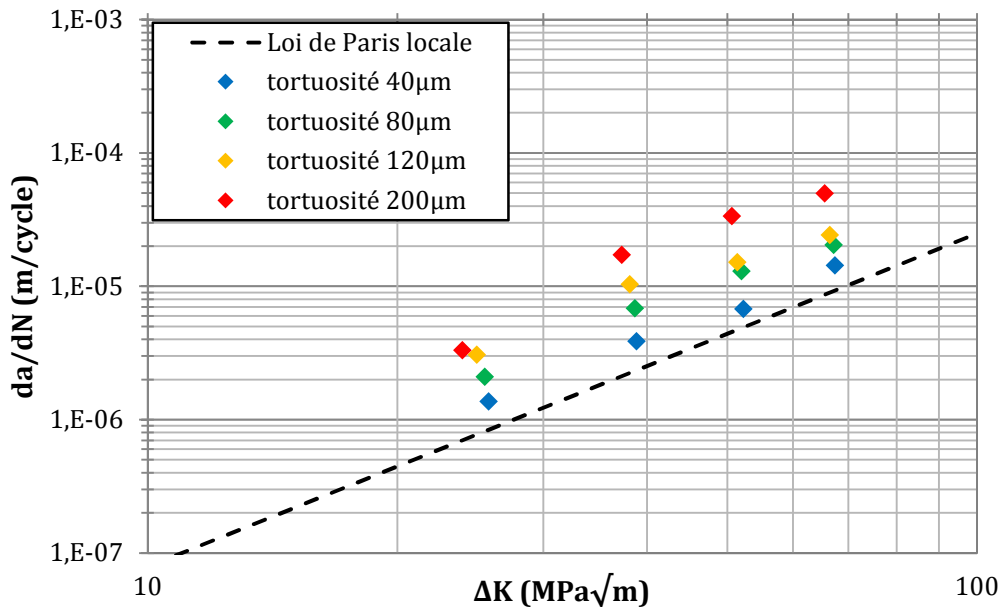


Figure IV-8 : Effet de la tortuosité sur les vitesses de propagation globales, amplification des vitesses par le dépliement de la tortuosité

La propagation d'une fissure tortueuse conduit à des « vitesses globales » (déterminées en supposant le front de fissure rectiligne) bien supérieures aux vitesses prédites par la loi de Paris locale. Ceci est dû au fait que les « vitesses globales » mesurées par la méthode du potentiel sont influencées par les fortes vitesses locales en fond de tortuosité (du fait des fortes valeurs locales de  $K_I$ ). Ces « vitesses globales », alors amplifiées par l'effet géométrique, sont par ailleurs associées à une valeur globale de  $K_I$  déterminée à partir du formulaire de FIC et de la longueur de fissure déterminée par la méthode du potentiel, supposant la fissure rectiligne. Cette valeur globale de  $K_I$  est inférieure aux fortes valeurs locales. Ceci explique donc pourquoi la tortuosité conduit à des vitesses globales supérieures à celles prédites par la loi de Paris.

Cet effet obtenu numériquement est comparé à des données d'essais en Figure IV-9. Le cycle 10-10, pour lequel le front de fissure ne présente ni tortuosité ni courbure, est assimilable à la loi de Paris locale. L'augmentation des vitesses sous chargement 10-300-10 et 10-1200-10 peut alors être assimilée à l'effet d'une tortuosité de 40-80 $\mu m$  et 200 $\mu m$ , respectivement. L'analyse des faciès de rupture montre par ailleurs que l'amplitude de la tortuosité augmente avec le temps de maintien et la température (voir Figure IV-10). Cette donnée expérimentale conforte l'analyse numérique et le fait que l'augmentation des vitesses liée au temps de maintien soit justifiable par la présence d'une tortuosité d'amplitude croissante avec la durée du temps de maintien.

L'approche « statique » menée au paragraphe IV.1 met en évidence le biais introduit par les morphologies des fronts de fissure sur l'exploitation de la méthode du potentiel. L'analyse « dynamique » montre que l'évolution de la morphologie conduit, dans les cas testés, à une augmentation des vitesses de propagation. Plus que de recalculer la méthode du potentiel, la méthode employée a pour but, en ayant conscience des différents biais sur la mesure, de permettre une analyse critique des vitesses de propagation mesurées.



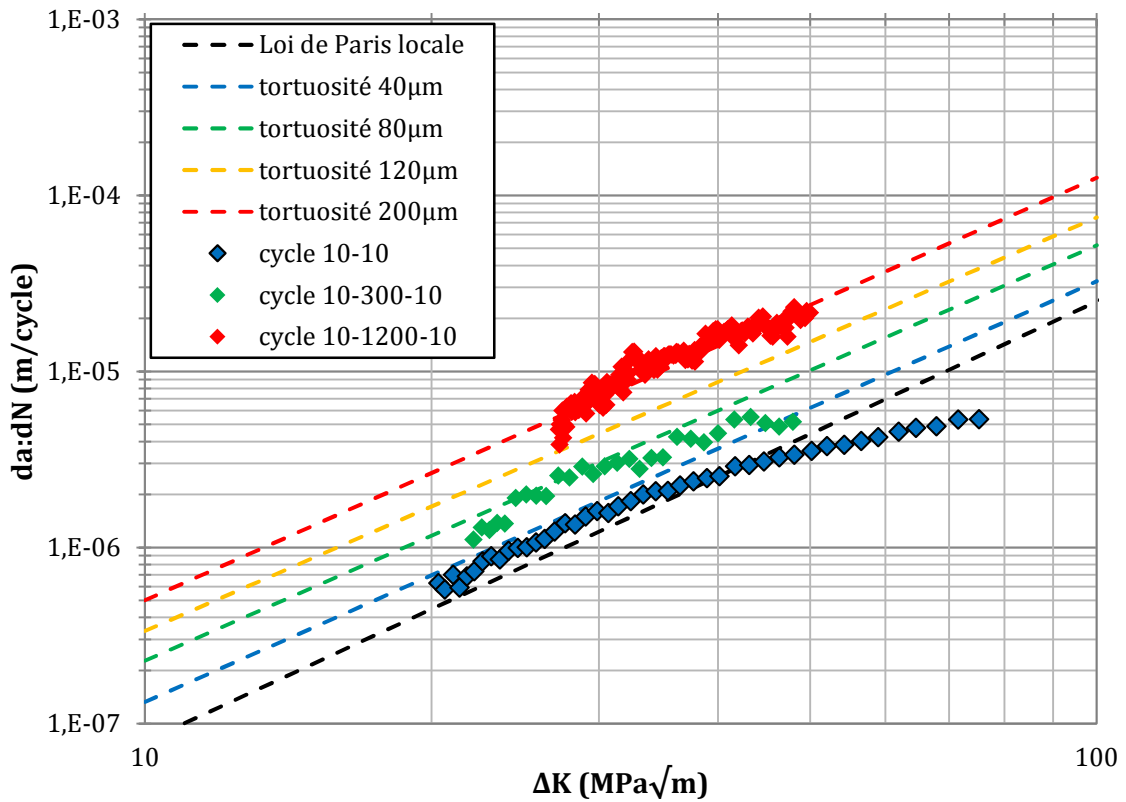


Figure IV-9 : Comparaison de l'effet géométrique numérique lié à la tortuosité avec des essais réalisés à 550°C

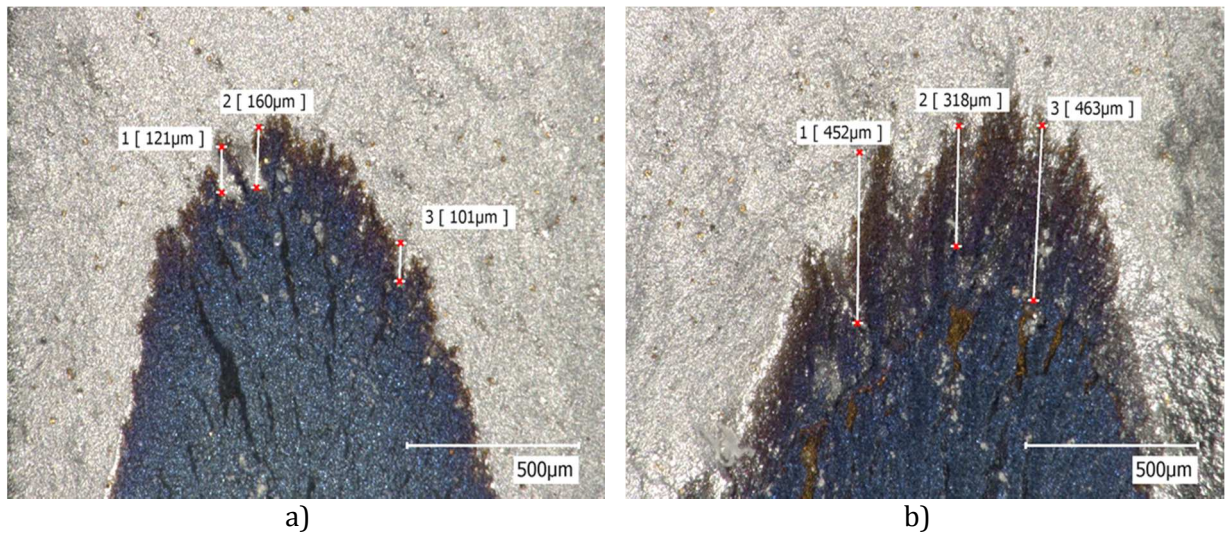


Figure IV-10 : Mesure de l'amplitude de tortuosité observée sur des essais à 550°C, R=0.05  
a) cycle 10-300-10, b) cycle 10-3600-10

### **IV.3 Scénario d'évolution du front de fissure en fatigue-fluage**

Les effets géométriques démontrés numériquement aux paragraphes IV.1 et IV.2 sont maintenant reliés aux observations des faciès de rupture. Un scénario d'évolution de la forme de front de fissure est proposé en fatigue-fluage. Celui-ci sera éprouvé numériquement par la procédure d'essais numériques.

#### **IV.3.1 Retour sur les faciès de rupture observés et proposition du scénario**

Pour rappel, les faits marquants issus de l'observation des faciès de rupture en fatigue et fatigue-fluage sont les suivants :

- En fatigue pure, les fronts sont très réguliers, sans courbure ni tortuosité prononcées
- En fatigue-fluage, une forte courbure et une tortuosité du front apparaissent
- La transition entre fatigue-fluage et fatigue pure déplie la courbure et la tortuosité du front.

Ces observations montrent une compétition entre la construction et la destruction de la courbure et de la tortuosité, selon le type de cycle de chargement considéré. Cette compétition est transcrite à l'échelle d'un cycle de fatigue-fluage et conduit à la proposition suivante :

- La courbure et la tortuosité se forment lors du temps de maintien d'un cycle de fatigue-fluage (contribution de fluage)
- La décharge-recharge du cycle de fatigue-fluage agit comme un cycle de fatigue pure et déplie donc, partiellement, la courbure et la tortuosité (contribution de fatigue)

Ce scénario d'évolution du front est en réalité une transcription d'un essai avec transition fatigue-fluage/fatigue à l'échelle d'un unique cycle de fatigue-fluage. Ceci suppose que le dépliement alors observé lors d'une transition sur des centaines de cycles a également lieu lors d'un unique cycle de fatigue pure que serait la décharge-recharge du cycle de fatigue-fluage. La seconde hypothèse, forte à ce stade, est que le fluage seul est responsable de la courbure et de la tortuosité.

#### **IV.3.2 Simulation et validation du mécanisme proposé**

Le scénario proposé est simulé pour différentes longueurs de fissure. Il sera simulé individuellement pour la courbure et la tortuosité. Les essais numériques déjà présentés montrent un dépliement de la courbure et de la tortuosité initiale sous chargement de fatigue. En revanche, la création de ces irrégularités lors d'une simulation n'est pour l'instant pas possible. La simulation du mécanisme se fera donc en comparant différentes morphologies du front de fissure, à travers la méthode du potentiel, dont certaines seront générées manuellement. La démarche, illustrée en Figure IV-11, est la suivante.

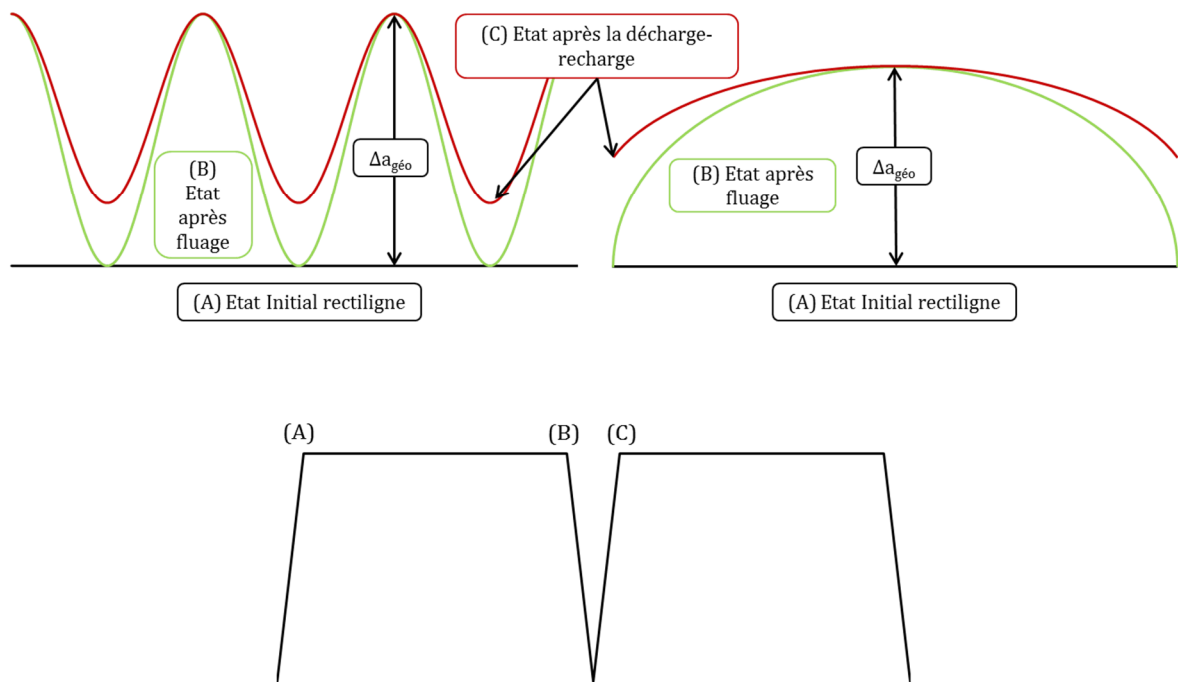


Figure IV-11 : Schéma de principe pour la simulation du scénario d'évolution du front de fissure en fatigue-fluage

Le début du temps de maintien d'un cycle de fatigue-fluage est considéré comme l'état initial (point A, voir notations en Figure IV-11). La fissure est alors rectiligne. Suite à l'application du temps de maintien (sa durée n'est pas considérée ici), la fissure est courbe et tortueuse (Point B; numériquement, les deux cas sont dissociés). Ces morphologies ne pouvant être induites par un essai numérique, elles sont générées manuellement. Pour ces fronts, les points ayant « le moins propagé » par rapport à l'état initial sont superposés au front initial. L'idée est alors de considérer qu'en ces points, un mécanisme, quel qu'il soit, empêche toute propagation. La méthode du potentiel est simulée pour les deux fronts afin de déterminer la longueur lue pour ces deux états et donc, l'avancée de fissure sur cette étape de fluage  $\Delta a_{\text{fluage}}$ . À partir des longueurs déterminées, la valeur de  $\Delta K$  est calculée en utilisant les formulaires usuels. Afin de déterminer la vitesse de propagation sur le temps de maintien, il reste à définir le nombre de cycles  $\Delta N$  durant lequel s'est faite cette avancée  $\Delta a_{\text{fluage}}$ . Pour cela, l'hypothèse est faite que l'avancée de la fissure au sommet de la tortuosité et de la courbure est pilotée par une loi de Paris (identique à celle utilisée pour toutes les simulations présentées jusqu' alors) intrinsèque au matériau, sans aucun mécanisme de retard à la propagation. Le nombre de cycles  $\Delta N$  est alors déterminé en inversant la loi de Paris, connaissant la valeur de  $\Delta K$  et l'amplitude réelle de la tortuosité (ou courbure)  $\Delta a_{\text{géo}}$ . La vitesse de propagation (cyclique et non temporelle) durant le temps de maintien est donc calculée. Ainsi est simulée la contribution de fluage.

La contribution de fatigue est simulée par un essai numérique à partir du front courbe (ou tortueux). Comme au paragraphe IV.2.2.2, l'essai numérique est arrêté afin d'obtenir un déplieement partiel (point C). La loi locale est la même que celle utilisée pour le calcul de la contribution de fluage (voir ci-dessus). La méthode du potentiel est

simulée pour déterminer  $\Delta a_{\text{fatigue}}$  entre l'état courbe (ou tortueux) et l'état partiellement déplié suite à l'essai numérique. La vitesse correspondante est calculée à partir de  $\Delta a_{\text{fatigue}}$  et la valeur de  $\Delta N$  issue de l'essai numérique. C'est ainsi qu'est déterminée la vitesse de propagation liée à la contribution de fatigue.

Comme pour les essais, la vitesse de propagation sur le cycle de fatigue-fluage complet est la somme des contributions de fatigue et de fluage. Ce scénario est simulé pour différentes longueurs de fissure à l'état initial. Les résultats obtenus pour un scénario avec tortuosité sont présentés en Figure IV-12. Le cas de la courbure est présenté en Figure IV-13.

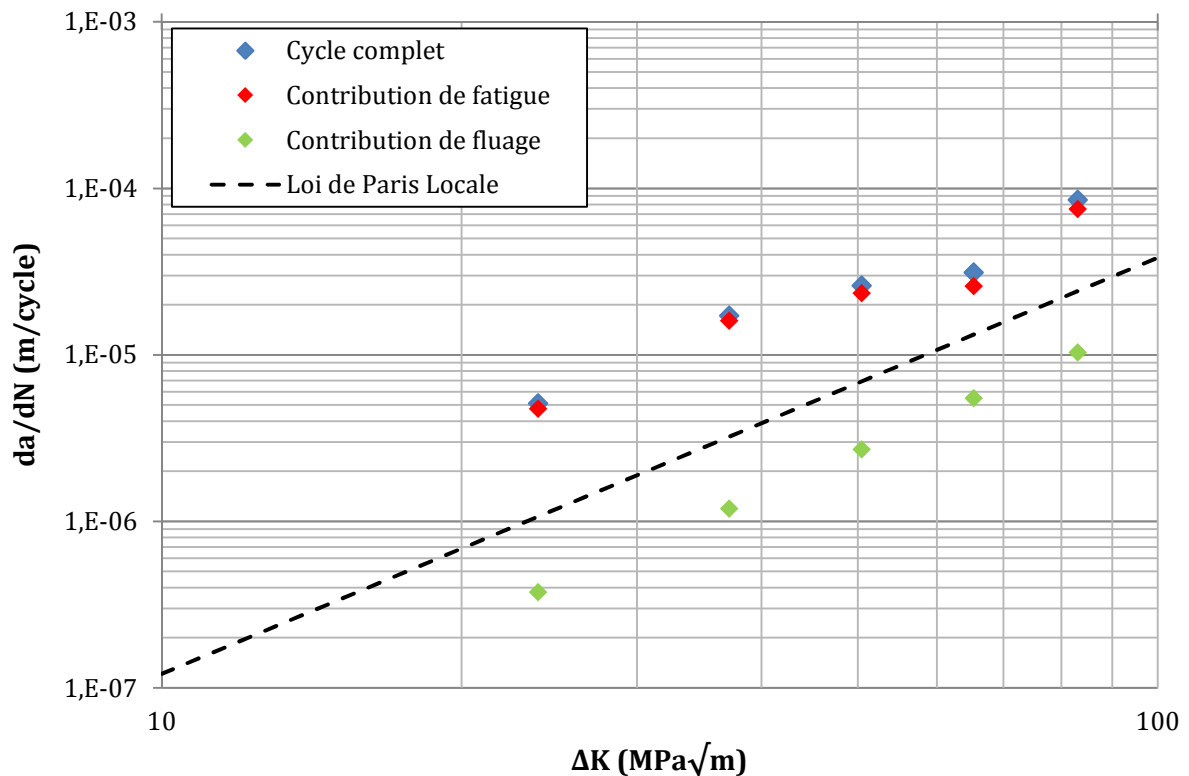


Figure IV-12 : Décomposition de la contribution fatigue-fluage avec le scénario proposé d'évolution du front de fissure. Cas de la tortuosité,  $\Delta a_{\text{géo}}=120\mu\text{m}$

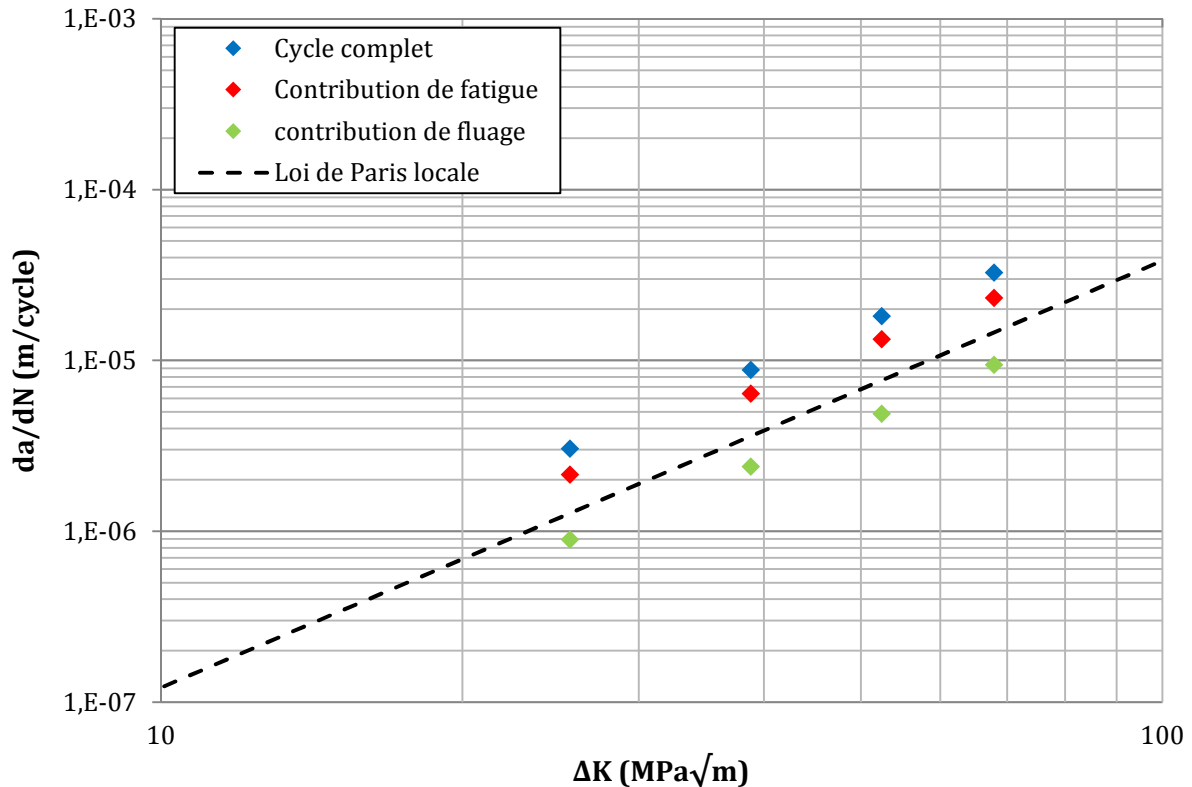


Figure IV-13 : Décomposition de la contribution fatigue-fluage avec le scénario proposé d'évolution du front de fissure. Cas de la courbure,  $\Delta a_{géo}=600\mu\text{m}$  (soit  $pt=0.15$ )

Le résultat majeur de ces essais numériques est qu'en considérant simplement le scénario géométrique proposé, la répartition des contributions de fatigue et de fluage est tout à fait comparable à celle obtenue expérimentalement. L'essentiel de la propagation sur un cycle de fatigue-fluage a lieu lors de la décharge-recharge et ce, par un effet de dépliage de la courbure et/ou de la tortuosité, expérimentalement et numériquement. Ceci est vrai pour les temps de maintien testés, jusqu'à 3600s.

Ceci permet de valider le scénario d'évolution du front de fissure proposé, à savoir une construction de la courbure et de la tortuosité durant le temps de maintien (contribution de fluage) puis, un dépliage partiel de ces irrégularités lors de la décharge-recharge du cycle (contribution de fatigue). L'interaction fatigue-fluage mise en évidence par la décomposition des vitesses et responsable des fortes vitesses de propagation en fatigue-fluage est portée par cette compétition géométrique. Encore une fois, cela montre à quel point la prise en compte de la géométrie du front de fissure est importante dans l'analyse des vitesses (globales) mesurées expérimentalement, leur détermination se faisant sans prendre en compte ces aspects morphologiques.

Les essais numériques pourraient être utilisés dans un objectif de calibration de la méthode du potentiel électrique et du formulaire de calcul de  $\Delta K$ , de façon adaptée aux morphologies observées. Ils n'ont pas été utilisés de cette façon ici, notamment pour des raisons de comparabilité des résultats d'essais (voir IV.1.3). Au contraire, ils sont utilisés afin de réaliser des simulations durant lesquelles l'évolution du front de fissure est comparable aux observations expérimentales et qui sont ensuite analysées avec les

mêmes méthodes et hypothèses, fausses, que les essais. La force de cette stratégie est de permettre une compréhension fine des données issues de la méthode du potentiel en prenant en compte l'évolution en tout instant du front de fissure. Ceci n'est pas possible à partir d'essais car le front de fissure n'est visualisable que de façon ponctuelle au moyen de marquages. Les essais numériques, en revanche, donnent accès à cette information en tout instant de la simulation.

### IV.3.3 Limites du scénario d'évolution du front de fissure

Les effets géométriques constituent un paramètre du premier ordre influençant grandement le comportement en propagation de fissure. L'analyse faite ici montre que l'évolution de la morphologie d'un front de fissure complexe entraîne des fortes vitesses de propagation. Cette analyse purement géométrique permet d'expliquer les différences de comportement observées expérimentalement entre certaines conditions d'essais. Elle est bien évidemment valable à 550°C et 650°C, tortuosité et courbure étant observées aux deux températures.

Les effets géométriques permettent d'expliquer la différence de vitesse entre un cycle 10-10 et un cycle 10-TM-10 (Figure IV-9), soit entre une fissure régulière et une fissure courbée et tortueuse, respectivement. En effet, l'écart des vitesses entre ces différents cycles est justifiable simplement par la présence ou non d'une tortuosité et/ou d'une courbure. En revanche, la géométrie ne permet pas, par exemple, de justifier l'écart des vitesses entre des cycles de fatigue à 2Hz et des cycles 10-10, ces deux conditions menant à des fronts de fissure comparables, sans tortuosité ni courbure marquées.

De plus, les cycles 10-10 et de fatigue-fluage conduisent à de la rupture intergranulaire tandis qu'en fatigue à 2Hz la rupture est transgranulaire. Il est donc possible de borner le domaine de validité de l'analyse géométrique proposée au cas de la rupture intergranulaire. Dans ce régime, l'analyse des vitesses de propagation peut se faire dans le cadre de la MLR, mais en considérant la géométrie « réelle » du front de fissure. À l'inverse, dans le régime transgranulaire, le cadre de la MLR seul permet de prédire correctement les vitesses de propagation et les morphologies. Le lien entre vitesse de propagation et morphologie du front de fissure est synthétisé en Figure IV-14, ainsi que le domaine de validité de l'analyse géométrique.

La revue bibliographique montre que pour certaines conditions de sollicitation, un cycle de fatigue-fluage ne conduit pas nécessairement à une augmentation des vitesses de propagation comparativement à la fatigue pure : effet de surcharge, propagation en zone à concentration de contraintes, effet de fibrage etc. L'analyse géométrique pourrait être transposée à de telles conditions. Si la disparition de l'effet du temps de maintien se fait conjointement à une diminution de la complexité morphologique du front de fissure, alors l'analyse géométrique serait d'autant plus probante. Ceci demande à être vérifié au moyen d'essais complexes et sera abordé par la suite.

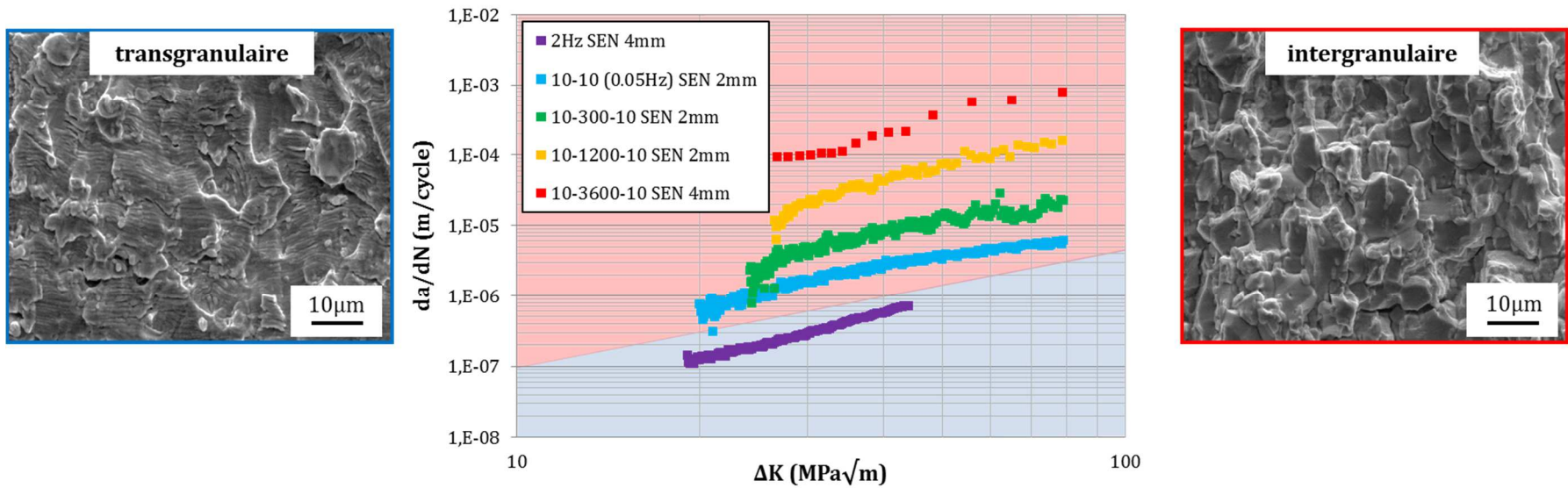
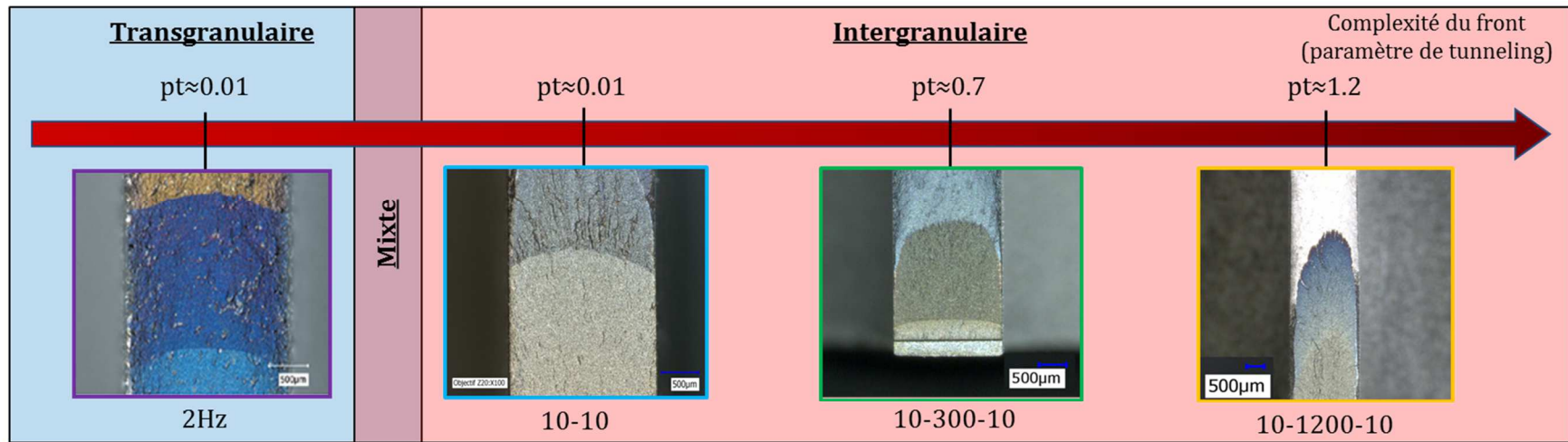


Figure IV-14 : Synthèse des effets géométriques et lien avec les vitesses de propagation. Délimitation du domaine de validité de l'analyse géométrique. Vitesses de propagation, faciès de rupture et mode de rupture issus d'essais réalisés à 550°C

## IV.4 Conclusions du chapitre

Les fronts de fissure observés en fatigue-fluage ont plusieurs spécificités géométriques. Les effets de la courbure et de la tortuosité ont été abordés numériquement, à travers la procédure d'essais numériques de propagation, afin d'évaluer leur impact sur les mesures de vitesses de propagation réalisées.

Une première approche « statique » montre que les morphologies observées induisent un biais important concernant l'exploitation de la méthode du potentiel électrique. Cette approche pourrait être utilisée pour calibrer la méthode du potentiel individuellement pour chaque essai.

Une approche plus « dynamique » a consisté à réaliser des essais numériques avec des formes de fronts représentatives de celles observées expérimentalement. Ils montrent que, dans le cadre simple de la MLR, la prise en compte de la géométrie du front permet de reproduire des effets (transitoires des vitesses notamment) sortant, a priori, de ce cadre. De plus, la méthode numérique mise en place a montré que l'effet du temps de maintien peut être expliqué simplement par des considérations géométriques. Courbures et tortuosité du front de fissure sont donc deux éléments majeurs trop souvent ignorés et pourtant capitaux pour la compréhension des mécanismes de propagation.

Les vitesses de propagation en fatigue-fluage étant donc la conséquence directe de la courbure et de la tortuosité, la question qui en découle est : « quelle est l'origine de telles morphologies et pourquoi apparaissent-elles en fatigue-fluage et non en fatigue pure ? ». En effet, ces effets géométriques sont, à ce stade, un simple constat. Ceci sera discuté par la suite.

L'analyse géométrique expliquant, tout du moins en partie, l'effet du temps de maintien et l'interaction fatigue-fluage, est à vérifier autant que faire se peut. Il s'agira donc de vérifier par la suite si l'annulation de l'effet du temps de maintien se traduit systématiquement par une simplification de la morphologie du front de fissure. Cette vérification sera entreprise tout au long de ce manuscrit.

Ceci clôt donc l'analyse des essais de fissuration à une échelle macroscopique que sont les vitesses de propagation et la morphologie des fronts de fissure, paramètre du premier ordre à considérer dans l'analyse des vitesses globales issues d'une représentation bidimensionnelle de l'éprouvette fissurée. Des études montrent par ailleurs [29] [57] que la propagation, en particulier en fatigue-fluage, est fortement influencée par l'environnement. Ces effets de l'environnement sont une nouvelle échelle d'analyse, plus microscopique, qui va maintenant être traitée.





# Chapitre V Effets de l'environnement

Sous vide, il est bien connu que les vitesses de propagation sont bien inférieures à celles mesurées sous air, en fatigue pure et en fatigue-fluage. Des études montrent par ailleurs que l'environnement a une influence sur le mode de rupture ainsi que le mécanisme d'oxydation [46] [56] [57]. L'environnement a donc clairement un fort impact sur le comportement en propagation qui sera ici caractérisé d'une part, à une échelle relativement macroscopique (vitesses de propagation, morphologie du front de fissure et mode de rupture), comme l'ont été les essais sous air, et d'autre part, à une échelle plus microscopique par la caractérisation du mécanisme d'oxydation.

## V.1 Impact sur le comportement en fissuration

Pour cette étude, des essais de fissuration sous vide ont été réalisés au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris. Ces essais sont réalisés avec des éprouvettes SEN d'épaisseur 4mm. La procédure employée pour conduire ces essais présente quelques différences, précisées ci-après, avec celle utilisée lors des essais sous air présentés jusqu'ici.

L'entaille initiale présente sur l'éprouvette a une profondeur de 1mm au lieu de 0.3mm pour les éprouvettes testées sous air. Le cycle d'intérêt est appliqué à partir de l'entaille sans pré-fissuration préalable, dès le début de l'essai, en imposant un niveau de chargement  $\Delta K$  au-delà du seuil de non propagation, permettant donc un amorçage relativement rapide. Ainsi, un essai en fatigue pure commence pour  $\Delta K=15\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  et un essai en fatigue-fluage pour  $\Delta K=20\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

Les essais ont été réalisés sous chargement de fatigue pure à 0.5Hz et en fatigue-fluage pour un cycle 10-300-10, à 650°C ou 450°C et pour un rapport de charge  $R=0,1$ . La pression totale dans l'enceinte était de  $5.10^{-7}\text{mbar}$ , correspondant à un vide secondaire. Cette pression est inférieure à la pression de transition identifiée par Andrieu et *al.* [57]. La rupture transgranulaire serait donc favorisée ainsi que la formation d'oxyde protecteur  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ . Les résultats de ces essais sous vide ont été exploités en termes de vitesse de propagation, de faciès et de mode de rupture.

### V.1.1 Echelle macroscopique : vitesses de propagation

Comme précédemment, la première échelle considérée est celle des vitesses de propagation. Les résultats des essais de fatigue à 0.5Hz, à 650°C et 450°C sont présentés sur la Figure V-1. Les vitesses obtenues dans les mêmes conditions de chargement mais sous air sont également reportées.

Pour les deux températures testées, un fort abattement des vitesses de propagation est observé sous vide. Sous vide, à 650°C, les vitesses sont cinq fois plus faibles que sous air. À titre indicatif, les vitesses mesurées sont alors comparables à celles obtenues sous air à 450°C. À 450°C, un abattement d'un facteur quatre entre les vitesses sous air et sous vide est également mis en évidence. L'effet de l'environnement sur les vitesses de propagation mesurées en fatigue semble donc identique aux deux températures testées.

