



**HAL**  
open science

# Amorçage de fissures de fatigue aux joints de macles dans un superalliage à base de nickel $\gamma/\gamma'$

Julien Prouteau

► **To cite this version:**

Julien Prouteau. Amorçage de fissures de fatigue aux joints de macles dans un superalliage à base de nickel  $\gamma/\gamma'$ . Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2024. Français. NNT : 2024ESMA0009 . tel-04644437

**HAL Id: tel-04644437**

**<https://theses.hal.science/tel-04644437v1>**

Submitted on 11 Jul 2024

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# THESE

Pour l'obtention du Grade de :

## DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE ET D'AEROTECHNIQUE

(Diplôme National – Arrêté du 25 mai 2016 Modifié par l'Arrêté du 26 Août 2022)

Ecole Doctorale n°651:  
MIMME Mathématiques, Informatique, Matériaux, Mécanique, Energétique

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

Présentée par :

**Julien PROUTEAU**

\*\*\*\*\*

### **Amorçage de fissures de fatigue aux joints de macles dans un superalliage à base de nickel $\gamma/\gamma'$**

\*\*\*\*\*

Directeur de thèse : **Patrick VILLECHAISE**

Co-encadrant : **Loïc SIGNOR**

\*\*\*\*\*

**Soutenue le 05 Juin 2024**

\*\*\*\*\*

### **JURY**

<b>Ahmed EL BARTALI</b>	Maître de Conférences, Centrale Lille, LaMCU3E, Villeneuve d'Ascq	<b>Rapporteur</b>
<b>Henry PROUDHON</b>	Directeur de Recherche, Mines ParisTech, Centre des Matériaux, Evry	<b>Rapporteur</b>
<b>Catherine MABRU</b>	Professeur, ISAE-Supaero, Institut C. Ader, Toulouse	<b>Examinatrice</b>
<b>Jean-Charles STINVILLE</b>	Assistant Professor, University of Illinois Urbana-Champaign, USA	<b>Examineur</b>
<b>Loïc SIGNOR</b>	Maître de Conférences, ISAE-ENSMA, Institut Pprime, Poitiers	<b>Co-encadrant</b>
<b>Patrick VILLECHAISE</b>	Directeur de Recherche, ISAE-ENSMA, Institut Pprime, Poitiers	<b>Directeur de thèse</b>

---

## Remerciements

Cette thèse a été pour moi avant tout une aventure humaine, bien plus importante que le titre de docteur qui m'importe peu. Je vais donc prendre le temps de remercier les personnes ayant compté durant cette période.

Aubert et Duval : chez qui j'ai beaucoup grandi et rapidement progressé techniquement grâce aux supers équipes que j'ai côtoyé, très compétentes, pédagogues et patientes. Christian, merci pour ta confiance et pour l'opportunité que tu m'as donnée dans un moment difficile, je te dois mon embauche en thèse. Coraline, tout est parti de ce super stage de fin d'étude ! Alexandre, Michel et toute l'équipe de l'ARDEM, j'ai passé une super année à vos côtés à Pamiers. Alexandre, tes nombreux conseils m'auront été très utiles tout au long de ma thèse.

Mes encadrants : Loïc, ton temps, ta disponibilité et tes (trop ?) nombreuses relectures ont été d'une très grande aide, tu as toujours quelque chose à redire, ce qui peut parfois être embêtant mais fondamental pour avancer, donc après coup merci ! Patrick, je suis admiratif du temps que tu arrives à consacrer à l'ensemble de tes nombreuses activités / responsabilités dans le laboratoire. Ensuite, j'ai aimé le travail dans la bonne humeur et la bienveillance, les petites taquineries, les fissurotechs, les longs trajets avec les histoires de pêche à la grenouille, et toutes les autres histoires ! C'était génial de faire cette thèse et d'apprendre avec toi ! Jonathan, monsieur soutien, monsieur qui a le mauvais rôle pour me remonter les bretelles quand il le faut, souvent à raison, et quelques rares fois à tort. J'ai l'impression que tu as cru en moi et que tu crois toujours en moi, rien que pour ça merci énormément, c'est grâce aux gens comme toi qu'on donne le meilleur de nous-même et que l'on se sent capable de réaliser des choses sympas ! Je suis aussi très heureux d'enfin vraiment travailler avec toi, je suis sûr que ce sera super !

TOPAZE : Ces réunions ont été des temps très forts de cette thèse, pour les échanges surtout, pour la densité de spécialistes, pour les parties école, pour les supers moments, les déplacements, l'intérêt pour les travaux des doctorants, les questions à n'en plus finir pendant les présentations, etc. Merci à tous ! (Nathalie, Julien, Jean-Michel, Jonathan, Patrick, Loïc, Marc, Alexis, Daniel, Illusca, Guillaume, Manu, Fabio, Théo, Federico, Franco, Chi Toan, Aurélie, Amandine, Florent, Lionel, Arnaud, Adèle).

Usinage au laboratoire : Sans vous on ne peut tout simplement pas bosser... Donc rien que pour ça merci beaucoup à Jacques, Laurent, Loïc et Pascal. Petite dédicace à l'éprouvette importante littéralement coupé en 2 par erreur par Laurent, quand on ne fait rien on ne fait pas d'erreur, sans aucune rancune. ;)

Secrétariat : Vous nous facilitez tellement la vie grâce à votre aide, merci ! Karine, Valérie, merci d'être toujours agréables, souriantes, ouvertes à la plaisanterie, à la discussion, etc. Francine, ta joie et ta bonne humeur presque constantes sont juste exceptionnelles ! Merci de rendre nos midis / pauses légères et sympas, merci de participer avec les doctorants (trop peu de permanents le font) et ne change surtout pas <3.

Equipe technique : Merci de concevoir, de prendre soin et de nous former sur les manips ! Médéric, merci pour ta bonne humeur et d'être abordable, avenant et rigolo. Amélie, merci pour ta confiance (qui a été un peu difficile à acquérir ;) dans l'utilisation des mappings Tescan, qui a été l'élément le plus important dans la démarche expérimentale menée. Florence, que dire ... un grand merci pour avoir animé ma thèse, je suis fière qu'on ait fini par

## Remerciements

---

si bien travailler ensemble, en se disant les choses comme tu dis, merci aussi évidemment pour les conseils pertinents, les formations, le suivi, etc.

Autres : Le personnel qui fait le ménage, merci de nous permettre de travailler dans de bonnes conditions et désolé de ne souvent pas être exemplaire sur l'état de mes postes de travail ... Je pense particulièrement à Delphine avec qui j'ai eu des discussions très sympathiques au début de ma thèse.

Doctorants : La partie la plus longue des remerciements revient évidemment aux doctorants (collègues, ami/es et plus ;) ) avec qui j'ai passé presque 4 années incroyables, merci à tous ces merveilleux moments !! N'interprétez pas l'ordre et ne sur-interprétez pas les taquineries, normalement elles devraient parler aux personnes concernées. Merci aux vieux pour leurs conseils, pas pour l'exemple de courtoisie de certains pendant leur rédaction (Sarah, Luciana, Alice, Clément, Coline, Adèle, Samuel, Lucille). Merci aux un peu moins vieux pour leur accueil (Julie et Maxime). Merci à Florent, un super chic gars, pour les discussions sympathiques et les supers séances de sport ! Merci aux râleurs attachants Quentin et Guillaume. Jérémy, merci de nous illuminer d'un charme sans pareil, et surtout d'être là quand on a besoin de parler. Thomas, merci pour les soirées, le sport, les secrets bien gardés et tes blagues heuu d'un goût relatif ;). Flo, merci pour le foot et d'être de temps en temps un gros relou qu'on aime. Romain, merci pour les 25% de blagues sympas. Corentin, mecton !! Merci pour les soirées, ce super karaoké, l'escalade et bientôt la rando si la météo le permet. Hicham, merci d'être si atypique. Antonio, calme, compétent, agréable, une jolie voix, c'était vraiment un plaisir de partager cette thèse avec toi ! Abdou, merci pour ta bonne humeur, ton méga style et de nous honorer de ta présence de temps en temps. Mitia, merci d'être gentille... ;) mais aussi de nous faire saliver avec tes plats délicieux le midi et sur Insta ! Augustin, Remy, Malo, David, Julie, merci d'être une ATEM inoubliable (dans tous les sens du terme). Titouan merci d'arrêter respirer. Ali, pour ta tranquillité d'esprit il vaut peut-être mieux que tu n'apprennes pas trop vite le français. David, t'es un gars très sympa, c'est un plaisir de passer ma journée à 30 cm de toi. Salva, merci de nous avoir fait beaucoup rire !! Vincent, merci pour les très nombreux cakes et pour ton humeur constante. Remy... Remy quoi. Achraf, merci pour les longues discussions, pour les blagues, les conseils muscu et stp parles un peu moins de dislocations par moment ;) Manu, je ne crois pas avoir eu l'occasion de te présenter mon chat finalement... Garde tes supers mollets, tes supers blagues et t'es un chouette gars ! Laurane, je t'ai apprécié dans tes 2 vies ici ! Un petit rayon de soleil qui n'a peur de rien sur le mur d'escalade et qui n'hésites pas à envoyer des taquets quand on s'y attend le moins, changes pas ! Fabio, tu es une personne en or, on ne compte plus les gens que tu as aidé... J'espère qu'on te le rend bien ! Ma formation sur la machine d'essai méca traîne un peu, tu veux pas t'en occuper ? (j'ai gardé Julianito ;)). Lucas, merci pour les repas, le sport (de temps en temps ;)), le semi, les randos, les bars et d'être un si grand tombeur de bouclettes ! Laureline, merci pour ton supertup (un vrai temps fort de mes cadeaux de thèse), pour tes non-compliments sur mes chemises et pour la nourriture dans le frigo ;). Matmat, mon plus vieux ami que j'ai eu ici (par ton âge aussi d'ailleurs ;)), merci d'être toujours là malgré ma grande difficulté avec les messages... Merci pour la muscu, les bières, la rando (vive la pelle !), les yeux de biche et d'être quelqu'un d'entier ! (relou de temps en temps ;)). Boni, mon ami, mon gymbro, monsieur qui ne se plaint jamais, monsieur le meilleur président de l'ATEM, monsieur qui cours trop vite sans s'entraîner, monsieur qui s'intègre partout (grâce à un peu de langue de bois en digne président que tu es ;)), je suis trop content de partager tous ces moments avec toi, bravo pour ton courage ! Théotime, tes petits pantalons manquent à mon quotidien, j'ai adoré faire des courses avec toi, je vais m'arrêter la car j'ai cru comprendre que tu n'aimes pas les remerciements. Louise, je vais finir par la trouver cette fourchette qui traîne dans l'évier ;) Je suis très content que tu sois venu dans le bureau, même pour me faire gronder de temps en temps (à raison) ;) Trop heureux d'avoir l'occasion de continuer à

## Remerciements

---

partager plein de moments (de de séances jambes ailleaille) pendant encore plus d'1 an ici, tu es incroyable ! Romain, merci pour les bières, les repas, les combats acharnés de tennis, les apéros bureaux, les invitations, etc... Tu n'auras pas eu l'occasion de me mettre une raclée au ping-pong. Mélou, les soirées, TOPAZE, les confessions, les gros câlins quand ça allait pas ... Tu as pris ma défense quand j'en avais besoin, tu as été « mon ange gardien à Pprime » ... Tu as été un exemple de travail, de détermination et ... de manuscrit (j'avoue par moment je me suis un peu inspiré ;))... Merci de m'avoir permis de connaître la belle personne que tu es ! Merci aussi de m'avoir nourri de si nombreuses fois (le saumon me manque !!). Tiphaine, ma petite compère de stage, de thèse, de rigolade, confession, de bêtise, de soirée, de sport, d'anti-corps mou, de lance flamme... Cette thèse n'aurait pas été la même sans toi, t'imagines pas comme j'ai été heureux mon premier jour de voir qu'on était dans le même bureau ! Merci pour la complicité et les rires, je suis persuadé qu'on gardera ça. Au passage, t'as eu chaud, finalement j'ai presque soutenu avant toi ;) Marjolaine, le sanglier, le pantalon troué, le twerk, les blagues gênantes, toi un peu timide au premier abord et moi sans filtres... Bref, à première vue c'était pas flagrant qu'on allait bien s'entendre... mais on est devenu de super amie, même voisins de bureau... et j'ai adoré (peut-être que toi moins par moment) ! Merci pour les délires, de m'avoir remis à ma place quand c'était mérité, pour les méga séances d'escalade, pour la banane de l'amitié, pour les post-it marrants, pour nos confidences, surtout pour ta confiance... Ta présence au quotidien me manque beaucoup ! Au passage, après 3 ans j'ai fini par comprendre : pas de Marjo sur l'ENT ou nulle part ailleurs ;) Anaïs, que tu es fatigante, rigide sur les horaires ... mais surtout tellement attachante, tu illumines ma vie au travail, avec toi c'est quand même bien plus marrant, merci de me faire rire tous les jours, et surtout d'être toujours là quand j'en ai besoin ! (merci au bureau de nous supporter, on se demande encore comment Titouan est encore là). J'espère que quand je serai vieux j'aurai une jolie collection de canards et de cailloux ! (volontaiiiiiiiiiire)

Famille : Merci à ma famille de m'avoir toujours soutenu. Mamie de m'avoir répété des milliers de fois j'étais un petit garçon intelligent, même si c'est pas si vrai je pense que c'est resté ancré en moi, le fait de le croire quand même un peu m'a permis de ne jamais me mettre de limites pour rien. Papa, je te dois cette petite flamme/rage/énergie débordante au fond de moi, tu as été le meilleur papa du monde. Maman, je te dois mon sourire et ma joie de vivre, sans laquelle je ne suis plus bon à rien. Nico, tu as beau être le plus jeune, tu as toujours été mon exemple, on a eu la chance de pouvoir passer encore 4 années de plus au même endroit, et j'ai un énorme pincement au cœur de savoir que c'est presque fini. Laurène, merci pour toutes ces années, pour ton aide sans faille (prépa, ENSMA, Aubert & Duval, thèse...) et d'être une incroyable maman.

Sacha, tu es de loin ma plus grande et ma plus importante aventure, ça m'a tellement fait relativiser les petits problèmes sans importances de la thèse, je suis fière d'être ton papa et merci de m'apprendre à l'être. Si un jour tu lis ces lignes, j'aimerais te dire qu'au moment où j'écris je pense que ce n'est pas la peine de faire une thèse ou de grandes études pour réussir sa vie, sois heureux, vis ta vie et suis ton propre chemin, je serai fière de toi quoi qu'il arrive !

Louane, tu as été une source de force et de motivation incroyable, ce bébé manuscrit (comme dit Jo), tu m'as aidé à le sortir (et m'a fait rajouter 1000 virgules), merci pour ces weekends d'automne à me soutenir alors que je ramais à rédiger en étant parfois très monion (=désagréable) comme on dit. Bien avant le titre de docteur, ton amour est ce que j'ai gagné de plus précieux pendant cette thèse, merci pour cette histoire... et d'être si forte pour imiter les animaux (#Sachou, #L'oiseau) ;) Toi aussi, dans un peu plus d'un an, tu rendras un super méga travail dont tu pourras être fière, de mon côté, je suis déjà et je serai toujours fière de toi ! Je t'aime Louane.

---

# Sommaire

## Glossaire

## Introduction générale

## Chapitre 1 : Bibliographie

I. L'alliage de l'étude, les superalliages à base de nickel polycristallins et les joints de macles .....	5
I. 1. Présentation des phases .....	6
I. 2. Procédés de fabrication, microstructures, propriétés mécaniques et contraintes résiduelles .....	7
I. 2. 1. Elaboration des lingots.....	7
I. 2. 2. Conversion en demi-produit.....	9
I. 2. 3. Mise en forme du demi-produit.....	10
I. 2. 4. Traitements thermiques .....	10
I. 3. Les joints de macles cohérents $\Sigma 3$ .....	13
I. 4. L'alliage de l'étude : l'AD730™ .....	16
I. 4. 1. Composition chimique.....	16
I. 4. 2. Microstructure et propriétés mécaniques .....	17
II. Généralités sur la fatigue.....	20
II. 1. Domaines de durée de vie en fatigue.....	20
II. 2. Comportement cyclique .....	20
II. 2. 1. Définitions des boucles de fatigue.....	20
II. 2. 2. Evolutions cycliques.....	21
II. 2. 3. Mécanismes de franchissement des précipités intragranulaires par les dislocations .....	22
II. 3. Courbes de durée de vie.....	24
II. 4. Généralités sur l'amorçage de fissure.....	27
II. 4. 1. Cristallographie des structures cubiques à faces centrées et glissement plastique .....	27
II. 4. 2. Amorçage de fissure dans les bandes de glissement.....	30
II. 5. Micro-propagation et propagation des fissures jusqu'à la rupture .....	32
II. 5. 1. Généralités sur les fissures longues et les fissures courtes .....	33
II. 5. 2. Propagation des fissures courtes dans les superalliages .....	34
II. 5. 3. Impact de la microstructure et des conditions de chargement sur la micro-propagation et la propagation des fissures à température ambiante dans les superalliages .....	35
III. Amorçage de fissures de fatigue dans les superalliages polycristallins.....	36
III. 1. Nature des sites d'amorçage sur les faciès de rupture.....	38
III. 1. 1. Température ambiante et intermédiaire .....	38



III. 1. 2. Hautes températures .....	40
III. 2. Fissures le long des joints de macles cohérents $\Sigma 3$ .....	42
III. 2. 1. Analyses fines de facettes cristallographiques .....	42
III. 2. 2. Configurations favorables à l'amorçage à température ambiante.....	43
III. 2. 3. Mécanismes d'endommagement à température ambiante .....	45
IV. Synthèse.....	47

## **Chapitre 2 : Démarche de travail**

## **Chapitre 3 : Matériau et techniques expérimentales**

I. Lots de matières, prélèvement, traitement thermique, usinage et préparation des éprouvettes .....	53
I. 1. Les lots de matière en AD730 <sup>TM</sup> .....	53
I. 2. Prélèvements.....	53
I. 3. Traitement thermique.....	54
I. 4. Usinage des éprouvettes .....	55
I. 5. Préparation des éprouvettes.....	56
II. Essais mécaniques.....	56
II. 1. Traction .....	57
II. 2. Fatigue .....	57
II. 2. 1. Essais de fatigue jusqu'à la rupture .....	57
II. 2. 2. Essais de fatigue interrompus.....	58
III. Techniques et méthodologie de caractérisation des sites d'amorçage de fissures et des microstructures.....	58
III. 1. Moyens utilisés .....	58
III. 1. 1. MEB et MEB-FEG.....	58
III. 1. 2. EBSD 2D .....	58
III. 2. Méthodologie de détection et d'analyse des sites d'amorçage de fissures.....	61
IV. Microstructures et propriétés en traction .....	64
IV. 1. Microstructures.....	64
IV. 1. 1. Structures de grains .....	64
IV. 1. 2. Structure de précipitation.....	68
IV. 2. Propriétés en traction .....	71
V. Matrices d'essais de fatigue.....	72

## **Chapitre 4 : Essais de fatigue jusqu'à la rupture et nature des sites d'amorçage**

I. Essais de fatigue jusqu'à la rupture .....	75
I. 1. Durée de vie et comportement cyclique .....	75
I. 2. Amorçage des fissures fatales.....	78
I. 2. 1. Faciès de rupture.....	78

I. 2. 2. Observations des futs des éprouvettes .....	80
I. 3. Synthèse et choix des conditions de chargement pour les essais interrompus .....	82
II. Essais de fatigue interrompus sur les éprouvettes à section carrée.....	83
II. 1. Constitution de la base de données et analyse de la densité de fissures et de bandes de glissement .....	83
II. 1. 1. Base de données .....	83
II. 1. 2. Densités de fissures.....	84
II. 1. 3. Bandes de glissement.....	85
II. 2. Nature des sites d'amorçage de fissures .....	88
II. 3. Cinétique d'amorçage et de micro-propagation des fissures.....	92
II. 3. 1. Longueurs des fissures .....	93
II. 3. 2. Etude des fissures les plus longues .....	94
III. Bilan intermédiaire et discussion .....	95
IV. Influence de la microstructure sur la durée de vie et la nature des sites d'amorçage à R = -1 .....	99
IV. 1. Durée de vie et faciès de rupture.....	99
IV. 2. Nature des sites d'amorçage .....	100
V. Synthèse.....	101

## **Chapitre 5 : Fissures le long des joints de macles**

I. Etude statistique des configurations cristallographiques locales associées aux joints de macles.....	104
I. 1. Grandeurs étudiées .....	104
I. 2. Résultats associés à la microstructure bimodale .....	105
I. 2. 1. Longueur des joints de macles.....	105
I. 2. 2. Facteur de Schmid et différence de module d'Young .....	106
I. 2. 3. Angles $\theta$ , $\alpha$ et $\beta$ (orientation des systèmes de glissement par rapport à la surface libre et à la direction de traction) .....	108
I. 3. Résultats pour la microstructure grossière .....	111
I. 4. Bilan intermédiaire et discussion.....	113
II. Analyse de sites d'amorçage pour la condition de référence (HCF à R = -1) .....	116
II. 1. Zone d'amorçage.....	116
II. 2. Amorçage au centre d'un joint de macles .....	118
II. 2. 1. Présence de hautes extrusions .....	118
II. 2. 2. Caractérisation 3D et facettes cristallographiques.....	119
II. 3. Amorçage à l'extrémité d'un joint de macles .....	121
II. 4. Configurations microstructurales spécifiques propices à la plasticité et à l'amorçage .....	124
II. 5. Champs mécaniques locaux.....	128
II. 6. Scénarios d'amorçage .....	131

III. Analyse de sites d'amorçage pour les conditions de type HCF à R = 0 .....	133
III. 1. $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ , durée de vie de 80 000 cycles .....	134
III. 1. 1. Zones d'amorçage .....	134
III. 1. 2. Facettes cristallographiques .....	137
III. 2. $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$ , durée de vie de 200 000 cycles .....	138
III. 2. 1. Zones d'amorçage .....	138
III. 2. 2. Facettes cristallographiques .....	140
IV. Synthèse.....	141

## **Chapitre 6 : Fissures aux jonctions de joints de macles**

I. Description des jonctions fissurées.....	144
I. 1. Zone d'amorçage.....	144
I. 2. Nature des joints.....	144
I. 3. Nature des joints fissurées.....	147
I. 4. Taille des jonctions fissurées .....	148
I. 5. Reconstruction 3D .....	149
II. Etude des conditions cristallographiques locales.....	150
II. 1. Grandeurs étudiées .....	150
II. 2. Facteur de Schmid et différence de module d'Young.....	152
II. 3. Angles $\theta$ , $\alpha$ et $\beta$ (orientation des systèmes de glissement par rapport à la surface libre et à la direction de traction) .....	154
II. 4. Angles de TILT, $\Delta\alpha$ et $\Delta\theta$ (désorientations entre les systèmes de glissement actifs des 2 plans octaédriques fissurés) .....	157
II. 5. Impact de la microstructure.....	159
III. Analyses complémentaires et discussion .....	160
IV. Scénario d'amorçage .....	166
V. Synthèse.....	168

## **Conclusion générale et Perspectives**

### **Annexes**

### **Références**

## Glossaire

### Acronymes et sigles

AFM : Atomic force microscope  
BSE : Back Scattered Electron  
CFC : Cubique Face Centrées  
CSL : Coïncidence Site Lattice  
DA : Direct Aged  
DIC : Digital Image Correlation  
EBSD : Electron Back Scattered Diffraction  
EDS : Energy Dispersive Spectrometry  
ESR : Electro Slag Remelting  
FIB : Focused ion beam  
HCF : High Cycle Fatigue  
HR-DIC : High Resolution Digital Image Correlation  
IPF : Inverse Pole Figure  
LCF : Low Cycle Fatigue  
MEB : Microscope Électronique à Balayage  
MEB-FEG : MEB- Field Electron Gun  
NMI : Non Metallic Inclusion  
SE : Secondary Electron  
TEM : Transmission electron microscopy  
TTH : Traitement thermique  
VAR : Vacuum Arc Remelting  
VHCF : Very High Cycle Fatigue  
VIM : Vacuum Induction Melting

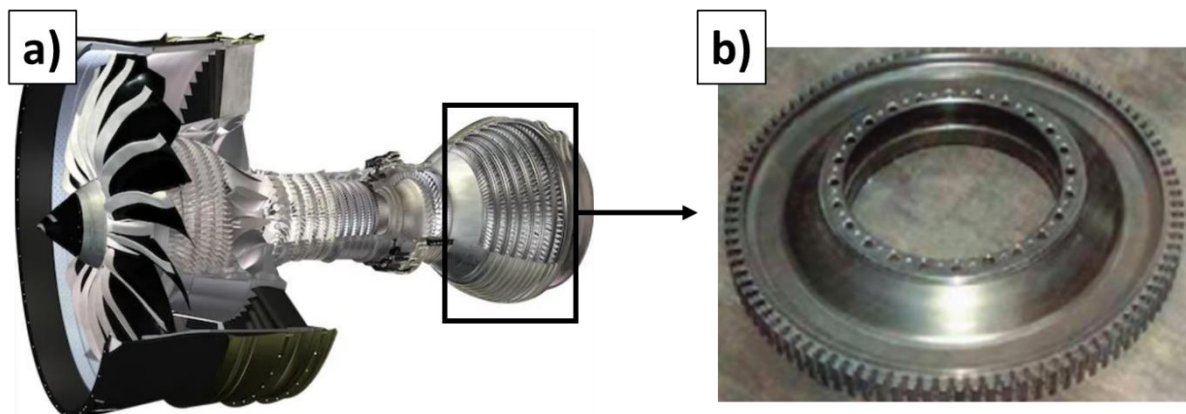
### Symboles

$\varepsilon$  : Déformation  
 $\Delta\varepsilon_t$  ou  $\Delta\varepsilon$  : Amplitude de déformation totale  
 $\Delta\varepsilon_p$  : Amplitude de déformation plastique  
 $\sigma$  : Contrainte  
 $R_\varepsilon$  : Rapport de charge en déformation  
 $R_\sigma$  : Rapport de charge en contrainte  
 $\gamma'_I$  : Précipité primaire  
 $\gamma'_{II}$  : Précipité secondaire  
 $\gamma'_{III}$  : Précipité tertiaire

---

## Introduction générale

Les moteurs des avions civils sont des systèmes complexes conçus pour être toujours plus efficaces pour des besoins économiques et écologiques. Dans cette optique, le turboréacteur LEAP (Figure 1.a) remplace peu à peu le plus ancien CFM56. Une des stratégies pour améliorer le rendement d'un moteur est d'augmenter la température de combustion. Une des conséquences est alors que les températures vues par toutes les pièces après la chambre de combustion peuvent être plus importantes, notamment au niveau des disques de turbines (Figure 1.b) en superalliages à base de nickel polycristallins.



**Figure 1 : a) Turboréacteur (moteur d'avion) LEAP. b) Disque de turbine.**

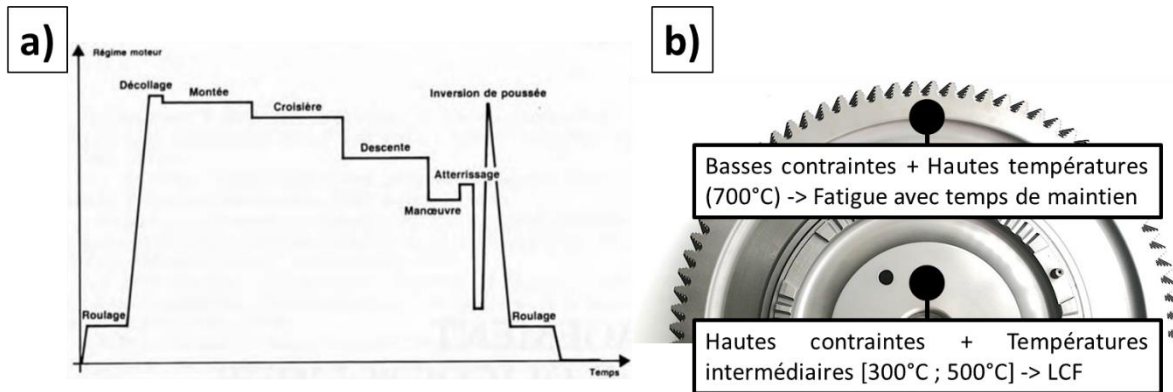
Les alliages utilisés pour fabriquer les disques de turbine évoluent avec cette augmentation de la température. Ceux du CFM56 sont en Inconel 718, le superalliage polycristallin le plus utilisé dans l'aéronautique pour ses excellentes propriétés mécaniques jusqu'à 650 °C et pour son coût modéré. Cet alliage a été remplacé par le René 65 dans le moteur LEAP car ce type d'alliage, de la famille des superalliages polycristallins durcis par la phase  $\gamma'$ , peut être utilisé au-delà de 650 °C grâce à la stabilité de la phase  $\gamma'$  à haute température. Ces superalliages peuvent être fabriqués par la voie conventionnelle coulée forgée.

Cette thèse a été réalisée dans le cadre de la chaire industrielle ANR TOPAZE co-financée par Safran qui vise à étudier cette famille de superalliages à base de nickel. Cette chaire réunit le Centre de Mise en Forme des Matériaux (CEMEF), l'Institut P', Safran et Aubert et Duval qui est invité à suivre certains travaux. Le CEMEF analyse les relations entre les étapes de mise en forme et la microstructure alors que l'Institut P' traite de l'impact de la microstructure sur les propriétés mécaniques. Un des objectifs de cette chaire est d'identifier un ou des points faibles d'une microstructure pour un domaine de sollicitation donné et de faire des propositions de modifications des gammes de traitements thermomécaniques afin d'optimiser les propriétés mécaniques. Dans cette stratégie d'ensemble, le présent travail de thèse réalisé à l'Institut P' vise à mieux comprendre ce qui gouverne l'amorçage de fissures de fatigue.

En service, les disques de turbines sont soumis à des sollicitations complexes (Figure 2.a) et des températures allant de 20°C à l'allumage du moteur jusqu'à plus de 700°C au niveau de la jante du disque (périphérie) lors de certaines phases de vol. La température et les contraintes varient radialement en fonction de la distance au flux d'air à hautes températures. Dans les moteurs récents, l'alésage (le centre du disque) est le plus souvent soumis à des contraintes importantes et des températures intermédiaires ([300 °C ; 500 °C])

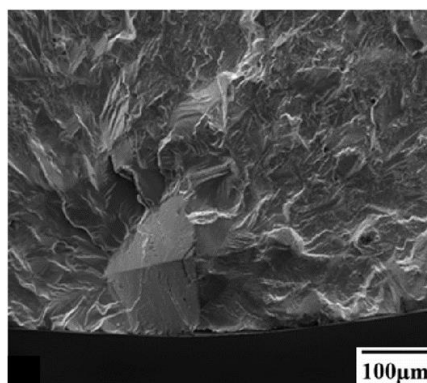
alors que la jante (périphérie du disque) subit des contraintes faibles à plus hautes températures. Des chargements simplifiés sont le plus souvent considérés en fonction de la position radiale dans le disque :

- L'alésage est principalement sollicité en fatigue car le temps de maintien sur le cycle de vol réel est réalisé à trop basse température pour activer des mécanismes viscoplastiques.
- La jante est principalement sollicitée en fatigue-temps de maintien.
- Les zones de fixation des aubes sont principalement sollicitées en fluage.
- Des vibrations sollicitent également les disques en VHCF.



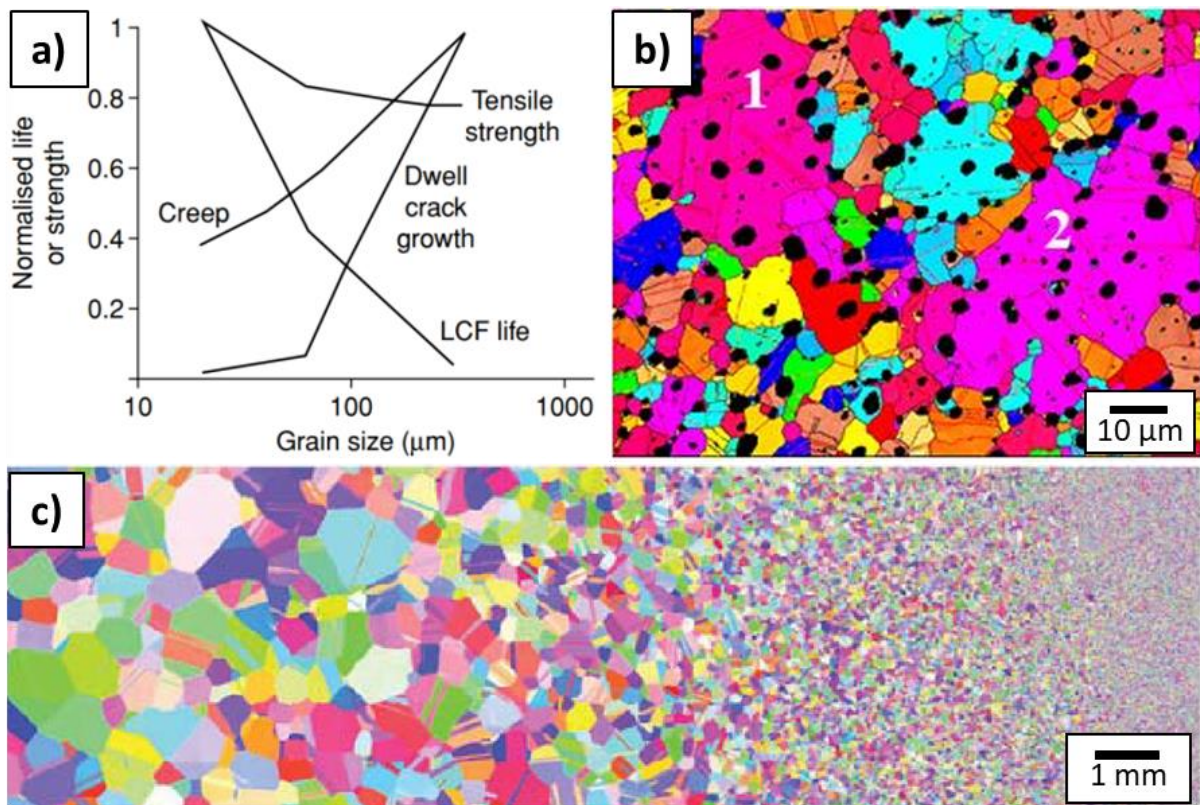
**Figure 2 : a) Représentation d'un cycle de vol réel [1]. b) Sollicitation mécanique et thermique simplifiée de la jante à de l'alésage.**

Le contexte de cette thèse concerne l'alésage du disque qui est donc principalement sollicité en fatigue à température intermédiaire. Ces pièces très critiques sont actuellement dimensionnées pour ne jamais amorcer en fatigue. En fatigue, la taille de grains est un des premiers paramètres microstructuraux à maîtriser afin de contrôler la durée de vie. Les gros grains sont connus comme étant des sites préférentiels d'amorçage de la fissure fatale de 20 °C jusqu'à des températures intermédiaires d'environ 500 °C [2–5]. Ce type de rupture mène à l'observation de grandes facettes cristallographiques sur les faciès de rupture (Figure 3). Pour une application disque, les traitements thermomécaniques sont donc conçus pour garantir une taille de grains fine et homogène d'environ 10 µm. Malgré cela, des variabilités induites par l'historique de transformation et de mise en forme existent invariablement à l'échelle d'un composant. Ainsi, les microstructures industrielles sont contrôlées pour traquer la présence de grains un peu plus gros (typiquement à partir d'un diamètre équivalent de 25 µm).



**Figure 3 : Exemple d'une rupture sur une facette cristallographique correspondant à un grain ALA (« as-large-as ») pour un essai à 538 °C avec un rapport de charge  $R = 0,05$  et une durée de vie de 27 000 cycles [5].**

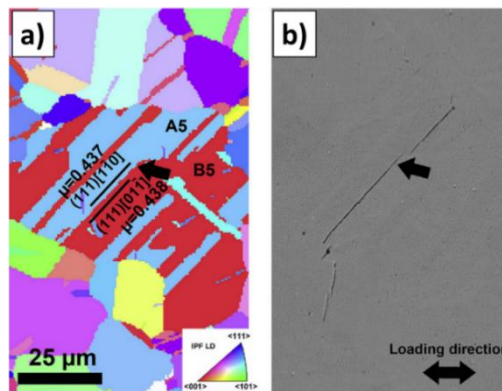
Des aléas métallurgiques pendant une étape de mise en forme et de traitement thermique peuvent générer des grains bien plus gros que la taille de grains cible. La croissance anormale de grains a ainsi été identifiée comme étant un des mécanisme capable de générer de très gros grains dits ALA (« as-large-as ») [5]. Ce phénomène a été expliqué par la présence d'énergie stockée dans certains grains à la fin des étapes de mise en forme. La différence d'énergie stockée entre les grains en question et leurs voisins entraîne un brusque grossissement au cours de la mise en solution du traitement thermique [6] (Figure 4.b). Dans certains cas, une taille de grains plus importante peut également être souhaitée dans une zone spécifique du disque afin d'ajuster les propriétés mécaniques. En effet, la taille de grains influence également sur les propriétés en traction et en fluage [7] (Figure 4.a). Un disque dual [8–10] est ainsi pensé pour placer « la bonne taille de grains au bon endroit ». La microstructure est alors grossière au niveau de la jante pour garantir les performances en fluage et elle reste fine à l'alésage afin de conserver sa résistance en fatigue (Figure 4.c). Une zone de transition avec des tailles de grains hétérogènes est alors présente entre les gros grains et les grains fins. Les disques duals ne sont pas encore utilisés dans les moteurs des avions civils par manque de maturité des processus métallurgiques pour les obtenir mais aussi des procédures de dimensionnement à mettre en place pour intégrer leurs spécificités et avantages. La zone de transition, au comportement mécanique peu connu et dont les plus gros grains peuvent faire craindre des amorçages de fissures de fatigue, reste notamment à analyser plus en détail, ce qui fait l'objet d'autres travaux dans le cadre de la chaire TOPAZE (thèse de Fábio Machado Alves da Fonseca sur le comportement viscoplastique).



**Figure 4 : a). Schématisation de l'impact de la taille de grains sur la résistance à la traction, la durée de vie en fatigue LCF, le fluage et la propagation de fissure pour des superalliages à base de nickel polycristallins [7]. b) Micrographie EDS EBSD d'un échantillon en René 65 déformé à 1040 °C puis traité thermiquement pendant 30 min [6]. c) Coupe radiale d'un disque dual en AD730™ [8].**



L'amorçage de fissures de fatigue sur ces grains a souvent lieu le long de joints de macles cohérents  $\Sigma 3$  (Figure 5), notamment en fatigue en endurance limitée (HCF) ou en fatigue à très grands nombres de cycles (VHCF). Dans une structure cristalline cubique à faces centrées (CFC), cette interface particulière entre deux cristallites est un plan parallèle à un plan possible de glissement  $\{111\}$ . Un joint de macles est donc naturellement un site préférentiel de localisation de la déformation plastique, notamment en fatigue. Les superalliages à base de nickel contiennent généralement beaucoup de joints de macles. Les caractéristiques et la densité de ces interfaces ne sont actuellement pas contrôlées car leurs mécanismes de formation sont encore assez peu connus. Les joints de macles étant incontournables dans les microstructures, il est important d'identifier les conditions favorisant l'amorçage de fissures de fatigue à partir de certains de ces joints et de comprendre les mécanismes associés. Une bonne connaissance de ces sites d'amorçage et la mise en place de critères physiquement ou mécaniquement motivés pourraient par exemple permettre de revisiter certaines exigences sur la taille de grain maximale ou la distribution en taille admissible à l'alésage d'un disque de turbine.



**Figure 5 : Fissure le long d'un joint de macles en HCF à 20 °C avec un rapport de charge de  $R = -1$  sur du René 88DT. a) EBSD. b) MEB. [2]**

Dans le cadre de la chaire TOPAZE, ces travaux de thèse vont donc se focaliser sur l'amorçage de fissures de fatigue aux joints de macles dans un superalliage à base de nickel polycristallin  $\gamma/\gamma'$ . Le matériau utilisé est l'AD730<sup>TM</sup> car cet alliage est représentatif de la famille des  $\gamma/\gamma'$  et que sa microstructure et ses propriétés mécaniques sont maintenant bien connues, notamment grâce à plusieurs études menées dans les chaires OPALE et TOPAZE. Ce manuscrit traite d'une analyse statistique de sites d'amorçage en fatigue à température ambiante pour plusieurs conditions de chargement et des mécanismes d'endommagement associés. Au-préalable, la sélection des conditions de chargement a été possible grâce à l'étude des durées de vie et des sites d'amorçage des fissures fatales sur les faciès de rupture. Ce document se décline en 6 chapitres suivis d'une conclusion générale et de perspectives.

Le chapitre 1 reprend des notions générales sur les superalliages, la fatigue, l'alliage de l'étude et dresse un état de l'art de l'amorçage aux joints de macles. Des points peu abordés dans la littérature sont ciblés dans le but de justifier la démarche de travail décrite dans le chapitre 2. Les microstructures de l'étude et les techniques expérimentales sont ensuite présentées dans le chapitre 3. Le chapitre 4 donne les résultats relatifs aux durées de vie en fatigue, aux faciès de rupture et à la nature des sites d'amorçage observés. Enfin, les chapitres 5 et 6, qui constituent le cœur de ce travail de thèse, se concentrent sur l'analyse de 2 configurations d'amorçage aux joints de macles, la plus classique le long d'un joint de macles dans le chapitre 5 et une nouvelle configuration impliquant des jonctions de joints de macles dans le chapitre 6.

## Chapitre 1 : Bibliographie

Les mécanismes d'amorçage de fissures de fatigue dans les alliages métalliques cubiques à faces centrées ont fait l'objet de nombreuses études [11–13]. Le processus d'endommagement est bien souvent associé à la localisation de la déformation plastique sous forme de bandes de glissement persistantes avec émergence en surface d'extrusions et d'intrusions [14–19]. Suivant la nature des matériaux, de leur microstructure et des conditions de sollicitations (température, amplitude et vitesse de chargement, environnement etc), d'autres configurations conduisent à de l'endommagement : joints de grains, joints de macles, particules, etc [20–24].

Dans le cas des superalliages à base de nickel polycristallins durcis par précipitation, les études menées, grâce notamment à l'utilisation de l'EBS, ont permis de montrer que les joints de macles participent très souvent à la création de fissures [2–4, 25, 26]. C'est en particulier le cas de 20 °C aux températures intermédiaires (environ 500 °C) pour lesquelles de grandes facettes, identifiées sur les facies de rupture à l'origine de la fissure fatale, étaient attribuées à des bandes de glissement alors qu'elles correspondaient à des joints de macles. Plusieurs mécanismes d'amorçage impliquant ces joints spécifiques sont proposés, mais les configurations les plus propices à l'endommagement en fonction des conditions de sollicitation ne sont pas clairement identifiées. De plus, les travaux traitant de ce sujet n'impliquent que rarement une approche statistique du phénomène.

L'objectif de ce chapitre est donc de dresser un état de l'art des connaissances relatives aux sites et aux mécanismes d'amorçage de fissures de fatigue dans le cas des superalliages polycristallins. Les sites d'amorçage des fissures fatales sont décrits pour une large gamme de températures et d'amplitudes de sollicitation avant de se focaliser sur les conditions de chargement induisant l'amorçage aux joints de macles. Avant cette partie spécifique, les superalliages polycristallins, les joints de macles, l'alliage de l'étude, des généralités sur la fatigue et les configurations classiques d'amorçage dans les métaux CFC auront été présentés.

### **I. L'alliage de l'étude, les superalliages à base de nickel polycristallins et les joints de macles**

Ce paragraphe a pour objectif de présenter les superalliages à base de nickel polycristallins, des procédés d'élaboration jusqu'à la microstructure finale associée aux propriétés mécaniques. L'AD730™, le superalliage choisi pour cette étude, est ensuite présenté.

Le nickel est composé d'une structure cubique à faces centrées (CFC) stable de la température ambiante jusqu'à la température de fusion d'environ 1455 °C. La structure CFC est avantageuse car elle présente de bonnes propriétés mécaniques tout en gardant une bonne ductilité, ce qui facilite la mise en forme.

Il existe 3 classes de superalliages à base de Nickel :

- Les alliages durcis par précipitation  $\gamma'$ . Ils sont utilisés sous leur forme monogranulaire (AM1, CMSX-4, etc), à structure colonnaire (DS 200, etc) ou polycristalline (Udimet 720Li, René 88DT, René 65, AD730™, etc) dans les turbomachines aéronautiques pour des composants allant des aubes aux disques.

- Les alliages durcis principalement par précipitation  $\gamma''$  dont l'exemple le plus connu est l'Inconel 718 utilisé massivement dans l'aéronautique pour ces bonnes propriétés mécaniques, sa facilité de mise en forme et son coût modéré.
- Les alliages durcis par solution solide comme l'Inconel 600 ou l'Hastelloy utilisés dans le domaine du Nucléaire.

Seuls les alliages de la famille  $\gamma / \gamma'$  polycristallins obtenus par voie coulée forgée sont présentés dans la suite du chapitre.

## I. 1. Présentation des phases

Les deux principales phases sont la matrice  $\gamma$  et la précipitation  $\gamma'$  (Figure 6) :

- La matrice  $\gamma$  est une solution solide de structure CFC désordonnée avec de nombreux éléments d'addition qui se distribuent dans les sites du réseau. La paramètre de maille de la matrice est noté  $a_\gamma$ .
- La phase  $\gamma'$  est ordonnée de type  $Ni_3(Al, Ti)$  avec une structure  $L1_2$ . C'est la phase durcissante de l'alliage avec un paramètre de maille noté  $a_{\gamma'}$ . En général, les petits précipités intragranulaires sont cohérents avec la matrice et ils représentent la grande majorité de la fraction de phase  $\gamma'$ . Au contraire, les plus gros précipités intergranulaires sont le plus souvent incohérents avec matrice. Le durcissement des alliages dépend grandement de la fraction cohérente de phase  $\gamma'$  (intragranulaire), des tailles des précipités formés et de leur répartition spatiale. La cohérence des précipités  $\gamma'$  avec la matrice s'accompagne d'un désaccord paramétrique de maille ( $\delta = \frac{2(a_{\gamma'} - a_\gamma)}{a_{\gamma'} + a_\gamma}$ ). Celui-ci varie avec la température, la taille des précipités  $\gamma'$ , la fraction des précipités  $\gamma'$  et la chimie de l'alliage [27]. La Figure 7 illustre l'évolution de  $\delta$  avec la température pour différents alliages. Le désaccord paramétrique de maille de l'AD730™ reste proche de 0 aux températures élevées, ce qui confère une bonne stabilité thermique aux précipités durcissants.

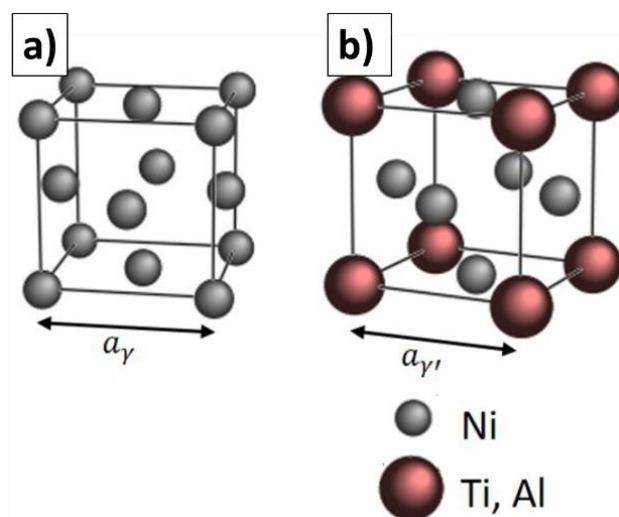


Figure 6 : Structure cristallographique des phases [28]. a) Matrice  $\gamma$  (CFC). b) Phase  $\gamma'$  ( $L1_2$ ).

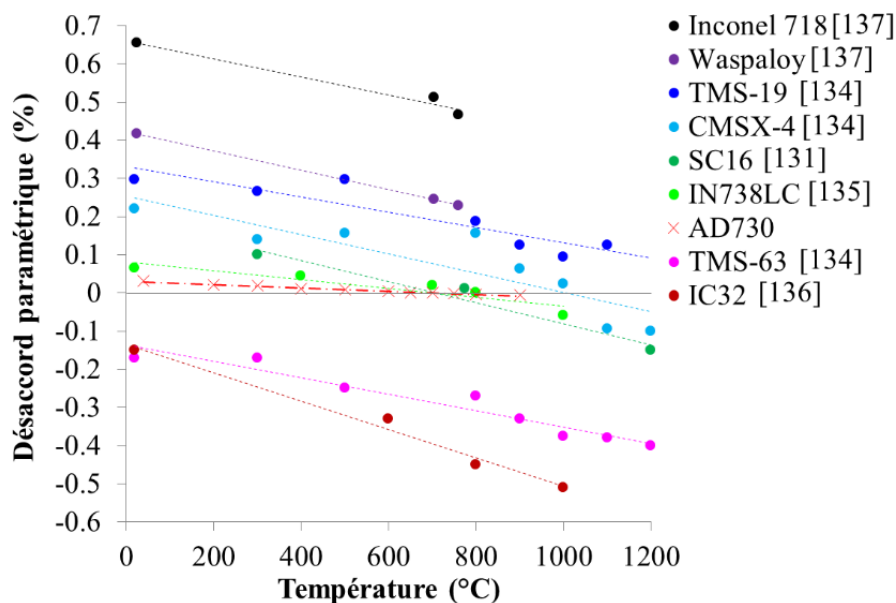


Figure 7 : Evolution du désaccord paramétrique de maille entre les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  pour plusieurs superalliages durcis par précipitation  $\gamma'$  [27].

## I. 2. Procédés de fabrication, microstructures, propriétés mécaniques et contraintes résiduelles

Un superalliage polycristallin peut être obtenu par la voie conventionnelle coulée-forgée ou par la métallurgie des poudres. Cette dernière permet des fractions de phases durcissantes plus importantes (> 45%), les alliages qui en découlent seraient impossibles à forger par la voie conventionnelle. Cependant, le coût de ce procédé de fabrication reste nettement plus élevé. C'est pourquoi les superalliages coulés-forgés comme l'AD730™ sont encore de loin les plus utilisés actuellement.

Les gammes de fabrication des superalliages visent à atteindre un état microstructural capable des propriétés visées tout en s'assurant de la qualité métallurgique. La taille de grains, les éventuelles textures morphologiques et / ou cristallographiques, la structure de précipitation le plus souvent multimodale et les caractéristiques des particules sont des éléments clés pour atteindre les propriétés mécaniques visées. L'état de contraintes résiduelles est également un élément important, notamment pour les phases d'usinage. Les procédés de fabrication des disques de turbines en superalliages de type  $\gamma / \gamma'$  à grains fins sont décrits dans les parties qui suivent.

### I. 2. 1. Elaboration des lingots

Cette étape est réalisée afin d'obtenir une billette avec la composition chimique voulue, une chimie la plus homogène possible et une population contrôlée d'inclusions non métalliques également appelées particules.

#### **VIM (Vacuum Induction Melting : Fusion par induction sous vide)**

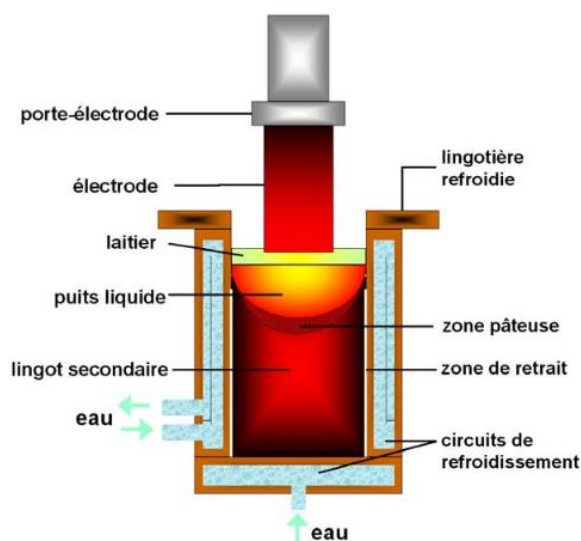
C'est la première étape de l'élaboration. Elle se déroule en trois stades :

- La matière première est mise en fusion sous vide dans un creuset en céramique réfractaire.
- Le mélange est ensuite homogénéisé et la composition chimique est corrigée.
- Le mélange corrigé est coulé dans une lingotière sous une pression partielle d'Argon qui limite l'oxydation.

Cette étape permet d'ajuster la composition chimique de l'alliage et d'éliminer les éléments nocifs comme l'Oxygène (O), l'Azote (N), le Plomb (Pb) ou le Bismuth (Bi). Le lingot obtenue à la fin de cette étape est appelée « lingot primaire » ou « électrode consommable ». C'est lors de cette étape que les inclusions non métalliques se forment du fait des ségrégations chimiques favorisées par les nombreux éléments d'alliages. Les étapes suivantes de l'élaboration vont permettre d'éliminer en grande partie ces inclusions.

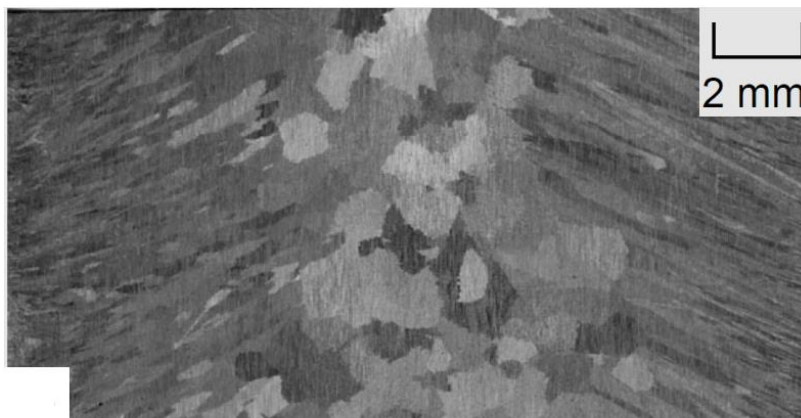
### **ESR (ElectroSlag Remelting : Refusion sous laitier)**

L'ESR, illustré sur la Figure 8, va affiner la structure du métal en éliminant une grande partie des particules grâce au laitier qui joue le rôle de « filtre ». Lorsque le solidus de l'alliage est atteint, l'électrode fond sous forme de gouttelettes qui tombent à travers le laitier pour former le lingot secondaire. Le métal se solidifie au contact de la paroi de la lingotière refroidie par un circuit d'eau. La vitesse de refusion est un paramètre important du procédé. Elle est généralement régulée en cours de refusion par ajustement du courant électrique.



**Figure 8 : Schéma du procédé ESR [29].**

Le lingot obtenue à la fin de cette étape est appelée « lingot secondaire ». La Figure 9 illustre une microstructure d'un lingot d'Inconel 718 après ESR sur une coupe longitudinale. A cette étape la microstructure granulaire est loin des attentes finales en termes de taille, de morphologie et de texture.



**Figure 9 : Lingot d'alliage 718 brut de coulée ESR, coupe longitudinale [30].**

## VAR (Vacuum Arc Remelting : Refusion à l'arc sous vide)

Le VAR est une étape de purification par décantation, flottaison et dissociation thermique des impuretés. Le procédé est illustré sur la Figure 10. Le principe du procédé de refusion à arc sous vide consiste à fondre une électrode sous un vide poussé. La source de chaleur nécessaire à la refusion du métal est fournie par un arc électrique établi entre l'électrode et le lingot. Le courant continu circule entre l'électrode de polarité négative et la lingotière. Lorsque la température de l'extrémité de l'électrode est suffisamment élevée, des gouttes de métal liquide s'en détachent et tombent dans la lingotière refroidie par une circulation d'eau, au contact de laquelle l'alliage se solidifie pour former le lingot brut de coulée.

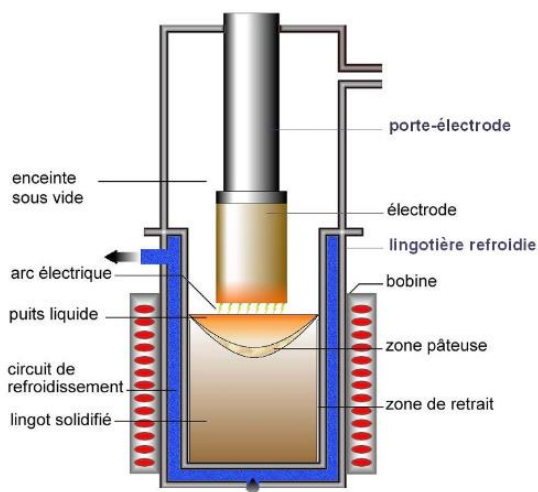


Figure 10 : Schéma du procédé VAR [31].

Un traitement thermique d'homogénéisation est ensuite réalisé afin de réduire les ségrégations chimiques.

### I. 2. 2. Conversion en demi-produit

La conversion est une gamme de forgeage qui consiste à appliquer de fortes déformations à hautes températures. Les paramètres clés sont la température, la déformation et la vitesse de déformation. Durant la déformation, le risque principal est la formation de criques (fissures) qui peuvent mener à la ruine du demi-produit.

L'objectif de la conversion est d'homogénéiser la microstructure et de commencer à affiner la structure de grains pour s'approcher de la taille de grains désirée pour le produit final.

La maîtrise des étapes de forgeage n'est pas aisée du fait des nombreux phénomènes physiques mis en jeu simultanément : la recristallisation statique, la recristallisation dynamique et post dynamique, la croissance de grains, la dissolution et la précipitation de la phases  $\gamma'$ , les différences d'énergie stockée dans les microstructures, l'auto-échauffement ...

Dans les alliages comme l'AD730<sup>TM</sup>, il est possible que les étapes de conversion ne soient pas suffisantes pour avoir une microstructure de grains homogène et complètement recristallisée. Des grains millimétriques non recristallisés contenant des petits précipités  $\gamma'$  peuvent être encore présents à la fin de la conversion (Figure 11). La présence de ces grains n'est pas souhaitable et les gammes de conversion sont normalement conçues pour éviter leur présence.

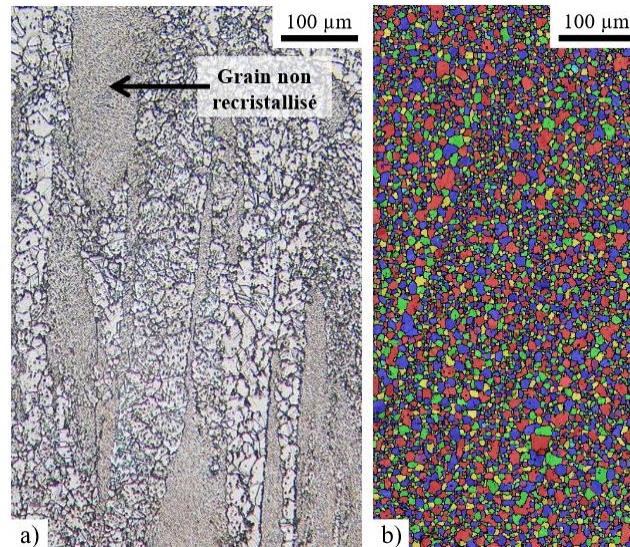


Figure 11 : a) Microstructure au centre d'une billette d'AD730™ en fin d'étape de conversion [32]. b) Microstructure cible pour un disque de turbine basse pression [32].

### I. 2. 3. Mise en forme du demi-produit

Les dernières étapes de mise en forme permettent de s'approcher de la géométrie finale et de continuer la recristallisation dans le but de finir d'affiner la microstructure. La barre est découpée, chaque tranche est ensuite écrasée, poinçonnée et débouchée pour prendre par exemple la forme d'un disque. Le disque est ensuite laminé (laminage circulaire) et / ou matricé. A la fin de ces étapes, la microstructure est normalement presque entièrement recristallisée avec une taille de grains très proche de celle visée.

### I. 2. 4. Traitements thermiques

Les populations de précipités  $\gamma'$  classiquement obtenues à la fin des traitements thermiques (Figure 12), comprennent les précipités intergranulaires primaires  $\gamma'_I$  qui ancrent les joints de grains et les précipités intragranulaires secondaires  $\gamma'_{II}$  et tertiaires  $\gamma'_{III}$  qui sont en grande partie responsables du durcissement des alliages.

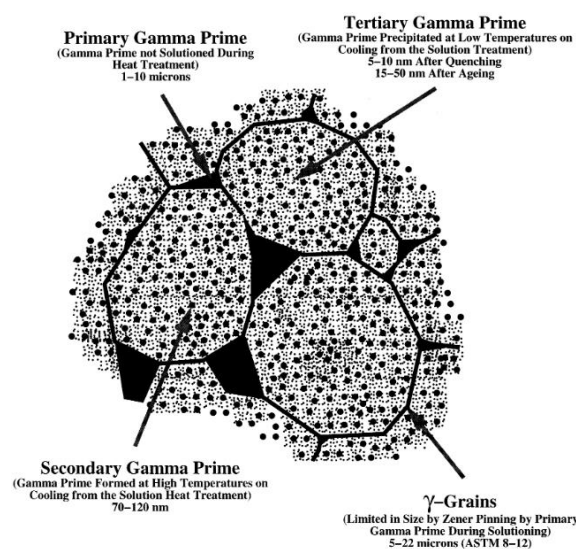
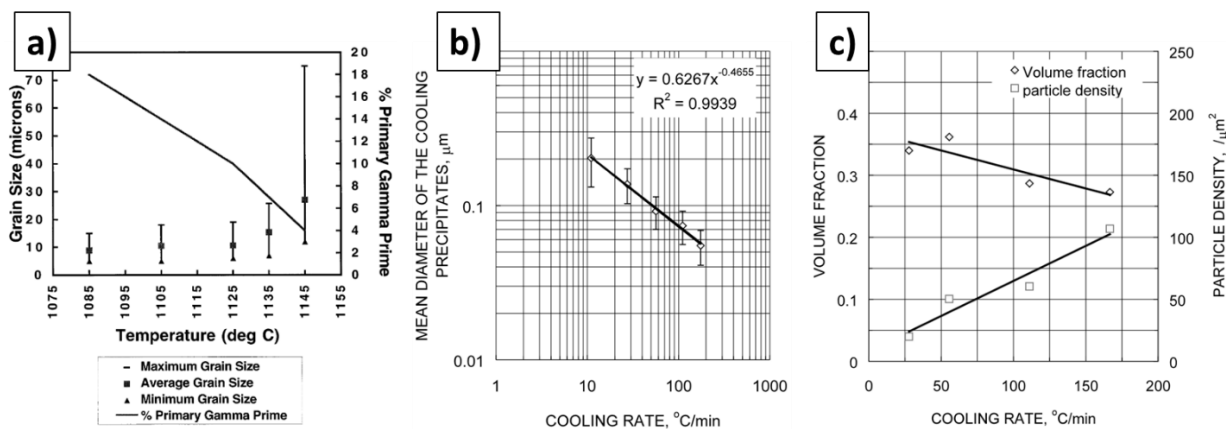


Figure 12 : Schéma classique d'une microstructure d'un superalliage  $\gamma / \gamma'$  après traitement thermique [33].

Ce travail de thèse porte plutôt sur des microstructures « à grains fins » pouvant présenter quelques « gros grains », ainsi la description des traitements thermiques proposée ci-dessous est plutôt orientée pour une « microstructure à grains fins ». Classiquement deux étapes sont pratiquées :

- **Une mise en solution** suivie d'un refroidissement avec une vitesse contrôlée. Le temps de maintien en température et l'écart au solvus de la phase  $\gamma'$  fixent la fraction de précipités intragranulaires, la fraction de précipités  $\gamma'_I$  aux joints de grains et donc la taille de grains (Figure 13.a). La vitesse de refroidissement sur la plage de précipitation détermine en grande partie la taille des précipités  $\gamma'_{II}$  intragranulaires (Figure 13.b). Un disque de turbine peut être une pièce massive présentant de forts gradients de vitesse de refroidissement. Ceux-ci ont deux conséquences, d'une part les précipités  $\gamma'_{II}$  n'ont pas la même taille dans une coupe radiale en fonction de la distance à la surface et, d'autre part, des contraintes résiduelles parfois importantes peuvent apparaître pour les pièces les plus massives subissant des refroidissements rapides (compression en peau et traction à coeur) [27]. Ces contraintes sont à éviter car elles peuvent impacter négativement certaines propriétés mécaniques et induire des difficultés lors de l'usinage de la pièce.
- **Un vieillissement**, ou « revenu », à plus basse température pendant un temps souvent plus important que celui de la mise en solution. Son premier objectif est d'approcher la précipitation intragranulaire de l'équilibre. Des petits précipités  $\gamma'_{III}$  apparaissent et les précipités  $\gamma'_{II}$  grossissent légèrement (Figure 14). Le deuxième objectif est de relaxer les contraintes résiduelles apparues au cours du refroidissement de la mise en solution. Pour cela un vieillissement long à relativement haute température est recommandé [27].