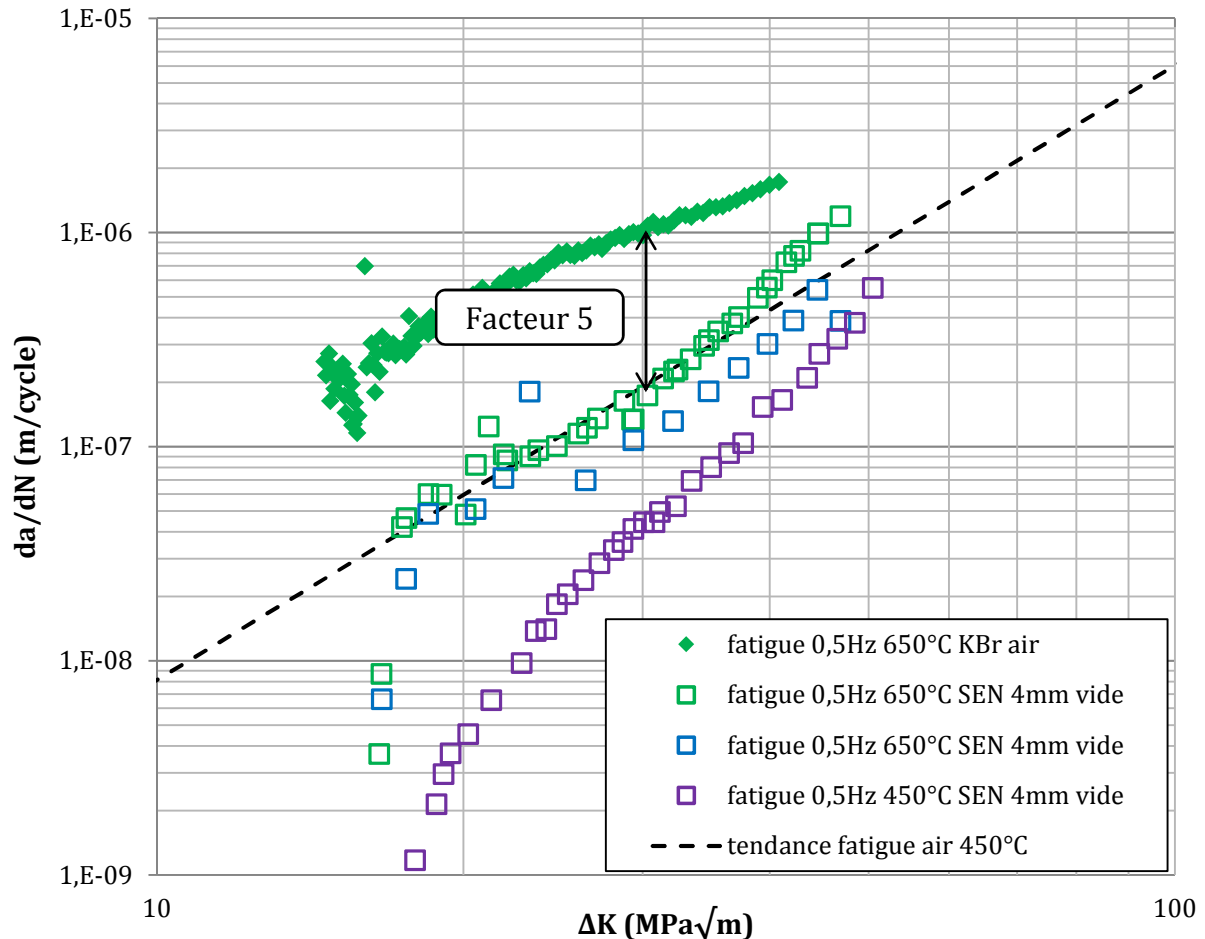


Figure V-1 : Effet de l'environnement à 650°C et 450°C en fatigue pure

En fatigue-fluage, pour des cycles 10-300-10 à 650°C, la réduction des vitesses de propagation sous vide est bien plus significative. Plus de deux ordres de grandeur séparent les vitesses mesurées sous vide et sous air (Figure V-2). Cet abattement des vitesses en fatigue-fluage sous vide est du même ordre que celui rapporté par Pédrón sur des microstructures différentes de l'Inconel 718DA [29].

De plus, il est intéressant de noter que les vitesses de propagation à 650°C sous vide pour le cycle 10-300-10 et le cycle de fatigue à 0.5Hz sont très proches. Les vitesses sous chargement 10-300-10 ne sont que très légèrement supérieures à celles mesurées en fatigue à 0.05Hz. À l'inverse, dans ses travaux, Pédrón montre que même sous vide, les vitesses en fatigue-fluage (cycle 10-300-10) sont supérieures à celles mesurées sous un chargement de fatigue à 0.05Hz (cycle 10-10) [29]. Les données issues de la présente

étude, complétées par celles de Ghonem et *al.*[47] (Figure V-2), tendent à montrer, en première approximation, une absence d'effet de la forme et de la fréquence du cycle sur Inconel 718 DA.

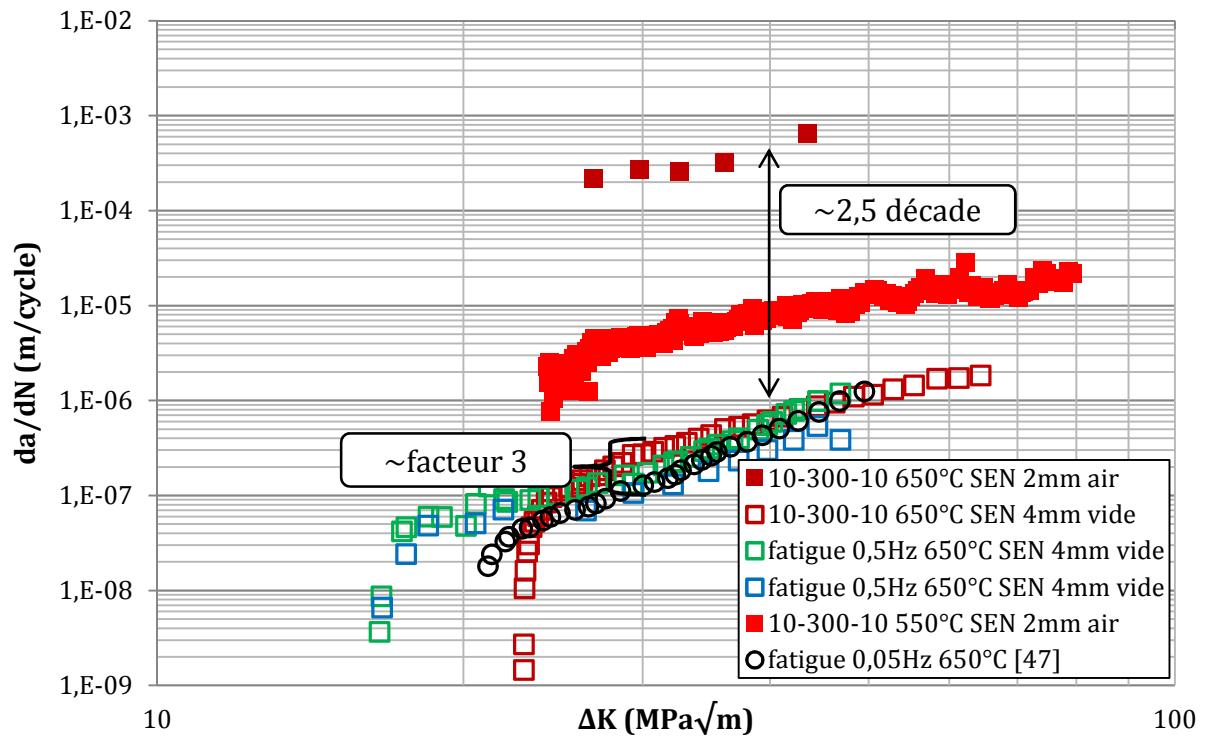


Figure V-2 : Effet de l'environnement à 650°C en fatigue-fluage

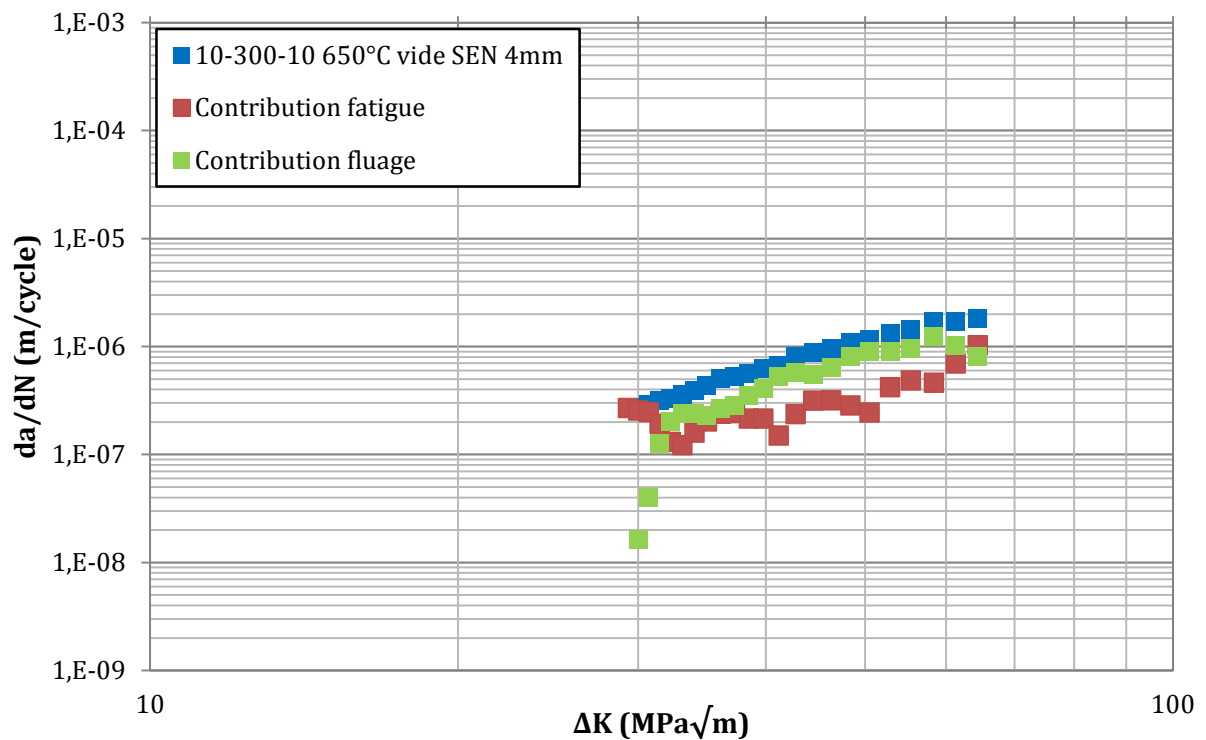


Figure V-3 : Décomposition de l'avancée de fissure en fatigue-fluage 10-300-10 à 650°C sous vide

La décomposition des contributions de fatigue et de fluage pour le cycle 10-300-10 est présentée en Figure V-3. Elle est réalisée selon le même principe que pour les essais menés sous air. La décomposition n'est possible qu'à partir de  $\Delta K=30\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . En effet, à plus faible  $\Delta K$ , la faible avancée de fissure et donc le mauvais rapport signal sur bruit de la mesure de potentiel rendent la décomposition difficilement exploitable.

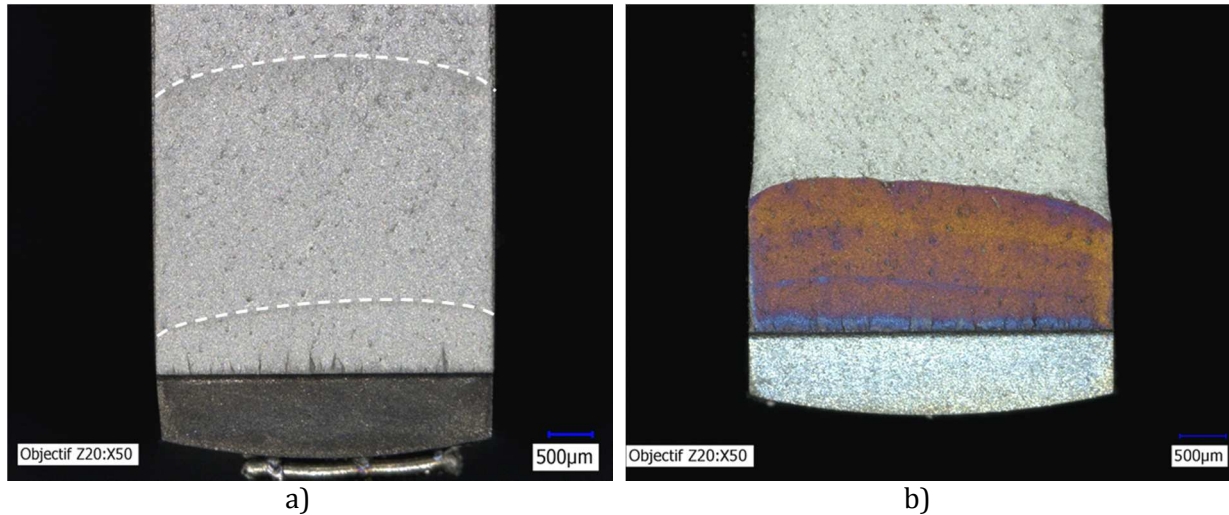
Contrairement aux essais sous air (voir paragraphe III.2.3), la différence entre la contribution de fatigue et de fluage est faible. De plus, le fluage est cette fois la contribution majoritaire. Les vitesses ( $da/dt$ ) extraites lors du maintien du cycle de fatigue-fluage sous vide sont inférieures de deux ordres de grandeur à celles extraites sous air dans les mêmes conditions. Ceci peut s'expliquer par les faibles vitesses de propagation. Avant qu'une avancée significative n'ait lieu, un grand nombre de cycles doit être appliqué. Ceci rend donc plus importante la durée relative passée sous charge maximale. À l'inverse des essais sous air, la contribution de fatigue ne semble pas amplifiée par l'application du temps de maintien, indiquant donc une absence d'interaction fatigue-fluage sous vide.

Les essais sous vide vont maintenant être analysés à l'échelle des fronts de fissure et du mode de rupture. Cela permettra de conclure quant à l'absence, à ce stade apparente, d'effet du cycle de chargement sous vide sur les vitesses de propagation.

### V.1.2 Echelle mésoscopique : faciès de rupture

Les faciès de rupture des essais réalisés sous vide en fatigue à 0.5Hz sont présentés en Figure V-4. Sous vide, l'absence d'oxydation du faciès ne permet pas de visualiser facilement le front de fissure (celui-ci est alors indiqué par des repères visuels en Figure V-4a). Afin d'accéder à la morphologie du front de fissure, un marquage thermique sous air est réalisé une fois la propagation sous vide achevée, avant de rompre l'éprouvette à température ambiante (voir Figure V-4b).

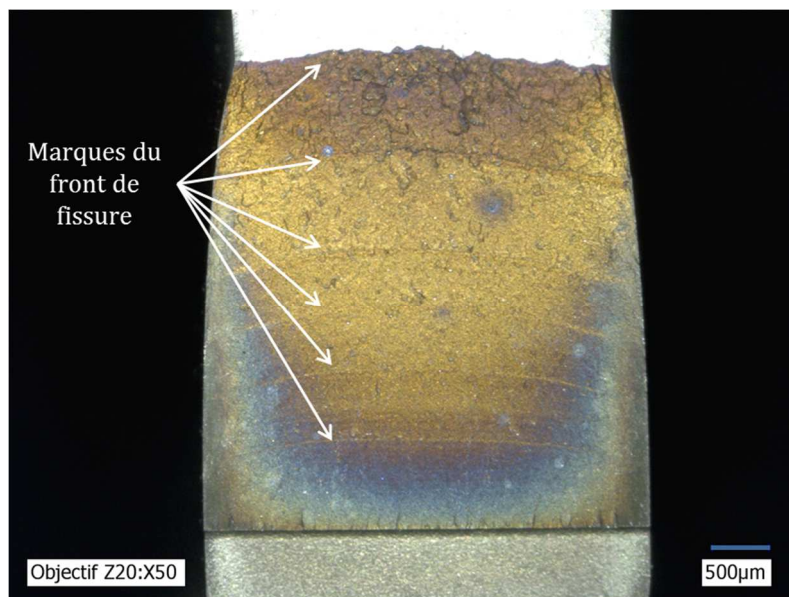
En fatigue à 0.5Hz, les faciès de rupture des essais sous vides présentent, quelle que soit la température, un front de fissure traversant de faible courbure (Figure V-4). Le paramètre de tunneling mesuré vaut alors  $p_t \approx 0,08$ . Le front de fissure est également très régulier, sans aucune tortuosité. Ces morphologies sont identiques à celles observées sous air dans des conditions similaires. La morphologie du front de fissure n'est donc pas influencée par l'environnement sous chargement de fatigue pure. L'abattement des vitesses observé sous vide en fatigue pure n'est donc pas lié à un effet de la morphologie du front de fissure. La morphologie ne justifie pas non plus l'écart des vitesses obtenues en fatigue pure sous air.



**Figure V-4 : Faciès de rupture obtenus en fatigue 0.5Hz  
a) essai à 650°C, b) essai à 450°C avec marquage thermique post-mortem**

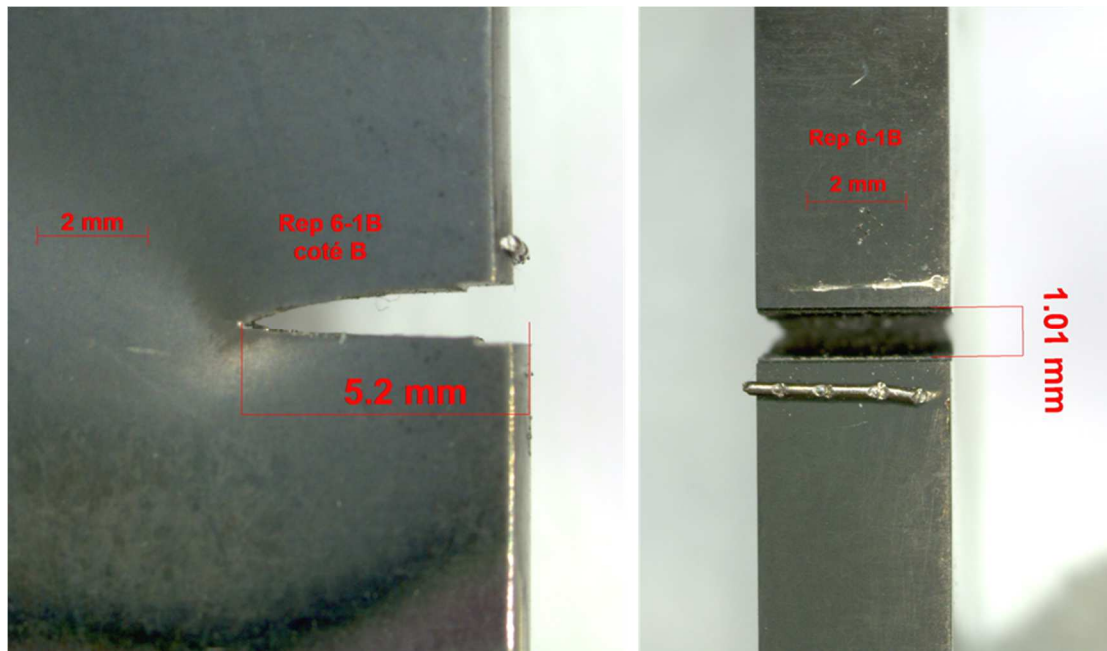
La morphologie du front de fissure obtenu sous chargement 10-300-10 à 650°C sous vide est présentée en Figure V-5. Sur ce faciès, la position finale du front de fissure est visible ainsi que diverses marques liées à des relances successives en cours d'essai. Plusieurs éléments marquants sont visibles sur ce faciès.

Le point le plus important est l'absence de la forte courbure et de tortuosité, symptomatiques des faciès de rupture en fatigue-fluage sous air. Cette morphologie est alors tout à fait comparable à celle observée en fatigue sous vide (voir Figure V-4) et sous air. Selon la position du front de fissure, le paramètre de tunneling varie entre 0.05 et 0.08.



**Figure V-5 : Faciès de rupture et morphologie du front de fissure en fatigue-fluage 10-300-10 à 650°C sous vide**

Seule la marque finale du front de fissure présente une légère tortuosité. Elle est cependant de bien moindre ampleur que celle observée dans les mêmes conditions sous air. De plus, sur cette dernière marque, une forte plastification est observable. L'observation de la tranche de l'éprouvette révèle un fort émoussement de la pointe de fissure en fin d'essai (voir Figure V-6). Ceci peut s'expliquer par les faibles vitesses de propagation sous vide. En effet, un grand nombre de cycles doit être appliqué avant qu'une avancée significative de la fissure n'ait lieu. Une plasticité importante se développe donc cycliquement en pointe de fissure.



---

Figure V-6 : Emoussement de la pointe de fissure en fatigue-fluage 10-300-10 sous vide à 650°C

---

Cette forte plasticité peut soulever la question de la validité de l'analyse d'un tel essai dans le cadre de la MLR. Ce cadre, a priori valide pour toutes les autres conditions jusqu'alors présentées, sera conservé, la forte plasticité n'apparaissant qu'en fin de propagation. Elle se manifeste d'ailleurs par l'apparition d'une rugosité plus marquée du faciès de rupture (voir Figure V-5). De plus, l'analyse détaillée du mode de rupture en présence (voir paragraphe suivant V.1.3) ne révélera pas de signe de propagation instable tels que des cupules ductiles.

Sous vide, la disparition de l'effet du temps de maintien sur les vitesses de propagation (voir Figure V-2) s'accompagne donc d'une morphologie simplifiée du front de fissure, comparable à celle observée en fatigue pure (sous air et sous vide). Ceci confirme encore l'impact de la morphologie du front de fissure sur les vitesses de propagation à travers le scénario proposé. En effet, encore une fois, la simplification de la morphologie induit des vitesses de propagation plus faibles qu'en présence d'une morphologie complexe.

La similarité géométrique des fronts de propagation entre fatigue et fatigue-fluage sous vide est cohérente avec le faible écart des vitesses de propagation entre ces deux conditions (voir Figure V-2). Ceci semble donc confirmer, à l'échelle des vitesses de

propagation et de la morphologie du front de fissure, l'absence d'effet du cycle de chargement sur le comportement en fissuration sous vide. Une analyse du mode de rupture est alors nécessaire pour le confirmer à une échelle microscopique.

Enfin, l'interaction entre les contributions de fatigue et de fluage observée sous air semble absente sous vide. Sous air, l'interaction entre fatigue et fluage est justifiable par les effets géométriques, responsables, par effet de dépliement de la fissure, des fortes vitesses de propagation lors de la remise en charge suivant un temps de maintien à effort maximal. Sous vide, le temps de maintien n'amplifie pas la contribution de fatigue. L'interaction entre fatigue et fluage est donc absente. Ceci est cohérent avec les observations du faciès de rupture qui montrent que sous vide, les morphologies des fronts de fissure sont comparables en fatigue et fatigue-fluage, *i.e.* faiblement courbés et non tortueux.

Cela apporte également une confirmation à l'hypothèse stipulant que l'annulation de l'effet du temps de maintien, ici par les conditions sous vide, conduit à une disparition des effets géométriques. En outre, les effets géométriques étant absents sous vide, et sous air selon le cycle de chargement imposé, cela démontre indirectement qu'ils sont le résultat d'un couplage fort entre l'action de l'environnement et les champs mécaniques locaux en pointe de fissure. L'origine de ces morphologies sera discutée de façon plus approfondie par la suite.

### V.1.3 Echelle microscopique : mode de rupture

En fatigue à 0.5Hz sous vide la rupture est transgranulaire sur l'intégralité du faciès, à 450°C et 650°C (voir Figure V-7a). Pour les plus fortes valeurs de  $\Delta K$ , le faciès de rupture présente un caractère ductile se manifestant par la présence d'îlots de cupules (Figure V-7b). À l'inverse, à 650°C sous air la rupture est très majoritairement intergranulaire. Quelques rares îlots de rupture transgranulaire sont visibles au centre du faciès pour les plus fortes valeurs de  $\Delta K$ . En outre, en surface de l'éprouvette la rupture est transgranulaire.

Si sous vide, pour une fréquence de 0.5Hz, à 450°C et 650°C la rupture est transgranulaire, une distinction entre les deux températures peut néanmoins être établie. À 450°C, le faciès de rupture présente un très faible relief. À 650°C, ce relief est plus marqué avec quelques signes de décohésion intergranulaire (Figure V-8). Ceci indique un affaiblissement des joints de grains par effet de la température, hors effet de l'environnement. Cette décohésion intergranulaire plus marquée à 650°C qu'à 450°C peut s'expliquer par une déformation plastique plus hétérogène à haute température, celle-ci se localisant dans quelques bandes de glissement et conduisant à des concentrations des contraintes locales lors de leur intersection avec les joints de grains [32].



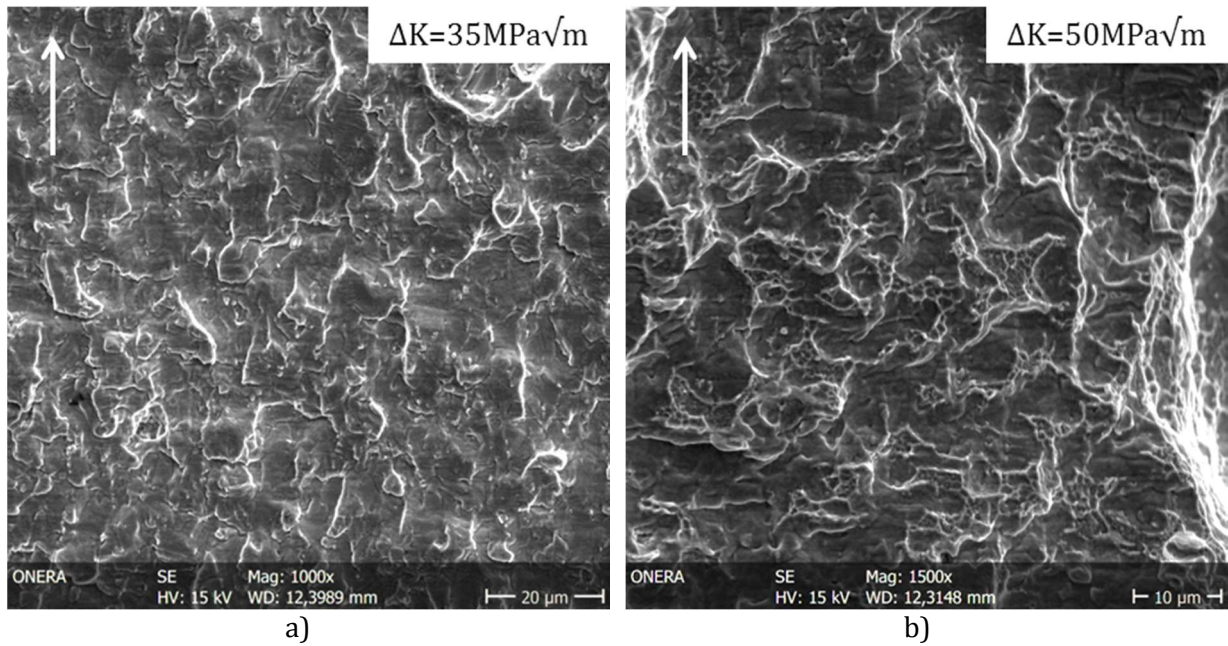


Figure V-7 : Mode de rupture en fatigue à 0.5Hz, à 650°C, sous vide pour deux valeurs de  $\Delta K$  différentes

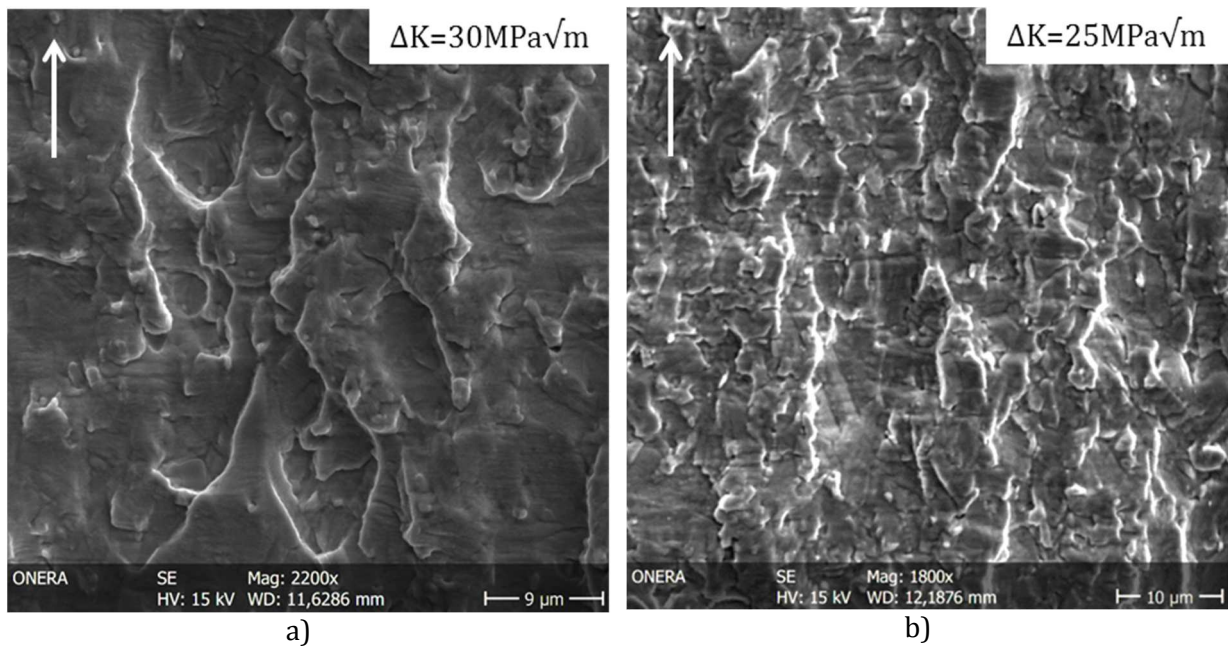
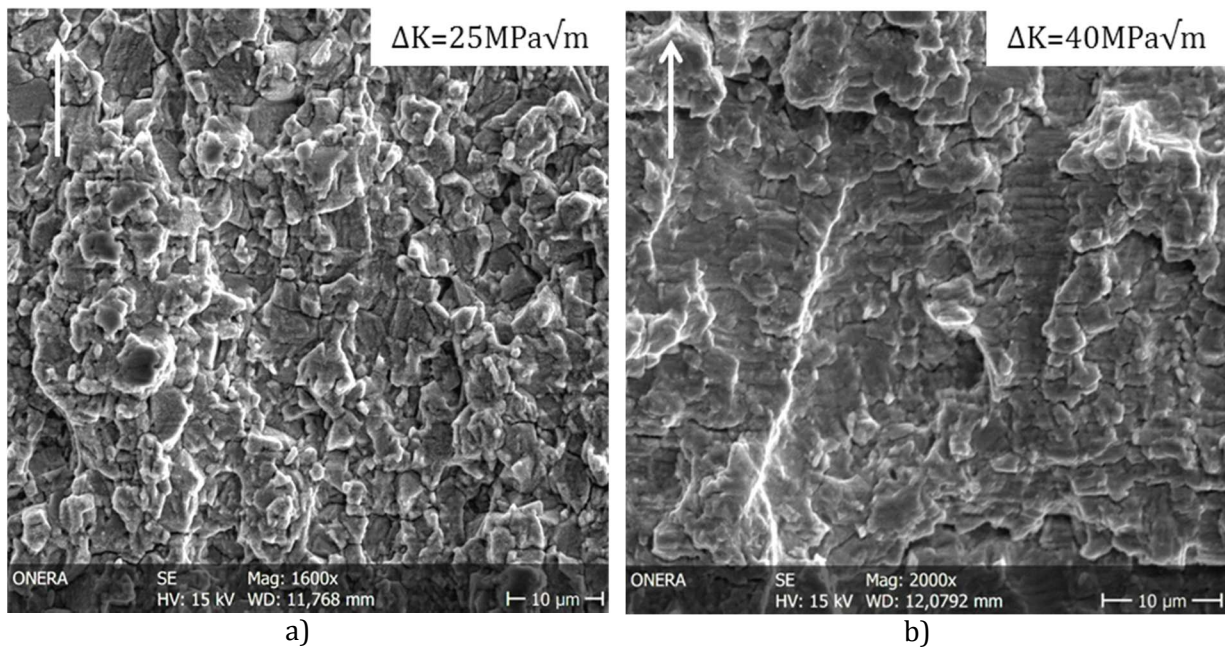


Figure V-8 : Topologie de faciès de rupture transgranulaires obtenus en fatigue à 0.5Hz sous vide à 450°C a) et 650°C b)

En fatigue-fluage sous vide (10-300-10 à 650°C), aux faibles valeurs de  $\Delta K$ , la rupture est mixte (Figure V-9a). À plus fort  $\Delta K$ , la rupture est transgranulaire et des stries de fatigue sont visibles (Figure V-9b). Un certain niveau de décohesion intergranulaire est tout de même observable avec la formation de fissures secondaires. La faible fréquence du cycle de fatigue-fluage 10-300-10 (0.003Hz) comparativement au cycle de fatigue à 0.5Hz, en particulier sa vitesse de mise en charge (équivalente à celle d'un cycle de fatigue à 0.05Hz), favorise une déformation plastique hétérogène [32] [53].

Les concentrations locales de contrainte alors induites sur les joints de grains favorisent donc une rupture intergranulaire. Ceci peut expliquer le caractère mixte observé à faible  $\Delta K$  en fatigue-fluage tandis que la rupture est transgranulaire en fatigue pure.



**Figure V-9 : Mode de rupture sous chargement 10-300-10 à 650°C sous vide**  
**a) rupture mixte pour  $\Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  b) rupture transgranulaire pour  $\Delta K = 40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$**

Dans les mêmes conditions de fatigue-fluage à 650°C, sur Inconel 718 (non DA), Pédrón relevait de la rupture intergranulaire [29]. Les essais étaient alors réalisés sous une pression de  $10^{-5}$  mbar, soit cent fois plus élevée que celle utilisée pour les essais réalisés dans la présente étude. Dans tous les cas, la pression est inférieure à la pression de transition identifiée par Andrieu [46]. Il n'est donc a priori pas possible de justifier la différence du mode de rupture de cette manière. En revanche, la matière testée par Pédrón ne présentait qu'une faible fraction de phase  $\delta$  [29], tandis que l'Inconel 718 DA testé ici en présente une forte fraction surfacique, de l'ordre de 5%. Cette différence microstructurale pourrait avoir un effet sur le mode de rupture.

Afin de visualiser la morphologie du front de fissure, un marquage thermique a été réalisé *post-mortem* sur l'éprouvette et le faciès de rupture est donc oxydé, ce qui rend impossible un examen détaillé de la rupture intergranulaire présente pour les faibles valeurs de  $\Delta K$ . Il serait intéressant d'extraire des lames minces sur le faciès de sorte à analyser une éventuelle localisation de la plasticité proche des phases  $\delta$ , dans la zone dénudée de précipités durcissants  $\gamma''$ . Une telle localisation peut en effet favoriser la rupture intergranulaire [98].

Tous les essais menés sous vides présentent une rupture transgranulaire. Cette rupture transgranulaire est associée, comme sous air, à une morphologie simple des fronts de fissure et des vitesses de propagation relativement faibles. Enfin, l'analyse des vitesses de propagation, des faciès et des modes de rupture confirme l'absence d'effet du cycle de chargement sous vide. Cela peut tout de même être pondéré, pour les faibles

valeurs de  $\Delta K$ , par une différence du mode de rupture entre fatigue et fatigue-fluage. À plus fort chargement, les comportements sont similaires.

#### **V.1.4 Synthèse sur le comportement en propagation sous vide**

Sous vide, on retiendra essentiellement une disparition de l'effet du temps de maintien sur les vitesses de propagation comparativement à la fatigue. Les morphologies des fronts de fissure sont également identiques en fatigue et fatigue-fluage.

Ceci conforte la proposition du scénario de création de la tortuosité lors du temps de maintien sous air. De plus, la disparition de l'effet du temps de maintien se traduit par une disparition de la courbure et de la tortuosité du front de fissure.

La comparaison des modes de rupture observés sous vide à ceux observés sous air permet d'établir un lien remarquable entre l'effet de l'environnement sur le comportement en propagation et le mode de rupture. En effet, a priori systématique sous vide (aucun effet de l'environnement), la rupture transgranulaire est également présente sous air selon les conditions de chargement. Pour une condition donnée, la rupture, alors intergranulaire sous air, devient transgranulaire sous vide. La rupture intergranulaire fragile obtenue sous air sera donc par la suite considérée comme le symptôme d'un effet de l'environnement pleinement actif, nocif. À l'inverse, toujours sous air, la rupture transgranulaire sera considérée comme la manifestation de l'absence d'effet de l'environnement ou tout du moins de son inhibition par couplage avec le chargement mécanique. Ceci sera discuté par la suite.

## **V.2 Lien mécanisme d'oxydation et mode de rupture**

Au-delà de sa conséquence sur les vitesses de propagation, la morphologie du front de fissure et le mode de rupture, l'effet de l'environnement a été caractérisé à une échelle révélant les mécanismes d'oxydation. Pour cela, des lames minces ont été prélevées sur des faciès de rupture correspondant à des essais réalisés sous air dans différentes conditions (niveau de chargement  $\Delta K$  et forme de cycle). Elles ont ensuite été caractérisées par MET afin de déterminer la composition chimique de la couche d'oxyde par analyse EDS (Energy Dispersive Spectrography) et sa structure cristalline par diffraction électronique.

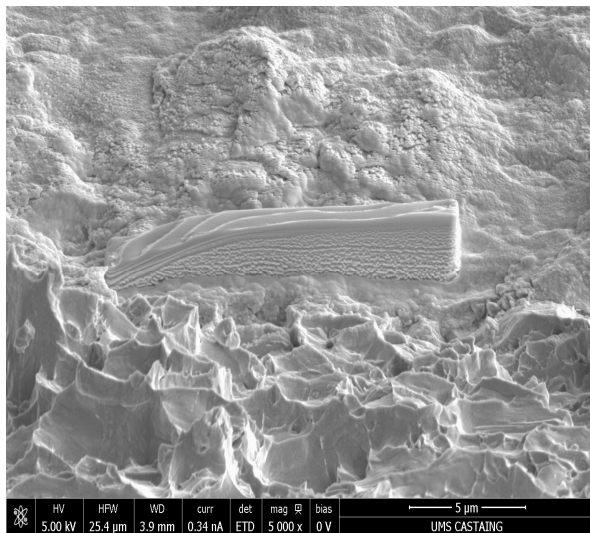
### **V.2.1 Extraction par FIB de lames minces**

Afin d'identifier la nature des oxydes formés sur les faciès de rupture, des lames minces ont été prélevées à même les faciès de rupture à l'aide d'un MEB-FIB (Focused-Ion-Beam). Ces manipulations ont été réalisées à la plateforme de micro-caractérisation Raimond Castaing de Toulouse (UMS CNRS). Le procédé d'extraction d'une lame mince est le suivant :

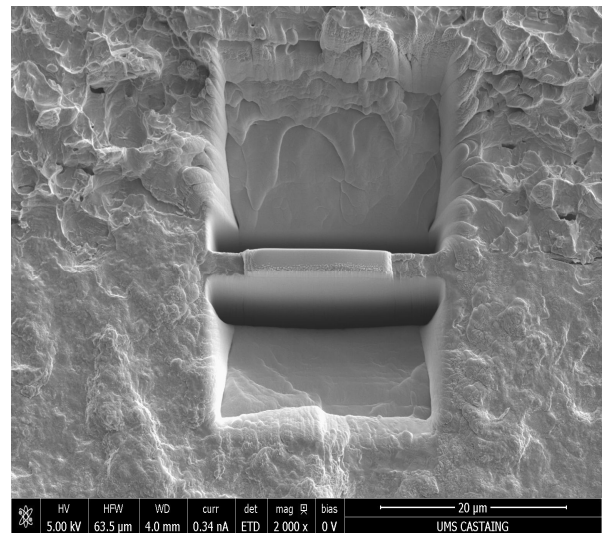
- Repérage de la zone d'intérêt et dépôt d'une couche de platine pour protéger le faciès,

- Réalisation d'une tranchée en avant et en arrière de la zone d'intérêt en abrasant le substrat par un faisceau d'ions gallium afin de créer une paroi mince d'une épaisseur proche d'un micromètre,
- Découpe partielle de la lame grâce au faisceau d'ions,
- Soudure d'une aiguille sur la lame en réalisant d'un dépôt de platine. L'aiguille servira à l'extraction de lame par la suite,
- Découpe finale de celle-ci afin de la désolidariser totalement du substrat,
- Dégagement de la lame puis soudure par un dépôt de platine sur un support,
- Amincissement de la lame par le faisceau d'ions gallium jusqu'à obtenir la transparence électronique.

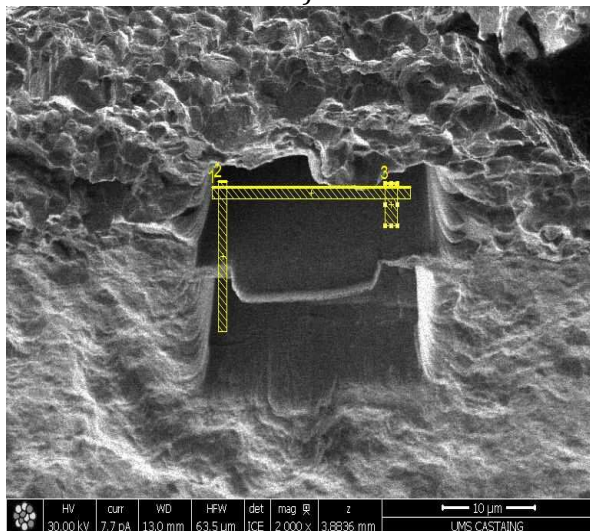
Ce procédé d'extraction d'une lame mince est illustré en Figure V-10. Cette procédure est rendue délicate par le relief accidenté des faciès de rupture qui complique le positionnement des différents outils : injecteur de platine et d'ions gallium ainsi que l'aiguille servant à l'extraction de la lame.



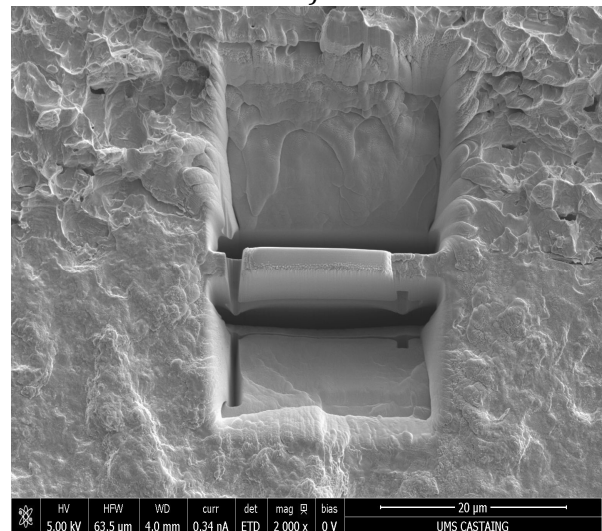
a)



b)



c)



d)

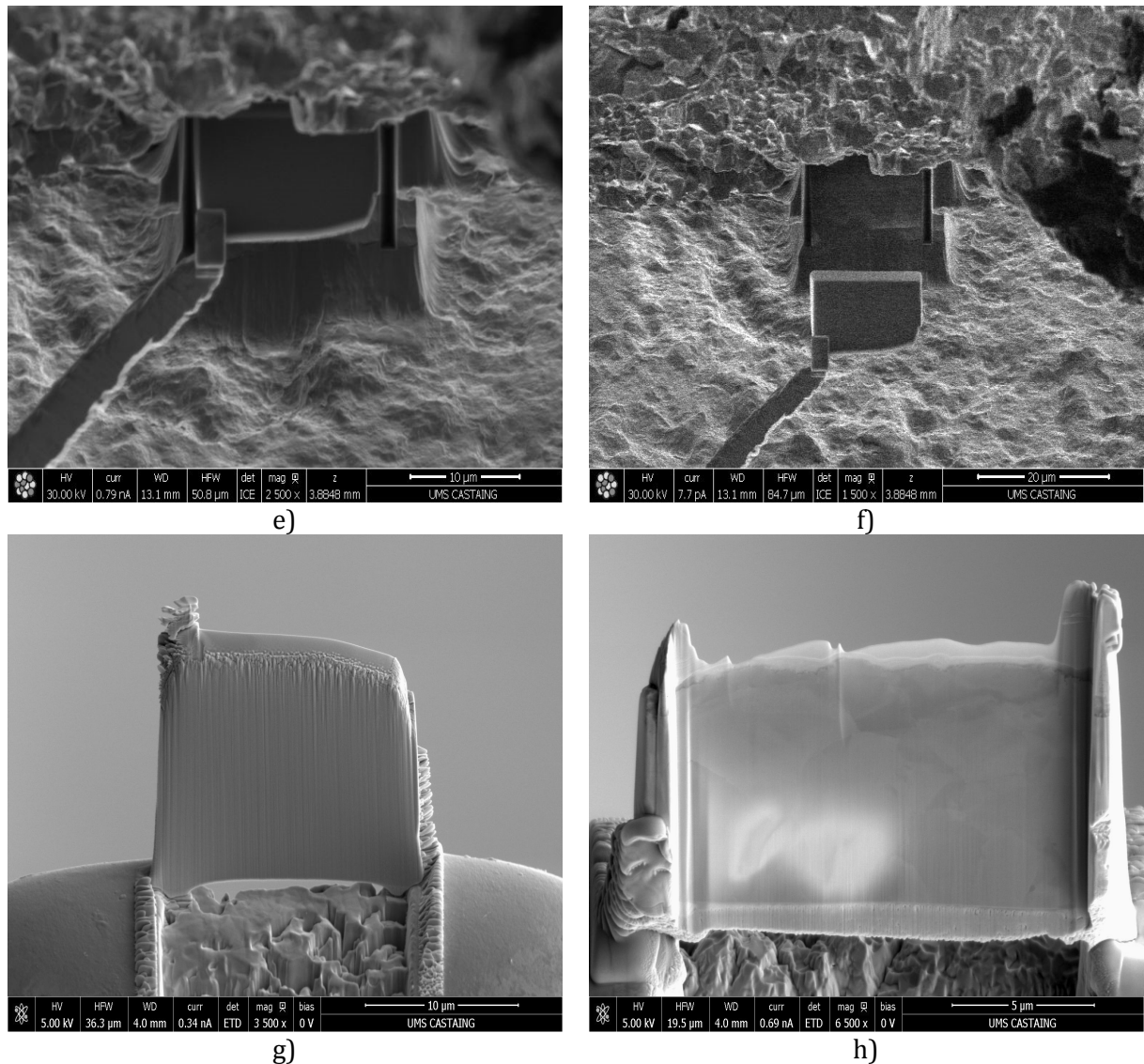


Figure V-10 : Procédé d'extraction d'une lame mince par FIB.

a) protection de la zone d'intérêt, b) dégagement d'une paroi, c) et d) découpe partielle de la paroi, e) soudure de l'aiguille sur la lame, f) dégagement de lame, g) soudure de la lame sur un support, h) lame finale après amincissement

## V.2.2 Caractérisation par MET des oxydes en présence

Selon le protocole décrit ci-dessus, des lames minces ont été prélevées sur des faciès de rupture transgranulaires et intergranulaires, obtenus lors d'essais de propagation sous air en fatigue, fatigue-fluage, dans le régime de Paris et dans le régime proche du seuil de non propagation. Ces différentes conditions ont été choisies afin de répondre aux questions suivantes :

- Sous air, le mécanisme d'oxydation est-il lié au mode de rupture ?
- Pour un cycle de chargement donné, le mécanisme d'oxydation est-il influencé par le niveau de chargement  $\Delta K$  ?

### V.2.2.1 Oxydation sur faciès intergranulaire

Une lame mince est prélevée sur un faciès de rupture intergranulaire, correspondant à un essai réalisé à 650°C sous air pour un cycle 10-300-10 (voir Figure V-11). Une filiation d'images le long du front est présentée en Figure V-12, permettant une meilleure visualisation de la surface de rupture. La position de la lame mince sur le faciès correspond à un chargement  $\Delta K \approx 20 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . La durée d'exposition à l'air à 650°C de cette zone est d'environ dix jours. En effet, l'éprouvette dont est extraite la lame mince a subi une première phase de propagation dans le régime de Paris (la zone d'intérêt), puis deux procédures de décroissances de charge afin de caractériser le régime des faibles  $\Delta K$ . Ces dernières étapes sont particulièrement longues.

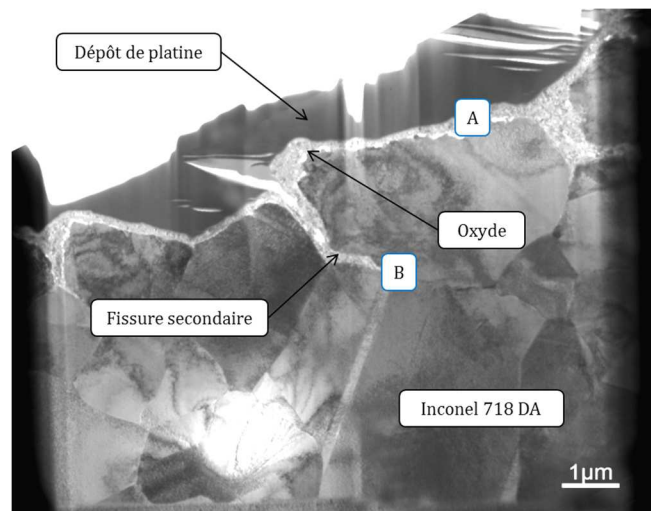


Figure V-11 : Cliché MET d'une lame mince extraite d'un faciès de rupture intergranulaire issu d'un essai de propagation sous chargement 10-300-10 à 650°C sous air

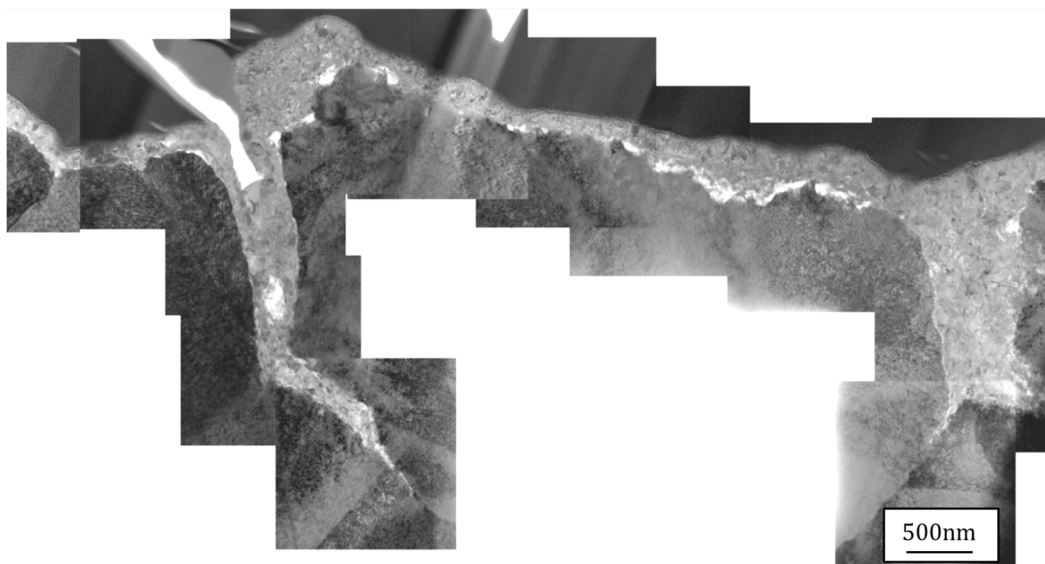
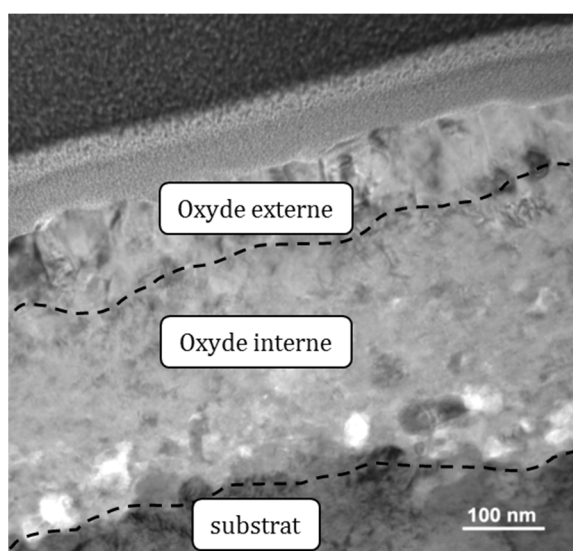


Figure V-12 : Assemblage d'images le long de la couche d'oxyde et des fissures intergranulaires secondaires. Zoom de la Figure V-11

Une couche continue d'oxyde se forme en surface de l'échantillon (voir notamment repère A en Figure V-11 et Figure V-12). L'oxyde croît également entre les lèvres des fissures secondaires visibles sur la lame mince (repère B). L'épaisseur de cette couche d'oxyde est inhomogène et varie entre 140nm et 550nm. Cette couche est elle-même constituée de deux couches (Figure V-13). Une première couche, dite couche externe, présente de gros grains d'environ 100nm de diamètre. Une seconde couche, dite interne, en contact avec le substrat, présente des grains bien plus fins, de l'ordre de 30nm. L'oxyde a donc une structure duplex.



---

**Figure V-13 : Structure duplex de la couche d'oxyde présente sur un faciès de rupture intergranulaire oxydé à 650°C**

---

Des profils EDS sont réalisés à travers la couche d'oxyde afin de déterminer sa composition chimique (Figure V-14). L'analyse de ces profils révèle deux compositions différentes. La couche interne présente une forte teneur en chrome ( $\sim 35\%_{\text{at}}$ ). Les éléments tels que le nickel et le fer (constituants de base de l'Inconel 718) sont quasiment absents de la composition de l'oxyde interne. À l'inverse, la couche d'oxyde externe présente une faible teneur en chrome et est en revanche fortement enrichie en nickel et fer.

Afin de déterminer plus précisément la nature des oxydes en présence, de la diffraction électronique a été faite afin d'identifier la structure cristallographique de chacune des deux couches. Des images en haute résolution sont prises sur les couches internes et externes d'oxyde. Une transformée de Fourier est appliquée à ces images puis est ensuite indexée afin d'identifier la maille cristallographique de l'oxyde. Ainsi, pour la couche interne, riche en chrome, c'est la maille hexagonale de  $Cr_2O_3$  qui est identifiée. Pour la couche externe, les oxydes identifiés sont des spinelles de type  $NiFe_2O_4$ ,  $(Ni, Fe)Cr_2O_4$  ou  $NiO$ , de structure cubique.

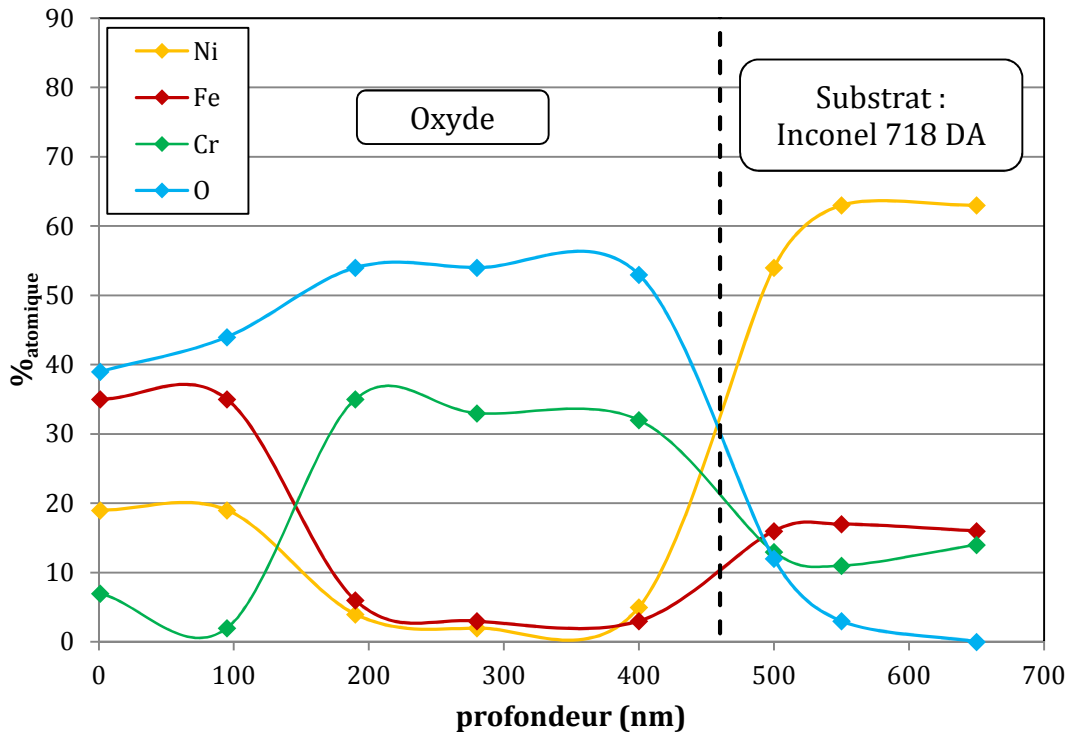


Figure V-14 : Profils EDS à travers la couche d'oxyde au repère A. Cas d'un faciès de rupture intergranulaire oxydé à 650°C

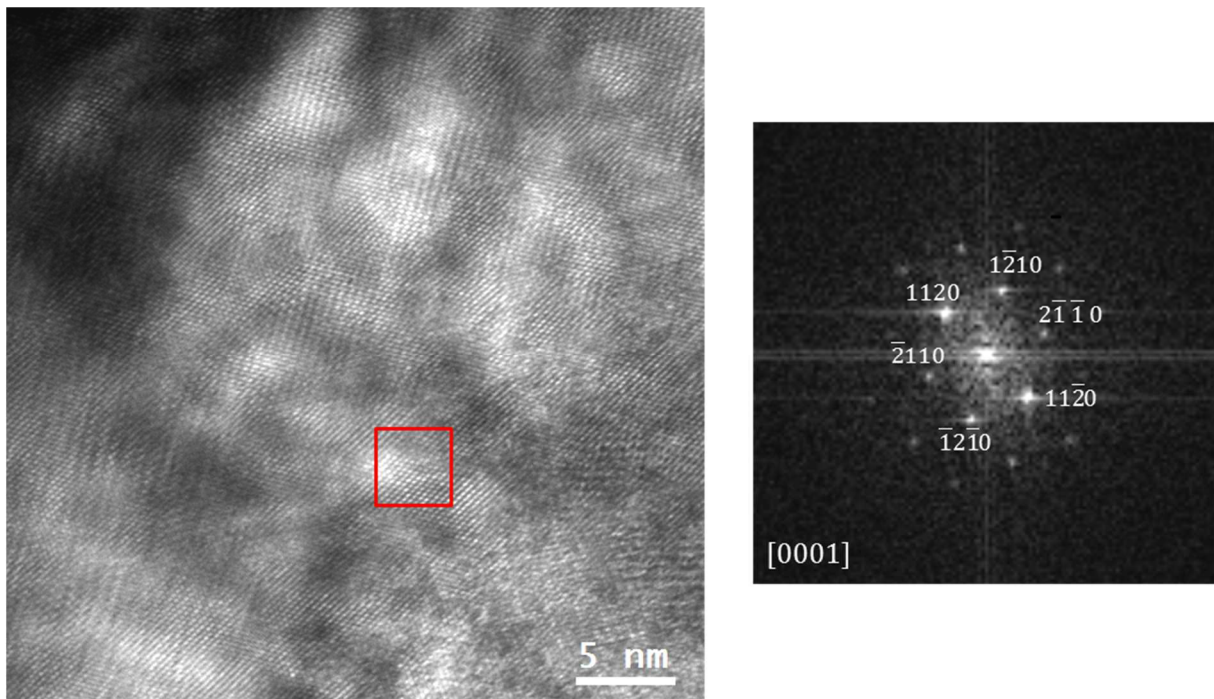


Figure V-15 : Image haute résolution de la couche d'oxyde interne et transformée de Fourier de la zone encadrée. Identification de la coupe de diffraction [0001] de la maille  $Cr_2O_3$  hexagonale



L'agencement des couches d'oxydes sur la surface de l'échantillon et leur nature sont cohérents avec les observations faites par ailleurs [46] [98]. Des profils EDS ont également été réalisés très près la pointe de fissure secondaire, à travers la couche formée entre les lèvres. Seul l'oxyde  $Cr_2O_3$  est identifié (Figure V-16). Kitaguchi montre que l'oxyde  $Cr_2O_3$  est également présent en avant de la pointe de fissure [62]. Dans la zone analysée, un léger enrichissement en niobium est observé, dû à la présence de phase  $\delta$  dans les joints de grains avoisinants. La pointe de la fissure secondaire est donc protégée par une couche de  $Cr_2O_3$ . Cette présence exclusive de  $Cr_2O_3$  en pointe de fissure peut s'expliquer par le mécanisme de formation de la couche d'oxyde proposé par Andrieu [46]. En effet, plus en amont de la pointe de fissure secondaire, une couche d'oxyde duplex est observée et comble les lèvres de la fissure. En traversant la fissure secondaire et donc cette couche duplex, l'oxygène de l'air doit dans un premier temps satisfaire les cinétiques d'oxydation sur les lèvres de la fissure. Une fois à la pointe de fissure, et après que l'oxygène ait traversé la couche d'oxyde duplex comblant les lèvres de fissure, la pression partielle d'oxygène est alors faible et permet la formation de  $Cr_2O_3$  à la pointe.

Finalement, la rupture intergranulaire est associée à la formation d'une couche d'oxyde duplex composée d'une couche externe (la première à se former) riche en fer et nickel et d'une couche interne, identifiée comme étant  $Cr_2O_3$ , conformément à des études antérieures [46] [57].

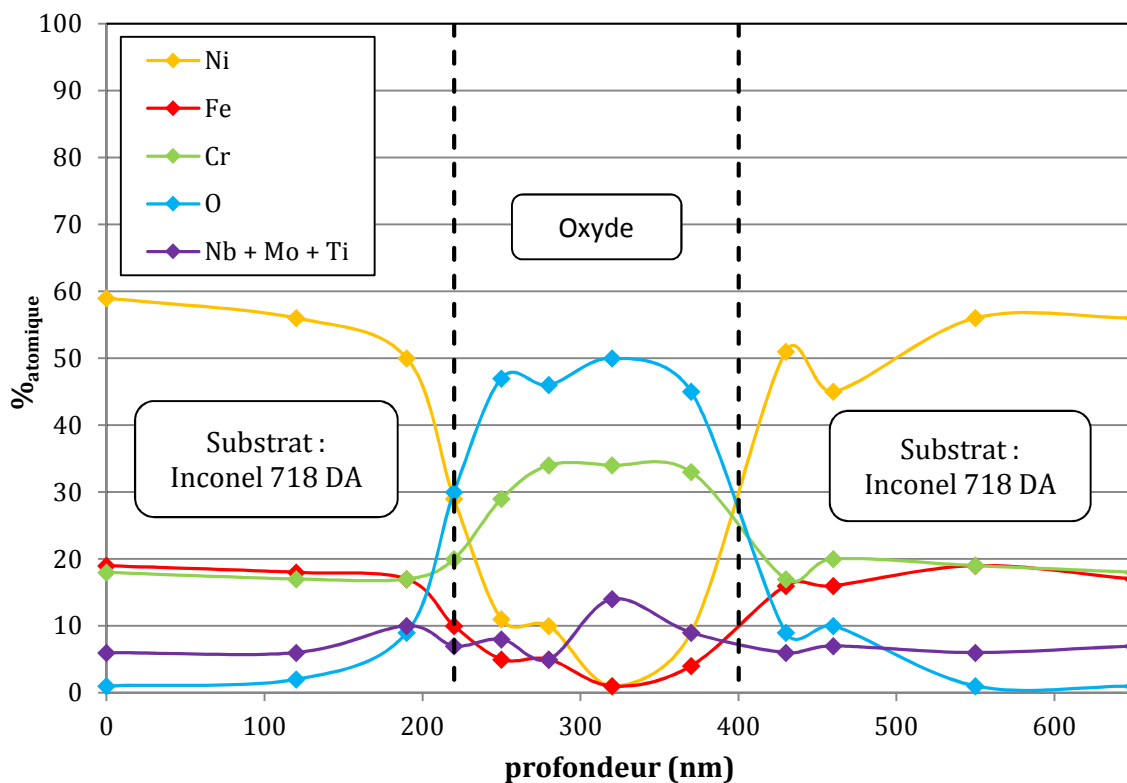


Figure V-16 : Profil EDS à travers la couche d'oxyde à la pointe d'une fissure secondaire intergranulaire (repère B en Figure V-11)

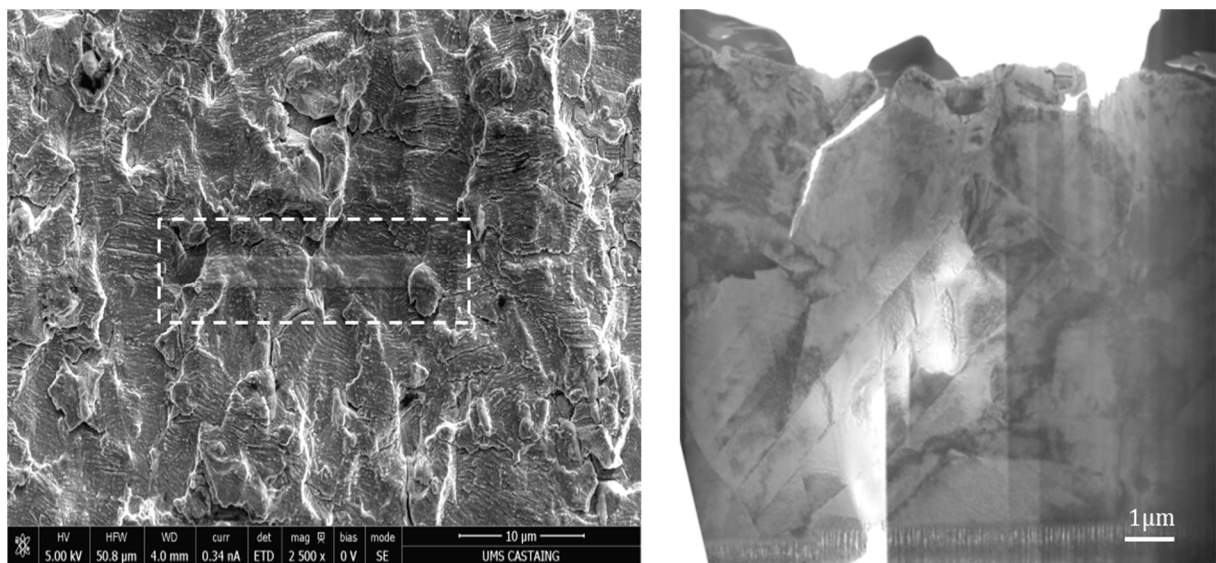
### V.2.2.2 Oxydation sur faciès transgranulaire

Selon le même protocole que celui précédemment décrit, des lames minces ont été prélevées sur des faciès de rupture transgranulaires, obtenus dans les conditions suivantes :

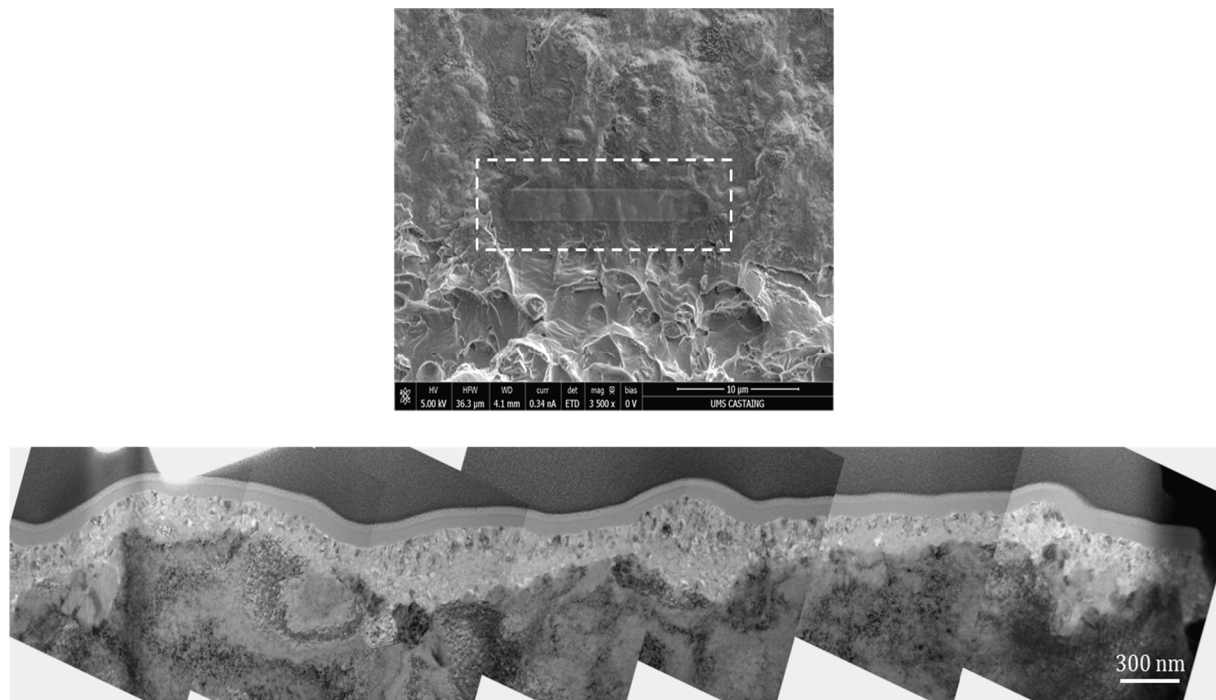
- Fatigue 2Hz à 550°C pour  $\Delta K \approx 25 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
- Fatigue-fluage 10-1200-10 à 650°C dans le régime proche du seuil : de non propagation  $\Delta K \approx 12 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$

Les lames minces extraites, ainsi que leur localisation sur le faciès de rupture sont visibles en Figure V-17 pour celle provenant d'un faciès obtenu en fatigue 2Hz à 550°C et en Figure V-18 pour celle correspondant à de la rupture transgranulaire lors d'un essai de recherche de seuil en fatigue-fluage. Bien qu'issue d'un faciès de rupture globalement transgranulaire, la lame mince illustrée en Figure V-17 présente une fissure secondaire d'aspect intergranulaire.

Les analyses EDS et les clichés de diffraction montrent que la couche d'oxyde formée est duplex, avec une couche interne constituée de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  et une couche externe constituée de spinelles riches en nickel et fer. La nature de la couche d'oxyde formée est donc la même sur des faciès intergranulaires et transgranulaires.



**Figure V-17 : Positionnement du lieu d'extraction d'une lame mince sur un faciès transgranulaire obtenu en fatigue 2Hz à 550°C. Vue de la lame et présence d'une fissure secondaire**



**Figure V-18 : Positionnement du lieu d'extraction d'une lame mince sur un faciès transgranulaire obtenu lors d'une recherche de seuil sous chargement 10-1200-10 à 650°C. Filiation d'images le long de la couche d'oxyde**

### V.2.3 Synthèse sur les caractérisations des oxydes

Quel que soit le mode de rupture, une couche d'oxyde duplex est identifiée. Les différents modes de rupture présents sur les lames minces ont été obtenus lors d'essais de propagation sous air, à 550°C et 650°C, pour des chargements de fatigue, de fatigue-fluage et pour des valeurs de  $\Delta K$  correspondant au régime de Paris ou bien proches du seuil de non propagation (en fatigue-fluage). Les résultats des analyses ne permettent pas de corréler le mode de rupture (et donc le type de sollicitation) au mécanisme d'oxydation seul.

Des études antérieures avaient cependant établi un lien entre le mode de rupture et l'oxyde [46] [56]. La rupture transgranulaire était alors associée à la formation préférentielle de  $Cr_2O_3$  et la rupture intergranulaire, à la formation d'une couche d'oxyde duplex telle que celle observée dans la présente étude. Cependant, ces essais étaient réalisés à différentes pressions partielles. Cette variation de pression est à l'origine du changement du mode de rupture et de la nature de l'oxyde formé [56]. Sous air, la rupture était bien intergranulaire et un oxyde duplex était observé. Par ailleurs, il a été montré que l'oxydation sous air d'une surface intergranulaire (obtenue lors d'essais de fissuration sous air à 650°C) et d'une surface transgranulaire (alors simulée par un échantillon plan, poli) est identique [57]. Ceci conforte finalement les résultats ici présentés.

D'autres études montrent qu'une couche de  $Cr_2O_3$  peut se former spontanément sur l'Inconel 718 si l'échantillon est préalablement écroui [59]. Comme l'oxyde formé sur les faciès de rupture ici caractérisé n'est pas exclusivement composé de  $Cr_2O_3$ , cela

indique que la plastification en pointe de fissure n'est pas suffisante pour former spontanément une couche de  $Cr_2O_3$  en pointe de fissure lors de la propagation.

Dans un objectif de corrélation du mode de rupture et du mécanisme d'oxydation, deux éléments sont donc à distinguer : le chargement mécanique et l'environnement d'essai lui-même. En effet, l'environnement d'essai semble être le seul paramètre pilotant le mécanisme d'oxydation, tandis que le mode de rupture est dépendant de l'environnement d'essai et du chargement mécanique (voir paragraphe V.1.3). Il peut donc être conclu que :

- Le mode de rupture, lorsque induit uniquement par différentes conditions environnementales (chargement mécanique fixé), peut alors être corrélé avec la nature de l'oxyde formé
- Pour une condition environnementale donnée, la nature de l'oxyde est alors toujours la même, indépendamment du mode de rupture alors induit par le chargement mécanique.

### V.3 Conclusions du chapitre

L'effet de l'environnement a été étudié d'une part, grâce à la réalisation d'essais de propagation sous vide et d'autre part, grâce à des caractérisations post-mortem d'éprouvettes testées en propagation sous air afin de déterminer la nature des oxydes en présence.

Pour les essais de propagation sous vide, dans les conditions de chargement explorées, les conclusions importantes sont les suivantes :

- Les vitesses de propagation sont similaires en fatigue et fatigue-fluage
- Les morphologies des fronts de fissure sont identiques en fatigue et fatigue-fluage, sans courbure ni tortuosité
- Le mode de rupture est essentiellement transgranulaire en fatigue et fatigue-fluage,
- Il n'y a pas d'interaction apparente entre la contribution de fatigue et de fluage sous chargement 10-300-10 sous vide

La caractérisation des oxydes sur divers faciès de rupture conduit aux résultats suivants :

- La nature des oxydes en présence est indépendante du cycle de chargement appliqué (et donc du mode de rupture)
- La nature des oxydes en présence est indépendante du niveau de chargement appliqué (et donc du mode de rupture)

L'effet de l'environnement, au sens des oxydes formés, est le même quel que soit le cycle de chargement, le mode de rupture et donc, les vitesses de propagation. On considèrera donc la présence systématique sous air d'un effet de l'environnement, au sens large, potentiellement actif en pointe de fissure. Celui-ci n'est pas seul responsable

du mode de rupture et des vitesses de propagation. En revanche, sa conséquence sur le comportement en propagation serait le résultat d'un couplage avec les champs mécaniques locaux en pointe de fissure. La conséquence de l'effet de l'environnement peut donc être inhibée ou amplifiée par le chargement mécanique.

L'annulation de l'effet du temps de maintien sous vide confirme le scénario géométrique proposé, justifiant l'augmentation des vitesses de propagation en fatigue-fluage sous air. Les effets géométriques sont finalement présents uniquement sous air et dépendent de l'environnement. Courbure et tortuosité révéleraient donc un couplage local entre les champs mécaniques en pointe de fissure et l'effet de l'environnement. Ce couplage va être abordé par la suite à l'aide d'essais de propagation sous chargements complexes.

À titre de synthèse, la Figure V-19 illustre, selon le type de chargement appliqué et l'environnement d'essai, l'apparition ou non des effets géométriques responsables de l'interaction fatigue-fluage sous air et sous vide. Cela est mis en regard du mode de rupture observé et des vitesses de propagation.

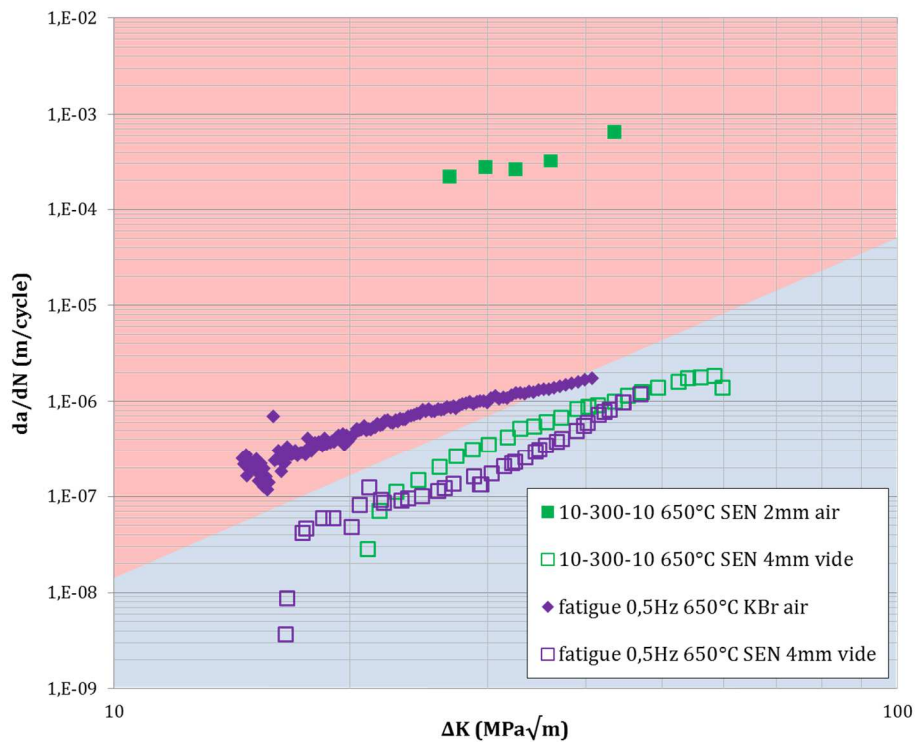
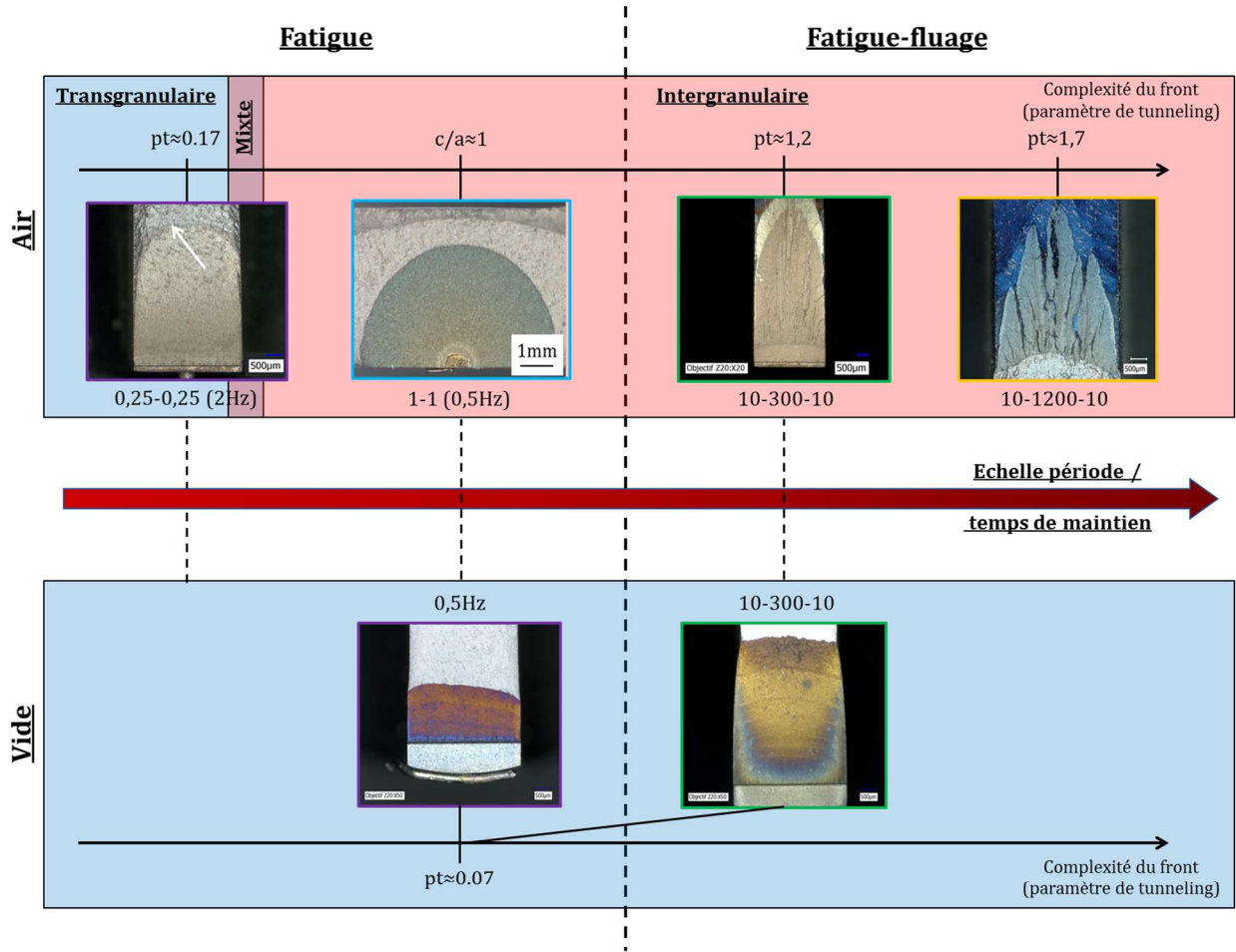


Figure V-19 : Schéma de synthèse illustrant l'effet de l'environnement, les vitesses de propagation et la morphologie du front de fissure. Vitesses de propagation et faciès de rupture obtenus à 650°C



# Chapitre VI Propagation sous chargement complexe

Parmi les résultats présentés au Chapitre V, plusieurs éléments montrent qu'un couplage fort existe entre l'effet de l'environnement et le chargement mécanique en pointe de fissure :

- Disparition apparente de l'effet du temps de maintien sous vide et des morphologies de fronts de fissure associées sous air
- Le mécanisme d'oxydation reste inchangé quels que soient le cycle de chargement appliqué, le niveau de chargement  $\Delta K$  et donc, le mode de rupture et les vitesses de propagation.