**Figure 13 : Impact de la température de mise en solution sur la taille de grains et la fraction de précipités  $\gamma'_I$  dans l'Udimet 720Li [33]. b) Impact de la vitesse de refroidissement post mise en solution sur la taille des précipités  $\gamma'_{II}$  sur du René 88DT [34]. c) Impact de la vitesse de refroidissement post mise en solution sur la fraction et la densité de précipités  $\gamma'_{II}$  sur du René 88DT [34].**



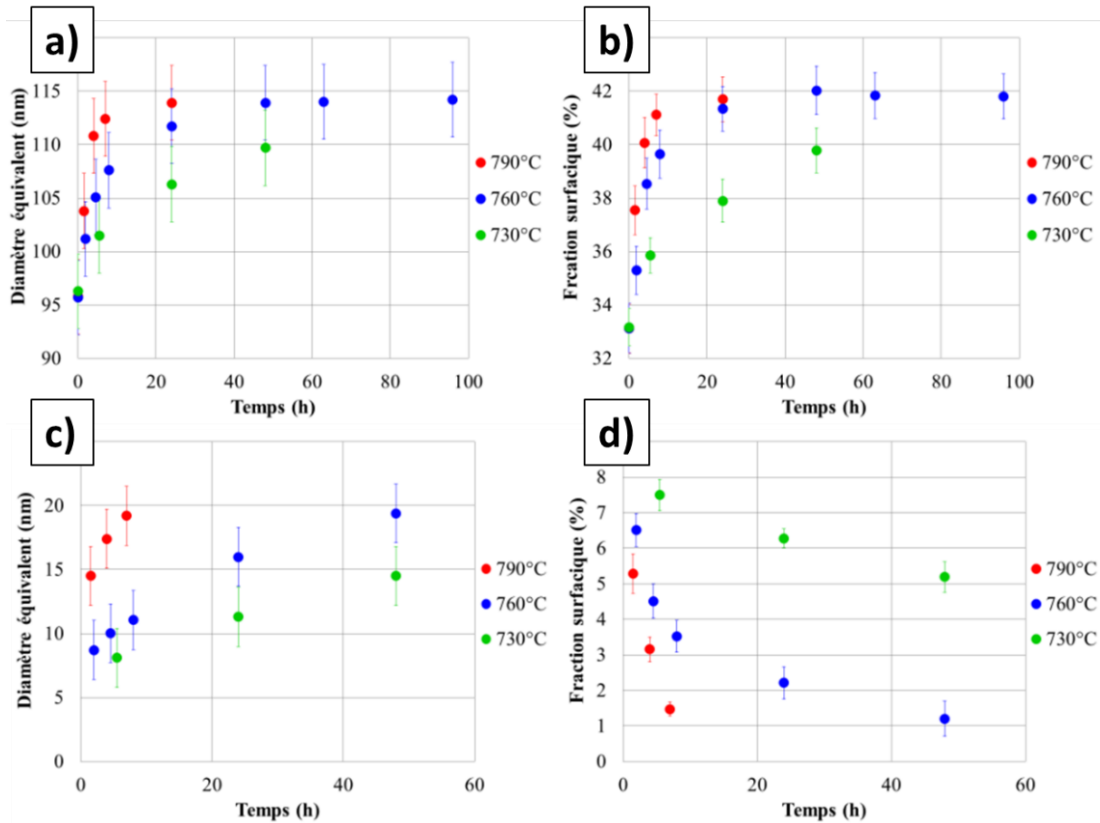


Figure 14 : Impact des temps de vieillissement à 730 °C, 760 °C et 790 °C sur la taille et la fraction des précipités a) b)  $\gamma'_{II}$  et des c) d)  $\gamma'_{III}$  dans l'AD730™ [27].

A la fin du traitement thermique, la microstructure de la pièce est fixée. Les populations de précipités peuvent ensuite légèrement évoluer en service en fonction des zones du disque. Comme illustré sur la Figure 15, la taille de grains finale n'est pas forcément homogène. Il est en effet classique d'observer des bandes ou des clusters de petits grains avec de fins précipités primaires  $\gamma'_I$ . Ces zones correspondent aux anciens grains non recristallisés à la fin de la conversion qui ont été illustrés précédemment sur la Figure 11.

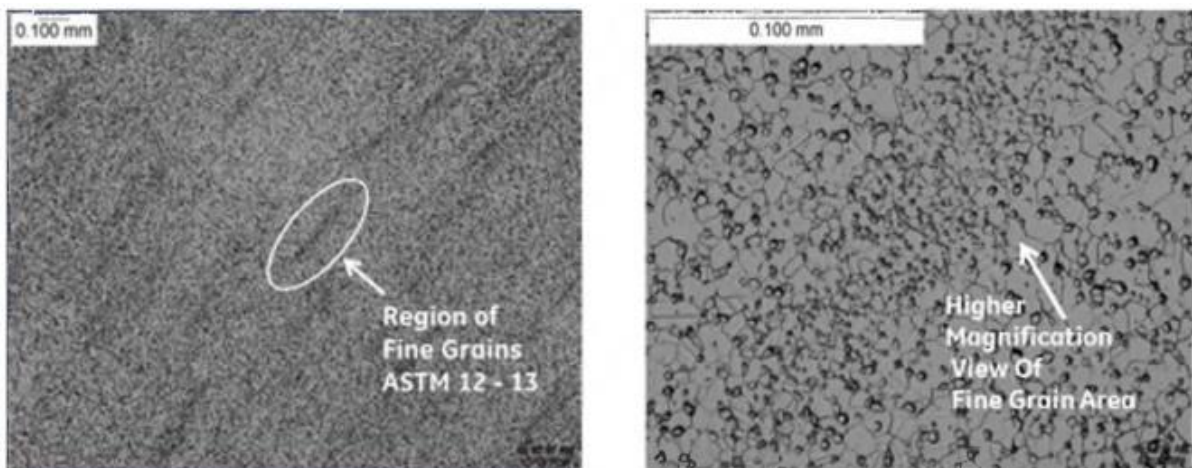
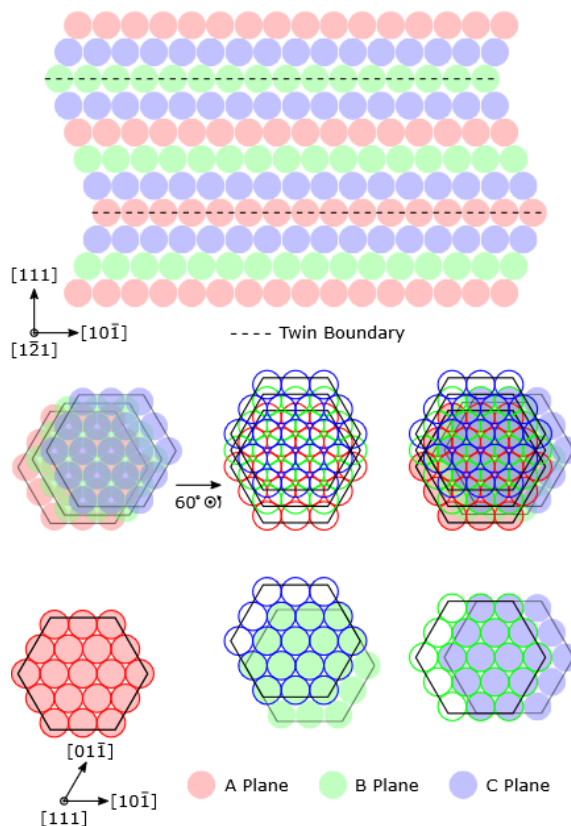


Figure 15 : Microstructure de grains du René 65 après un traitement thermique à 1066 °C [35].

### I. 3. Les joints de macles cohérents $\Sigma 3$

Les superalliages à base de nickel polycristallins sont des matériaux densément maclés. Ces interfaces spéciales impactent les propriétés mécaniques comme la durée de vie en fluage [36, 37], la résistance à la propagation de fissure [38], la résistance à la corrosion [39–41], la résistance à l'oxydation [42] et surtout dans le cadre de cette thèse, l'amorçage de fissures de fatigue [2, 3, 43–45].

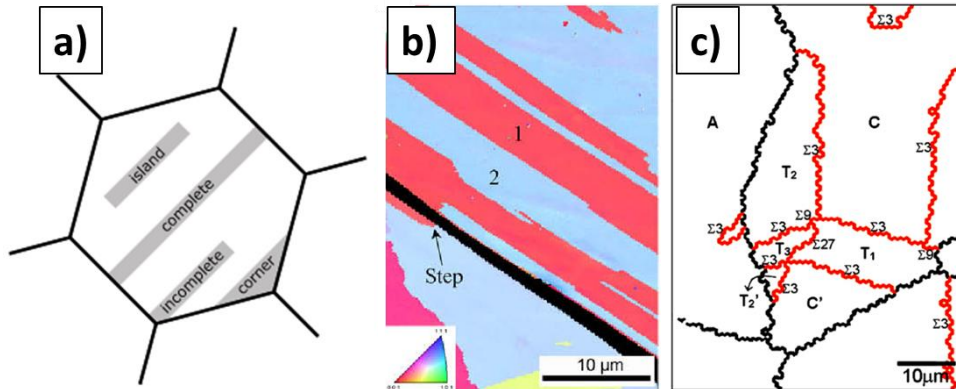
Les joints de macles  $\Sigma 3$  sont des interfaces particulières définies par une rotation de  $60^\circ$  entre deux cristallites autour d'un axe commun  $\langle 111 \rangle$ . La Figure 16 présente un schéma de macle  $\Sigma 3$  où l'on voit que cette configuration correspond à une inversion dans l'ordre d'empilement des plans denses  $\{111\}$  : ABCABC devient CBACBA. Si le joint correspond à un plan octaédrique ou dense  $\{111\}$ , il est qualifié de cohérent, c'est-à-dire qu'il **coïncide avec un plan de glissement**. La grande majorité des joints de macles sont cohérents.



**Figure 16 : Illustration de la relation de maclage par une inversion de l'ordre d'empilement des plans denses [46].**

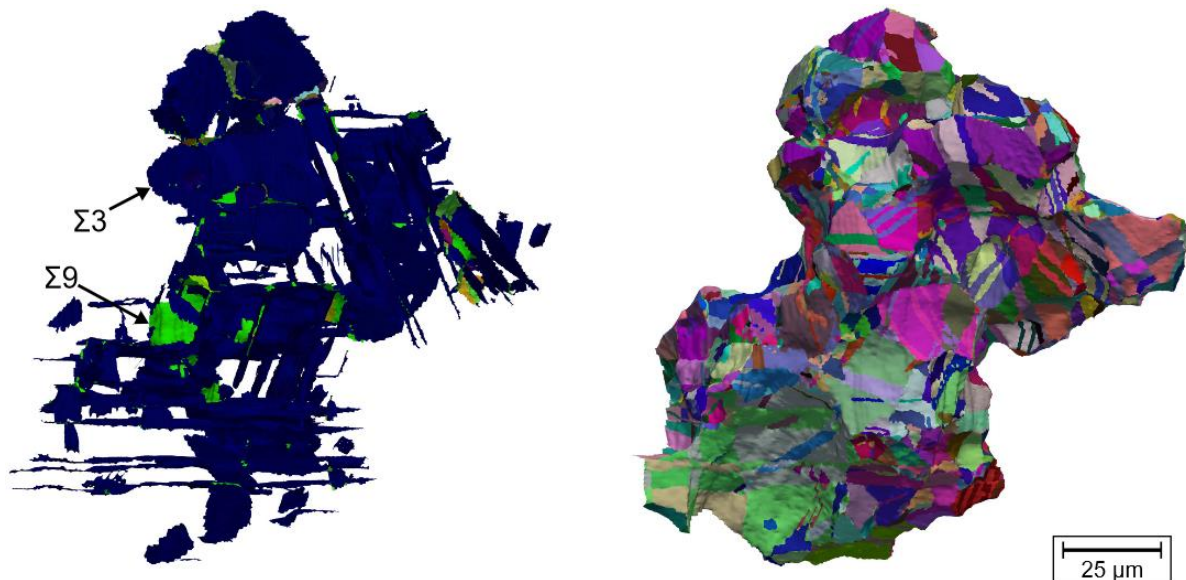
Les joints de macles  $\Sigma 3$  font partie d'une famille d'interfaces appelées les « Grain Boundary Engineered » ou les joints de grains CSL (CSL : Coïncidence Site Lattice). Un indice de coïncidence  $\Sigma n$  est associé à des désorientations spécifiques entre les 2 cristallites de part d'autre du joint. Il est possible d'interpréter  $\Sigma$  comme une proportion d'atomes en commun le long de l'interface considérée. En effet, pour une interface d'indice de coïncidence  $\Sigma n$ ,  $\frac{1}{n}$  des atomes sur l'interface sont communs entre les deux cristaux. Les joints de macles sont des joints CSL avec des indices de coïncidence  $\Sigma 3^n$ . En effet, en plus des joints de macles  $\Sigma 3$ , les microstructures peuvent également contenir des joints de macles  $\Sigma 9$  et  $\Sigma 27$  créés par l'intersection de plusieurs joints de macles  $\Sigma 3$ . Ce phénomène est appelé le multi maclage. En général les joints de macles  $\Sigma 3$  sont largement majoritaires.

Diverses morphologies de joints de macles  $\Sigma 3$  peuvent être observées (Figure 17.a.b). La majorité d'entre elles sont rectilignes, elles correspondent aux portions cohérentes. Quelques petites portions sont incohérentes, typiquement les parties « en marche d'escalier » (« Step » dans Figure 17.b) ou celles se trouvant à l'extrémité d'un joint de macles qui ne traverse pas le grain de bout en bout.



**Figure 17 : Morphologies et arrangements 2D des joints macles. a) Schéma des différentes morphologies de macles [46]. b) EBSD associé à une fissure fatale de fatigue sur du René 88DT à haute température en VHCF illustrant les différentes morphologies de macles [3]. c) Jonctions de joints de macles impliquant des  $\Sigma 3$ , des  $\Sigma 9$  et des  $\Sigma 27$  sur du René 88DT[46].**

Le multi maillage induit des structures et des jonctions de joints de macles complexes avec des portions de joints de macles  $\Sigma 9$  et  $\Sigma 27$  (Figure 17.c). Ces configurations, complexes en 2D, le sont d'autant plus en 3D. La Figure 18 illustre ce point avec un agrégat de René 88DT reconstruit en 3D par FIB-EBSD. Il est intéressant de noter que la microstructure du René 88DT possède une densité de joints de macles mesurée à 40% en 2D qui passe à 70 % (pourcentage de la longueur totale de joints) lorsqu'elle est mesurée en 3D [47].



**Figure 18 : Agrégat de René 88DT reconstruit en 3D avec les joints de macles  $\Sigma 3$  en bleu et les joints de macles  $\Sigma 9$  en vert [46].**

Les mécanismes de formation des joints de macles sont complexes et ne sont pas encore entièrement compris, notamment car ils sont impactés par de nombreux facteurs. En effet, la nature des traitements thermomécaniques peut induire différentes fractions et morphologies de joints de macles [48] (Figure 19). La densité de joints de macles dans les superalliages à base de nickel peut donc être très différentes en fonction des microstructures et des alliages [49] (Figure 20).

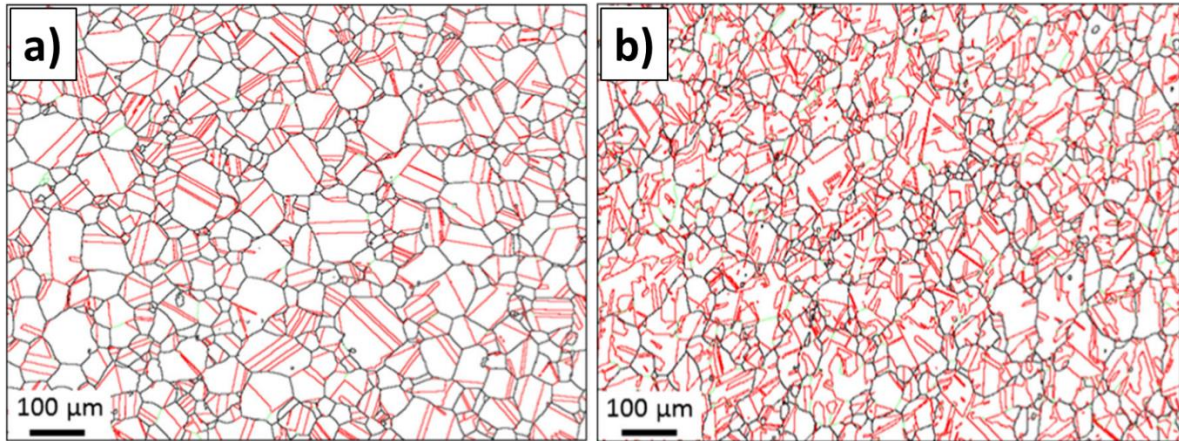


Figure 19 : Nature des joints de grains (joints de macles  $\Sigma 3$  en rouge, joints de macles  $\Sigma 9$  en vert et autres joints de grains en noir) pour de l'Inconel 718 [48]. a) Après croissance de grains. b) Après recristallisation statique.

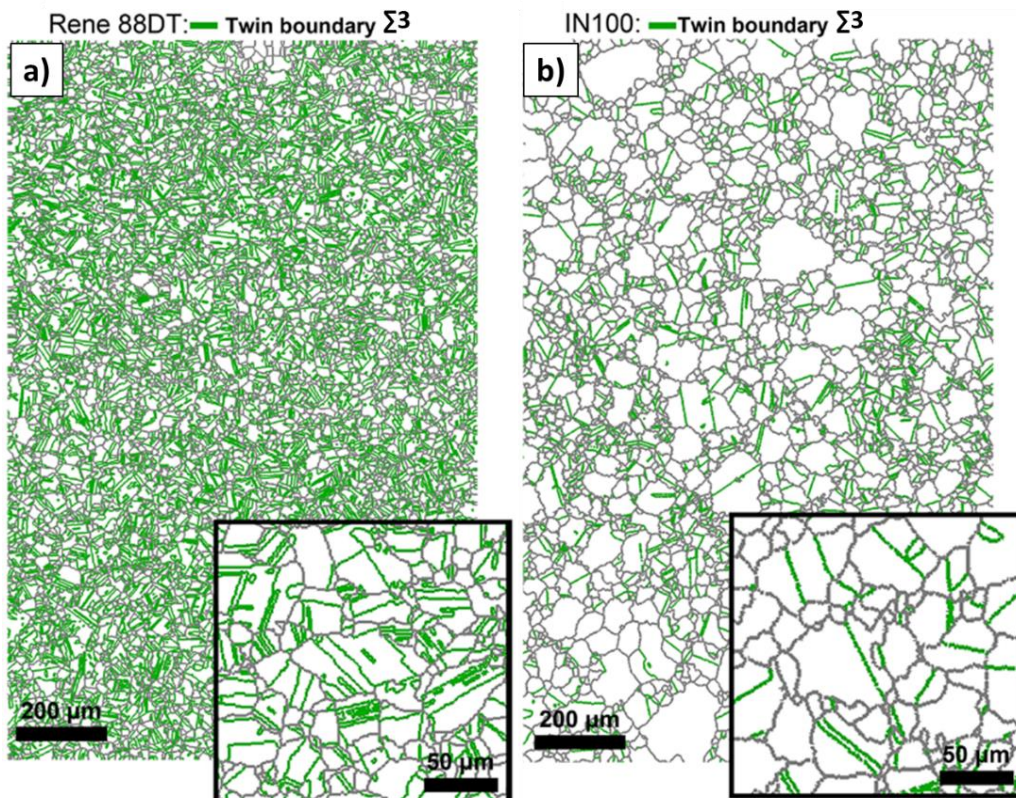


Figure 20 : Exemples de 2 superalliages à base de nickel avec deux densités de joints de macles  $\Sigma 3$  différentes après traitements thermiques [49]. a) René 88DT avec 46 % de joints de macles  $\Sigma 3$  en fraction de longueur. b) IN100 avec 22 % de joints de macles  $\Sigma 3$  en fraction de longueur.

## I. 4. L'alliage de l'étude : l'AD730™

L'alliage utilisé pour cette étude est l'AD730™, conçu et élaboré par la société Aubert & Duval [50–54]. C'est un superalliage à base de nickel durci par la précipitation de la phase  $\gamma'$ . Comme évoqué en introduction, les alliages de la famille des  $\gamma/\gamma'$  comme le René 65, le Waspaloy, l'Udimet 720 et l'AD730™ ont été conçus pour garantir de bonnes propriétés mécaniques au-delà de 650 °C. C'est principalement ce qui les différencie de l'Inconel 718, dont la principale phase durcissante  $\gamma''$  est instable à partir de 650 °C. Ces alliages dont la fraction volumique de phase  $\gamma'$  peut atteindre 45 % présentent l'avantage de pouvoir être mis en forme par des méthodes conventionnelles. D'autres alliages à plus fortes fractions de  $\gamma'$  peuvent en effet être difficile à forger sans l'apparition de criques (fissures), la voie métallurgie des poudres étant alors privilégiée. La capacité d'un alliage à être mis en forme peut être quantifiée avec la détermination de son domaine de forgeabilité. En effet, un alliage est considéré comme forgeable à une température donnée si sa striction lors d'un essai de traction à forte vitesse de déformation est supérieure à 55 % [51,54]. L'AD730™ peut être forgé en subsolvus et en supersolvus contrairement à l'Udimet 720Li ou le Waspaloy (Figure 21), ce qui offre une grande souplesse dans la conception des gammes de mise en forme.

L'AD730™ a été conçu dans le but d'obtenir de bonnes propriétés mécaniques à hautes températures comme l'Udimet 720Li, une large plage de forgeabilité et un coût de production proche de le 718Plus [50,51,54]. La composition chimique de l'alliage a aussi été ajustée pour avoir une bonne stabilité microstructurale et éviter la formation de phases TCP comme dans le René 65 [50,51,54,55]. La Figure 21.b présente les évolutions de fractions de phase  $\gamma'$  en fonction de la température prédites par ThermoCalc, l'AD730™ se place entre l'Udimet 720Li et le 718Plus [52].

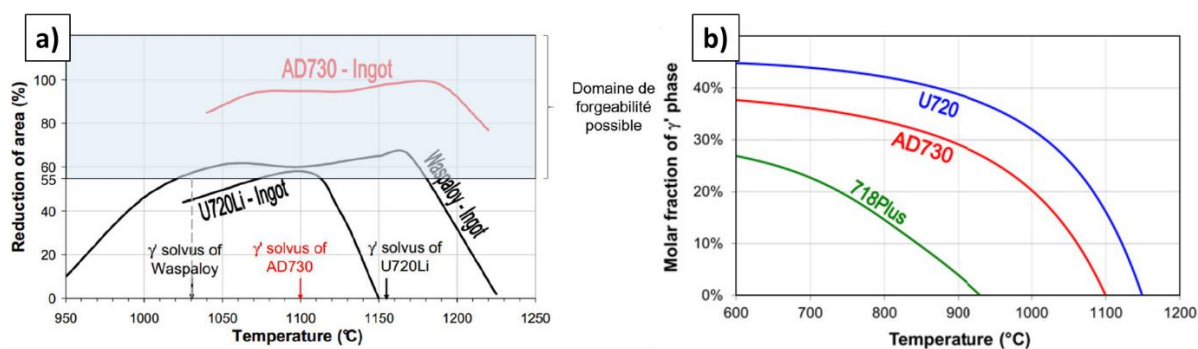


Figure 21 : a) Plage de forgeabilité de l'AD730™, du Waspaloy et de l'U720Li obtenues avec les mesures des strictions sur des essais de traction à fortes vitesses de déformation [51]. b) Evolution de la fraction molaire de phase  $\gamma'$  en fonction de la température pour l'AD730™, l'Udimet 720Li et le 718Plus [52].

### I. 4. 1. Composition chimique

Le Tableau 1 explicite un exemple de la composition chimique de l'AD730™ :

Tableau 1 : Composition chimique de l'AD730 en pourcentage massique [31].

Ni	Cr	Mo	W	Co	Fe	Nb	Ti	Al	Zr	C	B	S
Base	15,7	3,1	2,7	8,5	4	1,1	3,4	2,25	0,03	0,015	0,01	0,0004

Les principales fonctions des éléments d'alliage sont explicitées ci-dessous :

- Le cobalt (Co), le chrome (Cr), le molybdène (Mo) et le tungstène (W) vont contribuer à stabiliser la matrice et au durcissement par solution. Le molybdène et le tungstène peuvent induire l'apparition de phases TCP s'ils sont présents en trop grandes quantité.

Le cobalt a également un effet stabilisant pour la phase  $\gamma'$ , et conduit à une meilleure tenue en fluage.

- Le chrome est généralement connu pour améliorer la résistance à la corrosion.
- Le molybdène améliore les caractéristiques mécaniques (à hautes températures et à l'ambiante) en contribuant au renforcement des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ .
- L'aluminium (Al), le titane (Ti) et le niobium (Nb) sont les éléments «  $\gamma'$ -gènes ». Ils vont former la phase  $\gamma'$  et donc stabiliser les propriétés mécaniques à hautes températures grâce au durcissement par précipitation. Le ratio (Ti+Nb)/Al va permettre de fixer la fraction volumique de phase  $\gamma'$  tout en évitant l'apparition de la phase  $\delta$ . L'aluminium a également un rôle primordial dans la protection contre l'oxydation.
- Le bore (B), le carbone (C), et le zirconium (Zr) se répartissent davantage aux joints de grains car leur rayon atomique est très différent de celui du Ni. En faible quantité, ils améliorent la ductilité des joints de grains permettant de ralentir la propagation de fissures et d'augmenter les performances en fluage rupture. Cependant, si la teneur en B et en C est trop élevée ( $\geq 0,2$  % massique pour le C par exemple), ils favorisent la précipitation de carbures et de borures qui peuvent être bénéfiques ou néfastes selon les cas.
- Le fer (Fe) permet de diminuer le coût de l'alliage mais, en trop grande quantité, il peut favoriser l'apparition de phases  $\sigma$  et  $\delta$ .

#### I. 4. 2. Microstructure et propriétés mécaniques

Comme désiré dans le cahier des charges de la conception de l'alliage, les propriétés mécaniques de l'AD730™ sont proches de celles de l'Udimet 720Li et meilleures que celles de l'Inconel 718 et le 718Plus. La Figure 22 illustre ce point en traction et en fluage jusqu'à rupture pour les 4 alliages avec des microstructures à grains fins (ASTM entre 8 et 11). Les propriétés en fatigue de l'AD730™ sont évoquées ultérieurement.

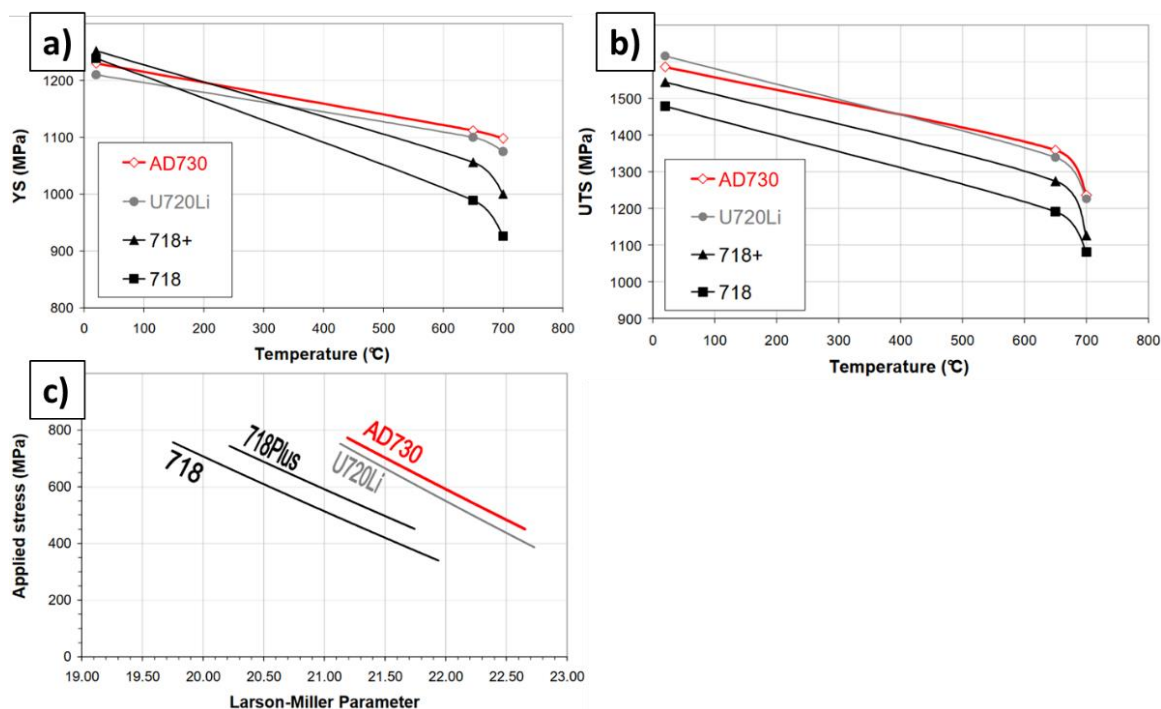


Figure 22 : Comparaison des propriétés mécaniques en fonction de la température entre l'AD730™, l'Udimet 720Li, l'Inconel 718 et l'Inconel 718Plus [51]. a) Limite d'élasticité. b) Résistance à la traction. c) Résistance à la rupture en fluage dans un diagramme de Larson-Miller.

Comme expliqué précédemment dans un cadre plus général, les gammes de traitements thermiques permettent de calibrer la microstructure granulaire et de précipitation. De nombreux traitements thermiques ont été étudiés pour l'AD730™ [27,31,51–53,56]. Ces gammes se différencient en fonction de la température de mise en solution sachant que la température de solvus de la phase  $\gamma'$  de l'alliage est d'environ 1110 °C. Un traitement thermique pour une version grains fins et un second pour une version gros grains ressortent de ces études :

- **Grains fins (proche de la structure de l'étude) :** Mise en solution subsolvus à 1080 °C pendant 4 h suivie d'un vieillissement à 730 °C pendant 8 h. Les structures granulaires et de précipitation associées sont présentées sur la Figure 23.a.b.c. La taille de grains de 10  $\mu\text{m}$  liée à la fraction et à la taille des précipités  $\gamma'_I$  est associée au choix de la température et du temps de mise en solution. La fraction de précipités intragranulaire est également contrôlée par la température et le temps de mise en solution. La taille des précipités  $\gamma'_{II}$  intragranulaires est déterminée en grande partie par la vitesse de refroidissement post mise en solution et par les paramètres du vieillissement. Cette microstructure confère de bonnes propriétés en traction et en fatigue de la température ambiante aux températures intermédiaires.
- **Gros grains :** Première mise en solution supersolvus à 1120 °C pendant 2 h suivie d'une deuxième mise en solution subsolvus à 1080 °C pendant 4 h. Un premier vieillissement à 800 °C est appliqué pendant 4 h suivi d'un second à 760 °C pendant 16h. Les structures granulaires et de précipitation associées sont présentées sur la Figure 23.d.e.f. La taille de grains d'environ 350  $\mu\text{m}$  est contrôlée par les 2 températures et temps de mise en solution. La première mise en solution supersolvus est responsable de l'absence de précipités  $\gamma'_I$  et donc de la grande taille de grains. La précipitation intragranulaire est plus complexe dans ce cas avec des gros et des petits  $\gamma'_{II}$ . Les gros  $\gamma'_{II}$  sont formés au refroidissement de la première mise en solution. Lors de la deuxième mise en solution, une fraction de ces précipités grossit par murissement d'Oswald et le reste est remis en solution pour former les petits précipités  $\gamma'_{II}$  lors du refroidissement de la deuxième mise en solution. La taille de ces précipités très fins est contrôlée par la vitesse de refroidissement et le vieillissement. Cette microstructure confère de bonnes propriétés en fluage.

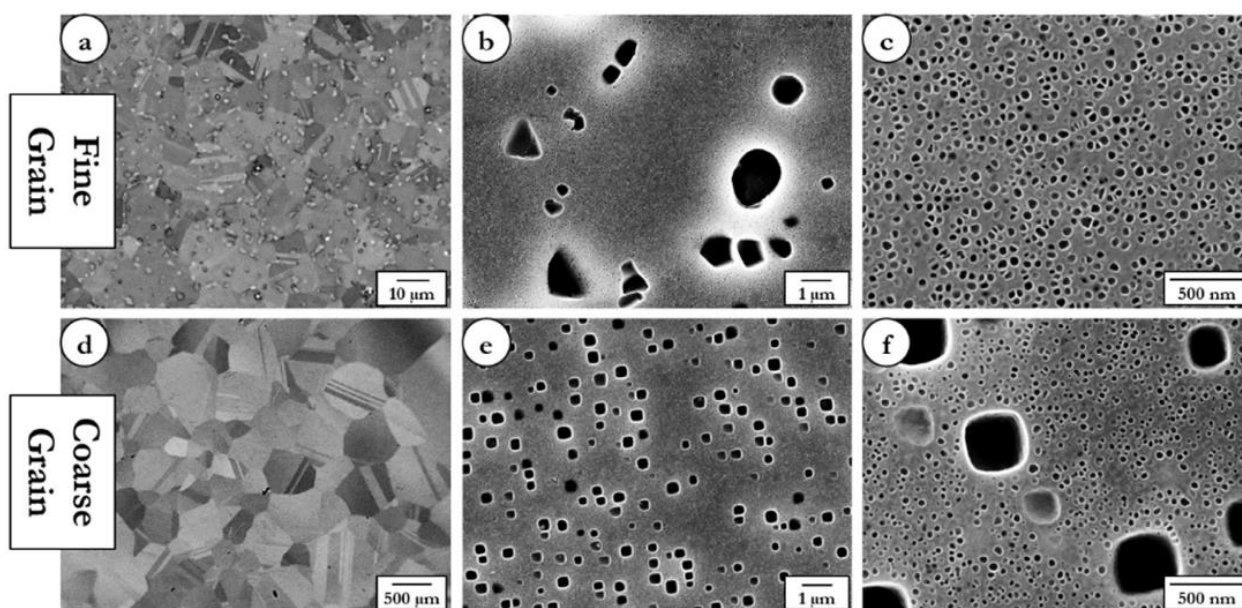


Figure 23 : Microstructures a) b) c) petits grains et d) e) f) gros grains de l'AD730™ [56]. a) d) Structure de grains. b) Précipitation intergranulaire ( $\gamma'_I$ ). c) e) f) Précipitation intragranulaire.

Les inclusions primaires et secondaires sont d'autres éléments de microstructure présents dans l'AD730™. Leur nature et leur impact sur les durées de vie en fatigue ont été étudiés dans la thèse d'Adèle Govaere [28]. Les inclusions primaires, autrement appelées inclusions non métalliques ou particules, apparaissent dès la solidification du lingot. Les plus petites d'entre elles ne sont pas éliminées par les refusions et sont présentes dans les microstructures finales. Dans l'AD730™, les inclusions non métalliques sont des carbonitrides de titane Ti(C, N) à cœur enrobés d'une gangue de carbonitrides riches en titane, niobium (Ti, Nb)(C, N) contenant un peu de tungstène (W) et de molybdène (Mo). Leur diamètre équivalent moyen est compris entre 3 et 30 µm (Figure 24.b.c.d.e). Dans cette thèse, **ces inclusions sont appelées des particules**. Les inclusions secondaires qui apparaissent lors des traitements thermiques ou des vieillissements sont des petits borures aux joints de grains (Figure 24.a).

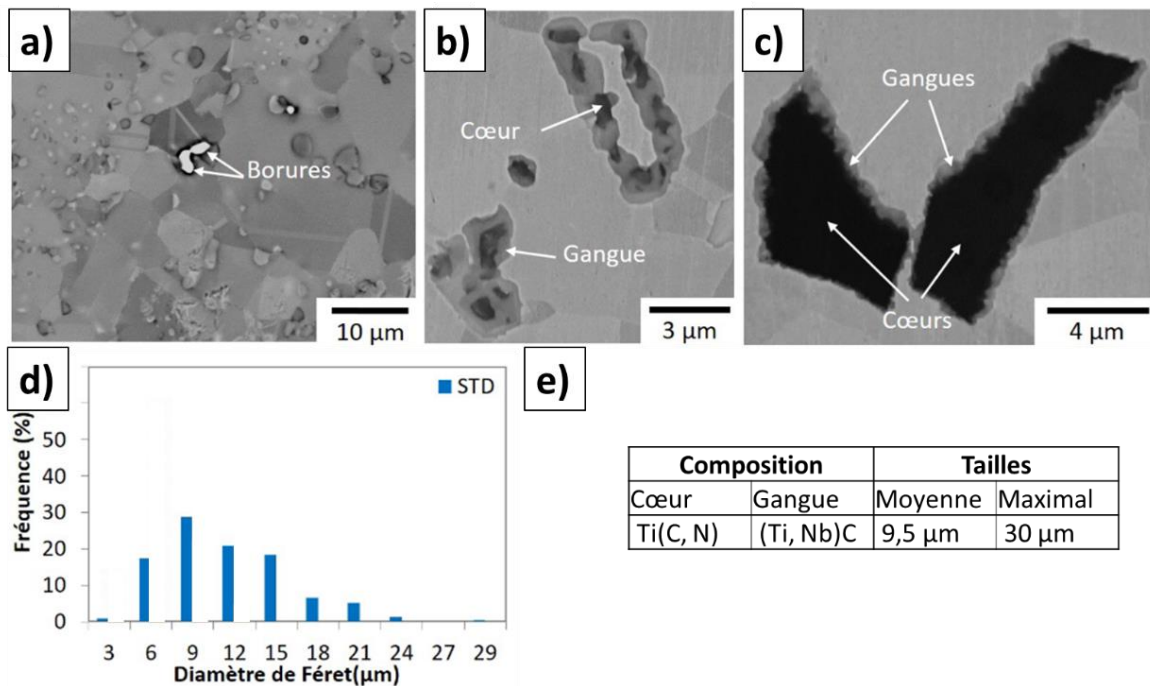


Figure 24 : Nature des particules dans l'AD730™ [28]. a) Borures aux joints de grains (image MEB). b) Petite particule (image MEB). c) Grosse particule (image MEB). d) Histogramme de taille des particules. e) Tableau récapitulatif de la composition chimique obtenue par EDS et sonde atomique et de la taille des particules.



## II. Généralités sur la fatigue

### II. 1. Domaines de durée de vie en fatigue

Le nombre de cycles jusqu'à la rupture permet de distinguer différents domaines de fatigue :

- **La fatigue oligocyclique ou LCF (Low Cycle Fatigue)** est associée à de forts niveaux de sollicitation (souvent proches voire supérieures à la limite d'élasticité du matériau) avec des boucles d'hystérésis ouvertes et des évolutions cycliques du comportement. Les éprouvettes ont des durées de vie typiquement comprises entre 1 et  $10^3$  ou  $4$  cycles.
- **La fatigue en endurance limitée ou HCF (High Cycle Fatigue)** pour laquelle le matériau est sollicité nettement en dessous de sa limite d'élasticité avec des boucles fermées pendant la majorité du temps de l'essai. Les éprouvettes ont des durées de vie comprises entre  $10^4$  et  $10^6$  cycles.
- **La fatigue à très grand nombre de cycles, ou VHCF (Very High Cycle Fatigue)** pour laquelle les sollicitations appliquées sont encore inférieures avec des durées de vie supérieures à  $10^7$  cycles.

Des essais de fatigue de type LCF et HCF sont traités dans le cadre de cette thèse.

### II. 2. Comportement cyclique

#### II. 2. 1. Définitions des boucles de fatigue

Il existe plusieurs types d'essais de fatigue : les plus simples qui ne concernent qu'un chargement mécanique ou thermique et ceux plus complexes qui couplent fatigue et fluage par exemple ou encore ceux qui associent des chargements mécaniques et thermiques (thermomécaniques). Nous n'évoquerons que des essais de fatigue mécanique dans ce manuscrit.

Comme décrit sur la Figure 25, la réponse à une sollicitation cyclique mécanique peut être représentée par une boucle contrainte déformation qui est appelée boucle d'hystérésis. Cette boucle sera ouverte ou fermée en fonction de l'amplitude de sollicitation. L'ouverture de boucle traduit une déformation plastique macroscopique  $\Delta\epsilon_p$ . L'évolution de la boucle au cours de l'essai, surtout observée dans le domaine LCF, correspond à la réponse cyclique du matériau, c'est-à-dire à l'évolution en fonction du temps/nombre de cycles de la contrainte, de la déformation ou de l'ouverture de boucle.

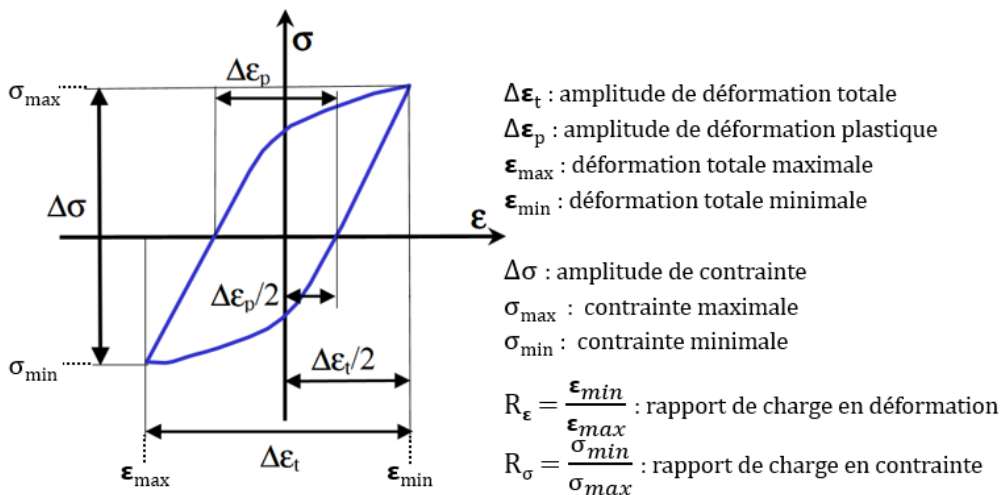


Figure 25 : Boucle d'hystérésis et les grandeurs caractéristiques associées (adaptée de [57]).

## II. 2. 2. Evolutions cycliques

Les évolutions cycliques pour un matériau dépendent de la nature de la sollicitation imposée (contrainte, déformation totale ou déformation plastique), de son amplitude, de la vitesse de déformation, de la température (contrôlant les mécanismes de déformation) et du rapport de charge qui peut être défini en déformation et en contrainte.

Le comportement cyclique peut se caractériser en suivant l'évolution de la déformation pour un essai piloté en contrainte (Figure 26) ou en suivant l'évolution de la contrainte pour un pilotage en déformation (Figure 26). La Figure 27 [57] donne des exemples dans ces deux cas avec des comportements qui peuvent être de type durcissement ou adoucissement.

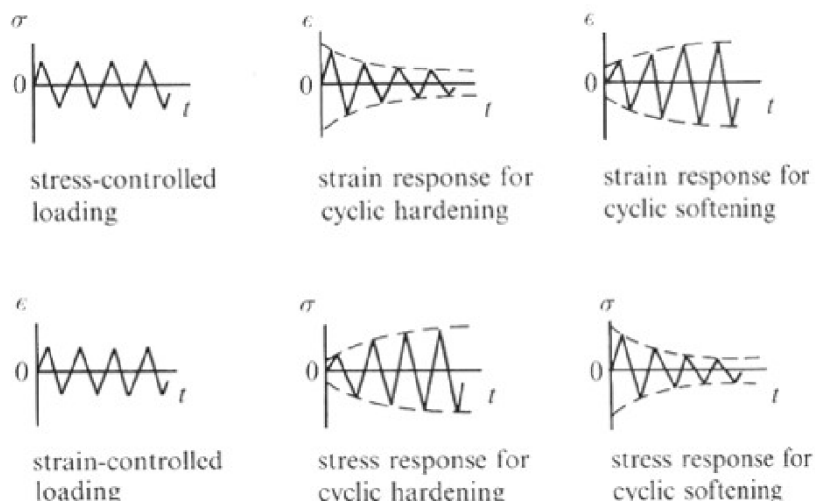


Figure 26 : Impact de la nature de la sollicitation sur la réponse cyclique du matériau [58]

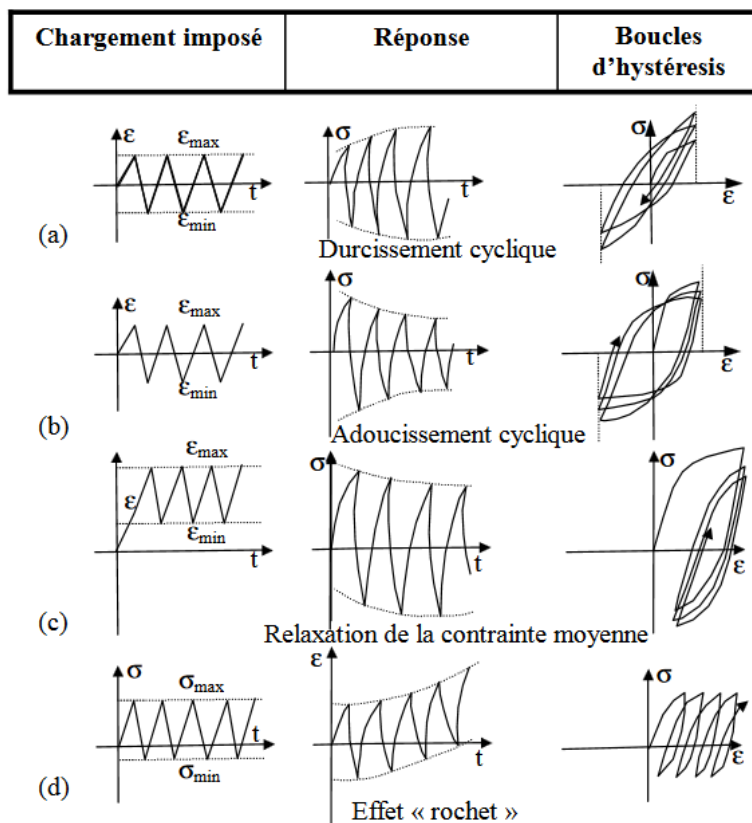


Figure 27 : Exemples d'évolutions cycliques [57].

La Figure 28 présente l'évolution des contraintes attendue pour un superalliage polycristallin de la même famille que l'AD730™. Classiquement, à basse amplitude de déformation, pour des durées de vie s'approchant du domaine de la HCF, la contrainte est stable. En LCF, le matériau se durcit durant les 10-50 premiers cycles (création et interaction des dislocations) puis il s'adoucit sur le reste de l'essai. Dans cet article les évolutions de cycliques sont notamment reliées aux interactions entre dislocations et précipités  $\gamma'$  [59]. Les phénomènes de durcissement ou d'adoucissement sont étroitement liés aux mécanismes de déformation. Ils dépendent de la température, de l'amplitude de chargement et de la microstructure, notamment de la précipitation intragranulaire pour les alliages durcis par précipitation.

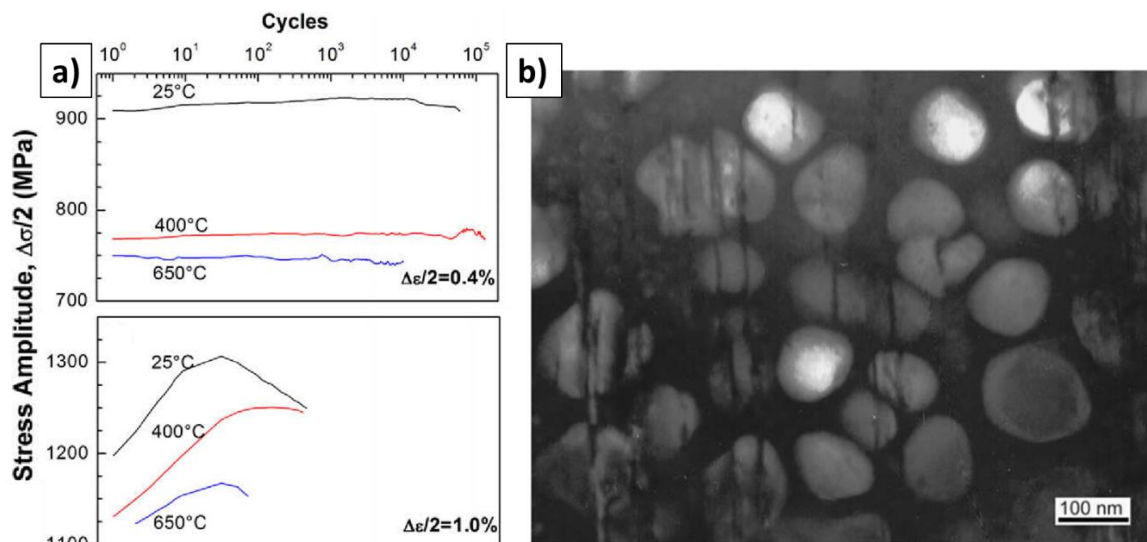


Figure 28 : Udimet 720Li avec une taille de grains d'en moyenne 10  $\mu\text{m}$  sollicité en fatigue à  $R = -1$ . a) Evolution cyclique de l'amplitude de contrainte. b) Image TEM de précipités  $\gamma'$  cisailés à  $\Delta\varepsilon/2 = 1\%$ . [59]

### II. 2. 3. Mécanismes de franchissement des précipités intragranulaires par les dislocations

Pour une température d'essai, les précipités intragranulaires ( $\gamma'_{II}$  et  $\gamma'_{III}$ ) sont franchis par cisaillement ou par contournement en fonction de la taille, de la fraction volumique et de la répartition spatiale associée aux différentes populations. La Figure 29 présente 2 exemples d'évolution des contraintes de cisaillement résolues nécessaires aux dislocations pour franchir les précipités en fonction du diamètre équivalent de ceux-ci. Les plus petits précipités sont cisailés par les dislocations et les plus gros sont contournés.

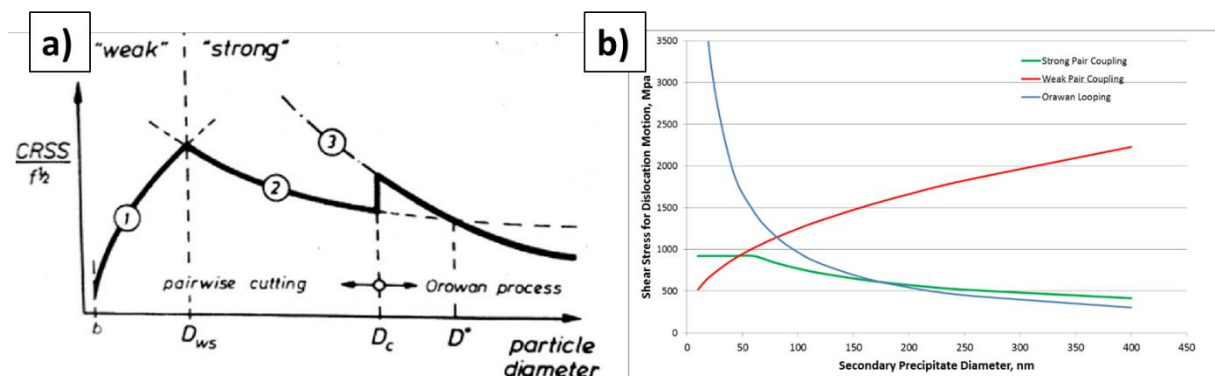
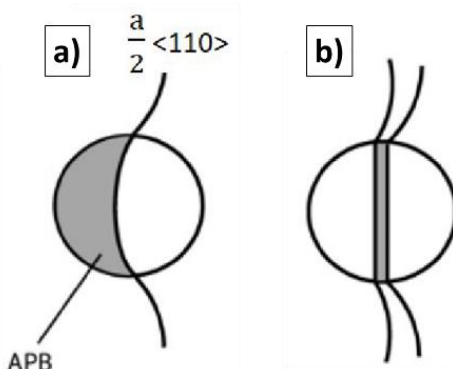


Figure 29 : Dépendance de la contrainte de cisaillement au diamètre équivalent des précipités en fonction des mécanismes de franchissement par les dislocations. a) [60] b) Appliqué à l'alliage René 65 [61]

### Cisaillement des précipités :

Le cisaillement concerne les précipités d'un diamètre équivalent inférieur à 150nm pour le René 65 [61] qui est un alliage très proche de l'AD730™.

Les mécanismes de cisaillement mettent en jeu des dislocations partielles. Les plus petits précipités sont cisailés par des paires de dislocations dites faiblement couplées [62] (Figure 30.a) alors que les plus gros sont cisailés par des dislocations fortement couplées [60] (Figure 30.b). Les dislocations fortement couplées sont appelées « superdislocations » [63–65]. Le franchissement d'un précipité par une dislocation modifie son ordre atomique et crée un défaut d'empilement qui forme une paroi d'antiphase (APB : Anti-Phase Boundary) (Figure 30). L'ordre atomique sera rétabli par le passage d'une seconde dislocation de même nature.



**Figure 30 : Schéma d'un précipité cisailé par a) une dislocation (dislocations faiblement couplées) b) une superdislocation (dislocations fortement couplées) [66].**

En fatigue LCF, un matériau dont les précipités sont cisailés va avoir tendance à s'adoucir [59], car une fois cisailés, le franchissement des précipités par les dislocations est plus facile.

### Contournement d'Orowan :

Au contraire du cisaillement, les mécanismes de contournement mettent en jeu des dislocations parfaites. Le franchissement par contournement d'Orowan concerne les plus gros précipités ou les précipités incohérents. Le schéma du mécanisme est représenté sur la Figure 31, la dislocation s'enroule autour des précipités en laissant derrière elle une boucle appelée « boucle d'Orowan ».



**Figure 31 : Schéma du contournement d'Orowan [66].**

En fatigue LCF, le contournement de précipités va avoir tendance à induire un durcissement cyclique [67].

## II. 3. Courbes de durée de vie

Une courbe de durée de vie associe un nombre de cycles jusqu'à la rupture de l'éprouvette à une condition de sollicitation. Ces courbes sont très utilisées pour le dimensionnement en fatigue. La Figure 32 illustre une courbe de durée de vie en demi-amplitude de contrainte imposée autrement appelée « courbe de Wöhler » ou « courbe S-N ». Cette figure met en évidence le rôle important de la statistique et de la dispersion des durées de vie qui doivent être prise en compte dans le dimensionnement.

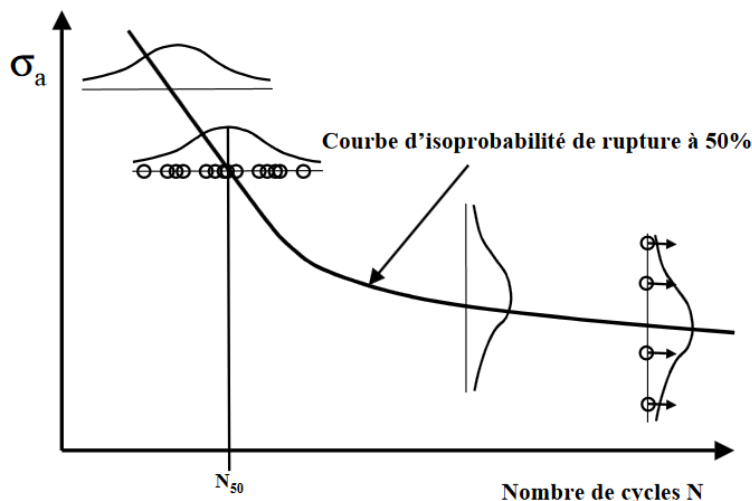
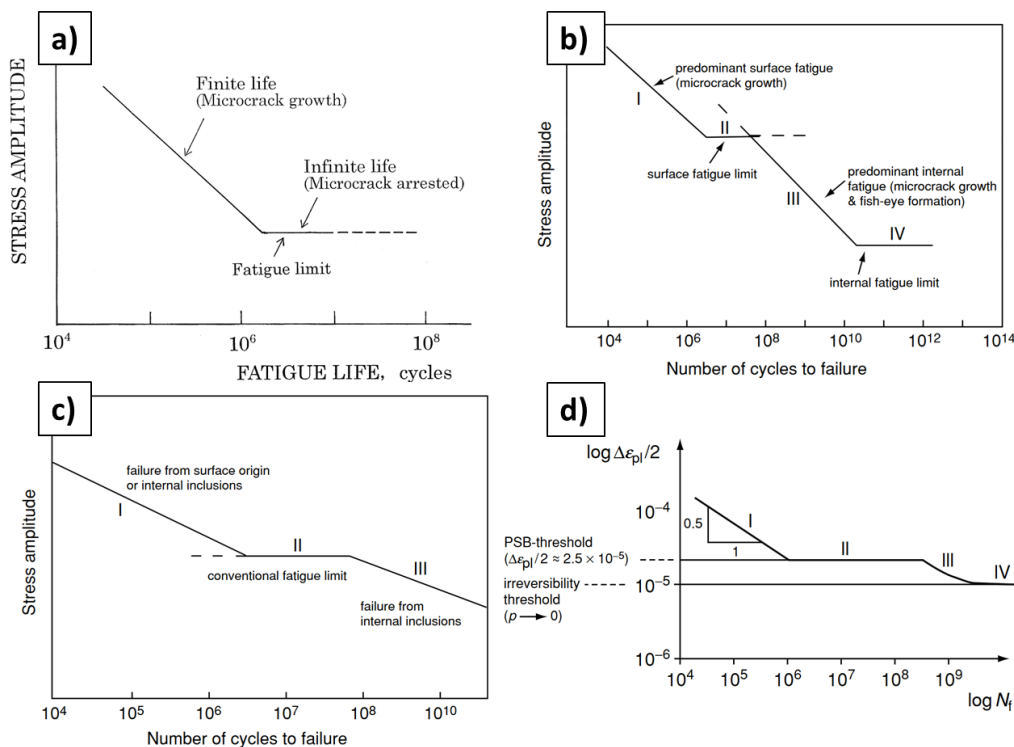


Figure 32 : Courbe d'isoprobabilité de rupture à 50 % ou courbe de Wöhler extraite de [57].

En général, une courbe de durée de vie présente des ruptures de pentes aux transitions des domaines LCF, HCF et VHCF. Ces transitions sont induites par des changements de mécanismes d'amorçage et / ou de propagation de fissures entre les domaines. La limite de fatigue est un seuil de sollicitation en dessous duquel la durée de vie est considérée comme infinie. Cette notion est controversée depuis que des essais de fatigue à très hautes fréquences (fatigue vibratoire) permettent d'étudier des durées de vie très importantes (supérieures à  $10^7$  cycles), notamment dans le domaine VHCF. La Figure 33 montre plusieurs courbes de durées de vie (S-N) pour différentes époques et différentes natures de matériaux.

Historiquement, une courbe S-N était classiquement définie en deux parties (Figure 33.a), notamment pour les aciers ferritiques. Une première partie LCF, modélisée par la loi de Manson-Coffin, avec un amorçage de fissures en surface dans les bandes de glissement et une seconde partie qui est la limite de fatigue à partir d'une amplitude de contrainte seuil [68,69]. La possibilité d'explorer des durées de vie plus importantes (VHCF) et la diversité des matériaux testés ont permis de revoir ce concept de limite de fatigue et de découvrir de nouveaux modes d'endommagement comme par exemple l'amorçage de fissure en interne sur des particules ou des pores pour les aciers alliés et les aciers au carbone [70–73]. La Figure 33.b [70,73] et la Figure 33.c [71] illustrent 2 courbes de durées de vie différentes avec et sans limite de fatigue absolue. Dans les deux cas, les paliers à environ 1 million de cycles correspondent à des transitions de mécanisme [71,72]. Pour le cas le plus classique d'un matériau sans défauts internes (particules ou pores), le palier de la Figure 33.d est expliqué par une transition de mécanisme d'amorçage. En HCF, la fissure fatale s'amorce par localisation de la déformation plastique dans les bandes de glissement persistantes transgranulaires. Pour des durées de vie plus longues, l'amorçage est induit par localisation de la déformation plastique aux joints de macles ou aux jonctions triples [72].



**Figure 33 : Exemples de courbes de durées de vie (S-N). a) Courbe classique pour les aciers ferritiques [70]. b) Courbe avec limite de fatigue pour les métaux avec des défauts internes [70,73]. c) Courbe sans limite de fatigue pour les métaux avec des défauts internes [71]. d) Courbe pour les métaux sans défauts internes [72].**

Plusieurs exemples de courbes de durées de vie sont donnés sur la Figure 34 pour différents superalliages polycristallins. A 650°C à  $R = -1$  (Figure 34.a), les alliages avec une résistance à la traction importante ont des durées de vies en fatigue plus longues à fortes amplitudes de déformation (LCF) alors qu'ils présentent des durées de vie inférieures en HCF par rapport aux alliages plus ductiles. La température impacte la durées de vie à cause des interactions avec l'environnement (oxydation) et de la modification des mécanismes de déformation mis en jeu. Dans l'exemple de la Figure 34.b pour du René 88DT à  $R = 0$ , la durée de vie est plus basse à haute température en LCF alors qu'elle est plus importante en HCF. Un essai réalisé sous vide a pu confirmer que l'abattement en LCF est dû aux amorçages en surface assistés par l'oxydation à haute température. En HCF, la durée de vie est plus importante car l'amorçage a lieu en interne et que le glissement moins planaire à haute température est moins propice à la localisation de la déformation plastique [4].

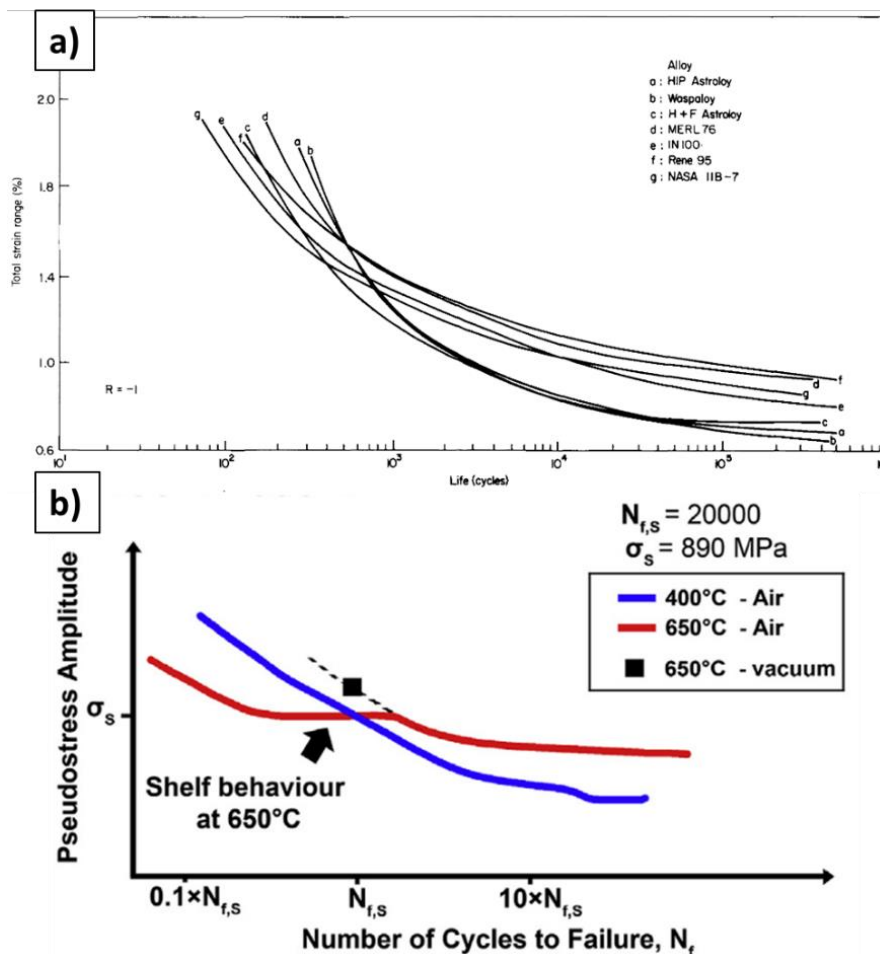


Figure 34 : a) Courbes de durée de vie LCF et HCF pour plusieurs superalliages polycristallins à 650 °C à l'air avec  $R = -1$  [74] b) Courbes durée de vie LCF et HCF pour du René 88DT à 400 °C et à 650 °C sous air et sous vide avec  $R = 0$  [4].

Les ruptures de pentes plus ou moins franches observée sur la Figure 34 entre le domaine LCF et HCF sont fréquentes pour les alliages métalliques polycristallins [4,25,74,75]. En LCF, l'amplitude de chargement élevée induit une plastification macroscopique (boucle d'hystérésis ouverte), ce qui induit l'émergence de beaucoup de bandes de glissement en surface. L'amorçage dans certaines de ces bandes entraîne une densité de micro-fissures élevée qui vont pouvoir coalescer grâce à leur proximité spatiale [76–78]. La coalescence des micro-fissures augmente la vitesse de propagation pour mener plus vite à la rupture. En HCF, la faible amplitude de chargement induit un comportement macroscopiquement élastique (boucle fermée). Ainsi, la localisation de la déformation plastique en surface ou en interne sur quelques rares points faibles conduit à une trop faible densité de fissures pour induire des phénomènes de coalescence tôt dans la durée de vie. La fissure fatale se propage donc jusqu'à induire la rupture de l'éprouvette [2,76,77,79].

La durée de vie se décompose classiquement en 2 phases : l'amorçage puis la propagation de la fissure. Leur durée est dépendante de la définition de l'amorçage considérée, elle-même dépendante de la méthode utilisée pour détecter les fissures. Dans notre étude, l'amorçage est défini comme correspondant aux premières décohésions observables en microscopie électronique à balayage conventionnelle (voir chapitre 2). L'amorçage est alors considéré pour une fissure d'une longueur de quelques microns.

## II. 4. Généralités sur l'amorçage de fissure

La notion d'amorçage de fissures de fatigue induit par la localisation de la plasticité au sein des bandes de glissement est centrale dans cette étude. Il est ainsi nécessaire d'introduire précisément les éléments fondamentaux associés à ces processus, tout d'abord dans le cadre général des matériaux CFC. Les spécificités relatives aux superalliages sont décrites ultérieurement.

### II. 4. 1. Cristallographie des structures cubiques à faces centrées et glissement plastique

#### Systèmes de glissement et facteurs de Schmid

Les matériaux de structures cristallographiques cubiques à face centrées se déforment plastiquement par glissement des dislocations sur des plans et des directions cristallographiques denses. Les plans et les directions de glissement sont décrits par les indices de Miller  $\{k,k,l\}$  pour les plans et  $\langle u,v,w \rangle$  ou  $[u,v,w]$  pour les directions. Les directions de glissement sont souvent représentées par le vecteur  $\vec{b}$  appelé le vecteur de Burgers associé à la direction de glissement des dislocations.

Le glissement peut se produire sur 12 systèmes de glissement, le long des directions denses de type  $\langle 110 \rangle$ , c'est-à-dire au sein des plans denses de type  $\{111\}$  octaédriques. Comme représenté sur la Figure 35, il y a 4 plans denses  $\{111\}$  dans une maille CFC et chaque plan dense contient 3 directions de glissement.