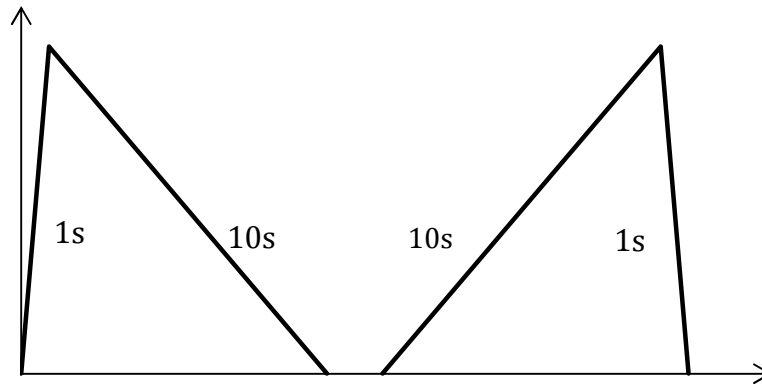
Le but de ce chapitre est d'identifier le(s) paramètre(s) mécanique régissant ce couplage avec l'environnement. Plusieurs données de la littérature, déjà présentées au cours de la revue bibliographique, montrent un couplage entre la vitesse de déformation et l'effet de l'environnement. Cet effet de la vitesse de déformation en pointe de fissure sera donc ici appréhendé, sous air, tout d'abord en fatigue pure, grâce à des cycles asymétriques, puis en fatigue-fluage. Enfin, la réponse en termes de vitesse de propagation et de mode de rupture sous chargements complexes, avec des surcharges et des temps de maintien, sera caractérisée et analysée en mettant en toile de fond le couplage entre l'effet de l'environnement et les champs mécaniques. La démarche adoptée au cours de cette partie de l'étude tente de mettre en lumière les variables du premier ordre qui pilotent le couplage.

## VI.1 Effet de la vitesse de mise en charge en fatigue

### VI.1.1 Formes des cycles asymétriques

Deux formes de cycles ont été testées spécifiquement pour déterminer l'importance de la rampe de mise en charge d'un cycle de fatigue. Il s'agit de cycles de fatigue pure, asymétriques, pour lesquels les vitesses de charge et décharge sont différentes. La durée du cycle complet est identique pour les deux cycles. Ces cycles, dits « slow-fast » ou « fast-slow », présentent respectivement une mise en charge lente et une décharge rapide, et inversement (Figure VI-1). Les vitesses de mise en charge sont choisies de sorte à correspondre à celles des cycles de fatigue (symétriques) à 0.5Hz et 0.05Hz, testés par ailleurs. Les essais sont réalisés à 550°C sur géométrie SEN 4mm.





---

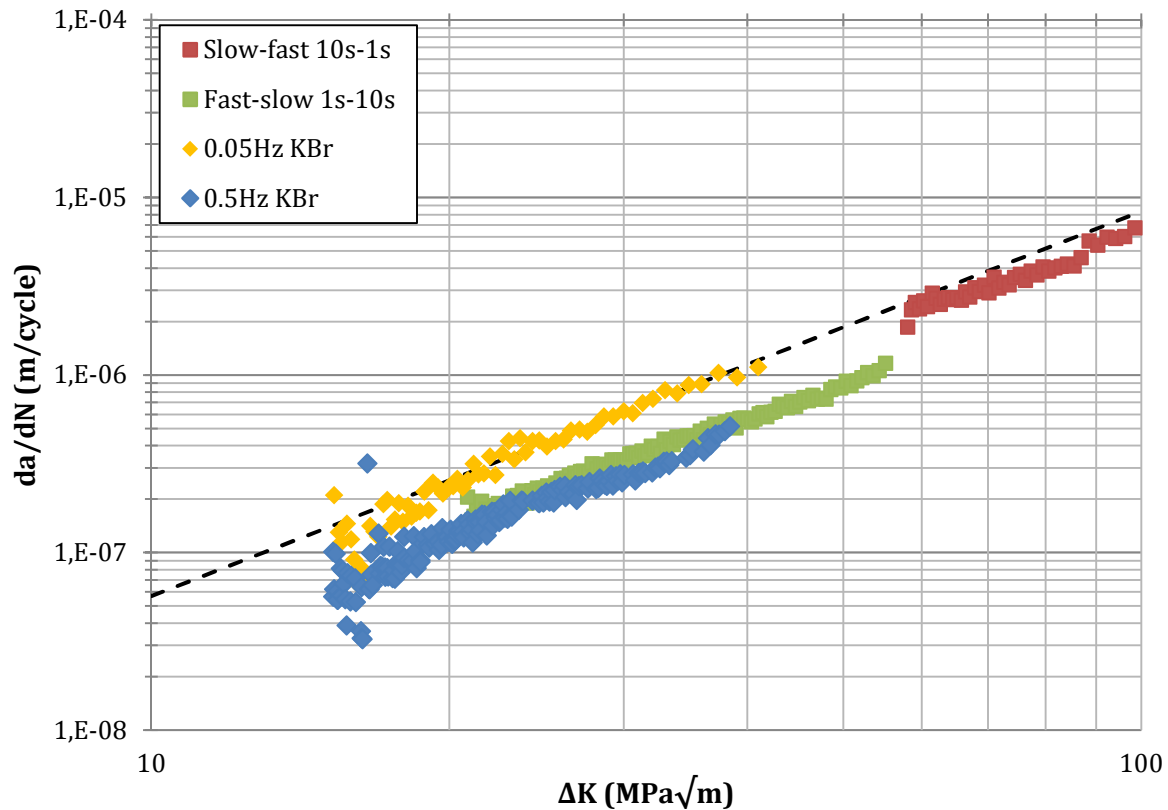
Figure VI-1 : Forme des cycles asymétriques fast-slow et slow-fast

---

### VI.1.2 Vitesses de propagation

Les vitesses de propagation mesurées sous chargement slow-fast et fast-slow sont présentées en Figure VI-2. Les vitesses obtenues sous chargement de fatigue (symétrique) à 0.5Hz (1s-1s) et 0.05Hz (10s-10s) sont également reportées. Les mesures des vitesses de propagation sous chargement fast-slow et slow-fast sont issues d'un essai conduit sur une même éprouvette.

Le cycle slow-fast conduit à des vitesses de propagation supérieures à celles sous chargement fast-slow. Ceci est en accord avec les résultats de Prigent sur l'alliage Astroloy [87]. Les vitesses mesurées sous chargement fast-slow (1s-10s) sont tout à fait comparables à celles mesurées sous fatigue à 0.5Hz (1s-1s). Les vitesses sous chargement slow-fast sont également en bon accord avec l'extrapolation des vitesses obtenues sous chargement 10-10 à plus faible  $\Delta K$ . Ceci est cohérent avec les observations d'Ashbaugh [100]. La propagation de fissure semble donc essentiellement pilotée par la vitesse de mise en charge. Cette conclusion est vraie pour des durées totales des cycles relativement courtes (11s ou 20s dans notre étude). Ghonem, en réalisant les mêmes essais, mais pour des cycles plus longs (jusqu'à 100s), conclut qu'une dépendance à la durée totale du cycle subsiste [101].




---

Figure VI-2 : Vitesses de propagation sous chargement fast-slow et slow-fast à 550°C

---

### VI.1.3 Mode de rupture

Pour rappel, à 550°C, sous chargement de fatigue pure à 0.5Hz, la rupture est initialement mixte puis devient transgranulaire pour les plus fortes valeurs de  $\Delta K$ . À 0.05Hz, la rupture est initialement intergranulaire puis devient transgranulaire.

Sous chargement fast-slow (1-10), le mode de rupture est initialement mixte puis complètement transgranulaire. Lorsque le cycle slow-fast est ensuite appliqué, l'augmentation des vitesses de propagation (Figure VI-2) s'accompagne d'un changement du mode de rupture de transgranulaire à (majoritairement) intergranulaire, tel qu'illustré en Figure VI-3. Lorsque la fissure continue à se propager et que  $\Delta K$  augmente la rupture redevient transgranulaire, en accord avec ce qui est observé en fatigue pure à 0.05Hz (10-10). La fréquence du cycle étant identique en slow-fast et fast-slow, le changement du mode de rupture est donc associé à la vitesse de mise en charge.

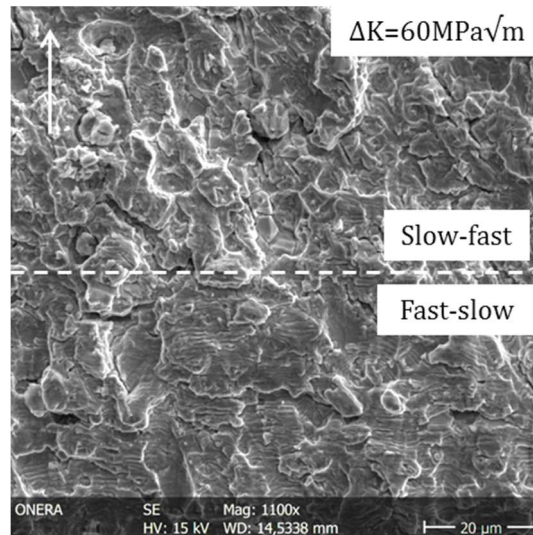


Figure VI-3 : transition d'une rupture transgranulaire sous chargement fast-slow, à intergranulaire sous chargement slow-fast à 550°C

#### VI.1.4 Faciès de rupture

Le faciès de rupture obtenu lors de la propagation sous chargement fast-slow puis slow-fast est présenté en Figure VI-4. La morphologie du front de fissure est typique d'un chargement de fatigue pure. La courbure du front est faible et la tortuosité est absente. On retiendra finalement que les cycles slow-fast (10s-1s) sont identiques aux cycles de fatigue 10s-10s (0.05Hz) et les cycles fast-slow (1s-10s) sont identiques aux cycles de fatigue 1s-1s (0.5Hz) et ce, en ce qui concerne l'échelle des vitesses de propagation, du mode de rupture et de la morphologie du front de fissure. En fatigue pure, pour les fréquences testées, la propagation semble donc essentiellement pilotée par la mise en charge du cycle.

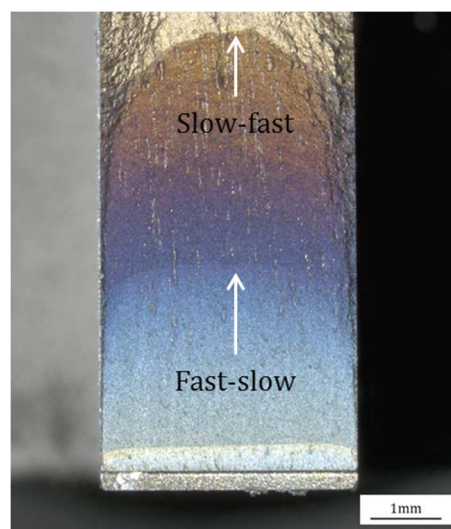


Figure VI-4 : Faciès de rupture sous chargement slow-fast (10s-1s) et fast-slow (10s-1s) à 550°C

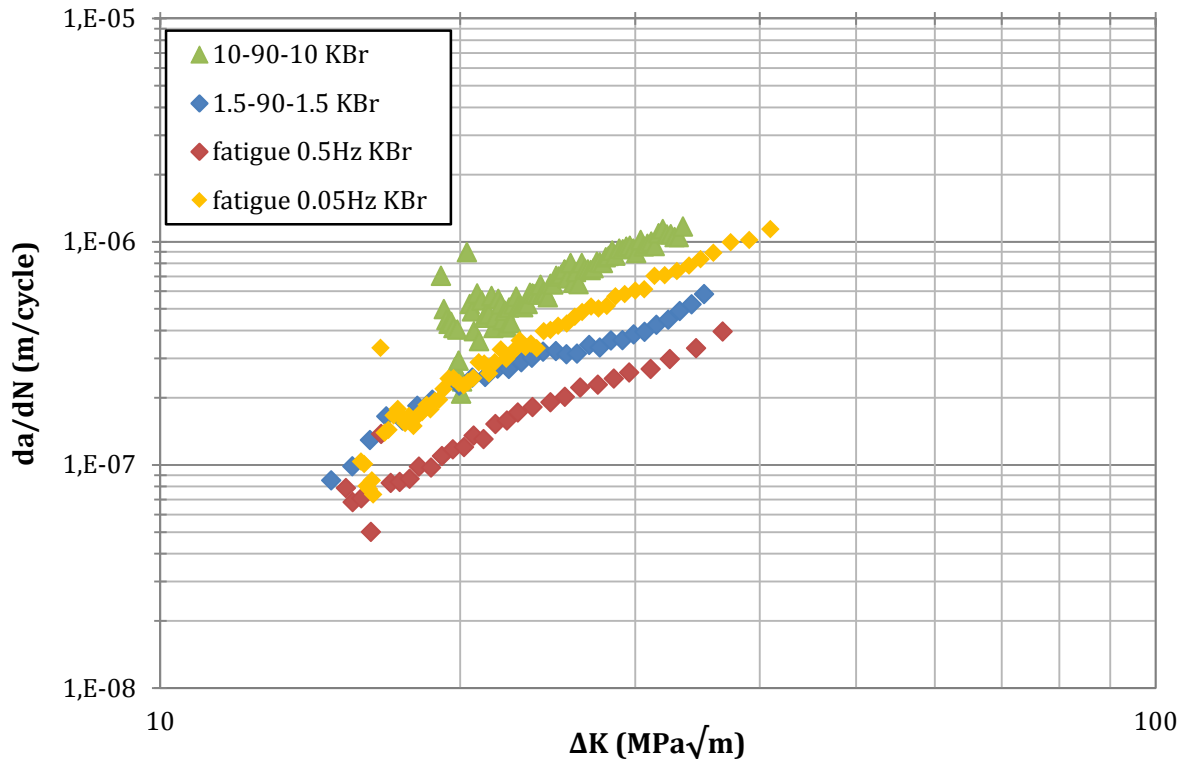
## VI.2 Effet de la vitesse de mise en charge en fatigue-fluage

L'effet de la rampe de mise en charge en fatigue-fluage est ici caractérisé pour un temps de maintien court de 90s. Les essais réalisés sous chargement 10-90-10 sont comparés aux résultats obtenus sous chargement 1.5-90-1.5. Ces derniers essais sont issus d'une étude menée précédemment à *Safran Aircraft Engines* [35], sur un lot d'Inconel 718 DA présentant le même état métallurgique que celui de la présente étude.

### VI.2.1 Vitesses de propagation

Les vitesses de propagation mesurées à 550°C sont comparées pour des cycles 10-90-10 et 1.5-90-1.5. Les vitesses de mise en charge pour ces cycles sont respectivement identiques à celles des cycles de fatigue pure de fréquence 0.05Hz et 0.3Hz.

Tout d'abord, un effet du temps de maintien est présent dès l'application d'un temps de maintien de 90s, les vitesses sous chargement 10-90-10 étant plus élevées que sous chargement de fatigue 10-10 (0.05Hz) (voir Figure VI-5). Un effet de la vitesse de mise en charge en fatigue-fluage est observé du fait que les vitesses de propagation sous chargement 10-90-10 sont supérieures à celles sous chargement 1.5-90-1.5. Cet effet est analogue à l'effet de fréquence en fatigue pure, une augmentation de la fréquence conduisant à une diminution des vitesses de propagation. Ces observations concordent avec les travaux de Bache qui montrent également un effet de la vitesse de mise en charge pour un temps de maintien donné [34]. De plus, les travaux de Lynch ont mis en avant une annulation de l'effet du temps de maintien (60s) pour de fortes vitesses de mise en charge (équivalentes à la vitesse de mise en charge d'un cycle à 2Hz), à 500°C sur Inconel 718 [43]. Cet effet de la vitesse de mise en charge en fatigue-fluage est associé à une compétition entre le régime de propagation dépendant du temps et dépendant du cycle. En effet, en fatigue pure, les cycles de fréquence 0.05Hz et 0.5Hz (proche de 0.3Hz) conduisent à une rupture mixte, ou bien à une transition d'une rupture intergranulaire à transgranulaire. Finalement, l'effet du temps de maintien peut donc être conditionné par la vitesse de mise en charge.




---

Figure VI-5 : Effet de la vitesse de mise en charge en fatigue-fluage (TM=90s) à 550°C

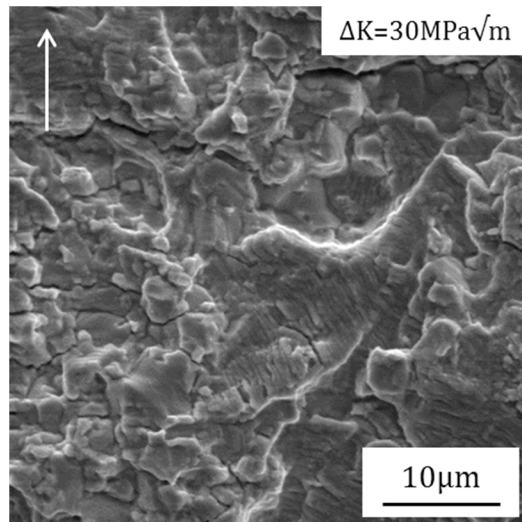
---

Sous chargement 1.5-90-1.5, une inflexion de la droite de Paris est observée au-delà de  $\Delta K \approx 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Les vitesses en fatigue-fluage tendent alors vers celles mesurées en fatigue à 0.5Hz. À cette fréquence, la vitesse de mise en charge est proche de celle du cycle 1.5-90-1.5 (vitesse de mise en charge équivalente à celle d'un cycle de fatigue à 0.3Hz). Ceci suggère que l'effet du temps de maintien s'annule progressivement lorsque la vitesse de mise en charge est relativement élevée. Cet effet de la vitesse de mise en charge n'a été observé que pour un temps de maintien court de 90s. Des essais complémentaires ont été réalisés en fatigue-fluage afin de comparer les cycles 10-300-10 à des cycles 0.25s-300-0.25s, soit une vitesse de mise en charge équivalente à celle d'un cycle de fatigue à 2Hz. Aucun effet notable de la vitesse de mise en charge n'est alors observé sur les vitesses de propagation pour un temps de maintien de 300s.

L'inflexion de la droite de Paris à partir de  $\Delta K \approx 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  indique une annulation presque complète de l'effet du temps de maintien. Or, ce type d'inflexion, déjà rapporté au paragraphe III.2.1, notamment en fatigue pure, selon la fréquence, est le signe d'un changement du mode de rupture d'intergranulaire à transgranulaire.

## VI.2.2 Mode de rupture

En fatigue-fluage, sous chargement 1.5-90-1.5, le mode de rupture est initialement intergranulaire puis majoritairement transgranulaire au-delà d'un seuil de chargement  $\Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  (Figure VI-6). Cette transition du mode de rupture est en accord avec l'inflexion de la droite de Paris (voir Figure VI-5).




---

**Figure VI-6 : Rupture essentiellement transgranulaire en fatigue-fluage 1.5-90-1.5 à 550°C**

---

L'annulation de l'effet du temps de maintien sous chargement 1.5-90-1.5, visible par l'inflexion de la droite de Paris, se traduit donc par un retour à une rupture transgranulaire. Cela peut être analysé comme une annulation des effets de l'environnement par effet de la vitesse de mise en charge, et donc de vitesse de déformation en pointe de fissure. En effet, sous vide, alors que l'effet de l'environnement n'est pas possible, la rupture est transgranulaire en fatigue-fluage et les vitesses de propagation sont identiques en fatigue et fatigue-fluage.

### VI.2.3 Faciès de rupture

À l'échelle de la courbure du front de fissure, les cycles 10-90-10 et 1.5-90-1.5 conduisent à des morphologies du front de fissure similaires (par comparaison des Figure VI-7a et Figure VI-7b). L'épinglage du front de fissure en surface est bien moins marqué que pour des temps de maintien plus longs. Le cycle 10-90-10 entraîne une légère tortuosité du front de fissure, estimée à quelques  $10^{\text{aines}} \mu\text{m}$  (Figure VI-7d). Comparativement, aucune tortuosité n'est observée pour le chargement 1.5-90-1.5 (Figure VI-7c). Cette différence de tortuosité permet, vis-à-vis du scénario de construction des morphologies du front en fatigue-fluage, d'expliquer la différence de vitesses de propagation pour ces deux cycles. De plus, l'absence de tortuosité pour les cycles 1.5-90-1.5 et les cycles de fatigue à 0.05Hz peut expliquer pourquoi les vitesses de propagation mesurées sont identiques pour ces deux cycles, tout du moins jusqu'à  $\Delta K \approx 25 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

Finalement, en fatigue et fatigue-fluage, dans une certaine mesure, la vitesse de mise en charge du cycle, et donc la vitesse de déformation en pointe de fissure, est un paramètre important, impactant les vitesses de propagation, le mode de rupture et la morphologie du front de fissure. Dans le cas de la fatigue-fluage, une mise en charge rapide semble annuler les effets de l'environnement, au sens où la rupture est alors transgranulaire et la tortuosité du front de fissure absente, et donc l'effet du temps de maintien, à l'instar des essais sous vide.

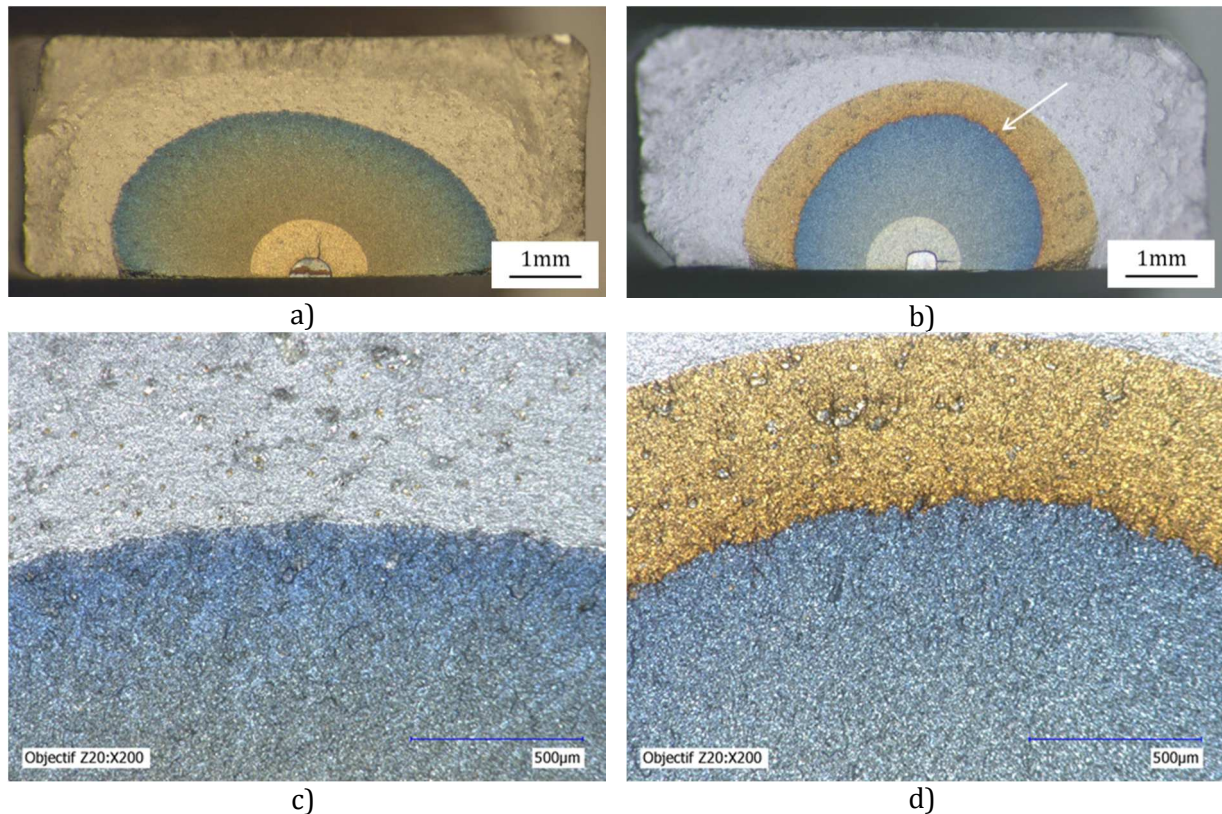


Figure VI-7 : Faciès de rupture en fatigue-fluage à 550°C, effet de la vitesse de mise en charge :  
a) et c) cycle 1.5-90s-1.5, b) et d) cycle 10-90-10

## VI.3 Effet de surcharge en fatigue-fluage

### VI.3.1 Formes de cycles investigués

Deux formes de cycles de fatigue-fluage avec surcharge ont été testées au cours de cette étude, illustrées en Figure VI-8. La première, déjà étudiée dans la littérature [19] [36] [87], présente une surcharge avant l'application du temps de maintien à effort maximal. Cette surcharge (ou décharge partielle) se veut représentative de la baisse du régime moteur après le décollage, afin d'atteindre le régime dit de croisière. Cette forme de cycle sera appelée par la suite « cycle take-off »

La seconde forme, plus complexe encore, présente, après le temps de maintien, une décharge partielle avant application d'une surcharge puis retour au niveau d'effort minimal du cycle. Son allure peut être vue comme l'enchaînement d'un cycle de fatigue-fluage et d'un cycle de fatigue pure, sans retour à effort nul entre les deux. Ce cycle se veut représentatif de l'augmentation du régime moteur lors de l'inversion de poussée avant l'atterrissage. Il sera appelé par la suite « cycle reverse ».

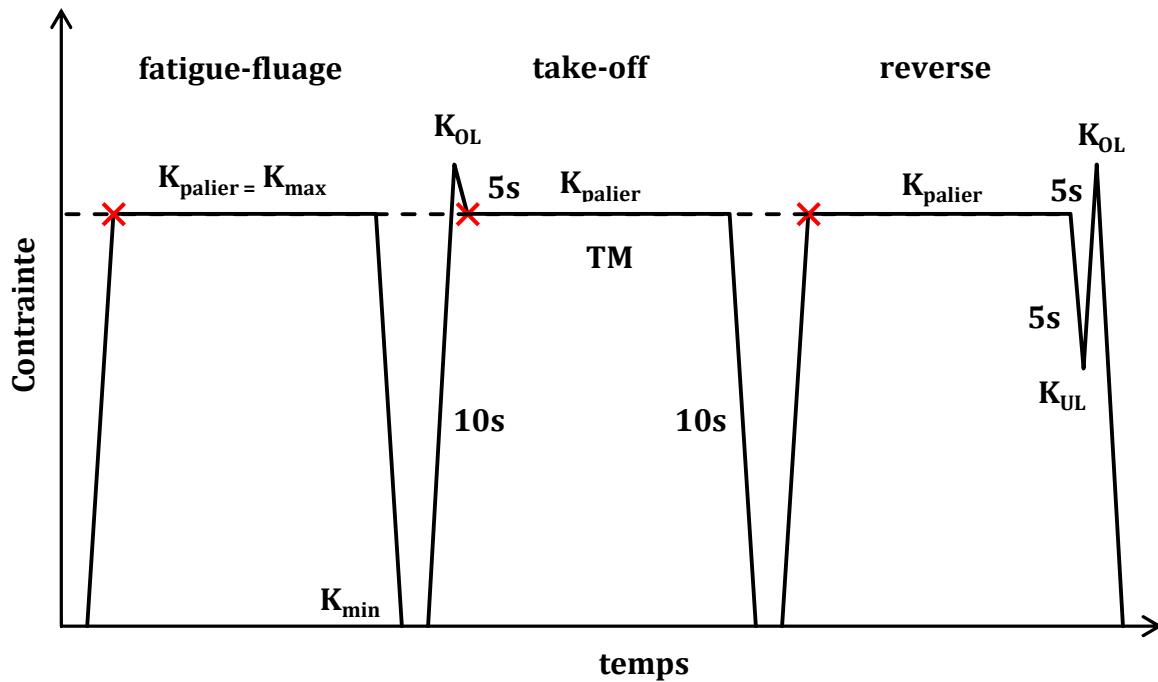


Figure VI-8 : Schéma descriptif des cycles complexes et comparatif avec la fatigue-fluage.  
 $K_{OL}$  et  $K_{UL}$  désignent la valeur de  $K$  à la surcharge (overload) et à la souscharge (underload), respectivement

Pour le cycle reverse, le taux de la décharge partielle appliqué après le temps de maintien est de 60%, valeur représentative d'un cycle moteur. Il est défini comme (voir notations en Figure VI-8) :

$$\%_{UL} = \frac{K_{palier} - K_{UL}}{K_{palier} - K_{min}} = \frac{K_{palier} - K_{UL}}{\Delta K}$$

Les cycles take-off et reverse sont caractérisés par le taux de surcharge défini comme :

$$\%_{OL} = \frac{K_{OL} - K_{palier}}{K_{palier} - K_{min}} = \frac{K_{OL} - K_{palier}}{\Delta K}$$

Pour tous les cycles, les rampes de mise en charge et décharge ont une durée de 10s. Elles sont donc équivalentes en termes de fréquences à un cycle de fatigue pure à 0.05Hz.

Les vitesses de propagation sont mesurées pour ces différents cycles au début du temps de maintien (voir repères en Figure VI-8), donc pour un même niveau de chargement  $K_{palier}$ . Ce point de mesure est choisi en première intention car il est comparable pour les cycles de fatigue-fluage, take-off et reverse. Ce choix de méthode de dépouillement des essais, et son impact potentiel sur l'interprétation des résultats, sera discuté par la suite.



### VI.3.2 Vitesses de propagation sous chargement complexe

Des essais pour des cycles take-off et reverse sont réalisés pour des taux de surcharge  $\%_{OL}=37\%$  et  $\%_{OL}=12\%$ , à la température de  $550^{\circ}\text{C}$  et pour un rapport de charge  $R=0$ . La durée du temps de maintien est de 1200s. Les vitesses de propagation sont corrélées avec la valeur de  $\Delta K$  prise lors du temps de maintien. Les données issues des cycles complexes sont comparées à celles issues d'un cycle de fatigue-fluage 10-1200-10 (Figure VI-9).

Les cycles take-off et reverse sont analysés de la façon suivante : les vitesses de propagation sont déterminées cycle à cycle à partir de la mesure de la longueur de fissure réalisée au début du palier à effort maximal (voir Figure VI-8). Ces vitesses sont corrélées avec la valeur de  $\Delta K$  déterminée sur le temps de maintien. Pour les cycles complexes et le cycle 10-1200-10 de référence, le niveau de contrainte lors du temps de maintien est le même et vaut  $800\text{MPa}$ . Ces choix sont faits de sorte à obtenir des données à un point comparable pour l'ensemble des cycles traités. Ils seront discutés par la suite.

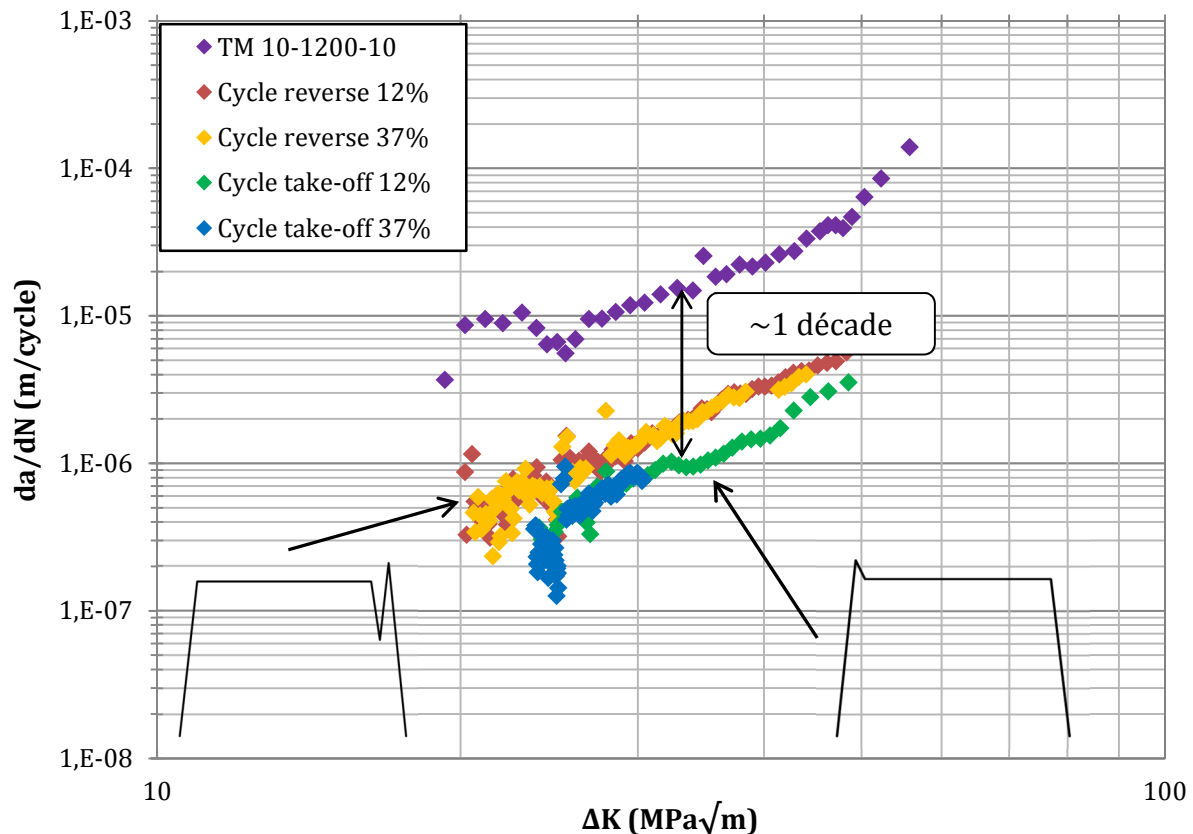


Figure VI-9 : Propagation sous chargement complexe à  $550^{\circ}\text{C}$  (TM=1200s) sur géométrie KBr. Effet de la forme du cycle et du taux de surcharge appliqué

L'application d'une surcharge conduit à un fort abattement des vitesses de propagation comparativement au cycle 10-1200-10 de référence, que ce soit pour un cycle de type take-off ou reverse. Les vitesses sous chargement de type reverse sont cependant plus élevées que celles mesurées sous chargement de type take-off. Cette

hiérarchisation des cycles est en accord avec les données de Prigent [87] bien que dans ce cas, la surcharge après le temps de maintien soit appliquée sans décharge partielle.

Pour les deux cycles testés, il ne semble pas y avoir d'effet du taux de surcharge sur les vitesses de propagation. Ceci peut se justifier par les fortes valeurs du taux de surcharge. En effet, des études montrent par ailleurs, sur Inconel 718, que l'effet bénéfique de la surcharge (pour des cycles identiques au cycle take-off) sature pour une surcharge de 15% à 550°C et des temps de maintien longs (2160s) [36] [102], ou pour une surcharge de 20% à 650°C et des temps de maintien courts (300s) [19].

Les études citées portent sur l'effet du taux de surcharge pour une durée donnée du temps de maintien. Ici, l'effet du temps de maintien pour un taux de surcharge fixé est étudié. Des essais ont été menés à 550°C avec des cycles take-off et une durée du temps de maintien de 300s, 1200s et 3600s. Le taux de surcharge est alors de 12%, valeur considérée suffisante pour saturer l'effet bénéfique de surcharge pour un temps de maintien de 1200s (voir Figure VI-9). Un essai complémentaire pour une surcharge de 8% et un temps de maintien de 1200s montre des vitesses de propagation identiques au cycle avec 12% de surcharge. Les résultats sont présentés en Figure VI-10.

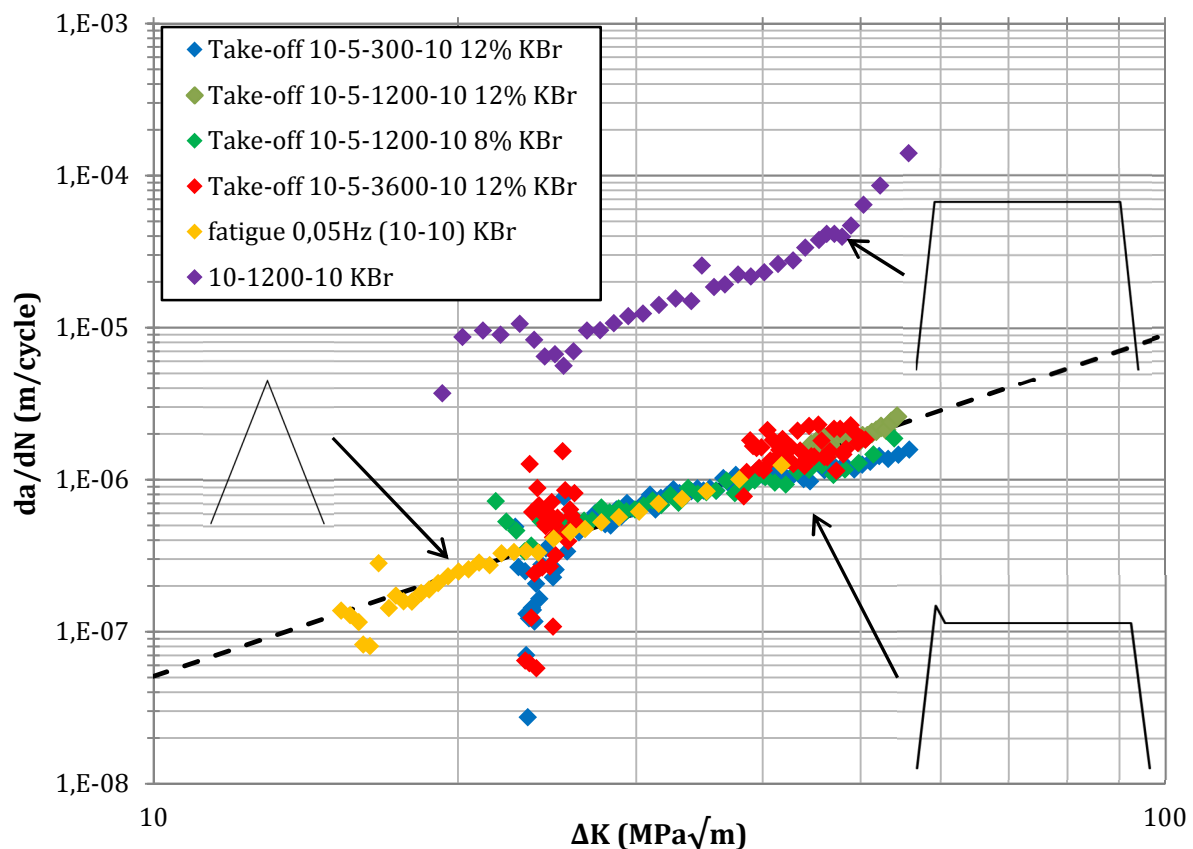


Figure VI-10 : Effet du temps de maintien pour un cycle take-off à 550°C,  $\%_{OL}=12\%$  et comparaison au cycle de fatigue-fluage 10-1200-10 sans surcharge et au cycle de fatigue pure 10-10 (0.05Hz)

Tout d'abord, pour un taux de surcharge appliqué de 12%, les vitesses de propagation sont les mêmes quel que soit le temps de maintien (de 300s à 3600s). Un taux de surcharge plus faible, supposé insuffisant pour saturer l'effet de surcharge, aurait certainement conduit à un écart entre les courbes obtenues pour les différents temps de maintien. Le second point remarquable est l'excellente correspondance entre les vitesses obtenues pour les cycles take-off et 10-10 (fatigue 0.05Hz).

Cette corrélation entre les vitesses sous chargement complexe et fatigue à 0.05Hz montre une annulation complète de l'effet du temps de maintien. Ce résultat est important du point de vue de la modélisation des effets de surcharge car une approche pragmatique reviendrait alors à simplifier un cycle complexe en un simple cycle de fatigue avec des rampes de charge et décharge identiques à celles du cycle avec surcharge.

L'effet de la surcharge peut s'expliquer par la mise en compression de la pointe de fissure suite à la décharge partielle, au début du temps de maintien [36]. Cet état de compression protège la pointe de fissure des effets de l'environnement en s'opposant à la diffusion d'espèces endommageantes en pointe de fissure.

Molins, en réalisant des essais où un cycle environnemental est superposé au cycle de fatigue-fluage, conclut que l'effet de l'environnement durant le temps de maintien n'est actif que lorsque la pointe de fissure est sollicitée en traction et que la vitesse de déformation est non nulle et strictement positive. Considérant les essais avec surcharge comme une relaxation forcée en pointe de fissure avant l'application du temps de maintien, les auteurs concluent que la vitesse de déformation au début de celui-ci est alors nulle, ou tout du moins insuffisante, et l'effet néfaste de l'environnement ne peut alors intervenir.

L'analyse des essais de fatigue-fluage menée jusqu'à présent peut conduire à supposer les mécanismes suivants dans le cas d'un cycle take-off ou reverse :

- Annulation des effets environnementaux lors du temps de maintien par la mise en compression ou l'effet de la vitesse de déformation locale
- Réduction de la contribution de fluage et donc :
- Réduction des irrégularités géométriques du front de fissure liées à la propagation par fluage, et donc :
- Amplification moindre de la contribution de fatigue par effet de dépliement de la courbure et de la tortuosité du front, et donc :
- Vitesse de propagation sur le cycle complexe complet plus faible qu'en fatigue-fluage

Les contributions de fatigue et de fluage sont extraites pour les cycles take-off. Le résultat typique de cette décomposition est illustré en Figure VI-11 et Figure VI-12 pour des temps de maintien de 300s et 1200s, respectivement. Comme pour les essais en fatigue-fluage (sans surcharge), la contribution de fatigue est prépondérante sur la contribution de fluage. Contrairement aux conditions de fatigue-fluage, la contribution de fatigue est ici identique aux vitesses sous chargement de fatigue pure à 0.05Hz car non amplifiée par l'effet du fluage. L'interaction fatigue-fluage, et donc l'effet du temps de maintien, sont alors annulés par l'application de la surcharge.

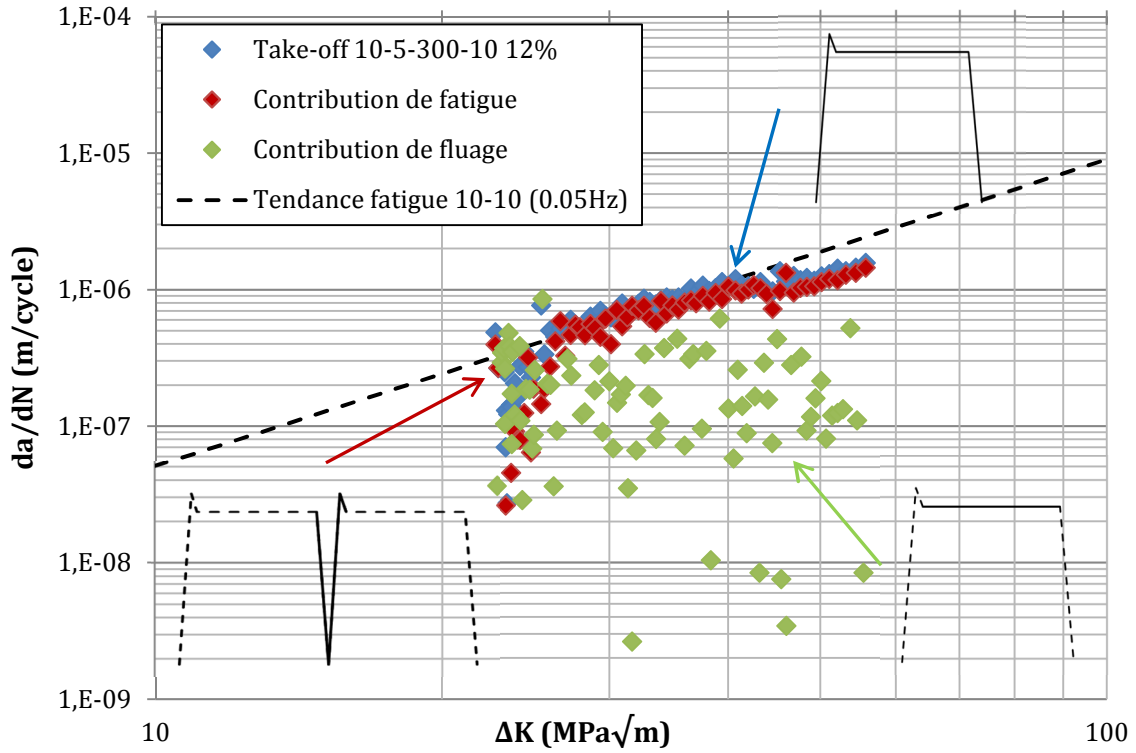


Figure VI-11 : Décomposition d'un cycle take-off (TM=300s) en une contribution de fatigue et de fluage.  
T=550°C

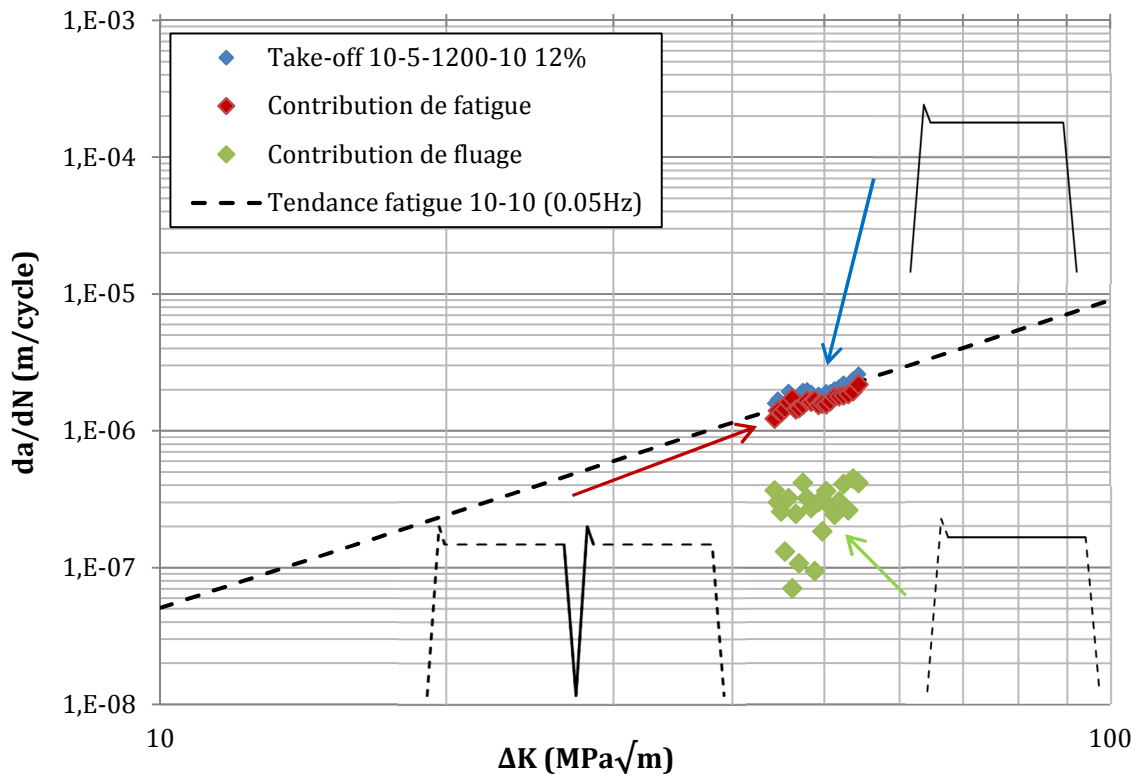


Figure VI-12 : Décomposition d'un cycle take-off (TM=1200s) en une contribution de fatigue et de fluage.  
T=550°C

La contribution de fluage extraite des cycles take-off est présentée en Figure VI-13 et comparée à celle obtenue pour les cycles de fatigue-fluage sans surcharge. Malgré une dispersion importante des données (due aux faibles avancées de fissure lors des temps de maintien), la contribution de fluage est plus faible en présence d'une surcharge. Cela tend à confirmer l'effet de la surcharge sur la contribution du fluage pouvant s'expliquer notamment par la présence de contraintes résiduelles de compression suite à la décharge partielle avant le temps de maintien. Ces dernières, en plus de leur effet inhibiteur sur les effets de l'environnement, viennent diminuer la valeur effective de  $K$  en pointe de fissure, d'où les plus faibles avancées de fissures. Ces contraintes résiduelles ne sont naturellement pas prises en compte dans le calcul de  $K$  lors du dépouillement des essais. Les vitesses de propagation sont corrélées avec la valeur de  $K$  calculée à partir de la longueur de fissure courante et du niveau d'effort sur le temps de maintien.

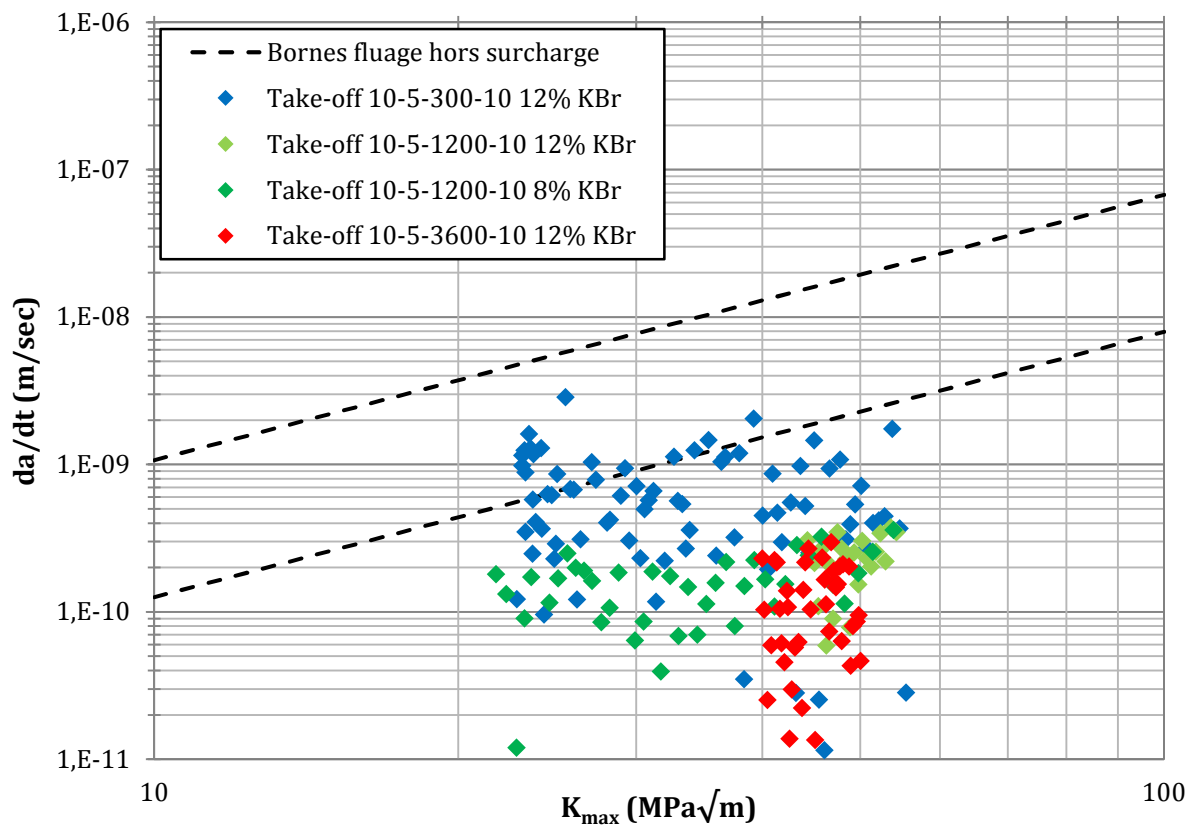


Figure VI-13 : Comparaison des contributions de fluage des cycles take-off et de fatigue-fluage à 550°C

Les cycles avec surcharges (take-off et reverse) sont complexes de par les différents niveaux d'efforts appliqués durant ces cycles. Se pose alors la question de(s) l'instant(s) du cycle à traiter pour le dépouillement des essais : mesure de la longueur de fissure et calcul de  $\Delta K$ . Dans ce paragraphe, le parti a été pris de dépouiller les essais à partir des mesures réalisées sur le temps de maintien du cycle. Les raisons justifiant ce choix ont déjà été évoquées au paragraphe VI.3.1. Cependant, la décomposition des cycles take-off montre que la propagation a lieu essentiellement lors de la décharge-recharge du cycle (contribution de fatigue). Or, les vitesses sont corrélées avec  $\Delta K = K_{\text{palier}}$  et non  $\Delta K = K_{\text{OL}}$ , ce qui semblerait plus naturel connaissant le résultat de la décomposition du cycle (pour rappel  $R=0$ ). Un essai take-off est alors dépouillé en

mesurant les vitesses de propagation et en calculant  $\Delta K$  au sommet de la surcharge, afin de comparer l'effet de la procédure de dépouillement choisie sur les résultats obtenus (voir Figure VI-14).

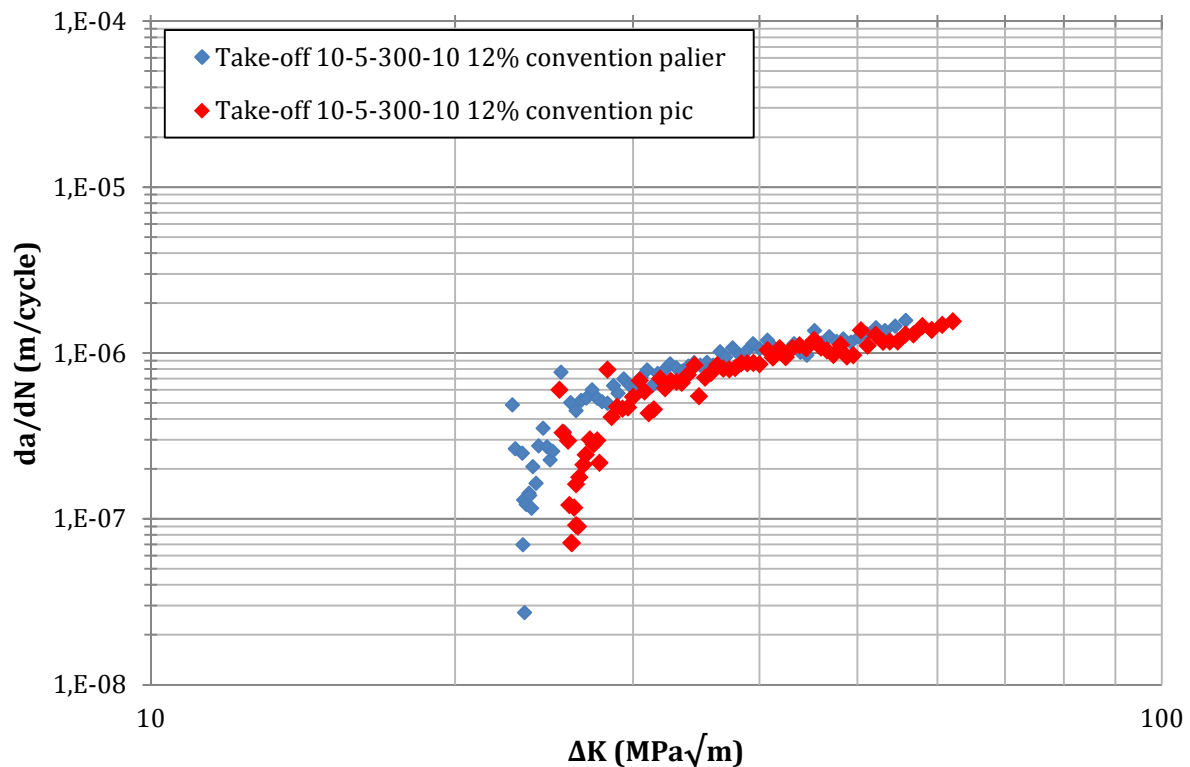


Figure VI-14 : Comparaison des conventions de dépouillement choisies pour le dépouillement des cycles de type take-off

Le choix de mesurer la longueur de fissure sur le temps de maintien (convention dite « palier ») ou au sommet de la surcharge (convention dite « pic ») ne change pas significativement les vitesses de propagation. La différence entre les deux méthodes est portée par les valeurs de  $\Delta K$ , la différence entre les valeurs calculées sur le palier et au sommet de la surcharge étant simplement le taux de surcharge  $\%_{OL}$ . Pour les taux de surcharge testés, la différence entraînée par le décalage des courbes selon l'axe  $\Delta K$  est faible. Les résultats présentés peuvent donc être nuancés selon le choix de la méthode de dépouillement :

- Quelle que soit la convention, il est toujours possible de conclure quant à la saturation des cycles take-off (de 300s à 3600s) sur les cycles de fatigue 10-10 pour une surcharge de 12% ou plus (jusqu'à 37%)
- La prédominance de la contribution de fatigue reste vraie pour les deux conventions considérées
- Il est plus pertinent de corréliser la contribution de fluage avec la valeur de  $K$  calculée sur le temps de maintien, ce qui est le cas en convention « palier »

L'impact de la méthode de dépouillement ne change donc pas les conclusions faites ici.

Des études emploient la convention dite « palier », sans pour autant discuter ce choix [36] [102]. À l'inverse, Ponnelle adopte la convention « pic » stipulant que celle-ci est plus physique que la convention « palier » [19]. Pour de fortes surcharges (50%), la convention « palier » conduit l'auteur à associer les vitesses mesurées (cycle take-off avec 300s de maintien) à des valeurs de  $\Delta K$  de l'ordre de  $12\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  contre  $24\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  en convention « pic ». L'auteur juge irréaliste l'utilisation de la convention « palier » car le seuil de non propagation en fatigue-fluage est de l'ordre de 12 à  $14\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Cependant, les cycles take-off semblent identiques, en termes de vitesses de propagation à des cycles de fatigue de fréquence 0.05Hz. Il semble donc plus pertinent de se reporter au seuil de non propagation en fatigue pure qui est alors de l'ordre de 8 à  $10\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Le sens physique de la convention « palier » n'est alors plus remis en cause, même pour de forts taux de surcharge. Il n'existe donc pas de consensus sur la convention à adopter. La convention « palier » sera donc conservée préférentiellement pour les cycles complexes.

Les résultats des essais de surcharge permettent d'étoffer les réflexions quant à une stratégie de modélisation de la propagation en fatigue, fatigue-fluage et surcharge. Sur la base des résultats obtenus en fatigue pure et fatigue-fluage, le cadre suivant a été proposé :

$$\frac{da}{dN} = \left. \frac{da}{dN} \right|_{fatigue} (\Delta K, f, TM \dots) + \left. \frac{da}{dN} \right|_{fluage} (K_{max}, TM, \dots)$$

$$\frac{da}{dN} = \left. \frac{da}{dN} \right|_{fatigue} (\Delta K, f, TM \dots) + \int_{TM} C_{fluage} K_{max}^{\eta_{fluage}} dt$$

Dans le cas d'un cycle avec surcharge, les contributions de fatigue et de fluage sont a priori dépendantes du taux de surcharge imposé. Dans la mesure où une surcharge suffisamment importante annule l'interaction fatigue-fluage et diminue la contribution de fluage, la dépendance au temps de maintien des contributions de fatigue et de fluage peut se faire avec un temps de maintien équivalent, dépendant du taux de surcharge, selon :

$$\frac{da}{dN} = \left. \frac{da}{dN} \right|_{fatigue} (\Delta K, f, TM_{fat}^{eq} \dots) + \left. \frac{da}{dN} \right|_{fluage} (K_{max}, TM_{flu}^{eq}, \dots)$$

Un temps de maintien équivalent différent existerait pour la fatigue et le fluage. En effet, si la surcharge est suffisante alors l'interaction fatigue-fluage (portée par la contribution de fatigue) doit être nulle. En l'absence d'une surcharge, le modèle doit revenir sur l'écriture établie pour la fatigue-fluage simple. D'où :

$$TM_{fat}^{eq} = g(TM, \%_{OL})$$

$$g(TM, \%_{OL}) = TM \text{ si } \%_{OL} = 0$$

$$g(TM, \%_{OL}) = 0 \text{ si } \%_{OL} \text{ est "grand"}$$

La surcharge, même importante, n'annule cependant pas complètement la contribution de fluage. De même que pour la contribution de fatigue, en l'absence de surcharge, l'écriture doit correspondre à un cycle de fatigue-fluage, d'où :

$$TM_{flu}^{eq} = h(TM, \%_{OL})$$

$$h(TM, \%_{OL}) = TM \text{ si } \%_{OL} = 0$$

$$h(TM, \%_{OL}) \approx 0 \text{ si } \%_{OL} \text{ est "grand"}$$

Ce cadre, appliqué à une surcharge de 12%, par exemple, conduisant à une annulation de l'effet du temps de maintien donnerait alors :

$$\frac{da}{dN} = \frac{da}{dN} \Big|_{fatigue} (\Delta K, f, TM_{fat}^{eq} = 0 \dots) + \frac{da}{dN} \Big|_{fluage} (K_{max}, TM_{flu}^{eq} \approx 0, \dots)$$

La surcharge annule l'interaction fatigue-fluage et diminue grandement la contribution de fluage :

$$\frac{da}{dN} = \frac{da}{dN} \Big|_{fatigue} (\Delta K, f, \dots) + \frac{da}{dN} \Big|_{fluage} (K_{max}, TM_{flu}^{eq} \approx 0, \dots)$$

En négligeant la contribution de fluage, le cycle complexe avec surcharge est alors réduit à l'écriture d'un cycle de fatigue pure :

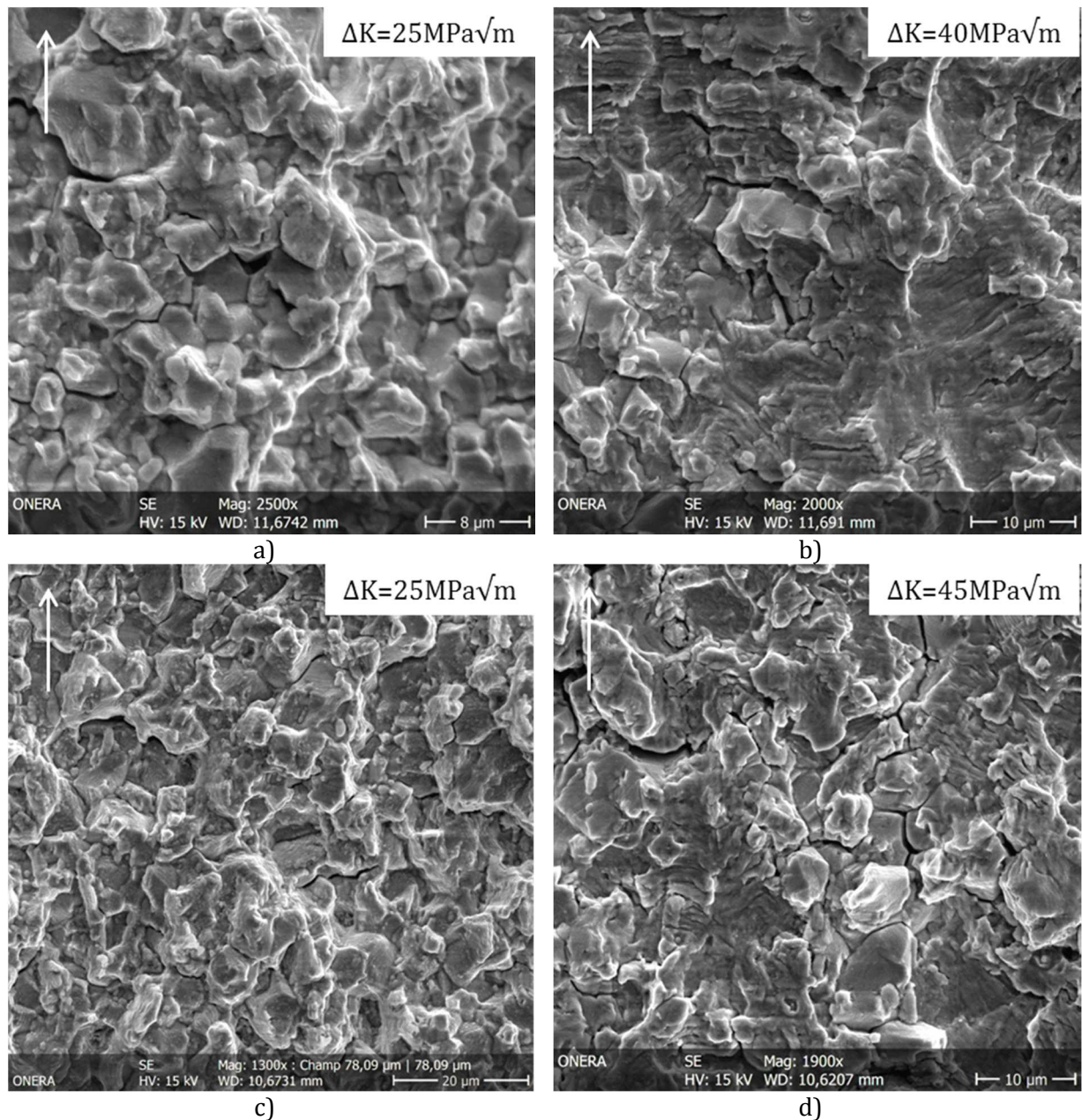
$$\frac{da}{dN} \approx \frac{da}{dN} \Big|_{fatigue} (\Delta K, f, \dots)$$

Ce cadre permettrait, relativement simplement, de reproduire dans une vision 1D l'effet des cycles de fatigue pure, de fatigue-fluage et des cycles avec surcharge.

### VI.3.3 Modes de rupture

Les modes de rupture des essais sous chargement take-off ont été identifiés et sont ici comparés aux observations déjà présentées pour les cycles de fatigue et de fatigue-fluage de référence. La Figure VI-15 illustre le mode de rupture sous chargement take-off ( $\%_{OL}=12\%$ ) pour deux temps de maintien et deux niveaux de chargement  $\Delta K$  (convention « palier »).





**Figure VI-15 : Transition du mode de rupture selon  $\Delta K$  sous chargement take-off à 550°C pour une surcharge de 12%. a) et b)  $T_M=300\text{s}$ , c) et d)  $T_M=3600$**

Pour tous les temps de maintien testés, (300s à 3600s) et un taux de surcharge de 12% à 550°C, la rupture est initialement intergranulaire (voir Figure VI-15a et Figure VI-15c), comme le serait le cycle de fatigue-fluage de temps de maintien équivalent, hors surcharge. Alors que  $\Delta K$  augmente une transition vers un mode de rupture transgranulaire est observée (voir Figure VI-15c et Figure VI-15d). La rupture est alors totalement transgranulaire pour les faibles temps de maintien (300s) tandis que des zones intergranulaires, subsistent pour les temps de maintien les plus longs.

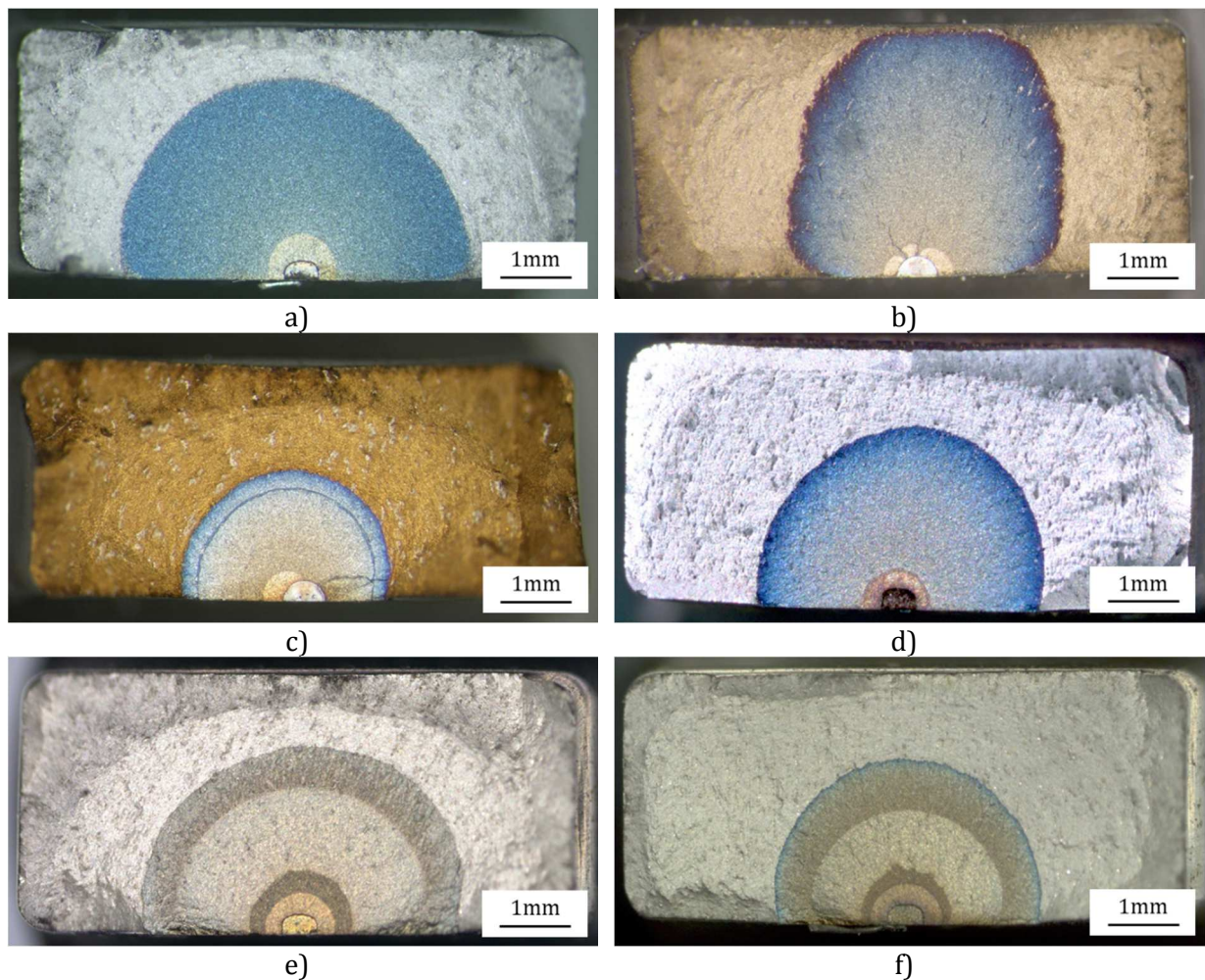
Cette transition du mode de rupture est semblable à ce qui est observé sous chargement de fatigue 10-10. Néanmoins, le caractère transgranulaire observé sur les essais de type take-off est plus marqué qu'en fatigue 10-10, quel que soit le temps de

maintien. Ceci peut se justifier par des valeurs de  $\Delta K$  plus élevées pour les cycles take-off. En effet, la transition de rupture intergranulaire à transgranulaire se fait dans le sens croissant des  $\Delta K$ . Or, les essais take-off sont prolongés jusqu'à des valeurs de  $\Delta K$  supérieures à celles des essais en fatigue 10-10.

Finalement, la correspondance des vitesses de propagation entre les cycles take-off et de fatigue 10-10, se retrouve à l'échelle du mode de rupture. L'annulation de l'effet du temps de maintien (au sens de vitesses de propagation) s'accompagne d'un retour progressif vers une rupture transgranulaire.

### VI.3.4 Faciès de rupture

Enfin, l'analyse des essais de type take-off se termine avec l'observation des faciès de rupture. Les faciès observés en présence d'une surcharge sont ici comparés à ceux obtenus en fatigue 10-10 (0.05Hz) et en fatigue-fluage (Figure VI-16).



**Figure VI-16 : Morphologies des fronts de fissure à 550°C**  
**a) fatigue 0.05Hz, b) fatigue-fluage 10-1200-10, c) reverse 37% TM=1200s, d) reverse 12% TM=300s, e) reverse 12% TM=1200s en marques sombres (marques claires : propagation par fatigue à 2Hz), f) reverse 12% TM=3600s en marques sombres (marques claires : propagation par fatigue à 2Hz)**

En présence d'une surcharge, les fronts de fissure observés présentent une morphologie semi-circulaire, sans épinglage prononcé en surface ni tortuosité (comparer Figure VI-16c-f à Figure VI-16b). Les symptômes géométriques observés en fatigue-fluage et associés aux fortes vitesses de propagation sont donc absents lorsqu'une surcharge est appliquée. Ceci est donc cohérent avec la diminution des vitesses de propagation et en particulier, l'absence d'interaction entre les contributions de fatigue et de fluage, associée aux effets géométriques. Par ailleurs, les morphologies induites par la présence d'une surcharge sont très semblables à celles observées sous chargement de fatigue 10-10, ce qui conforte l'analogie établie pour ces deux formes de cycles à l'échelle des vitesses de propagation et du mode de rupture.

## VI.4 Conclusions du chapitre

Il a été montré que la vitesse de mise en charge en fatigue et, dans une certaine mesure, en fatigue-fluage impacte le comportement en propagation à l'échelle des vitesses de propagation, du mode de rupture et de la morphologie du front de fissure. En fatigue, une forte vitesse de mise en charge favorise les faibles vitesses de propagation et une rupture transgranulaire, et inversement pour les plus faibles vitesses de mise en charge. En fatigue-fluage, une forte vitesse de mise en charge diminue, voire annule l'interaction fatigue-fluage et donc, l'effet du temps de maintien. Cela se traduit par un retour à de la rupture transgranulaire et une disparition de la courbure et de la tortuosité du front de fissure habituellement observées en fatigue-fluage. L'effet du temps de maintien est donc annulé à toutes les échelles considérées.

Par ailleurs, les cycles de type take-off et reverse, montrent que l'application d'une surcharge annule également l'effet du temps de maintien. Ces cycles complexes se comportent alors comme le cycle de fatigue correspondant uniquement à la décharge-recharge du cycle complexe considéré et ce, à l'échelle des vitesses de propagation, du mode de rupture et de la morphologie du front de fissure.

Lorsque l'effet du temps de maintien est annulé, par la vitesse de mise en charge, ou l'application d'une surcharge, le cycle considéré se comporte alors comme un cycle de fatigue pure. Considérant que la décharge du cycle ne contribue pas à la propagation, cette dernière est alors pilotée pas la mise en charge et donc, par la vitesse de déformation en pointe de fissure.

Sous vide, l'effet du temps de maintien est également annulé, par suppression de la composante environnementale. Fatigue pure et fatigue-fluage sont alors équivalentes en termes de vitesses de propagation, de morphologies des fronts de fissure et du mode de rupture qui est alors transgranulaire. L'annulation de l'effet du temps de maintien sous air semble donc analogue à une annulation de l'effet de l'environnement par la vitesse de déformation.

Considérant l'ensemble des résultats présentés jusqu'ici, il est possible d'établir une échelle de nocivité relative aux effets des conditions de chargement sous air :

- Fatigue à forte fréquence  $\Leftrightarrow$  rupture transgranulaire
- Fatigue à faible fréquence  $\Leftrightarrow$  apparition de rupture intergranulaire

- Application d'un temps de maintien (interaction fatigue-fluage)  $\Leftrightarrow$  rupture intergranulaire + effets géométriques

Ceci est illustré en Figure VI-17, complété par les mécanismes identifiés permettant d'annuler l'effet du temps de maintien, soit par suppression de l'effet de l'environnement (essais sous vide), soit application d'une surcharge, toujours en considérant que l'effet de la surcharge est analogue à une annulation de l'effet de l'environnement.

Finalement, les conditions *sine qua non* de l'effet du temps de maintien sont :

- Une rupture intergranulaire
- Une morphologie complexe du front de fissure

La dernière partie de ce manuscrit s'attachera donc à apporter des éléments de réponse quant à l'origine de ces deux phénomènes. En particulier, cela sera discuté vis-à-vis de la vitesse de déformation en pointe de fissure dont l'importance est pressentie.

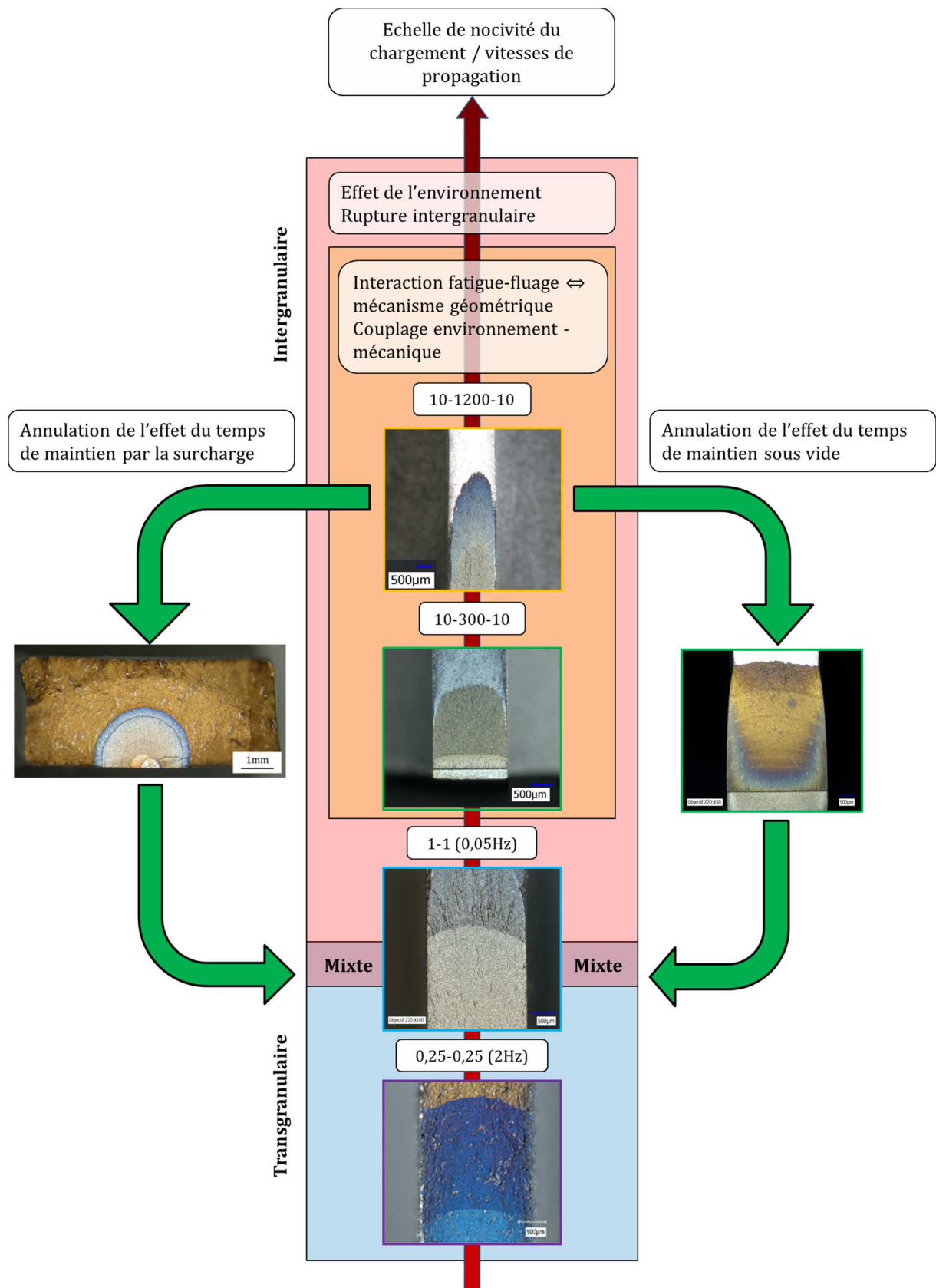


Figure VI-17 : Synthèse schématisant le lien entre la nocivité du cycle de chargement, le mode rupture et la morphologie du front de fissure à l'origine de l'interaction fatigue-fluage. Mise en parallèle de l'annulation de l'effet du temps de maintien par effet d'ordre mécanique ou environnemental





# Chapitre VII Discussion

Il a été montré tout au long de ce manuscrit que l'effet néfaste du temps de maintien sur le comportement en fissuration est, pour toutes les conditions testées, associé à une rupture intergranulaire et surtout, à une morphologie complexe du front de fissure. Inversement, lorsque l'effet du temps de maintien est annulé, les morphologies complexes des fronts disparaissent et la rupture tend à redevenir transgranulaire. La discussion s'articulera donc autour des points suivants :

- Quelles conditions permettent un retour à la rupture transgranulaire ?
- Quels mécanismes sont à l'origine de la formation de la courbure et de la tortuosité des fronts de fissure en fatigue-fluage ?