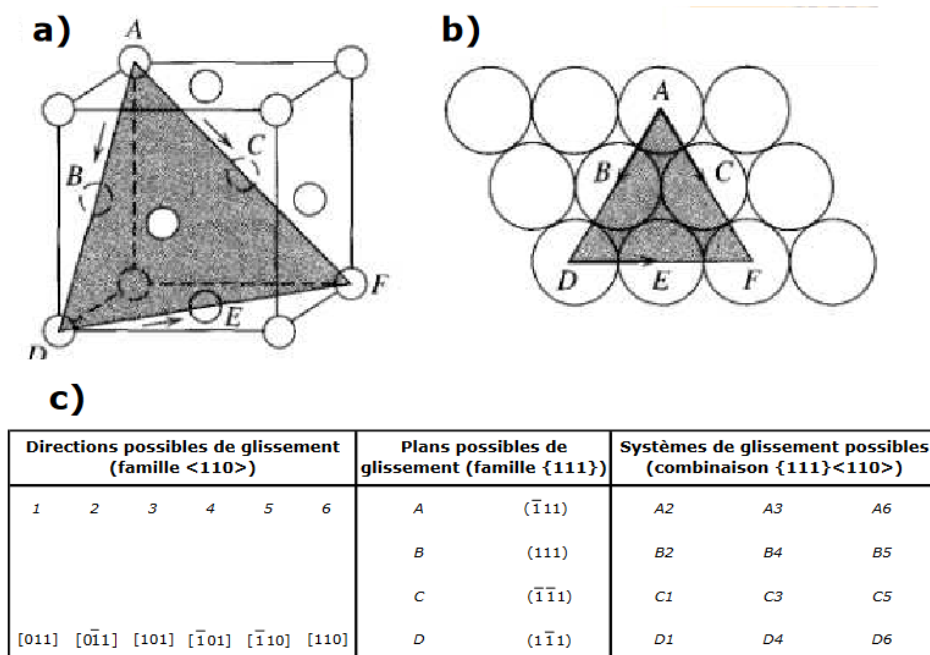


Figure 35 : a) b) Illustration des 3 directions de glissement  $\langle 110 \rangle$  dans un plan dense  $\{111\}$ . c) 12 systèmes de glissement possibles dans la notation de Schmid et Boas [80].

Le facteur de Schmid est une grandeur de base d'analyse de la plasticité cristalline. Il est défini pour chaque système de glissement, par la relation suivante :

$$\mu = \cos(\varphi) \cdot \cos(\alpha)$$

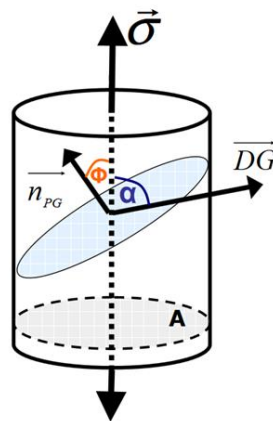


dans laquelle  $\alpha$  est l'angle entre la direction de glissement  $\overline{DG}$  et la direction de sollicitation  $\vec{\sigma}$  et  $\phi$  l'angle entre la normale au plan de glissement  $\overline{n_{PG}}$  et la direction de sollicitation  $\vec{\sigma}$  (Figure 36).

Le facteur de Schmid  $\mu$  associé à un système de glissement est compris entre 0 et 0,5. La classification par ordre croissant des facteurs de Schmid pour les 12 systèmes de glissement dans un monograin sollicité en traction uniaxiale permet de connaître l'ordre d'activation des systèmes de glissement. La loi de Schmid stipule qu'un système de glissement s'active lorsque la cission résolue  $\tau$  (contrainte de cisaillement) atteint la cission résolue critique  $\tau_{crit}$  (critical resolved shear stress (CRSS)). La cission résolue critique est une caractéristique intrinsèque du matériau pour une température et une vitesse de déformation donnée. Elle peut être déterminée par des essais sur des monograins [81]. Le facteur de Schmid permet d'exprimer la cission résolue en fonction de la contrainte uniaxiale de traction  $\sigma$  :

$$\tau = \frac{F}{A} * \mu = \sigma * \mu$$

où F représente la force appliquée en traction, A la section de l'éprouvette monocristalline et  $\mu$  le facteur de Schmid du système de glissement considéré.



**Figure 36 : Illustration des angles utilisés pour calculer le facteur de Schmid associé à une direction de glissement [80].**

L'utilisation du facteur de Schmid pour les polycristaux nécessite quelques précautions. L'orientation cristallographique de chaque grain peut être déterminée par EBSD en relation avec la direction de traction macroscopique. Les facteurs de Schmid peuvent donc être calculés pour chaque grain comme pour un monocristal. Pour autant, dès que l'agrégat polycristallin se déforme, chaque grain est soumis à des déformations liées au comportement de ses voisins. Si la contribution uniaxiale associée à la traction macroscopique reste souvent dominante, les déformations latérales et les rotations ne sont pas prises en compte par un calcul classique du facteur de Schmid. Cet effet est très dépendant du niveau de sollicitation. Dans le cadre de la fatigue, l'amplitude de chargement est souvent assez faible, ainsi l'erreur faite dans le calcul du facteur de Schmid reste limitée, ce qui permet de déterminer efficacement les systèmes de glissement actifs dans la plupart des cas. Etudier plus en détails ces aspects peut se faire en développant des « calculs d'agrégats » en plasticité cristalline et / ou des mesures locales de champs mécaniques par des techniques de corrélation d'image par exemple. Pour pallier cette difficulté, un facteur de Schmid local appelé facteur de Schmid effectif a été défini par Sauzay [82]. Par ailleurs, la cission résolue moyenne dans un grain peut être estimée par des simulations en champs complets sur des agrégats polycristallins [81,83,84].

## Elasticité cristalline

Dans les polycristaux, le module d'Young d'un grain peut être calculé suivant la direction de traction macroscopique, ou plus rigoureusement, suivant une direction de traction locale si elle a été déterminée.

Le comportement élastique linéaire pour les matériaux cubiques peut être écrit en notation de Voigt dans la base cristalline à l'aide de 3 constantes de rigidité élastiques indépendantes  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$  :

$$\begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{31} \\ \sigma_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2\varepsilon_{23} \\ 2\varepsilon_{31} \\ 2\varepsilon_{12} \end{bmatrix}$$

Ces constantes permettent de calculer le niveau d'anisotropie d'un monocristal avec le coefficient de Zener  $\alpha$  égale à 1 pour les matériaux élastiques isotropes et environ 2,5 pour le Nickel pur :

$$\alpha = 2 * \frac{C_{44}}{C_{11} - C_{12}}$$

Le module d'Young  $E_t$  d'un monocristal en traction simple peut être exprimé en fonction des 3 constantes de rigidité, de la direction de traction et de l'orientation du cristal. Pour l'alliage de l'étude, l'AD730<sup>TM</sup>, les constantes de rigidité utilisées sont issues de données acquises pour de l'AM1 à 700 °C [85]. Elles ont été corrigées pour reproduire les données en traction de la thèse de Marco Panella [81] puis extrapolées à 20 °C (Tableau 2):

**Tableau 2 : Constantes de rigidité de l'AD730<sup>TM</sup> polycristallin à 20 °C [81].**

$C_{11}$	$C_{12}$	$C_{44}$	$\alpha$
242 GPa	156 GPa	122 GPa	2.84

Avec ces constantes, pour l'alliage de l'étude AD730<sup>TM</sup> polycristallin, le module d'Young d'un grain peut varier entre 104 GPa selon une direction [100] et 325 GPa selon une direction [111], alors que la valeur macroscopique mesurée sur un essai de traction pour un polycristal sans texture cristallographique avec un nombre de grains important est d'environ 200 GPa [81].

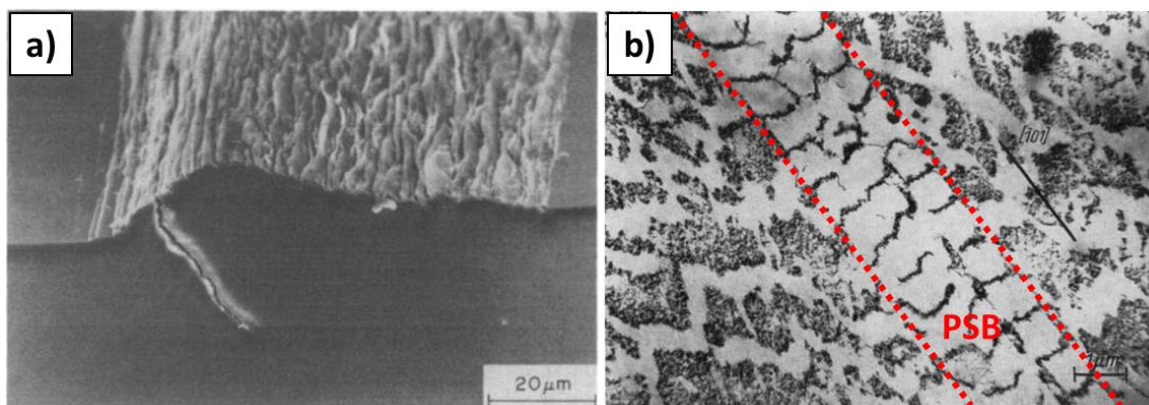
Le module d'Young local peut être utilisé pour préjuger du niveau de contrainte dans un grain ou au niveau d'un joint de grains. En effet, chaque grain se déforme différemment de par son orientation et son voisinage, cette anisotropie élastique induit des contraintes aux joints de grains qui sont appelées les « contraintes de compatibilité ». Elles peuvent être estimées avec la différence des modules d'Young de part et d'autre du joint de grain [86]. Comme expliqué pour le facteur de Schmid, cette approche est très indirecte à cause des répercussions des grains voisins sur l'état de contrainte local mais aussi par les caractéristiques des joints de grains (morphologie, nature etc).

## II. 4. 2. Amorçage de fissure dans les bandes de glissement

Historiquement, l'amorçage de fissure de fatigue dans les matériaux métalliques homogènes sans défaut interne de structure CFC (cuivre pur, nickel pur, aciers inoxydables) a été étudié en LCF, d'abord sur monocristaux puis sur polycristaux avec des fissures transgranulaires au sein des bandes de glissement persistantes.

La localisation de la déformation plastique induit des microreliefs à la surface des échantillons cyclés. Ils se présentent sous forme de « marches » créées par l'irréversibilité du mouvement des dislocations sur les systèmes de glissement actifs. Les structures de dislocations dans le volume induisant ces microreliefs sont appelées bandes de glissement. Une structure de dislocations particulière dite « en échelle » leur est associée pour le cuivre et le nickel pur par exemple (Figure 37.b). D'autres structures peuvent exister dans le cas d'alliages plus complexes et en fonction de l'amplitude de déformation imposée [14,15,87]. Dans tous les cas, les microreliefs en surface réapparaîtront au même endroit si la surface est polie et que l'éprouvette est testée de nouveau. C'est ce caractère persistant de la localisation de la déformation plastique cyclique au sein des mêmes bandes qui amène à les nommer « bandes de glissement persistantes ».

L'apparition de bandes de glissement persistantes dans les monocristaux testés en LCF a été reliée au comportement cyclique avec la formation des structures de dislocations durant l'adoucissement jusqu'à la quasi-stabilisation de la contrainte [15,88]. La morphologie des extrusions-intrusions produites en surface par l'activité des bandes de glissement a été étudiée et quantifiée par microscopie électronique à balayage (MEB)(Figure 37.a) et par microscopie à force atomique (AFM) (Figure 38.c). Il a clairement été établi que ces reliefs constituent des sites d'amorçage de fissure (Figure 37.a) [16,18,19]. La plupart des études sur ce processus d'endommagement a été réalisée avec un rapport de charge de  $R = -1$ , favorisant la formation de morphologies de microreliefs propices à l'amorçage, notamment de profondes intrusions.

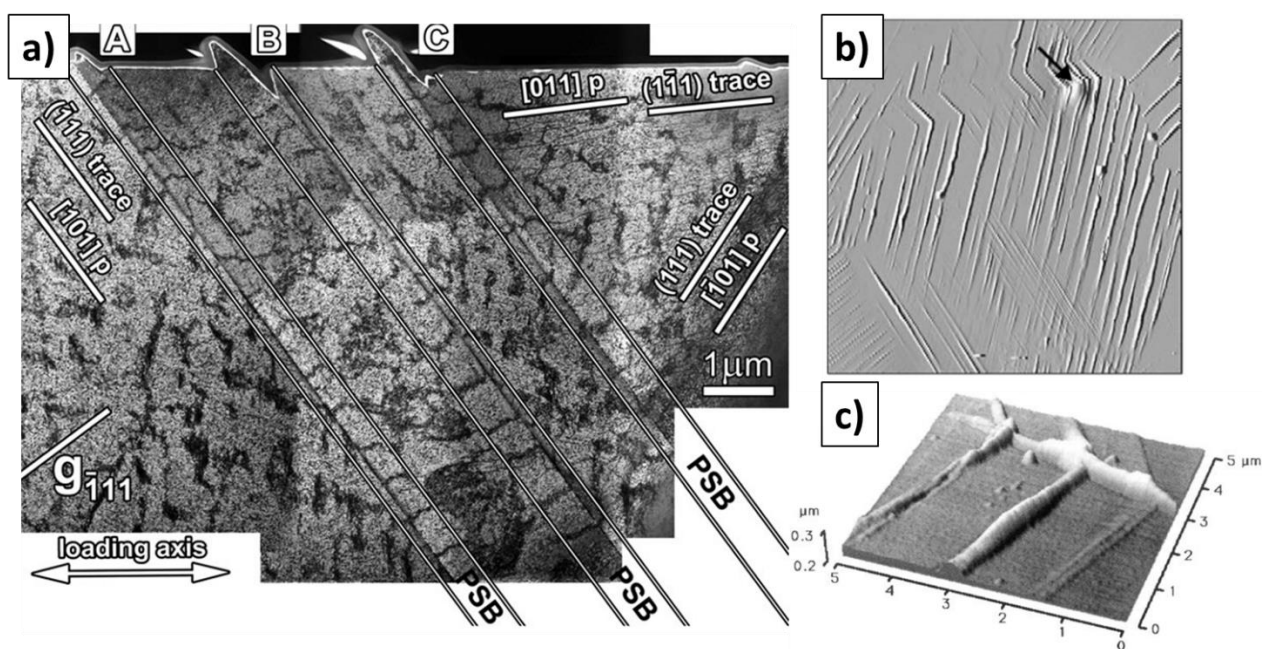


**Figure 37 : Bandes de glissement persistantes dans des monocristaux de cuivre. a) Bande de glissement persistantes avec amorçage d'une fissure [19]. b) Structure de dislocation en échelle d'une bande de glissement persistante (TEM) [14].**

Les fissures transgranulaires dans les polycristaux s'amorcent également le long de bandes de glissement persistantes [17,21,23,87–90]. Comme pour les monocristaux, les microreliefs créés dépendent des conditions de sollicitation et de l'alliage. La nature du matériau impacte notamment le caractère localisé du glissement qui est associée à l'énergie de faute d'empilement de l'alliage. Les métaux à faibles énergies de fautes d'empilement ont généralement un glissement localisé qui se manifeste par une faible densité de bandes de glissement. Ces bandes ont de fortes densités de dislocations et peuvent présenter des microreliefs marqués en surface.

L'amorçage a généralement lieu au sein de bandes de glissement associées à des systèmes de glissement à forts facteurs de Schmid [23]. Pour autant, le facteur de Schmid ne constitue pas, à lui seul, un critère d'amorçage. D'abord car, comme expliqué dans la partie précédente, il estime inexactement la cission résolue sur les systèmes de glissement dans les polycristaux. Mais aussi et surtout, car il ne donne pas d'indication sur les caractéristiques des microreliefs formés en surface, identifiés comme de potentiels sites d'amorçage lorsque les extrusions sont hautes et que les intrusions sont profondes. Des critères d'amorçage ont ainsi été construits en s'appuyant sur la hauteur des extrusions, par des mesures directes en microscopie à force atomique (AFM) ou par des estimations basées sur l'orientation du système de glissement par rapport à la surface libre [88]. En effet, une direction de glissement avec une forte incidence par rapport à la surface libre est plus propice à la création de microreliefs prononcés en comparaison avec une direction parallèle à la surface libre.

L'amorçage d'une fissure transgranulaire est plus marqué dans les gros grains à cause de la longueur de glissement plus importante. Celle-ci permet d'accumuler beaucoup de dislocations et donc de créer des microreliefs prononcés si la direction de glissement est bien orientée par rapport à la surface libre [20,83,91]. La présence de gros grains est également bien connue comme une source d'abatement de la durée de vie en fatigue avec l'amorçage de la fissure fatale lié à une grosse facette cristallographique sur un faciès de rupture. Ces aspects sont détaillés ultérieurement dans le cas des superalliages à base de nickel.



**Figure 38 : Bandes de glissement dans les polycristaux a) Bandes de glissement persistantes et microreliefs en surface (TEM) [87]. b) Observation de surface au MEB. c) Caractérisations AFM [89].**

Des fissures intergranulaires (aux joints de grains) et des fissures dans les bandes de glissement le long des joints de macles  $\Sigma 3$  sont également présentes dans les polycristaux avec un bon nombre d'études sur les aciers inoxydables [20,21,23,24,44,45,67,92–94]. Des analyses statistiques ont permis de déterminer les proportions des différents types de site d'amorçage en fonction de la température, des amplitudes de chargement et de l'environnement [21,22]. A température ambiante, aux très faibles amplitudes de chargement, l'amorçage a lieu en majorité le long des joints de macles [20,23] alors que les fissures transgranulaires sont majoritaires aux amplitudes intermédiaires [21]. L'amorçage intergranulaire devient majoritaire aux très fortes amplitudes de chargement, cette proportion

augmente généralement avec la température. Quelles que soient les conditions de sollicitation, il est très fréquent de constater la coexistence de ces différents processus d'endommagement.

Pour mieux comprendre l'amorçage le long des joints de macles  $\Sigma 3$ , des études statistiques sur les polycristaux [20,23,86] et sur des bicristaux contenant un joint de macles  $\Sigma 3$  [95–98] ont été menées. La présence d'un joint de macles augmente la localisation de la déformation (Figure 39) et les irréversibilités du glissement plastiques. L'amorçage a lieu plus tôt dans une bande de glissement qui se trouve le long d'un joint de macles [95]. L'anisotropie élastique de part et d'autre du joint de macles peut induire des contraintes de compatibilité importantes. Celle-ci entraînent une activité plastique d'autant plus intense et localisée [20,23,86,95]. Plus de détails sont donnés ultérieurement sur l'amorçage le long des joints de macles dans le cadre des superalliages à base de nickel.

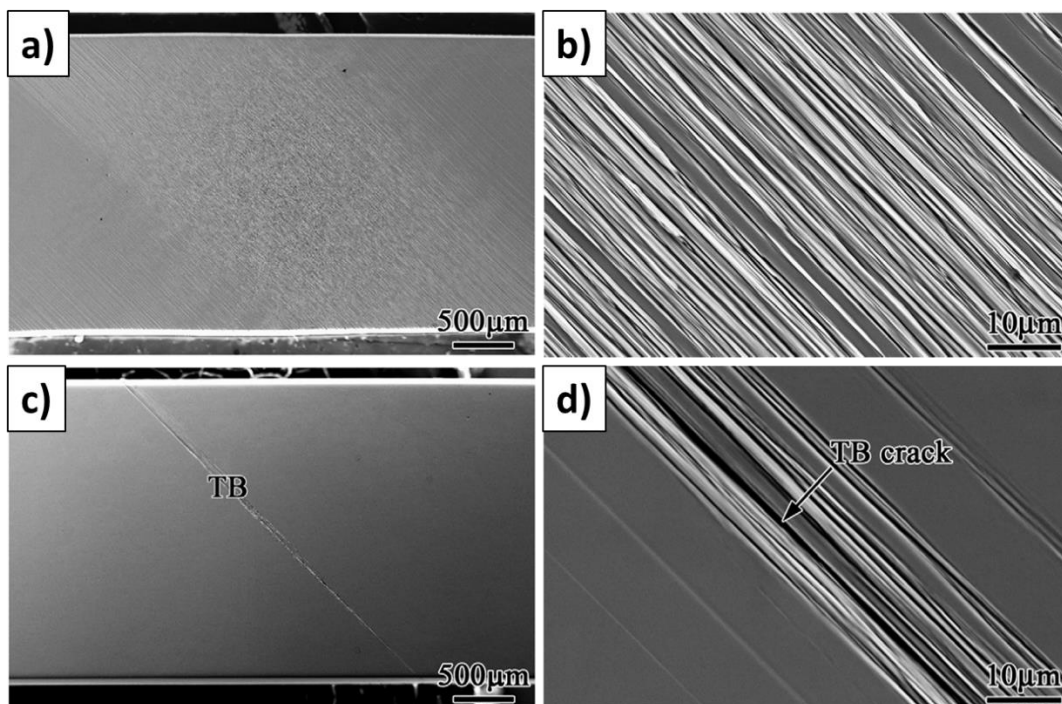


Figure 39 : Comparaison entre un monocristal de cuivre pur et un bicristal de cuivre pur avec joint de macles [95]. a) b) Monocristal. c) d) Bicristal.

## II. 5. Micro-propagation et propagation des fissures jusqu'à la rupture

Une fois la fissure fatale amorcée, le reste de la durée de vie en fatigue a lieu en micro-propagation et en propagation. Ces phases peuvent concerner une part variable de la durée de vie en fatigue en fonction de la définition de l'amorçage de fissure, de la microstructure et des conditions de sollicitation [2,99–101].

Des généralités sur la propagation des fissures et les distinctions faites entre fissures courtes et longues sont données dans un premier temps. Dans un second temps on se concentrera sur les fissures courtes et l'impact des paramètres microstructuraux sur la vitesse de micro-propagation, notamment la taille de grains.

## II. 5. 1. Généralités sur les fissures longues et les fissures courtes

Comme illustré sur la Figure 40.a, l'étude de la vitesse de propagation d'une fissure sous chargement cyclique se fait classiquement pour les fissures longues avec le tracé de la vitesse de propagation en fonction du facteur d'intensité des contraintes  $\Delta K$  :

$$\Delta K = K_{max} - K_{min}$$

$K_{max}$  et  $K_{min}$  sont les facteurs d'intensité de contrainte au maximum et au minimum d'un cycle de fatigue :

$$K_{max} = \beta \sigma_{max} \sqrt{\pi a}$$

et

$$K_{min} = \beta \sigma_{min} \sqrt{\pi a}$$

avec  $a$  la longueur de fissure,  $\sigma_{max}$  la contrainte maximale appliquée,  $\sigma_{min}$  la contrainte minimale appliquée. Le coefficient sans dimension  $\beta$  dépend de la longueur de la fissure et des dimensions caractéristiques du problème.

3 régimes sont classiquement identifiés dans le suivi de la propagation d'une fissure longue. Ils sont le plus souvent distinguables sur les faciès de rupture :

- Le régime I concerne le début de la propagation de la fissure. Il démarre à partir de la valeur  $\Delta K_{seuil}$  appelée « seuil de propagation ». Une fissure longue ne se propage pas avant cette valeur. La microstructure, l'environnement, la température, la fréquence et le rapport de charge ont un impact important sur la propagation des fissures courtes dans ce domaine [102].
- Le régime II est appelé « domaine de Paris » [103] avec une relation puissance d'ordre  $m$  entre  $\Delta K$  et la vitesse de propagation. Les faciès de rupture associés à ce régime sont très plats car ce mode de propagation est peu dépendant de la microstructure locale.
- Dans le régime III, la propagation de la fissure est très avancée avec un facteur d'intensité de contrainte qui devient proche de la valeur critique correspondant à la ténacité du matériau [57]. La vitesse de fissuration augmente fortement jusqu'à la rupture.

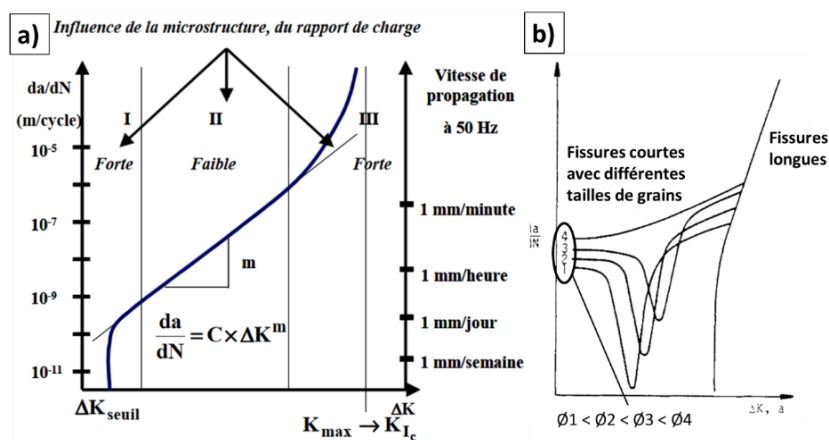


Figure 40 : a) Graphique classique de la vitesse de propagation d'une fissure longue en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte  $\Delta K$  avec la distinction des 3 régimes [57]. b) Comportement des fissures courtes à faible  $\Delta K$  et similitudes avec les fissures longues pour différentes tailles de grains pour un alliage d'Aluminium 7075-T6 [104].

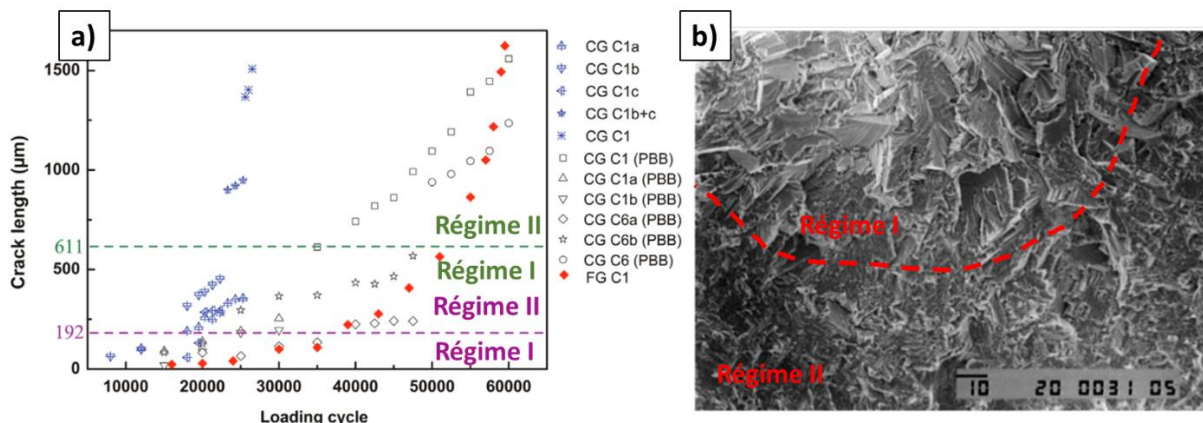
Dans la littérature, les fissures courtes sont étudiées séparément des fissures longues. Plusieurs définitions peuvent être données à une fissure courte [104,105] en fonction de l'échelle considérée. Dans le cadre de notre étude, nous retiendrons l'échelle de la microstructure, c'est-à-dire la taille de grains, en définissant une fissure courte comme une fissure avec une taille inférieure à quelques grains.

Une fissure courte se comporte différemment d'une fissure longue dans le régime I avec une propagation pour des  $\Delta K$  bien inférieurs au  $\Delta K_{\text{seuil}}$  [99] (Figure 40.b). A ce stade, le comportement est très sensible à la microstructure locale et donc à la taille de grains. Dans l'exemple de la Figure 40.b, qui n'est pas forcément à généraliser, de petits grains ralentissent la propagation grâce à la densité importante de joints de grains qui forment des barrières microstructurales. Si la propagation ne s'arrête pas, la fissure est ralentie jusqu'à atteindre une longueur suffisante pour passer en régime II, ce qui induit une augmentation de la vitesse de propagation. Pour les très gros grains, la propagation de la fissure dans son grain d'origine (le long d'une bande de glissement ou d'un joint de macles par exemple) peut suffire à atteindre la longueur pour passer en mode II [58,104]. En régime I, la faible longueur de fissure induit une plasticité très confinée en pointe de fissure, c'est pourquoi la propagation est très dépendante de la microstructure locale [99,100,104,106]. Il est fréquent d'observer une propagation en « zig-zag » au cours de cette phase, suivant des bandes de glissement, donnant lieu à des facettes cristallographiques sur un faciès de rupture [99,100]. En fonction de la microstructure, de la nature du site d'amorçage et des conditions de sollicitation, le régime I associé à une fissure courte peut être très court, voir inobservable [74,107], ou il peut piloter une propagation au travers de quelques grains [99,100,108,109]. En régime II, une fissure courte se comporte similairement à une fissure longue [100,101,110,111].

## **II. 5. 2. Propagation des fissures courtes dans les superalliages**

L'évolution d'une fissure courte est suivie en surface sur une éprouvette avec un concentrateur de contraintes, notamment en flexion 3 points pour quelques études [99–101,109,112], ou sur une éprouvette standard cylindrique [113] ou plate [114]. La majorité de la littérature reportée dans cette partie concerne des essais de fatigue avec un rapport de charge  $R_\sigma$  de 0,1 avec des durées de vie de type LCF ou HCF.

A température ambiante, 2 régimes sont identifiés sur les faciès de rupture : le régime I avec une propagation au sein de bandes de glissements associée à des facettes cristallographiques sur les faciès de rupture et un régime II avec un faciès très plat et un comportement très proche des fissures longues [99–101,109]. Pour ces conditions de sollicitation, la majorité de la durée de vie (85 % pour des microstructure à grains fins et gros grains [100]) a lieu avant le début du régime II. Comme l'amorçage a été précoce, la durée de vie est majoritairement contrôlée par la vitesse de micro-propagation [99,100]. Un exemple de suivi des longueurs de fissures et un faciès de rupture avec la distinction des 2 régimes sont présentés sur la Figure 41.



**Figure 41 : a) Evolution de la longueur des plus longues fissures pour une microstructure à grains fins (10 µm) et pour une microstructure à gros grains (38 µm) d'Udimet 720Li à R = 0,1 à température ambiante (CG pour les gros grains et FG pour les grains fins) [99]. b) Facies de rupture associé à une microstructure de taille de grains moyenne de 15 µm d'Udimet 720Li à R = 0,1 à température ambiante ayant passé 85 % de la durée de vie en fatigue avant le début du régime II de propagation de fissure [100].**

A plus hautes températures (650 °C pour les études sur l'Udimet 720Li), le régime I avec une propagation cristallographique n'a pas été observé [101,110,111,115]. Les faciès de rupture sont tout d'abord très plats avec des zones transgranulaires plus ou moins étendues en fonction de la taille des grains, ensuite la propagation est assistée par l'oxydation mixte (transgranulaire et intergranulaire) pour les gros grains et uniquement intergranulaire pour les grains fins [101,110–112]. La transition de propagation trans / intergranulaire a été identifiée à 40 % de la durée de vie pour les grains fins et à 90 % de la durée de vie pour les gros grains [112].

Pour résumer, de la température ambiante aux plus hautes températures, une grande partie de la durée de vie en fatigue a lieu en micro-propagation, c'est à dire avec des longueurs caractéristiques de fissures assez courtes comparativement aux dimensions des éprouvettes utilisées. La vitesse de micro-propagation dépend des conditions de sollicitation et de la microstructure. Cette dépendance est abordée dans la partie suivante en se focalisant sur la température ambiante, les travaux effectués dans cette thèse n'abordent pas les plus hautes températures.

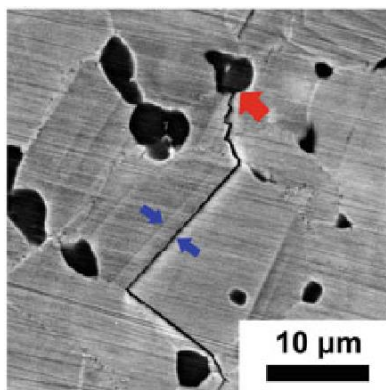
### II. 5. 3. Impact de la microstructure et des conditions de chargement sur la micro-propagation et la propagation des fissures à température ambiante dans les superalliages

Le niveau de chargement et le rapport de charge impacte généralement directement la vitesse de propagation dans les différents régimes. Par exemple, une augmentation du rapport de charge induit une vitesse de propagation plus élevée dans le domaine de Paris (régime II) [116,117]. Par définition, en régime II, une augmentation du niveau de sollicitation induit une propagation plus rapide, ce n'est pas toujours le cas pour les fissures courtes en régime I à cause de la variabilité induite par la forte dépendance à la microstructure locale [101].

La vitesse de micro propagation d'une fissure courte en régime I est contrôlée par les barrières microstructurales et la planéité du glissement [99,100,109,113]. Dans les polycristaux, les barrières microstructurales les plus évidentes sont les joints de grains, en effet, ils ralentissent et arrêtent parfois la propagation des fissures [104,105]. Dans les superalliages à base de nickel de la famille  $\gamma/\gamma'$  fabriqué par la voie coulée forgée comme l'AD730™, les précipités  $\gamma'_I$  sont également susceptibles de ralentir ou d'arrêter la propagation



d'une microfissure [100,109,113]. Un exemple d'une fissure qui semble temporairement arrêtée par la présence d'un précipité  $\gamma'_1$  est donné sur la Figure 42.



**Figure 42 : Exemple d'une fissure de fatigue temporairement arrêtée par un précipité  $\gamma'_1$  pour un essai à  $R = -1$  à  $20\text{ }^\circ\text{C}$  sur du René 65 [113].**

Des études montrent que la vitesse de micro propagation en régime I est équivalente entre les petits et les gros grains à  $R_\sigma = 0$ , malgré la densité plus importante de barrières microstructurales (joints de grains et précipités  $\gamma'_1$ ) pour une microstructure à grains fins [99,100]. La tortuosité plus importante des fissures dans les gros grains induit un ralentissement de la vitesse de micro propagation. La micro propagation dans les bandes de glissement est en effet plus marquée, grâce à l'intensité plus importante des bandes, dans les gros grains que dans les grains fins [99,100,109]. Il est important de noter que les alliages à forte ductilité présentent des vitesses de propagation plus lentes grâce à la relaxation de contraintes en pointe de fissure. La précipitation intragranulaire impacte donc la propagation des fissures. En effet, il a aussi été montré qu'une précipitation intragranulaire grossière induit des vitesses de propagation moins élevées et dans le cadre de l'étude en question une durée de vie plus élevée [100].

En régime II, bien que la sensibilité à la microstructure locale soit moins prononcée, les vitesses de propagation sont classiquement plus importantes dans les petits grains.

### III. Amorçage de fissures de fatigue dans les superalliages polycristallins

La localisation de la déformation plastique dans les bandes de glissement et divers éléments microstructuraux peuvent être impliqués dans le processus d'endommagement des superalliages polycristallins. Un inventaire de la nature des sites d'amorçage à partir des faciès de rupture est réalisé dans cette partie. La description se focalise ensuite sur les configurations favorables à l'amorçage aux joints de macles et les mécanismes d'endommagement associés. Les éléments abordés sont majoritairement des coupes de faciès de rupture ou des fissures secondaires en surface observées au cours d'essais de fatigue interrompus. Une fissure est dite secondaire si elle ne mène pas à la rupture de l'éprouvette, en opposition avec la fissure fatale. Dans le cadre d'un essai interrompu, toutes les fissures sont considérées comme des fissures secondaires.

La température ambiante et les températures intermédiaires se distinguent des hautes températures par la nature des sites d'amorçage et les mécanismes de déformation qui opèrent. A faible température, les phénomènes d'oxydation sont négligeables et l'endommagement opère par la localisation de la déformation plastique. A plus hautes températures, l'amorçage peut être piloté par le couplage entre les processus d'oxydation et

l'activité de glissement plastique. Une température de transition d'environ 500 °C entre ces deux domaines est considérée dans cette étude. Cette température se base sur les études de Lerch and al. [67] et Stinville and al. [4] dans lesquels des processus d'oxydation sont visibles sur les sites d'amorçage à partir de 500 °C. Une température de transition aurait également pu être définie en considérant uniquement une transition des mécanismes de déformation. En effet, à haute température la plasticité est moins localisée, à cause notamment du glissement dévié et de la montée des dislocations. Ces mécanismes induisent des bandes de glissement plus épaisses par rapport aux températures intermédiaires (Figure 43). A très hautes températures, la déformation commence à s'opérer aussi par le glissement des joints de grains.

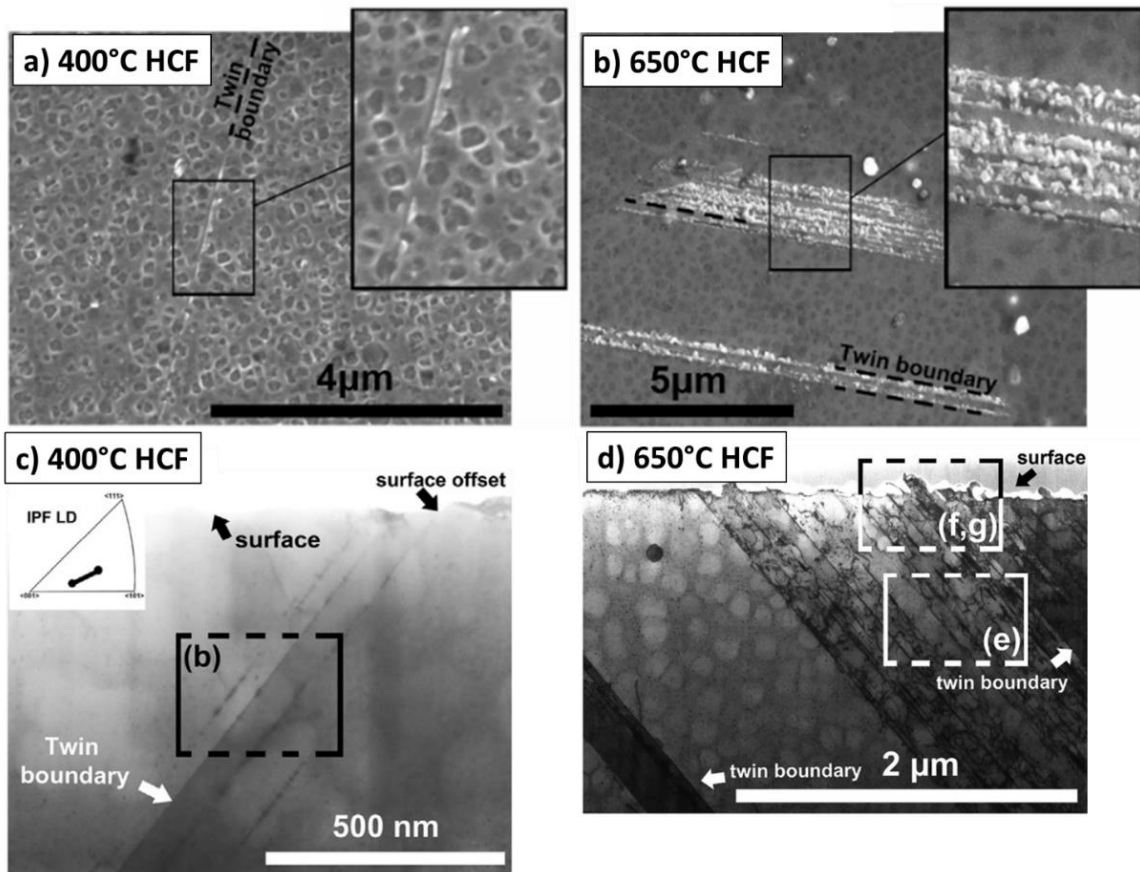


Figure 43 : Bandes de glissement sur du René 88DT en HCF à  $R = 0$  [4]. a) 400 °C en surface (MEB). b) 650 °C en surface (MEB). c) 400 °C dans le volume (TEM). d) 650 °C dans le volume (TEM).

### III. 1. Nature des sites d'amorçage sur les faciès de rupture

#### III. 1. 1. Température ambiante et intermédiaire

##### LCF

En LCF à température modérée, la localisation du glissement et la densité importante de bandes de glissement en surface induit généralement de multiples amorçages en surface (ou en subsurface) sur des facettes cristallographiques [67,99,118,119]. Des sites d'amorçage sont également identifiés en lien avec la présence de particules [108,118,120–122]. Un exemple d'amorçage sur particule est présenté sur la Figure 44, des exemples de facettes cristallographiques sont donnés par la suite.

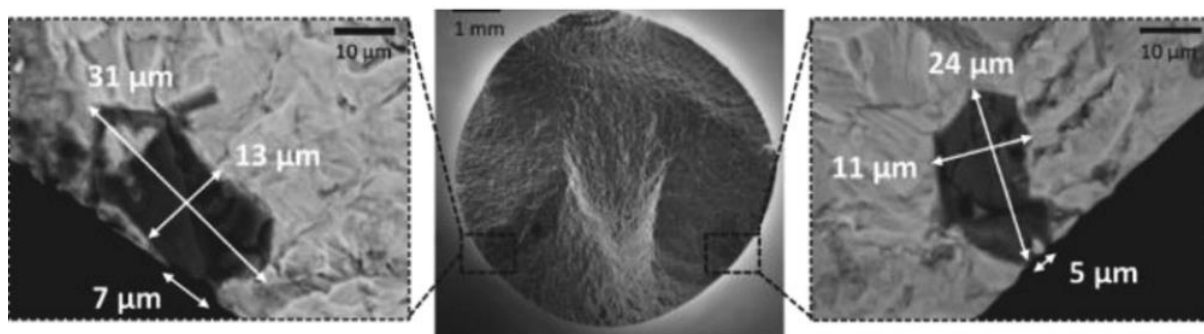


Figure 44 : Multi amorçage sur particules en LCF dans l'AD730™ à 450 °C à R = 0 [118].

L'amorçage sur particule est souvent associé à de grosses particules [118,120,122] ou à des clusters [108,120]. Des essais de traction in-situ interrompus ont montré la présence de nombreuses particules fissurées pour des contraintes inférieures à la limite d'élasticité [118,121]. Cependant, la fissure ne se transmet que rarement dans la matrice environnante [28,108]. Dans certaines configurations, la propagation de la fissure dans la matrice semble plus aisée. C'est le cas des clusters de particules ou lorsqu'une bande de glissement intersecte une particule [108]. En effet, l'amorçage sur une particule est parfois induit par l'interaction avec une bande de glissement [121,122] (Figure 45).

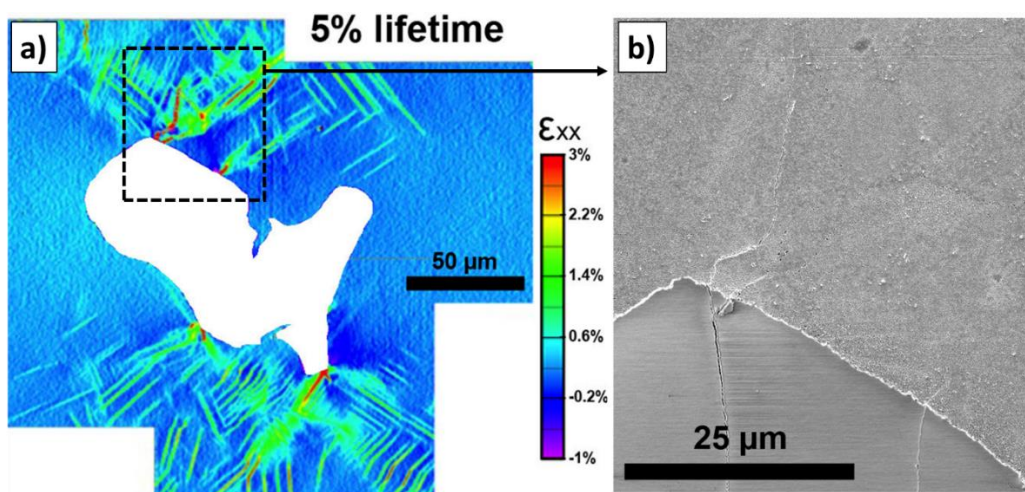


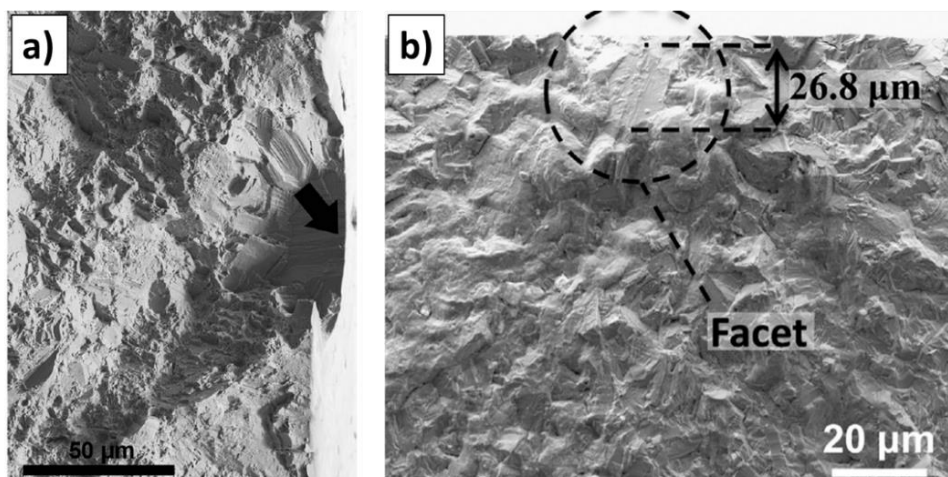
Figure 45 : Amorçage d'une fissure secondaire en surface en LCF à 400 °C à R = 0 sur du René 88DT en lien avec des bandes de glissement à l'interface d'une particule [122]. a) Champ de déformation obtenu en utilisant de la corrélation d'image (HR-DIC) en microscopie électronique à balayage. b) Image MEB à 80 % de la durée de vie.

L'étude de fissures secondaires a montré qu'une facette cristallographique peut correspondre à une fissure transgranulaire [67,99], à une fissure le long de joints de macles [99] ou à une fissure amorcée dans une bandes de glissement intersectant un ou plusieurs joints de macles [67]. Ce type d'amorçage peut être appelé « amorçage sur grain ».

Une compétition peut opérer entre l'amorçage sur facette cristallographique et l'amorçage sur particule. La nature du site d'amorçage le plus probable est contrôlé par la taille de grains, la taille des particules et le rapport de charge. En effet, l'amorçage a souvent lieu sur le plus gros élément de la microstructure, c'est-à-dire, dans le cas des polycristaux ne contenant pas de pores, un gros grain ou une grosse particule [118]. Selon la littérature, il semblerait que l'amorçage sur particule soit plus fréquent pour un rapport de charge nul ou positif, comparativement à un rapport de charge négatif plus favorable à l'amorçage dans les bandes de glissement [67,99,118,120–122]. Cet effet du rapport de charge peut être expliqué par la nature des microreliefs créés en surface ou par une criticité plus importante de l'anisotropie de comportement entre la particule et la matrice pour un rapport de charge positif. En effet, pour une durée de vie équivalente, le niveau de contraintes est nettement plus élevé pour un rapport de charge positif, d'autant plus à l'interface d'une particule.

### HCF et VHCF

En HCF et en VHCF à température modérée, l'amorçage a très majoritairement lieu sur une grosse facette cristallographique correspondant à un des plus gros grains de la microstructure. Le site d'amorçage est souvent unique sur le faciès de rupture [2,67,118,120,123,124] (Figure 46). En effet, pour ces conditions de chargement, la réponse du matériau est élastique, donc le glissement se localise uniquement pour de rares configurations, ce qui conduit à une faible densité de bandes de glissement en surface. Des coupes de facettes [3] ou des essais interrompus avec observation de fissures secondaires [2,3] ont permis de déterminer la majorité des amorçages ont lieu le long de joints de macles. Les caractéristiques des joints de macles donnant lieu à de tels amorçages en surface sont détaillées par la suite.



**Figure 46 : Facettes cristallographiques en HCF et en VHCF à 20 °C. a) HCF avec amorçage en surface sur du René 88DT à  $R = -1$  [2]. b) VHCF avec amorçage en subsurface sur de l'Inconel 718 direct-aged à  $R = -1$  [124].**

Malgré un amorçage grandement majoritaire sur facettes cristallographiques, une compétition entre amorçage sur particules et sur facettes a été reportée pour l'Inconel 718 direct-aged avec des tailles de grains fines par rapport aux tailles des particules [120,124].

Le rapport de charge semble avoir un impact sur la position du site d'amorçage par rapport à la surface, ce point étant peu abordé dans la littérature. L'amorçage en surface est plutôt observé pour un rapport de charge négatif [2,67,124] alors que l'amorçage en subsurface ou en interne a plutôt été observé pour un rapport de charge nul ou positif [3,118,120].

### III. 1. 2. Hautes températures

#### LCF

En LCF à haute température, comme aux plus faibles températures, l'amorçage est généralement multiple en surface ou en subsurface. Des facettes cristallographiques sont toujours observées lorsque la température reste modérée [25,67] (jusqu'à typiquement 700 °C) malgré un glissement moins localisé. Une proportion importante d'amorçage implique l'oxydation des joints de grains (piques d'oxyde) [4,67] ou des interfaces entre les précipités  $\gamma'_1$  et les joints de grains [118]. L'oxydation se traduit notamment par une perte de cohésion au niveau des joints de grains. Lerch and al. [67], pour un rapport de charge  $R = -1$ , observent une compétition entre amorçage intergranulaire et la formation de facettes cristallographiques à 700 °C. Dans cette même étude, les fissures s'amorcent exclusivement aux joints de grains à 800 °C. Comme aux températures intermédiaires, un rapport de charge nul ou positif semble moins favorable à un amorçage de type facette cristallographique qu'un rapport de charge négatif. En effet, contrairement à l'étude de Lerch and al. [67] sur du Waspalloy avec un rapport de charge  $R = -1$ , l'amorçage est uniquement induit par l'oxydation à rapport de charge nul pour le René 88DT [4] et l'AD730™ [118] respectivement à 650 °C et 700 °C. La Figure 48 et la Figure 50 montrent des exemples de faciès de rupture avec des amorçages de type oxydation.

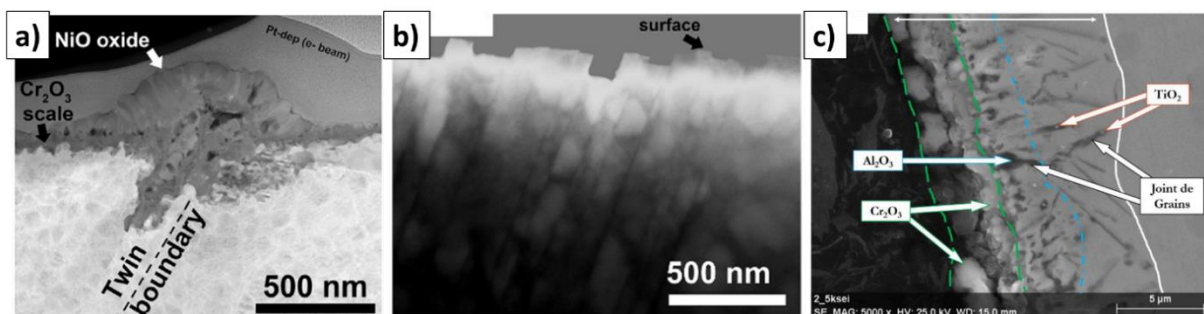


Figure 47 : Impact de l'oxydation. a) b) René 88DT sollicité en fatigue à  $R = 0$  à 650 °C. a) Pique d'oxyde assisté par la déformation dans une bande de glissement le long d'un joint de macles [4]. b) Relief en surface induit par les bandes de glissement observé en microscopie électronique à transmission [4]. c) Coupes d'échantillons d'AD730™ testés en ATG à 900 °C pendant 100 h [31].

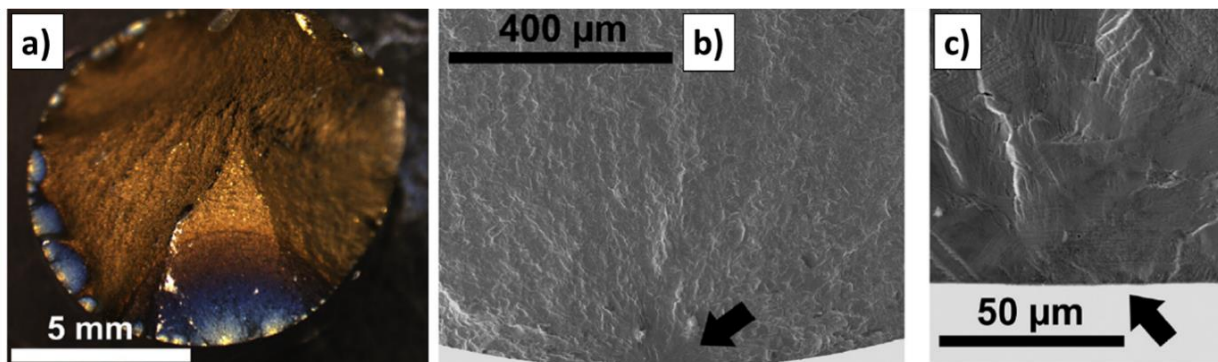
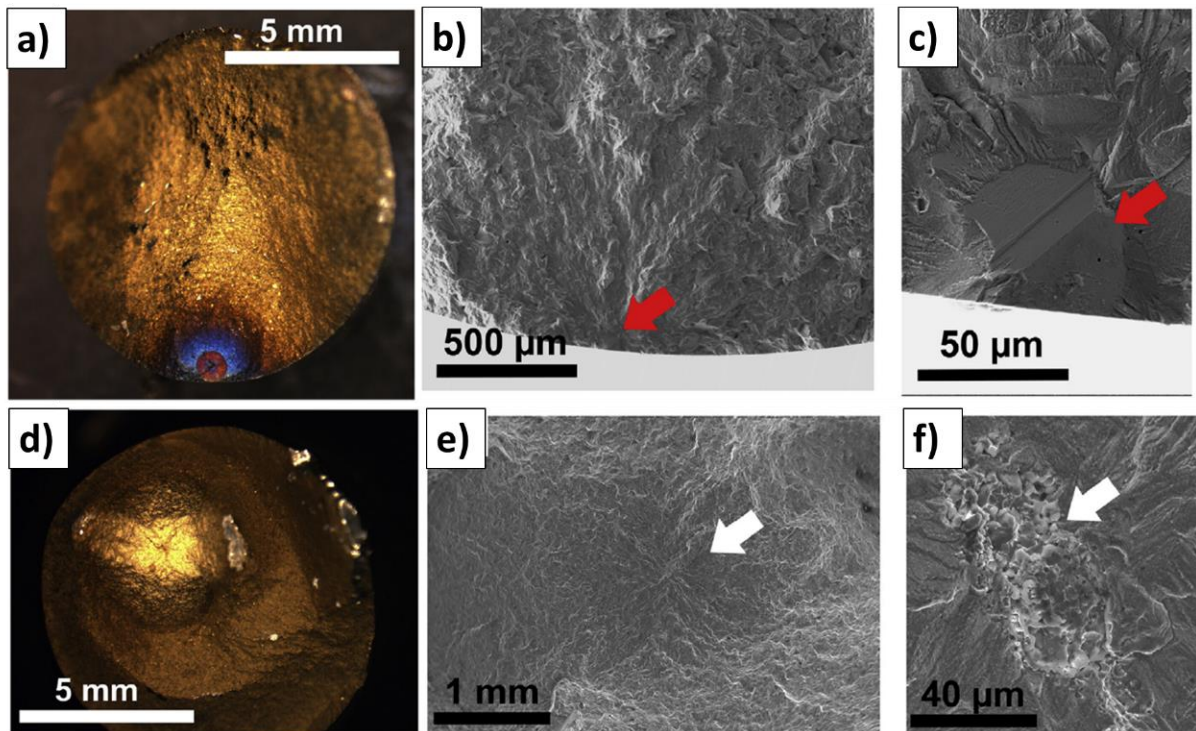


Figure 48 : Exemple de multi amorçage en lien avec l'oxydation en LCF à 650 °C sur du René 88DT à  $R = 0$  [4]. a) Image au microscope optique. b) c) Images au MEB.

## HCF et VHCF

En HCF à haute température, la plupart des sites d'amorçages sont localisés en interne ou en subsurface avec une compétition entre facettes cristallographiques [3,4,55,125] et particules [4]. Ces deux types d'amorçage sont illustrés sur la Figure 49. En VHCF, l'amorçage sur facettes cristallographiques en interne devient majoritaire et correspond aux plus gros grains de la microstructure testée [3]. Des coupes de faciès de rupture ont montré que les facettes cristallographiques correspondent à des plans octaédriques parallèles à des joints de macles avec des directions de glissement actives à fort facteur de Schmid [3,4].



**Figure 49 : Exemple d'amorçage en subsurface et en interne sur une facette cristallographique et une particule en HCF à 650 °C sur du René 88DT à  $R = 0$  [4]. a) Facette cristallographique (microscope optique). b) c) Facette cristallographique (MEB). d) Particule (microscope optique). e) f) Particule (MEB).**

Comme illustré sur la Figure 50, un amorçage clairement induit par l'oxydation des interfaces entre les précipités  $\gamma'_1$  et les joints de grains a été observé pour une durée de vie de type HCF à 700°C pour un rapport de charge nul sur de l'AD730™ [118]. Ce résultat contraste avec l'amorçage en interne sur facette cristallographique sur le René 88DT à 650 °C avec le même rapport de charge. Ces différents types de site d'amorçage peuvent s'expliquer par la présence de précipités  $\gamma'_1$  dans l'AD730™ au contraire de la version du René 88DT de l'étude en question. Une autre étude reporte de l'endommagement aux interfaces des  $\gamma'_1$  en fatigue-fluage à 700 °C sur le René 65 [55].

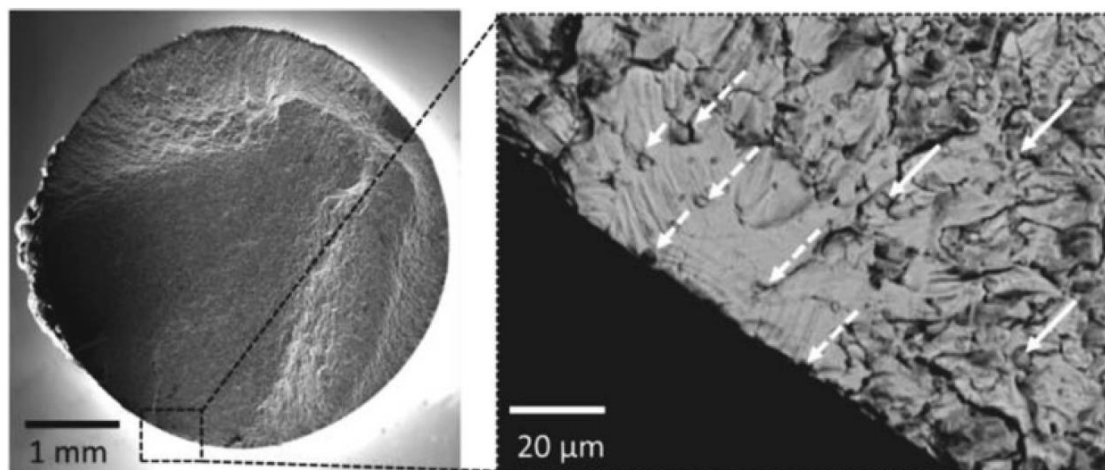


Figure 50 : Exemple d'amorçage en lien avec l'oxydation des interfaces joints de grains /  $\gamma'_1$  en HCF à 700 °C sur de l'AD730™ à R = 0 [118].

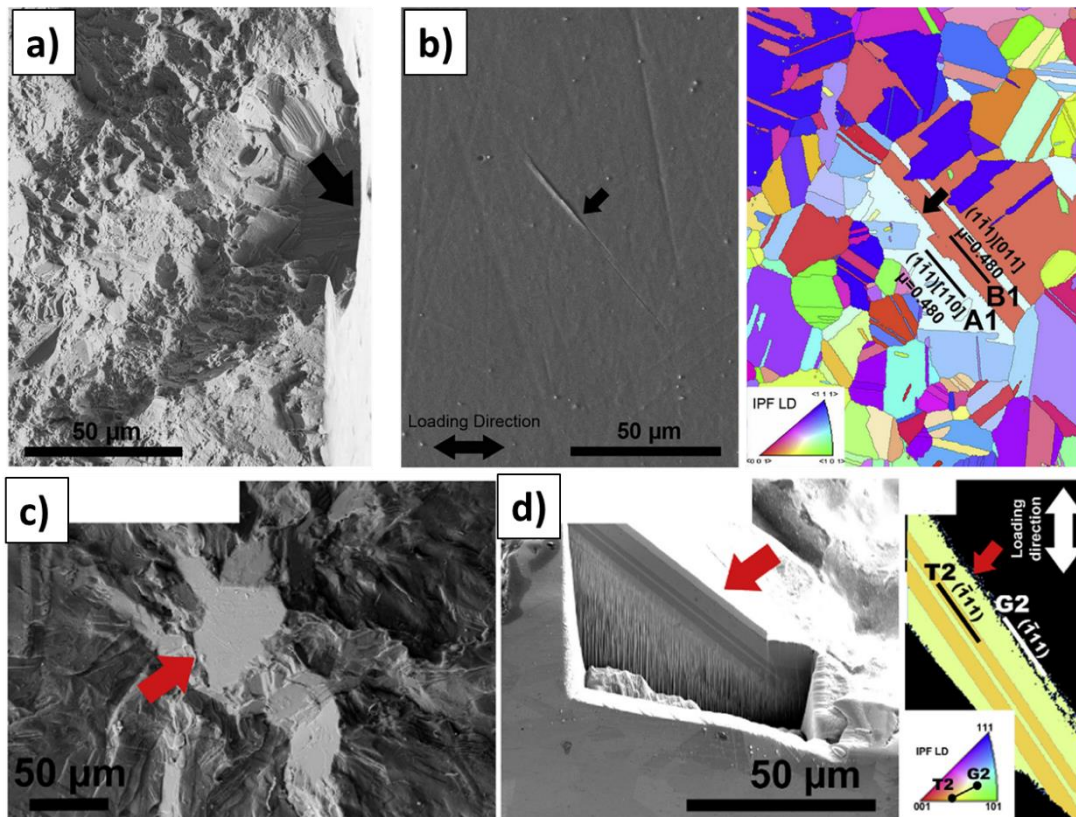
### III. 2. Fissures le long des joints de macles cohérents $\Sigma 3$

L'inventaire des sites d'amorçage sur les faciès de rupture montre que l'amorçage sur facettes cristallographiques, en surface, en subsurface ou en interne, opère sur une large gamme de températures en LCF, HCF et VHCF. Les facettes ont souvent des tailles caractéristiques comparables aux plus gros grains de la microstructure testée [2,4,25,55,67,118,120,124,126]. Sans analyses supplémentaires, une facette cristallographique peut correspondre à un amorçage transgranulaire ou le long d'un joint de macles. La caractérisation récurrente d'amorçage de fissures secondaires le long des joints de macles cohérents  $\Sigma 3$  [3,26,43,122,127] pousse à penser qu'une fissure fatale associée à une facette amorce le long de ce type d'interface.

Dans cette partie, nous commencerons par donner des exemples qui prouvent que des facettes cristallographiques correspondent à un amorçage le long d'un joint de macles. Les configurations favorables à l'amorçage de telles fissures sont ensuite présentées avec l'analyse de fissures secondaires. Pour finir, les mécanismes d'endommagement connus sont explicités. Un bon nombre d'étude sont réalisées à température ambiante, ce qui est normalement représentatif des températures intermédiaires car pour rappel, les mécanismes d'endommagement mis en jeu sont similaires jusqu'à une température intermédiaire d'environ 500 °C [4,67].

#### III. 2. 1. Analyses fines de facettes cristallographiques

En HCF, des essais de fatigue interrompus [2] ou des analyses des facettes (coupes et observations des 2 faciès) [3,4] ont permis de prouver que la fissure fatale amorce le long d'un joint de macles. 2 exemples de ce type sont donnés sur la Figure 51. Le premier (Figure 51.a.b) correspond à une fissure repérée en surface le long d'un joint de macles lors d'un essai interrompu à température ambiante. Dans le deuxième exemple (Figure 51.c.d), une coupe au FIB (focused ion beam) d'une facette en subsurface montre que le plan de la facette est parallèle à un joint de macles. Dans les 2 cas, l'amorçage est associé à une taille de grains supérieure à la moyenne et à une direction de glissement considérée comme active à haut facteur de Schmid.