L'interaction entre les champs mécaniques en pointe de fissure et l'environnement est importante pour analyser ces effets. En particulier, il a été montré par ailleurs [32] l'importance de la vitesse de déformation et de l'état de déformation en pointe de fissure lors du couplage mécanique / environnement. Ce concept est ici repris afin d'analyser les résultats présentés.

## VII.1 Conditions d'annulation de la rupture intergranulaire

### VII.1.1 Concept de ténacité des joints de grains

La rupture intergranulaire peut être vue comme la conséquence de la rupture instable d'une interface liée à la présence d'un défaut très localisé permettant d'atteindre la ténacité du matériau constitutif de cette interface. Bien entendu, dans cette situation, une même longueur de défaut interfacial n'aura pas la même conséquence suivant le mode de chargement de l'interface. Ce dernier est intrinsèquement dépendant de l'état mécanique local comme de l'orientation du plan interfacial vis à vis de la plus grande contrainte principale ou du mode I, II, ou III de sollicitation. Ce concept est évoqué dans des études portant sur :

- l'amorçage de fissure dans l'Inconel 718 DA [98]
- la rupture intergranulaire assistée par l'oxydation [103]
- La propagation de fissure [56] [57]



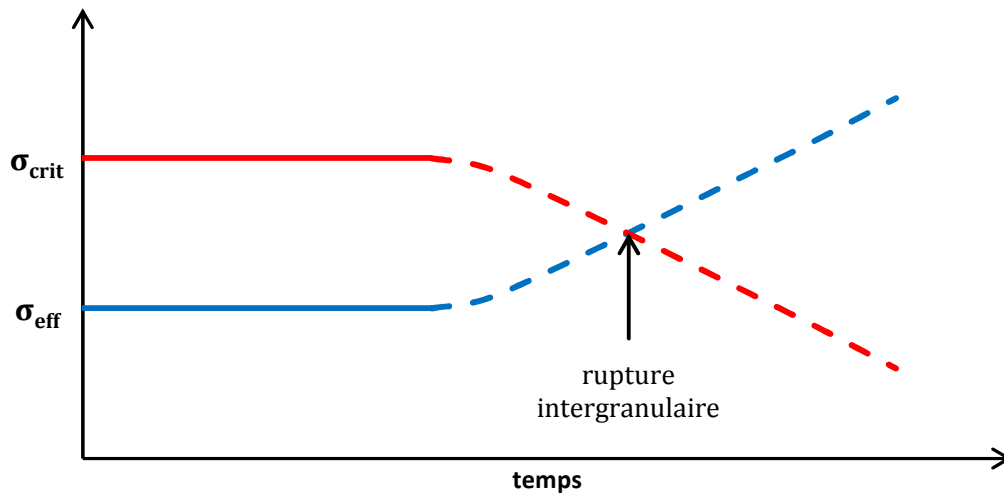


Figure VII-1 : Illustration du concept de ténacité des joints de grains

Si, au cours du chargement la contrainte de décohesion des joints de grains diminue et/ou le chargement augmente, alors les conditions de rupture intergranulaire peuvent être atteintes (Figure VII-1). L'endommagement des joints de grains peut être lié à des mécanismes tels que la diffusion intergranulaire d'oxygène à courte distance en pointe de fissure, l'injection de lacunes dans les joints de grains et la nucléation d'oxydes de nickel et de fer aux joints de grains à la pointe de fissure [57]. Ces mécanismes d'endommagement des joints de grains peuvent être inhibés selon les conditions de chargement mécanique. En particulier, une pré-déformation par fatigue [59] ou par grenailage [56] induit une formation privilégiée de  $Cr_2O_3$ . Ceci est illustré en Figure VII-2, représentant le temps nécessaire à la formation d'une couche de  $Cr_2O_3$ , selon la pression partielle et l'état de surface. La répartition homogène des bandes de glissement, en pointe de fissure par exemple, permet, par diffusion à l'intérieur de celles-ci, d'éviter un appauvrissement en chrome de la surface exposée à l'environnement et donc, favorise la germination et la croissance préférentielle de  $Cr_2O_3$ . Par la suite, la couche formée étant passivante, l'endommagement par diffusion intergranulaire d'oxygène sera limité.

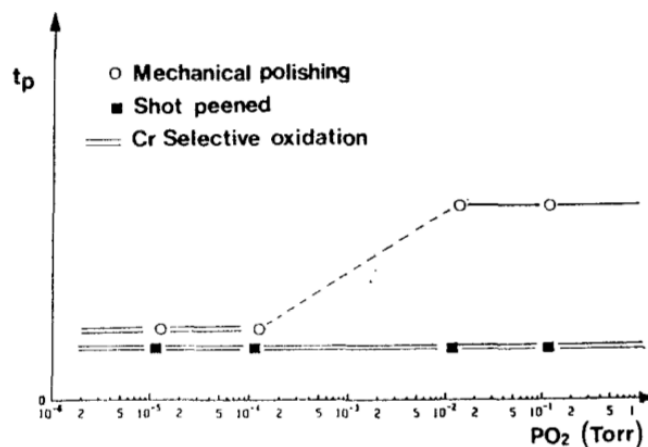


Figure VII-2 : Effet de l'état de surface sur le mécanisme d'oxydation. D'après [56]

En fissuration, les cycles de fréquence élevée conduisent à des vitesses de propagation plus faibles que les cycles de basse fréquence. Ces hautes fréquences de sollicitation favorisent justement une déformation plastique homogène [32] [53]. Du point de vue de la diffusion, la profondeur de matière endommagée par la diffusion intergranulaire d'oxygène sera ainsi réduite.

Enfin, l'effet de la diminution de la ténacité des joints de grains qui pourrait être induite par un enrichissement en oxygène peut être inhibé selon la condition de chargement mécanique du joint. En particulier, une forte vitesse de déformation et un état homogène de déformation plastique seront bénéfiques et inhiberont tout ou partie de l'effet de l'environnement et donc de la rupture intergranulaire.

### VII.1.2 Retour sur les transitions intergranulaire-transgranulaire

Parmi l'ensemble des essais réalisés, certains présentent un changement, éventuellement local, de mode de rupture de intergranulaire à transgranulaire. Les cas de figure rencontrés sont les suivants :

- Transition d'une rupture intergranulaire à transgranulaire au cours de la propagation alors que  $\Delta K$  augmente (ex : cycles 10-10, 1.5-90-1.5, essais avec surcharge à 550°C, cycles 2Hz à 650°C etc...)
- Rupture localement transgranulaire en surface (ex : cycles 10-10, 10-90-10 à 550°C etc...)
- Transition d'une rupture intergranulaire à transgranulaire en fatigue-fluage lors d'un essai de décroissance de charge, dans le régime des faibles  $\Delta K$

Les deux premiers cas de figure concernent le régime de Paris. Dans ces cas ci, la transition de mode de rupture se fait conjointement au développement de la plasticité. En effet, la taille de zone plastique et le taux de déformation en pointe de fissure augmentent avec  $\Delta K$ . Il en est de même pour la localisation en surface de la rupture transgranulaire, la taille de la zone plastique étant plus importante en surface qu'à cœur de l'éprouvette.

La transition d'une rupture intergranulaire à transgranulaire observée dans le régime des faibles  $\Delta K$  en fatigue-fluage peut également s'expliquer par le développement de la plasticité. Certes, dans ce régime, la valeur de  $\Delta K$  est faible et donc, la taille de la zone plastique ainsi que les taux de déformation. Cependant, les vitesses de propagation étant faibles, comparativement au régime de Paris, la pointe de fissure va subir un nombre important de cycles avant qu'elle ne se propage d'un incrément significatif. Une forte plasticité cumulée va donc se développer cycliquement.

Ces deux cas de figure peuvent être reliés par l'homogénéité de la déformation plastique. En effet, Fournier montre que l'homogénéité de la déformation plastique est favorisée pour de forts niveaux de sollicitation. De plus, la déformation plastique tend à s'homogénéiser avec le nombre de cycles appliqués, pour un niveau de déformation donné [71]. Une déformation plastique homogène est favorable, limitant la rupture intergranulaire, d'un point de vue mécanique. En effet, la contrainte est alors répartie de manière homogène sur le joint de grains, limitant ainsi des distorsions localisées et par là même des sur-contraintes locales. Vis-à-vis de l'environnement, une déformation

homogène constitue également un coupe-circuit efficace à la diffusion intergranulaire et donc, l'endommagement des joints de grains.

### VII.1.3 Simulation numérique des champs mécaniques en pointe de fissure

Les données de la littérature évoquées au paragraphe précédent permettent d'expliquer phénoménologiquement le mode de rupture, et son éventuelle variation au cours de la propagation, par l'état de déformation en pointe de fissure. La vitesse de déformation est un paramètre mécanique permettant de relier les analyses des divers auteurs. Nous chercherons donc ici à quantifier les champs mécaniques en pointe de fissure pour les différents cycles testés, en particulier la vitesse de déformation. Nous distinguerons notamment le cas de la rampe de mise en charge de celui du temps de maintien afin de prendre en compte les cycles de fatigue pure et de fatigue-fluage.

#### VII.1.3.1 Méthodologie de calcul

Des calculs éléments finis sont réalisés en 2D en hypothèse de déformation plane pour déterminer les vitesses de déformation en pointe de fissure. Seule la moitié de la section utile de l'éprouvette est maillée, alors représentée par un rectangle. Les dimensions correspondent à celles d'une éprouvette SEN ( $W=16\text{mm}$ ). Le maillage en pointe de fissure est réglé et raffiné à une taille de  $3\mu\text{m}$  (Figure VII-3). Ceci est fait sur un carré de  $150\mu\text{m}$  de côté. Dans cette zone, les éléments sont quadratiques avec 4 points d'intégration. La taille de maille est jugée suffisamment faible face à la taille de la zone plastique. De plus, la pointe de fissure et la zone plastique sont contenues dans la région finement maillée. Le ligament de matière en avant de la pointe de fissure est représenté par des conditions d'encastrement. Enfin, le chargement au loin correspond à une pression appliquée sur la face supérieure du maillage.

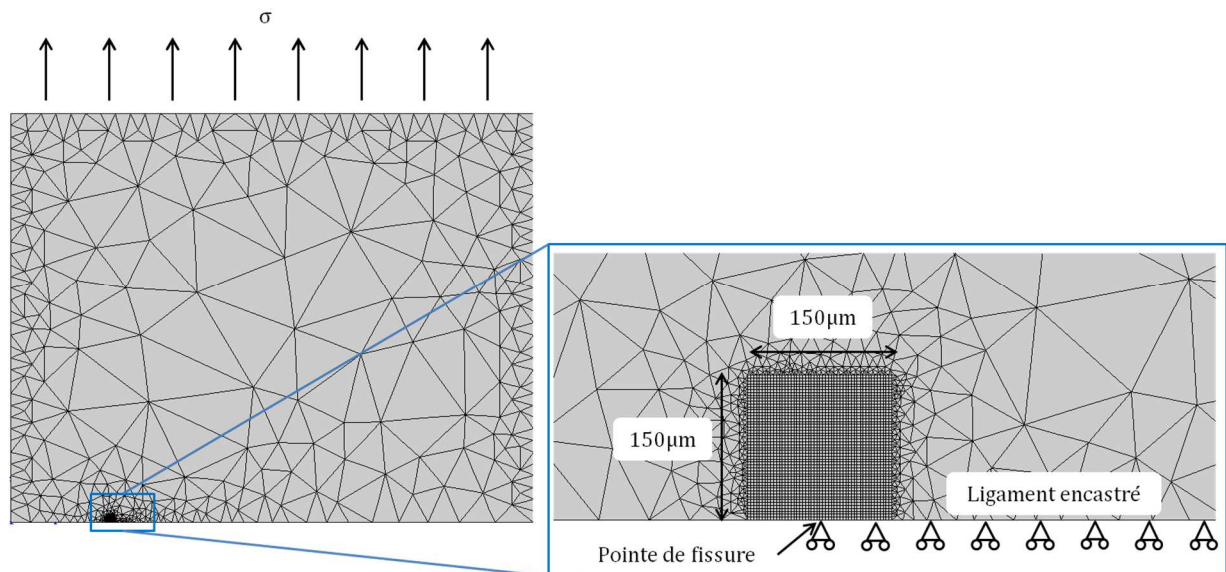


Figure VII-3 : Maillage 2D d'une éprouvette SEN. Maillage en pointe de fissure et conditions aux limites

Les cycles caractérisés expérimentalement sont simulés. Le niveau de contrainte maximal appliqué est systématiquement de 400MPa pour les cycles de fatigue et fatigue-fluage. Pour les cycles avec surcharge, ce niveau dépend du taux de surcharge. Tous les calculs sont réalisés pour un rapport de charge  $R=0$  et des longueurs de fissure allant de 1 à 4mm, soit des valeurs de  $\Delta K$  comprises entre 20 et 65MPa $\sqrt{m}$ . Quatre cycles sont simulés pour chaque condition de sorte à redistribuer les contraintes en pointe de fissure et tendre vers une stabilisation du comportement.

La loi de comportement utilisée est une loi élasto-viscoplastique préalablement identifiée à l'*Onera* sur Inconel 718 DA, à 550°C. Cette loi prend en compte le fort adoucissement cyclique de l'Inconel 718 DA. Celui-ci est représenté par un écrouissage isotrope non linéaire. Une combinaison d'écrouissages cinématiques à seuil permet de représenter la relaxation de la contrainte moyenne lors d'essais cycliques. Enfin, deux lois de Norton sont employées afin de prendre en compte les effets de viscosité aux faibles vitesses de déformation ( $<10^{-5}s^{-1}$ ). Aux plus fortes vitesses de déformation, les effets de viscosité sont peu marqués.

### VII.1.3.2 Vitesse de déformation lors de la mise en charge

Tout d'abord, les boucles de comportement obtenues pour un cycle de fatigue à 2Hz sont présentées en Figure VII-4. Pour un point de Gauss situé dans le premier élément en pointe de fissure (Figure VII-4a), des oscillations de la valeur de la contrainte sont visibles. Il n'a pas été possible de s'affranchir de ces instabilités. À mesure que l'on s'éloigne de la pointe de fissure ces instabilités disparaissent. De plus, le comportement du matériau est alors stabilisé (Figure VII-4b). Le nombre de cycle nécessaire à la stabilisation dépend cependant de la taille de fissure.

En Figure VII-5 sont présentées les boucles d'hystérésis pour un cycle 10-1200-10 et un cycle avec une surcharge de 12% et un temps de maintien de 1200s. Pour le cycle 10-1200-10 (Figure VII-5a), une relaxation de la contrainte est visible durant le temps de maintien. L'application de la surcharge avant le temps de maintien annule cette relaxation durant le temps de maintien (Figure VII-5b).

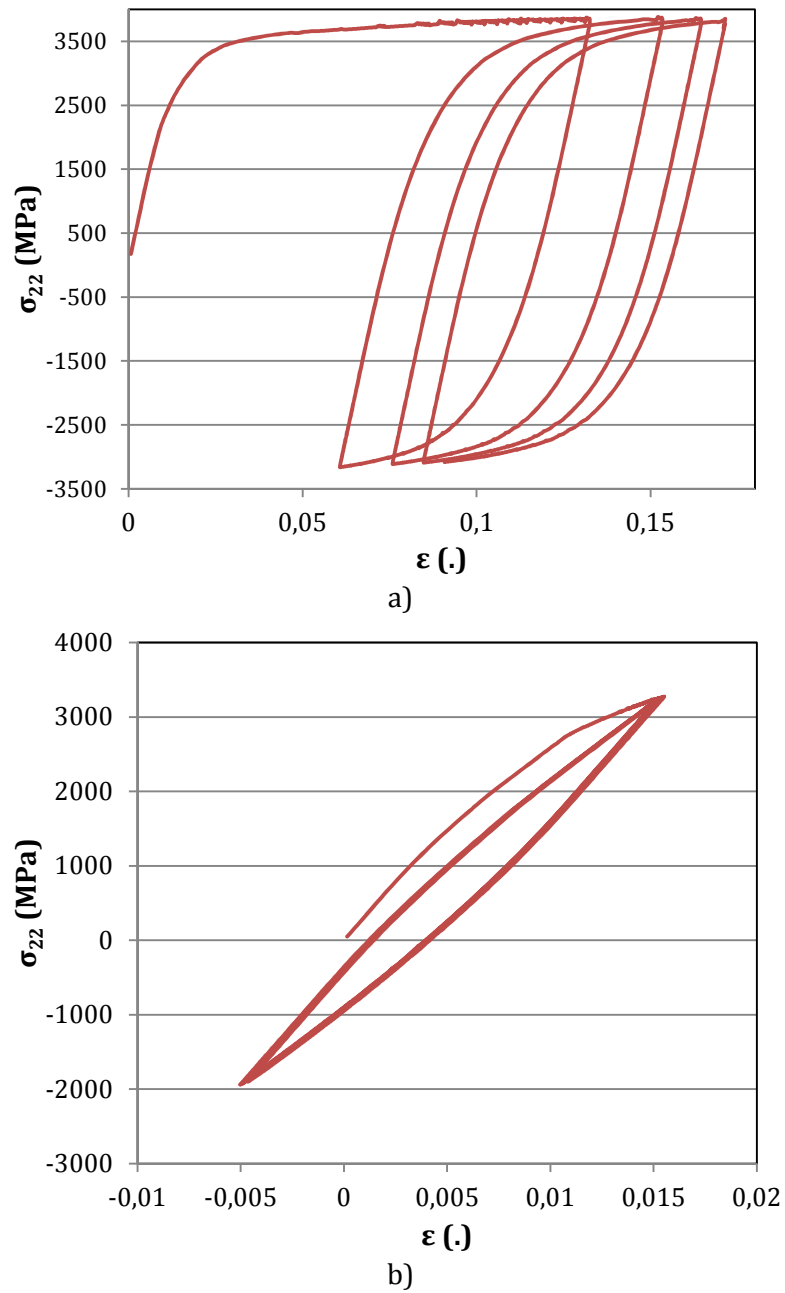
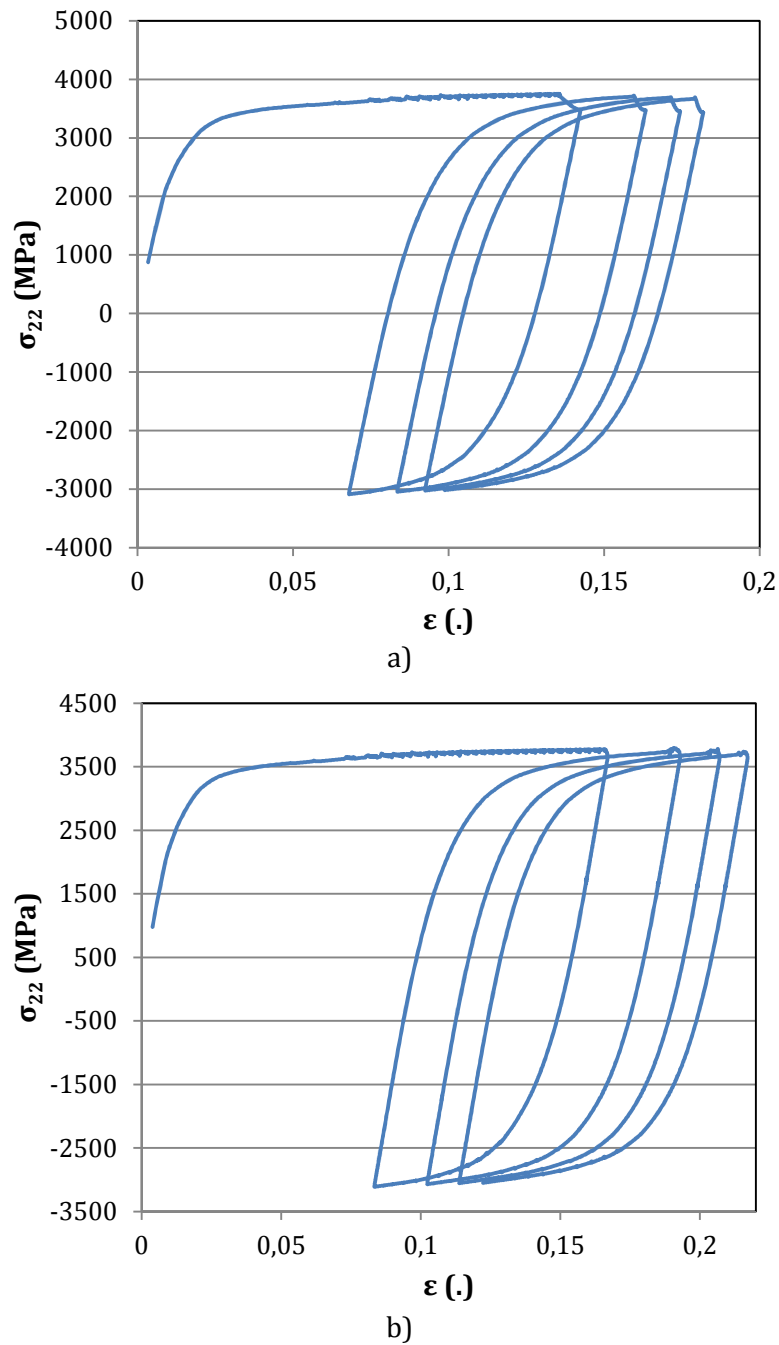


Figure VII-4 : Boucles d'hystérésis pour un cycle de fatigue à 2Hz à 400MPa, pour une longueur de fissure  $a=2\text{mm}$ , à un point de Gauss situé à une distance de la pointe de fissure de : a)  $1\mu\text{m}$  (1<sup>er</sup> élément), b)  $7\mu\text{m}$  (3<sup>e</sup> élément)



**Figure VII-5 : Boucles d'hystérésis pour un point de Gauss à 7 $\mu$ m (3<sup>e</sup> élément) de la pointe de fissure pour : a) un cycle 10-1200-10, b) un cycle avec 12% de surcharge et un temps de maintien de 1200s**

Les vitesses de déformation plastique cumulées lors de la rampe de mise en charge sont présentées en Figure VII-6 pour les différents cycles simulés. Elles sont déterminées à partir des valeurs de déformation calculées sur un point de Gauss situé dans le 3<sup>e</sup> élément en pointe de fissure, soit une distance d'environ 8 $\mu$ m. Ce choix est fait de sorte que les vitesses de déformation soient calculées à partir de boucles d'hystérésis stabilisées et pour lesquelles les oscillations des valeurs de la contrainte sont moindres. Enfin, le point d'intérêt est dans tous les cas contenu dans la zone plastique dont le rayon est compris entre 20 $\mu$ m et 75 $\mu$ m, selon la longueur de fissure.

Il est remarquable que les cycles pour lesquels la rupture est transgranulaire conduisent à des vitesses locales de déformation plastique cumulée supérieure à  $10^{-1}\text{s}^{-1}$ . Les plus faibles vitesses de déformation plastique cumulée correspondent aux cycles pour lesquels la rupture est, au moins pour l'essentiel, intergranulaire. Ce seuil constituerait la vitesse à dépasser en pointe de fissure afin d'entraîner une rupture transgranulaire lors d'une mise en charge. Les cycles présentant une rampe de mise en charge de 10s présentent des vitesses de déformations presque identiques, ce qui est cohérent avec le caractère intergranulaire des cycles 10-10, 10-1200-10 et slow-fast, par exemple. Le cycle avec surcharge, bien qu'ayant une rampe de mise en charge de 10s présente des vitesses de déformation plus élevées, ce qui peut être bénéfique lors de la propagation, bien que l'écart soit faible.

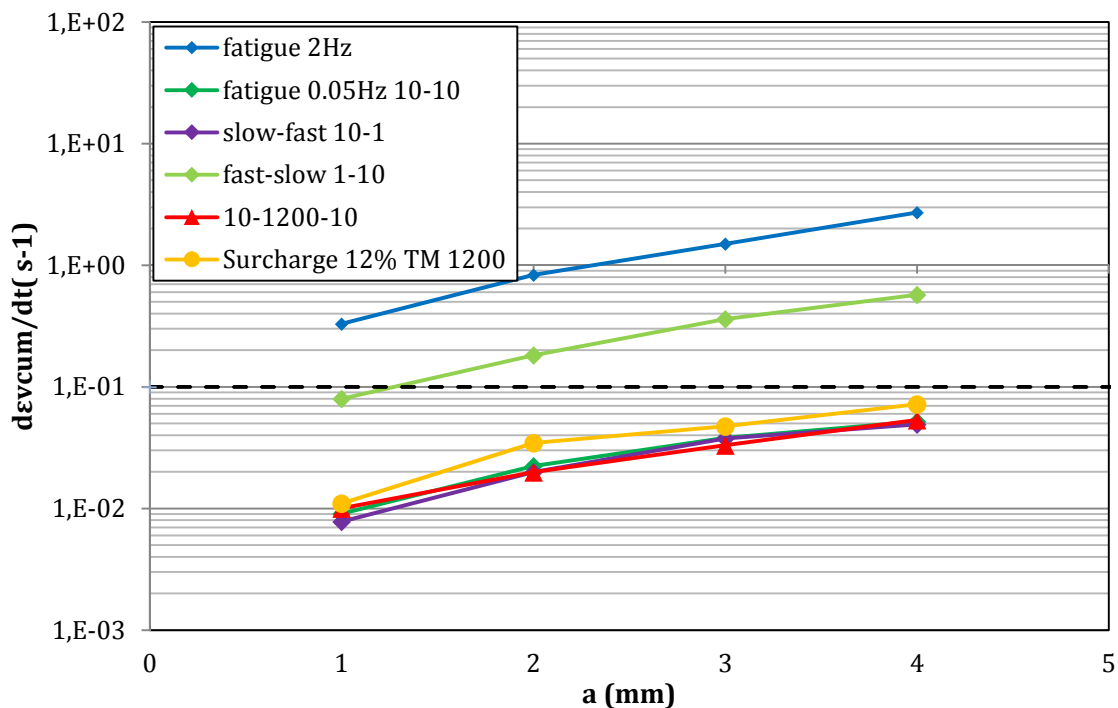


Figure VII-6 : Vitesse de déformation plastique cumulée lors de la mise en charge pour différents cycles de chargement (cycle 4)

Le cycle 10-1200-10 conduit à des vitesses de déformation légèrement plus faibles que le cycle 10-10. Ceci peut expliquer pourquoi un cycle de fatigue-fluage présente une rupture totalement intergranulaire alors qu'un cycle 10-10 peut induire de la rupture transgranulaire alors que la longueur de fissure, et donc la vitesse de déformation (voir Figure VII-6), augmentent. L'application d'une surcharge conduit à des vitesses de déformation supérieures à celles calculées pour le cycle de fatigue-fluage. Ceci est dû au niveau de contrainte plus élevé au moment de la surcharge comparativement au niveau appliqué sur le temps de maintien du cycle 10-1200-10. Enfin, la vitesse de déformation augmente systématiquement avec la longueur de fissure, et donc  $\Delta K$ . Selon les conditions de chargement, les vitesses de déformation calculées pour les plus fortes longueurs de fissure tendent à passer au-dessus de la valeur seuil de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$ .

Finalement, les vitesses de déformation ici présentées s'agencent de façon cohérente avec la nocivité des cycles considérés et le mode de rupture. Les cycles les plus nocifs et conduisant à une rupture intergranulaire présentant une faible vitesse de déformation lors de la mise en charge et inversement. Il n'est pas aisé, d'après les simulations présentées, de distinguer les vitesses de déformation pour des cycles présentant une même vitesse de mise en charge. Les valeurs des vitesses présentées ici sont cependant à considérer à titre comparatif. En effet, comme nous l'avons vu, proche de la pointe de fissure des instabilités sont observées dans la solution du calcul éléments finis. Enfin, la déformation en pointe de fissure excède aisément les 15%. La loi de comportement utilisée n'a évidemment pas été identifiée jusqu'à des niveaux de déformation aussi élevés.

### **VII.1.3.3 Vitesse de déformation lors du temps de maintien**

Les essais ont démontré que le mode de rupture est essentiellement conditionné par la vitesse de mise en charge du cycle, à travers la vitesse de déformation et donc, l'homogénéité de la déformation plastique en pointe de fissure. En revanche, le temps de maintien favorise une rupture intergranulaire. De plus, c'est essentiellement durant ce temps de maintien que l'interaction entre la mécanique et l'environnement a lieu. Nous nous intéresserons donc ici aux vitesses de déformation durant le temps de maintien pour un cycle de fatigue-fluage avec et sans surcharge.

La vitesse de déformation est déterminée dès le début du temps de maintien, juste après la décharge partielle dans le cas des cycles take-off. Les simulations sont menées pour des taux de surcharge de 8%, 12%, 37% et 50%. Ce dernier taux de surcharge n'a pas été testé expérimentalement. Les résultats sont présentés en termes de vitesse de déformation plastique cumulée en Figure VII-7.



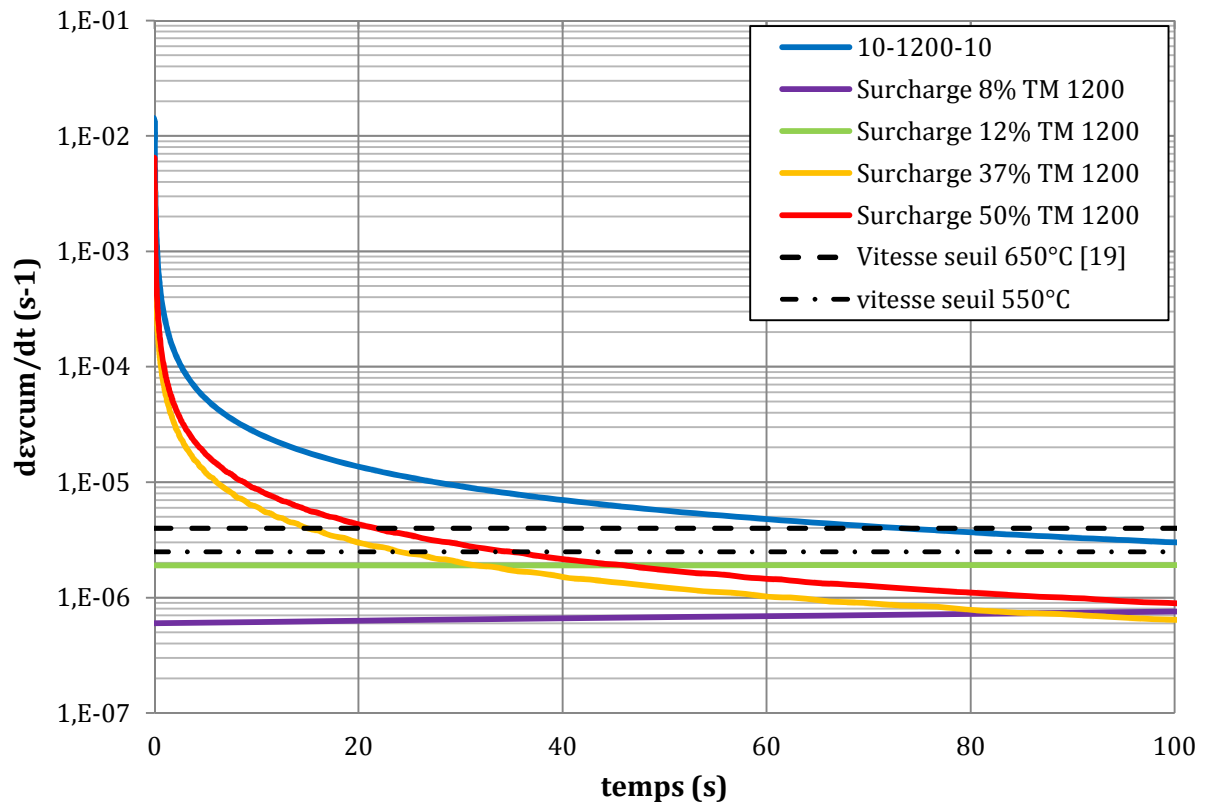


Figure VII-7 : Vitesse de déformation plastique cumulée durant les premiers instants d'un cycle avec ou sans surcharge à 550°C. Longueur de fissure : 1mm soit  $\Delta K=25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Données obtenues au 4<sup>e</sup> cycle simulé

Pour un cycle de fatigue-fluage sans surcharge, la vitesse de déformation diminue de près de trois ordres de grandeur durant les premiers instants du temps de maintien. Les forts taux de surcharge ont pour effet de diminuer d'autant plus rapidement la vitesse de déformation. Pour les faibles taux de surcharge, la vitesse de déformation est quasiment constante durant le temps de maintien et est initialement plus faible que pour les taux de surcharge plus élevés. Les faibles vitesses de déformation durant le temps de maintien induites par la présence de la surcharge est donc bénéfique comparativement à un cycle de fatigue-fluage.

Des travaux menés par Molins sur Inconel 718 [57] montrent, par superposition d'un cycle mécanique de fatigue-fluage 10-300-10 et d'un cycle environnemental au-dessus de la  $P_{O_2}$  de transition identifiée par Andrieu [46] que le cycle d'environnement n'est néfaste que s'il est appliqué au cours des 200 premières secondes du temps de maintien. Les auteurs concluent donc que l'effet de l'environnement n'est actif que si la déformation en pointe de fissure est positive et si la vitesse de déformation est supérieure à une certaine valeur seuil. En dessus de cette limite, la mobilité des dislocations ne serait pas suffisante pour assister la diffusion d'espèces endommageantes vers les joints de grains. Ce résultat est complété par Chassigne qui montre sur N18 que cet effet est dépendant du comportement en relaxation de l'alliage [104]. Ponnelle, exploite les observations faites sur Inconel 718 pour déterminer numériquement la valeur seuil de vitesse de déformation à 650°C qui est alors estimée à  $3,9 \cdot 10^{-6} \text{s}^{-1}$  [19]. Par la même méthode, et supposant les résultats d'Andrieu valables à 550°C (températures à laquelle les simulations sont ici réalisées), la vitesse seuil de

déformation plastique cumulée est estimée à  $2,5 \cdot 10^{-6} \text{s}^{-1}$ , dans notre cas. En toute rigueur, il serait nécessaire de reproduire l'expérience de Molins à  $550^\circ\text{C}$ , température d'intérêt de notre étude.

Une étude récente portait sur la diffusion du chrome dans l'Inconel 600 [105]. En faisant diffuser du chrome dans l'alliage au cours d'un essai de fluage, les auteurs montrent que le coefficient de diffusion du chrome est augmenté de 2 ordres de grandeur à  $350^\circ\text{C}$ . À  $550^\circ\text{C}$ , l'augmentation du coefficient de diffusion est inférieure à 1 ordre de grandeur. À l'inverse, une pré-déformation de l'échantillon n'influence pas la diffusion du chrome. La diffusion du chrome est donc assistée par la vitesse de déformation. Supposant qu'un mécanisme similaire s'applique à l'oxygène, l'effet d'une surcharge est donc bénéfique, vis-à-vis de l'environnement, par la diminution de la vitesse de déformation au cours du temps de maintien, limitant donc l'endommagement des joints de grains par diffusion d'espèces endommageantes.

La vitesse de déformation qui a été caractérisée en terme de vitesse de déformation plastique cumulée, va maintenant l'être en terme de vitesse de déformation plastique (Figure VII-8). Ce faisant, l'information de l'état de compression ou de traction en pointe de fissure est conservée. Les surcharges les plus fortes conduisent alors à des vitesses de déformation négatives. L'effet de la surcharge sur la vitesse de déformation est alors présent sur les premières secondes du temps de maintien. Ceci semble cohérent, supposant que l'endommagement lié à l'environnement se fait selon un mécanisme à courte portée [46] [57].

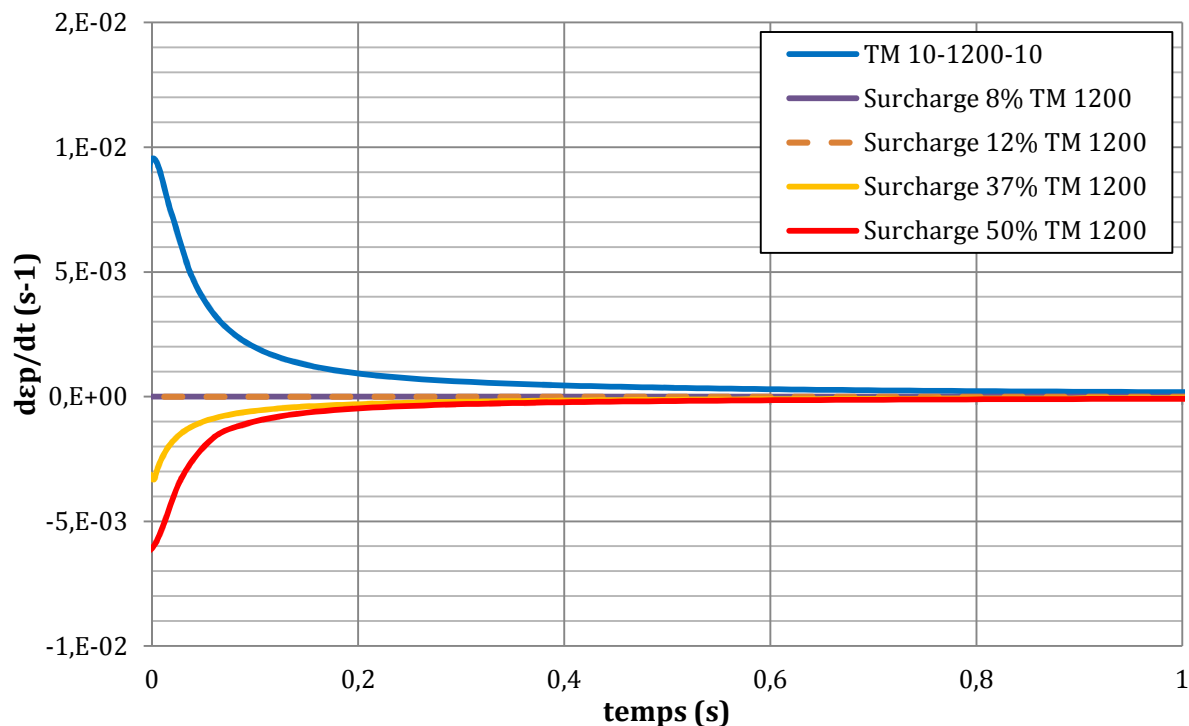


Figure VII-8 : Vitesse de déformation plastique durant les premiers instants d'un cycle avec ou sans surcharge à  $550^\circ\text{C}$ . Longueur de fissure :  $1\text{mm}$  soit  $\Delta K=25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Données obtenues au 4<sup>e</sup> cycle simulé

Enfin, le fait que les surcharges de 8% et 12% ne conduisent pas à une vitesse de déformation plastique négative se confirme par le profil de contrainte en avant de la pointe de fissure (Figure VII-9). Une surcharge de 37% ou 50% est nécessaire pour obtenir une mise en compression de la pointe de fissure sur 2µm et 4µm respectivement.