**Figure 51 : Fissures fatales le long d'un joint de macles. a) b) René 88DT à 20 °C à R = -1 en HCF [2]. a) Facette cristallographique débouchante en surface et b) la fissure fatale à 30 % de la durée de vie en fatigue (MEB et EBSD). c) d) René 88DT à 650 °C à R = 0 en HCF [4]. c) Facette cristallographique en subsurface, d) coupe FIB et EBSD de la coupe FIB associée.**

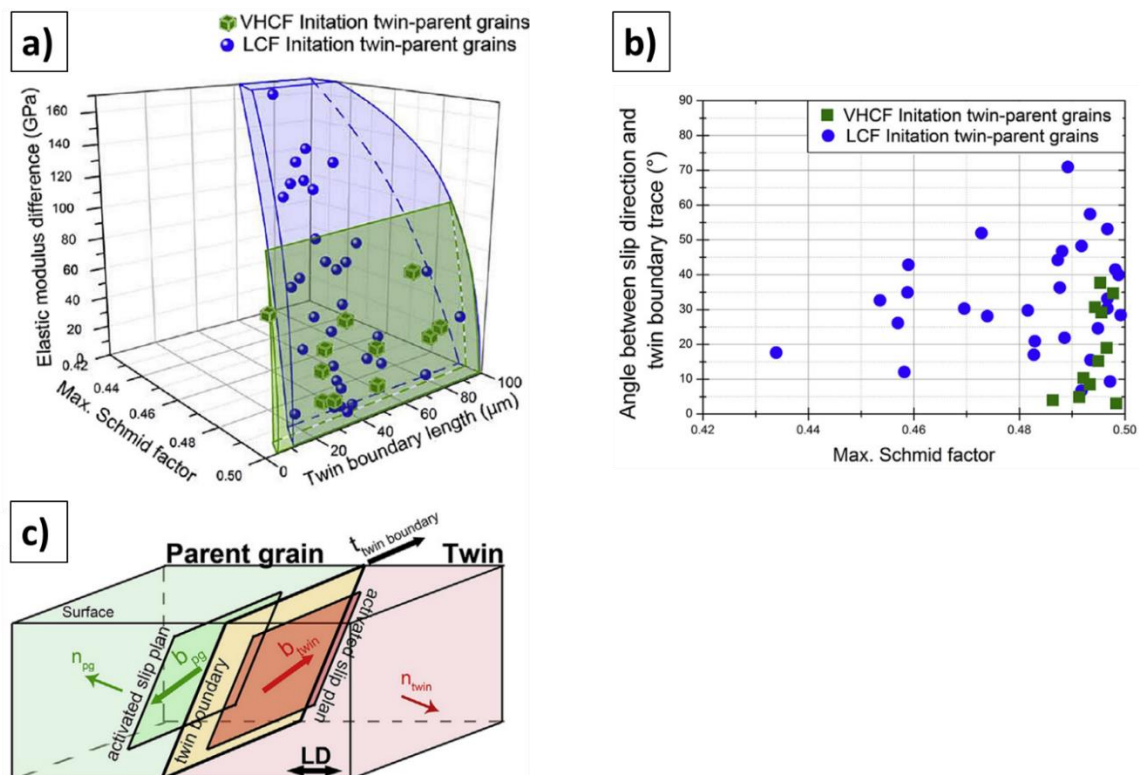
### III. 2. 2. Configurations favorables à l'amorçage à température ambiante

Les analyses présentées précédemment prouvent que l'amorçage de la fissure fatale peut se produire le long d'un joint de macles. L'étude statistique de Stinville and al. [2] a permis de mettre en évidence des configurations cristallographiques locales favorables à l'amorçage le long des joints de macles à température ambiante, avec un rapport de charge  $R = -1$ , en HCF et en VHCF. 4 grandeurs classiques introduites précédemment dans le cas de l'amorçage transgranulaire sont utilisées dans l'analyse des joints de macles fissurés :

- La longueur du joint de macles en surface permet d'estimer la longueur de glissement. Comme décrit précédemment, l'amorçage est favorable dans les gros grains car une longueur de glissement importante permet l'accumulation de beaucoup de dislocations.
- Le facteur de Schmid du système de glissement supposé actif dans le plan du joint de macles estime très indirectement, comme décrit précédemment, la cission résolue sur cette direction de glissement.
- La différence de module d'Young suivant la direction de traction de part et d'autre du joint de macles est utilisée pour prendre en compte indirectement les contraintes de compatibilité qui se développent le long du joint de macles du fait de l'anisotropie élastique.
- L'orientation de la direction de glissement supposée active par rapport à la surface libre permet de déterminer le potentiel d'une direction de glissement à créer des microreliefs prononcés en surface. Dans la plupart des cas, cette direction de glissement est comprise dans le plan du joint de macles et correspond à celle ayant le facteur de Schmid le plus élevé.



L'étude des grandeurs décrites précédemment a permis de déterminer qu'un joint de macles fissuré est préférentiellement long, avec une direction de glissement active à fort facteur de Schmid et une différence de module d'Young importante [2,43,127] (Figure 52.a). Statistiquement, un compromis semble se dégager entre les 3 grandeurs évoquées. En VHCF, l'amorçage a lieu sur des joints de macles plus longs avec des facteurs de Schmid plus élevés. Des plages de valeurs de l'orientation de la direction de glissement active par rapport à la surface ont été identifiées en HCF et en VHCF comme étant favorables à l'amorçage (Figure 52.b) [2].



**Figure 52 : Analyse d'une population de 50 fissures à 80 % de la durée de vie en fatigue (durée de vie de 65 340 cycles donc domaine HCF) à  $R = -1$  avec une contrainte maximale de 758 MPa et d'une population de 51 fissures à  $R = -1$  avec une contrainte maximale de 460 MPa pour une durée de vie de plus de  $10^6$  cycles (VHCF) à température ambiante [2]. a) Longueur des joints de macles fissurés, facteur de Schmid maximal dans le plan du joint de macles et différence de module d'Young suivant la direction de sollicitation de part et d'autre du joint de macles. b) Angle de la direction de glissement active par rapport à la trace du joint de macles comprise dans le plan de la surface libre (un angle de  $0^\circ$  indique que la direction de glissement est parallèle à la surface libre). c) Schéma de orientation des directions de glissement de part et d'autre d'un joint de macles.**

Les grandeurs en question ont été introduites précédemment dans le cadre général de l'amorçage de fissures, notamment pour les fissures transgranulaires. Elles sont indirectes et reposent sur des simplifications fortes. De ce fait, le critère de Stinville and al. [2,49] donne de bons résultats mais surestime les densités de fissures amorçées le long des joints de macles. Ce point peut être expliqué par la non prise en compte des champs mécaniques locaux. Ceux-ci ont été caractérisés dans plusieurs études par mesure de champs [2,128,129] ou par la simulation en champs complets sur des agrégats reconstruits en 3D [43,130,131]. Cependant, ces analyses sont souvent peu représentatives car elles ne peuvent être réalisées que sur un nombre très limité de sites d'amorçage. Il est également régulier qu'elles soient réalisées sans que la durée de vie en fatigue ou que le site d'amorçage de la fissure fatale ne soit connue.

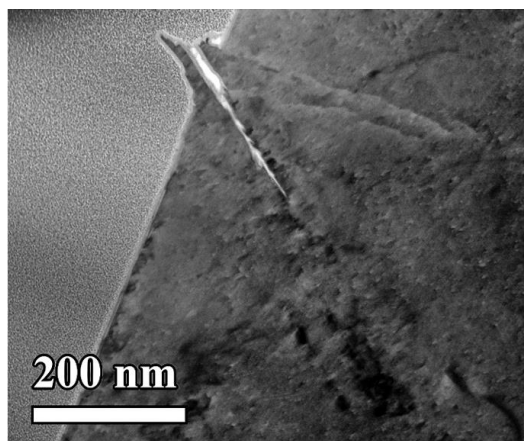
Des tendances intéressantes ressortent cependant de quelques études s'appuyant notamment des mesures de champs. En effet, l'irréversibilité du glissement plastique est plus

importante pour une bande de glissement le long d'un joint de macles que pour une bande de glissement transgranulaire [129]. Plus généralement, la résistance à la fatigue en VHCF a été reliée aux mesures de déformation dans les bandes au premier cycle pour plusieurs familles de métaux [132]. Des mesures de champs en HR-DIC [128–130] corrélées à la caractérisation des hauteurs des extrusions [133,134] ont montré que la déformation plastique le long d'un joint de macles s'intensifie au cours des cycles jusqu'à atteindre un seuil pouvant être associé à l'amorçage d'une fissure.

### III. 2. 3. Mécanismes d'endommagement à température ambiante

Peu d'études traitent des mécanismes d'endommagement le long des joints de macles dans les superalliages à base de nickel. Ceux qui ont été identifiés sont listés dans cette partie.

Des observations, notamment sur des coupes FIB [135] (Figure 53) et la connaissance des mécanismes d'amorçage pour d'autres matériaux CFC font penser qu'en LCF, l'amorçage peut avoir lieu dans les microreliefs des bandes de glissement, pour les fissures le long des joints de macles et transgranulaires. De plus, Ho and al. [134] expliquent que l'amorçage de fissure en LCF se produit à partir d'un niveau critique d'irréversibilité du glissement qui est directement liée aux hauteurs des extrusions.



**Figure 53 : Amorçage dans une bande de glissement sur du René 41 à température ambiante en LCF [135].**

L'amorçage de fissure a aussi été caractérisé aux interactions entre bandes de glissement et des joints de grains. Des fissures s'amorcent à partir de micro-volumes (Figure 54) qui constituent des zones de désorientations cristallographiques très locales en forme de « poire » associée à la non-transmission d'une bande de glissement à travers un joint de grains. La zone peut être désorientée jusqu'à  $10^\circ$  (Figure 55), elle est donc propice aux concentrations de contraintes, à l'activation de la plasticité et à l'amorçage d'une fissure [26,80,136,137]. Des micro-volumes peuvent se former si les systèmes de glissement de part et d'autres du joint de grains sont suffisamment désorientés [138]. Larrouy and al. [26] ont montré que des micro-volumes se forment uniquement lorsque l'angle de TWIST (représenté sur la Figure 57 et défini initialement dans [139]) entre les 2 plans de glissement considérés est supérieur à  $40^\circ$ . Gené [136] a ensuite montré que cette condition sur l'angle de TWIST n'est pas suffisante pour prédire la création un micro-volume.

Un scénario d'amorçage associé à la formation d'un micro volume est envisageable. Suite à la formation d'un micro volume puis à l'amorçage d'une fissure à l'échelle de quelques précipités, la fissure peut se développer très rapidement et sur une grande distance le long de la bande de glissement le long du joint de macles qui est à l'origine de ce micro volume. Dans ce type de processus, une facette sera visible sur le facies de rupture sans que l'on puisse lui associer l'amorçage au micro volume.

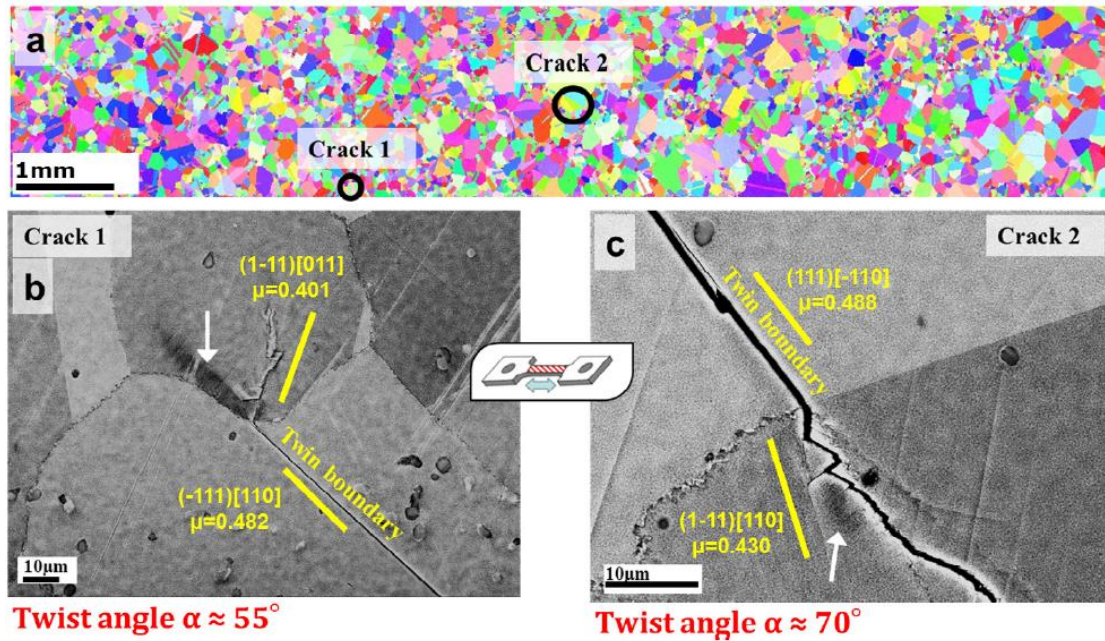


Figure 54 : Fissures apparues en lien avec l'apparition de micro-volume à  $R = 0$  pour un essai interrompu en HCF à température ambiante [26]. a) Cartographie EBSD. b) c) Image MEB en BSE des fissures et des micro volumes associés.

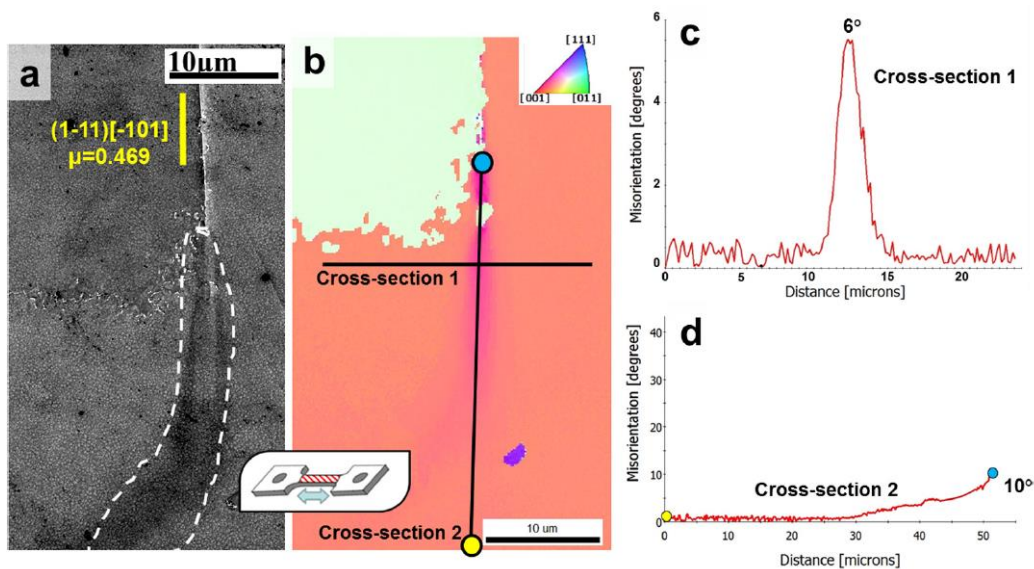


Figure 55 : Mesure de la désorientation dans un micro-volume apparue à  $R = 0$  pour un essai interrompu en HCF à température ambiante [26]. a) MEB en BSE. b) EBSD. c) d) Mesure de la désorientation à partir du point d'origine suivant 2 profils.

Une bande de glissement qui se transmet difficilement peut aussi déformer localement le joint de grains qui la bloque. C'est à partir de ce constat, grâce à des observations au TEM sur des aciers (Figure 56.a) [140], puis avec des simulations en dynamique moléculaire [141], que Sangid and al. [25,126] ont construit un modèle prédictif des durées de vie en fatigue sur de l'Udimet 720Li à  $R = 0$  à hautes températures.

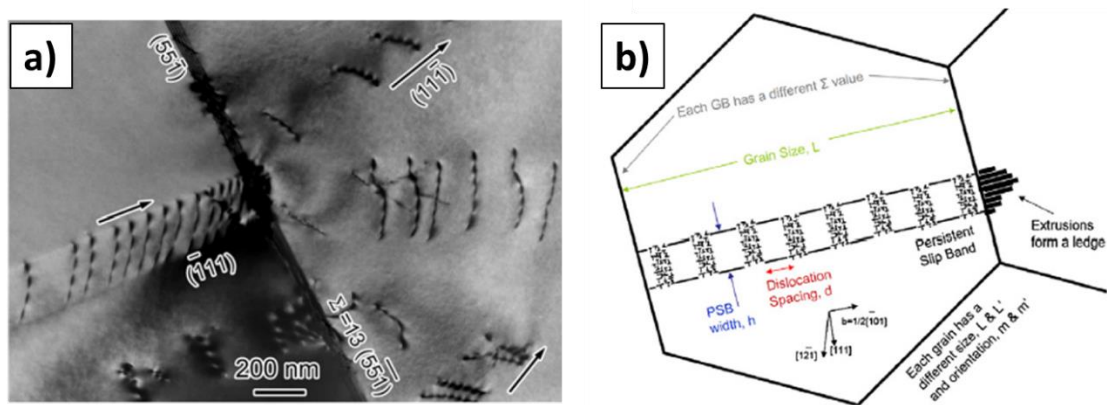


Figure 56 : a) Observation en TEM d'un joint de grains déformé par une bande de glissement [140]. b) Schématisation d'un joint de grains déformé par une bande de glissement [126].

La transmission d'une bande de glissement à travers plusieurs joints de grains peut également induire l'amorçage d'une fissure grâce à l'augmentation de la longueur de glissement. C'est la notion de « supergrain » introduite par Davidson [123] sur du Waspalloy en HCF à  $R = 0$  à température ambiante. Pour que la transmission soit possible il est nécessaire que les systèmes de glissement des différents grains aient des angles de TWIST et de TILT faibles [136] (Figure 57).

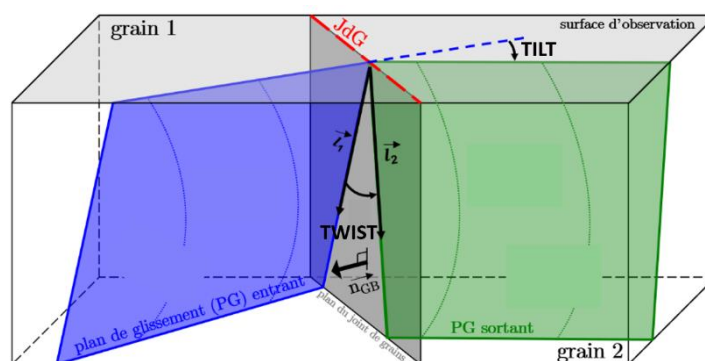


Figure 57 : Schéma de la définition des angles de TWIST et de TILT [136].

Les éléments précédents montrent que plusieurs mécanismes et scénarios d'amorçage ont été identifiés dans la littérature. Cependant, ceux-ci sont peu, voire pas, associés à des conditions de chargement (domaine de durée de vie, rapport de charge et température). Ainsi, la question concernant la zone des premières décohésions et du mécanisme d'amorçage associé reste encore très ouverte.

## IV. Synthèse

Les mécanismes d'amorçage de fissures de fatigue dans les alliages métalliques cubiques à faces centrées sont souvent associés à la localisation de la déformation plastique sous forme de bandes de glissement persistantes avec l'émergence en surface de microreliefs. Les caractéristiques des extrusions et des intrusions sont centrales dans le processus d'amorçage des fissures dites transgranulaires dans les polycristaux. Elles dépendent de la nature de l'alliage, de la microstructure, des conditions de chargement, de la température, des champs mécaniques locaux et des configurations cristallographiques locales.

Dans le cas des superalliages à base de nickel polycristallins durcis par précipitation  $\gamma'$ , les études menées montrent que des fissures amorcent fréquemment le long des joints de macles, notamment en HCF et en VHCF de 20 °C aux températures intermédiaires (environ 500 °C). Ce type d'amorçage, tout comme l'amorçage transgranulaire, induit une facette cristallographique sur le faciès de rupture. Elle correspond régulièrement à un des plus gros grains de la microstructure testée. En effet, la longueur de glissement est importante dans un gros grain, ce qui permet d'accumuler beaucoup de dislocations. En surface, une fissure peut s'amorcer si la direction de glissement actif est orientée pour former des microreliefs importants. La présence d'un joint de macles favorise la localisation du glissement avec des irréversibilités plastiques plus importantes que dans le cas d'une bande de glissement transgranulaire. L'amorçage d'une fissure semble favorable lorsque la cission résolue est importante sur un système de glissement compris dans le plan du joint de macles, celle-ci pouvant être décrite indirectement par le calcul du facteur de Schmid. L'anisotropie élastique participe à ce processus en donnant lieu à des contraintes de compatibilité qui se développent aux abords du joint de macles. La différence de module d'Young de part et d'autre du joint de macles est utilisée comme un indicateur de ce phénomène. Plus localement, les premiers stades d'endommagement peuvent avoir lieu dans les microreliefs des bandes de glissement, comme dans le cas classique de l'amorçage transgranulaire. L'amorçage a également été observé à l'extrémité d'un joint de macles, à cause de l'interaction entre une bande de glissement apparue le long du joint de macles et un joint de grains, par la formation d'un micro-volume par exemple.

Les mécanismes d'endommagement mis en jeu lors de l'amorçage de fissure le long d'un joint de macles sont encore peu connus et mal associés à une condition de sollicitation ou un domaine de durée de vie. De plus, de nombreuses études s'appuient sur des caractérisations fines telle que des essais in-situ, des observations au microscope électronique (MEB ou MET), sur des coupes FIB (faisceau d'ions focalisés) ou des mesures de champs qui ne peuvent se limiter le plus souvent qu'à quelques configurations sans être associées à des conditions de chargement maîtrisées. Seule l'étude de Stinville and al. [2] réalisée à 20 °C et  $R = -1$  aborde la question avec une approche statistique des configurations favorisant l'amorçage le long des joints de macles, sans se focaliser sur les zones des premières décohésions et des mécanismes d'endommagement.

Deux questions peuvent se détacher parmi tant d'autres à la suite de l'analyse bibliographique :

- Quel est l'impact de la condition de chargement sur les configurations cristallographiques locales favorisant l'amorçage le long d'un joint de macles ?
- Où apparaissent les premières décohésions lors de l'amorçage d'une fissure de fatigue ?

La démarche de travail présentée dans le chapitre suivant a été mise en œuvre pour répondre à ces deux questions scientifiques.

## Chapitre 2 : Démarche de travail

L'objectif principal de ce travail est de réaliser une étude statistique des conditions cristallographiques locales associées à l'amorçage de fissures de fatigue le long des joints de macles pour différentes conditions de chargement. Le protocole de caractérisation permet également la détection des fissures aux premiers instants de leur formation. Ainsi, les zones associées aux premières décohésions sont discutées. Les différentes étapes de la stratégie mise en place sont décrites dans cette partie et illustrées sur la Figure 58.

Les essais sont réalisés à température ambiante pour favoriser l'amorçage en surface, les mécanismes de plasticité et d'endommagement étant à priori similaires jusqu'à environ 400 °C-500 °C. Les rapports de charge  $R = -1$  et  $R = 0$  sont étudiés. Le premier semble favoriser l'amorçage sur grains en surface à partir des irréversibilités plastiques liées à la localisation de la déformation dans les bandes de glissement. Le deuxième est plus représentatif de certains chargements rencontrés sur pièces moteur.

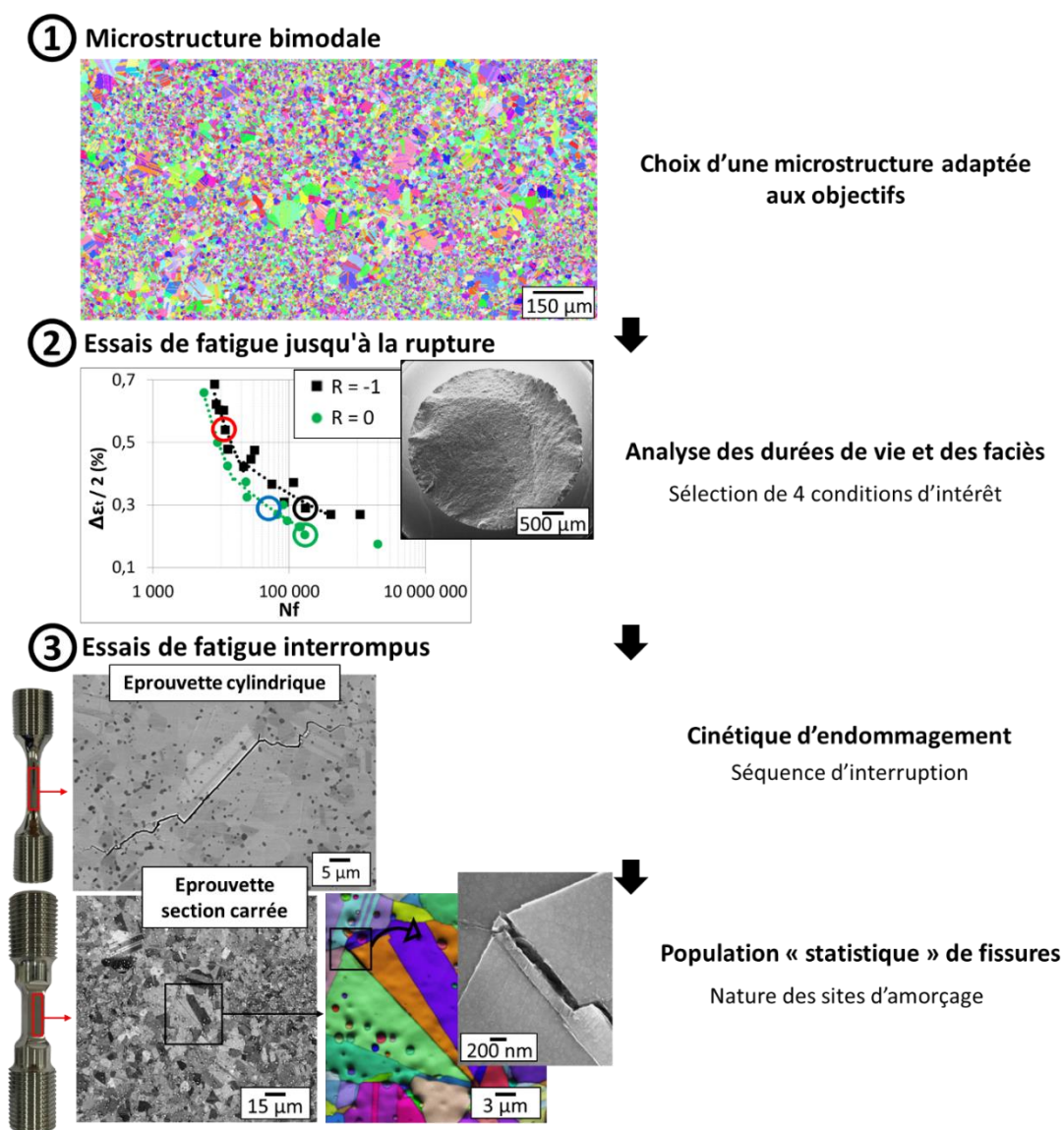


Figure 58 : Méthodologie : 1) Choix de la microstructure. 2) Essais de fatigue jusqu'à la rupture. 3) Essais de fatigue interrompus.

Dans le but d'amorcer suffisamment de fissures, dans l'esprit d'une démarche statistique, et de ne pas trop s'éloigner de la taille de grains moyenne des microstructures industrielles, une microstructure bimodale « modèle » a été choisie (Figure 58.1). La présence de gros grains va permettre l'amorçage de plus de fissures et donc d'obtenir plus facilement des populations statistiques. Il s'agit donc de multiplier les configurations microstructurales locales associées à ces gros grains en considérant que la compréhension acquise à ce niveau sera utile pour appréhender le comportement et les processus d'endommagement des microstructures à grains fins homogènes utilisées industriellement.

Des essais de fatigue jusqu'à la rupture ont d'abord été réalisés dans le but principal de sélectionner des conditions de sollicitation à appliquer pour des essais de fatigue interrompus avec des observations de surface. L'analyse des faciès de rupture (Figure 58.2) a permis de vérifier que la fissure fatale amorce en surface, et donc de justifier la pertinence de réaliser des analyses de surface sur les éprouvettes. Les conditions de chargement ont été choisies dans différents domaines de durées de vie (LCF et HCF) et pour les 2 rapports de charge. Des essais interrompus ont dans un premier temps été réalisés sur des éprouvettes cylindriques pour évaluer qualitativement la cinétique d'amorçage et de propagation afin de déterminer les séquences d'interruptions les plus propices à l'analyse des processus d'endommagement (Figure 58.3).

#### ④ Analyse des configurations cristallographiques et discussion des mécanismes d'endommagement

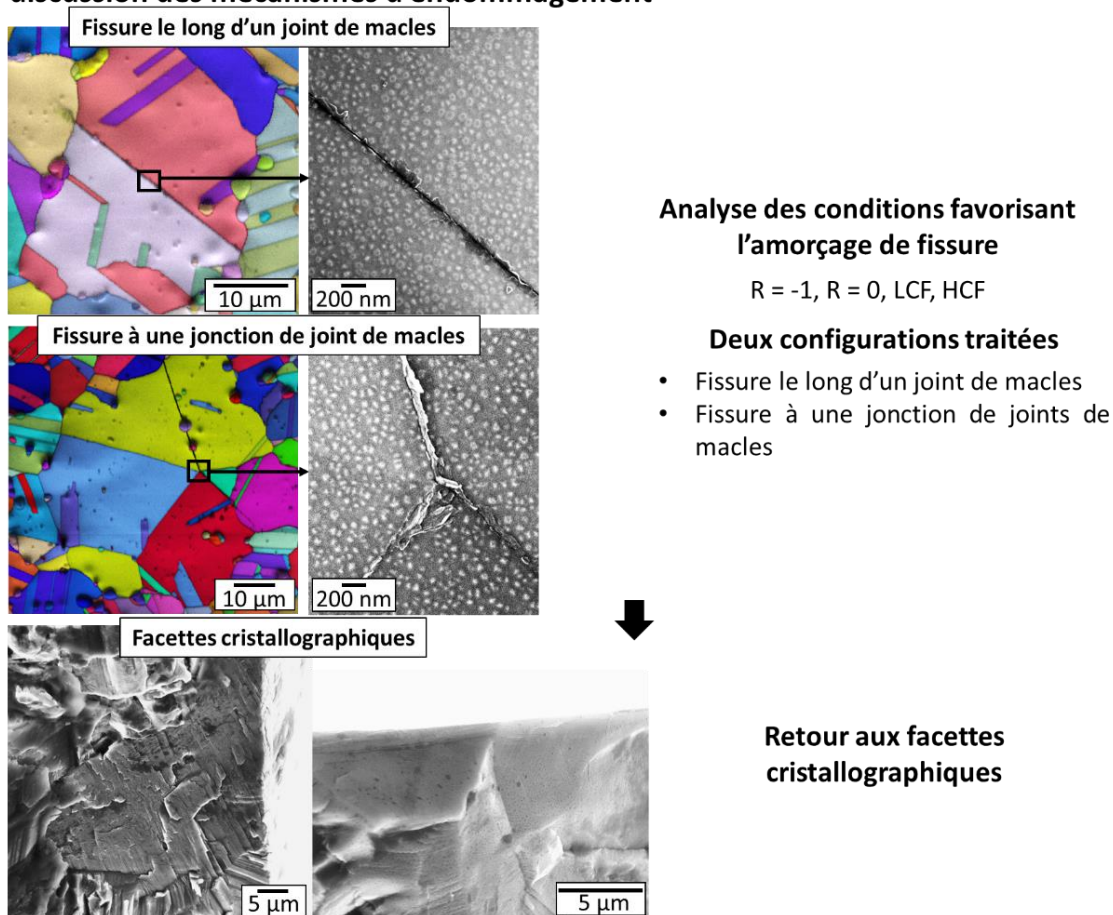


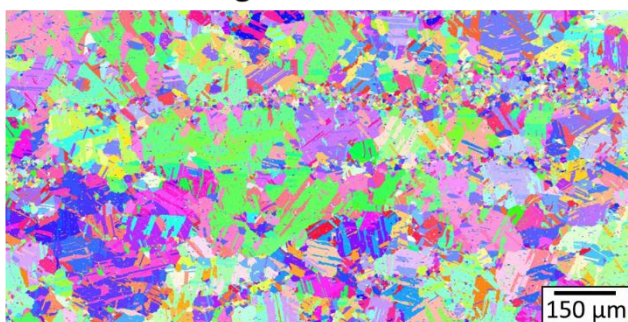
Figure 59 : Méthodologie : Analyse des configurations cristallographiques locales et discussion des mécanismes d'endommagement.

De nouveaux essais interrompus ont ensuite été réalisés sur des éprouvettes à section carrée avec pour objectif de favoriser l'analyse des conditions d'amorçage de fissure sur un nombre de cas suffisant, y compris pour des conditions de chargement conduisant à de faibles densités surfaciques de fissures. Des cartographies MEB des surfaces planes des éprouvettes à chaque interruption ont permis de repérer les fissures et ainsi obtenir des populations statistiques. Les sites d'amorçage ont ensuite été analysés à l'aide d'observations au MEB-FEG à fort grandissement et de mesures d'orientation locale par EBSD dans le but d'identifier leur nature puis de les classer en fonction des conditions de chargement (Figure 58.3).

Les conditions cristallographiques locales ont ensuite été analysées pour 2 types de site d'amorçage impliquant les joints de macles. Leur analyse, la connaissance précise de quelques zones d'amorçage et les observations fines au MEB-FEG ont permis de discuter des mécanismes d'amorçage mis en jeu en fonction des conditions de sollicitation. Ces résultats ont ensuite été comparés à des observations sur les faciès de rupture dans le but de discuter de la représentativité de l'étude vis-à-vis de la fissure fatale (Figure 59).

Une partie de la démarche de travail a été reproduite sur une microstructure plus grossière pour évaluer l'impact de la microstructure sur les résultats obtenus (Figure 60).

### ⑤ Microstructure grossière



**Extension des résultats à une autre microstructure ?**

**Figure 60 : Méthodologie : Confrontation avec une autre microstructure.**

Le plan du manuscrit est basé sur la stratégie évoquée dans cette partie. La microstructure bimodale « modèle », le protocole de détection et de caractérisation des sites d'amorçage, ainsi que les outils expérimentaux utilisés sont décrits dans le chapitre 3. Le chapitre 4 présente ensuite les durées de vie et les analyses des faciès de rupture qui mènent aux choix des conditions sélectionnées. Les populations statistiques de fissures associées à la nature des sites d'amorçage sont ensuite analysées avec 2 configurations principales qui se dégagent : l'amorçage le long des joints de macles et aux jonctions de joints de macles. Les chapitres 5 et 6 portent, pour chacune de ces 2 configurations, sur l'analyse des conditions cristallographiques locales favorisant l'amorçage de ces fissures, la discussion des mécanismes d'endommagement et les liens avec les facettes cristallographiques des faciès de rupture. Enfin, dans chaque chapitre, les résultats associés à la microstructure plus grossière sont confrontés à ceux de la microstructure bimodale de l'étude.





## Chapitre 3 : Matériau et techniques expérimentales

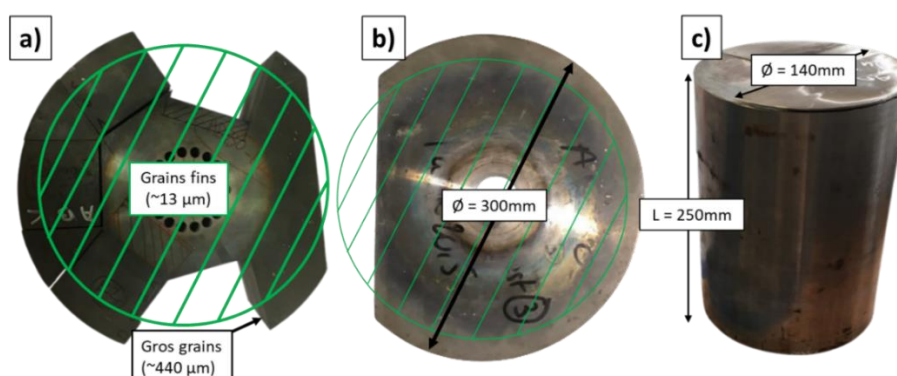
Ce chapitre débute par la présentation des lots de matière, des techniques de préparation, de caractérisation et des essais mécaniques. Les microstructures de grains et de précipitation sont ensuite analysées et associées aux propriétés en traction à température ambiante. Pour finir, des tableaux récapitulatifs de l'ensemble des conditions de chargement testées et des séquences d'interruption des essais de fatigue sont présentés.

### I. Lots de matières, prélèvement, traitement thermique, usinage et préparation des éprouvettes

#### I. 1. Les lots de matière en AD730™

2 lots de matières en AD730™ ont été utilisés pour cette étude :

- Des disques duals après traitement thermique DMHT (dual microstructure heat treatment) ont été fournis par Aubert & Duval et étudiés lors de plusieurs stages en amont de cette thèse (Figure 61.a.b). Les échantillons extraits au centre de ces disques correspondent à la microstructure bimodale qui a majoritairement été utilisée dans cette étude.
- Une barre brute de conversion (Figure 61.c) a également été testée. Cette matière correspond à la microstructure plus « grossière » utilisée pour comparaison avec la microstructure bimodale.



**Figure 61 : Lots de matières en AD730™. a) Disque dual 1 après traitement DMHT. b) Disque dual 2 après traitement DMHT. c) Barre brute de conversion.**

Remarque : Il est important de noter que ces disques étaient voués à la réalisation d'une étude spécifique sur le traitement DMHT. Ils n'ont donc pas vu toutes les étapes classiques de conversion et de mise en forme. Les caractérisations réalisées préalablement ont permis de déterminer la transition entre la zone de grains plutôt fins au centre et la zone de gros grains en périphérie.

#### I. 2. Prélèvements

Des barreaux capables (Figure 62) de diamètre  $\Phi 12,5$  mm et  $\Phi 16,5$  mm ont été prélevés pour usiner les 2 types d'éprouvettes utilisées.

Les zones de prélèvement dans les disques duals et dans la barre sont indiquées sur la Figure 63 et la Figure 64. Les prélèvements ont été réalisés par électroérosion et uniquement au centre des disques. Pour la barre, uniquement les éprouvettes prélevées à mi rayon ont été utilisées pour les essais mécaniques.

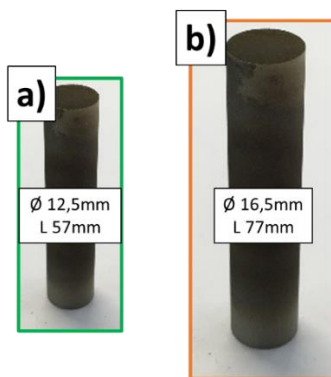


Figure 62 : a) Petit barreau capable. b) Gros barreau capable.

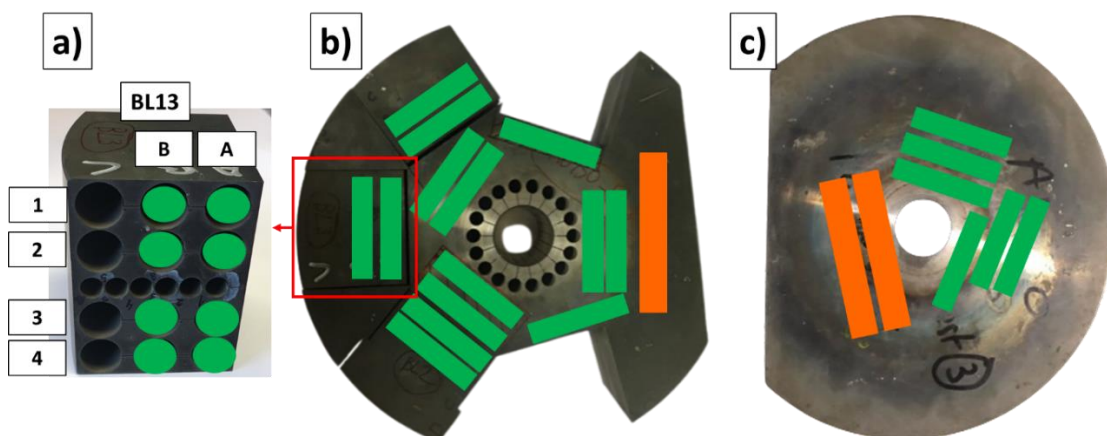


Figure 63 : Zones de prélèvement des barreaux capables dans les disques duals. a) Tronçon BL13 du disque dual 1. b) Disque dual 1. c) Disque dual 2.

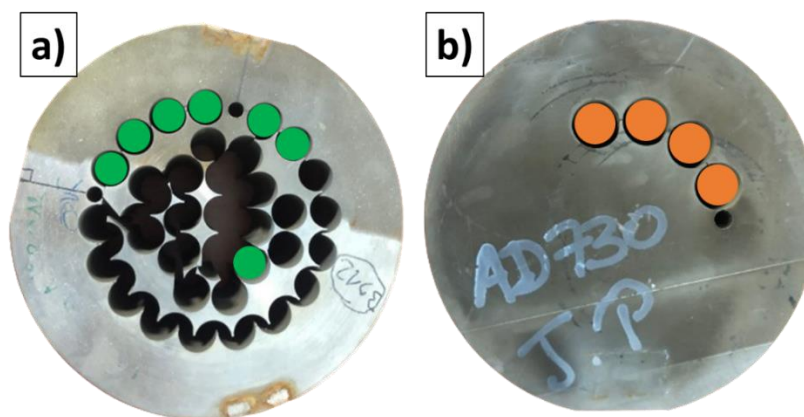


Figure 64 : Zones de prélèvement dans la barre.

### I. 3. Traitement thermique

Une fois prélevé, les barreaux capables ont été traités thermiquement avec le traitement thermique standard utilisé pour les structures à grains fins de l'AD730™ [27,31,51–53,56] : mise en solution 1080 °C / 4h, trempé à l'air et vieillissement 730 °C / 8h, trempé à l'air.

La mise en solution est l'étape critique du traitement thermique. Elle a systématiquement été réalisée par paire de barreaux. Un thermocouple est placé au centre, serré entre les 2 barreaux. Après les 4 heures à 1080 °C, les 2 barreaux sont sortis l'un après l'autre le plus vite possible et posés sur une brique réfractaire pour la trempé à l'air. Des études internes à

l'Institut P' ont montré que cette procédure assure une vitesse de refroidissement d'environ 200 °C / min sur la plage de précipitation (entre 1000°C et 800°C [55]) pour les petits barreaux (Ø12,5 mm). Une vitesse de refroidissement un peu plus faible est attendue sur les plus gros barreaux (Ø16,5 mm).

Le vieillissement est réalisé par groupe de 8 barreaux avec un thermocouple de contrôle placé au centre « du paquet de barreaux ». Les barreaux sont ensuite sortis les uns après les autres pour un refroidissement à l'air qui n'impacte à priori pas la microstructure obtenue.

## I. 4. Usinage des éprouvettes

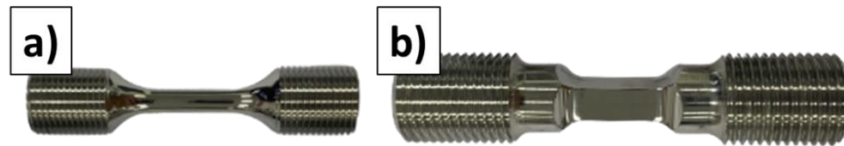


Figure 65 : Images des éprouvettes après usinage. a) Eprouvette cylindrique. b) Eprouvette à section carrée.

Une fois traités thermiquement, les barreaux capables sont tournés en 2 types d'éprouvettes (Figure 65) en fonction de la taille du barreau :

- Eprouvette cylindrique conventionnelle pour la réalisation d'essais de fatigue jusqu'à la rupture (Figure 66).

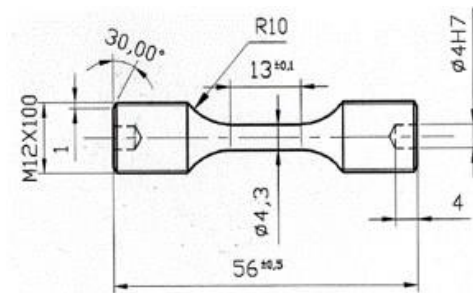


Figure 66 : Plan éprouvette cylindrique conventionnelle pour les essais de fatigue.

- Eprouvette avec une section carrée (Figure 67) pour la réalisation d'essais de fatigue interrompus associés aux observations MEB et aux mesures EBSD réalisées sur de larges surfaces. Les dimensions des faces (6 x 12 mm<sup>2</sup>) ont été choisies pour permettre d'observer suffisamment de fissures, même pour des conditions de chargement associées à de faibles densités de fissures.

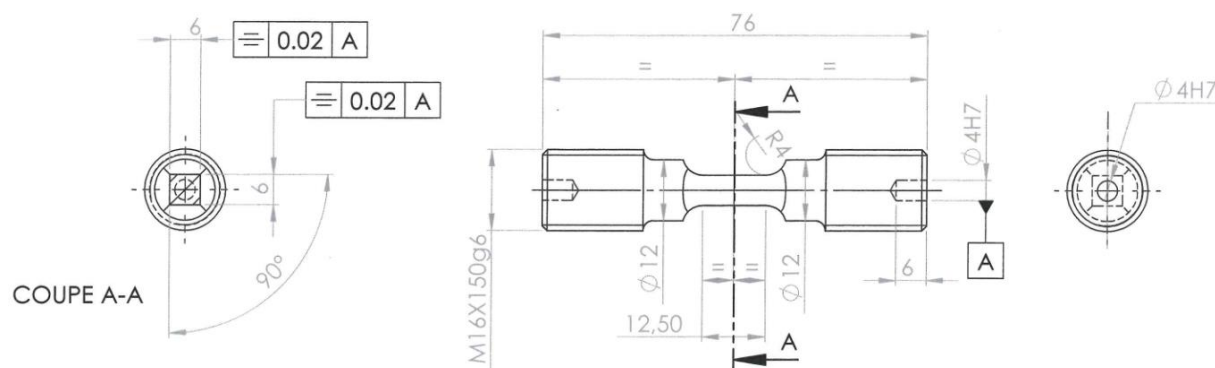


Figure 67 : Plan de l'éprouvette à section carrée.

## I. 5. Préparation des éprouvettes

Une étape de polissage est ensuite réalisée afin de retirer l'écroûissage de surface et les contraintes résiduelles induites par l'usinage. Cette étape est nécessaire pour analyser finement les processus de déformation et d'endommagement.

Une éprouvette est d'abord polie avec des papiers abrasifs aux carbures de silicium (SiC) (indices granulométriques de 80, 320, 500, 1000, 2000 et 4000). Elle est ensuite polie avec un coton imbibé de pâte diamantée (3  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$ ) pour arriver à un état « poli miroir » (Figure 68.a). Pour une éprouvette à section carrée, les arrêtes sont légèrement arrondies pour éviter tout amorçage de fissure intempestif. Ces éprouvettes subissent en plus une étape de polissage électrolytique afin de rendre la surface diffractante pour les analyses EBSD. L'étape de polissage électrolytique permet aussi de révéler une partie de la microstructure en érodant très légèrement la matrice  $\gamma$  (Figure 68.b) comme nous le verrons ultérieurement.

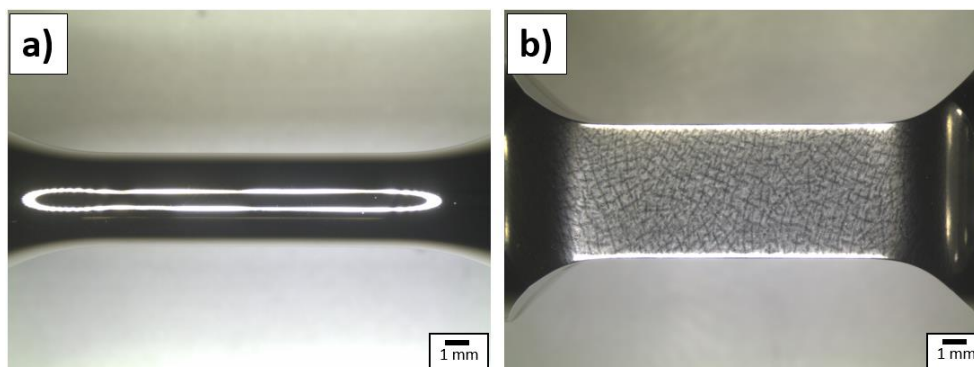


Figure 68 : Etat de surface après préparation des 2 types d'éprouvette. a) Eprouvette cylindrique après polissage 1  $\mu\text{m}$ . b) Eprouvette à section carrée après polissage électrolytique.

## II. Essais mécaniques

Tous les essais mécaniques ont été réalisés à température ambiante avec une machine électromécanique uni-axiale Instron 8862 (Figure 69.a). La cellule de charge, permet de travailler dans un intervalle de +/- 100 kN. Le vérin, permet des déplacements de +/- 100 mm. Les déformations ont été mesurées à l'aide d'un extensomètre à couteaux métalliques avec une base de 10 mm et une amplitude d'ouverture de +/- 1 mm.

Des plots en céramique avec une surface rugueuse ont été posés d'un côté de la partie utile afin d'éviter que l'extensomètre ne glisse pendant les essais mécaniques. L'extensomètre reste en contact de l'éprouvette grâce à 4 élastiques bien serrés (Figure 69.b).

La section d'une éprouvette est mesurée au profilomètre en prenant 5 mesures sur la longueur de la partie utile. La cote minimale est sélectionnée afin de calculer la section utilisée pour les valeurs de contraintes.

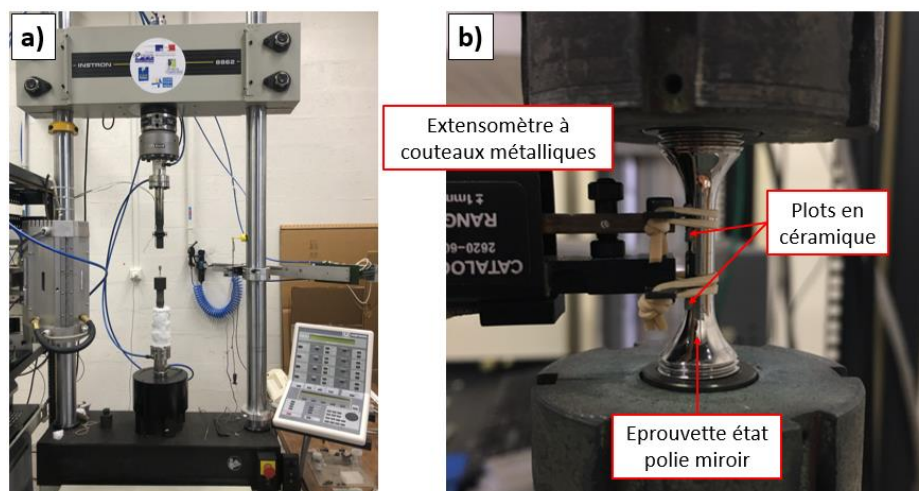


Figure 69 : a) Machine électromécanique Instron 8862. b) Eprouvette en cours d'un essai de fatigue.

## II. 1. Traction

Un essai de traction est piloté avec le déplacement du vérin pour une vitesse de déformation constante de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . La déformation de la partie utile de l'éprouvette est mesurée avec l'extensomètre jusqu'à ce que l'ouverture des couteaux soit trop importante. La déformation est ensuite déduite du déplacement du vérin. Des essais de traction ont été réalisés sur les éprouvettes cylindriques et sur une éprouvette à section carrée.

Les courbes de traction ont été tracées et exploitées en contrainte « conventionnelle », c'est à dire en calculant la contrainte avec la section initiale de l'éprouvette tout au long de l'essai. Le module d'Young **E** a été calculé entre 200 MPa et 700MPa, la limite d'élasticité à 0,02 % de déformation plastique (**Rp0.02**), la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique (**Rp0.2**), la résistance à la traction (**Rm**) et l'allongement à rupture (**A %**) ont été relevés pour chaque essai.

## II. 2. Fatigue

Les essais de fatigue sont pilotés en déformation totale avec un signal triangulaire à une fréquence constante de 0,5 Hz et pour des rapports de charge de  $R_\epsilon = -1$  et  $R_\epsilon = 0$ .

### II. 2. 1. Essais de fatigue jusqu'à la rupture

Les essais de fatigue jusqu'à la rupture ont été réalisés sur les éprouvettes cylindriques. Le critère d'arrêt est une diminution de la charge maximale associée à la propagation d'une fissure assez longue pour réduire significativement la section portante. Ce critère a été adapté en fonction des évolutions cycliques de la charge et donc de l'amplitude de déformation imposée. Ainsi les éprouvettes ne sont en général pas rompues complètement lorsque les essais s'arrêtent, ce qui a permis dans quelques cas d'observer la fissure fatale déjà bien propagée. Dans ce cas, après observations faites sur l'éprouvette partiellement rompue, la rupture complète est ensuite provoquée par une traction.

L'évolution cyclique des contraintes et de l'ouverture des boucles est systématiquement enregistrée.

## II. 2. 2. Essais de fatigue interrompus

Des essais de fatigue interrompus ont d'abord été réalisés sur les éprouvettes cylindriques jusqu'à la rupture afin de déterminer les séquences d'interruptions des premiers essais à mener sur des éprouvettes à sections carrées.

Les essais de fatigue interrompus sur les éprouvettes à section carrée ont été réalisés jusqu'à environ 50 % de la durée de vie en fatigue, cette valeur a été évaluée à partir des essais conduits jusqu'à la rupture. Au-delà d'un certain pourcentage de la durée de vie, typiquement 50% pour certaines conditions de chargement, des fissures, qui apparaissent prématurément dans les congés mènent à la rupture des éprouvettes. Ainsi, la géométrie de ces éprouvettes ne permet pas d'étudier des durées de vie. Cela est dû aux arrêtes qui constituent des concentrateurs de contraintes, bien qu'elles soient arrondies par le polissage. Cependant, des observations aux centres des faces au début de la durée de vie sont équivalentes à celles réalisées sur des éprouvettes cylindriques. Des cartographies au MEB des faces préparées ont été systématiquement réalisées après chaque interruption afin de repérer et de suivre les fissures au cours de la durée de vie. Les détails concernant les cartographies et le repérage des fissures sont donnés par la suite.

Les essais interrompus ont systématiquement été arrêtés en revenant strictement à une charge et une déformation nulle. Dans le cas des éprouvettes cylindriques, les durées de vie relevées sont identiques pour des essais menés jusqu'à la rupture avec et sans interruptions.

## III. Techniques et méthodologie de caractérisation des sites d'amorçage de fissures et des microstructures

### III. 1. Moyens utilisés

#### III. 1. 1. MEB et MEB-FEG

Deux microscopes électroniques à balayage (MEB) conventionnel, et un microscope à canon à émission de champs (MEB-FEG) ont été utilisés. Ils sont équipés d'un détecteur d'électrons secondaire (SE) et un détecteur d'électrons rétrodiffusés (BSE). Le mode SE est principalement utilisé pour caractériser la topographie de surface et le mode BSE pour caractériser les contrastes cristallographiques et les contrastes chimiques.

Le MEB conventionnel le plus employé est un MEB VEGA 3 TESCAN qui a été utilisé à une tension de 25kV pour les observations de faciès de rupture et pour les Images de fissures jusqu'à une largeur de champs élémentaire (largeur d'une image) de 50  $\mu\text{m}$ . Ce MEB a également permis de cartographier quasi intégralement les surfaces des éprouvettes à section carrée en utilisant ses fonctionnalités d'automatisation. Cette étape a été grandement utile pour sélectionner les zones d'intérêt pour les suivis de l'évolution de la déformation et de l'endommagement, couplé à des analyses EBSD. Le FEG 7000F de la marque JEOL a été utilisé pour des observations plus fines telles que la micro-plasticité associée aux fissures sur les fûts des éprouvettes et la caractérisation des précipités  $\gamma'$  intragranulaires.

#### III. 1. 2. EBSD 2D

La diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) permet de mesurer localement les orientations cristallographiques des grains. Les électrons respectant la loi de Bragg sont diffractés et captés sur un écran de phosphore sous la forme de diagrammes de Kikuchi. Ces derniers sont indexés pour remonter à l'orientation cristallographique par rapport à un repère

du microscope. Le fait de connaître les orientations en plusieurs points d'une surface permet de reconstruire une carte avec un code de couleurs par orientation qui va permettre de distinguer les grains. Le pas de mesure est un paramètre important qui doit être cohérent par rapport aux échelles des éléments de microstructure à caractériser. Il conditionne le temps d'acquisition de la cartographie.

Les analyses EBSD ont été réalisées sur les éprouvettes à section carrée, avec un pas de 0,1  $\mu\text{m}$  pour caractériser les sites d'amorçage et avec un pas de 0,5  $\mu\text{m}$  pour caractériser les microstructures sur de plus larges zones.

Dans notre étude, la caméra EBSD de la marque HIKARI est installée sur un MEB conventionnel JEOL™ 6100. Le traitement des données EBSD est réalisé avec le logiciel OIM™ de chez EDAX. Une fois acquise, une cartographie subit une procédure de nettoyage :

- Suppression et remplacement des pixels à faibles indices de confiance.
- Suppression et remplacement des pixels isolés.

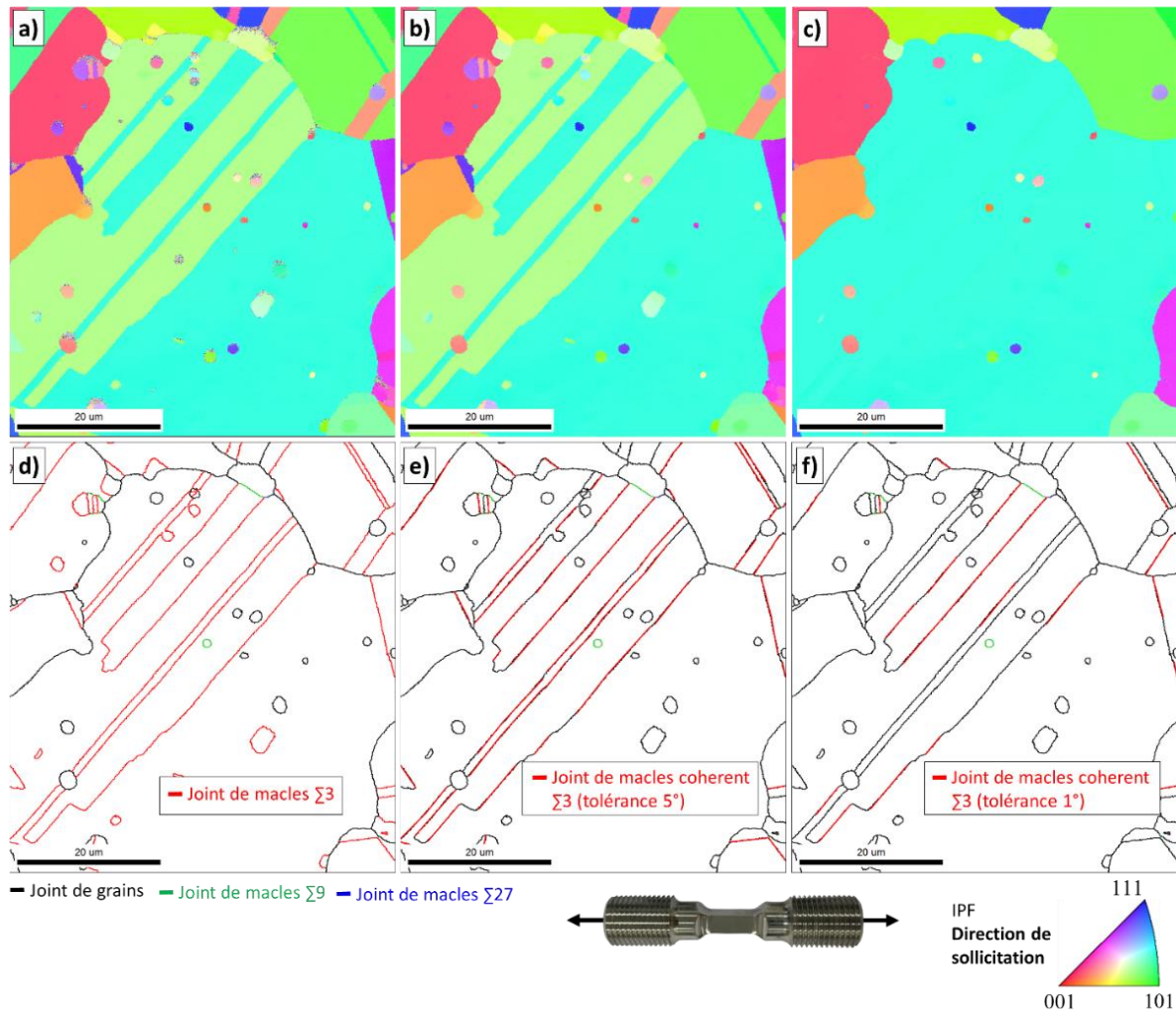
Les pixels mal indexés sont pour la plupart dus aux légers reliefs induits par le polissage électrolytique aux abords des précipités  $\gamma'_i$  (Figure 70.a).

Une fois nettoyée, la cartographie est exploitée :

- Le critère de désorientation pour définir un grain est de  $2^\circ$ .
- Les données EBSD peuvent également être utilisées pour caractériser les joints de macles  $\Sigma 3$ . Un joint de macles  $\Sigma 3$  est identifié avec un critère de désorientation de  $60^\circ \pm 2^\circ$  entre 2 grains. Un joint de macle est considéré comme cohérent s'il est parallèle à un plan octaédrique  $\{111\}$ . Pour ce dernier critère, une tolérance comprise entre  $1^\circ$  et  $5^\circ$  a été appliquée en fonction de l'utilisation. Cette donnée, notamment utilisée dans les chapitres 5 et 6 de ce manuscrit, sera appelée le **degré de cohérence**. Les joints de macles  $\Sigma 9$  et  $\Sigma 27$  ont également été caractérisés, ils sont largement minoritaires dans les microstructures étudiées. La Figure 70.d.e.f donne un exemple de caractérisation de ces interfaces en utilisant notamment plusieurs tolérances quant à la cohérence du joint de macles.
- Une cartographie EBSD est systématiquement tracée en figure de pôle inverse suivant la direction de sollicitation en considérant toutes les interfaces.

Les grains peuvent être définis en considérant toutes les interfaces. Dans ce cas, dans ce manuscrit, les grains seront appelés **crystallites** car ils contiennent les macles. Il est également possible de définir les grains en excluant les joints de macles  $\Sigma 3$ . On parlera ainsi de **grains reconstruits** sans les joints de macles  $\Sigma 3$  (Figure 70.c). Dans cette étude, **les tailles de grains évoquées concernent les grains reconstruits sans les joints de macles  $\Sigma 3$** . Ce type de longueur caractéristique semble pertinent pour aborder l'amorçage le long des joints de macles, à défaut de disposer de la distribution des longueurs de joints de macles de la microstructure.





**Figure 70 : Illustration des données EBSD pour une cartographie réalisée sur une face plane d'une éprouvette à section carrée : a) brute d'acquisition, b) après nettoyage, c) grains reconstruits sans les joints de macles  $\Sigma 3$ . Nature des interfaces avec en rouge : d) tous les joints de macles  $\Sigma 3$  et e) f) les joints de macles cohérents  $\Sigma 3$  avec des tolérances de  $5^\circ$  et respectivement  $1^\circ$  par rapport à la trace du plan octaédrique en surface.**

Pour les sites d'amorçage, les grandeurs suivantes sont extraites des données EBSD :

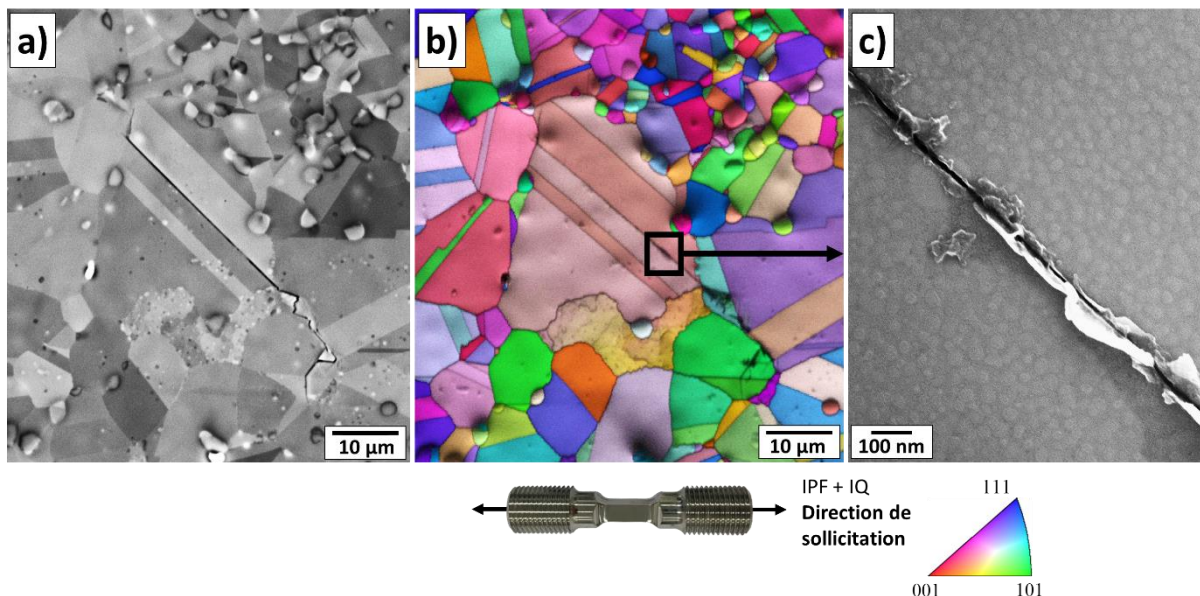
- Le diamètre équivalent des cristallites ou des grains reconstruits sans les joints de macles  $\Sigma 3$  est relevé. Il s'agit du diamètre du disque d'aire équivalente à celle de la cristallite ou du grain.
- Les angles d'Euler des cristallites sont extraits afin d'être exploités avec des scripts python (calcul du facteur de Schmid, du module d'Young local et des orientations des systèmes de glissement actifs par rapport à la surface libre et à la direction de chargement).
- La cohérence des joints de macles  $\Sigma 3$  est évaluée comme expliqué précédemment (tolérance angulaire par rapport à la concordance entre la trace du joint de macles en surface et la trace du plan octaédrique  $\{111\}$ ).

Des analyses sur 2 sites d'amorçage reconstruits en 3D au FIB-EBSD, sélectionnés dans la population de fissures, sont également évoquées dans ce manuscrit. La méthode d'acquisition associée est présentée dans l'Annexe 1.

### III. 2. Méthodologie de détection et d'analyse des sites d'amorçage de fissures

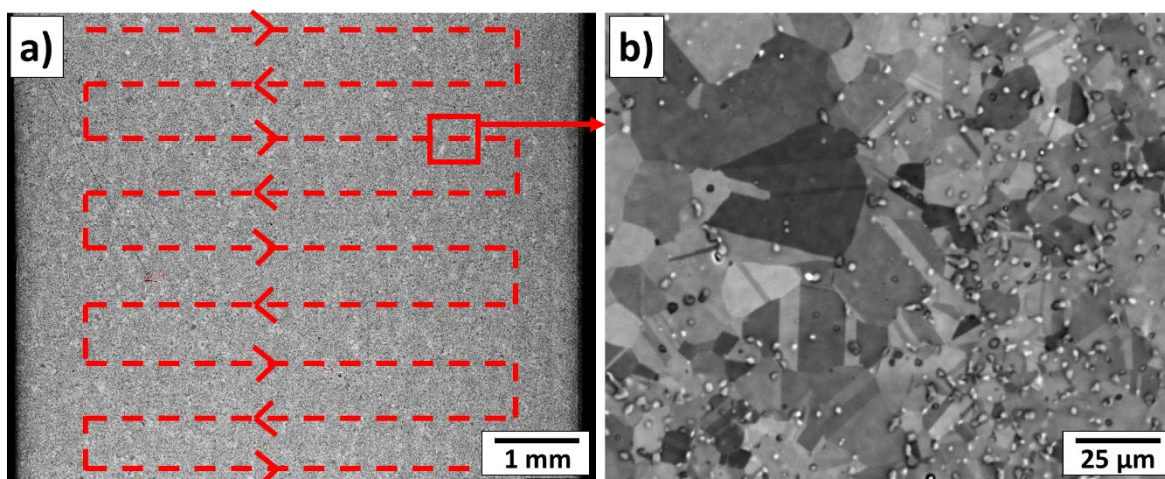
L'objectif est de constituer des populations statistiques de fissures à caractériser au MEB, par EBSD et à forts grossissements au MEB-FEG (Figure 71). Pour cela, le protocole de repérage et de caractérisation des sites d'amorçage de fissures est le suivant :

- Cartographies MEB quasi complète d'une ou deux faces des éprouvettes à section carrée à chaque interruption des essais de fatigue (Figure 72).
- Repérage visuel des fissures sur les cartographies MEB (Figure 73).
- Caractérisation MEB, EBSD et MEB-FEG des sites d'amorçage repérés (Figure 71).