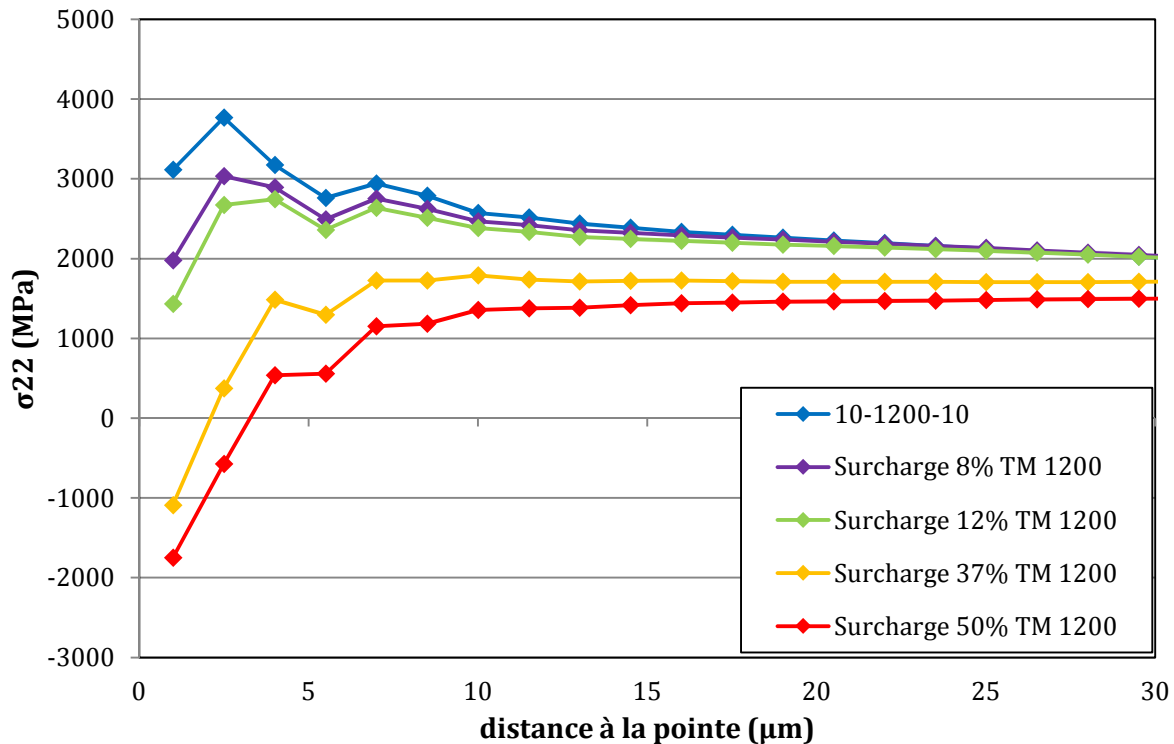


Figure VII-9 : Profils de contrainte normale au plan de propagation pour différents taux de surcharge à 550°C  
Données obtenues au 4<sup>e</sup> cycle simulé

Ces calculs montrent que l'effet de la surcharge est bénéfique d'un point de vue mécanique par la mise en compression générée. La valeur effective de  $\Delta K$  en pointe de fissure doit être diminuée par la mise en compression. Les joints de grains sont alors moins sollicités mécaniquement lors du temps de maintien. D'autre part, la vitesse de déformation dans les premiers instants du temps de maintien est fortement influencée par la surcharge. Une diminution de la vitesse de déformation limite le transport d'espèce endommageantes en pointe de fissure. Ceci permettrait alors de limiter la réduction de la ténacité de joints de grains (voir paragraphe VII.1.1) et donc limiter la rupture intergranulaire et les fortes vitesses de propagation associées.

#### VII.1.4 Relation comportement mécanique – mode de rupture

La vitesse de déformation a également un impact sur le comportement macroscopique de l'Inconel 718. Plusieurs études ont permis d'établir un lien strict entre la vitesse de déformation imposée lors d'un essai de traction et l'occurrence d'instabilités plastiques de type PLC [73] [74] [106]. Ces données ont déjà été présentées au cours de l'étude bibliographique. La Figure VII-10 est une cartographie du domaine d'apparition du PLC sur Inconel 718, dans son état trempé revenu (données

issues de [74]). Les données (voir paragraphe II.1.4) issues de la présente étude sur l'Inconel 718 DA y sont également reportées. La frontière entre le domaine du PLC et du DSA est, sur la base du peu d'essais disponibles, légèrement décalée vers les fortes vitesses de déformation pour l'Inconel 718 DA.

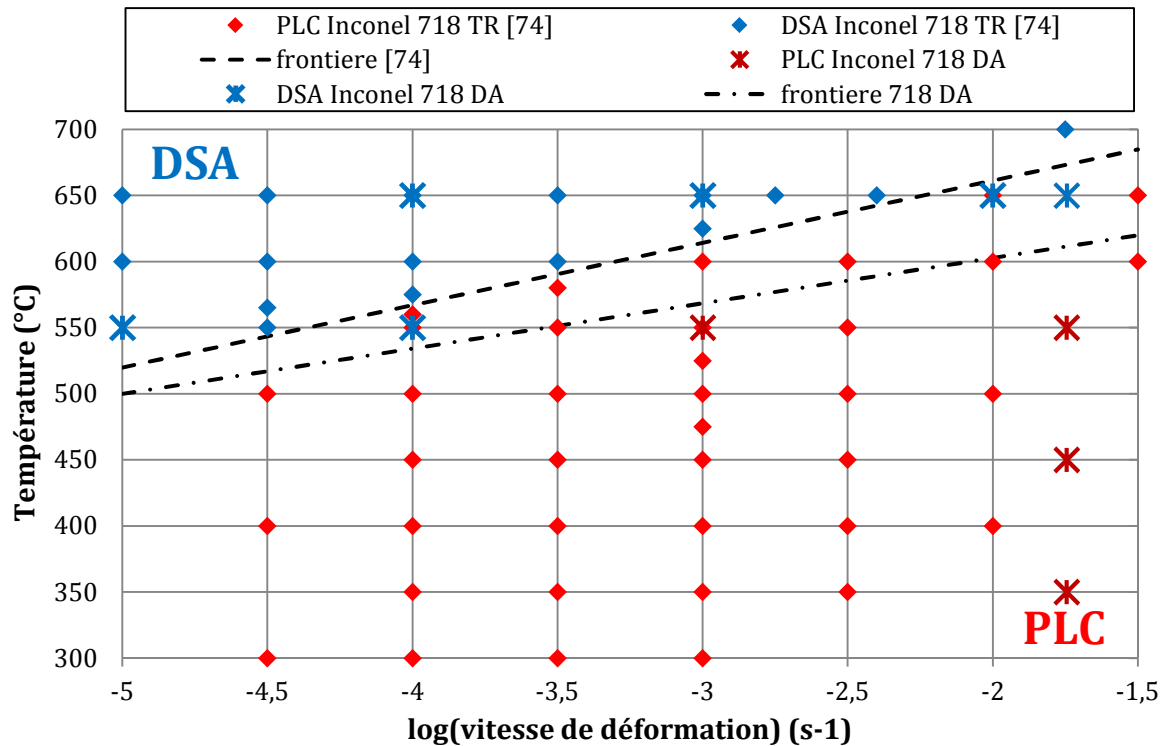


Figure VII-10 : Cartographie du domaine d'apparition des instabilités de type PLC.

Sous air, l'apparition du PLC s'accompagne d'une rupture transgranulaire ductile, tandis que de la rupture intergranulaire apparaît dans le régime du DSA. Les vitesses de déformation élevées ont donc un rôle bénéfique vis-à-vis de l'occurrence du PLC. En effet, une instabilité se traduit par une décharge ponctuelle. Au moment de celle-ci, les joints de grains seront moins sollicités. Toute chose égale par ailleurs, si d'autres effets n'impactent pas la ténacité des joints, alors la rupture intergranulaire peut être inhibée ou limitée. Cela se confirme par l'observation des faciès de rupture. Aux faibles vitesses de déformation, et donc en l'absence de PLC, de la rupture intergranulaire est visible dans les zones d'amorçage. La taille de ces zones intergranulaires diminue avec l'augmentation de la vitesse de déformation. Lorsque du PLC se déclenche, la rupture est totalement transgranulaire à cupules. Ces observations sont en accord avec celles de Max [74]. Il y a donc un lien clair entre la vitesse de déformation, l'apparition d'instabilités plastiques et le mode de rupture.

Cette analyse peut être transposée au cas d'un essai de fissuration, mais cela suppose alors que le PLC puisse se déclencher à l'intérieur de la zone plastique en pointe de fissure. Pour l'Inconel 718 DA, la frontière entre PLC et DSA se situe à une vitesse de déformation de  $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  à  $550^\circ\text{C}$ . Numériquement, il a été possible de définir une valeur seuil de la vitesse de déformation en pointe de fissure de  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , durant la rampe de mise en charge, délimitant les cycles conduisant à de la rupture intergranulaire ou

transgranulaire. L'ordre de grandeur de ces deux frontières n'est pas comparable. Bien sûr, les résultats des calculs sont à considérer avec précaution, cependant, d'autres éléments sont à prendre en considération, en particulier le taux de triaxialité qui doit être différent sur une éprouvette cylindrique de traction et à la pointe d'une fissure qui plus est, de morphologie complexe. Wang montre que le taux de triaxialité augmente proche des bandes de PLC se déclenchant sur des éprouvettes cylindriques [107]. Il serait dans tous les cas intéressant de vérifier que des instabilités de type PLC peuvent se déclencher dans un volume plastique aussi réduit que la zone plastique en pointe de fissure.

Enfin, la question de la validité de l'analogie faite entre le comportement en pointe de fissure et celui observé lors d'un essai de traction se pose aussi selon les vitesses de propagation considérées. En Figure VII-11, sont représentées des données d'essais réalisés à 550°C en fatigue et fatigue-fluage sur géométrie SEN uniquement. Face à l'axe de  $\Delta K$  sont reportées les tailles de zones plastiques correspondantes. Les deux droites en traits discontinus correspondent à l'égalité entre la vitesse de propagation et la taille de zone plastique monotone ou cyclique. Il apparaît que des conditions aussi sévères que 1200s de temps de maintien conduisent à une avancée à chaque cycle supérieure à la taille de zone plastique. Dans ces conditions extrêmes, il semble donc raisonnable de considérer chaque mise en charge des cycles comme un essai de traction local. Cette analyse ne semble en revanche plus viable si l'on considère des temps de maintien courts (300s) à moins de faire la comparaison avec la taille de zone plastique cyclique.

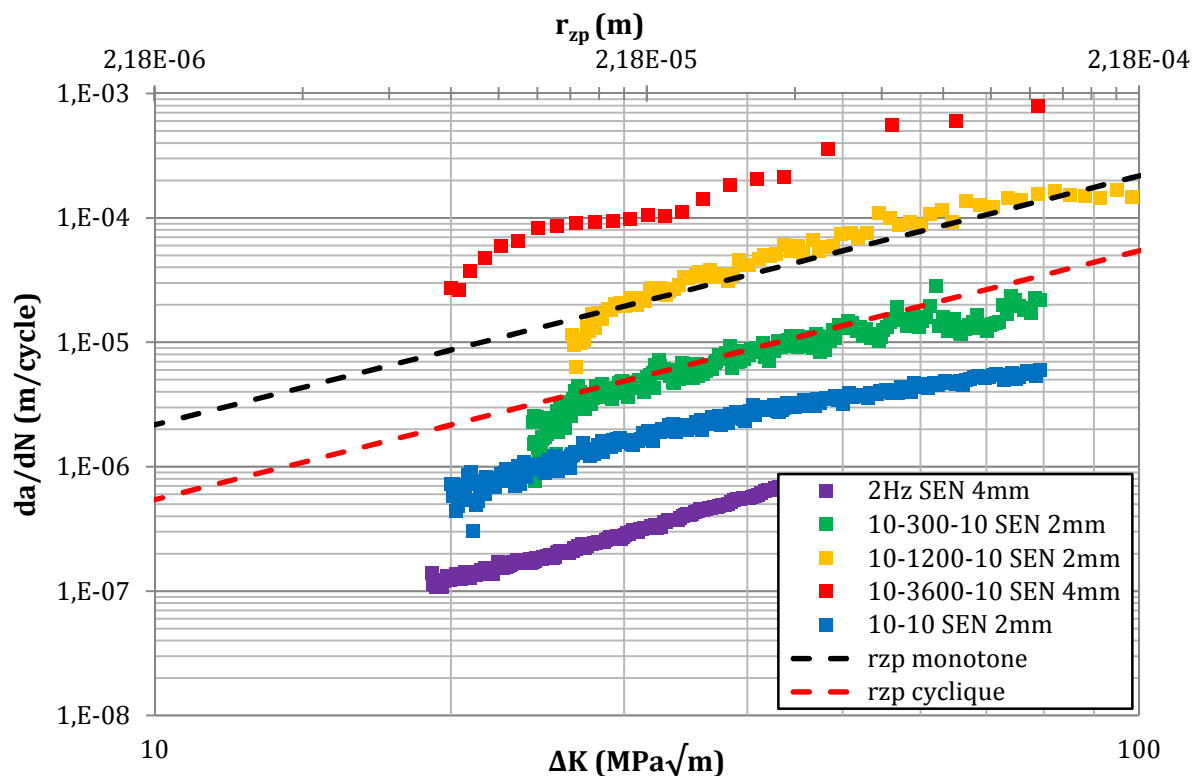


Figure VII-11 : Comparaison des vitesses de propagation à 550°C à la taille de zone plastique monotone et cyclique

## VII.2 Origine des morphologies de fissure observées en fatigue-fluage

### VII.2.1 Le fluage, initiateur de la courbure et la tortuosité

Les conditions de fatigue-fluage conduisent systématiquement à une forte courbure et une tortuosité du front de fissure. La comparaison des faciès obtenus en fatigue et fatigue-fluage ne permet cependant pas de déterminer strictement l'origine de ces morphologies. La Figure VII-12 illustre un front de fissure obtenu lors d'un essai de propagation par fluage pur. Il apparaît clairement que le fluage seul permet l'apparition de la courbure et de la tortuosité. Sur cet exemple, le paramètre de *tunneling* est  $p_t \approx 0.6$  et l'amplitude de la tortuosité peut atteindre 1mm.

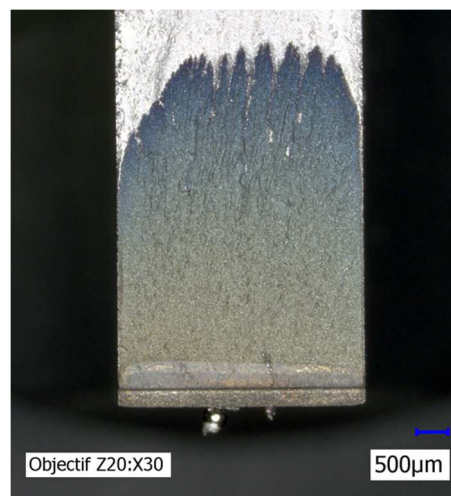


Figure VII-12 : Faciès de rupture suite à un essai de propagation par fluage à 550°C, 400MPa

Ce constat précise donc que c'est bien le temps de maintien seul du cycle de fatigue-fluage qui génère ou initie la morphologie complexe du front. Nous discuterons maintenant, pour la courbure puis la tortuosité, les mécanismes locaux pouvant expliquer ce phénomène.

### VII.2.2 Mécanismes possibles à l'origine de la courbure

#### VII.2.2.1 Effet de fermeture

Le phénomène de fermeture de fissure a été mis en évidence par Elber qui montre qu'une fissure peut rester fermée si le chargement en traction imposé n'est pas suffisamment élevé et ne pourra donc pas se propager si un seuil d'ouverture n'est pas atteint [108]. De ces observations est née la notion d'amplitude effective du facteur d'intensité des contraintes,  $\Delta K_{\text{eff}}$ , correspondant à la partie du cycle durant laquelle la fissure est ouverte et peut donc propager. La fermeture peut avoir plusieurs origines :

- Fermeture induite par la plasticité [108] [109]
- Fermeture induite par la rugosité [110]
- Fermeture induite par l'oxydation [111]

Nous nous focaliserons sur le premier phénomène.

La fermeture induite par la plasticité a été étudiée numériquement par de nombreux auteurs [112] [113] [114], via des simulations 2D de la propagation de fissure par de relâchement de nœuds, permettant de déterminer le seuil d'ouverture de fissure,  $K_{OP}$ . Ce seuil augmente avec la longueur de fissure et donc, la zone plastique. Cette valeur seuil est fortement influencée par des conditions de chargement dépendantes du temps comme des cycles de fatigue-fluage [115]. Prigent, montre que le seuil d'ouverture tend à augmenter avec la durée du temps maintien lors de cycles de fatigue-fluage [87]. Fiordalisi réalise des simulations similaires mais étend la méthode à une propagation 3D par relâchement de nœud. Il montre que le seuil d'ouverture est plus important en surface qu'à cœur d'une éprouvette CT [83], comparable à notre géométrie SEN. En comparant différentes géométries du front de fissure, il montre également que le seuil d'ouverture, en surface, est plus élevé pour un front de fissure courbé que pour un front rectiligne. Un parallèle peut être établi entre l'augmentation du seuil d'ouverture en proche surface, l'état de contrainte en pointe de fissure et le rayon plastique. En effet, en proche surface, la pointe de fissure est en état de contrainte plane, tandis qu'elle est plutôt en état de déformation plane à cœur de l'éprouvette. C'est précisément dans la région en état de contrainte plane que la taille est la plus élevée.

La courbure du front de fissure s'initie sous condition de fluage pur (Figure VII-12). Dans ces conditions, la fissure étant toujours ouverte, la fermeture ne peut justifier la formation de cette courbure en fluage. En revanche, en fatigue-fluage, cette morphologie, de par son effet concentrateur de contraintes en surface, peut conduire à une fermeture de plus en plus importante lors de la remise en charge, accentuant alors potentiellement la courbure. Il y aurait alors durant la remise en charge du cycle concurrence entre les fortes valeurs de  $\Delta K$  en surface et la fermeture induite par la formation progressive de la courbure. L'effet de fermeture semble cependant moindre. S'il était fortement présent, un matage des faciès de rupture en surface serait observable, ce qui n'est pas le cas. De plus, nous avons montré que les fortes vitesses de propagation lors de la contribution de fatigue du cycle de fatigue-fluage est liée à un phénomène de dépliement (lié aux forts  $\Delta K$  locaux) de la courbure et/ou de la tortuosité. D'autres phénomènes sont donc à considérer.

### VII.2.2.2 Inhibition des effets de l'environnement en proche surface

La comparaison des modes de rupture sous air et sous vide nous a conduite à faire l'hypothèse simplificatrice suivante : « sous air la rupture transgranulaire est associée à un effet de l'environnement absent ou bien inhibé ». Cette inhibition de l'effet de l'environnement alors qu'un essai est mené sous air peut être, comme discuté précédemment, liée à la plasticité et l'état de déformation en pointe de fissure. C'est ainsi que nous avons analysé l'effet lié à la surcharge en fatigue-fluage, en accord avec les observations d'autres auteurs [19] [66]. La rupture transgranulaire en surface, par exemple en fluage (voir paragraphe III.3.2) ou pour des temps de maintien inférieurs à 300s, semble montrer que l'environnement est faiblement actif dans cette zone. Ceci

peut sembler contrintuitif, ces zones étant les plus proches de l'air ambiant. L'effet endommageant de l'environnement doit alors, en surface, être fortement inhibé par le développement de la forte plasticité locale. Par ailleurs, la taille du domaine transgranulaire en surface d'une éprouvette, augmente avec la longueur de fissure.

Le développement plus important de la plasticité en surface qu'à cœur est illustré en Figure VII-13 par des profils de zone plastique, obtenus par des simulations en élasticité pour des fissures rectilignes de différentes longueurs. La portion du front considérée en état de contrainte plane, là où le rayon plastique est le plus grand, augmente avec la longueur de fissure. C'est dans cette même zone que la déformation plastique est la plus importante, et donc, la vitesse de déformation. La vitesse de déformation plus rapide en surface qu'à cœur peut donc expliquer la rupture transgranulaire locale. De plus, l'ampleur de la zone de forte plasticité (vitesse de déformation) augmentant avec la longueur de fissure, cela justifie l'augmentation du domaine transgranulaire en surface au cours de la propagation. Enfin, la rupture transgranulaire étant intrinsèquement associée à des vitesses de propagation plus faibles que la rupture intergranulaire, cela explique pourquoi la fissure se courbe. Tout ceci est cohérent avec le développement continu de la courbure du front de fissure en fluage pur (Figure VII-12) ou en fatigue-fluage (Figure VII-14).

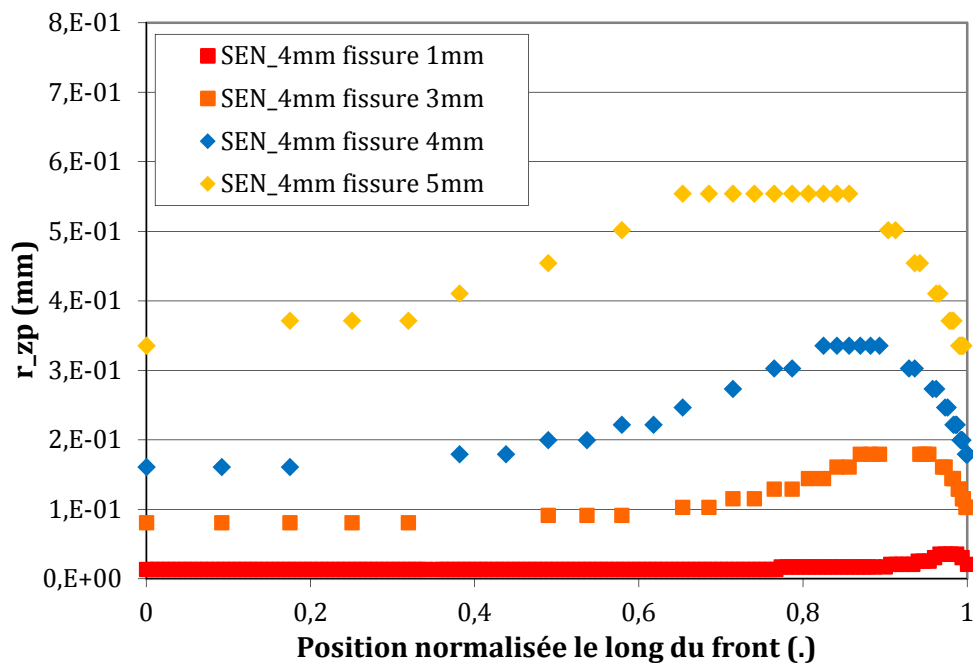
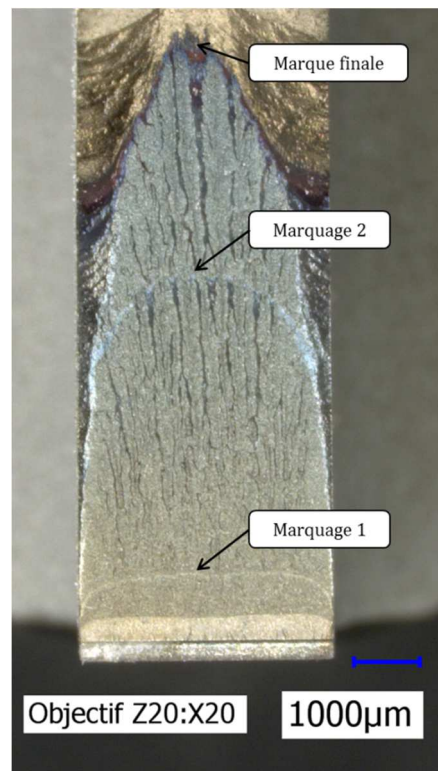


Figure VII-13 : Profil du rayon plastique le long du front de fissure. La position "0" correspond au centre de l'éprouvette, sur le plan de symétrie.





**Figure VII-14: Illustration de la courbure progressive du front de fissure sous chargement 10-300-10 à 550°C. La morphologie du front de fissure est révélée par plusieurs marquages en fatigue à 2Hz**

L'analyse menée suppose que le développement de la plasticité en surface, et donc des vitesses de déformation locales croissantes, avec la propagation de fissure est responsable du caractère transgranulaire de la rupture en surface et du développement de la courbure. À l'inverse, il semble logique de penser que si la plasticité en pointe de fissure n'évolue pas au cours de la propagation, alors, la courbure observée en fatigue-fluage devrait tendre vers un état stable. C'est ce que permet de vérifier indirectement un essai de propagation 10-300-10 piloté à  $K_{max}$  constant. Ce pilotage à  $K_{max}$  constant permet de maintenir constant au cours de la propagation le profil de zone plastique le long du front de fissure et donc les vitesses de déformation locales. Dans ces conditions, la Figure VII-15 montre clairement que la forme du front de fissure est « stabilisée ». Des marquages mécaniques du front ont été réalisés au cours de la propagation sous chargement 10-300-10. La morphologie du premier front est détournée puis superposée aux fronts des séquences suivantes, mettant en évidence le caractère stable de la morphologie du front, contrairement à celui illustré en Figure VII-14.

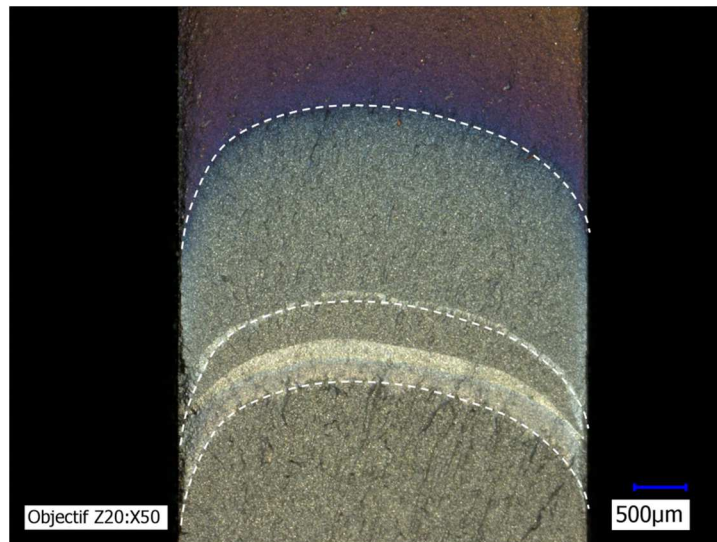


Figure VII-15 : Morphologie du front de fissure lors d'un essai 10-300-10 à 550°C régulé à  $K_{max}$  constant. La courbure du front est révélée par des marquages en fatigue 2Hz

Ceci confirme que la courbure du front de fissure (ou *tunneling*) est liée à l'état mécanique en proche surface. Plus précisément, ce serait l'effet inhibiteur des fortes vitesses de déformation sur les effets de l'environnement qui en serait la cause. La vitesse de déformation a donc un effet sur le mode de rupture et la morphologie du front de fissure, deux éléments intimement liés aux vitesses de propagation en fatigue-fluage.

### VII.2.2.3 Diminution de la force motrice à la propagation en surface

Un dernier scénario, d'ordre purement mécanique, est ici proposé pour tenter d'expliquer pourquoi une fissure se courbe en fatigue-fluage. Au sens le plus générique, si la fissure est ralentie en surface, c'est parce que la force motrice responsable de son avancée y est plus faible qu'à cœur de l'éprouvette. Certes, la surface est libre d'efforts normaux, cependant, la courbure n'est présente qu'en fatigue-fluage.

Durant le temps de maintien, la pointe de fissure est essentiellement en condition de relaxation, la déformation y étant imposée par le comportement élastique du reste de l'éprouvette. Les niveaux de déformation en pointe de fissure sont élevés et peuvent, d'après les simulations réalisées, excéder les 15% selon le chargement imposé et la longueur de fissure. Des essais de traction-relaxation ont donc été réalisés à de forts niveaux de déformation. Ces essais ont été réalisés dans le cadre d'une étude interne à *Safran Aircraft Engines*. Les niveaux testés les plus élevés sont de 3.5%. Une telle déformation est aisément atteinte en pointe de fissure (voir Figure VII-4). Il n'a pas été jugé raisonnable de réaliser les essais à des niveaux encore supérieurs.

Après une relaxation de 20h pour les différents niveaux de déformation, il apparaît que la valeur seuil de la contrainte après relaxation dépend, dans une certaine mesure, du niveau de déformation imposé (Figure VII-16). Pour une déformation imposée de 0.65% à 1.2%, la valeur de la contrainte se stabilise vers une même valeur. À partir de 3.5%, après 20h de relaxation, la valeur de contrainte n'est toujours pas stabilisée et est plus faible que la valeur de la contrainte atteinte après stabilisation pour

les plus faibles niveaux de déformation. En l'absence d'une analyse plus poussée de ces essais, ce phénomène est attribué à la présence d'endommagement. Cependant, cela implique tout de même que le comportement en relaxation est dépendant de la plasticité développée. Ce comportement a été vérifié sur divers essais, y compris des essais pour lesquels un seul niveau de déformation est testé sur l'éprouvette.

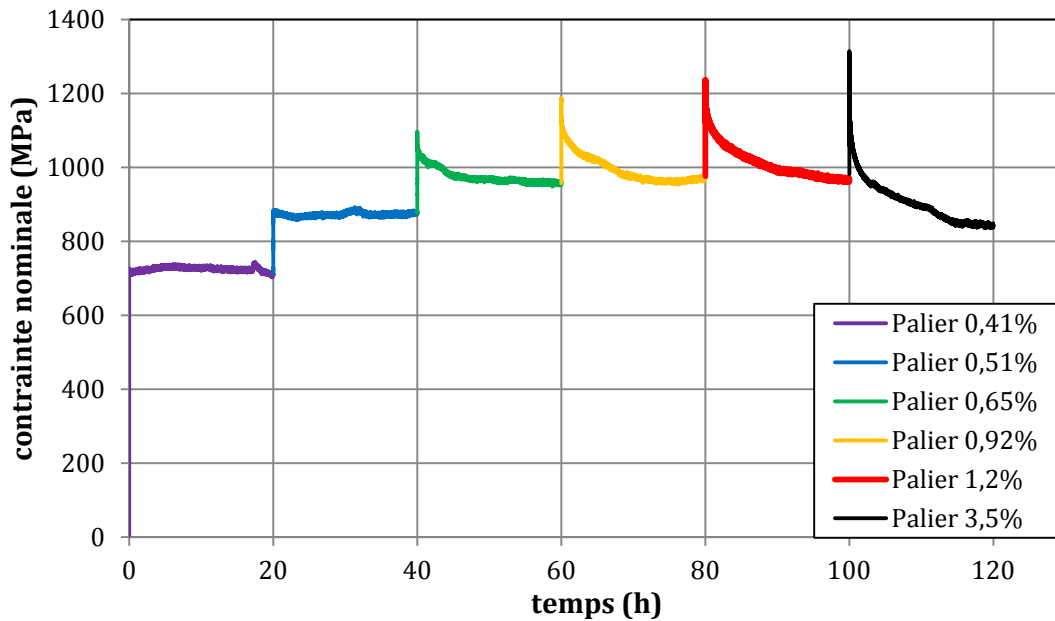


Figure VII-16 : Essai de traction relaxation incrémental à 550°C sur Inconel 718 DA. Illustration de la dépendance du seuil de relaxation au niveau de déformation imposé

Ceci peut être transposé au front d'une fissure. Le comportement en surface et à cœur serait alors différent et la relaxation des contraintes pourrait être plus importante en surface qu'à cœur suite au temps de maintien. Un tel phénomène peut justifier la formation d'une courbure importante en fatigue-fluage.

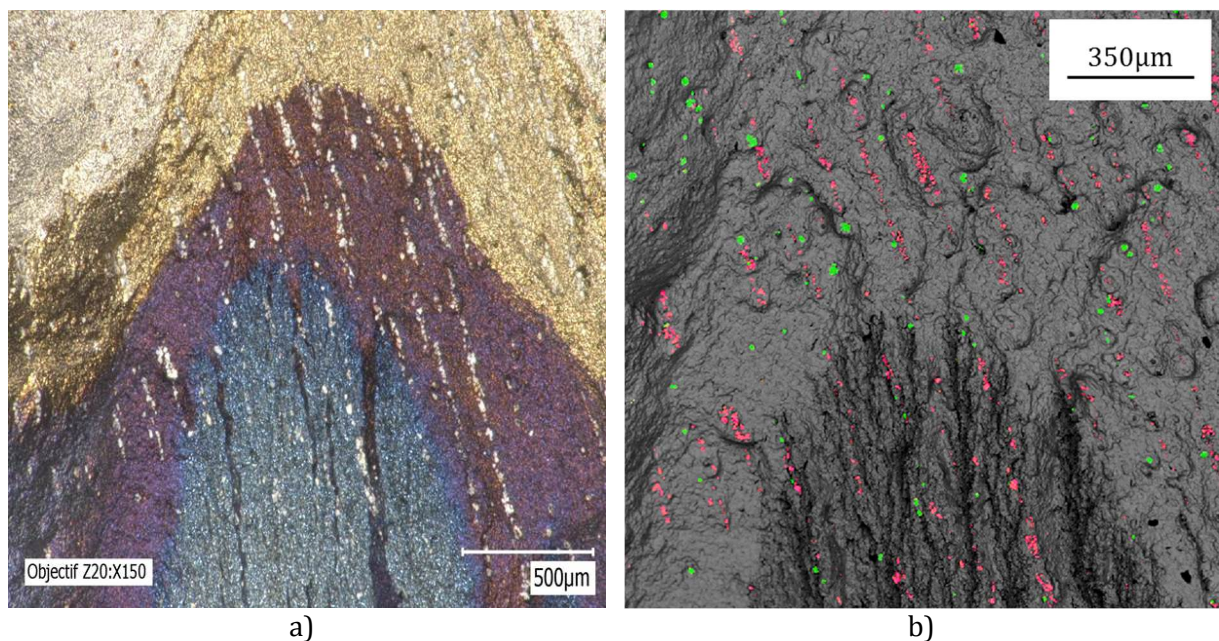
### VII.2.3 Mécanismes possible à l'origine de la tortuosité

Dans son étude sur la propagation de fissure dans l'Inconel 718, Ponnelle s'est intéressé à l'effet du sens de prélèvement des éprouvettes dans un disque sur le comportement en fissuration [19]. Selon le sens de prélèvement, il montre différentes orientations des nappes de fibrage (phases  $\delta$ ) par rapport à la direction de propagation. Pour une même « orientation de prélèvement », l'orientation du front de fissure par rapport aux nappes de phase  $\delta$  est dépendante de la position exacte de l'éprouvette dans le disque, rendant le problème complexe. La morphologie du front de fissure (rapport d'ellipticité dans le cas des éprouvettes KBr) est également impactée par cette orientation.

Ces effets d'orientation disparaissant sous vide [19], au même titre que d'autres effets liés à la microstructure [29], les auteurs concluent qu'il s'agit d'un effet d'interaction entre la microstructure, les variations locales des champs mécaniques qu'elle induit, et l'environnement. D'une part, les alignements de phase  $\delta$  constituent un

chemin préférentiel pour la diffusion de l'oxygène et l'injection de lacunes en avant de la pointe de fissure. D'autre part, les ligaments de matière entre les phases  $\delta$ , par effet de délaminage, sont essentiellement en état de contrainte plane, pouvant donc entraîner localement un retard dans la propagation [81]. Rappelons également la présence autour des phases  $\delta$  d'une zone « molle », dénudée de précipités durcissants  $\gamma''$ . Celle-ci serait le siège d'une localisation de la déformation plastique et la vitesse de déformation y serait alors localement amplifiée, pouvant à son tour, entraîner un effet local de retard à la propagation par inhibition des effets de l'environnement, par exemple. Ce retard local est supposé responsable de l'apparition de la tortuosité telle qu'elle a été observée dans la présente étude.

La caractérisation élémentaire de la microstructure de l'alliage de cette étude montre un fibrage à l'échelle de la phase  $\delta$ , mais surtout à l'échelle des carbures et nitrures (voir Figure II-2). Des observations en microscopie optique à l'aide d'un polariseur permettent de révéler les alignements des carbures sur un faciès de rupture, de par leur oxydation préférentielle [25]. Ces observations sont par ailleurs confirmées par des cartographies spectrales réalisées par EDS sous MEB. Dans certaines situations en fatigue-fluage, il est possible de corrélérer la direction principale de la fissure (son éventuelle asymétrie dans le plan de propagation) et de sa tortuosité avec celle des alignements de carbures et nitrures. Ceci est illustré en Figure VII-17. Ponnelle montrait également que ce fibrage peut aussi conduire à une déviation du plan de propagation par rapport à l'axe normal à la sollicitation. Ceci constitue un autre exemple pour lequel la « direction principale de propagation » est contrôlée par le fibrage.



**Figure VII-17 : Illustration de la corrélation entre la tortuosité du front de fissure et les alignements de carbures et nitrures. Chargement 10-1200-10 à 550°C, R=0.05.**

**a) microscopie optique, les carbures sont visibles en blanc**

**b) cartographie spectrale EDS, les carbures apparaissent en rouge et les nitrures en vert**

La corrélation entre ces deux directions n'est pas toujours vérifiée. En revanche, ce qui semble toujours vérifié est la corrélation entre la périodicité apparente des alignements de carbures et nitrures avec celle de la tortuosité. Cette périodicité est d'environ de 100 $\mu$ m, ce qui correspond à l'ordre de grandeur des espaces interdendritiques dans l'Inconel 718. Cette corrélation nous pousse à penser que la tortuosité du front de fissure est liée au fibrage, à l'échelle des carbures et nitrures. Les alignements de phase  $\delta$  sont quant à eux présents à une échelle plus réduite, a priori incompatible avec la tortuosité observée.

Une étude interne a été menée à l'*Onera*, en parallèle de cette étude, sur la propagation en fatigue-fluage sur d'autres superalliages base nickel tels que le N18. Sa voie d'élaboration par métallurgie des poudres écarte les problèmes liés au fibrage. De plus, il contient une faible quantité de carbures. Dans les conditions où le front de fissure est courbe et tortueux pour l'Inconel 718 DA, le N18 ne présente pas de tortuosité mais uniquement une courbure du front. Ceci tend donc à confirmer l'hypothèse du rôle de la microstructure sur la tortuosité.

Les carbures de niobium ont des propriétés élastiques très différentes de celles de l'Inconel 718 DA. Le module d'Young des carbures de niobium est de 450GPa à 550°C [116] et celui de l'Inconel 718 DA est de 170GPa. En résulte donc une forte incompatibilité des déformations à l'interface carbure/matrice et donc une localisation de la déformation. Ceci entrainera localement des vitesses de déformation élevées, celles-ci pouvant entrainer un effet retard sur la propagation. De plus, les carbures de niobium, lorsqu'ils sont oxydés subissent une forte expansion volumique contribuant également à une localisation de la déformation à leur interface avec la matrice [17]. Comme l'avait Ponnelle, il est aussi possible que la plasticité se localise dans les ligaments de matière entre les alignements de carbures. Par effet d'une vitesse de déformation localement plus élevée, ce serait alors entre les alignements de carbures que la fissure serait ralentie. Enfin, les carbures peuvent intrinsèquement jouer le rôle de points d'ancrage du front de fissure.

Expérimentalement, il n'est pas simple de déterminer si la fissure est ralentie sur les alignements de carbures ou bien entre eux. Leur effet sur la propagation apparaît cependant indéniable. L'effet retard, à l'échelle de la tortuosité, peut se justifier en extrapolant l'effet de la vitesse de déformation visible à une échelle plus macroscopique. La présence des alignements de carbure entrainerait un gradient de déformation et vitesse de déformation à une échelle fine, en avant du front de fissure.

Les alignements de carbures et leurs propriétés mécaniques très différentes de celles de l'Inconel 718 DA, confèrent au matériau un aspect « composite ». Il serait intéressant de caractériser si, au passage d'une fissure, la plasticité se localise au niveau des carbures, à l'interface avec la matrice ou bien entre les alignements de carbures. Cela pourrait se faire en réalisant des profils de nano-dureté sous le faciès de rupture, à une distance de celui-ci inférieure à la taille de la zone plastique, sur une coupe transverse au plan de propagation. Cela permettrait également de corréler ou non les zones où se localise la plasticité avec les zones du front de fissure les plus en retraits, à l'échelle de la tortuosité et ainsi de confirmer les hypothèses avancées dans le cadre de cette discussion.