**Figure 71 : Caractérisations réalisées pour les fissures repérées. a) MEB conventionnel. b) EBSD. c) MEB-FEG.**

L'étape cruciale de cette procédure consiste à cartographier au MEB de très larges surfaces pour détecter l'intégralité des sites d'amorçage dans la mesure du possible. L'aire de la surface ainsi balayée pour une cartographie représente environ 1 million de cristallites (environ 5 mm x 9 mm) pour la microstructure principale de l'étude. **Les cartographies sont exploitées en excluant les zones proches des arrêtes.** La largeur de champs MEB élémentaire (largeur d'une Image) est de 277 µm. Le MEB est utilisé en mode BSE avec de forts contrastes et un temps de balayage d'environ 1 min 30s. Il faut donc environ 17h pour réaliser une cartographie sur toute une face d'éprouvette. **La résolution de ces cartographies est suffisamment riche pour réaliser un grossissement numérique ultérieur sur écran et permettre la recherche de fissures de quelques microns comme illustré Figure 73 (voir aussi Figure 72).**

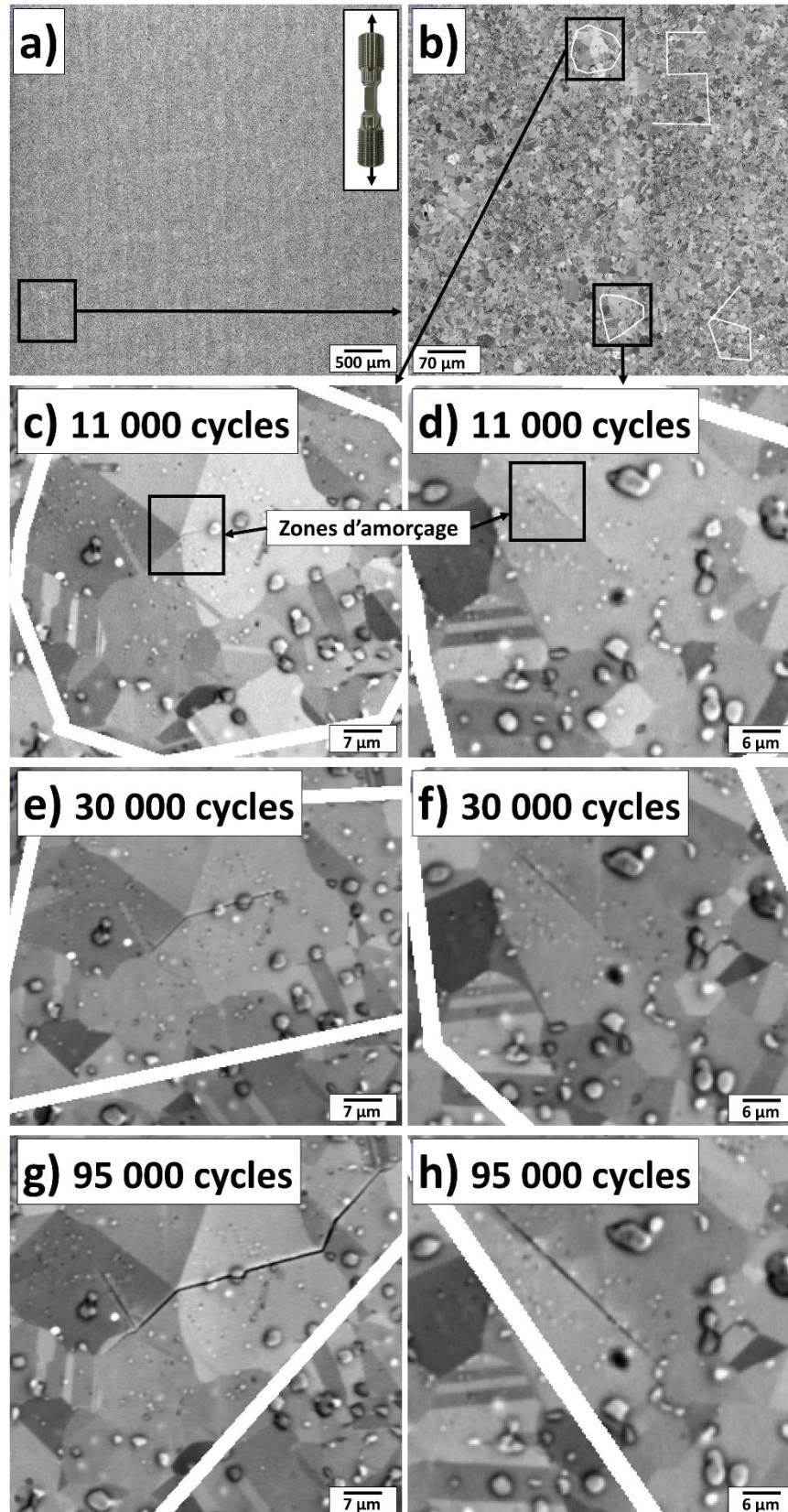


*Figure 72 : Méthode de repérage visuel des fissures sur les cartographies MEB. a) Observation de toute la surface de la cartographie excepté les zones proche des arrêtes. b) Zoom utilisé pour parcourir ultérieurement la surface de la cartographie.*

Une telle cartographie MEB est réalisée après chaque interruption d'essai. Ainsi, si une fissure n'est détectée qu'à l'interruption  $n+1$ , il est possible de vérifier si elle était déjà visible à l'interruption  $n$  et, le cas échéant, **identifier la zone de son apparition**. La Figure 73 illustre cette démarche pour deux fissures observées à 3 interruptions différentes. **Le fait de réaliser de nombreuses interruptions a permis de visualiser plusieurs fois les cartographies à différents instants de la durée de vie en fatigue et ainsi repérer presque toutes les fissures présentes sur une face dans le cas des faibles densités de fissures**. Pour les conditions à fortes densités de fissures, des zones plus petites ont été visualisées. Cette procédure a permis de caractériser **353 fissures** sur l'ensemble de l'étude.

Il est également important de noter que les forts contrastes cristallographiques des cartographies peuvent empêcher le repérage de certaines bandes de glissement ou fissures, notamment dans le cas où elles apparaissent dans ou à l'interface des grains les plus sombres tels que visibles sur la Figure 72.b.

En plus des sites d'amorçage, ces cartographies permettent d'observer les microstructures de l'étude sur de grandes surfaces et ainsi avoir conscience de la variabilité de taille, de morphologie des grains et de la présence de quelques grains non recristallisés.



**Figure 73 :** Exemple de fissures repérées sur une cartographie MEB lors d'un essai interrompu pour une éprouvette à section carrée ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$ ). a) Morceau de la cartographie à 11 000 cycles. b) Zoom sur une zone avec 2 fissures repérées à 11 000 cycles. c) d) 11 000 cycles. e) f) 30 000 cycles. g) h) 95 000 cycles.

## IV. Microstructures et propriétés en traction

Les microstructures de grains, de précipitation et les propriétés en traction à température ambiante sont présentées dans cette partie.

### IV. 1. Microstructures

#### IV. 1. 1. Structures de grains

La taille de grains a été caractérisée avec des mesures EBSD réalisées sur les faces électropolies des éprouvettes à section carrée.

#### Microstructure bimodale de référence :

La microstructure bimodale de référence est présentée sur la Figure 74 avec les distributions de taille de grains et les valeurs moyennes associées sur la Figure 75 et la Figure 76. La taille de grains moyenne est de 16  $\mu\text{m}$ . La microstructure est composée d'une matrice de grains fins (9  $\mu\text{m}$  en moyenne) avec des bandes et des clusters de plus gros grains (20  $\mu\text{m}$  en moyenne). Quelques très gros grains de presque 100  $\mu\text{m}$  (Figure 74.a et Figure 75) ont été caractérisés. La densité de joints de macles  $\Sigma 3$  en longueur de joints est de 38 %. La densité de joints de macles cohérents  $\Sigma 3$  est de 23 % (Figure 74.b.c et Figure 75).

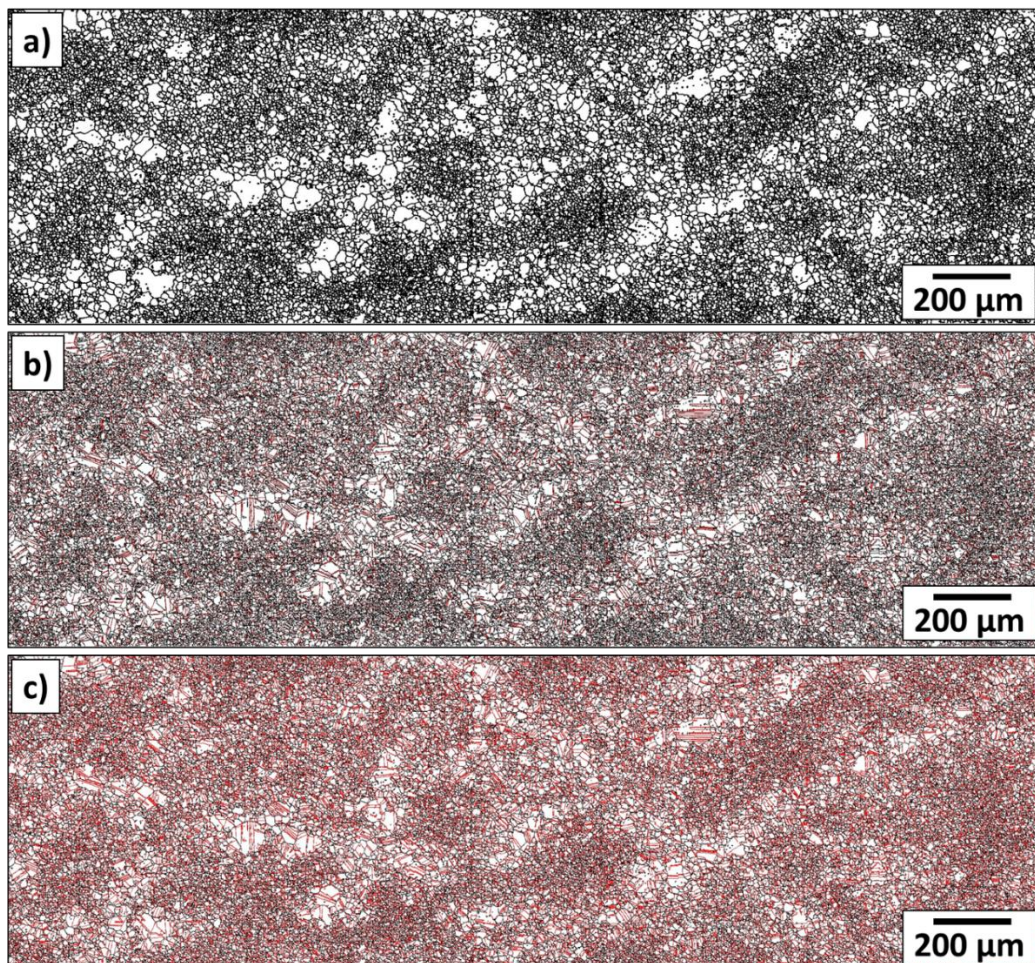
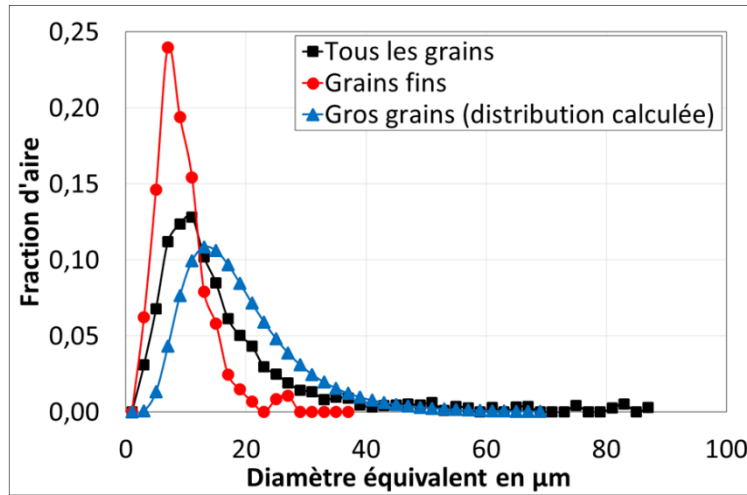


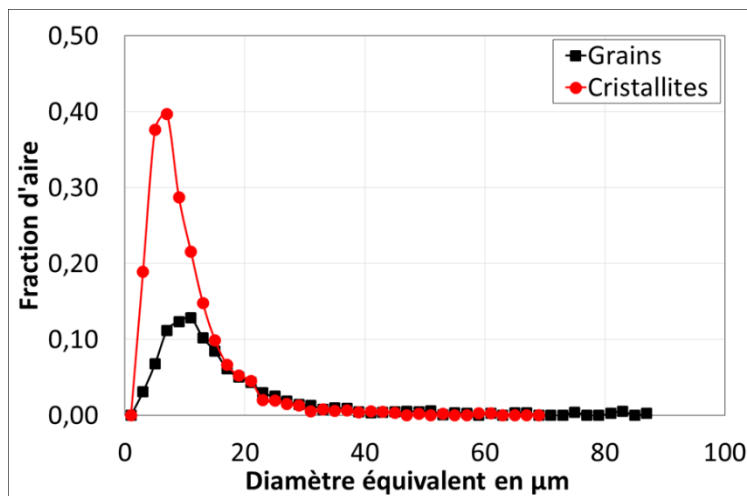
Figure 74 : Images obtenues à partir d'une cartographie EBSD de la microstructure bimodale. Les interfaces noires sont des joints de grains et les interfaces rouges des joints de macles  $\Sigma 3$  cohérents ou non. a) Grains reconstruits sans joints de macles  $\Sigma 3$ . b) Cristallites en considérant uniquement les joints de macles cohérents  $\Sigma 3$  (tolérance 5°). c) Cristallites en considèrent tous les joints de macles  $\Sigma 3$ .



Diamètre moyen	Diamètre moyen grains fins	Diamètre moyen gros grains	Diamètre maximal	Fraction de jdm $\Sigma 3$	Fraction de jdm cohérents $\Sigma 3$
16 $\mu\text{m}$	9 $\mu\text{m}$	20 $\mu\text{m}$	87 $\mu\text{m}$	38 %	23 %

Figure 75 : Histogrammes et statistique de la taille des grains reconstruits sans les joints de macles  $\Sigma 3$  pour la microstructure bimodale. Les populations de petits et de gros grains ont été déconvoluées.

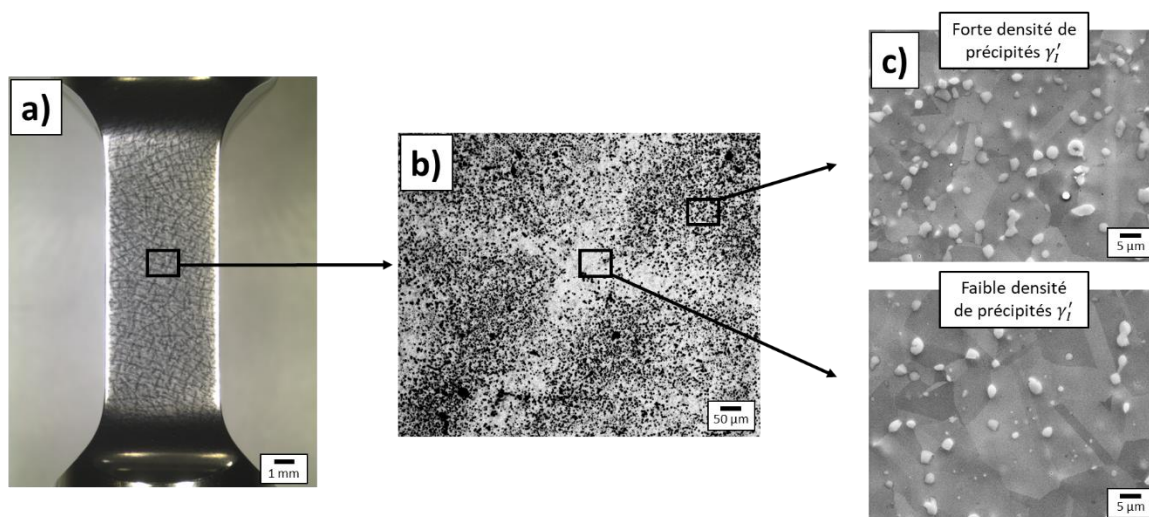
Sans surprise, la taille des cristallites est inférieure à la taille des grains reconstruits sans les joints de macles  $\Sigma 3$  (Figure 76).



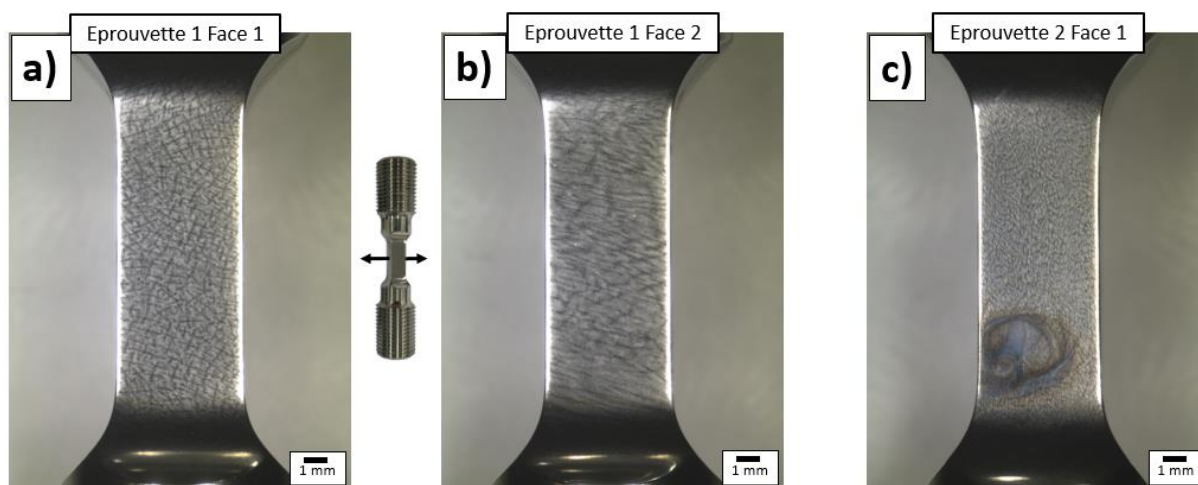
	Diamètre moyen	Diamètre maximal
Grains	16 $\mu\text{m}$	87 $\mu\text{m}$
Cristallites	9 $\mu\text{m}$	61 $\mu\text{m}$

Figure 76 : Histogramme de la taille des cristallites et de la taille des grains reconstruits sans les joints de macles  $\Sigma 3$  pour la microstructure bimodale. Comparaison des moyennes et de la taille de grains maximale.

La structure bimodale est visible à l'œil nu sur les faces électropolies des éprouvettes à section carrée (Figure 77.a). Les zones de gros grains ont une densité de précipités  $\gamma'_1$  bien plus faible que les zones à grains fins (Figure 77.b.c). L'observation à l'œil des faces montre des structures dendritiques (Figure 77.a et Figure 78) qui correspondent aux traces d'anciennes hétérogénéités chimiques partiellement homogénéisées au cours de l'histoire thermomécanique de la pièce. Cet état particulier s'explique par le fait que les disques n'ont pas subi les traitements thermomécaniques industriels complets. En effet, ils avaient uniquement vocation à étudier la faisabilité du traitement DMHT. Ainsi, d'après Aubert & Duval qui a fourni la matière de l'étude, un auto-échauffement s'est probablement produit dans les anciennes dendrites lors d'une étape de conversion alors que l'homogénéité chimique n'était pas encore complètement atteinte. La forme et la taille des « dendrites » ou bandes de gros grains n'est pas identique d'une éprouvette à l'autre (Figure 78.a.c) ou sur 2 faces opposées d'une même éprouvette (Figure 78.a.b). Des cartographies EBSD présentées dans l'Annexe 2 mettent cependant en évidence que la taille de grains est comparable entre les éprouvettes, malgré les variations de la morphologie et la densité des zones de gros grains. Ces variabilités viennent probablement des zones de prélèvement ou des plans de coupes des faces par rapport au disque (informations non conservées lors des usinages).



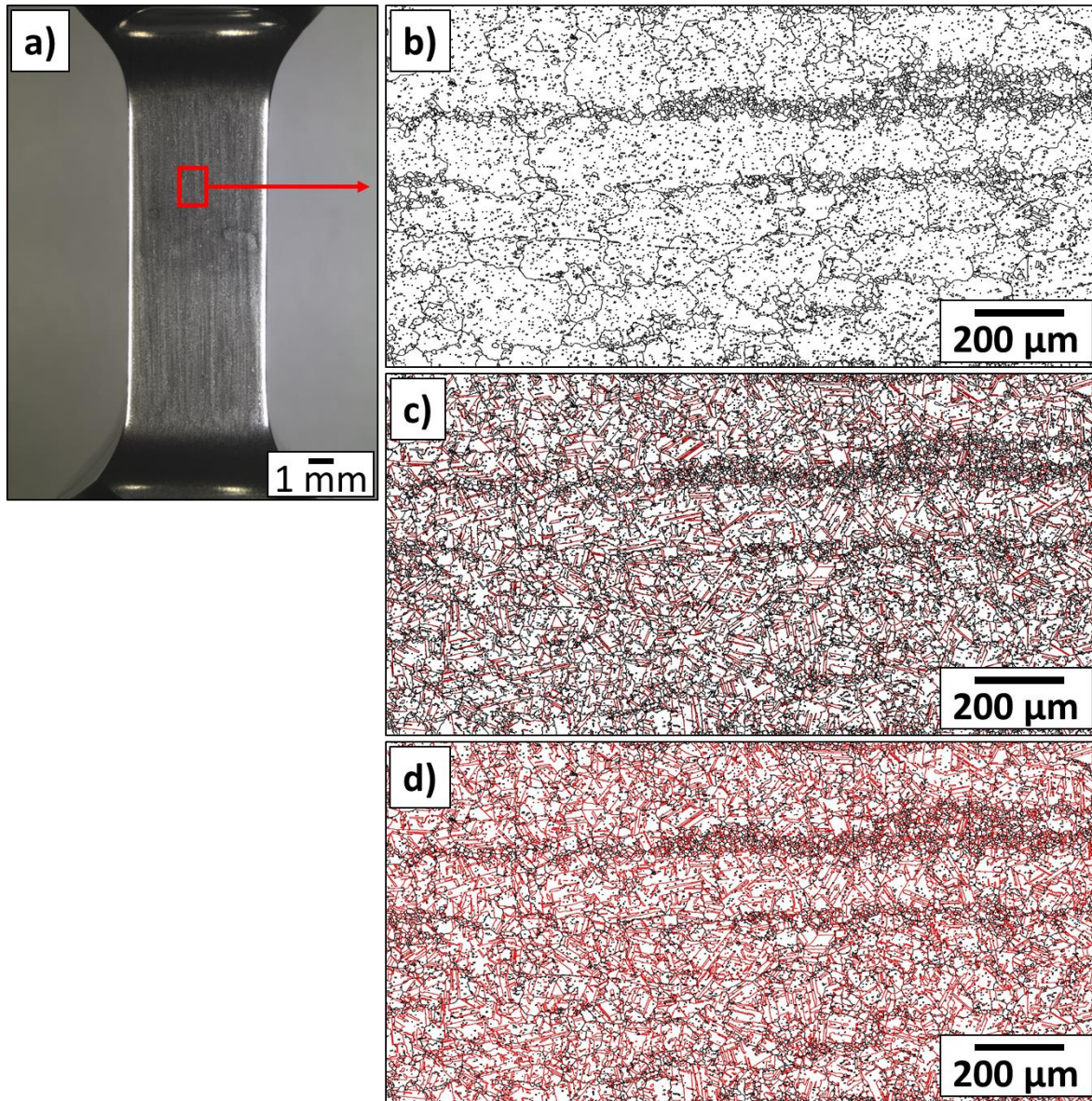
**Figure 77 : Structure de grain bimodal révélée par polissage électrolytique. a) Image à la loupe binoculaire. b) Image au microscope optique. c) Image au MEB FEG dans les zones à fortes et faibles densités de précipités  $\gamma'_1$ .**



**Figure 78 : Différentes morphologies et densités de dendrites en fonction des faces des éprouvettes. a) b) 2 faces d'une même éprouvette. c) Face d'une autre éprouvette.**

**Microstructure grossière :**

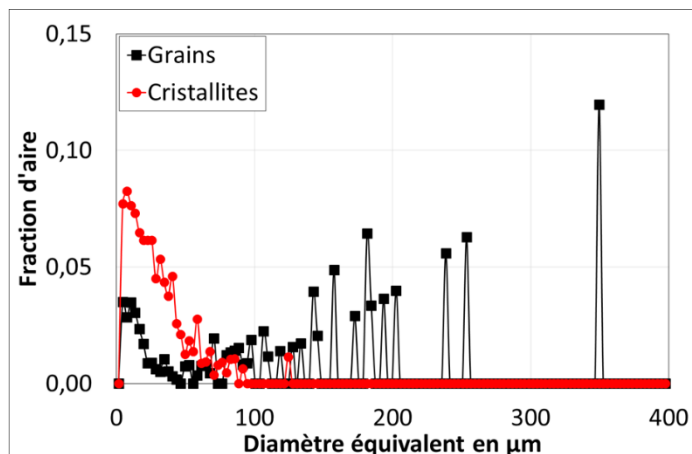
La microstructure de la barre brute de conversion est présentée sur la Figure 79 avec la distribution de taille de grains / de cristallites et les moyennes associées sur la Figure 80. Cette microstructure est plus densément maclée (49 % de joints de macles  $\Sigma 3$  en fraction de longueur de joint) que la microstructure bimodale. Elle présente des alignements de petits grains visibles à l'œil nu et alignés dans l'axe de la barre.



**Figure 79 :** a) Image à la loupe binoculaire de la face électropolie. b) c) d) Images obtenues à partir d'une cartographie EBSD de la microstructure de la barre, les interfaces noires sont des joints de grains et les interfaces rouges des joints de macles  $\Sigma 3$  cohérents ou non. b) Grains reconstruits sans joints de macles  $\Sigma 3$ . c) Cristallites en considérant uniquement les joints de macles cohérents  $\Sigma 3$  (tolérance  $5^\circ$ ). d) Cristallites en considérant tous les joints de macles  $\Sigma 3$ .

La taille de grains reconstruits sans les joints de macles  $\Sigma 3$  est importante par rapport à la microstructure bimodale (150  $\mu\text{m}$  contre 16  $\mu\text{m}$ ). La taille des cristallites est cependant plus modérée avec une moyenne de 30  $\mu\text{m}$ . Pour la suite de l'étude, cette microstructure est qualifiée de « grossière ». Elle présente les caractéristiques d'une microstructure non complètement recristallisée en cours de conversion.





	Diamètre moyen	Diamètre maximal	Fraction de jdm $\Sigma 3$	Fraction de jdm cohérents $\Sigma 3$
Sans les jdm $\Sigma 3$	150 $\mu\text{m}$	349 $\mu\text{m}$		
Avec les jdm $\Sigma 3$	30 $\mu\text{m}$	123 $\mu\text{m}$	49 %	28 %

Figure 80 : Histogramme de la taille des cristallites et de la taille des grains reconstruits sans les joints de macles  $\Sigma 3$  pour la microstructure de la barre. Moyenne, taille de grains maximale et fraction de joints de macles  $\Sigma 3$  et de joints de macles cohérents (tolérance  $5^\circ$ )  $\Sigma 3$  en longueur de joint.

#### IV. 1. 2. Structure de précipitation

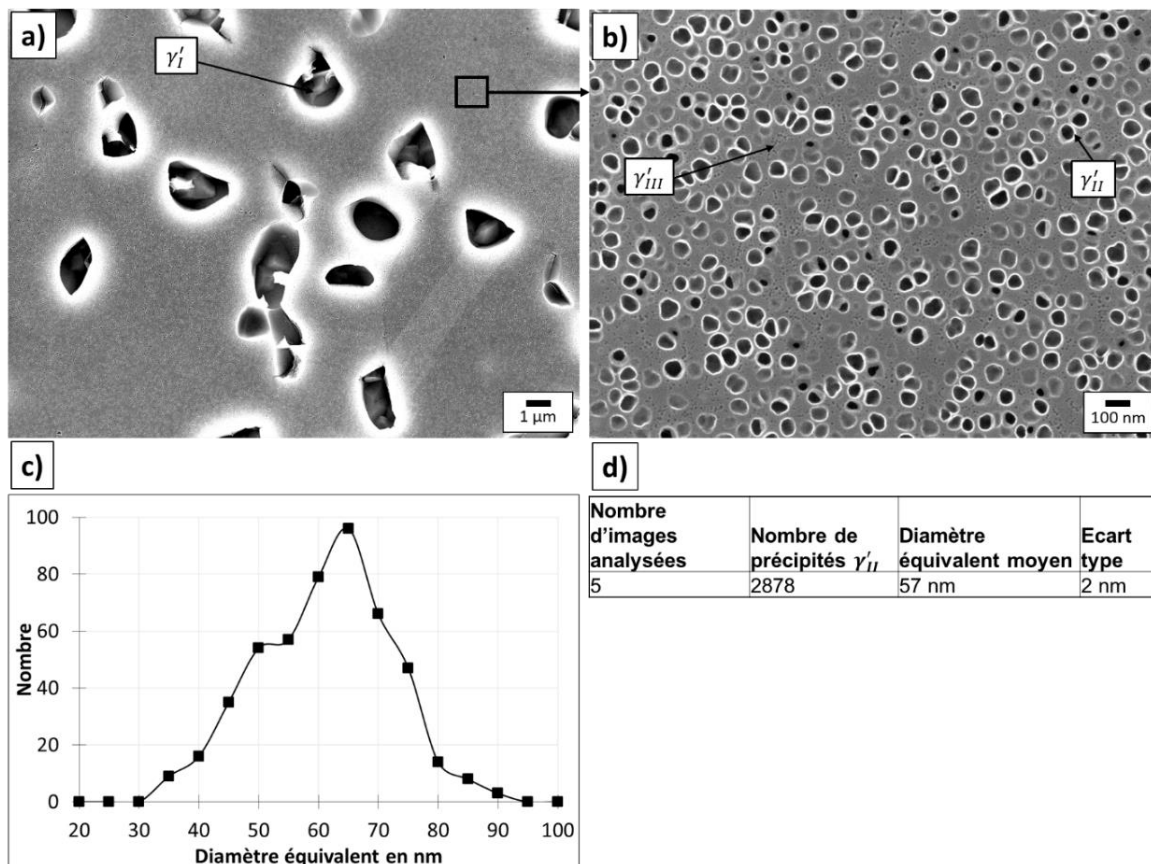
La structure de précipitation a été caractérisée dans les têtes des éprouvettes testées (Figure 81). La surface des échantillons a été polie, électropolie puis a subi une attaque négative (dissolution de la phase  $\gamma'$ ) à l'eau régale pure (33 %  $\text{HNO}_3$  and 66 %  $\text{HCl}$  en fraction volumique). La taille des précipités  $\gamma'_{II}$  a été mesurée par analyse d'images avec le logiciel Fiji avec la procédure décrite dans [142]. La fraction surfacique n'a pas été mesurée car elle est très sensible à ce type de préparation des échantillons et donc difficilement exploitable. La population de précipités est cependant celle attendue pour le type de traitement thermique standard appliqué. L'objet de ce travail n'est pas centré sur les variations que l'on pourrait avoir des propriétés mécaniques en fonction de l'état de précipitation. Cependant l'état de précipitation dans les zones d'intérêt, notamment autour des microfissures, pourrait être pris en compte avec les images réalisées au MEB-FEG dans chacune d'entre elles.



Figure 81 : Pastille découpée dans la tête d'une éprouvette pour caractériser la précipitation  $\gamma'$ .

Le même traitement thermique subsolvus a été réalisé sur tous les échantillons pour les 2 microstructures. Les microstructures observées contiennent systématiquement des précipités primaires  $\gamma'_I$ , secondaires  $\gamma'_{II}$  et tertiaires  $\gamma'_{III}$  comme illustré sur la Figure 82. L'analyse d'un échantillon a été réalisé à partir de 5 Images au MEB-FEG avec une largeur de

champs élémentaire (largeur d'une image) de 236  $\mu\text{m}$ . Ainsi, pour un échantillon, un histogramme de taille des précipités  $\gamma'_{II}$  et une moyenne sont obtenus. Les résultats de la cotation relative à un échantillon sont présentés sur la Figure 82.c.d.



**Figure 82 : Structure de précipitation obtenue sur une éprouvette à section carrée avec la microstructure de grains bimodale. a) Précipités  $\gamma'_I$ . b) Précipités  $\gamma'_{II}$  et  $\gamma'_{III}$ . c) Exemple d'historgramme de tailles des précipités  $\gamma'_{II}$ . d) Résultat de la cotation pour cet échantillon.**

Comme attendu, la taille des précipités  $\gamma'_{II}$  est similaire entre la microstructure bimodale et la microstructure grossière. Aucune variation des précipités  $\gamma'_{II}$  n'a été identifiée entre les zones à petits grains et à gros grains, malgré des écarts évidents de fraction surfacique de précipités  $\gamma'_I$ . Cette analyse est présentée en Annexe 3. De légères différences ont par contre été caractérisées entre les éprouvettes à section carrée et les éprouvettes cylindriques. Cet écart est probablement induit par la massivité des deux types de barreaux qui induit des vitesses de refroidissement post-mise en solution différentes. La variation de la moyenne de la taille des précipités  $\gamma'_{II}$  du centre de l'échantillon vers le bord est présenté sur la Figure 83 pour une éprouvette cylindrique et à section carrée. Les résultats de la Figure 83.b mettent en évidence environ 8 nm d'écart entre le diamètre équivalent moyen des précipités  $\gamma'_{II}$  des éprouvettes cylindriques et ceux des éprouvettes à section carrée. Les propriétés en traction présentées par la suite sont tout à fait cohérentes avec ces écarts.

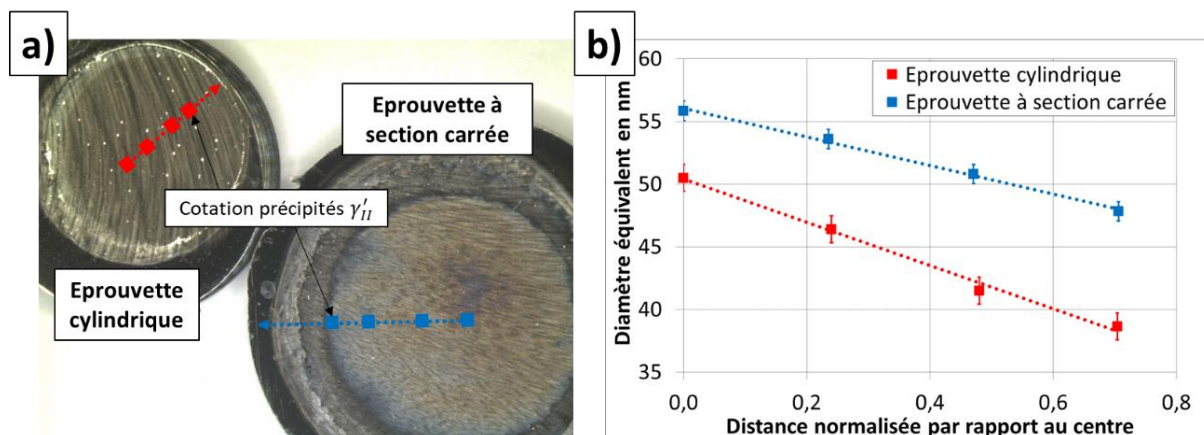


Figure 83 : Cotation de l'évolution de la taille des précipités  $\gamma'_{II}$  du centre au bord des échantillons pour une éprouvette cylindrique (tête  $\varnothing 12$  mm) et une éprouvette à section carrée (tête  $\varnothing 16$  mm). a) Illustration des zones caractérisées sur les 2 pastilles. b) Evolution des diamètres équivalents moyens (avec les écarts types en barre d'erreur) des  $\gamma'_{II}$  en fonction de la distance par rapport au centre des échantillons.

Les précipités  $\gamma'_{III}$  n'ont pas été caractérisés bien que l'on connaisse leur rôle clé sur les propriétés mécaniques [81]. Ce choix a été fait car l'obtention de données quantitativement fiables est possible mais difficile, et également fortement dépendante de la préparation des échantillons. En effet, la Figure 84.b montre avec une attaque positive (érosion de la matrice  $\gamma$ ) que des précipités  $\gamma'_{III}$  sont présents dans la microstructure alors qu'ils ne sont pas observés avec l'attaque négative à l'eau régale de la Figure 84.a.

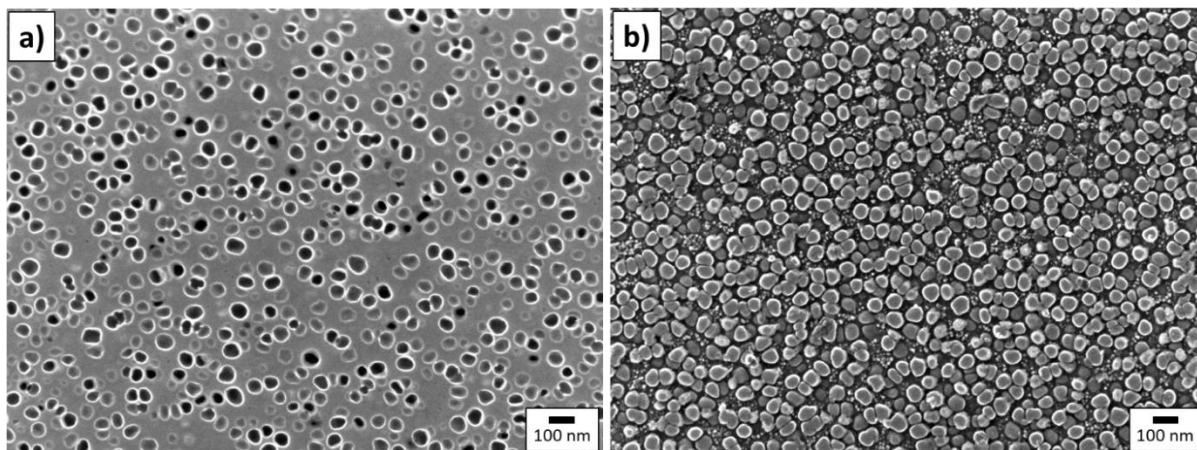
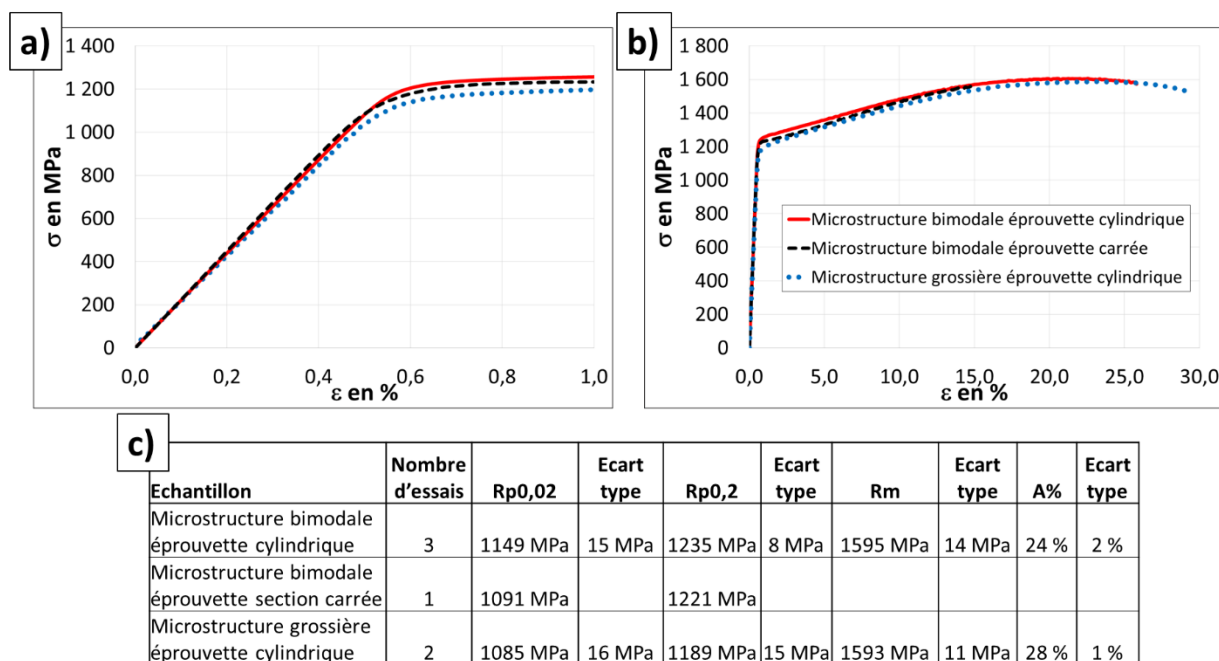


Figure 84 : Impact du type d'attaque réalisée sur la caractérisation des plus petits précipités ( $\gamma'_{III}$ ). Pour un même échantillon : a) Attaque négative à l'eau régale. b) Attaque positive en bord de zone électroplée.

## IV. 2. Propriétés en traction

Des éprouvettes cylindriques de microstructure bimodale et grossière ainsi qu'une éprouvette à section carrée ont été testées en traction à température ambiante à une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Les propriétés en traction des 3 configurations sont proches (Figure 85). Cependant quelques écarts supérieurs à la précision de la mesure des diamètres (environ 10MPa) ont été constatés notamment au début de la plasticité concernant les valeurs de limite d'élasticité ( $R_{p0,02}$  et le  $R_{p0,2}$ ). Les éprouvettes cylindriques avec la microstructure bimodale présentent les caractéristiques les plus élevées, devant l'éprouvette à section carrée avec la microstructure bimodale et devant les éprouvettes cylindriques avec la microstructure grossière. La résistance à la traction ( $R_m$ ) associée à la microstructure bimodale et à la microstructure grossière est identique (la valeur de  $R_m$  de l'éprouvette à section carrée n'a pas été mesurée car l'essai a été interrompu trop tôt).



**Figure 85 : Propriétés en traction à 20 °C à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  de la microstructure bimodale et de la microstructure grossière pour les éprouvettes cylindriques et les éprouvettes à section carrée. a) b) Courbes de traction pour chaque configuration. L'essai de traction de l'éprouvette à section carrée a été arrêté avant la rupture. c) Tableau récapitulatif des propriétés mécaniques.**

Les résultats en traction sont cohérents avec la caractérisation des microstructures. En effet, les faibles abattements des propriétés des éprouvettes à section carrée sont probablement induits par les précipités  $\gamma''$  un peu plus grossiers et ceux relatifs à la microstructure grossière sont probablement dus aux écarts de taille des grains entre les 2 microstructures.

Les propriétés en traction ont été utilisées pour calibrer les niveaux de chargement appliqués en fatigue, en particulier sur les premiers essais. Elles ont également été utilisées pour comparer les conditions de chargement en se rapportant à une fraction de limite d'élasticité plutôt qu'à une amplitude de déformation ou de contrainte donnée.

## V. Matrices d'essais de fatigue

Le Tableau 3, le Tableau 4 et le Tableau 5 présentent la matrice des essais de fatigue. La grande majorité des essais ont été conduits pour la microstructure bimodale, quelques essais concernent cependant la microstructure grossière pour comparaison.

Les essais de fatigue sur éprouvettes cylindriques jusqu'à la rupture ont été réalisés sur de larges plages d'amplitude de déformation à  $R = -1$  et  $R = 0$  pour la microstructure bimodale. Les résultats de ces essais ont permis de sélectionner les conditions de sollicitation à étudier lors des essais interrompus. Ces derniers ont dans un premier temps été réalisés à  $R = -1$  car ce rapport de charge favorise l'amorçage sur grains en surface, notamment le long de joints de macles en HCF [2]. Le rapport de charge  $R = 0$  a ensuite été étudié car il est plus représentatif de certains chargements industriels.

**Tableau 3 : Matrice des essais de fatigue réalisés jusqu'à la rupture sans interruption.**

Nombre d'éprouvettes	Microstructure	Rapport de charge	Demi-amplitude de déformation $\Delta\epsilon/2$
12	Bimodale	$R = -1$	0,70 % ; 0,62 % ; 0,60 % ; 0,54 % ; 0,47 % ; 0,44 % ; 0,42 % ; 0,37 % ; 0,36 % ; 0,30 % ; 0,27 % ; 0,27 %
14	Bimodale	$R = 0$	0,66 % ; 0,50 % ; 0,42 % ; 0,37 % ; 0,32 % ; 0,30 % ; 0,27 % ; 0,25 % ; 0,23 % ; 0,23 % ; 0,22 % ; 0,21 % ; 0,20 % ; 0,17 %
7	Grossière	$R = -1$	0,65 % ; 0,60 % ; 0,49 % ; 0,47 % ; 0,42 % ; 0,37 % ; 0,28 %

Les essais interrompus ont d'abord été réalisés sur éprouvettes cylindriques, étape par étape jusqu'à la rupture afin d'évaluer semi-quantitativement les cinétiques d'amorçage et de propagation. Ces essais ont également permis de s'assurer que les durées de vie des essais interrompus sont équivalentes aux essais sans interruption. Les observations de surface au MEB pour la demi-amplitude de déformation  $\Delta\epsilon/2 = 0,30\%$  à  $R = -1$  associée à une durée de vie de type HCF (environ 300 000 cycles) ont montré que l'amorçage a quasi-systématiquement lieu le long des joints de macles. Pour cette condition, la densité de fissures est faible et presque aucune bande de glissement n'est observée. Cette condition de sollicitation a été celle qui a été la plus largement étudiée. Elle a motivé l'utilisation des éprouvettes avec de grandes faces planes afin de pouvoir caractériser une population statistique de fissures malgré la faible densité.

**Tableau 4 : Matrice des essais de fatigue interrompus réalisés sur éprouvettes cylindriques.**

Nombre d'éprouvette	Microstructure	Rapport de charge	Demi-amplitude de déformation $\Delta\epsilon/2$	Interruptions (% de durée de vie)
1	Bimodale	$R = -1$	0,30 %	30 % ; 50 % ; 68 % ; 95 %
1	Bimodale	$R = -1$	0,54 %	15 % ; 50 % ; 80 % ; 95 %

Les essais interrompus sur éprouvettes à section carrée ont permis de caractériser des populations statistiques de fissures, de déterminer la nature des sites d'amorçage et d'étudier leurs configurations cristallographiques locales. Les amplitudes de déformation sur les éprouvettes à section carrée ont été choisies légèrement moins importantes que sur les éprouvettes cylindriques car les limites d'élasticité de celles-ci présentent de légers écarts à cause des différences relatives à la précipitation intragranulaire. La condition de chargement HCF de référence ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = -1$  a été confrontée à une amplitude de déformation

plus haute ( $\Delta\varepsilon/2 = 0,52\%$ ) à  $R = -1$  puis à la même amplitude de déformation ( $\Delta\varepsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = 0$  et à la même durée de vie ( $\Delta\varepsilon/2 = 0,20\%$ ) à  $R = 0$ . Plusieurs éprouvettes à section carrée ont été testées pour la condition de référence HCF à  $R = -1$ . Une première éprouvette a été utilisée pour une caractérisation exhaustive des sites d'amorçage à l'EBSD (interruptions à 15 % et 37 % de la durée de vie). Une deuxième éprouvette a permis d'investiguer la cinétique d'amorçage et de micro-propagation (interruptions à 2 %, 4 %, 6 %, 9 %, 18 % et 30 % de la durée de vie). Pour finir, la troisième et dernière éprouvette (arrêtée à 15 % de la durée de vie) a été utilisée afin de réaliser 2 caractérisations de sites d'amorçage en 3D au FIB-EBSD.

**Tableau 5 : Matrice des essais de fatigue interrompus sur éprouvettes à section carrée.**

Nombre d'éprouvettes	Microstructure	Rapport de charge	Demi-amplitude de déformation $\Delta\varepsilon/2$	Interruptions (% de durée de vie)
1	Bimodale	$R = -1$	0,27 %	2 % ; 4 % ; 6 % ; 9 % ; 18 % ; 30 %
1	Bimodale	$R = -1$	0,27 %	15 % ; 37 %
1	Bimodale	$R = -1$	0,27 %	15 %
1	Bimodale	$R = -1$	0,52 %	5 %, 10 %, 25 %.
1	Bimodale	$R = 0$	0,27 %	3 % ; 6 % ; 13 % ; 25 % ; 52 %
1	Bimodale	$R = 0$	0,20 %	15 % ; 28 % ; 48 %
1	Grossière	$R = -1$	0,25 %	15 %



## Chapitre 4 : Essais de fatigue jusqu'à la rupture et nature des sites d'amorçage

Des essais de fatigue jusqu'à la rupture à température ambiante ont été réalisés sur la microstructure bimodale, dite de référence, pour un rapport de charge de  $R = -1$  et de  $R = 0$ . Les résultats, notamment en termes de durée de vie, ainsi que l'analyse des faciès de rupture, ont permis de sélectionner 4 conditions de chargement à étudier pour la réalisation des essais de fatigue interrompus avec analyses des surfaces libres. Ces derniers ont rendu possible la constitution de populations statistiques de fissures. La nature cristallographique des sites d'amorçage a été identifiée, classifiée et comparée en fonction des conditions de sollicitation. En supplément, ces essais interrompus ont permis d'évaluer la cinétique d'amorçage et de micro-propagation pour 3 conditions de sollicitation HCF. Enfin, les résultats obtenus pour la microstructure grossière ont été comparés à ceux établis pour la microstructure bimodale en termes de durée de vie et de nature des sites d'amorçage.

### I. Essais de fatigue jusqu'à la rupture

#### I. 1. Durée de vie et comportement cyclique

Les courbes de durée de vie sont présentées dans un premier temps directement en fonction de la demi-amplitude de déformation totale  $\Delta\epsilon/2$  imposée au cours de l'essai (Figure 86.a). Dans un second temps c'est la contrainte maximale à mi-durée de vie qui est reportée (Figure 86.b). Sur les courbes de comportement cyclique, elle se stabilise en effet après 10 % de la durée de vie (Figure 89). Pour un rapport de charge donné, la courbe de durée de vie en amplitude de déformation présente une rupture de pente entre les fortes amplitudes en LCF associées à des boucles d'hystérésis ouvertes et les faibles amplitudes en HCF associées à des boucles fermées. Il est fréquent d'observer une telle rupture de pente entre les domaines LCF et HCF pour beaucoup d'alliages métalliques polycristallins [4,25,74,75]. La dispersion des durées de vie semble raisonnable, ce qui est cohérent avec la faible variabilité de la taille de grains entre les éprouvettes (Figure 186 dans l'annexe 3). Comme attendu, à même amplitude de déformation imposée, la durée de vie à  $R = 0$  est plus faible qu'à  $R = -1$  car la contrainte maximale est nettement plus élevée à chaque cycle. A  $R = -1$ , la rupture de pente est associée à une demi-amplitude de déformation imposée de 0,42 %. Cette transition se fait autour d'une valeur de contrainte maximale initiale correspond à environ 80 % de la limite d'élasticité initiale  $R_{p0.02}$ . A  $R = 0$ , cette transition s'opère à environ 110 % de la valeur initiale  $R_{p0.02}$ .



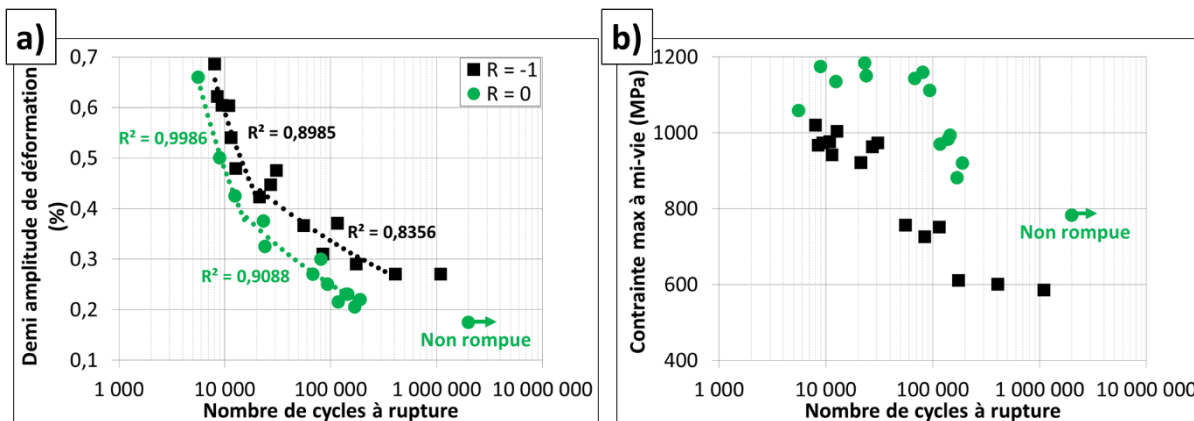


Figure 86 : Durée de vie en fatigue à  $R = -1$  et à  $R = 0$ . a) Demi-amplitude de déformation en fonction du nombre de cycles jusqu’à la rupture. b) Contrainte maximale à 50 % de la durée de vie en fonction du nombre de cycles jusqu’à la rupture.

Des exemples de boucles d’hystérésis sont présentés sur la Figure 87. La variation de l’évolution cyclique de l’ouverture de boucle (déformation plastique) en fonction de la condition de sollicitation est également illustrée sur la Figure 88.

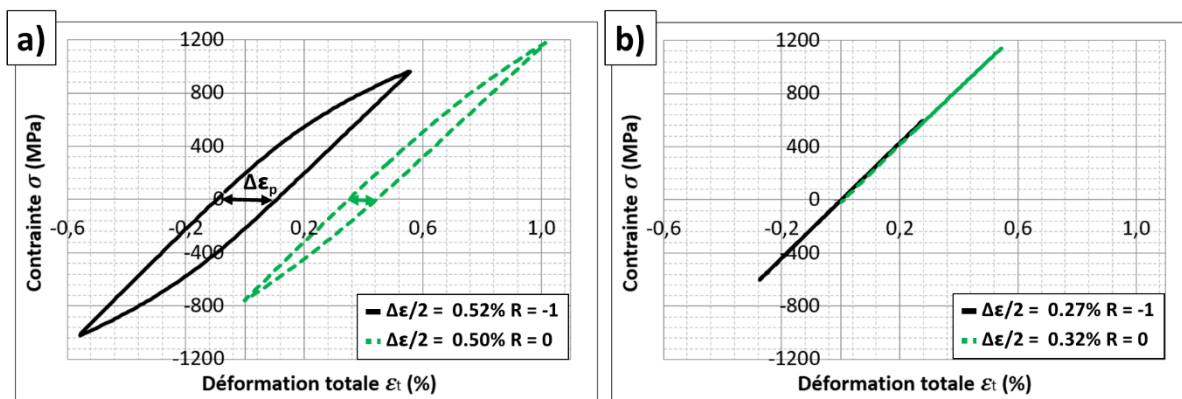


Figure 87 : Exemples de boucles d’hystérésis à 50 % de la durée de vie en fatigue à  $R = -1$  et  $R = 0$ . a) Boucles ouvertes. b) Boucles fermées.

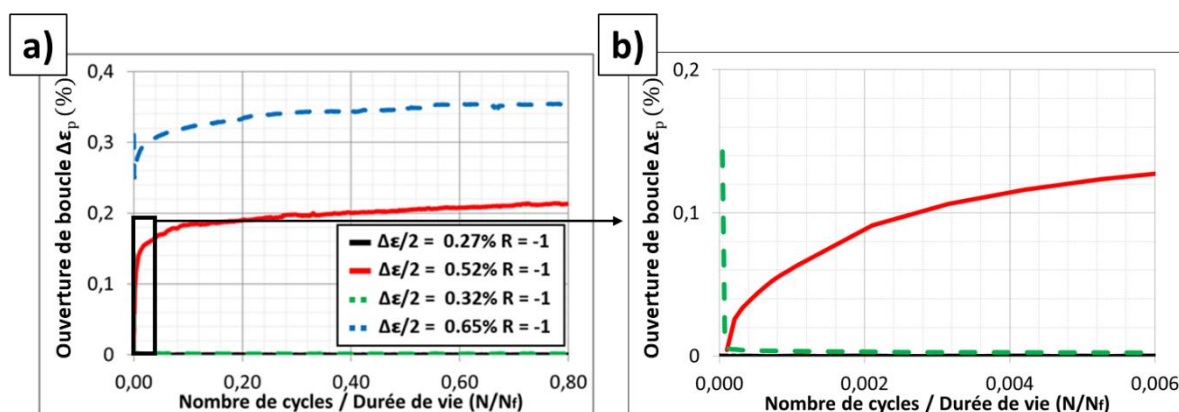


Figure 88 : Exemple d’évolution de la déformation plastique (ouverture de boucles) au cours de l’essai de fatigue pour des conditions de type haut et bas niveaux de chargement. a) Evolution jusqu’à 80 % de la durée de vie. b) Zoom sur les faibles ouvertures de boucles de 0 % à 0,6 % de la durée de vie.

Comme pour l’ouverture de boucle, la contrainte évolue significativement au cours de l’essai dans le cas d’une forte amplitude de déformation (Figure 89), c’est-à-dire pour une durée de vie de type LCF. Un adoucissement cyclique a lieu tout au long de l’essai, il est très prononcé au début, ensuite les contraintes se stabilisent, puis elles chutent classiquement à la fin de l’essai à cause de la propagation macroscopique de la fissure fatale. Dans le cas d’une faible amplitude de déformation, c’est-à-dire pour une durée de vie de type HCF, les contraintes sont stables jusqu’à la chute correspondant à la propagation de la fissure fatale. Les résultats relatifs aux évolutions cycliques de contraintes sont similaires à ceux observés dans [59] sur de l’Udimet 720Li, excepté pour le durcissement cyclique durant les 10 premiers cycles qui n’a pas été observé dans notre étude.

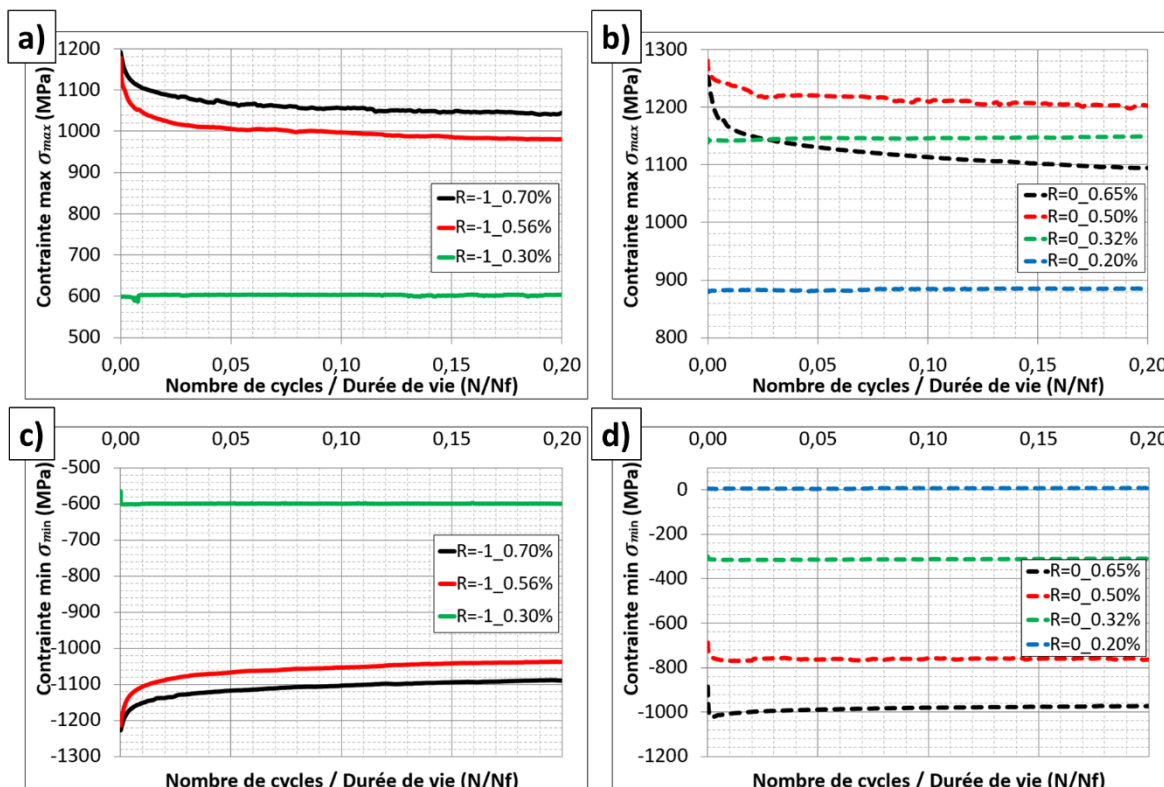


Figure 89 : Comportement cyclique à  $R = -1$  et  $R = 0$ . a) Evolution de la contrainte maximale à  $R = -1$ . b) Evolution de la contrainte maximale à  $R = 0$ . c) Evolution de la contrainte minimale à  $R = -1$ . d) Evolution de la contrainte minimale à  $R = 0$ .

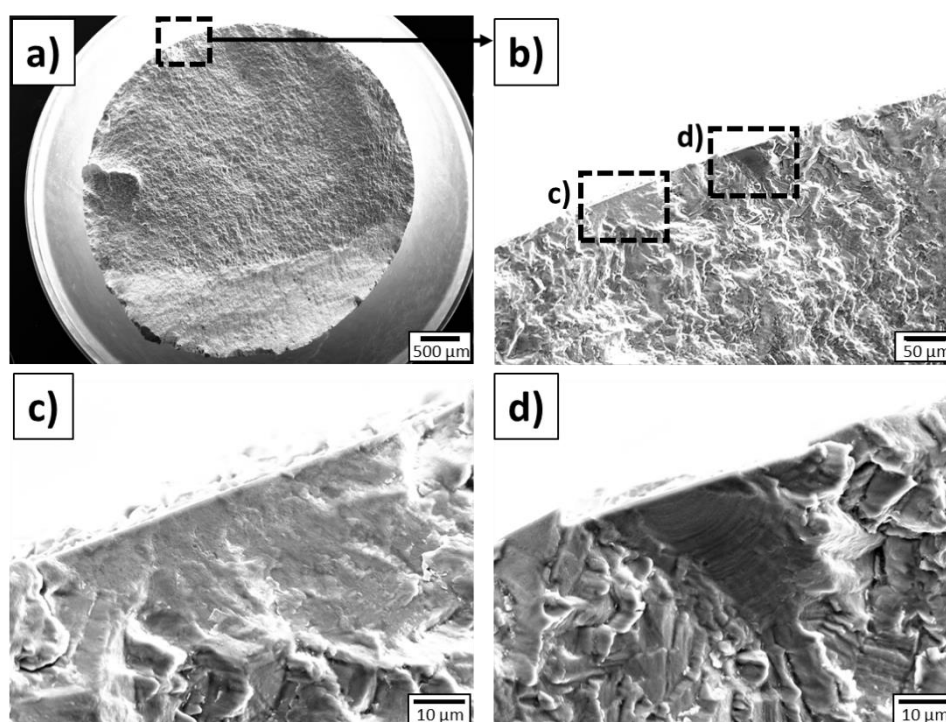
Dans la suite du manuscrit une amplitude de déformation associée à une boucle ouverte, c’est-à-dire avant la rupture de pente sur la courbe de durée de vie (Figure 86), est appelée « une condition de type LCF », « un haut niveau de chargement » ou « une forte amplitude de déformation » comparativement à « une condition de type HCF », « un bas niveau de chargement » ou « une faible amplitude de déformation » associé à une boucle fermée.

## I. 2. Amorçage des fissures fatales

### I. 2. 1. Faciès de rupture

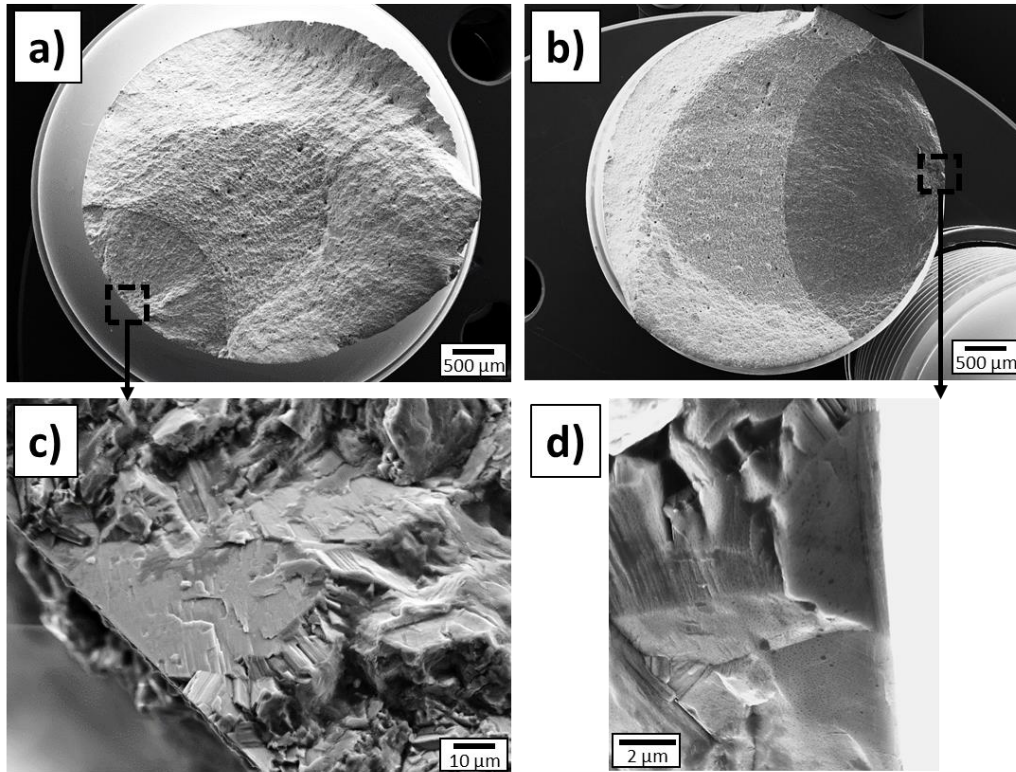
Tous les faciès de rupture ont été observés au MEB afin d'analyser les sites d'amorçage des fissures fatales. Des exemples sont présentés sur la Figure 90, la Figure 91 et la Figure 92. Un faciès de rupture contient une ou plusieurs zones d'amorçage, entourée par une zone de propagation pour finir par une rupture ductile. Comme attendu et reporté dans la littérature [2,67,120,124], tous les sites d'amorçage sont débouchants en surface.

La Figure 90 présente un exemple de faciès de rupture pour une condition de type LCF à  $R = -1$ . Un exemple équivalent à  $R = 0$  est présenté en Annexe 4. De nombreuses facettes cristallographiques débouchantes à la surface libre sont observées. Il n'est pas possible, avec ces observations, de déterminer assurément à partir de quelle facette la fissure fatale s'est amorcée. Des stries de propagation peuvent être observées sur certaines facettes (Figure 90.d).

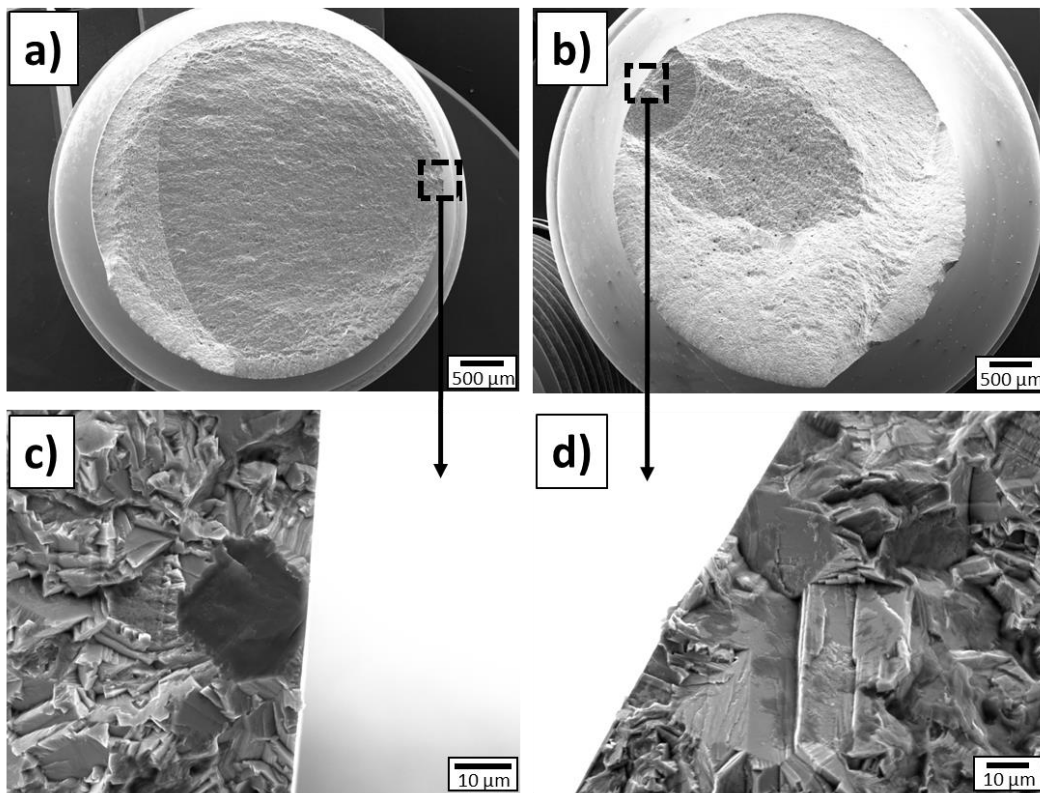


**Figure 90 : Faciès de rupture en LCF ( $\Delta\varepsilon/2 = 0,62\%$ ) à  $R = -1$  : Amorçage de la fissure fatale sur plusieurs facettes cristallographiques débouchante en surface. a) Vue globale. b) Zone avec plusieurs facettes cristallographiques. c) d) Images à fort grossissement de 2 facettes cristallographiques.**

Au contraire, en condition de type HCF (Figure 91 et Figure 92), la fissure fatale s'amorce le plus souvent sur un ou quelques sites d'amorçage facilement distinguables et éloignés les uns des autres. L'amorçage a quasi-systématiquement lieu sur une facette cristallographique. Les facettes présentées sur la Figure 91.c, sur la Figure 91.d et sur la Figure 92.d sont de différentes natures. Les caractéristiques des facettes seront discutées ultérieurement dans ce chapitre. Des amorçages sur de grosses particules ont également été caractérisés pour une condition de type HCF (durée de vie d'environ 200 000 cycles) à  $R = 0$ . En effet, sur 5 essais réalisés à environ  $\Delta\varepsilon/2 = 0,23\%$  avec des durées de vie équivalentes, deux amorçages sur facettes cristallographiques et trois amorçages sur particules ont été relevés. L'analyse de la compétition entre amorçage sur particule et sur facette cristallographique pour cette condition bien spécifique est reportée en Annexe 5.



**Figure 91 : Faciès de rupture en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,30\%$ ) à  $R = -1$  : Amorçage de la fissure fatale sur 2 types de facettes cristallographiques. a) b) Faciès de rupture à faible grandissement. c) d) Facettes cristallographiques à fort grandissement.**



**Figure 92 : Faciès de rupture en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,23\%$ ) à  $R = 0$  : Amorçage de la fissure fatale sur une facette cristallographique ou sur une particule. a) c) Amorçage sur particule. b) d) Amorçage sur facette cristallographique.**

### I. 2. 2. Observations des futs des éprouvettes

En complément, des essais de fatigue interrompus sur des éprouvettes cylindriques avec des observations de surface au MEB ont été réalisés. La Figure 93 montre des fûts d’éprouvettes à 50 % et 95 % de la durée de vie en LCF et en HCF à  $R = -1$ . Les observations de surface montrent que l’amorçage a lieu quasi exclusivement dans les zones de gros grains.

En LCF, la densité de fissures à 50 % de la durée de vie est déjà relativement importante (Figure 93.a). A 95 % de la durée de vie, une partie des fissures amorcées ont coalescées pour former une grande fissure se propageant pour potentiellement induire la rupture finale de l’éprouvette (Figure 93.b). Au contraire, en HCF, une seule fissure s’est amorcée à 50 % de la durée de vie (Figure 93.c). Elle s’est ensuite propagée, sans coalescence avec d’autres fissures, jusqu’à 95 % de la durée de vie (Figure 93.d). En termes d’impact du niveau de chargement sur le nombre de sites d’amorçage observé, ces analyses sont cohérentes avec les observations réalisées sur les faciès de rupture.

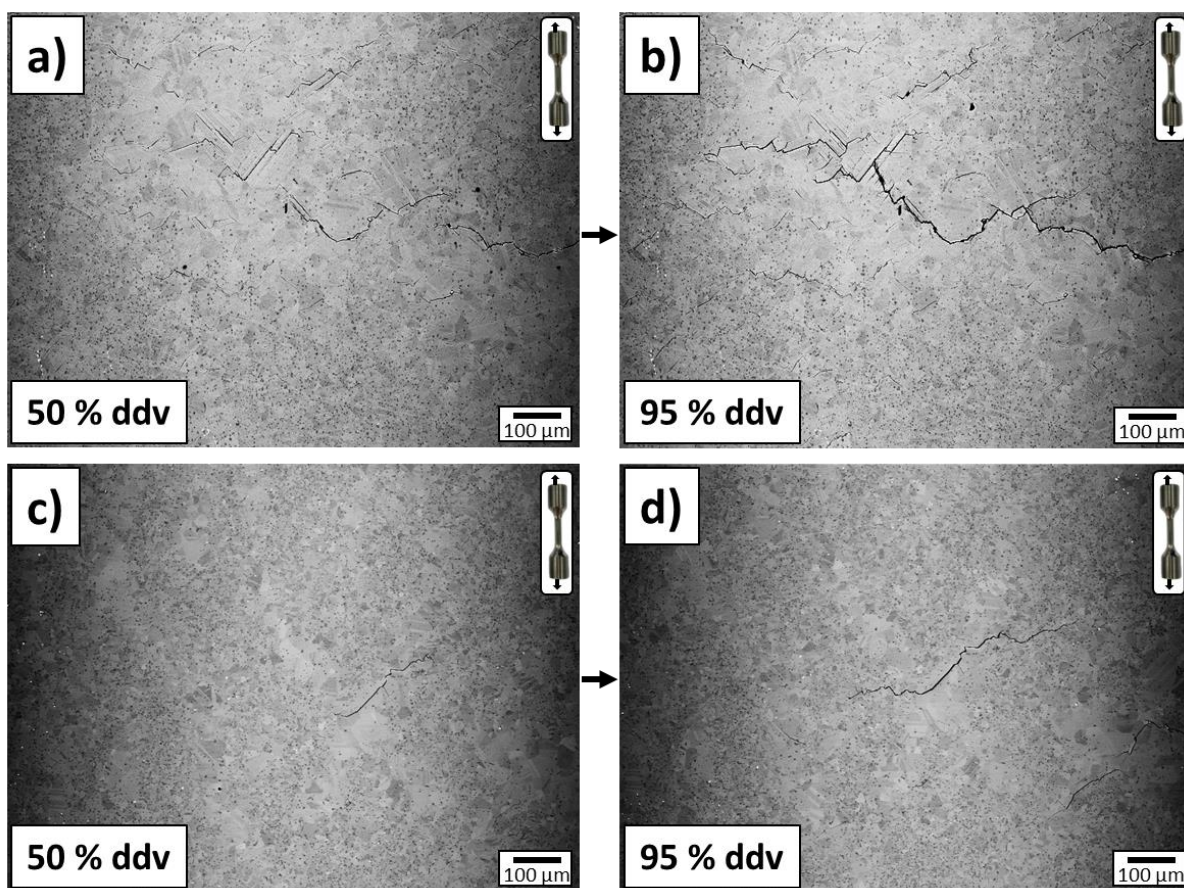
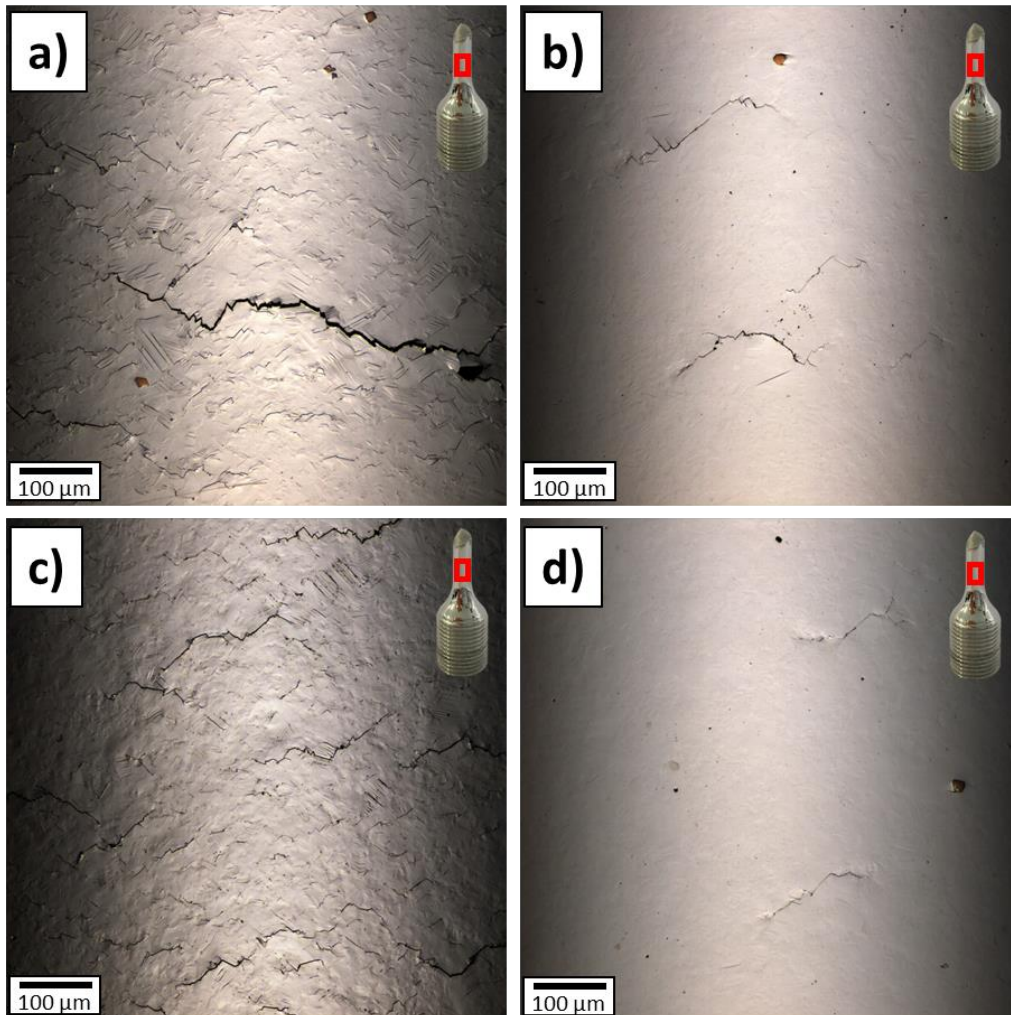


Figure 93 : Essais de fatigue interrompus avec observations des fûts des éprouvettes à  $R = -1$ . a)  $\Delta\epsilon/2 = 0,54\%$  à 50 % de la durée de vie. b)  $\Delta\epsilon/2 = 0,54\%$  à 95 % de la durée de vie. c)  $\Delta\epsilon/2 = 0,30\%$  à 50 % de la durée de vie. d)  $\Delta\epsilon/2 = 0,30\%$  à 95 % de la durée de vie.

L'observation des fûts des éprouvettes après la rupture loin du faciès (Figure 94) va également dans ce sens, avec une densité de bandes de glissement et de fissures très différente en LCF et en HCF.



**Figure 94 : Images au microscope optique des fûts des éprouvettes après rupture pour des conditions LCF et HCF, à  $R = -1$  et à  $R = 0$ . a)  $\Delta\epsilon/2 = 0,54\%$  à  $R = -1$ . b)  $\Delta\epsilon/2 = 0,30\%$  à  $R = -1$ . c)  $\Delta\epsilon/2 = 0,50\%$  à  $R = 0$ . d)  $\Delta\epsilon/2 = 0,25\%$  à  $R = 0$ .**

Ainsi les deux domaines observés sur la courbe de durée de vie (Figure 86.a) peuvent être associés à 2 scénarios classiques menant à la rupture de l'éprouvette (voir par exemple [76–78] en LCF et [2,76,77,79] en HCF) :

- En LCF, lorsque la déformation plastique macroscopique est significative (boucles ouvertes), une densité importante de fissures s'amorce puis certaines fissures coalescent pour former des fissures longues, la plus longue conduisant à la rupture.
- En HCF, la densité de fissures est faible. Ainsi une fissure va s'amorcer, se propager et potentiellement mener à la rupture de l'éprouvette sans que d'autres fissures se forment en nombre dans d'autres zones de la partie utile.

### I. 3. Synthèse et choix des conditions de chargement pour les essais interrompus

Les 26 essais de fatigue menés jusqu'à rupture pour la microstructure bimodale ont permis d'identifier les domaines LCF et HCF sur les courbes de durée de vie à  $R = -1$  et à  $R = 0$ . Les observations des faciès de rupture ont montré que l'amorçage se produit quasi systématiquement sur des facettes cristallographiques débouchantes en surface. Ce dernier point justifie donc la réalisation d'essais de fatigue interrompus avec observation de la surface libre des éprouvettes.

Ces résultats ont permis de sélectionner 4 conditions de sollicitations (Figure 95) à étudier plus précisément sur les éprouvettes à section carrée :

- La condition HCF à  $R = -1$  :**  
 L'amplitude  $\Delta\varepsilon/2 = 0,27\%$  a été choisie comme référence. Ce chargement conduit à des contraintes maximales de l'ordre de 50 % de la limite d'élasticité  $R_{p0.02}$  et une durée de vie dépassant les 300 000 cycles. Les autres conditions de sollicitation présentées ci-dessous ont été sélectionnées pour comparaison.
- La condition HCF à  $R = 0$  :**  
 L'amplitude  $\Delta\varepsilon/2 = 0,27\%$  a également été choisie. Ce chargement conduit à des contraintes maximales de l'ordre de la limite d'élasticité  $R_{p0.02}$  et une durée de vie estimée à 55 000 cycles, significativement inférieure à celle obtenue pour la condition de référence à  $R = -1$  pour la condition de référence.
- La condition HCF à  $R = 0$  :**  
 L'amplitude  $\Delta\varepsilon/2 = 0,20\%$  a été choisie. Ce chargement conduit à des contraintes maximales de l'ordre de 75 % de la limite d'élasticité  $R_{p0.02}$  et une durée de vie de 200 000 cycles. Cette durée de vie est proche de celle obtenue à  $R = -1$  pour la condition de référence.
- La condition LCF à  $R = -1$  :**  
 L'amplitude  $\Delta\varepsilon/2 = 0,52\%$  choisie correspond à des contraintes maximales de l'ordre de 80 à 100 % et une durée de vie réduite à environ 12 000 cycles.

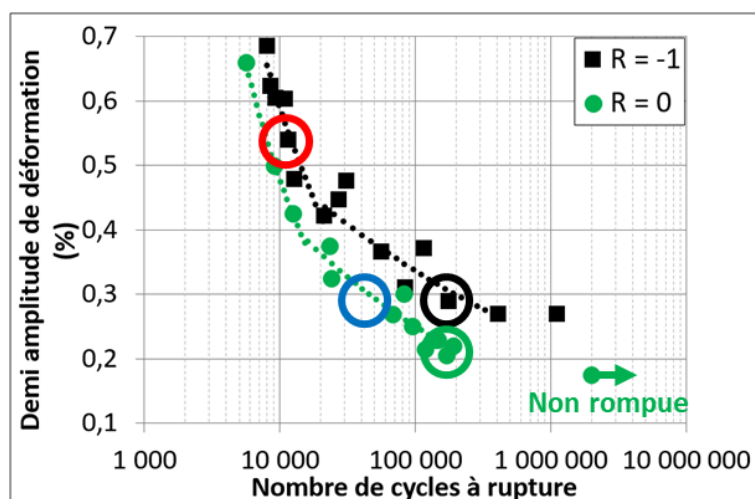


Figure 95 : Conditions sélectionnées pour les essais de fatigue interrompus sur éprouvettes à section carrée.

## II. Essais de fatigue interrompus sur les éprouvettes à section carrée

### II. 1. Constitution de la base de données et analyse de la densité de fissures et de bandes de glissement

#### II. 1. 1. Base de données

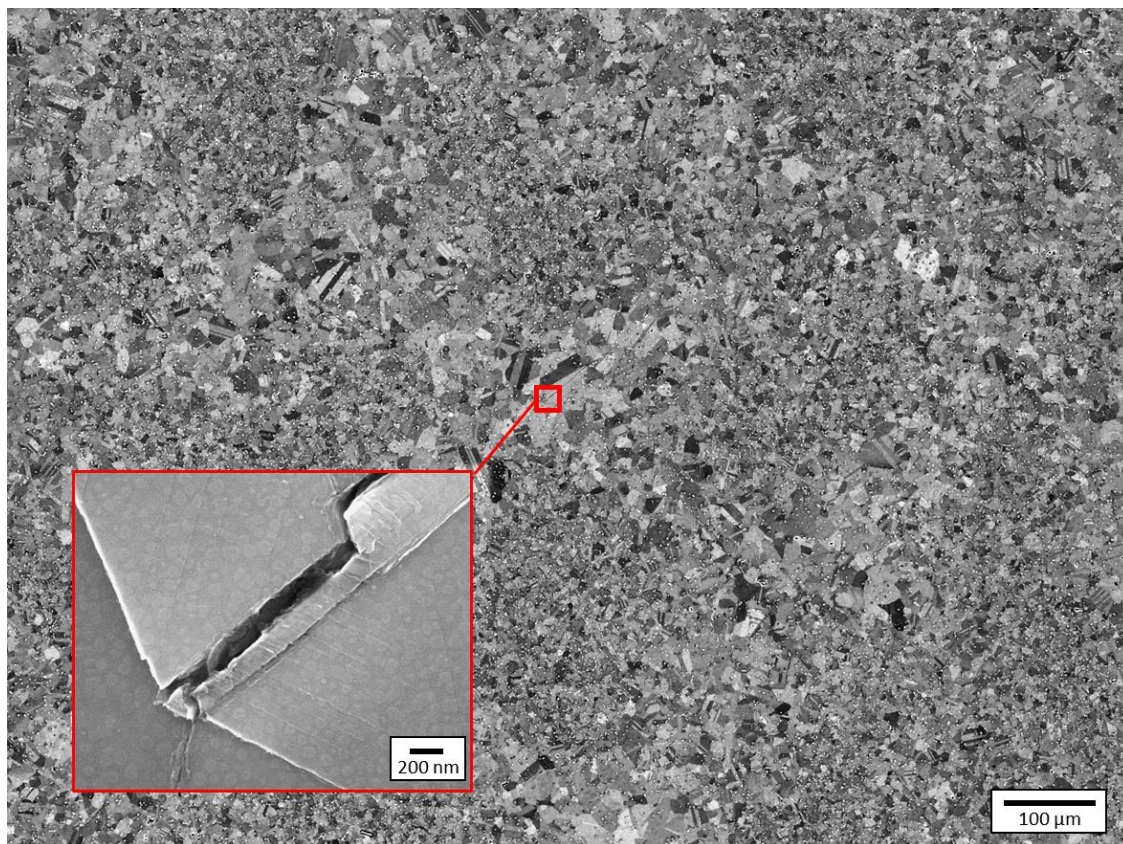
Le Tableau 6 présente le nombre de fissures détectées en surface pour chaque éprouvette à section carrée étudiée pour les différentes conditions de chargement investiguées. La base de données ainsi constituée comprend au total 353 fissures (ou sites d'amorçage) analysées dans la suite de ce travail. Pour la condition de référence (HCF à  $R = -1$ ), un total de 187 fissures a été analysé sur 3 éprouvettes différentes. Malgré l'analyse de presque une face entière d'une éprouvette, seulement 7 fissures ont été détectées puis caractérisées en HCF à  $\Delta\varepsilon / 2 = 0,20\%$  à  $R = 0$ .

*Tableau 6 : Nombre de fissures caractérisées sur les éprouvettes à section carrée.*

Nombre de fissures caractérisées par éprouvette	Demi-amplitude de déformation	Rapport de charge	Interruptions (% de durée de vie)	Dimension de la zone analysée
101	0,27 % HCF	$R = -1$	2 % ; 4 % ; 6 % ; 9 % ; 18 % ; 30 %	53,3 mm <sup>2</sup>
74	0,27 % HCF	$R = -1$	15 % ; 37 %	35,5 mm <sup>2</sup>
12	0,27 % HCF	$R = -1$	15 %	43,8 mm <sup>2</sup>
56	0,52 % LCF	$R = -1$	5 %	1,4 mm <sup>2</sup>
103	0,27 % HCF	$R = 0$	3 % ; 6 % ; 13 % ; 25 % ; 52 %	17,7 mm <sup>2</sup>
7	0,20 % HCF	$R = 0$	15 % ; 28 % ; 48 %	33,7 mm <sup>2</sup>



Comme déjà observé sur les futs des éprouvettes cylindriques, les 353 fissures caractérisées sur les éprouvettes à section carrée se sont quasiment toutes amorcées dans les zones de gros grains de la microstructure bimodale (Figure 96).



**Figure 96 : Fissure dans une zone de gros grains en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = -1$  à 15 % de la durée de vie.**

### II. 1. 2. Densités de fissures

L'évolution de la densité de fissures au cours de la durée de vie est présentée sur la Figure 97 pour chaque condition de chargement. En HCF, les densités sont faibles à 30 % de la durée de vie avec une densité inférieure à 10 fissures / mm<sup>2</sup>, c'est à dire moins de 300 fissures pour 1 face analysable, soit pour environ 1 400 000 grains. Pour une même amplitude de déformation, la densité de fissures et son évolution cyclique est similaire pour les deux rapports de charge  $R = -1$  et  $R = 0$ . La densité est très faible pour la condition « HCF bas niveau de chargement » ( $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$ ) à  $R = 0$ . Au contraire, la densité mesurée est bien plus élevée en LCF avec plus de 1 000 fissures sur une face dès 5 % de la durée de vie.

Il est important de noter qu'un bon niveau de confiance peut être accordé aux densités de fissures des conditions HCF car les zones analysées sont étendues et que les cartographies MEB ont été observées plusieurs fois dans le but de détecter des fissures à toutes les interruptions des essais de fatigue (voir la méthodologie de détection dans le Chapitre 3). De plus, en HCF, les bandes de glissement en surface sont peu marquées et sont facilement distinguables des fissures. Ce n'est pas le cas en LCF : en effet, pour un essai interrompu à 5 % de la durée de vie, il peut être difficile de distinguer une bande de glissement d'une fissure sans utiliser un très fort grandissement au MEB.

Pour la condition de type LCF à  $R = -1$ , une seule mesure de densité a été réalisée à 5 % de la durée de vie. A cause de la forte densité de fissures, la mesure a été réalisée sur une petite zone (2 000 x 700 µm<sup>2</sup>) comparativement à la dimension d'une face d'une

éprouvette (6 x 12 mm<sup>2</sup>). Des interruptions ont aussi été réalisées à 10 % et 25 % de la durée de vie, cependant la densité de fissures augmente significativement et la quantification sur la zone initiale devient très chronophage avec une grande difficulté à séparer les plus petites fissures des bandes de glissement les plus marquées. De plus, du fait des dimensions caractéristiques de la structure bimodale, une mesure de densité sur une plus petite zone est peu représentative.

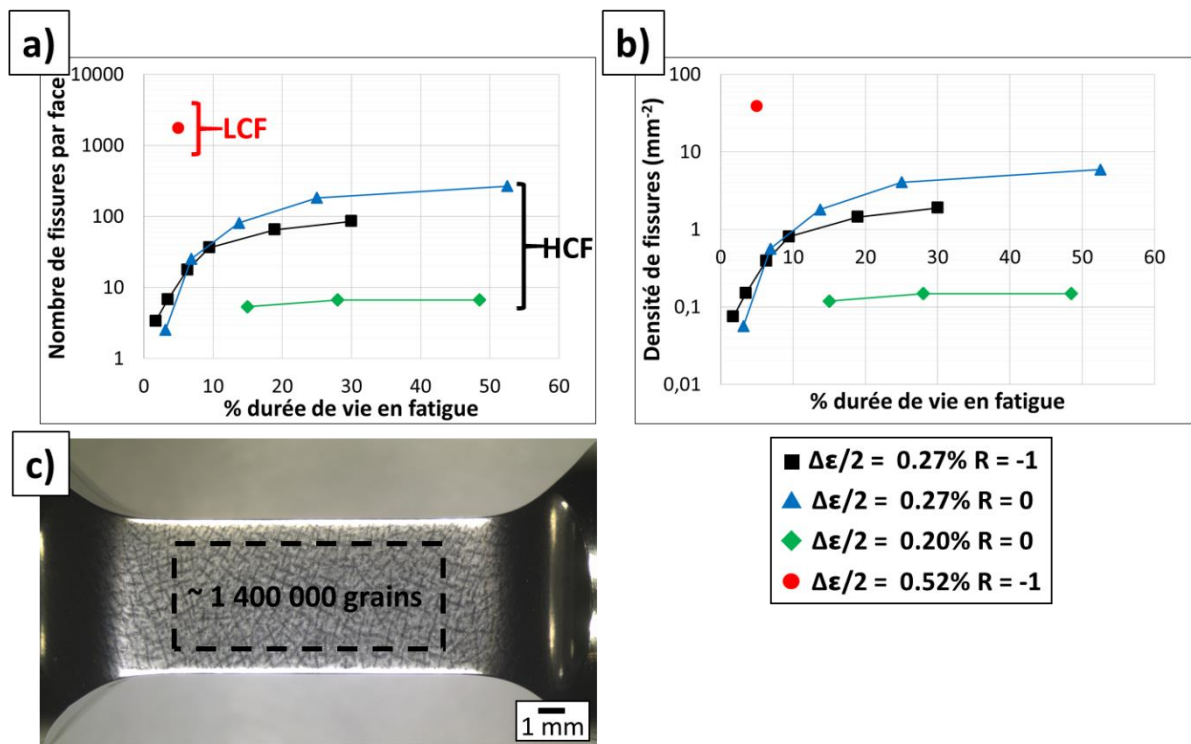


Figure 97 : Densité de fissures sur éprouvettes à section carrée pour les conditions sélectionnées. a) Evolution du nombre de fissures sur une face d’une éprouvette à section carrée. b) Evolution de la densité de fissures par mm<sup>2</sup>. c) Illustration de la zone analysable, contenant environ 1 400 000 grains.

### II. 1. 3. Bandes de glissement

En complément de la densité de fissures, quelques informations et illustrations relatives à l’activité plastique en surface sont données dans ce paragraphe. Des bandes de glissement ont été observées à la surface des éprouvettes. Bien que leur densité n’ait pas été comptabilisée, de nettes différences sont observées en fonction de la condition de chargement. Seules les bandes de glissement non associées à des fissures ou à leur propagation sont évoquées ici.

Presque aucune bande de glissement n’a été détectée pour la condition HCF à R = -1 en raison du faible niveau de contraintes (52 % de la limite d’élasticité Rp0.02 en contrainte maximale). La seule bande de glissement non associée à une fissure qui a été observée pour cette condition est présentée sur la Figure 98. Le relief en surface est très peu marqué. Une partie de la bande se trouve le long d’un joint de macle et la deuxième partie est transgranulaire. Il est fortement probable que quelques autres bandes de glissement de ce type soient présentes sans qu’elles aient été repérées.

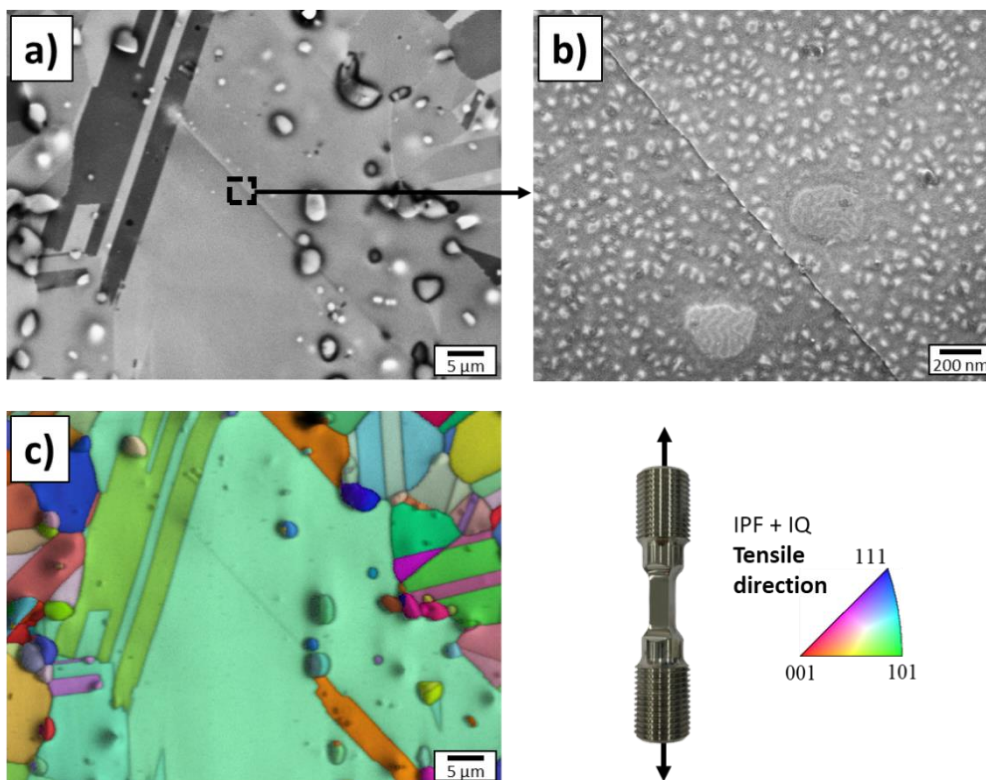


Figure 98 : Bande de glissement observée en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = -1$  à 30 % de la durée de vie. a) Image MEB. b) Image MEB-FEG. c) EBSD.

En HCF à  $R = 0$  (Figure 99 et Figure 100), les densités de bandes de glissement sont nettement plus importantes. Les bandes sont très localisées et présentent régulièrement un relief en « marches d’escalier ». Les bandes de glissement observées peuvent être transgranulaires, le long des joints de macles (Figure 100.b.d) ou transgranulaires se transmettant à travers des joints de macles (Figure 99 et Figure 100.a.c). Sans surprise, plus de bandes de glissement sont observées à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  (99 % de la limite d’élasticité  $R_{p0.02}$  en contrainte maximale) qu’à  $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  (76 % de la limite d’élasticité  $R_{p0.02}$  en contrainte maximale) à  $R = 0$ .

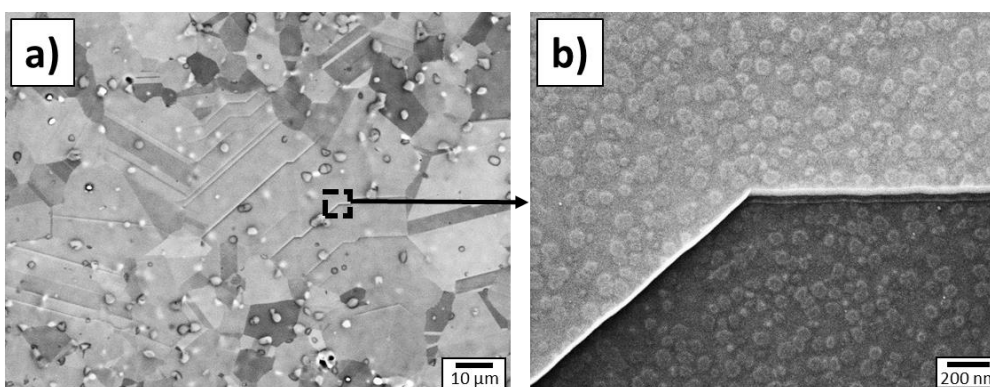
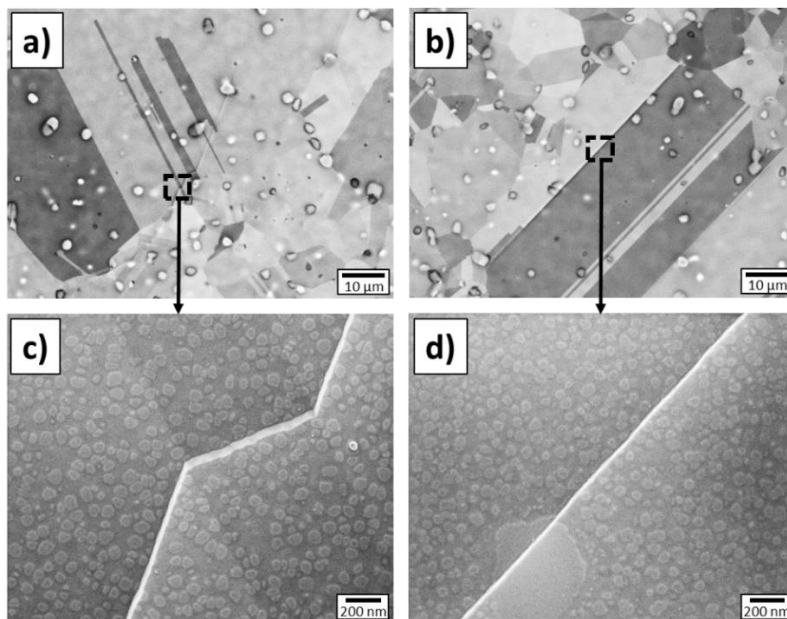
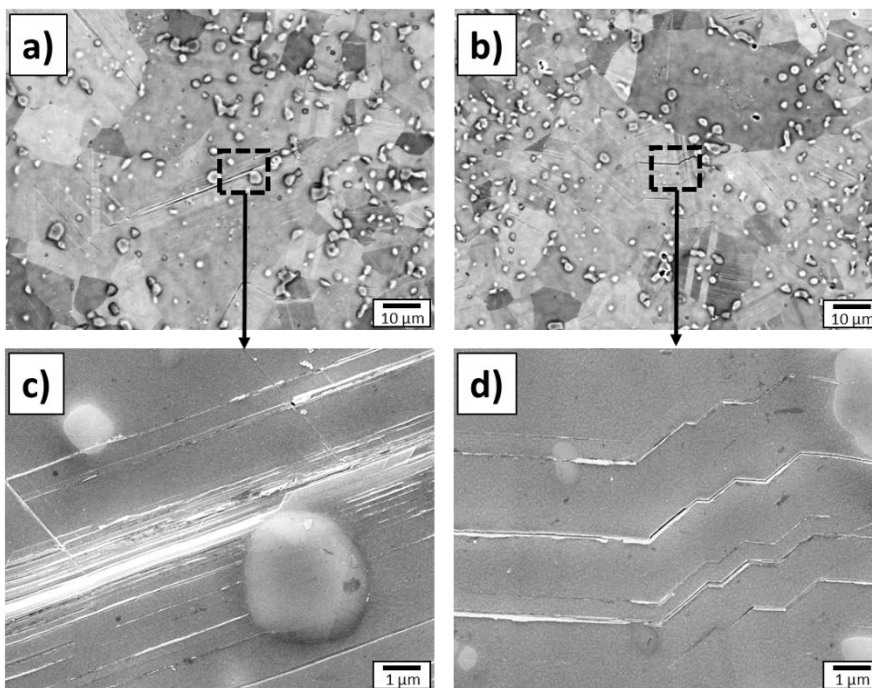


Figure 99 : Bandes de glissement observées en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = 0$  à 53 % de la durée de vie. a) Bandes de glissement transgranulaires et le long des joints de macles. b) Bande de glissement transmise à travers un joint de macles.



**Figure 100 : Bandes de glissement observées en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$ ) à  $R = 0$  à 48 % de la durée de vie en fatigue. a) c) Bande de glissement transgranulaire transmise à travers un joint de macles. b) d) Bande de glissement le long d’un joint de macles.**

En LCF à  $R = -1$ , la densité de bandes de glissement est nettement plus importante. Les bandes de glissement en surface peuvent être transgranulaires, le long des joints de macles ou transgranulaires se transmettant à travers des joints de macles (Figure 101.b.d). Plusieurs bandes de glissement extrêmement proches les unes aux autres peuvent être observées (Figure 101.a.c), ce qui est caractéristique d’une sollicitation cyclique avec une déformation plastique macroscopique (boucle ouverte).



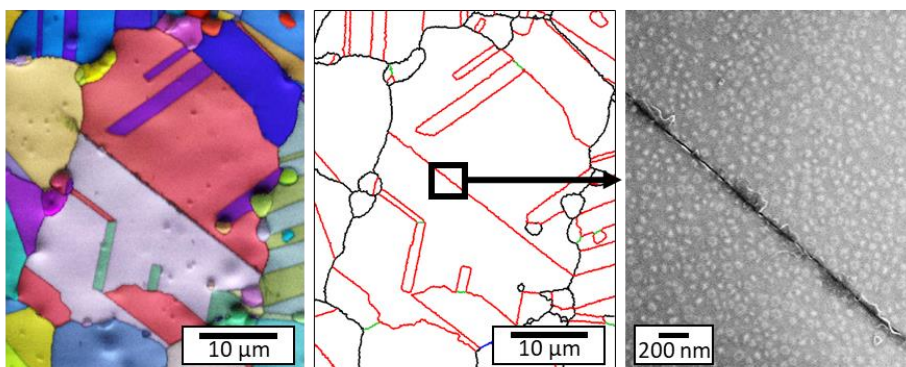
**Figure 101 : Bandes de glissement observées en LCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,52\%$ ) à  $R = -1$  à 5 % de la durée de vie en fatigue. a) c) Plusieurs bandes de glissement transgranulaires et le long d’un joint de macles. b) d) Bandes de glissement transgranulaires transmises à travers un joint de macles.**

## II. 2. Nature des sites d’amorçage de fissures

Les cartographies MEB ont été réalisées à des stades suffisamment précoces pour pouvoir déterminer au mieux la nature du site d’amorçage des fissures. Des exemples représentatifs des différents types de sites d’amorçage sont d’abord présentés pour les 4 conditions chargements (Figure 102, Figure 103 et Figure 104). La proportion de chacun d’entre eux est ensuite étudiée sur la Figure 105.

2 types de sites d’amorçage en lien avec les joints de macles ont été observés pour le chargement de référence (HCF  $R = -1$ ) : l’amorçage le long d’un joint de macles et à une jonction de joints de macles (Figure 102). Si la création de fissures le long des joints de macles est connue dans les superalliages à base de nickel [2,4,120,124], l’endommagement à partir des jonctions de joints de macles ne l’est à notre connaissance pas. Une description détaillée des deux processus est reprise ultérieurement dans ce manuscrit.

### a) Le long d’un joint de macles



### b) Jonction de joints de macles

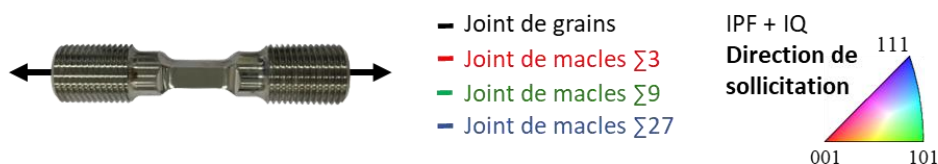
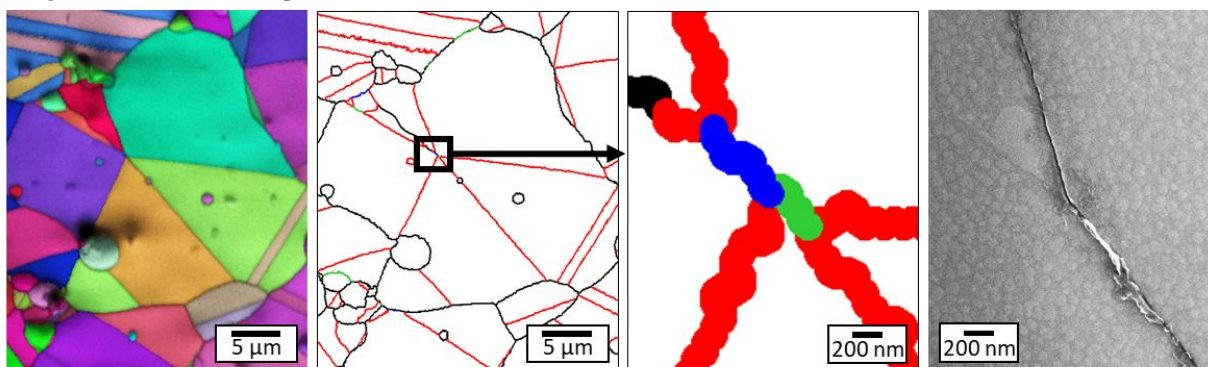
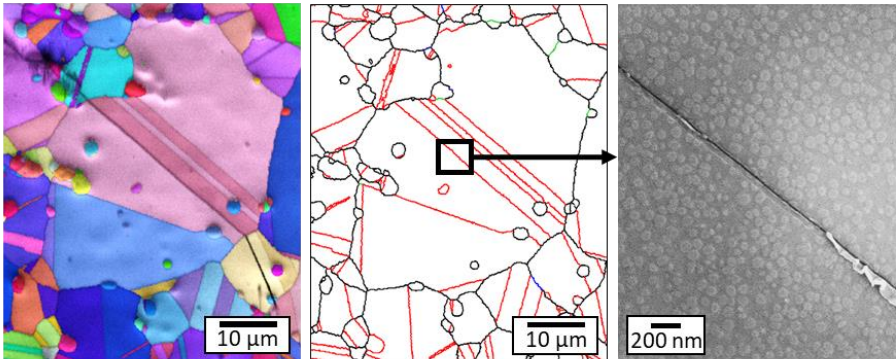


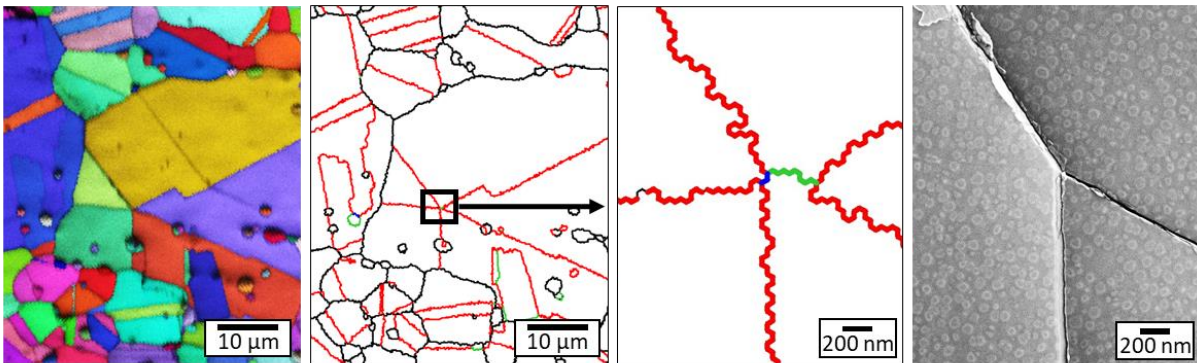
Figure 102 : Nature des sites d’amorçage en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = -1$  à 30 % de la durée de vie. a) Fissure le long d’un joint de macles. b) Fissure à une jonction de joints de macles.

Pour les 2 conditions HCF à  $R = 0$ , les deux sites d'amorçage identifiés sont également l'amorçage le long et aux jonctions de joints de macles (Figure 103).

**a) Le long d'un joint de macles**



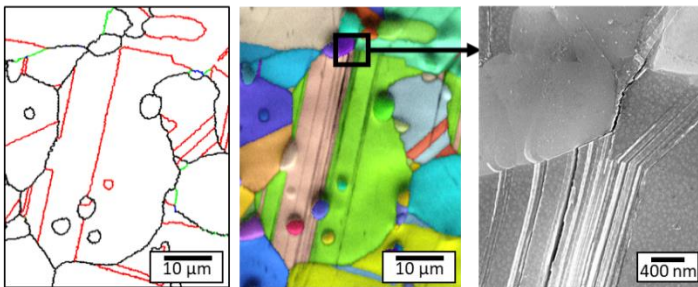
**b) Jonction de joints de macles**



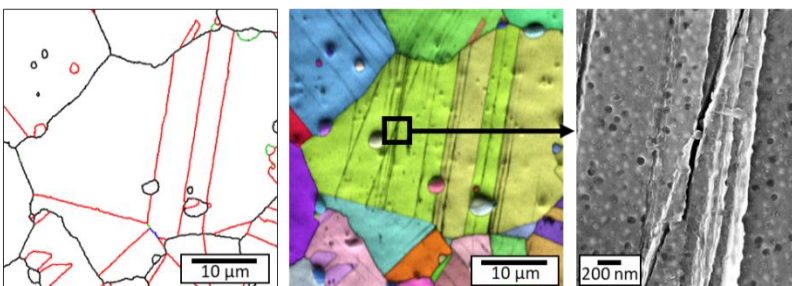
**Figure 103 : Nature des sites d'amorçage en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  et  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = 0$  à 50 % de la durée de vie avec des exemples associés à  $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$ . a) Fissure le long d'un joint de macles. b) Fissure à une jonction de joints de macles.**

En LCF à  $R = -1$ , les principaux sites d'amorçage sont l'amorçage le long des joints de macles, l'amorçage transgranulaire et l'amorçage transgranulaire se transmettant au travers de joints de macles. Des exemples de ces catégories de fissures sont présentées sur la Figure 104. D'autres sites d'amorçage ont été observés en très faibles proportions en LCF à  $R = -1$ , ils sont présentés en Annexe 6. Il s'agit d'une fissure à une jonction de joints de macles, d'une fissure intergranulaire et d'une fissure associée à une particule.

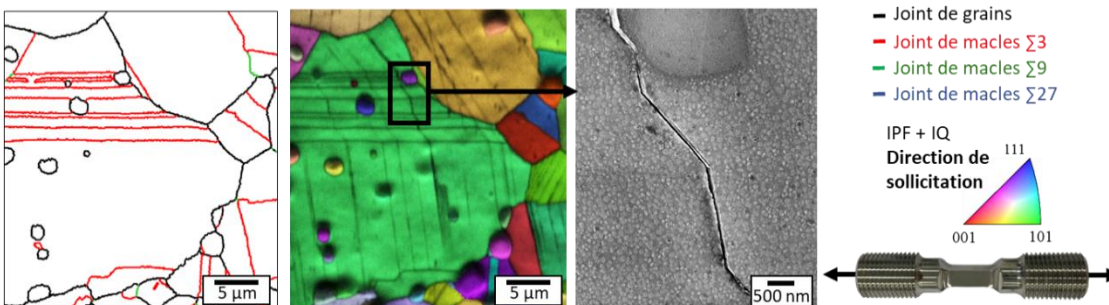
**a) Le long d'un joint de macles**



**b) Transgranulaire**



**c) Intersection d'une bande de glissement et d'un joint de macles**



**Figure 104 : Nature des principaux sites d'amorçage en LCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,52\%$ ) à  $R = -1$  à 5 % de la durée de vie. a) Fissure le long d'un joint de macles. b) Fissure transgranulaire. c) Fissure au niveau d'une intersection entre une bande de glissement et un joint de macles.**

Comme prévu, en condition HCF, l'amorçage a lieu en très grande majorité aux joints de macles (Figure 105.a). C'est aussi vrai, dans une moindre mesure, en condition LCF où une proportion non négligeable de fissures transgranulaires est également présente (Figure 105.a).

Les différentes configurations d'amorçage mettant en jeu les joints de macles sont donc les suivantes :

- **L'amorçage le long des joints de macles** (Figure 102.a, Figure 103.a et Figure 104.a) est nettement majoritaire pour toutes les conditions de chargement. Les bandes de glissement associées à ces fissures sont nettement plus marquées et plus nombreuses en LCF (Figure 104). Ce site d'amorçage est classiquement observé dans

la littérature [2,4,120,124]. L'analyse détaillée de ce site d'amorçage est réalisée dans le chapitre 5.

- **L'amorçage transgranulaire associé à l'intersection d'une bande de glissement et d'un joint de macles** (Figure 104.c) est observé en LCF à  $R = -1$ , cette configuration étant également reportée dans la littérature [21,25,45,92,143,144].
- **L'amorçage aux jonctions de joints de macles** (Figure 102.b, Figure 103.b et Figure 192.a) est observé pour toutes les conditions de chargement avec une proportion plus élevée en HCF à  $R = -1$  (Figure 105.b). A notre connaissance, **cette configuration n'a pas été répertoriée dans la littérature**. Ce site d'amorçage fait l'objet du chapitre 6. La Figure 105.c montre qu'en HCF à  $R = -1$ , la proportion de fissures le long et aux jonctions de joints de macles évolue au cours de l'essai. Il y a autant de fissures le long des joints de macles que de fissures aux jonctions jusqu'à environ 15 % de la durée de vie. Ensuite, le nombre de fissures aux jonctions stagne alors que le nombre de fissures le long des joints de macles continue d'augmenter (Figure 105.c). L'analyse détaillée de ce site d'amorçage est réalisée dans le chapitre 6.

Etonnamment, aucune fissure n'a été observée en lien avec une particule à  $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  (HCF) à  $R = 0$  à 48 % de la durée de vie alors que les analyses de faciès de rupture ont montré que des fissures fatales peuvent s'amorcer sur des particules pour cette condition de chargement. Il est probable que la surface d'analyse ne soit pas assez grande pour identifier une particule induisant une fissure qui se propage.

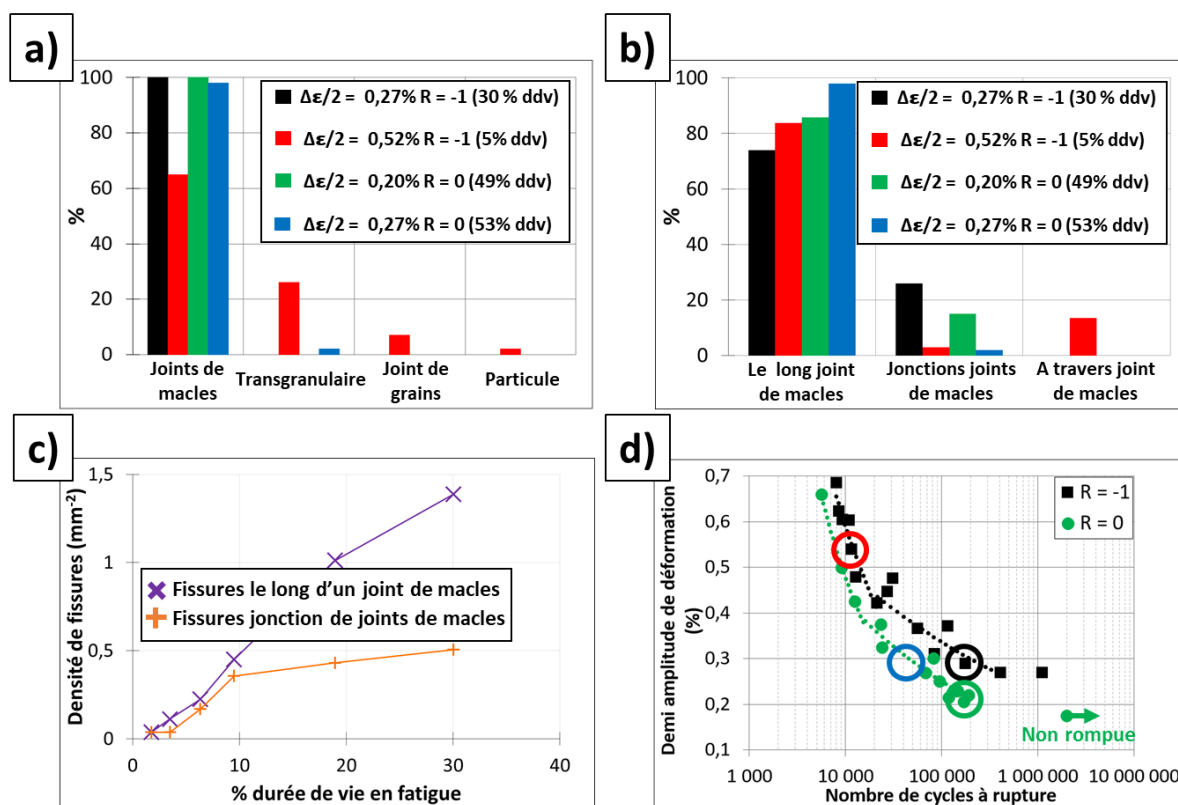


Figure 105 : a) Nature des sites d'amorçage. b) Nature des configurations d'amorçage en lien avec les joints de macles. c) Evolution des proportions de fissures le long et aux jonctions de joints de macles en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = -1$ . d) Rappel des conditions sélectionnées sur les courbes de durée de vie pour les essais interrompus sur les éprouvettes à section carrée.



Des fissures transgranulaires dans une proportion non négligeable ont été observées en LCF à  $R = -1$  dès 5 % de la durée de vie. Les observations réalisées tendent à montrer que la proportion de fissures transgranulaires augmente significativement au cours de l’essai avec des fissures qui s’amorcent dans les bandes de glissement déjà présentes à 5 % de la durée de vie. La Figure 106 illustre ce propos avec une augmentation visible de la densité de fissures entre 5 % et 25 % de la durée de vie dans 2 petites zones. En LCF, la formation d’une fissure longue qui va mener à la rupture passe par la coalescence de petites fissures [76–78] (Figure 93), ce qui conduit à la présence de nombreuses facettes cristallographiques sur les faciès de rupture (Figure 90). Ainsi, il est probable qu’une part importante de facettes corresponde à des fissures transgranulaires au sein de bandes de glissement et pas à des fissures le long des joints de macles.

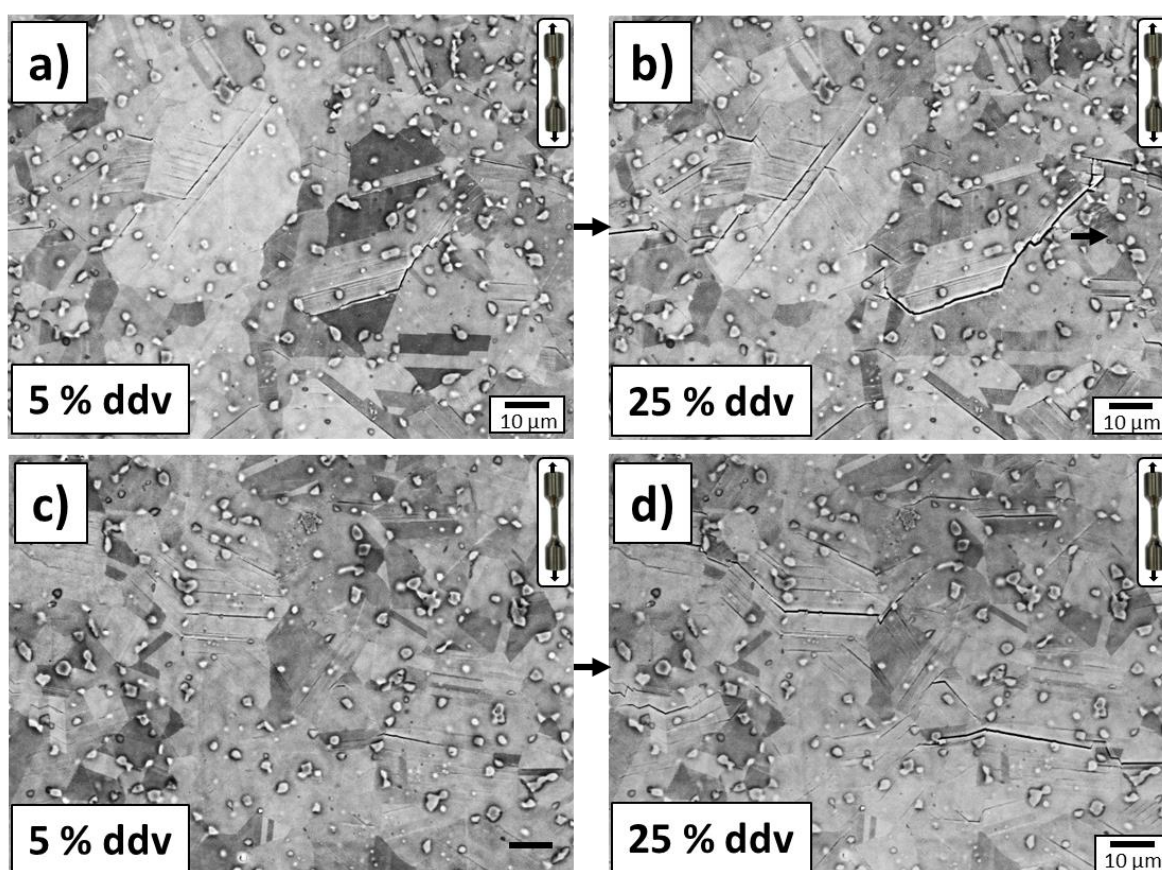


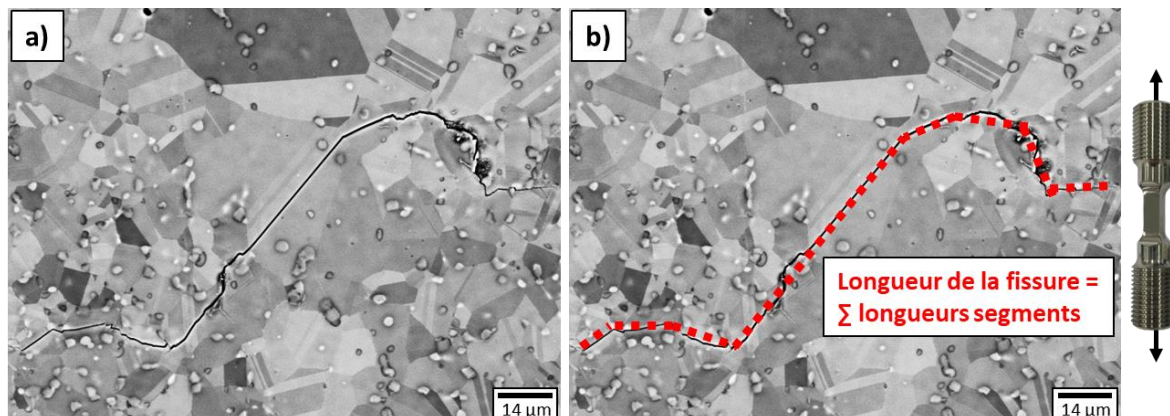
Figure 106 : Illustration de l’augmentation de la densité de fissures au cours de la durée de vie à  $\Delta\epsilon/2 = 0,52$  % à  $R = -1$ . a) c) 5 % durée de vie en fatigue. b) d) 25 % durée de vie en fatigue.

### II. 3. Cinétique d’amorçage et de micro-propagation des fissures

Les interruptions des essais de fatigue ont également permis de suivre l’évolution des fissures durant les phases d’amorçage et de micro-propagation. Les données relatives à la longueur des fissures sont présentées ici, en se concentrant notamment sur les fissures les plus longues. En effet, celles-ci présentent la plus forte probabilité de devenir la fissure fatale qui mènera à la rupture de l’éprouvette. La condition LCF n’est pas abordée dans cette partie car la rupture de l’éprouvette résulte de la coalescence de plusieurs fissures et que la population de fissures n’a été analysée qu’à 5 % de la durée de vie.

### II. 3. 1. Longueurs des fissures

La longueur des fissures a été mesurée à partir des images MEB en traçant de petits segments le long de la fissure et en les sommant (Figure 107). Avec cette méthode, la longueur mesurée est proche de la longueur réelle en surface de la fissure. La longueur des fissures a été relevée à chaque interruption des essais.



**Figure 107 : Illustration de la mesure de la longueur d'une fissure. a) Fissure. b) Longueur mesurée avec des segments qui reproduisent au mieux la morphologie de la fissure.**

Les histogrammes de longueur de fissures pour différentes interruptions des essais sont présentés sur la Figure 108. Pour rappel, une centaine de fissures a été analysée (101 à  $R = -1$  et 103 à  $R = 0$ ) pour chacune des 2 conditions HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27 \%$ . En revanche, à cause de la très faible densité de fissures (Figure 108.a), seulement 7 fissures ont été repérées pour la condition HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,20 \%$  à  $R = 0$ .

Les fissures s’amorcent très tôt dans la durée de vie avec des fissures observées dès 2 % de la durée de vie à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27 \%$  à  $R = -1$ , 6 % de la durée de vie à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27 \%$  à  $R = 0$  et à 15 % de la durée de vie à  $\Delta\epsilon/2 = 0,20 \%$  à  $R = 0$ .

En HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27 \%$ ) à  $R = -1$  et à  $R = 0$ , le nombre important de fissures courtes aux différentes interruptions vient de la coexistence entre propagation et création de nouvelles fissures. La proportion de fissures courtes va baisser peu à peu du fait de la propagation des fissures déjà existante et de la stabilisation de la densité de fissures (Figure 108.a). Ce n’est pas le cas à  $\Delta\epsilon/2 = 0,20 \%$  à  $R = 0$ , où la densité de fissures est assez stable (4 des 7 fissures ont été identifiées dès la première interruption de l’essai de fatigue). Toutefois, la représentativité de ce résultat est à relativiser à cause du très faible nombre de fissures caractérisées pour cette condition.