### VII.3 Conclusions du chapitre

Cette partie du document s'est concentrée sur le phénomène de rupture intergranulaire et la morphologie des fronts de fissure, deux éléments importants en conditions de fatigue-fluage. Des données de la littérature évoquées tout au long de cette étude montrent que la vitesse de déformation est un paramètre de premier ordre en fissuration. En plus d'avoir un effet sur le comportement à l'échelle macroscopique au travers des vitesses de propagation, ce paramètre a un effet sur les modes de déformation locaux ainsi que sur l'action de l'environnement. Ces considérations constituent le fil rouge de cette discussion.

Dans un premier temps, les transitions du mode de rupture observées pour l'ensemble des conditions testées au cours de cette étude sont réexaminées. Il apparaît assez clairement que la rupture tend à devenir transgranulaire lorsque la vitesse de mise en charge est élevée ou que la plasticité se développe. *In fine* le paramètre clé semble être la vitesse de déformation. Cette vitesse de déformation a ensuite été quantifiée par calculs numériques en dissociant celle développée lors d'une rampe de mise en charge et durant un temps de maintien. Il a été possible de définir une vitesse de transition lors de la mise en charge permettant de dissocier les deux modes de rupture. L'effet de la vitesse de déformation est également important durant les premiers instants du temps de maintien. L'effet de surcharge est alors associé à une vitesse de déformation plastique s'annulant quasiment dans les premières secondes du temps de maintien. Ceci aurait pour effet de limiter les phénomènes d'endommagement des joints de grains par la diffusion d'espèces endommageantes en pointe de fissure.

Enfin, les effets de courbure et de tortuosité du front de fissure en fatigue-fluage sont analysés à travers la vitesse de déformation locale. La courbure peut se justifier de par la forte plasticité se développant en surface de l'éprouvette dans la région en état de contrainte plane. La plasticité développée à chaque cycle y étant plus importante, la vitesse de déformation locale l'est également, pouvant alors générer un effet de retard à la propagation, notamment en inhibant tout ou partie des effets de l'environnement. Le même raisonnement est tenu pour la tortuosité. L'échelle est cependant plus fine, liée à des hétérogénéités de microstructure et aux variations locales de comportement mécanique qu'elles induisent. Une forte plasticité locale induit une vitesse de déformation importante qui peut alors générer des effets de retard sur la propagation à une échelle qui serait cohérente avec la tortuosité des fronts de fissure en fatigue-fluage.



# Conclusions et perspectives

Cette étude avait pour objectif l'étude de la propagation de fissure en fatigue-fluage dans l'Inconel 718 DA. Une attention particulière a été portée à la compréhension des mécanismes sous-jacents à l'interaction entre la fatigue, le fluage et les effets de l'environnement. La démarche suivie est à la fois expérimentale et numérique. Les essais réalisés ont été analysés de l'échelle la plus macroscopique que représentent les vitesses de propagation, à une échelle plus microscopique, par la caractérisation des mécanismes d'oxydation. Ces deux échelles extrêmes sont souvent considérées dans de telles études et c'est pourquoi, le point focal de notre travail a porté sur une échelle intermédiaire qui est celle de la morphologie du front de fissure. C'est la mise en place d'un dialogue essais/calculs fort qui nous a permis de lier les différentes échelles considérées et apporter des éléments de réponse à l'interaction fatigue-fluage-environnement lors de la propagation de fissure.

## Mise en place des outils de l'étude

Expérimentalement, les méthodes d'acquisition des données en cours d'essais ont été améliorées. Afin de caractériser l'interaction entre la fatigue et le fluage, la méthode de suivi de fissure par la méthode du potentiel a été développée de sorte à extraire l'avancée de fissure ayant lieu lors de la décharge-recharge du cycle et celle ayant lieu lors du temps de maintien. Les outils de dépouillement associés ont été développés de sorte à rendre cette décomposition de l'avancée de fissure simple pour de futurs utilisateurs. Cette décomposition est, à notre connaissance, encore peu utilisée dans les études sur la propagation en fatigue-fluage.

Numériquement, une chaîne de calculs a été mise en place afin de réaliser des « essais numériques de propagation ». Ces calculs couplent une simulation de la propagation de fissure avec l'outil *Zcracks* et une modélisation de la méthode du potentiel électrique. Les données numériques issues de la simulation du potentiel électrique sont alors analysées avec la même méthode que les essais. Cette procédure a permis de mettre en avant l'importance de la morphologie du front de fissure sur la propagation.

## Conclusions

Les essais montrent l'effet néfaste, bien connu, d'un temps de maintien à effort maximal sur la propagation de fissure dans l'Inconel 718, ici dans sa version DA. Le développement de la méthode de suivi de fissure a permis de décomposer l'avancée de fissure au cours des cycles fatigue-fluage. Ainsi, la décharge-recharge du cycle a été identifiée comme la partie la plus nocive du cycle. La contribution directe du temps de maintien sur la propagation est faible, l'avancée de fissure sur la durée de celui-ci étant faible. En revanche, il induit une forte amplification de la contribution de fatigue lors de la décharge-recharge suivante. Ceci est désigné comme étant l'interaction fatigue-fluage.



La propagation durant le temps de maintien seul semble correspondre à un régime de propagation par fluage stabilisé dès 300s de maintien.

Du point de vue du mode de rupture, l'effet de fréquence seul suffit à générer une rupture intergranulaire, qui est observée pour les fréquences inférieures à 0.05Hz à 550°C et 2Hz à 650°C. Le temps de maintien ne fait que "prolonger" la rupture intergranulaire à plus fort  $\Delta K$ , alors qu'en fatigue pure, la rupture pourrait redevenir transgranulaire. Dans une certaine mesure, pour les temps de maintien courts, la vitesse de mise en charge peut conditionner le mode de rupture, comme c'est le cas en fatigue pure.

L'élément le plus remarquable en fatigue-fluage est la morphologie très courbée et tortueuse des fronts de fissure, très différente de ce qui est observé en fatigue pure. Dans ces conditions, les méthodes de suivi de fissure sont mises en défaut. Le caractère reproductible, d'un point de vue qualitatif, de telles morphologies nous a mené à étudier leur impact sur le comportement en propagation.

Par la méthodologie d'essais numériques mise en place, nous avons étudié la façon dont se propage une fissure de morphologie complexe dans le cadre simple de la MLR. Le but étant de simuler numériquement la propagation de fissures, reproduites à partir des faciès de rupture, et analyser cette propagation numérique avec les mêmes procédures que pour les essais. Nous démontrons ainsi que la morphologie du front de fissure est au premier ordre responsable de l'interaction fatigue-fluage et donc, de l'effet du temps de maintien, au sens des vitesses de propagation globales. L'interaction fatigue-fluage est finalement associée à un scénario de construction, lors du temps de maintien, de la courbure et de la tortuosité d'une part, et leur dépliement lors de la remise en charge d'autre part. Ce même phénomène explique l'étagement des contributions de fatigue et de fluage en conditions de temps de maintien.

Ce scénario a été éprouvé pour toutes les conditions testées dans cette étude. En effet, les conditions impliquant un temps de maintien mais dont l'effet est inhibé (essais sous vide, effet de surcharge, seuil de non propagation etc...), conduisent à des morphologies simples de front de fissure. En particulier, la disparition des effets de morphologie sous vide suggère qu'ils sont la manifestation de couplages locaux entre l'effet de l'environnement et les champs mécaniques locaux, à l'échelle de la microstructure. L'effet de l'environnement au sens du mécanisme d'oxydation a été caractérisé et semble indépendant du chargement considéré. Sa conséquence est cependant conditionnée par les champs mécaniques locaux. Une discussion autour des effets de la vitesse de déformation sur le comportement en propagation nous permet d'avancer que ses variations peuvent inhiber localement l'effet endommageant de l'environnement et donc, entraîner un retard local à la propagation. Ces variations locales de la vitesse de déformation seraient soit intrinsèques à la géométrie de l'éprouvette et du front de fissure, soit induites par la microstructure, en particulier le fibrage.

Cette approche géométrique du problème est, à notre connaissance, nouvelle. En effet, les études antérieures traitant de la morphologie des fronts de fissures, n'abordent le problème que dans une optique de recalage de la méthode de suivi de fissure. Les perspectives à la présente étude, expérimentalement et numériquement sont

essentiellement orientées sur la compréhension fine des mécanismes générant la courbure et la tortuosité du front de fissure en fatigue-fluage.

## Perspectives

### ➤ Besoins expérimentaux futurs

Les effets de l'environnement sur la propagation de fissure sont indéniables, en particulier en fatigue-fluage. Leur couplage avec les champs mécaniques locaux est supposé être à l'origine des morphologies complexes observées, elles-mêmes responsables des vitesses de propagation mesurées. Nous avons caractérisé l'effet de l'environnement à travers la nature des oxydes formés sur des faciès de rupture. Ceci nous a amené à conclure que l'effet de l'environnement est toujours le même, au sens de l'oxydation, mais que sa conséquence sur la propagation dépend des champs mécaniques locaux. Il serait intéressant de considérer l'effet de l'environnement à une échelle plus fine qu'est celle de la diffusion intergranulaire. Aussi, des caractérisations SIMS sembleraient pertinentes afin de déterminer la profondeur de joints de grains sous un faciès de rupture impactée par la présence d'oxygène non lié. Il s'agirait alors de corrélérer cette donnée, avec le niveau de chargement  $\Delta K$ , la fréquence du cycle et bien sûr, la durée du temps de maintien.

Les couplages entre l'effet de l'environnement et les champs mécaniques locaux n'ont été que discutés vis-à-vis des données connues de la littérature. Toujours grâce à des caractérisations *post-mortem* suite à la propagation, il serait intéressant de caractériser par MET l'homogénéité de la déformation plastique le long d'un front de fissure. En particulier, il s'agirait d'identifier si oui ou non celle-ci est plus homogène en surface qu'à cœur en avant du front de fissure, ce qui permettrait de consolider notre analyse du mécanisme de formation de la courbure en fatigue-fluage. Il faudrait faire de même à travers les nappes de fibrages, en lien alors avec la formation de la tortuosité.

### ➤ Perspectives numériques

Les simulations de la propagation dans le cadre de la MLR sont assez robustes tant que l'on s'intéresse à des conditions de fatigue pure. En particulier, le dépliement de la courbure et de la tortuosité du front de fissure, observé lorsque des cycles de fatigue pure sont appliqués suite à une propagation en fatigue-fluage, est correctement reproduit. En revanche, il n'est pour l'instant pas possible numériquement de générer une courbure et une tortuosité du front de fissure alors que celui-ci propage. Une possibilité semblant réalisable à moyen terme serait d'introduire, dans le cadre de la MLR des éléments pouvant servir à pondérer localement la loi de Paris (par exemple) régissant ensuite l'avancée en tout point du front de fissure, selon  $\Delta K$ . Voici quelques propositions pour y parvenir.

Tout d'abord, conservons le principe de décomposition entre fatigue et fluage pour la loi de propagation :

$$\left. \frac{da}{dN} \right|_{10-TM-10} = \left. \frac{da}{dN} \right|_{fatigue} + \left. \frac{da}{dN} \right|_{fluage}$$

En fatigue pure, si la vitesse de déformation, liée à la fréquence du cycle, agit sur la vitesse de propagation, elle n'a pas ou peu d'effet local car les fronts de fissure restent relativement rectilignes. En revanche, courbure et tortuosité se forment lors du temps de maintien. C'est donc la partie fluage de la loi de propagation qui doit porter un caractère local.

$$\left. \frac{da}{dN} \right|_{fluage} = \int_{TM} C^{fluage}(\dot{\epsilon}_{locale} \dots) K_{max}^{\eta^{fluage}} dt$$

D'après nos observations, la vitesse de propagation est plus faible là où la vitesse de déformation est la plus élevée, par exemple en surface. C'est donc la vitesse de déformation qui serait à retenir pour introduire un caractère local dans la loi de propagation. Cette méthode permettrait d'initier numériquement la courbure. Sans avoir à la calculer spécifiquement, la vitesse de déformation pourrait être approximée à travers la taille de zone plastique qui peut être aisément « post-traitée » à partir d'un simple calcul en élasticité linéaire. Tout du moins, une telle démarche permettrait de saisir l'évolution du profil de vitesse de déformation le long du front de fissure.

Une piste qui permettrait de générer la tortuosité du front de fissure serait de considérer, à cause du fibrage, un aspect « composite » des propriétés élastiques du matériau. La variation locale du module d'Young induirait à son tour une variation de  $K_{max}$ , de  $r_{zp}$  et ainsi, de la vitesse de déformation. Une telle considération permettrait d'initier numériquement la tortuosité.

Après initiation de la morphologie durant le temps de maintien, une simple loi de Paris entraînera un dépliement partiel comme nous l'avons vu, responsable de la contribution dite de fatigue.

Ces propositions mériteraient d'être implémentées dans *Zcracks* afin de tester leur pertinence. Bien que simpliste et basé sur des hypothèses fortes, ce cadre a le mérite d'être basé sur des grandeurs locales issues de la MLR. D'autres approches peuvent être plus réalistes et avec un sens physique plus développé seraient à développer, en intégrant par exemple des lois d'endommagement ayant un caractère local afin de reproduire l'évolution du front de fissure sous chargement de fatigue-fluage. Cette dernière démarche constituerait qui plus est un challenge pour son intégration numérique.





## Références bibliographiques

- [1] H. Eiselstein, «Metallurgy of a columbium-hardened nickel-chromium-iron alloy» chez *Advances in the Technology of Stainless Steels and Related Alloys*, ASTM International, 1965.
- [2] E. Owen, E. Yates et A. Sully, «An X-ray investigation of pure iron-nickel alloys. Part 4: the variation of lattice-parameter with composition» *Proceedings of the Physical Society*, vol. 49, n°13, p. 315, 1937.
- [3] A. Jena et M. Chaturvedi, «The role of alloying elements in the design of nickel-base superalloys» *Journal of Materials Science*, vol. 19, n°110, p. 3121-3139, 1984.
- [4] M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay et S. Banerjee, «Precipitation of the Ni<sub>3</sub>Nb phase in two nickel base superalloys» *Metallurgical transactions A*, vol. 19, n°13, p. 453-465, 1988.
- [5] M. Miller, S. Babu et M. Burke, «Intragranular precipitation in alloy 718» *Materials Science and Engineering: A*, vol. 270, n°11, p. 14-18, 1999.
- [6] A. Niang, «Contribution à l'étude de la précipitation des phases intermétalliques dans l'alliage 718», thèse, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2010.
- [7] J. Tien et S. Copley, «The effect of orientation and sense of applied uniaxial stress on the morphology of coherent gamma prime precipitates in stress annealed nickel-base superalloy crystals» *Metallurgical Transactions*, vol. 2, n°12, p. 543-553, 1971.
- [8] D. Paulonis, J. Oblak et D. Duvall, «PRECIPITATION IN NICKEL-BASE ALLOY 718.» 1969.
- [9] L. Wenchang, X. Furen, Y. Mei, C. Zonglin, W. Shaogang et L. Weihong, «Quantitative phase analysis of Inconel 718 by X-ray diffraction» *Journal of materials science letters*, vol. 16, n°19, p. 769-771, 1997.
- [10] J. Oblak, D. Paulonis et D. Duvall, «Coherency strengthening in Ni base alloys hardened by DO 22  $\gamma'$  precipitates» *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 5, n°11, p. 143-153, 1974.
- [11] R. Cozar et A. Pineau, «Morphology of  $\gamma'$  and  $\gamma''$  precipitates and thermal stability of inconel 718 type alloys» *Metallurgical and materials transactions B*, vol. 4, n°11, p. 47-59, 1973.

- [12] J. Spilmont, «Etude de la sensibilité à la fragilisation par l'hydrogène de l'alliage 718 en milieu primaire de réacteur à eau pressurisée» 1999.
- [13] A. Niang, B. Viguier et J. Lacaze, «Some features of anisothermal solid-state transformations in alloy 718» *Materials Characterization*, vol. 61, n°15, p 525-534, 2010.
- [14] J. Singh, M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay et N. Prabhu, «Effect of ternary Nb additions on the stability of the D022 structure of the Ni<sub>3</sub>Nb phase» *Scripta materialia*, vol. 48, n°13, p 261-267, 2003.
- [15] I. Kirman et D. Warrington, «The precipitation of Ni<sub>3</sub>Nb phases in a Ni-Fe-Cr-Nb alloy» *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 1, n°110, p 2667-2675, 1970.
- [16] M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay et S. Banerjee, «Precipitation and room temperature deformation behaviour of Inconel 718, superalloys 718, 625, 706 and various derivatives» *The Minerals, Metals & Materials Society*, p419-440, 1994.
- [17] P. Valerio, M. Gao et R. Wei, «Environmental enhancement of creep crack growth in Inconel 718 by oxygen and water vapor» *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 30, n°110, p 1269-1274, 1994.
- [18] S. Azadian, L.-Y. Wei et R. Warren, «Delta phase precipitation in Inconel 718» *Materials characterization*, vol. 53, n°11, p 7-16, 2004.
- [19] S. Ponnelle, «Propagation des fissures par fatigue à haute température dans l'Inconel 718: Effets de microstructure et de chargements complexes», thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.
- [20] H. Feldstein et O. Mendoza, «Analysis and Elimination of Time Dependent Notch Sensitivity in Alloy 718» *Superalloy 718: Metallurgy and Applications*, p 655-671, 1989.
- [21] J. Brooks, P. Bridges et others, «Metallurgical stability of inconel alloy 718» *Superalloys*, vol. 88, p 33-42, 1988.
- [22] M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay et S. Banerjee, «Carbide precipitation in nickel base superalloys 718 and 625 and their effect on mechanical properties» *Superalloys*, vol. 718, p 625-706, 1997.
- [23] D. Texier, A. C. Gomez, S. Pierret, J.-M. Franchet, T. M. Pollock, P. Villechaise et J. Cormier, «Microstructural features controlling the variability in low-cycle fatigue properties of alloy Inconel 718DA at intermediate temperature» *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 47, n°13, p 1096-1109, 2016.
- [24] M. Abikchi, T. Billot, J. Crépin, A. Longuet, C. Mary, T. F. Morgeneyer et A. Pineau, «Fatigue life and initiation mechanisms in wrought Inconel 718 DA for different microstructures» chez *13th international conference on fracture*, 2013.

- [25] T. Connolley, P. Reed et M. Starink, «Short crack initiation and growth at 600 C in notched specimens of Inconel718» *Materials Science and Engineering: A*, vol. 340, n°11, p 139-154, 2003.
- [26] M. Khobaib, N. E. Ashbaugh, G. A. Hartman, T. Weerasooriya et D. C. Maxwell, «Research on mechanical properties for engine life prediction» 1988.
- [27] T. Weerasooriya, «Effect of frequency on fatigue crack growth rate of Inconel 718 at high temperature» chez *Fracture Mechanics: Nineteenth Symposium*, 1988.
- [28] S. Floreen et R. Kane, «AN INVESTIGATION OF THE CREEP-FATIGUE-ENVIRONMENT INTERACTION IN A Ni-BASE SUPERALLOY» *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 2, n°14, p 401-412, 1979.
- [29] J. Pedron et A. Pineau, «The effect of microstructure and environment on the crack growth behaviour of Inconel 718 alloy at 650°C under fatigue, creep and combined loading» *Materials science and engineering*, vol. 56, n°12, p 143-156, 1982.
- [30] H. Ghonem, T. Nicholas et A. Pineau, «Elevated temperature fatigue crack growth in alloy 718—Part II: Effects of environmental and material variables» *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 16, n°16, p 577-590, 1993.
- [31] L. A. James, «Fatigue crack propagation in Alloy 718: A review» *Superalloy 718--Metallurgy and Applications*, EA Loria, Ed., MM&MS, p 499-515, 1989.
- [32] M. Clavel et A. Pineau, «Frequency and wave-form effects on the fatigue crack growth behavior of alloy 718 at 298 K and 823 K» *Metallurgical Transactions A*, vol. 9, n°14, p 471-480, 1978.
- [33] K. Sadananda et P. Shahinian, «Elastic-plastic fracture mechanics for high-temperature fatigue crack growth» chez *Fracture Mechanics*, ASTM International, 1980.
- [34] M. Bache, W. Evans et M. Hardy, «The effects of environment and loading waveform on fatigue crack growth in Inconel 718» *International journal of fatigue*, vol. 21, p S69--S77, 1999.
- [35] S. Pierret, R. D. M. Pinho et A. Pineau, «Hold Time Effects on the Crack Growth Behavior in Inco 718 Alloy» chez *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, 2014.
- [36] D. Gustafsson et E. Lundström, «High temperature fatigue crack growth behaviour of Inconel 718 under hold time and overload conditions» *International Journal of Fatigue*, vol. 48, p 178-186, 2013.
- [37] G. Hochstetter, «Propagation des fissures à haute température dans le superalliage N18 pour disques de turbomachine. Interactions entre la nature des sollicitations mécaniques et des effets d'oxydation», thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1994.



- [38] C. Carbou, «Interactions fatigue-fluage sur le comportement en fissuration à haute température des superalliages pour disques de turbine : effets d'oxydation», thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mécanique et d'Aérotechnique, 2000.
- [39] D. Gustafsson, J. Moverare, S. Johansson, M. Hörnqvist, K. Simonsson, S. Sjöström et B. Sharifimajda, «Fatigue crack growth behaviour of Inconel 718 with high temperature hold times» *Procedia Engineering*, vol. 2, n°11, p 1095-1104, 2010.
- [40] A. Pineau, R. D. M. Pinho, S. Pierret et C. Mary, «A local approach to creep-fatigue-oxidation interactions in Inco 718 alloy» chez *13th international conference on fracture*, 2013.
- [41] K. Sadananda et P. Shahinian, «Effect of environment on high temperature crack growth behavior of several nickel-base alloys» *Corrosion of Nickel-Base Alloys*, p 101-115, 1984.
- [42] K. Sadananda et P. Shahinian, «Crack growth under creep and fatigue conditions» *Creep--Fatigue--Environment Interactions*, p 86-111, 1979.
- [43] S. Lynch, T. Radtke, B. Wicks et R. Byrnes, «FATIGUE CRACK GROWTH IN NICKEL-BASED SUPERALLOYS AT 500-700C. II: DIRECT-AGED ALLOY 718» *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 17, n°13, p 313-325, 1994.
- [44] P. Heuler, E. Affeldt et R. Wanhill, «Effects of loading waveform and stress field on high temperature fatigue crack growth of alloy 718» *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol. 34, n°19, p 790-796, 2003.
- [45] L. A. James, «The effect of grain size upon the fatigue-crack propagation behavior of alloy 718 under hold-time cycling at elevated temperature» *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 25, n°13, p 305-314, 1986.
- [46] E. Andrieu, R. Molins, H. Ghonem et A. Pineau, «Intergranular crack tip oxidation mechanism in a nickel-based superalloy» *Materials Science and Engineering: A*, vol. 154, n°11, p 21-28, 1992.
- [47] H. Ghonem et D. Zheng, «Depth of intergranular oxygen diffusion during environment-dependent fatigue crack growth in alloy 718» *Materials Science and Engineering: A*, vol. 150, n°12, p 151-160, 1992.
- [48] S. Li, J. Zhuang, J. Yang et X. Xie, «The effect of phase on crack propagation under creep and fatigue conditions in alloy 718» *Superalloys*, vol. 718, p 625-706, 1994.
- [49] J. Guédou, G. Simon et J. Rongvaux, «Development of damage tolerant Inco 718 for high temperature usage» *Proceedings Superalloys 718, 625, 708 and various derivatives*, p 509-522, 1994.
- [50] D. D. Krueger, S. D. Antolovich et R. H. Van Stone, «Effects of grain size and precipitate size on the fatigue crack growth behavior of alloy 718 at 427°C» *Metallurgical transactions A*, vol. 18, n°18, p 1431-1449, 1987.

- [51] E. Marin, «Etude métallurgique du vieillissement de l'Inconel 718», rapport interne Safran Aircraft Engines, 2013.
- [52] R. Miner, J. Gayda et R. Maier, «Fatigue and creep-fatigue deformation of several nickel-base superalloys at 650°C» *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 13, n°110, p 1755-1765, 1982.
- [53] A. Pineau et S. D. Antolovich, «High temperature fatigue of nickel-base superalloys-a review with special emphasis on deformation modes and oxidation» *Engineering Failure Analysis*, vol. 16, n°18, p 2668-2697, 2009.
- [54] S. Perusin, B. Viguier, D. Monceau, L. Ressler et E. Andrieu, «Injection of vacancies at metal grain boundaries during the oxidation of nickel» *Acta materialia*, vol. 52, n°118, p 5375-5380, 2004.
- [55] L. Antoni et A. Galerie, «Corrosion sèche des métaux. Mécanismes» *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, n°1M4221, p M4221--1, 2003.
- [56] E. Andrieu, R. Cozar et A. Pineau, «Effect of environment and microstructure on the high temperature behavior of alloy 718» *Superalloys 718, 625 and various derivatives*, p 241-256, 1989.
- [57] R. Molins, G. Hochstetter, J. Chassaing et E. Andrieu, «Oxidation effects on the fatigue crack growth behaviour of alloy 718 at high temperature» *Acta materialia*, vol. 45, n°12, p 663-674, 1997.
- [58] G. Wood et F. Stott, «Oxidation of alloys» *Materials science and technology*, vol. 3, n°17, p 519-530, 1987.
- [59] D. Zheng, A. Rosenberger et H. Ghonem, «Influence of prestraining on high temperature, low frequency fatigue crack growth in superalloys» *Materials Science and Engineering: A*, vol. 161, n°11, p 13-21, 1993.
- [60] S. Floreen et R. Kane, «Effects of environment on high-temperature fatigue crack growth in a superalloy» *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 10, n°111, p 1745-1751, 1979.
- [61] H. Evans, H. Li et P. Bowen, «A mechanism for stress-aided grain boundary oxidation ahead of cracks» *Scripta Materialia*, vol. 69, n°12, p 179-182, 2013.
- [62] H. Kitaguchi, H. Li, H. Evans, R. Ding, I. Jones, G. Baxter et P. Bowen, «Oxidation ahead of a crack tip in an advanced Ni-based superalloy» *Acta Materialia*, vol. 61, n°16, p 1968-1981, 2013.
- [63] W. Carpenter, B. Kang et K. Chang, «SAGBO Mechanism on High Temperature Cracking Behavior of Ni-base Superalloys» *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, p 679-688, 1997.
- [64] D. A. Woodford, «Gas phase embrittlement and time dependent cracking of nickel

- based superalloys» *Energy Materials*, vol. 1, n°11, p 59-79, 2006.
- [65] H.-J. Christ, K. Wackerman et U. Krupp, «On the mechanism of dynamic embrittlement and its effect on fatigue crack propagation in IN718 at 650° C» *Procedia Structural Integrity*, vol. 2, p 557-564, 2016.
- [66] D. Gustafsson, «High temperature fatigue crack propagation behaviour of Inconel 718» 2013.
- [67] X. Liu, L. Ma, K. Chang et E. Barbero, «Fatigue crack propagation of Ni-base superalloys» *Acta Metallurgica*, vol. 18, n°11, p 55-64, 2005.
- [68] L. Viskari, M. Hörnqvist, K. Moore, Y. Cao et K. Stiller, «Intergranular crack tip oxidation in a Ni-base superalloy» *Acta Materialia*, vol. 61, n°110, p 3630-3639, 2013.
- [69] P. Shahinian, H. Smith et H. Watson, «Fatigue crack growth in type 316 stainless steel at high temperature» *Journal of Engineering for Industry*, vol. 93, n°14, p 976-980, 1971.
- [70] K. Prasad, R. Sarkar, P. Ghosal et V. Kumar, «Simultaneous creep-fatigue damage accumulation of forged turbine disc of IN 718 superalloy» *Materials Science and Engineering: A*, vol. 572, p 1-7, 2013.
- [71] D. Fournier et A. Pineau, «Low cycle fatigue behavior of Inconel 718 at 298 K and 823 K» *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 8, n°17, p 1095-1105, 1977.
- [72] H. Ghonem et D. Zheng, «Frequency interactions in high-temperature fatigue crack growth in superalloys» *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 23, n°111, p 3067-3072, 1992.
- [73] V. Garat, J.-M. Cloue, D. Poquillon et E. Andrieu, «Influence of Portevin-Le-Chatelier effect on rupture mode of alloy 718 specimens» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 375, n°11, p 95-101, 2008.
- [74] B. Max, «Comportement mécanique et couplage mécanique-oxydation dans l'alliage 718: effet des éléments en solution solide» 2014.
- [75] Y. Murakami et N. Hasebe, *Stress intensity factors handbook*, Elsevier Science, 2001.
- [76] J. Newman et I. Raju, «An empirical stress-intensity factor equation for the surface crack» *Engineering fracture mechanics*, vol. 15, n°11-2, p 185-192, 1981.
- [77] A. Standard, *E647-08, "Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2008.*
- [78] L. Doremus, Y. Nadot, G. Henaff, C. Mary et S. Pierret, «Calibration of the potential drop method for monitoring small crack growth from surface anomalies--Crack

- front marking technique and finite element simulations» *International Journal of Fatigue*, vol. 70, p 178-185, 2015.
- [79] H. Johnson, «Calibrating the electric potential method for studying slow crack growth(Calibration of electric potential technique to study slow or steady crack growth in high strength materials)» *Materials Research and Standards*, vol. 5, p 442-445, 1965.
- [80] R. S. Barsoum, «Triangular quarter-point elements as elastic and perfectly-plastic crack tip elements» *International Journal for numerical Methods in engineering*, vol. 11, n°11, p 85-98, 1977.
- [81] D. Damri et J. Knott, «Fatigue crack growth retardation in plane stress and plane strain» *Journal of materials science*, vol. 26, n°120, p 5613-5617, 1991.
- [82] J.-B. Esnault, «Etude expérimentale et numérique en trois dimensions du développement en fatigue d'une fissure déversée dans une tôle mince», thèse, Ecole Polytechnique, 2014.
- [83] S. Fiordalisi, «Modélisation tridimensionnelle de la fermeture induite par plasticité lors de la propagation d'une fissure de fatigue dans l'acier 304L», thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mécanique et d'Aerotechnique, 2014.
- [84] D. Gustafsson, J. Moverare, S. Johansson, K. Simonsson, M. Hörnqvist, T. Maansson et S. Sjöström, «Influence of high temperature hold times on the fatigue crack propagation in Inconel 718» *International Journal of Fatigue*, vol. 33, n°111, p 1461-1469, 2011.
- [85] D. Hu et R. Wang, «Experimental study on creep-fatigue interaction behavior of GH4133B superalloy» *Materials Science and Engineering: A*, vol. 515, n°11, p 183-189, 2009.
- [86] D. Hu, Q. Ma, L. Shang, Y. Gao et R. Wang, «Creep-fatigue behavior of turbine disc of superalloy GH720Li at 650\degree C and probabilistic creep-fatigue modeling» *Materials Science and Engineering: A*, vol. 670, p 17-25, 2016.
- [87] P. Prigent, «Modèle de propagation de fissure à haute température avec interaction fatigue-fluage-oxydation» 1993.
- [88] F. Antunes, J. Ferreira, C. Branco et J. Byrne, «Influence of stress state on high temperature fatigue crack growth in Inconel 718» *Fatigue \& Fracture of Engineering Materials \& Structures*, vol. 24, n°12, p 127-135, 2001.
- [89] H. Li, J. Fisk, L.-B. Lim, S. Williams et P. Bowen, «Thresholds of time dependent intergranular crack growth in a nickel disc alloy Alloy 720Li» chez *MATEC Web of Conferences*, 2014.
- [90] E. Storgårds et K. Simonsson, «Crack length evaluation for cyclic and sustained loading at high temperature using potential drop» *Experimental Mechanics*, vol. 55,

- n°13, p 559-568, 2015.
- [91] E. Lundström, «Modelling of fatigue crack propagation in Inconel 718 under hold time conditions» 2014.
- [92] A. H. Rosenberger, «The effect of partial vacuum on the fatigue crack growth of nickel base superalloys» *Superalloys 2004*, p 233-239, 2004.
- [93] H. Yang, R. Bao, J. Zhang, L. Peng et B. Fei, «Creep--fatigue crack growth behaviour of a nickel-based powder metallurgy superalloy under high temperature» *Engineering Failure Analysis*, vol. 18, n°13, p 1058-1066, 2011.
- [94] L. Gandossi, S. Summers, N. Taylor, R. Hurst, B. Hulm et J. Parker, «The potential drop method for monitoring crack growth in real components subjected to combined fatigue and creep conditions: application of FE techniques for deriving calibration curves» *International journal of pressure vessels and piping*, vol. 78, n°111, p 881-891, 2001.
- [95] F. Riemelmoser, H. Weinhandl, O. Kolednik et R. Pippan, «The influence of irregularities in the crack shape on the crack extension measurement by means of the direct-current-potential-drop method» *Journal of Testing and evaluation*, vol. 27, n°11, p 42-46, 1999.
- [96] M. James et J. Newman, «The effect of crack tunneling on crack growth: experiments and CTOA analyses» *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 70, n°13, p 457-468, 2003.
- [97] R. Branco et F. Antunes, «Finite element modelling and analysis of crack shape evolution in mode-I fatigue Middle Cracked Tension specimens» *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 75, n°110, p 3020-3037, 2008.
- [98] M. Perrais, «Etude de l'amorçage de fissures dans l'alliage 718" Direct Aged" sous sollicitations thermom{\'e}caniques couplées» 2015.
- [99] P. Browning, M. Henry et K. Rajan, «'Oxidation Mechanisms in Relation to High Temperature Crack Propagation Properties of Alloy 718 in H<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>O/Inert Gas Environment» *Superalloy 718, 625, 706 and Various Derivatives*, p 665-678, 1997.
- [100] N. Ashbaugh, «Wave Shape Effects upon Crack Growth in Inconel 718» chez *Presentation Given at 15th National Symposium on Fracture Mechanics, University of Maryland, College Park, Maryland*, 1982.
- [101] H. Ghonem, T. Nicholas et A. Pineau, «Elevated temperature fatigue crack growth in alloy 718—part I: effects of mechanical variables» *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 16, n°15, p 565-576, 1993.
- [102] J. Saarimäki, J. Moverare, R. Eriksson et S. Johansson, «Influence of overloads on dwell time fatigue crack growth in Inconel 718» *Materials Science and Engineering: A*, vol. 612, p 398-405, 2014.

- [103] E. Andrieu, B. Max et B. Viguier, «Oxidation Assisted Intergranular Cracking in Alloy 718: Effects of Strain Rate and Temperature» *AerospaceLab*, n°19, p p--1, 2015.
- [104] J.-C. Chassigne, «Fissuration à hautes températures du superalliage base nickel N18 élaboré par métallurgie des poudres: Etude du couplage mécanique-environnement en pointe de fissure», thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1997.
- [105] J. Nguejio, «Processus diffusionnels à l'origine de l'évolution de la composition d'un alliage au cours de l'oxydation sélective en pointe de fissures intergranulaires. Application à la CSC de l'alliage 600 en milieu primaires des REP» 2016.
- [106] L. Fournier, D. Delafosse et T. Magnin, «Oxidation induced intergranular cracking and Portevin-Le Chatelier effect in nickel base superalloy 718» *Materials Science and Engineering: A*, vol. 316, n°11, p 166-173, 2001.
- [107] H. Wang, C. Berdin, M. Mazière, S. Forest, C. Prioul, A. Parrot et P. Le-Delliou, «Portevin--Le Chatelier (PLC) instabilities and slant fracture in C--Mn steel round tensile specimens» *Scripta Materialia*, vol. 64, n°15, p 430-433, 2011.
- [108] W. Elber, «The significance of fatigue crack closure» chez *Damage tolerance in aircraft structures*, ASTM International, 1971.
- [109] E. Wolf, «Fatigue crack closure under cyclic tension» *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 2, n°11, p 37in345--44in4, 1970.
- [110] G. Gray, J. Williams et A. Thompson, «Roughness-induced crack closure: an explanation for microstructurally sensitive fatigue crack growth» *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 14, n°12, p 421-433, 1983.
- [111] S. Suresh, G. Zamiski et D. R. Ritchie, «Oxide-induced crack closure: an explanation for near-threshold corrosion fatigue crack growth behavior» *Metallurgical Transactions A*, vol. 12, n°18, p 1435-1443, 1981.
- [112] K. Solanki, S. Daniewicz et J. C. Newman, «Finite element analysis of plasticity-induced fatigue crack closure: an overview» *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 71, n°12, p 149-171, 2004.
- [113] N. Fleck, «Finite element analysis of plasticity-induced crack closure under plane strain conditions» *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 25, n°14, p 441-449, 1986.
- [114] R. McClung et H. Sehitoglu, «On the finite element analysis of fatigue crack closure—2. Numerical results» *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 33, n°12, p 253-272, 1989.
- [115] S. Huseyin et S. Wei, «The significance of crack closure under high temperature fatigue crack growth with hold periods» *Engineering fracture mechanics*, vol. 33,

n°13, p 371-388, 1989.

- [116] C. Jun et P. Shaffer, «Elastic moduli of niobium carbide and tantalum carbide at high temperature» *Journal of the Less Common Metals*, vol. 23, n°14, p 367-373, 1971.





## Résumé

L'Inconel 718 est un superalliage base nickel largement utilisé par les motoristes tels *Safran Aircraft Engines* pour l'élaboration des disques de turbine. Après forgeage des disques, un traitement de vieillissement appelé « *Direct Aged* » est appliqué. Durant le régime de croisière, les disques subissent des maintiens sous chargement constant. Bien que pas complètement compris, il est largement admis qu'un temps de maintien dans un cycle de fatigue a un effet néfaste sur le comportement en fissuration. Cette étude porte donc sur la fissuration en fatigue-fluage à 550°C et 650°C. Des essais sont menés pour des temps de maintien allant jusqu'à 1h. Des développements de la méthode de suivi de fissure par mesure de potentiel (DCPD) ont permis d'identifier la décharge-recharge (contribution de fatigue) d'un cycle de fatigue-fluage comme la partie la plus néfaste. L'application d'un temps de maintien amplifie cette contribution. Le temps de maintien induit également des fronts de fissure extrêmement courbes et tortueux. Une stratégie numérique a été développée, couplant la simulation 3D de la propagation et la méthode dite DCPD, permettant de réaliser des « essais numériques ». La propagation de fronts courbes et tortueux est simulée. Il a été démontré que le comportement en propagation est directement lié à la forme du front de fissure et son évolution. Des essais complexes ont été menés, sous vide, ou impliquant des surcharges. Lorsque l'effet du temps de maintien est annihilé, les morphologies complexes des fronts disparaissent. Elles sont alors associées à une inhibition locale de l'effet endommageant de l'environnement due à une forte plasticité et aux vitesses de déformation. Tous les essais présentés sont analysés en considérant l'effet de la vitesse de déformation locale qui influe largement le comportement en fissuration de l'Inconel 718.

**Mots clés :** Inconel 718 DA, fissuration, temps de maintien, front de fissure, oxydation, vitesse de déformation

## Abstract

Inconel 718 is a nickel-based superalloy widely used by aeroengines manufacturers like *Safran Aircraft Engine* to manufacture turbine disks. After forging, disks are given an ageing treatment called "*Direct Aged*". In service, during cruise, these critical components handle hold-time periods at constant loading. It is well known, although not fully understood, that hold-time increases crack growth rates (CGR). Therefore, this study focuses on crack propagation under such conditions, at 550°C and 650°C. Experiments were carried out for different hold-times, up to 1h. Developments on the crack monitoring technique (DCPD) led to the conclusion that the most damaging part of the cycle is load-reversal (fatigue contribution). This contribution is enhanced by the hold-time period. Hold-time leads to dramatically curved and tortuous crack front. A numerical framework was developed, combining crack growth and DCPD simulations, so that "numerical tests" can be carried out. Using this method, crack growth simulations were performed from curved and tortuous, experimentally reproduced, crack front. It was concluded that increased crack CGR under hold-time conditions are closely related to the crack front morphology and its evolution during propagation. More complex tests, with overloads or under vacuum, were carried out. When the hold-time effect is inhibited, complex morphologies vanish. Such morphologies were associated to local inhibition of the environmental damaging effect due to local high plastic strain and strain rates. The large variety of experiments, presented in this study, was then successfully analyzed considering the effect of local strain rates which greatly influence the crack growth behavior of Inconel 718.

**Key words :** DA Inconel 718, Crack growth, hold-time, crack front, oxidation, strain rate