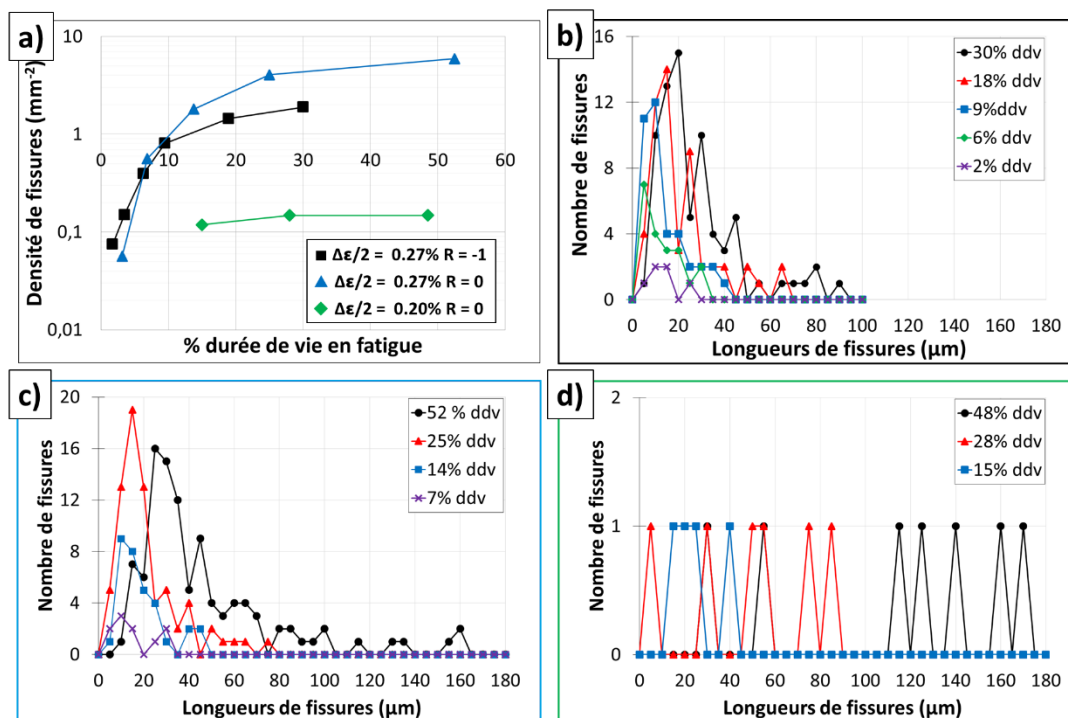


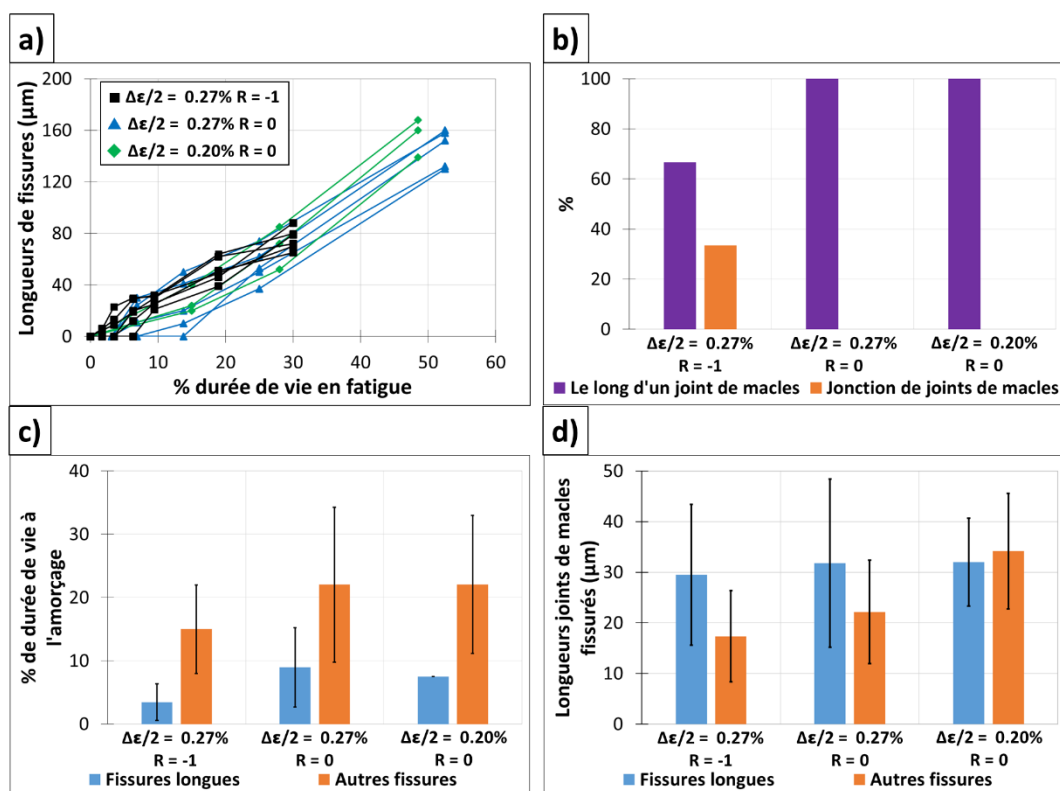
Figure 108 : a) Densité de fissures. b) c) d) Histogramme de longueurs de fissures à différentes interruptions de l'essai de fatigue. b)  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à R = -1. c)  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à R = 0. d)  $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  à R = 0.

### II. 3. 2. Etude des fissures les plus longues

La population de fissures dites longues a été établie en considérant les fissures dont la longueur est supérieure à 75 % de la longueur de fissure maximale. Ainsi définie, la population de fissures longues représente environ 5 % de la population totale pour les 2 conditions HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  (ici environ 5 fissures par condition). Pour la troisième condition (HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  R = 0), 3 fissures parmi les 7 définissent cette population.

L'évolution de la longueur des fissures en fonction de la durée de vie est similaire pour les 3 conditions HCF. L'amorçage semble un petit peu plus précoce pour la condition HCF à R = -1 (Figure 109.a). Toutes les fissures les plus longues s'amorcent le long d'un joint de macles en HCF à R = 0. A R = -1, 67 % des fissures les plus longues ont amorcé le long d'un joint de macles et 33 % à une jonction de joints de macles (Figure 109.b). Une fissure longue s'amorce nettement plus tôt dans la durée de vie (souvent avant 10 % de la durée de vie) comparativement à l'ensemble de la population de fissures (Figure 109.c). La méthode utilisée pour estimer la durée à l'amorçage d'une fissure est expliquée en Annexe 8. De plus, les fissures les plus longues sont préférentiellement associées aux joints de macles les plus longs de la population de fissures à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à R = -1 et à R = 0. A  $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  à R = 0, tous les amorçages concernent de longs joints de macles (Figure 109.d).

Des résultats présentés plus tard dans ce manuscrit (Figure 117 dans le chapitre 5 pour l'amorçage le long d'un joint de macles et Figure 163 dans le chapitre 6 pour l'amorçage à une jonction de joints de macles) montrent également que la cinétique d'amorçage est plus rapide dans les gros grains. Cela signifie que, dans le cas de l'amorçage le long d'un joint de macles, les premières fissures apparaissent sur les plus longs joints de macles de la microstructure. Cette dernière remarque est cohérente avec des études de la littérature qui reportent des conditions d'amorçages moins exigeantes et des cinétiques d'amorçage plus rapides dans les gros grains [2,99,100].



**Figure 109 : Fissures les plus longues. a) Evolution de la longueur des fissures les plus longues au cours de la durée de vie. b) Nature des sites d’amorçage des fissures les plus longues. c) Durée d’amorçage des fissures les plus longues comparativement à l’ensemble de la population de fissures. d) Longueur de joint de macles pour les fissures les plus longues comparativement à l’ensemble de la population de fissures (amorçage le long d’un joint de macles).**

Bien entendu, toutes les fissures apparues très tôt dans la durée de vie en fatigue ne deviennent pas des fissures longues. Certaines peuvent être arrêtées un certain temps ou définitivement dans leur grain d’origine et d’autres ne se propagent que très lentement dans les grains voisins. Un exemple présenté en Annexe 9 met en avant des différences notables de vitesse de micro-propagation pour des fissures amorcées sensiblement au même moment et le long de joints de macles de longueurs comparables. Des analyses supplémentaires sur les vitesses de micro-propagation n’ont pas été conduites. Comme cela a pu être réalisé dans des études de la littérature [99,100,109,113], il aurait été intéressant d’étudier l’effet des caractéristiques des grains voisins du grain fissuré en termes de taille, d’orientation et de configuration des systèmes de glissement, de même que l’impact de la présence de précipités  $\gamma'_i$  sur le chemin de micro-propagation d’une fissure.

### III. Bilan intermédiaire et discussion

Des essais de fatigue jusqu’à la rupture ont été réalisés en LCF, en HCF, à 2 rapports de charge (R = -1 et R = 0) et les faciès de rupture ont été analysés. A la lumière de ces résultats, 4 conditions de chargement ont été choisies afin de réaliser des essais interrompus sur des éprouvettes à section carrée. Ceux-ci ont permis la constitution d’une population de 353 sites d’amorçage, dont la nature a été déterminée et classifiée en différentes catégories. En complément, le suivi des fissures a apporté des renseignements sur la cinétique d’amorçage et de micro-propagation. Les principaux résultats sont discutés dans cette partie avec la volonté de lier les informations tirées des essais interrompus à celles issues des essais jusqu’à la rupture. Cette analyse va permettre de poser de premières hypothèses sur la nature des sites d’amorçage des fissures fatales, donnant lieu à une facette cristallographique sur le

faciès de rupture. Il est en effet difficile d’accéder à cette information directement à partir de la facette comme cela a été réalisé dans certaines études de la littérature [3,4]. De plus, la facette ne donne aucune information sur la cinétique d’amorçage et sur le mécanisme d’amorçage mis en jeu.

En LCF, comme reporté dans la littérature [76–78], la formation de la fissure fatale se fait par la coalescence d’une population de fissures. Celle-ci est possible à partir d’un certain pourcentage de la durée de vie, correspondant à une densité de fissures importante [76–78]. Pour une condition LCF, à  $R = -1$ , à 5 % de la durée de vie, c’est à dire avant le phénomène de coalescence de fissures, l’amorçage est principalement le long des joints de macles (52 %) et transgranulaire dans des bandes de glissement (25 %). Des observations de surface semblent indiquer que la proportion de fissures transgranulaires augmente significativement à 25 % de la durée de vie. Ce dernier résultat suggère que la fissure fatale pourrait majoritairement résulter de la coalescence de fissures transgranulaires. Ainsi, les joints de macles auraient un rôle moins primordial en LCF qu’en HCF sur le processus de rupture d’une éprouvette.

En HCF, les facettes cristallographiques sur les faciès sont peu nombreuses et même souvent uniques. Tous les amorçages répertoriés sur les essais interrompus ont lieu aux joints de macles, avec une grande majorité de fissures le long des joints de macles. On peut donc supposer que les fissures fatales s’amorcent le long des joints de macles, comme reporté dans la littérature [2–4]. Le suivi de la cinétique d’amorçage et de micro-propagation des fissures met en évidence que les plus longues fissures amorcent tôt dans la durée de vie et sur de longs joints de macles. Il a ensuite été montré que les premières fissures s’amorcent sur les plus longs joints de macles (longueur d’environ 40  $\mu\text{m}$ ). Ces résultats vont dans le sens de l’amorçage de la fissure fatale, qui dans la littérature est classiquement associé à une facette cristallographique de grande dimension, comparable aux plus gros grains de la microstructure [2–5,124]. En effet, en condition HCF à  $R = -1$ , la longueur de certaines facettes en surface est de l’ordre de 40  $\mu\text{m}$  (Figure 110). Ces valeurs coïncident plutôt bien avec la longueur des premiers joints de macles fissurés sur les essais interrompus (voir sur la Figure 117 dans le chapitre 5 pour l’amorçage le long d’un joint de macles).

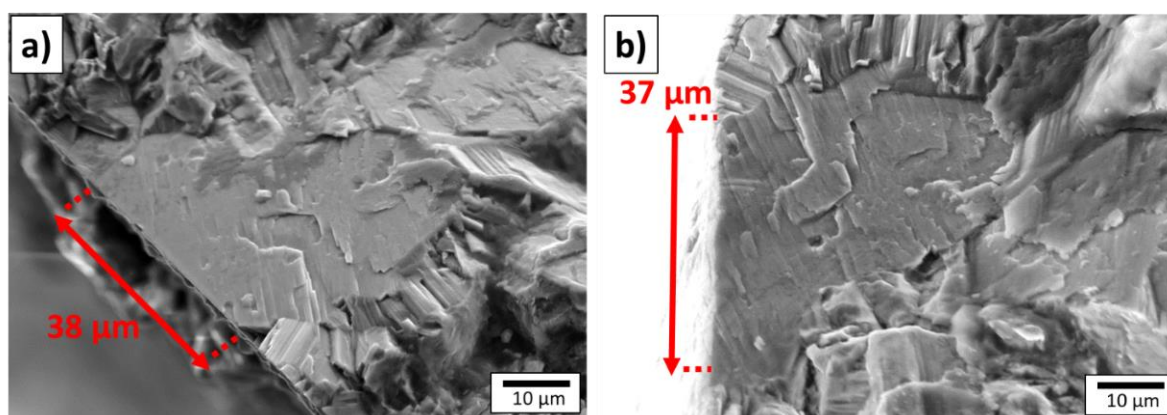
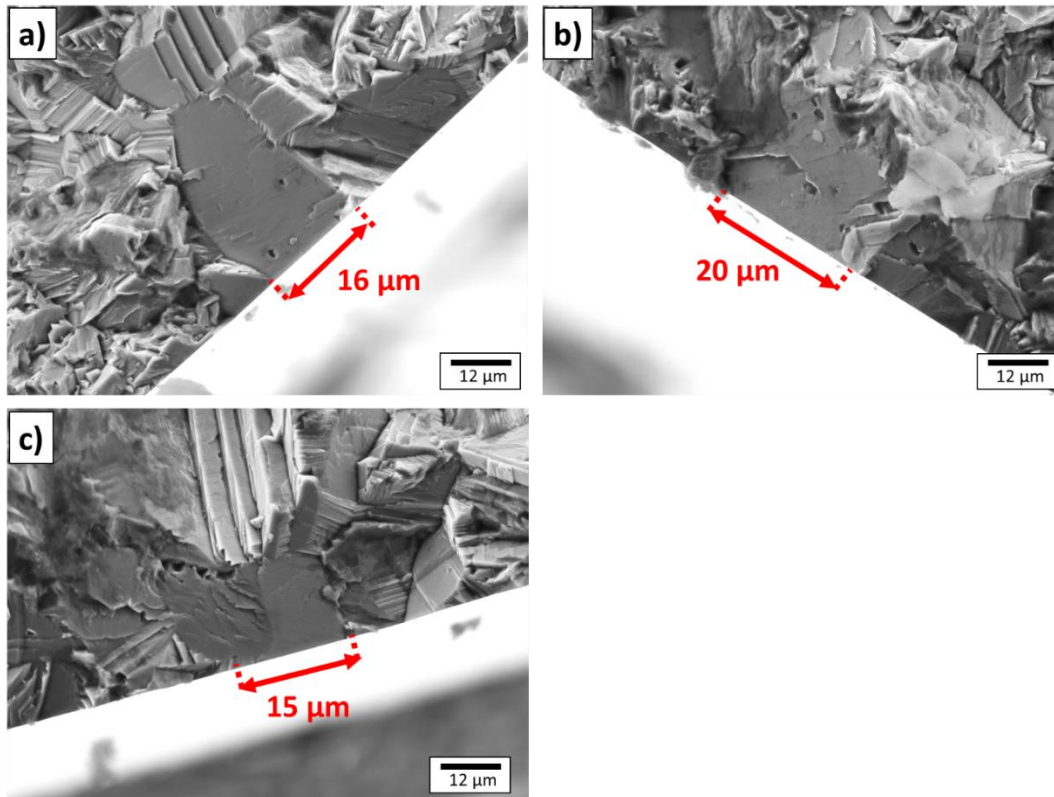


Figure 110 : Exemples de grandes facettes cristallographiques en HCF à  $R = -1$ . a)  $\Delta\epsilon/2 = 0,30\%$ , durée de vie de 175 000 cycles. b)  $\Delta\epsilon/2 = 0,29\%$ , durée de vie de 200 000 cycles.

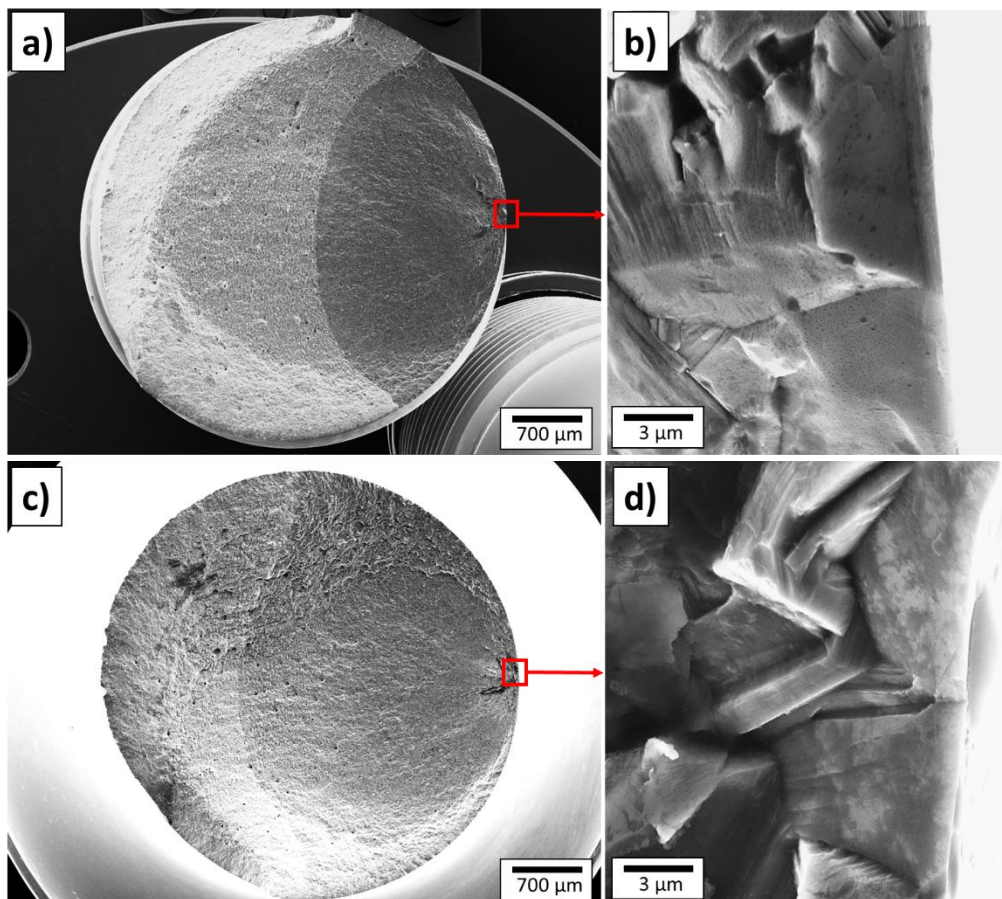
En revanche, à  $R = 0$ , pour une durée de vie similaire d’environ 200 000 cycles, plusieurs facettes ne présentent pas une longueur en surface aussi élevée (voir les exemples Figure 111 où la longueur est comprise entre 15 et 20  $\mu\text{m}$ ). L’Annexe 2 montre que la taille de grains fluctue peu entre les éprouvettes, ce qui rend ce résultat d’autant plus surprenant. Cet effet potentiel du rapport de charge mérite des investigations supplémentaires. Des pistes, non

spécifiques au rapport de charge, tel que la variabilité de la vitesse de micro-propagation mérite d’être considérées avec des approches disponibles dans la littérature [99,100,109,113].



**Figure 111 : Exemples de facettes cristallographiques HCF à  $R = 0$  à  $\Delta\epsilon/2 = 0,22\%$  pour une durée de vie de 200 000 cycles.**

L’amorçage à partir de jonctions de joints de macles constitue un des résultats majeurs de cette étude. Bien que de telles jonctions aient été observées dans la littérature [46], elles n’ont, à notre connaissance, pas été répertoriées comme des sites d’amorçage de fissures de fatigue. La proportion de fissures aux jonctions de joints de macles est non négligeable en HCF à  $R = -1$ . Ce mode d’amorçage peut donner lieu à des fissures qui sont parmi les plus longues à 30 % de la durée de vie. 2 facettes cristallographiques, associées aux plus longues durées de vie en HCF à  $R = -1$ , pourraient correspondre à ce type de site d’amorçage (Figure 112). Ces facettes sont discutées plus en détail dans le chapitre 6 avec l’appui des résultats de l’analyse détaillé de l’amorçage aux jonctions de joints de macles.



**Figure 112 : Facettes cristallographiques pouvant correspondre à des fissures aux jonctions de joints de macles en HCF à  $R = -1$ . a)  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  avec une durée de vie de 400 000 cycles. b)  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  avec une durée de vie de 1 200 000 cycles.**

L'amorçage des fissures fatales a lieu quasi-exclusivement sur des facettes cristallographiques. Ce résultat est cohérent avec la littérature qui montre que les conditions testées favorisent l'amorçage sur grains [2,67,99,118,120,123], d'autant plus à  $R = -1$ . De plus, les plus grands éléments de la microstructure bimodale sont de loin les gros grains (diamètre maximale de 87  $\mu\text{m}$ ) devant les particules (diamètre maximal de 30  $\mu\text{m}$ ). De ce point de vue, l'amorçage sur particule en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,23\%$  avec une durée de vie d'environ 200 000 cycles) à  $R = 0$  apparaît comme surprenant, bien qu'une compétition ait aussi été observée en HCF à  $R = 0$  [120] et VHCF à  $R = -1$  pour de l'Inconel 718 direct-aged [124]. Cependant, la taille de grains maximale est inférieure à 35  $\mu\text{m}$  dans ces études.

## IV. Influence de la microstructure sur la durée de vie et la nature des sites d'amorçage à $R = -1$

Des essais de fatigue jusqu'à la rupture et interrompus pour un rapport de charge  $R = -1$  ont également été réalisés sur la microstructure grossière dans le but de confronter les résultats obtenus avec ceux de la microstructure bimodale.

### IV. 1. Durée de vie et faciès de rupture

Les courbes de durée de vie de la microstructure grossière et de la microstructure bimodale sont présentées sur la Figure 113. Malgré la différence de taille de grains, les durées de vie sont étonnamment similaires entre les deux microstructures à  $R = -1$ .

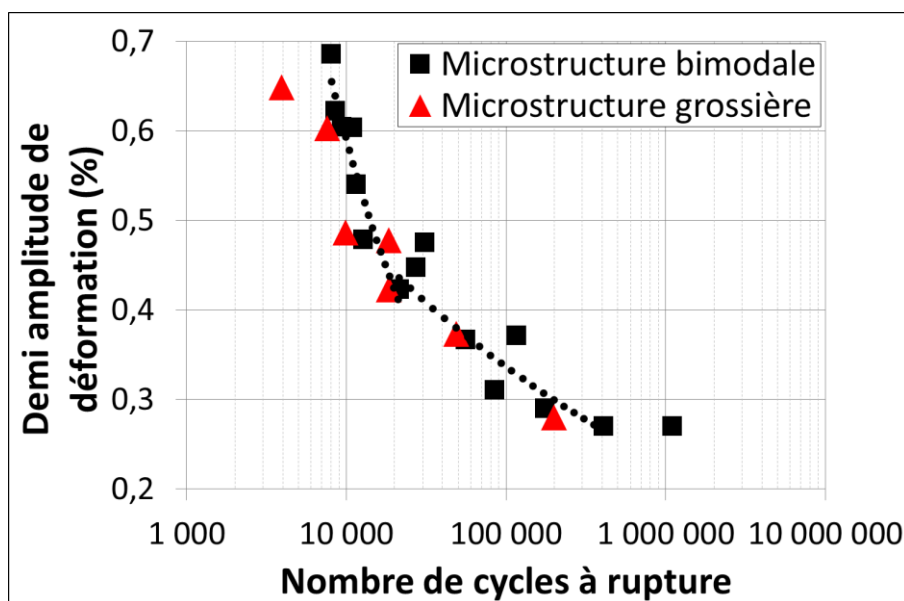


Figure 113 : Courbe de durée de vie pour la microstructure grossière en comparaison avec la microstructure bimodale à  $R = -1$ . La condition sélectionnée pour l'essai interrompu sur l'éprouvette à section carrée est entourée en rouge.

Ce dernier résultat met en évidence que la comparaison des 2 microstructures au regard de la durée de vie n'est pas triviale. Cela pose la question du ou des paramètres microstructuraux contrôlant à l'ordre 1 la durée de vie en fatigue à  $R = -1$ . Doit-on considérer la taille des cristallites ? La taille des grains reconstruits sans les joints de macles  $\Sigma 3$  ? La longueur des joints de macles ? Les valeurs maximales ? Les valeurs moyennes ? Que faire dans le cas de la microstructure bimodale ?

Les résultats relatifs à la cinétique d'amorçage montrent que la longueur maximale de joints de macles semble contrôler la durée à l'amorçage, lorsque la condition de chargement favorise l'amorçage le long des joints de macles. La taille des grains reconstruits sans les joints de macles  $\Sigma 3$  s'approche de la longueur des joints de macles lorsque la plupart des joints de macles  $\Sigma 3$  traversent intégralement les grains. C'est le cas de la microstructure bimodale et de beaucoup d'autres microstructures recristallisées dans la littérature [28,31,55,80]. La microstructure grossière, pas complètement recristallisée, n'entre pas dans cette catégorie à cause de la densité importante de joints de macles  $\Sigma 3$  qui crée un réseau de nombreux cristallites à l'intérieur des grains reconstruits sans les joints de macles. Dans le cas de cette microstructure particulière, il semble plus cohérent de considérer la taille de cristallites, comparativement à la taille de grains reconstruits sans joints de macles, pour préjuger de la durée à l'amorçage.



Les analyses sur la microstructure bimodale montrent que les fissures s'amorcent tôt dans la durée de vie pour les conditions de chargement investiguées. Donc, avec la définition de l'amorçage considérée dans cette étude, la majorité de la durée de vie en fatigue a lieu en micro-propagation, en propagation ou en coalescence de fissure (en fonction du domaine de durée de vie considéré). Lorsque la micro-propagation et la propagation déterminent la durée de vie, ce qui semble être le cas dans notre étude, la densité de barrière microstructurale est un élément important contrôlant la vitesse de micro-propagation d'une fissure [99,100,109,113]. Dans ce contexte de propagation, la taille moyenne de cristallites est probablement plus pertinente que la taille des grains reconstruits car chaque interface (dont les joints de macles  $\Sigma 3$ ) est un obstacle à la propagation d'une fissure.

Dans le cas des 2 microstructures de l'étude, le diamètre équivalent moyen des cristallites est de 30  $\mu\text{m}$  pour la microstructure grossière et de 10  $\mu\text{m}$  pour la microstructure bimodale (Figure 76 et Figure 80 dans le chapitre 3). Il est possible que ces écarts ne soient pas suffisants pour induire de différence significative sur la durée de vie à  $R = -1$ . Il aurait été intéressant de comparer les durées de vie entre les 2 microstructures pour un rapport de charge de  $R = 0$ .

Les sites d'amorçage observés sur les faciès de rupture sont exclusivement des facettes cristallographiques débouchantes en surface pour toutes les conditions de chargement. Des exemples de faciès de rupture sont présentés en Annexe 10 pour une condition de type LCF et HCF. En condition LCF, plusieurs facettes, indiquant un possible processus de coalescence, sont systématiquement observées. Inversement, 1 ou 2 facettes seulement sont observées en condition HCF. Le changement de microstructure n'a donc pas d'effet prononcé sur la durée de vie et sur les principales caractéristiques des faciès de rupture. On notera cependant que la taille des facettes est plus élevée dans le cas de la microstructure grossière.

### IV. 2. Nature des sites d'amorçage

La nature des sites d'amorçage a été identifiée en surface d'une éprouvette à section carrée après un essai en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,25\%$ ) à  $R = -1$  (condition entourée en rouge sur la Figure 113) interrompu à 15 % de la durée de vie. Ce chargement a été choisie dans le but d'être comparatif avec la condition HCF à  $R = -1$  ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) de référence sur la microstructure bimodale.

Similairement à la microstructure bimodale, l'amorçage a lieu le long et aux jonctions de joints de macles. Respectivement, 12 fissures ont été repérées le long de joints de macles et 4 à des jonctions de joints de macles. La Figure 114 présente un exemple dans chacun des cas. Les 4 jonctions de joints de macles fissurées sont présentées dans l'Annexe 20. Ce dernier résultat montre que l'amorçage aux jonctions de joints de macles existe pour plusieurs microstructures et n'est pas spécifique à la microstructure bimodale. La densité importante de joints de macles  $\Sigma 3$  dans la microstructure grossière induit probablement un nombre plus important de jonctions de joints de macles, comparativement à la microstructure bimodale.

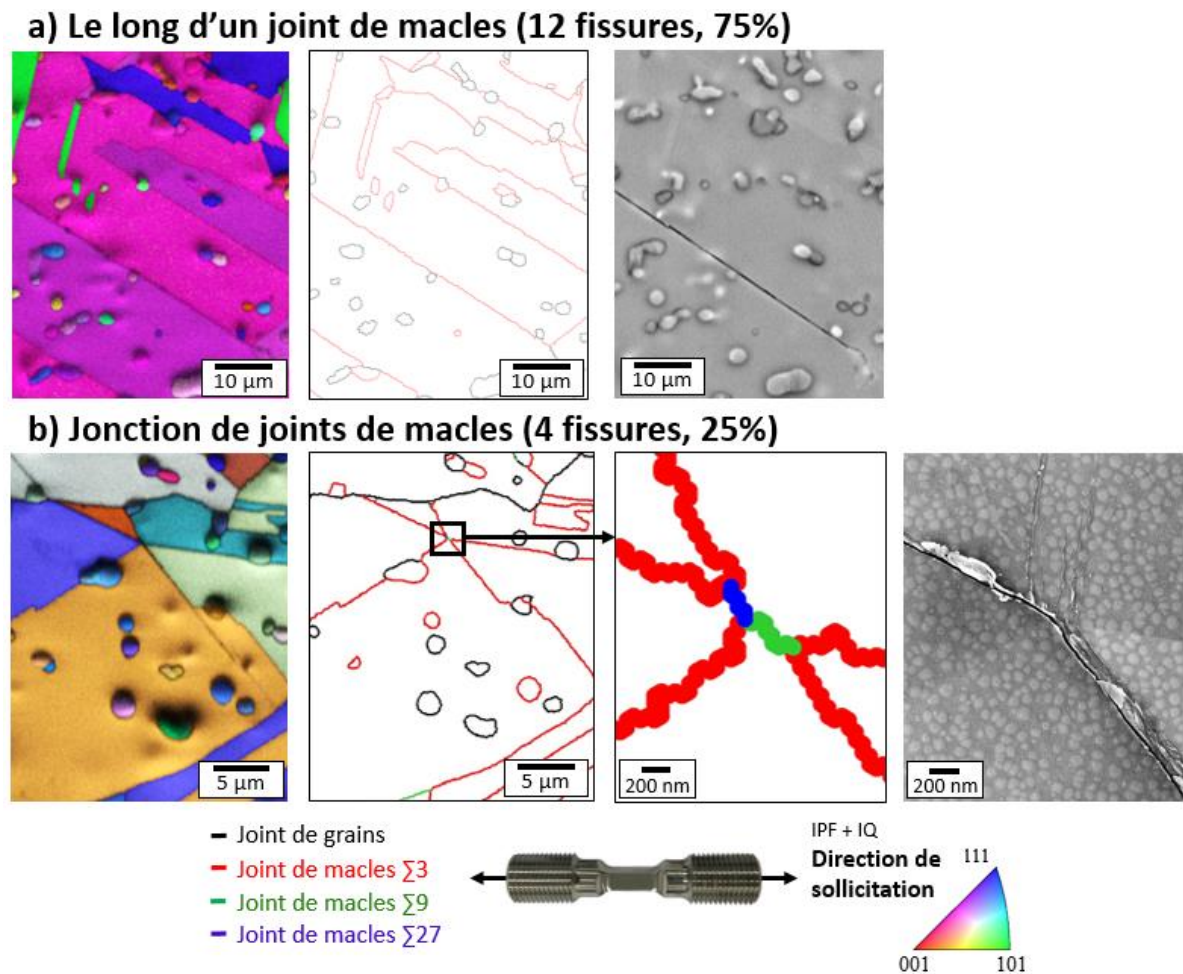


Figure 114 : Nature des sites d'amorçage identifiés sur la microstructure grossière. a) Exemple d'une fissure le long d'un joint de macles. b) Exemple d'une fissure à une jonction de joints de macles.

## V. Synthèse

Les résultats de la campagne d'essais de fatigue préliminaires conduits jusqu'à la rupture, réalisés avec la microstructure bimodale de référence, sur des éprouvettes cylindriques à température ambiante ont été présentés dans ce chapitre. L'analyse de la durée de vie et des faciès de rupture a permis la sélection 4 conditions favorisant l'amorçage en surface sur facettes cristallographiques. Des essais de fatigue sur des éprouvettes à section carrée ont ensuite été réalisés pour ces 4 conditions de chargement afin de constituer une base de données de sites d'amorçage et d'étudier leur nature. En complément, les nombreuses interruptions ont permis d'obtenir des informations sur la cinétique d'amorçage et de micro-propagation. Afin d'évaluer le rôle de la microstructure, une partie de la démarche a été reproduite en considérant une seconde microstructure appelée microstructure grossière.

Les courbes de durées de vie présentent une rupture de pente séparant les conditions de type LCF et HCF. L'amorçage des fissures fatales se produit quasi-systématiquement en surface sur des facettes cristallographiques, à l'exception d'une condition HCF à  $R = 0$  (durée de vie de 200 000 cycles) pour laquelle une compétition entre amorçage de la fissure fatale sur particules et sur facettes cristallographiques a été notée. En LCF, conformément aux résultats de la littérature, une forte densité de fissures s'amorce pour coalescer puis mener à la rupture de l'éprouvette. En HCF, la densité de fissures est très faible, donc la fissure fatale amorce puis se propage jusqu'à la rupture. Ces scénarios ont été vérifiés avec l'observation

des faciès de rupture (nombre de facettes cristallographiques), l'observation au MEB du fût des éprouvettes pour des essais interrompus et à l'observation des fûts des éprouvettes au microscope optique après la rupture.

Les essais interrompus sur des éprouvettes à section carrée ont conduit à une base de données de 353 fissures, ou sites d'amorçage analysés au MEB, à l'EBSD et au MEB-FEG. Les fissures détectées s'amorcent quasi-systématiquement dans les zones de gros grains de la microstructure bimodale. En LCF, à  $R = -1$ , à 5 % de la durée de vie, l'amorçage le long des joints de macles et transgranulaire a majoritairement été caractérisé. Des observations jusqu'à 25 % de la durée de vie suggèrent que la population de fissures transgranulaires va devenir majoritaire au cours de la durée de vie. En HCF, l'amorçage a lieu en grande majorité le long des joints de macles. Des fissures se sont également amorcées aux jonctions de joints de macles avec des proportions importantes en HCF à  $R = -1$ , cette configuration n'ayant pas été rapportée dans la littérature à notre connaissance. Les premiers amorçages en HCF s'amorcent très tôt dans la durée de vie, avant environ 5 % de la durée de vie en HCF à  $R = -1$  et  $R = 0$ . Ainsi, la majorité de la durée de vie est largement passée en micro-propagation et en propagation. Le suivi de la cinétique d'amorçage et de micro-propagation des fissures a montré que les fissures les plus longues en HCF sont des fissures apparues dans des gros grains tôt dans la durée de vie. Il a également été montré que la cinétique d'amorçage est plus rapide dans les gros grains avec les premières fissures qui amorcent dans les plus gros grains de la microstructure. A  $R = -1$ , les essais interrompus montrent que l'amorçage a lieu sur des joints de macles globalement moins longs qu'à  $R = 0$ , alors que les facettes cristallographiques sont plus petites à  $R = 0$  comparativement à  $R = -1$ .

Les durées de vie sont équivalentes entre la microstructure bimodale et la microstructure grossière à  $R = -1$ . Les fissures fatales s'amorcent également sur des facettes cristallographiques en surface. Comme pour la microstructure bimodale, l'amorçage a lieu le long et aux jonctions de joints de macles. Les fissures aux jonctions de joints de macles ne sont donc pas spécifiques à la microstructure bimodale.

La suite du manuscrit se concentre sur les 2 configurations d'amorçage majoritairement identifiées en lien avec les joints de macles : l'amorçage le long (chapitre 5) et aux jonctions de joints de macles (chapitre 6). Pour cela, certains des indicateurs de l'amorçage de fissures présentés dans le chapitre 1, basés sur l'analyse des configurations cristallographiques locales ont été analysés pour les différentes populations de sites d'amorçage. Des scénarios et des mécanismes d'amorçage sont ensuite discutés avec l'appui de ces analyses, d'observations à de fines échelles et de la connaissance précise de quelques zones d'amorçage. Pour finir, les résultats sont comparés aux caractéristiques des facettes cristallographiques dans le but de faire des liens avec la fissure fatale.

## Chapitre 5 : Fissures le long des joints de macles

Les essais de fatigue conduits jusqu'à rupture à température ambiante présentés dans le chapitre précédent ont mis en évidence une rupture quasi-systématique sur des facettes cristallographiques en surface. Celles-ci correspondent probablement à des amorçages impliquant les joints de macles. L'analyse des populations de fissures obtenues avec des essais interrompus montre en effet qu'une très forte proportion de sites d'amorçage a été identifiée le long des joints de macles. Cette configuration d'amorçage et les mécanismes d'endommagement associés sont étudiés dans ce chapitre.

Les grandeurs classiquement calculées dans la littérature pour ce type de configurations sont présentées pour les populations de fissures amorcées le long d'un joint de macles. De nettes différences sont mises en évidence entre la condition de type LCF et les conditions HCF (Figure 115.1). Les mécanismes d'amorçage sont ensuite discutés pour les 3 conditions de type HCF. L'analyse débute par la condition de référence à  $R = -1$  qui présente la base de donnée de sites d'amorçage la plus conséquente. Dans un second temps, les similarités et singularités relevées pour les 2 conditions à  $R = 0$  sont détaillées. L'analyse s'appuie sur la connaissance précise de quelques zones d'amorçage (Figure 115.2) et sur l'expertise individuelle des sites d'amorçage grâce à des observations fines au MEB-FEG (Figure 115.3) à différents instants de la durée de vie. En complément, une mesure de champs mécaniques en DIC à l'échelle des zones de gros grains et une reconstruction 3D FIB-EBSD étayent la discussion et appuient l'élaboration d'un scénario d'amorçage. Les résultats évoqués, obtenus à partir d'observations de surfaces sur des essais interrompus, sont également confrontés aux caractéristiques des facettes sur les faciès de rupture (Figure 115.4). L'objectif étant de discuter de la pertinence de notre analyse de l'amorçage des fissures secondaires vis-à-vis de la fissure fatale.

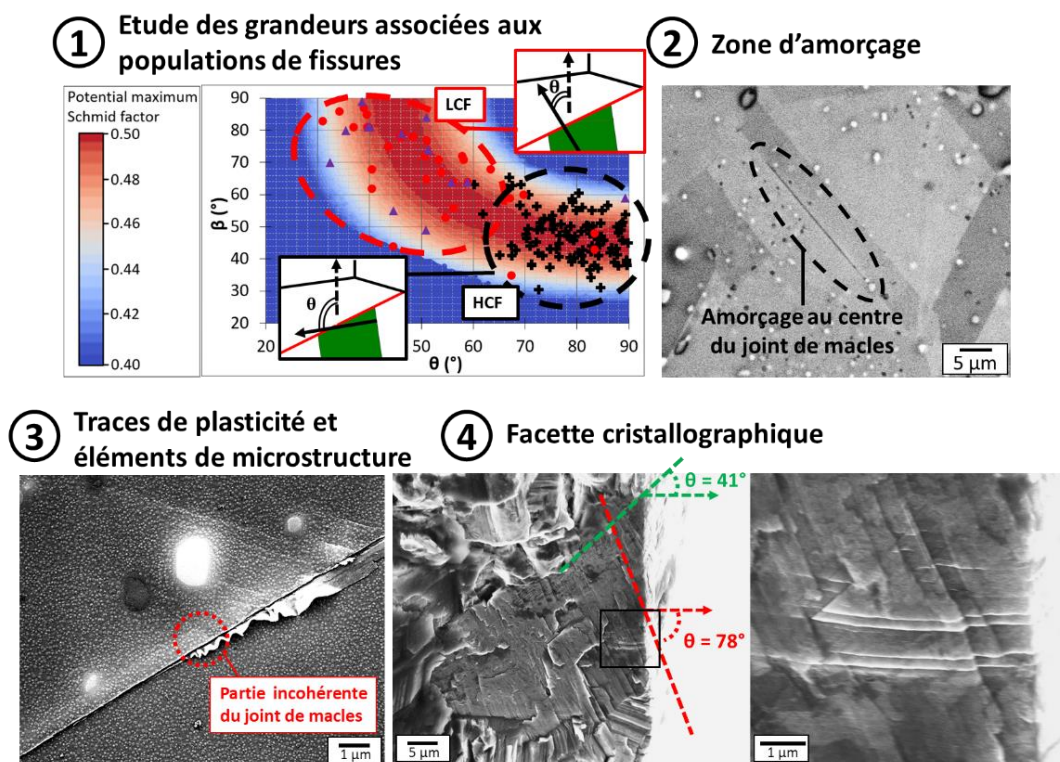


Figure 115 : Démarche d'analyse de l'amorçage le long d'un joint de macles illustré pour la condition de référence en HCF à  $R = -1$ .

# I. Etude statistique des configurations cristallographiques locales associées aux joints de macles

## I. 1. Grandeurs étudiées

Les configurations cristallographiques locales associées aux joints de macles sont décrites via les grandeurs listées ci-dessous et illustrées sur la Figure 116. Celles-ci sont classiquement utilisées pour l'analyse de l'amorçage de fissures de fatigue (voir dans chapitre 1). Elles ont été déterminées à partir de l'orientation cristallographique moyenne de chaque cristallite issue des mesures EBSD.

- La longueur du joint de macles en surface.
- Le facteur de Schmid maximal  $\mu$  d'une des 3 directions de glissement comprise dans le plan du joint de macles.
- La différence de module d'Young ( $\Delta E = |E1 - E2|$ ) suivant la direction de sollicitation des 2 cristallites de part et d'autre du joint de macles.
- L'angle  $\theta$  entre la direction de glissement active et la normale à la surface libre, l'angle  $\beta$  entre la trace du joint de macles en surface et la direction de sollicitation et l'angle  $\alpha$  entre la normale au plan de glissement actif et la normale à la surface libre.
- Les angles de **TWIST**, de **TILT** et le facteur  $ms = \cos(\text{TWIST}) * \cos(\text{TILT})$  [145] dont la définition est schématisée dans le chapitre 1 sur la Figure 57. Le détail du calcul de ces paramètres est donné en Annexe 11.

Ces grandeurs ont été calculées pour les populations de joints de macles fissurés et, à titre de comparaison, pour une population composée de 7125 joints de macles de la microstructure de l'étude (les joints de macles d'une longueur inférieure à 10  $\mu\text{m}$  ont été exclus).

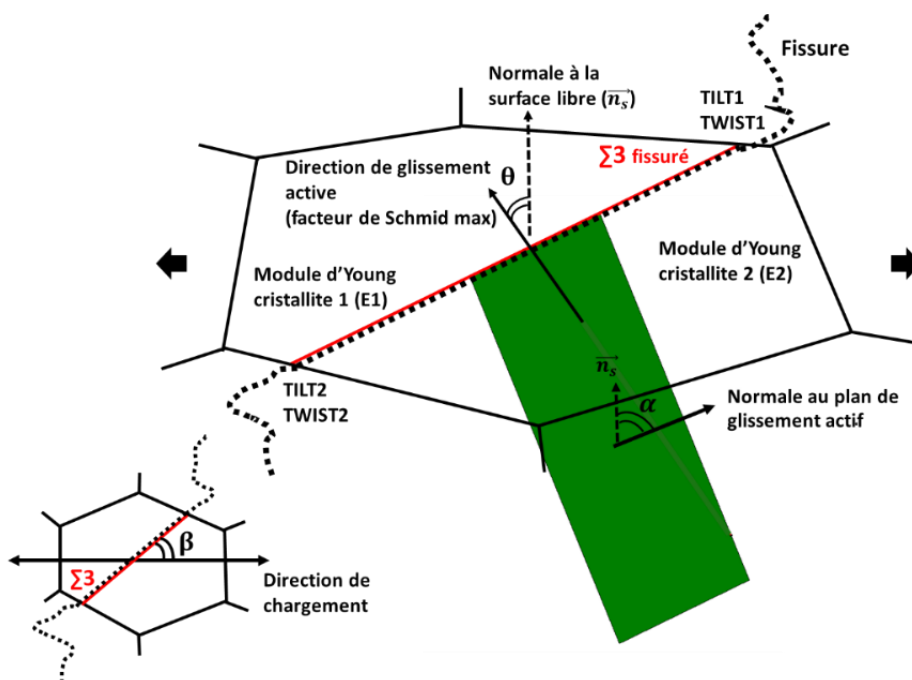


Figure 116 : Schéma des grandeurs étudiées pour caractériser un joint de macles fissuré.

Comme décrit dans le chapitre 1, la longueur des joints de macles, le facteur de Schmid et la différence de module d'Young sont calculés pour évaluer indirectement et qualitativement l'intensité de l'activité plastique le long d'un joint de macles. L'angle  $\theta$  est lui relevé pour analyser le potentiel d'une direction de glissement à faire émerger de hautes extrusions et de profondes intrusions en surface. L'angle de TWIST et de TILT sont utilisés afin d'évaluer la facilité du glissement à se transmettre dans les grains voisins à l'extrémité du joint de macles fissuré. En effet, comme décrit par Davidson en s'appuyant sur la notion de supergrain [123], une longueur de glissement importante induit par une transmission des bandes de glissement peut être favorable à l'amorçage.

Les résultats relatifs à la longueur des joints de macles fissurés, au facteur de Schmid, à la différence de module d'Young et aux angles  $\theta$ ,  $\alpha$  et  $\beta$  sont présentés dans cette partie. Les données traitant de l'angle de TWIST, de TILT et du facteur  $m_s$ , qui seront utilisées dans la discussion, sont données dans l'Annexe 13.

### I. 2. Résultats associés à la microstructure bimodale

#### I. 2. 1. Longueur des joints de macles

Des données relatives à la longueur des joints de macles fissurés sont présentées dans cette partie avec la Figure 117. Les histogrammes de longueur de joints de macles fissurés aux différentes interruptions et les écarts type associés sont donnés en Annexe 12. La valeur moyenne de la longueur de joints de macles fissurés a été calculée à chaque interruption. Son évolution au cours de la durée de vie pour les différentes conditions de sollicitation est présentée sur la Figure 117.a. Le nombre de joints de macles fissurés est donné en complément sur la Figure 117.b. Pour finir, à titre de comparaison avec la taille de grains de la microstructure, l'histogramme de taille de grains reconstruits sans les joints de macles  $\Sigma 3$  est rappelé sur la Figure 117.c.

Comme attendu, la longueur moyenne des joints de macles fissurés est globalement supérieure à la taille de grains moyenne. Du fait de l'amorçage quasi-systématique dans les zones de gros grains, il est possible que ce point soit d'autant plus marqué dans cette microstructure bimodale comparativement à une microstructure homogène. Une nette diminution de la moyenne des longueurs de joints de macles fissurés est mise en évidence pour les 2 conditions HCF dont les essais ont subi beaucoup d'interruptions (Figure 117.a). Au tout début de la durée de vie, pour ces 2 conditions, le nombre de joints de macles fissuré est très faible (Figure 117.b) et leur longueur semble correspondre aux plus gros grains de la microstructure (Figure 117.c). En revanche, après 10 % de la durée de vie, la longueur moyenne diminue à cause de l'amorçage d'un nombre important de fissures le long de joints de macles plus courts (Figure 117.a.b). La diminution de la longueur moyenne des joints de macles fissurés en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  est plus rapide à  $R = -1$  qu'à  $R = 0$ . Cela signifie qu'à iso-amplitude de déformation, pour un même pourcentage de durée de vie, des joints de macles moins longs amorcent des fissures à  $R = -1$ . Les joints de macles fissurés en HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  à  $R = 0$  sont nettement plus longs que pour toutes les autres conditions. Ce constat est très net à 50 % de la durée de vie.

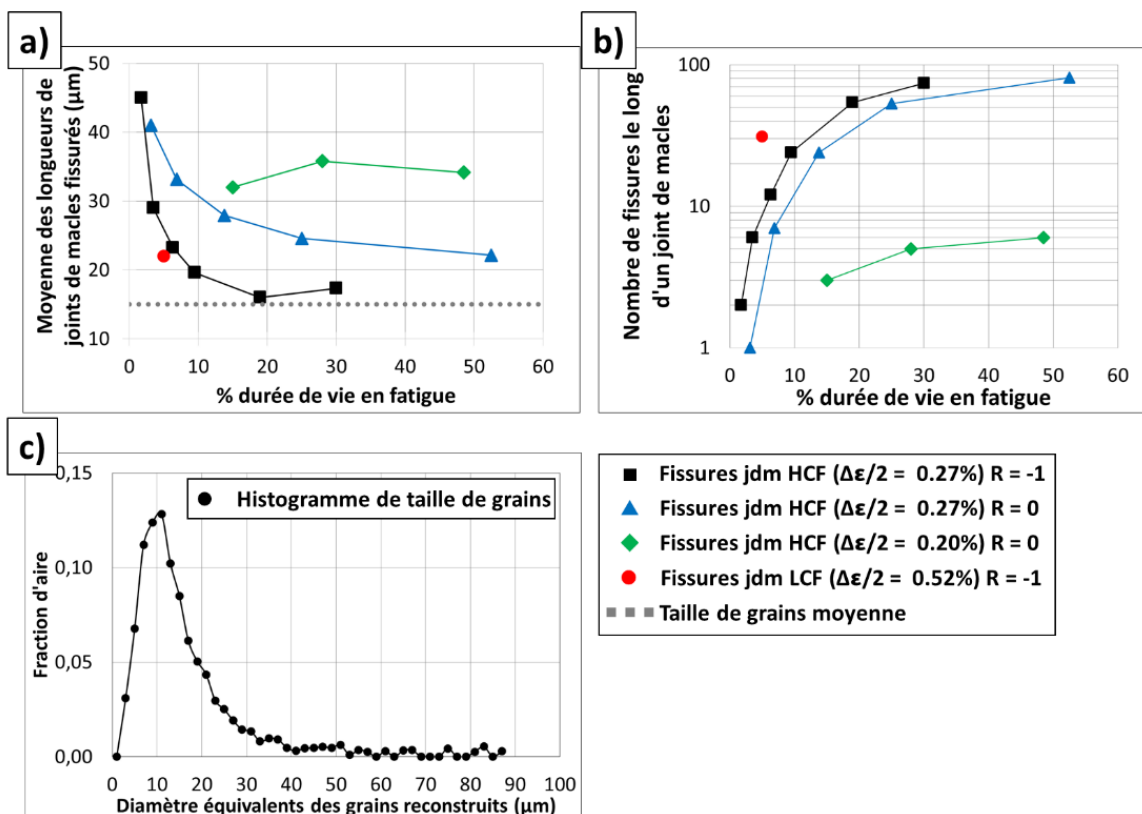


Figure 117 : Longueur des joints de macles fissurés pour les 4 conditions de chargement. a) Longueur moyenne. b) Nombre de fissures le long d'un joint de macles. c) Histogramme de taille de grains reconstruits sans les joints de macles.

### I. 2. 2. Facteur de Schmid et différence de module d'Young

Le Tableau 7, la Figure 118 et la Figure 119 (inspirée de [2]) présentent les résultats relatifs au facteur de Schmid et à la différence de module d'Young. Comme attendu, les joints de macles fissurés sont associés à des facteurs de Schmid élevés en moyenne par rapport à la population de joints de macles. Les valeurs des 3 conditions HCF sont proches avec des facteurs de Schmid légèrement plus élevés que pour la condition LCF à R = -1. La différence de module d'Young est comparable entre les différentes conditions de chargement. Elle est également plus faible en moyenne pour les joints de macles fissurés comparativement à la population de 7125 joints de macles.

Tableau 7 : Moyenne et écart type du facteur de Schmid et de la différence de module d'Young.

	Population	Facteur de Schmid ( $\mu$ )		Différence de module d'Young ( $\Delta E$ )	
		Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
<b>LCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,52\%</math>) R = -1</b> <b>Amorçage le long d'un joint de macles</b>	31	0,450	0,043	44 GPa	35 GPa
<b>LCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,52\%</math>) R = -1</b> <b>Amorçage transgranulaire</b>	14	0,467	0,028	-	-
<b>HCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,27\%</math>) R = -1</b> <b>Amorçage le long d'un joint de macles</b>	79	0,480	0,019	47 GPa	31 GPa
<b>HCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,20\%</math>) R = 0</b> <b>Amorçage le long d'un joint de macles</b>	4	0,481	0,009	45 GPa	31 GPa
<b>HCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,27\%</math>) R = 0</b> <b>Amorçage le long d'un joint de macles</b>	19	0,472	0,020	49 GPa	26 GPa
<b>HCF (moyenne de toutes les conditions)</b> <b>Amorçage le long d'un joint de macles</b>	102	0,478	0,016	47 GPa	29 GPa
<b>Population de joints de macles</b>	7125	0,330	0,139	75 GPa	56 GPa

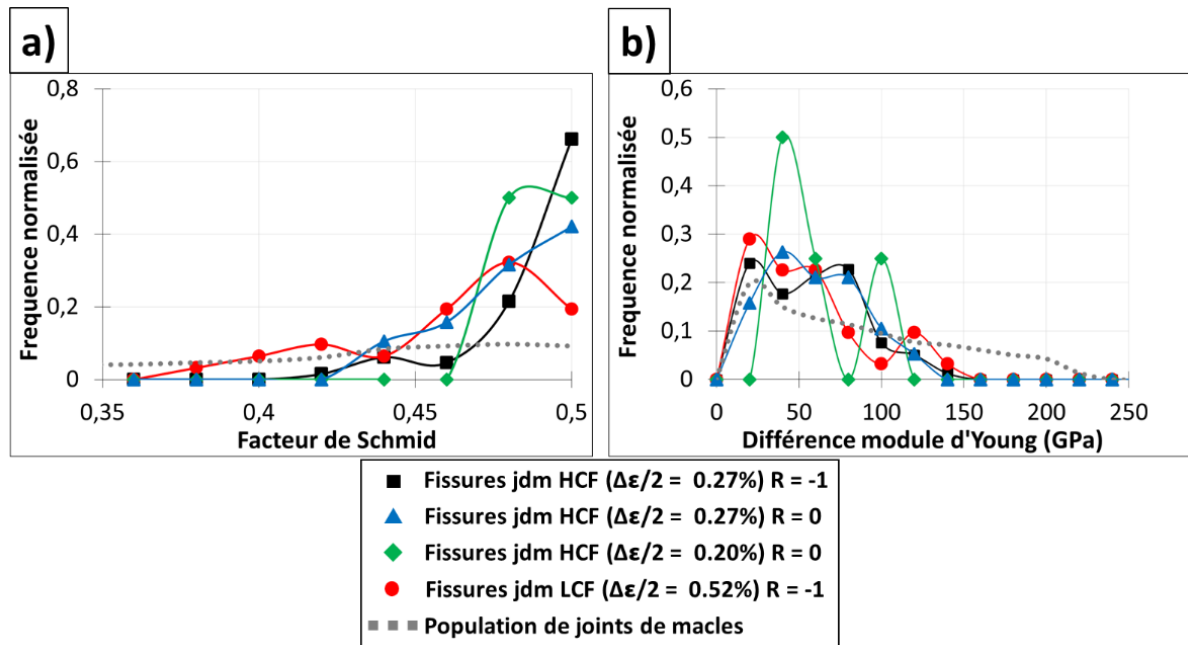


Figure 118 : Histogramme en fréquence normalisée du a) facteur de Schmid et de la b) différence de modules d'Young pour les joints de macles fissurés et pour la population de 7125 joints de macles.



Le domaine particulier à hauts facteurs de Schmid associé à l’amorçage est clairement mis en avant sur la Figure 119. Les conditions combinées entre facteur de Schmid et différence de module d’Young conduisant à l’amorçage définissent un domaine restreint. Celui-ci est cependant plus étendu que le domaine décrit par Stinville and al. [2]. Aucune corrélation plus précise entre les longueurs des joints de macles fissurés, le facteur de Schmid et la différence de module d’Young n’a été mise en évidence.

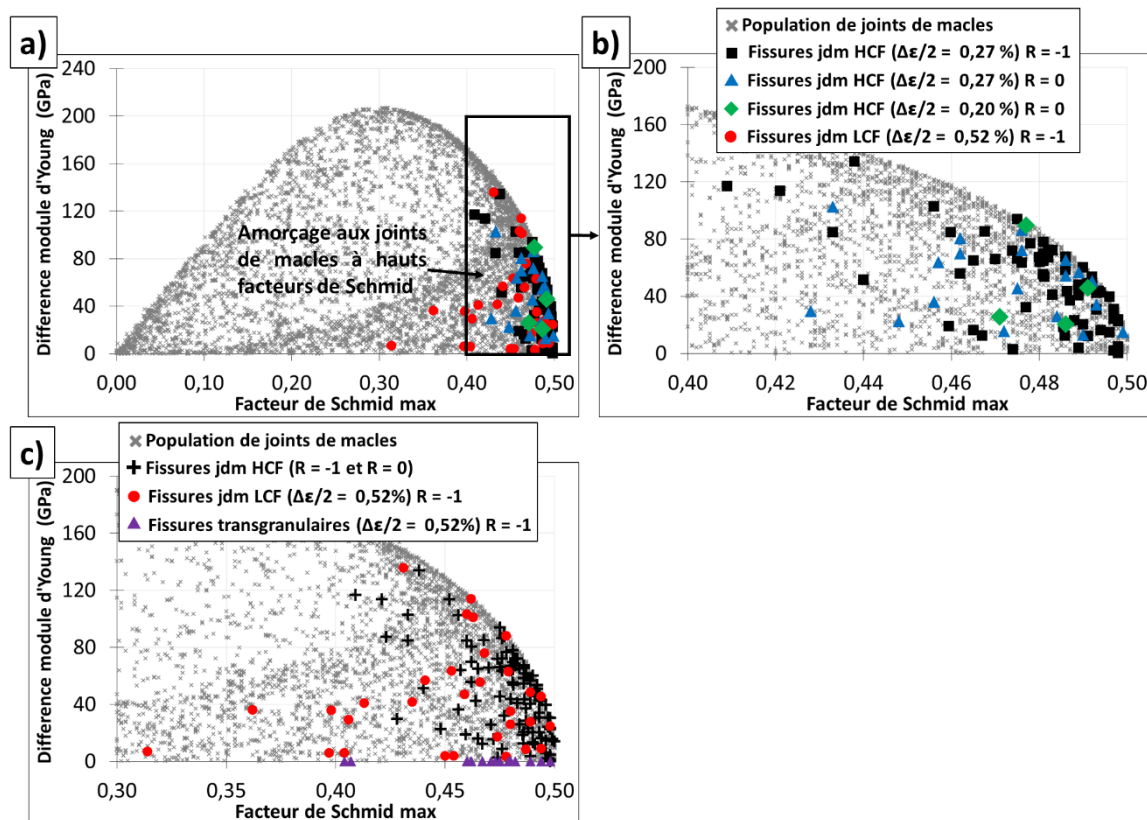


Figure 119 : Différence de module d’Young en fonction du facteur de Schmid pour les joints de macles fissurés et une population de 7125 joints de macles. a) Toutes les conditions de chargement. b) Comparaison entre les conditions HCF. c) Comparaison entre les conditions HCF et LCF.

### 1. 2. 3. Angles $\theta$ , $\alpha$ et $\beta$ (orientation des systèmes de glissement par rapport à la surface libre et à la direction de traction)

Le Tableau 8 et la Figure 120 présentent les données relatives aux angles  $\theta$ ,  $\alpha$  et  $\beta$ . Les résultats sont similaires pour les conditions de type HCF. Par contre, les plages des angles  $\theta$  et  $\beta$  sont différentes entre les conditions LCF et HCF. En HCF, pour les 3 conditions de chargement confondues, les angles  $\theta$  sont strictement compris entre  $65^\circ$  et  $90^\circ$  avec une moyenne de  $79^\circ$ . Beaucoup de directions de glissement sont donc presque parallèles à la surface libre. Dans ce cas, on dira que l’incidence des directions de glissement actives par rapport à la surface libre est faible. Au contraire, en LCF, l’incidence des directions de glissement par rapport à la surface libre est nettement plus importante (moyenne de  $\theta$  égale à  $52^\circ$ ) avec la majorité des valeurs de  $\theta$  qui sont comprises entre  $30^\circ$  et  $75^\circ$ .

Des écarts sont également présent entre les conditions de type HCF et LCF concernant l’angle  $\beta$ . En HCF la moyenne est de  $47^\circ$  alors qu’elle est de  $68^\circ$  en LCF. Les différences sont moins marquées sur l’angle  $\alpha$  entre les conditions LCF et HCF.

Il est important de noter qu’en LCF l’amorçage transgranulaire est associé aux mêmes angles  $\theta$ ,  $\beta$  et  $\alpha$  que l’amorçage le long des joints de macles.

Tableau 8 : Moyennes et écarts types des angles  $\theta$ ,  $\beta$ ,  $\alpha$  pour les différentes conditions de chargement et pour une population de 7125 joints de macles.

	Population	$\theta$		$\beta$		$\alpha$	
		Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
<b>LCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,52\%</math>) R = -1</b> Amorçage le long d'un joint de macles	31	52°	13°	68°	13°	61°	9°
<b>LCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,52\%</math>) R = -1</b> Amorçage transgranulaire	14	49°	14°	71°	12°	56°	7°
<b>HCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,27\%</math>) R = -1</b> Amorçage le long d'un joint de macles	79	79°	7°	47°	7°	74°	9°
<b>HCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,20\%</math>) R = 0</b> Amorçage le long d'un joint de macles	4	77°	6°	46°	7°	77°	12°
<b>HCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,27\%</math>) R = 0</b> Amorçage le long d'un joint de macles	19	79°	7°	49°	8°	77°	8°
<b>HCF (moyenne de toutes les conditions)</b> Amorçage le long d'un joint de macles	102	79°	7°	47°	7°	76°	9°
Population de joints de macles	7125	67°	16°	45°	26°	61°	19°

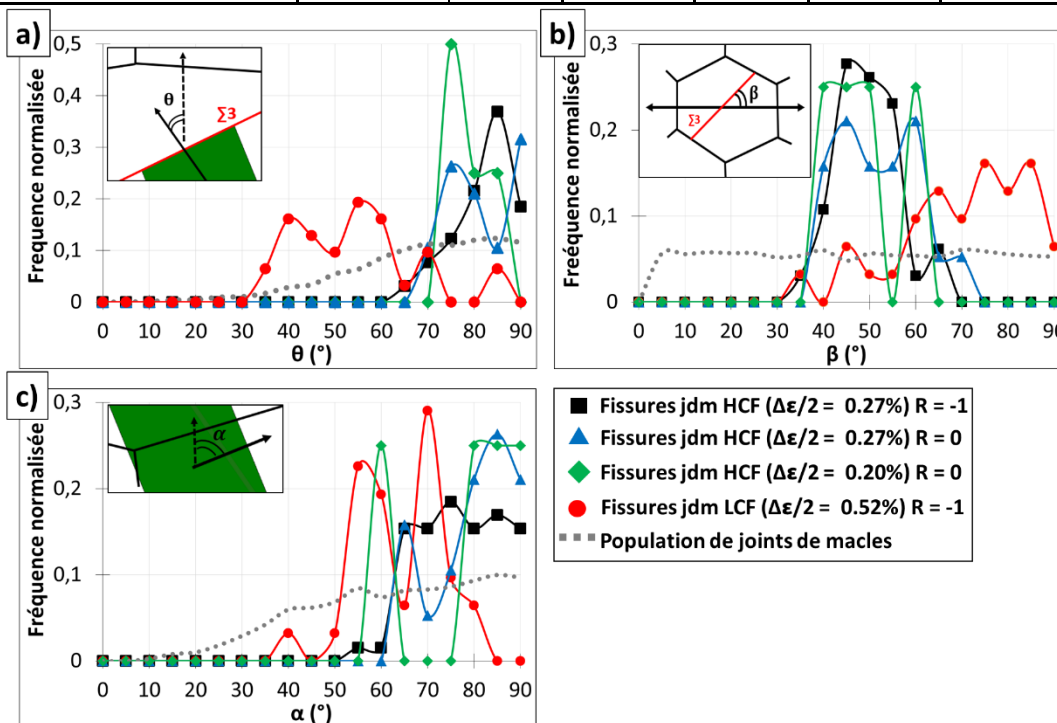


Figure 120 : Histogramme en fréquence normalisée des angles  $\theta$ ,  $\beta$ ,  $\alpha$  associés aux joints de macles fissurés et à la population de 7125 joints de macles. a)  $\theta$ . b)  $\beta$ . c)  $\alpha$ .

Afin de compléter l'analyse, le facteur de Schmid maximal associé aux systèmes de glissement actifs est reporté pour 40 000 orientations cristallographiques tirées aléatoirement ainsi que pour les fissures en fonction des paires d'angles ( $\beta$ ,  $\theta$ ) et ( $\alpha$ ,  $\theta$ ) (respectivement Figure 121 et Figure 122).  $\theta$ ,  $\beta$  et  $\alpha$  fixent géométriquement le système de glissement actif par rapport à la direction de sollicitation, ils déterminent donc le facteur de Schmid. La Figure 121.c et la Figure 122.c reportent ces informations sous la forme de graphiques 3D avec un facteur de Schmid exprimé via un code de couleur. Les graphiques 3D mettent en évidence que des paires d'angles sont incompatibles. Par exemple il est impossible d'avoir un plan de glissement actif parallèle à la surface libre ( $\alpha = 0$ ) et une direction de glissement active perpendiculaire à la surface libre ( $\theta = 0$ ).

Pour simplifier la lecture des résultats, une vue 2D est proposée sur la Figure 121.a.b et la Figure 122.a.b. Dans ces graphiques, les points correspondant à des fissures sont ajoutés. Dans tous les cas, HCF comme LCF, les fissures se forment pour des configurations donnant lieu à de forts, voire de très forts facteurs de Schmid. Par contre, l'amorçage le long d'un joint de macles (points rouges) et transgranulaire (triangles bleus) en LCF se forment pour des domaines angulaires différents de l'amorçage le long d'un joint de macles en HCF (croix noires). Ce résultat indique probablement différents mécanismes d'amorçage entre les conditions de type HCF et LCF.

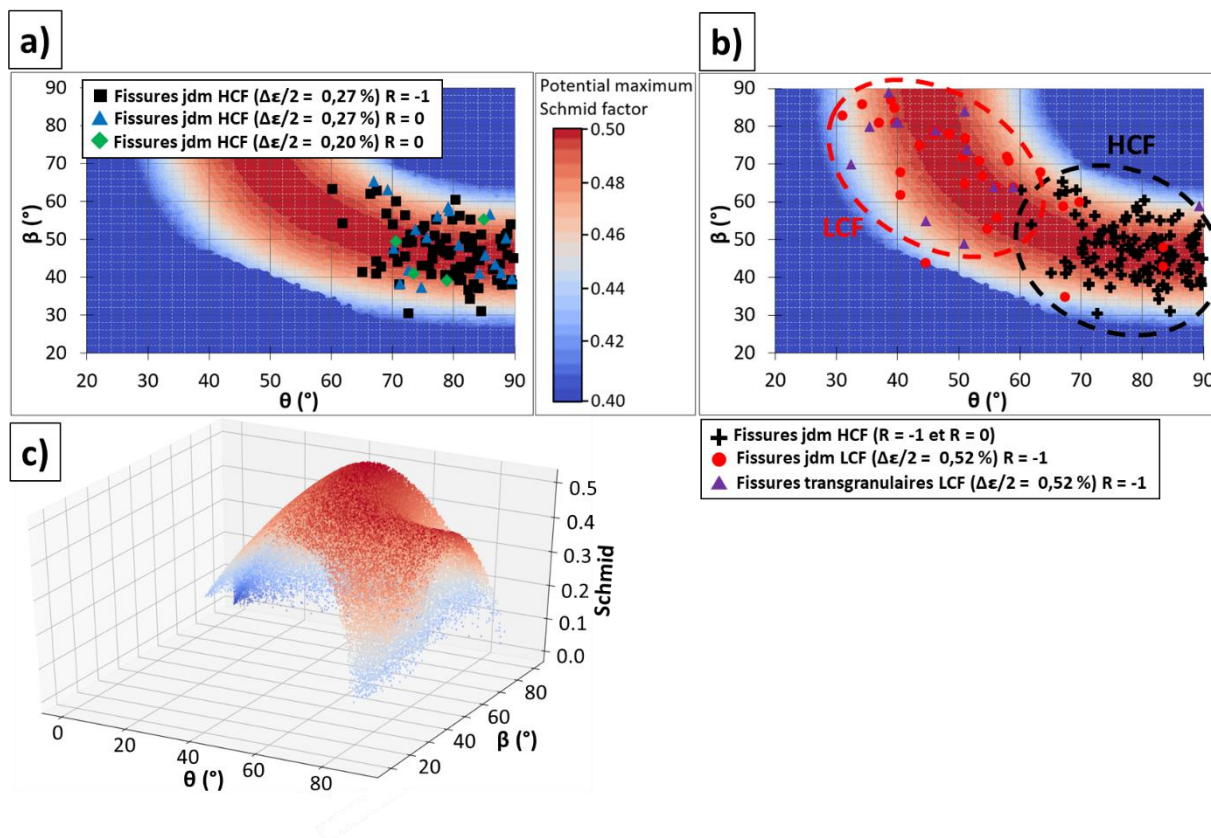


Figure 121 : Angles  $\theta$  et  $\beta$  des joints de macles fissurés et de 40 000 orientations cristallographiques tirées aléatoirement. La carte de couleurs est obtenue en projetant la surface supérieure du graphique en 3D. a) Comparaison des conditions de type bas niveau de chargement HCF. b) Comparaison des conditions HCF et LCF à  $R = -1$  pour les fissures le long des joints de macles et les fissures transgranulaires. c) Graphique 3D associé aux 40 000 orientations cristallographiques tirées aléatoirement.

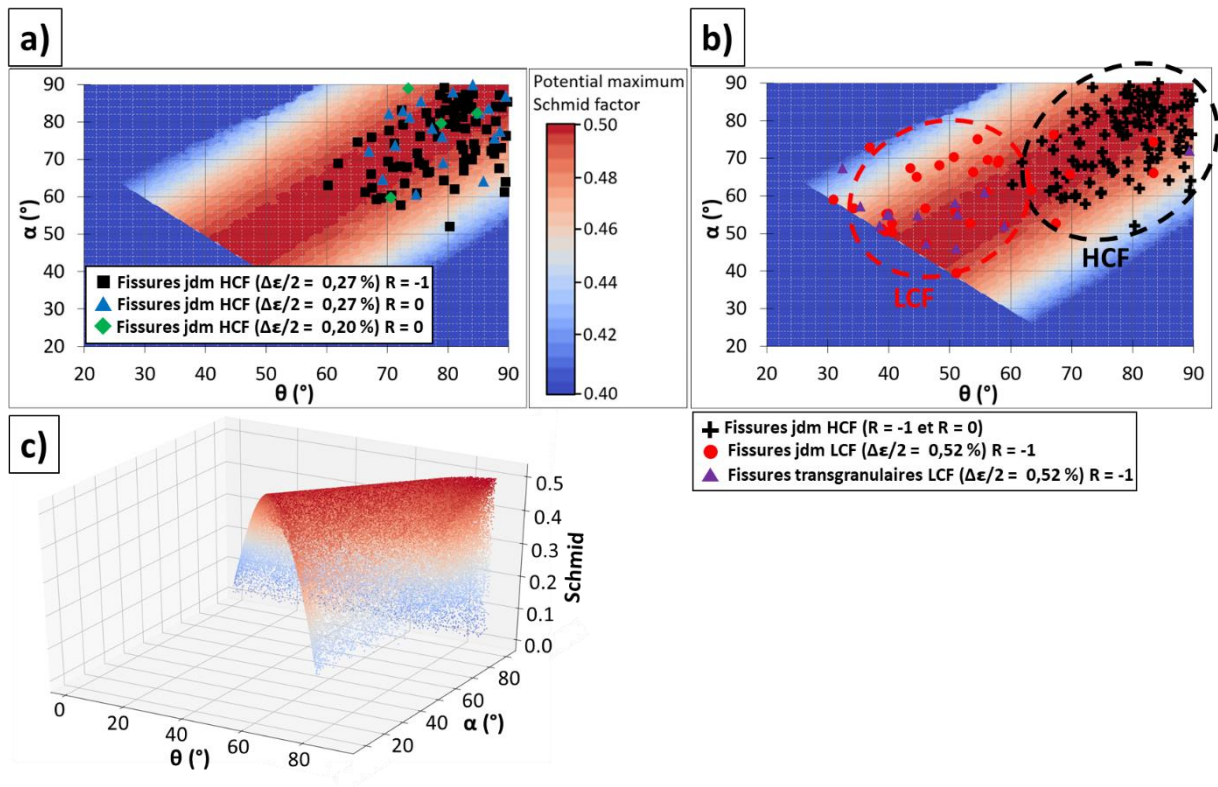


Figure 122 : Angles  $\theta$  et  $\alpha$  des joints de macles fissurés et de 40 000 orientations cristallographiques tirées aléatoirement. a) Comparaison des conditions de type bas niveau de chargement HCF. b) Comparaison des conditions HCF et LCF à  $R = -1$  pour les fissures le long des joints de macles et les fissures transgranulaires. c) Graphique 3D associé aux 40 000 orientations cristallographiques tirées aléatoirement.

### I. 3. Résultats pour la microstructure grossière

Les grandeurs étudiées dans le paragraphe précédent (facteur de Schmid, différence de module d'Young et les angles  $\theta$ ,  $\beta$  et  $\alpha$ ) ont également été caractérisées pour les 12 joints de macles fissurés de la microstructure dite « grossière » testée pour une condition de type HCF à  $R = -1$ . Le Tableau 9 présente d'abord les moyennes et les écarts types. Ensuite, similairement à l'analyse réalisée sur la microstructure bimodale, la Figure 123 et la Figure 124 montrent respectivement la différence de module d'Young en fonction du facteur de Schmid et les graphiques 2D relatifs aux angles  $\theta$ ,  $\beta$  et  $\alpha$ .

Les résultats concernant les joints de macles fissurés de la microstructure grossière sont globalement tout à fait similaires à ceux de la microstructure bimodale. En effet, les angles  $\theta$ ,  $\beta$  et  $\alpha$  occupent des plages de valeurs similaires (Figure 124). Néanmoins, le facteur de Schmid est en moyenne un peu moins élevé dans le cas de la microstructure grossière (Tableau 9 et Figure 123). La littérature indique en effet que la présence de gros grains, donc de joints de macles plus longs, permet d'amorcer des fissures le long de joints de macles à plus faible facteur de Schmid et / ou à plus faible différence de module d'Young [2].

Tableau 9 : Moyenne et écart type des grandeurs identifiées.

	Population	Différence de module d'Young ( $\Delta E$ )		Facteur de Schmid		$\theta$		$\beta$		$\alpha$	
		Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
<b>Microstructure grossière</b> HCF R = -1	12	61 GPa	27 GPa	0,465	0,023	82°	5°	46°	11°	72°	10°
<b>Microstructure bimodale</b> HCF R = -1 et R = 0	102	47 GPa	29 GPa	0,478	0,019	79°	7°	47°	7°	75°	9°
<b>Population de joints de macles</b>	7125	75 GPa	56 GPa	0,330	0,139	67°	16°	45°	26°	60°	19°

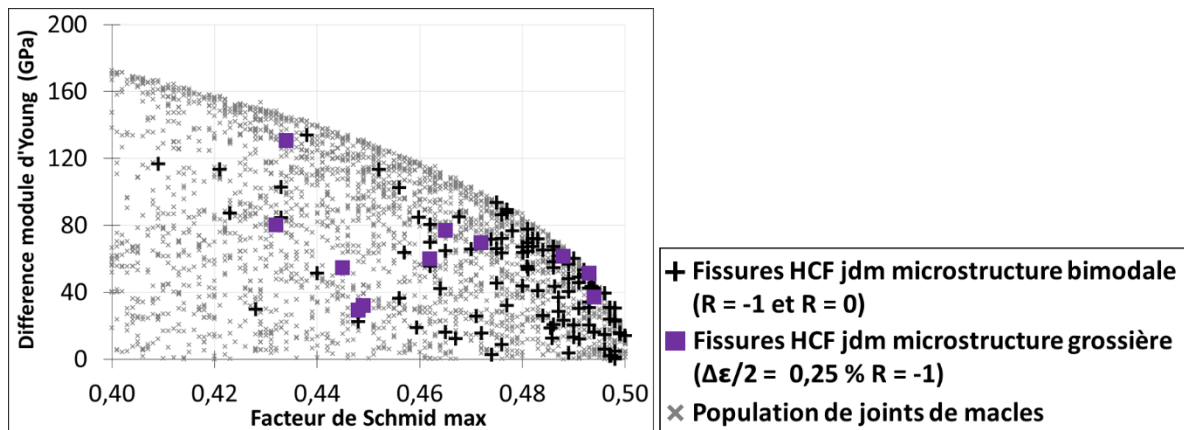


Figure 123 : Différence de module d'Young en fonction du facteur de Schmid.

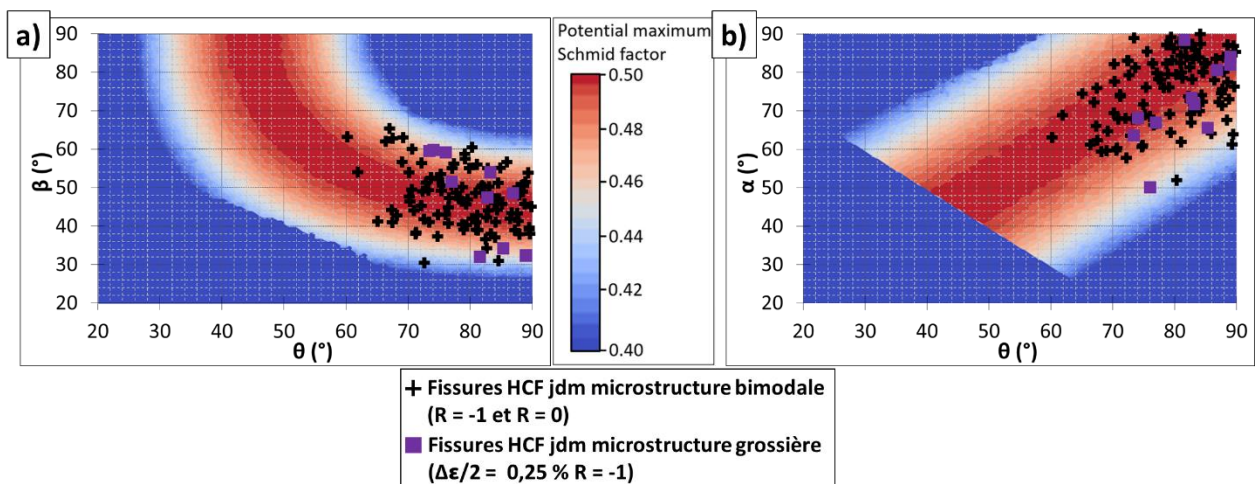


Figure 124 : Angles  $\theta$ ,  $\beta$ ,  $\alpha$  des joints de macles fissurés et de 40 000 orientations cristallographiques tirées aléatoirement. Comparaison entre la microstructure bimodale et la microstructure grossière en HCF à R = -1. a)  $\theta$ ,  $\beta$ . b)  $\theta$ ,  $\alpha$ .

## I. 4. Bilan intermédiaire et discussion

Les configurations cristallographiques locales favorisant l'amorçage le long des joints de macles ont été étudiées en comparant les populations de fissures à une population de 7125 joints de macles de la microstructure bimodale. Les grandeurs étudiées (facteur de Schmid, différence de module d'Young et les angles  $\theta$ ,  $\beta$  et  $\alpha$ ) ont été comparées entre les 4 conditions de chargement. En HCF à  $R = -1$ , les résultats similaires entre la microstructure bimodale et la microstructure dite « grossière » suggèrent que les mécanismes d'endommagement mis en jeu le long des joints de macles sont proches d'une microstructure à l'autre.

La majorité des sites d'amorçage étudiés ont en commun de mettre en jeu un facteur de Schmid particulièrement élevé. Comme attendu, c'est d'autant plus le cas que l'amplitude de déformation totale imposée est faible. La différence de module d'Young de part et d'autre du joint de macles associée aux fissures est moins importante, en moyenne, que celle de la population de joints de macles. L'analyse des configurations locales favorisant l'amorçage de fissures au niveau des joints de macles basée sur ces deux grandeurs (facteur de Schmid et différence de module d'Young) conduit à des conclusions similaires à celles de la littérature [2,26,43,123,127]. Cependant certaines tendances sont moins claires ou presque inexistantes, notamment celles concernant les domaines paramétriques associés au facteur de Schmid, à la différence de module d'Young et à la longueur des joints de macles décrit dans [2] sur le superalliage René88DT en HCF et en VHCF. Dans notre étude, une relation, bien que peu claire, peut être évoquée entre le facteur de Schmid et la différence de module d'Young. Cependant, aucune relation n'a été mise en évidence entre ces 2 paramètres et la longueur des joints de macles fissurés. Le facteur de Schmid et la différence de module d'Young ne peuvent pas constituer à eux seuls un critère d'amorçage car beaucoup de joints de macles dans la microstructure possèdent les mêmes caractéristiques et n'amorcent pas de fissures. Comme exposé dans le chapitre 1, le facteur de Schmid et la différence de module d'Young sont des grandeurs trop indirectes pour estimer la cission résolue sur un système de glissement. L'accès à cette information nécessite la mise en œuvre de techniques de mesures de champs et / ou des simulations en champs complets.

Des plages d'angles  $\theta$  et  $\beta$  ont également été identifiées comme favorisant l'endommagement. Les valeurs mises en jeu dépendent fortement du niveau de chargement indépendamment du facteur de Schmid. Les configurations typiques identifiées en HCF et en LCF sont schématisées sur la Figure 125. En HCF, après l'analyse d'une population de 102 fissures, la direction de glissement active parallèle au joint de macles fissuré est presque parallèle à la surface libre ( $\theta = 79^\circ$  en moyenne) et la trace du joint de macles en surface est orientée en moyenne à  $\beta = 47^\circ$  par rapport à la direction de chargement. En LCF, après l'analyse d'une population de 31 fissures, l'incidence de la direction de glissement par rapport à la surface libre est importante ( $\theta = 52^\circ$  en moyenne) avec une trace du joint de macles en surface présentant une valeur de  $\beta$  supérieure à celles des conditions HCF ( $\beta = 68^\circ$  en moyenne). L'amorçage transgranulaire a des caractéristiques tout à fait similaires à l'amorçage le long d'un joint de macles en LCF. La configuration en HCF est très proche de la configuration idéale appelée facette bien orientée de type A par Sauzay & Jourdan [146]. Dans une moindre mesure, les configurations typiques observées en LCF sont proches d'une facette bien orientée de type B.

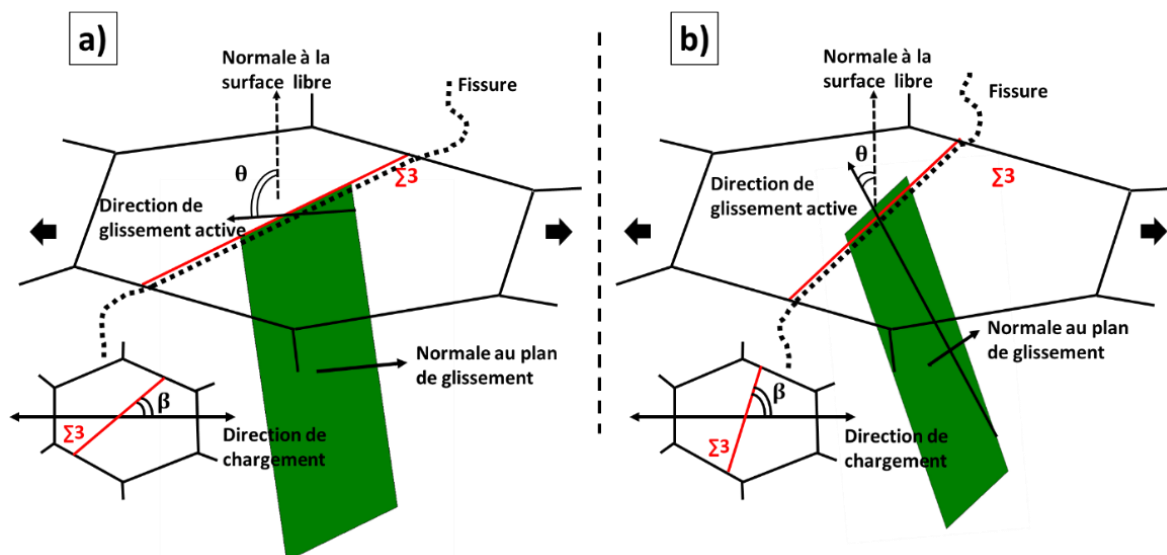


Figure 125 : Schéma des configurations typiques du système de glissement actif le long d'un joint de macles fissuré en a) HCF et en b) LCF.

L'analyse d'un grand nombre de fissures à l'EBSD et au MEB-FEG montre que la position de la fissure par rapport au joint de macles et les caractéristiques des bandes de glissement associées (Figure 126) peuvent différer en HCF et en LCF. En HCF, la fissure semble se trouver sur (ou à quelques nanomètres) le joint de macles. La discussion concernant la position de la fissure par rapport au joint de macles est également évoquée un peu plus tard dans ce chapitre avec des fissures qui s'amorcent proche d'une « marche incohérente » le long d'un joint de macles. Les extrusions observées peuvent avoir une hauteur plus ou moins importante (voir dans la partie suivante) mais sont systématiquement très fines (Figure 126.a). Elles semblent être induites par de l'activité sur un plan de glissement ou plusieurs plans très proches les uns des autres. Les morphologies observées en HCF sont cohérentes avec d'autres études de la littérature [2,4,128]. En LCF, la fissure s'amorce souvent dans plusieurs bandes de glissement parallèles les unes aux autres, parfois nettement à côté du joint de macles (Figure 126.b). Des observations fines au MET reportent que les bandes de glissement en fatigue se développent plutôt juste à côté des joints de macles [4].

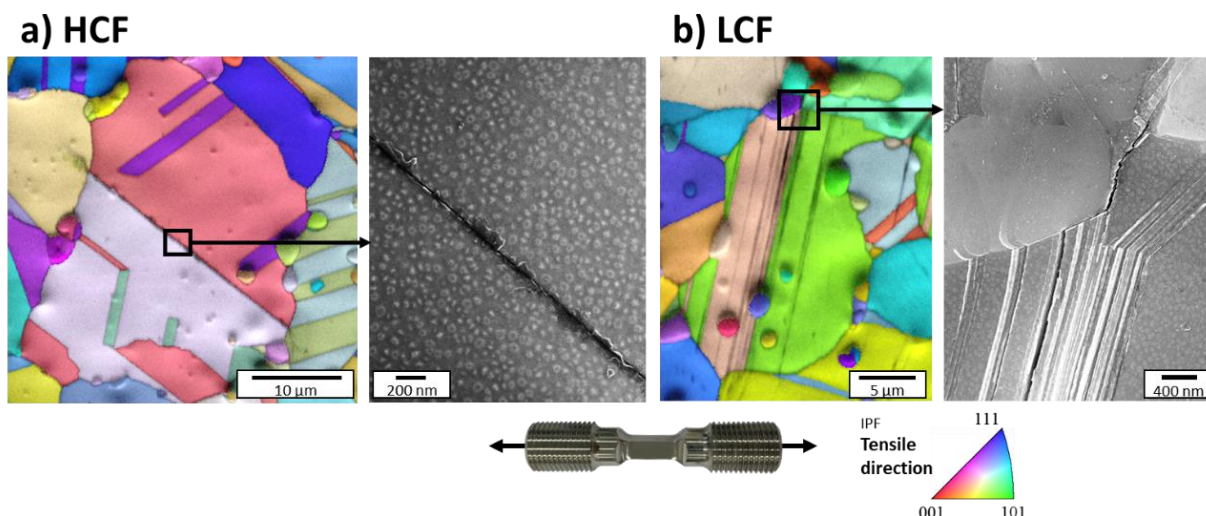


Figure 126 : Exemples de fissures amorcées le long d'un joint de macles (EBSD et MEB-FEG à fort grandissement). a) HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$ . b) LCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,52\%$  à  $R = -1$ .

Les configurations locales favorisant la formation de fissures en LCF, que ce soit le long d'un joint de macles ou le long d'une bande de glissement transgranulaire, correspondent à une incidence élevée de la direction de glissement active par rapport à la surface libre. La littérature montre qu'une telle orientation est favorable à la formation de hautes extrusions [89] (schéma Figure 127.a). Pour rappel, la hauteur des extrusions a été identifiée comme un possible critère d'amorçage associé à un endommagement dans les microreliefs des bandes de glissement. Ce point a fait l'objet de plusieurs études réalisées en majorité sur des aciers inoxydables austénitiques [15,17,19,88,133,134,147]. Il est donc possible qu'il en soit de même en LCF dans notre étude.

Au contraire, pour les conditions de type HCF (à  $R = -1$  et à  $R = 0$ ), la direction de glissement presque parallèle à la surface libre n'est pas favorable à l'émergence de microreliefs prononcés en surface (schéma Figure 127.b). Les résultats similaires à  $R = -1$  sur la microstructure plus grossière laissent à penser que cette caractéristique remarquable ne dépend pas de la microstructure granulaire. Dans une bien moindre mesure, de faibles incidences des directions de glissement par rapport à la surface libre ont été reportées dans l'étude de Stinville and al. [2] dans le cas de l'amorçage le long d'un joint de macles, notamment en VHCF. Il est expliqué dans cette étude qu'une direction de glissement parallèle à la surface libre libère peu de dislocations en surface. Ainsi, ce type de configuration serait favorable à l'accumulation de la déformation plastique. Jiang and al. [128] ont également montré grâce à des mesures de champs en DIC qu'un glissement à faible incidence peut être corrélé à une déformation importante par cisaillement dans le plan de la surface libre le long d'un joint de macles. Il est également possible de penser que l'activation du glissement suivant une direction quasiment parallèle à la surface libre est favorable à l'accumulation des dislocations sur un joint de grains à l'extrémité du joint de macles. Dans ce cas, si le glissement est difficile à transmettre dans le grain voisin, un micro-volume pourrait se créer et induire l'amorçage d'une fissure [26,137]. Les angles de TWIST élevés caractérisés en HCF à  $R = -1$ , dont les résultats sont présentés dans l'Annexe 13, pourraient aller dans ce sens.

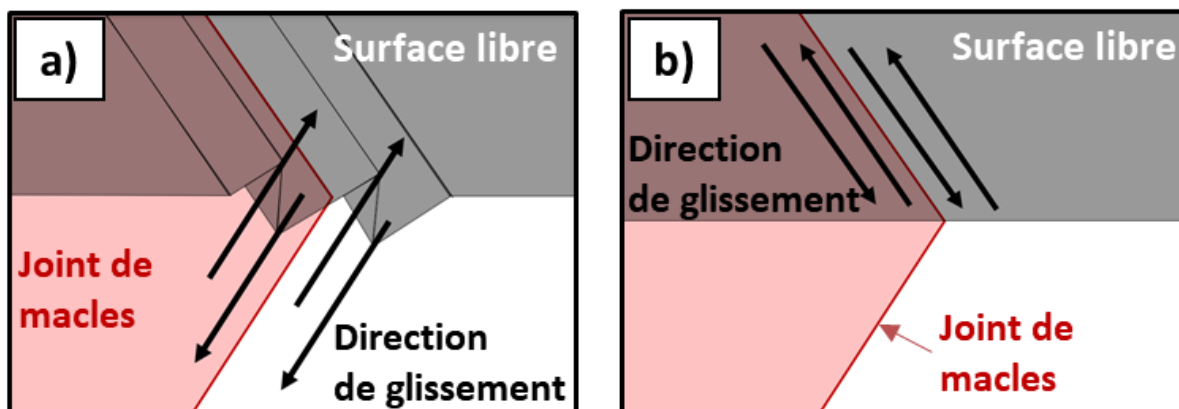


Figure 127 : Schémas des microreliefs induits le long d'un joint de macles en fonction de l'orientation de la direction de glissement active en a) LCF et en b) HCF.

Les données relatives aux populations de fissures établies ne suffisent pas à décrire totalement le ou les mécanismes d'endommagement en conditions HCF. En effet, l'amorçage a systématiquement lieu en surface malgré l'orientation de la direction de glissement qui est peu propice à l'émergence de microreliefs ayant des morphologies favorables à la formation d'une fissure. Il est alors possible que l'endommagement débute à l'extrémité du joint de macles. Il pourrait être induit par l'accumulation de dislocations sur un joint de grains dans le cas d'une transmission du glissement difficile dans le grain voisin avec la possible formation d'un micro volume. Pour rappel, comme décrit dans le chapitre 1, la transmission facile du



glissement peut aussi être associée à l'amorçage du fait de l'augmentation de la longueur de glissement [123]. Dans notre étude, ce scénario pourrait être envisagé pour les conditions HCF à  $R = 0$ . En effet, les angles de TWIST caractérisés sont plus faibles (voir Annexe 13) et les conditions de chargement étudiées sont proche de celles de Davidson [123]. Une dernière hypothèse serait que des champs mécaniques locaux intenses induisent l'activation d'autres directions de glissement le long des joints de macles pouvant conduire à la formation d'un microrelief en surface puis à l'amorçage.

Les pistes évoquées dans le paragraphe précédent seront examinées dans les parties suivantes pour les 3 conditions HCF. L'analyse commencera avec la base de données de fissures la plus importante qui a été acquise pour la condition de référence (HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$ ). Les similarités et singularités par rapport aux 2 conditions à  $R = 0$  seront ensuite pointées. L'analyse sera conduite avec l'appui de la connaissance précise de certaines zones d'amorçage et de l'examen individuel des sites d'amorçage au MEB à différents instants de la durée de vie. En complément, une mesure de champs en DIC à l'échelle des clusters de grains et une reconstruction en 3D au FIB-EBSD d'un site d'amorçage étayeront la discussion. Pour finir, les résultats obtenus à partir des observations de surface sur les essais interrompus seront également confrontés aux facettes cristallographiques sur les faciès de rupture afin de discuter de la pertinence de notre analyse vis-à-vis des fissures fatales.

## **II. Analyse de sites d'amorçage pour la condition de référence (HCF à $R = -1$ )**

### **II. 1. Zone d'amorçage**

Les cartographies MEB aux différentes interruptions ont parfois permis de déterminer si une fissure s'amorce au centre ou à proximité des extrémités d'un joint de macles. Dans le cas de certaines fissures trop propagées lors de leur première détection, il a été impossible de caractériser une zone d'amorçage. Des exemples types d'amorçage identifié au centre d'un joint de macles, proche de l'extrémité d'un joint de macles ou avec une zone d'amorçage non déterminée sont présentés sur la Figure 128. Les données présentées dans cette partie concernent l'éprouvette testée en HCF à  $R = -1$  ayant subi le plus grand nombre d'interruption.

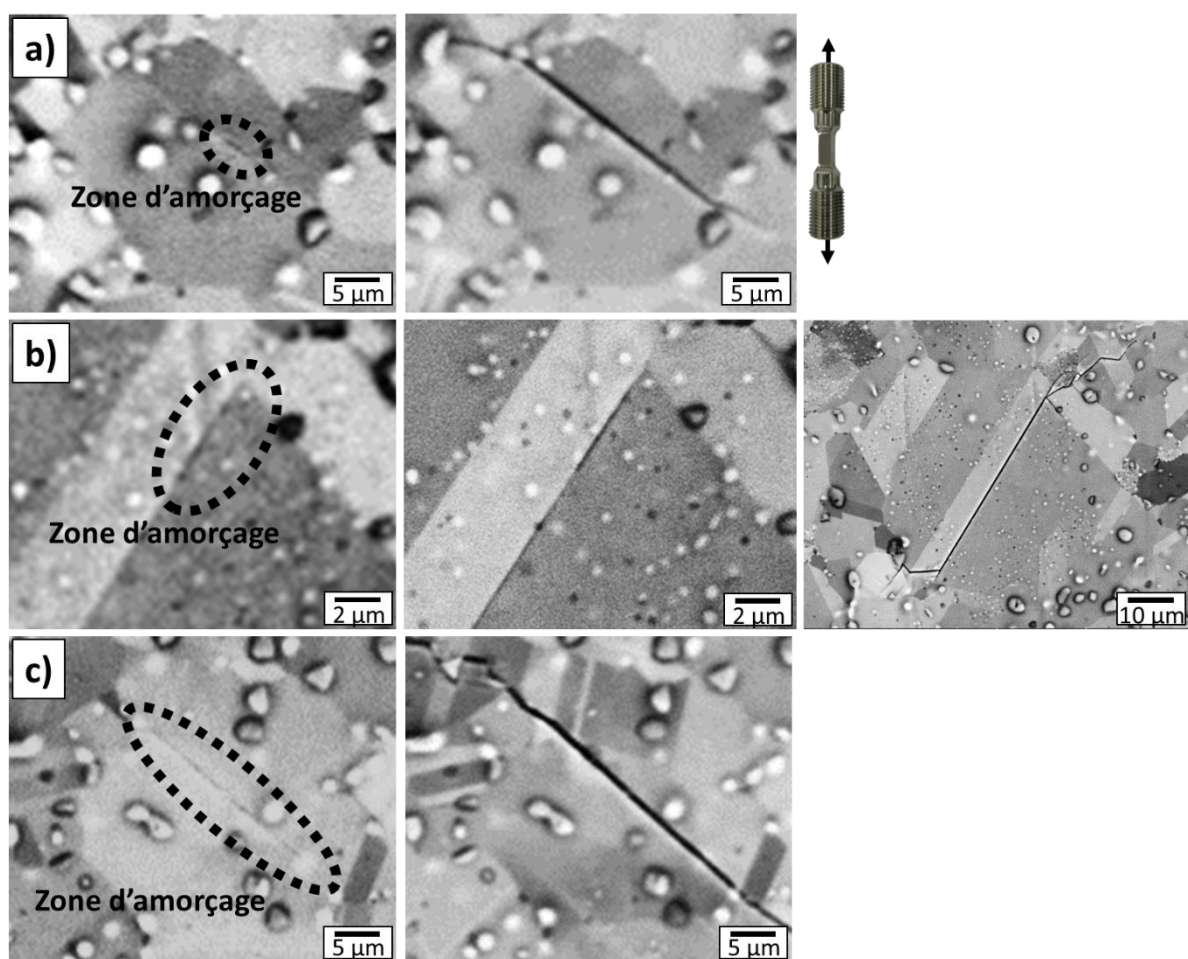


Figure 128 : Exemples de la détermination de la zone d'amorçage à partir des cartographies MEB. a) Amorçage au centre du joint de macles. b) Amorçage proche d'une extrémité du joint de macles. c) Zone d'amorçage non déterminée.

Le Tableau 10 présente les données relatives aux zones d'amorçage à 3 %, à 10 % et à 30 % de la durée de vie. Dans la plupart des cas, les fissures s'amorcent au centre d'un joint de macles. C'est d'autant plus le cas pour les premiers sites d'amorçage identifiés. Des zones d'amorçage ont été identifiées aux abords des extrémités d'un joint de macles. Il est cependant impossible d'affirmer que l'amorçage a eu lieu exactement sur l'intersection entre le joint de macles et un joint de grains (Figure 128.b). Il est ainsi possible qu'une partie de cette population ne s'amorce pas en lien avec la proximité d'un joint de grain.

Tableau 10 : Zones d'amorçage en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = -1$ .

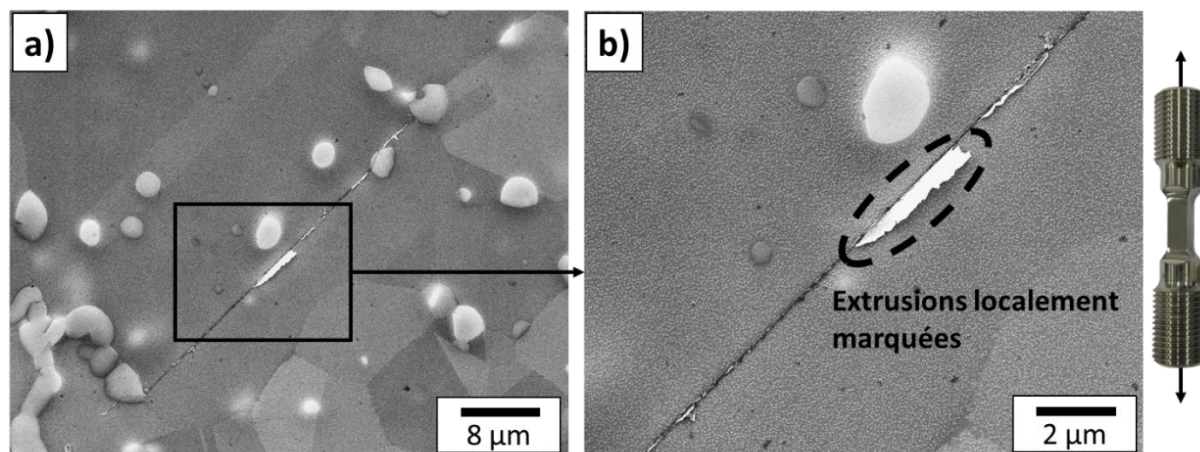
% de la durée de vie	3 % ddv		10 % ddv		30 % ddv	
Nombre de fissures le long des joints de macles	6		23		73	
Amorçage au centre du joint de macles	5	83 %	14	60 %	20	27 %
Amorçage proche d'une extrémité du joint de macles	1	16 %	4	17 %	8	11 %
Zone d'amorçage non déterminée	0	0 %	5	21 %	45	61 %

Le cas des fissures amorcées au centre des joints de macles est majoritairement traité dans cette partie, nous reviendrons sur les fissures qui amorcent aux extrémités ultérieurement.

## II. 2. Amorçage au centre d'un joint de macles

### II. 2. 1. Présence de hautes extrusions

Très localement, de hautes extrusions ont été presque systématiquement observées le long d'un joint de macles fissuré (Figure 129). Les extrusions semblent moins hautes et plus locales que dans l'étude de Stinville and al. [2], pour laquelle l'amplitude de contrainte est plus importante. Des extrusions marquées ont régulièrement été observées proches de la zone d'amorçage identifiée, lorsque celle-ci a pu être déterminée précisément. Ce dernier point laisse supposer que, dans le cas d'un amorçage au centre d'un joint de macles, les premiers stades de l'endommagement pourraient se produire dans une zone avec de hautes extrusions. La présence d'extrusions au centre d'un joint de macles est cohérente avec des résultats relatifs à des mesures de champs dans la littérature. Ceux-ci montrent que les champs mécaniques sont souvent plus intenses au centre d'une bande de glissement que proche des extrémités [128,129,148].

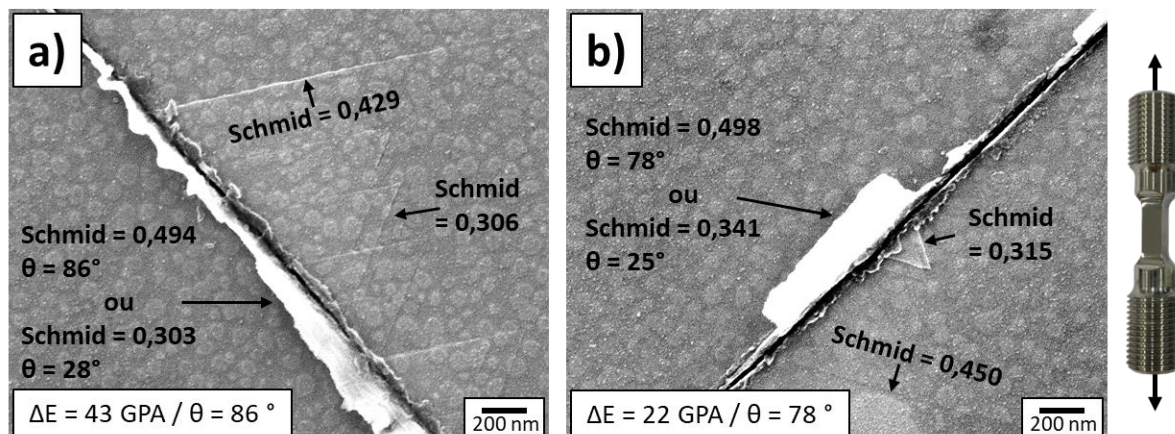


**Figure 129 : Exemple représentatif de la présence de hautes extrusions sur une portion au centre du joint de macles fissuré.**

A première vue, l'orientation des directions de glissement considérées comme actives par rapport à la surface libre ( $\theta$  élevés) semble pourtant peu propice à l'émergence de hautes extrusions : en présence d'amorçage de fissures, la direction de glissement à plus haut facteur de Schmid au sein du joint de macles a quasi systématiquement une faible incidence par rapport à la surface libre. Bien que de hautes extrusions soient visibles très localement, presque aucune trace de plasticité n'est observée sur une grande partie de la longueur d'un joint de macles fissuré (Figure 129). Cette dernière observation indique que globalement, le système de glissement réellement actif n'induit que peu de microreliefs. Il est donc probable que celui-ci soit le système de glissement identifié avec le calcul du facteur de Schmid.

La présence locale de hautes extrusions, potentiellement impliquées dans les premiers stades de l'endommagement, pourrait être expliquée par l'activation de systèmes de glissement dans le plan du joint de macles avec un plus faible facteur de Schmid et une incidence par rapport à la surface libre plus importante. Dans les exemples de la Figure 130, de telles directions de glissement ont un facteur de Schmid d'environ 0,3. Toujours sur la Figure 130, la présence de microbandes de glissement en dehors du plan du joint de macles associées à un facteur de Schmid d'environ 0,3 prouve qu'une direction de glissement à faible

facteur de Schmid peut être localement active. Ces observations fines suggèrent que des champs mécaniques locaux complexes et éventuellement intenses ont été à l'œuvre dans ce type de zone.



**Figure 130 : Hautes extrusions et fines bandes de glissement en dehors du plan du joint de macles associées à des fissures le long de joints de macles en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = -1$ . a) Exemple 1. b) Exemple 2.**

Les éléments présentés précédemment n'expliquent pas clairement qu'aucun amorçage n'ait été caractérisé pour une direction de glissement primaire à forte incidence par rapport à la surface libre. C'est d'autant plus étonnant que l'endommagement semble être induit, du moins dans certains cas, par la présence de hautes extrusions au centre d'un joint macles. Plusieurs hypothèses pourraient être investiguées pour lever ce paradoxe. Il est possible que des champs mécaniques complexes se développent sur le plan du joint de macles, perturbant l'ordre d'activation des directions de glissement. La configuration géométrique et cristallographique 3D particulière propre à un joint de macles avec une direction de glissement primaire presque parallèle à la surface libre mériterait d'être étudiée avec des simulations aux éléments finis. Une seconde piste pourrait impliquer le rôle de l'accumulation de la déformation plastique le long du joint de macles. Comme évoqué précédemment, d'après Stinville and al. [2], une direction de glissement parallèle à la surface libre libèrerait peu de dislocations en surface. Ainsi, une accumulation de la déformation plastique, pourrait à partir d'un seuil être favorable à l'activation de la plasticité sur des systèmes de glissement à fortes incidences, pouvant induire l'émergence de hautes extrusions propices à l'amorçage.

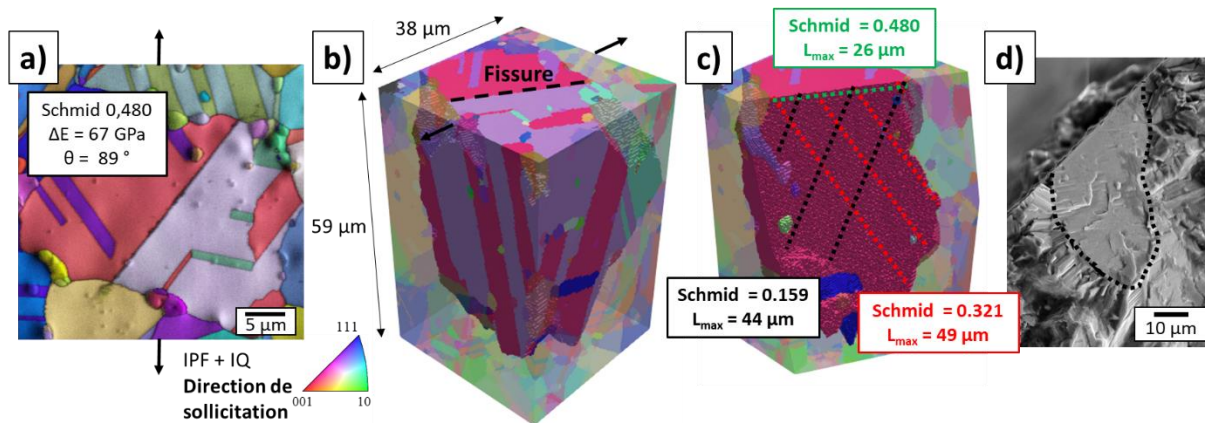
## II. 2. 2. Caractérisation 3D et facettes cristallographiques

Une direction de glissement à forte incidence avec un facteur de Schmid supérieur à 0,3 est presque systématiquement identifiée dans le plan du joint de macles fissuré, comme dans les exemples précédents (Figure 130). Ce point a été confirmé sur un site d'amorçage ayant fait l'objet d'une reconstruction 3D FIB-EBSD (Figure 131). Ce joint de macles fissuré présente des grandeurs (facteur de Schmid, différence de module d'Young etc) représentatives de la population de fissures. Pour cette exemple, la direction de glissement considérée comme active est presque parfaitement parallèle à la surface libre ( $\theta = 90^\circ$ ).

Les cristallites du site d'amorçage reconstruit en 3D ont des morphologies particulièrement allongées dans la profondeur (Figure 131.b.c). Grâce à cela, le second système de glissement parallèle au joint de macles dans l'ordre d'activation (facteur de Schmid égale à 0,321), dont l'incidence par rapport à la surface libre est importante ( $\theta = 45^\circ$ ) peut être associé à une longueur de glissement importante (50  $\mu\text{m}$ ), notamment en comparaison avec la longueur du joint de macles en surface (26  $\mu\text{m}$ ). S'il est actif, ce système de glissement

semble être un candidat à même à provoquer l'émergence de hautes extrusions propices à l'amorçage d'une fissure.

Ce type de morphologie 3D ne semble pas être un cas isolé. En effet, 2 facettes cristallographiques (Figure 131.d et Figure 132) correspondant probablement à un amorçage le long d'un joint de macles sont également nettement allongées dans la profondeur. Ces exemples pointent l'importance des configurations en 3D dans les processus d'amorçage et l'importance de pouvoir replacer ce type d'analyse locale dans une population représentative de fissures.



**Figure 131 : Caractérisation FIB-EBSD d'un site d'amorçage correspondant à une fissure le long d'un joint de macles (HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$ ) et comparaison avec une facette cristallographique. a) EBSD de surface. b) Volume 3D reconstruit autour de la fissure. c) Joint de macles fissuré 3D avec les 3 directions de glissement dans le plan du joint de macles. d) Facette cristallographique en HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,30\%$  à  $R = -1$  avec une durée de vie de 175 000 cycles.**

Des lignes pouvant faire penser à des bandes de glissement ont été observées sur les facettes des faciès de rupture (Figure 132). Il est important de noter qu'il est impossible d'identifier le ou les systèmes de glissement correspondant à ces lignes avec une image MEB. Il aurait notamment été très intéressant de déterminer si les systèmes de glissement associés aux lignes sont contenus dans le plan de la facette. L'orientation des supposées bandes de glissement par rapport à la surface libre est tout de même discutée dans le paragraphe qui suit, à la lumière des résultats des essais interrompus. Pour rappel, la littérature [2–4] et l'analyse des populations de fissures suggèrent fortement que les facettes discutées dans cette partie correspondent à un plan octaédrique parallèle à un joint de macles.

Des bandes de glissement qui s'entrecroisent sont observées sur la facette présentée sur la Figure 132. Cette observation prouve l'activité de plusieurs systèmes de glissement, ce qui est cohérent avec les analyses de surface précédemment réalisées sur les essais interrompus (Figure 130). Les lignes les plus visibles, en rouge sur la Figure 132.a, présentent peu d'incidence par rapport à la surface libre. Si l'on fait l'hypothèse que ces bandes de glissement sont comprises dans le plan de la facette, elles pourraient correspondre au système de glissement primaire quasiment parallèle à la surface libre associé à l'amorçage le long d'un joint de macles. Sur cette même facette, d'autres lignes pourraient correspondre à des systèmes de glissement secondaires ayant une forte incidence par rapport à la surface libre. Ce dernier résultat va dans le sens de l'hypothèse stipulant que les hautes extrusions observées dans une zone d'amorçage sont induites par l'activation d'un système de glissement à plus faible facteur de Schmid avec une incidence importante par rapport à la surface libre.

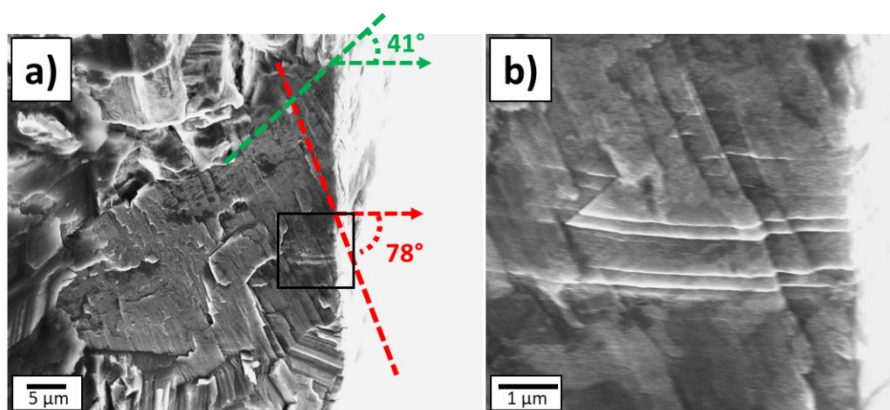


Figure 132 : Exemple d'une facette cristallographique avec plusieurs systèmes de glissement actifs en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,29\%$ ) à  $R = -1$  avec une durée de vie de 200 000 cycles.

### II. 3. Amorçage à l'extrémité d'un joint de macles

Contrairement au cas majoritaire de l'amorçage au centre d'un joint de macles qui a été traité dans la partie précédente, une partie de la population de fissures semble s'amorcer à l'extrémité d'un joint de macles. Comme expliqué précédemment et illustré sur la Figure 128.b, il est impossible d'affirmer qu'un amorçage identifié à l'extrémité d'un joint de macles a eu lieu exactement sur l'intersection entre le joint de macles et un joint de grains.

Parmi cette population de fissures, des amorçages à proximité d'une jonction de joints ont été identifiés. La Figure 133 présente un exemple de ce type de configuration. Il est intéressant de noter que cette fissure, qui s'est amorcée très tôt, fait partie des plus longues à 30 % de la durée de vie pour cette condition de chargement. Les extrusions les plus hautes de la zone d'amorçage, qui pourraient être responsables des premières décohésions, se trouvent le long du joint de macles  $\Sigma 3$  fissuré, exactement avant la jonction avec un autre joint de macles  $\Sigma 3$  et un joint de macles  $\Sigma 9$  (Figure 133.d.f).

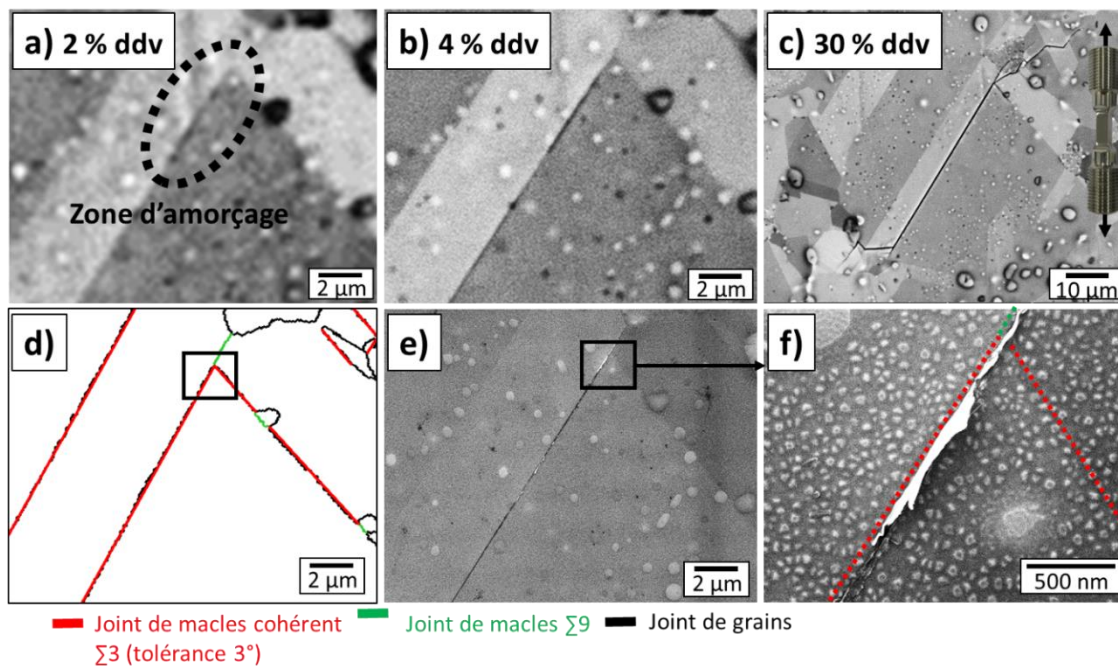


Figure 133 : Exemple d'une fissure en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = -1$  amorcée proche d'une jonction de joints. a) 2 % de la durée de vie (cartographie MEB). b) 4 % de la durée de vie (MEB). c) 30 % de la durée de vie (MEB). d) Nature des interfaces. e) f) Image MEB-FEG proche de la zone d'amorçage à 4 % de la durée de vie.

Il est probable que l'exemple précédent ne soit pas un cas isolé. En effet, dans l'ensemble de la population de sites d'amorçage, il est fréquent que les joints de macles fissurés participent à des jonctions de joints en surface, notamment pour des cas où la zone d'amorçage n'a pas pu être identifiée. La Figure 134 illustre un exemple de ce type pour lequel l'ouverture de la fissure et les rotations cristallographiques mesurées (Figure 134.d) laissent supposer que l'amorçage a eu lieu à proximité de la jonction.

Cette configuration d'amorçage associée à cette condition de chargement est à notre connaissance pas traitée dans la littérature. Cependant des études montrent que l'apparition de bandes de glissement intenses en surface, notamment le long d'un joint de macles  $\Sigma 3$ , peut résulter de la présence d'une jonction triple en subsurface [149–151]. Ces articles mettent en évidence, par des simulations en champs complets, que les jonctions triples présentent en moyenne des champs de contraintes intenses et des distorsions cristallographiques locales. Cela peut résulter à l'émergence d'une bande de glissement particulièrement intense lorsqu'un système de glissement à fort facteur de Schmid est présent le long d'un joint de macles débouchant en surface et participant à la jonction.

Les éléments bibliographiques évoqués suggèrent qu'en plus d'être un site d'amorçage en surface, une jonction de joints pourrait être un site d'activation de la plasticité le long d'un joint de macles. En effet, une bande de glissement émergeant en surface au centre d'un joint de macles, induisant potentiellement un amorçage induit par l'activation d'un système de glissement à forte incidence par rapport à la surface libre, pourrait prendre sa source en subsurface au niveau d'une jonction de joints.

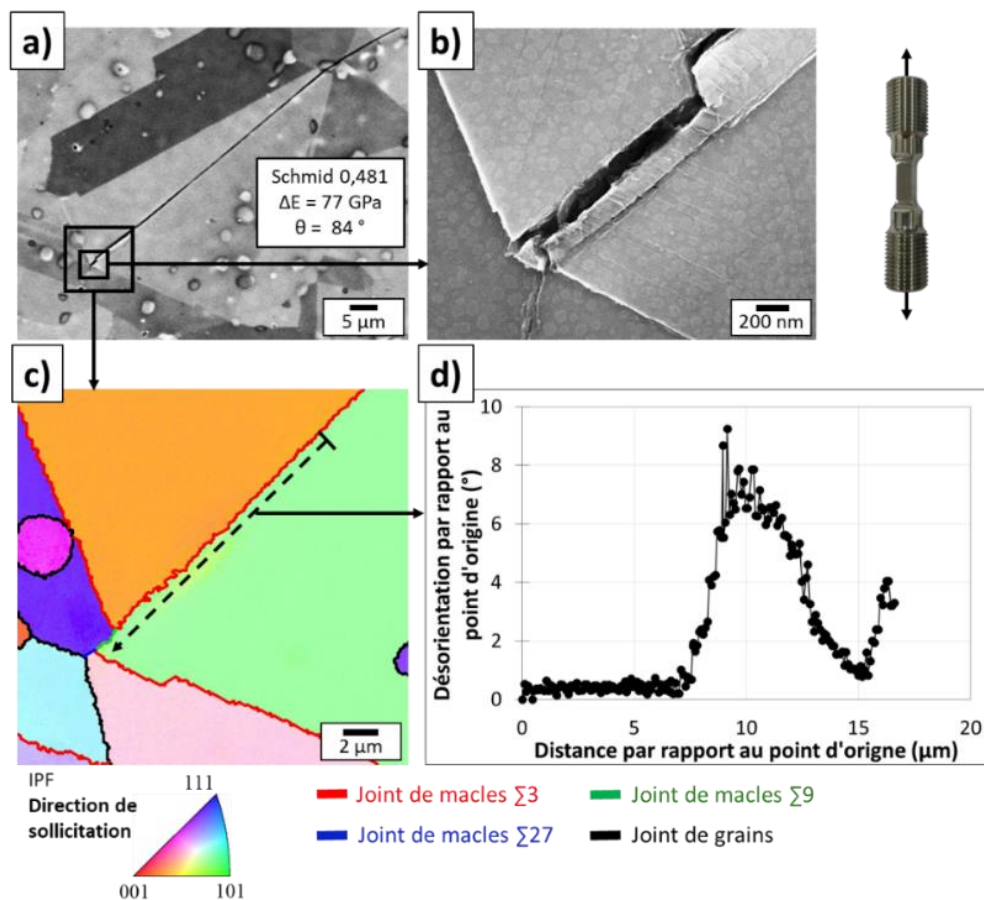
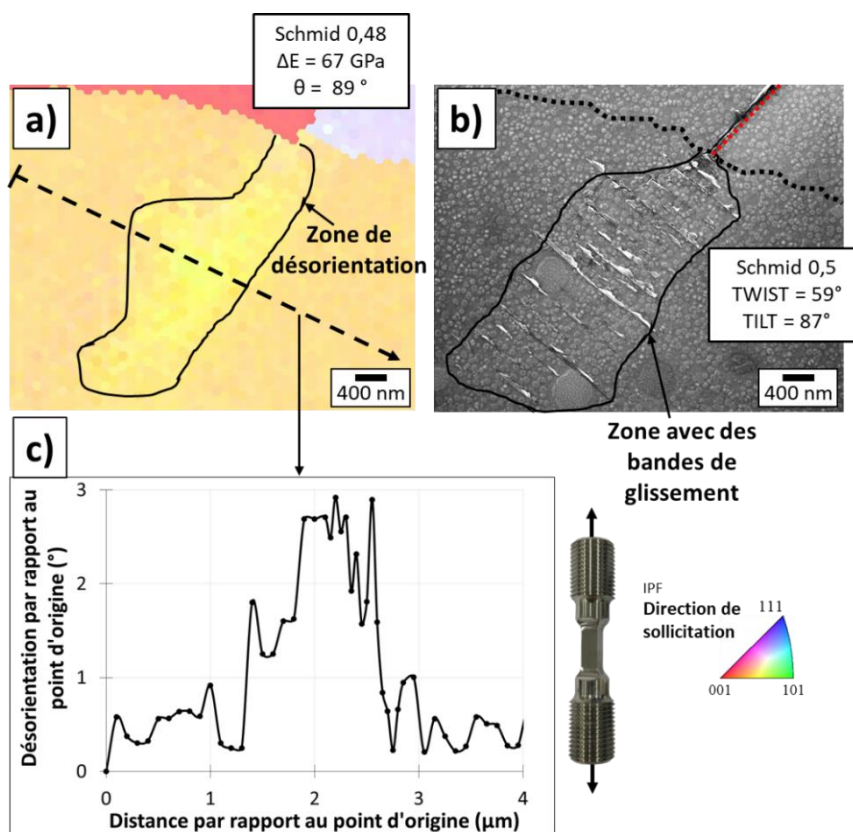


Figure 134 : Exemple d'une fissure en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = -1$  dont la zone d'amorçage n'a pas été identifiée et présentant une jonction de joints à une extrémité du joint de macles fissuré. a) Image MEB. b) Image MEB-FEG au niveau de la jonction. c) EBSD aux abords de la jonction. d) Désorientation sur un segment le long du joint de macles fissuré par rapport au point d'origine.

L'orientation quasiment parallèle à la surface libre de la direction de glissement active le long d'un joint de macles semble favorable aux interactions avec un joint de grains à l'extrémité du joint de macles. Pour rappel du chapitre 1, un micro-volume peut se créer si les configurations cristallographiques de part et d'autre du joint de grain ne permettent pas la transmission du glissement. Les micro-volumes ont été identifiés comme des sites possibles d'amorçage [26,137].

Dans notre étude, quelques micro-volumes ont été identifiés à des extrémités de joints de macles fissurés. La présence de micro-volumes pour cette condition de chargement est cohérente avec les angles de TWIST élevés qui sont présentés en Annexe 13. Dans la plupart des cas, la zone d'amorçage associée à ces sites d'amorçage n'a pas été déterminée. Un exemple de ce type est présenté sur la Figure 135. Dans ce cas représentatif, il est impossible d'affirmer que le micro-volume est à l'origine des premiers stades de l'endommagement comme cela a pu être décrit dans le chapitre 1. De plus, les joints de macles fissurés présentant des micro-volumes ont des caractéristiques similaires (facteur de Schmid, différence de module d'Young, longueur des joints de macles et angle  $\theta$ ) à l'ensemble de la population de site d'amorçage.



**Figure 135 : Exemple de fissure le long d'un joint de macles avec un micro-volume en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = -1$ . a) EBSD avec la désorientation visible dans le micro-volume. b) Fines bandes de glissement dans le micro-volume au MEB-FEG. c) Désorientation sur un segment par rapport au point d'origine dans le micro-volume.**

La présence de micro-volumes peut également être interprétée comme un symptôme traduisant l'accumulation du glissement le long du joint de macles, potentiellement responsable de l'amorçage via la présence de microreliefs par exemple. En effet, similairement à une direction de glissement quasiment parallèle à la surface libre, la non transmission du glissement dans les grains voisins favorise l'accumulation des dislocations sur le système de glissement primaire le long du joint de macles. Cette hypothèse impliquerait probablement la présence régulière de micro volumes en subsurface associés aux joints de macles fissurés.

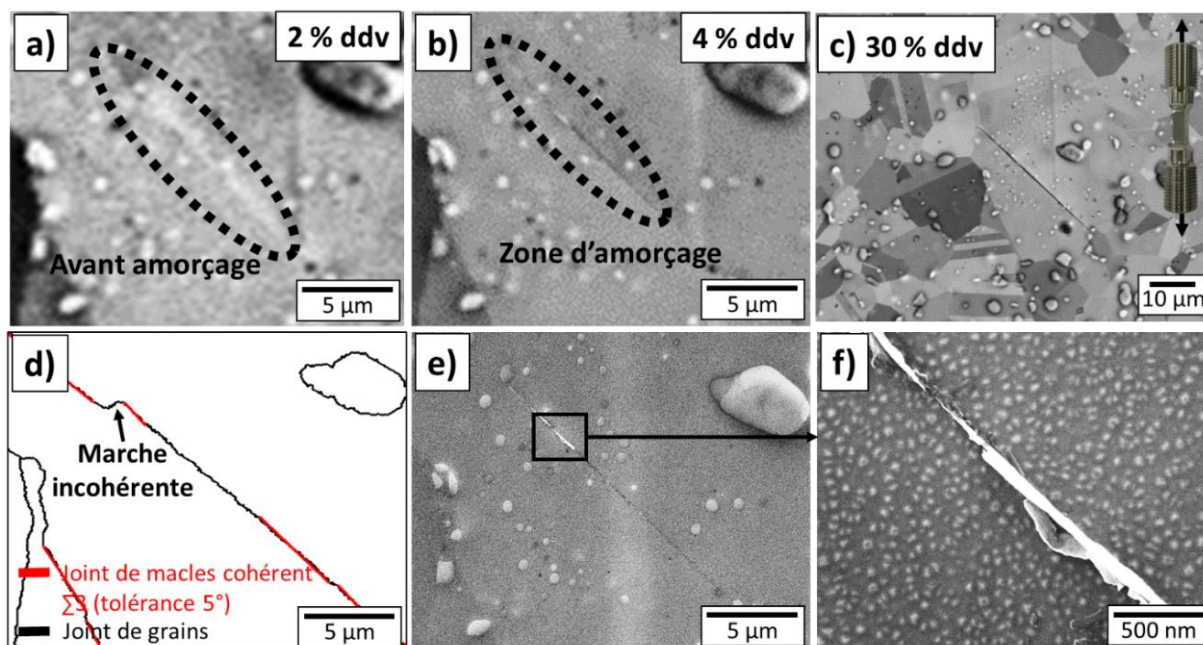


## II. 4. Configurations microstructurales spécifiques propices à la plasticité et à l'amorçage

Des spécificités microstructurales en surface ont été identifiées comme des configurations induisant l'amorçage de certaines fissures. La présence d'une « marche incohérente » et d'un précipité  $\gamma'_1$  sur un joint de macles est traitée dans cette partie. Les jonctions de joints évoquées dans la partie précédente rentrent également dans ce cadre et auraient pu être décrites dans les paragraphes qui suivent.

Le niveau de cohérence d'un joint de macles cohérent  $\Sigma 3$  fissuré est évoqué dans cette partie. Comme expliqué dans le chapitre 2, ce niveau de cohérence a été évalué par une tolérance sur la coïncidence de la trace du joint de macles en surface avec la trace du plan octaédrique associé. Les portions d'un joint de macles qui rentrent dans la tolérance appliquée sont considérées comme « presque parfaitement cohérentes ». Les portions hors de la tolérance sont considérées comme « moins cohérentes » mais elles ne sont pas à confondre avec « les marches incohérentes » qui font l'objet du paragraphe qui suit.

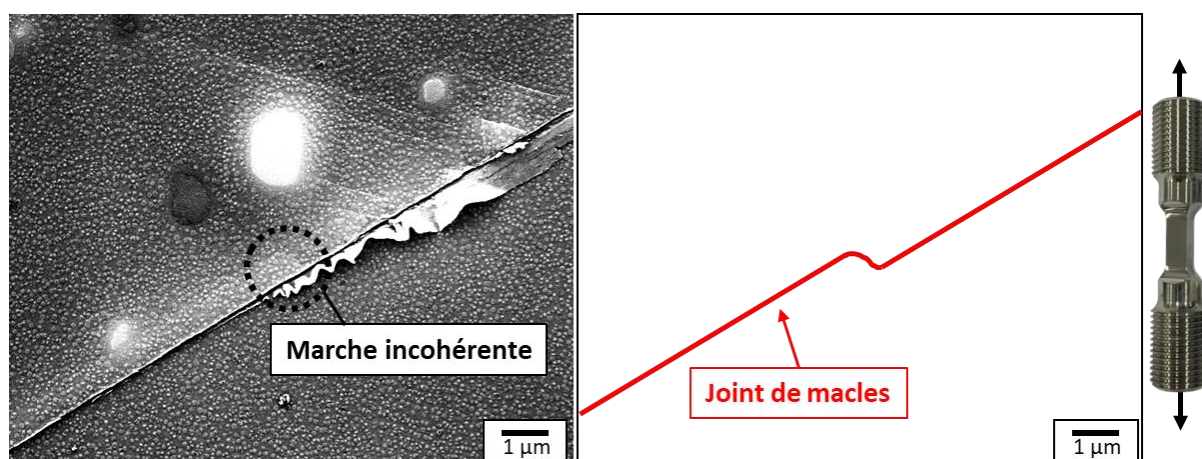
Des amorçages ont été précisément associés à la présence d'une « marche incohérente » sur un joint de macles. La Figure 136 illustre ce type de configuration avec une des fissures ayant amorcée le plus tôt dans la durée de vie. Dans le cas de cet exemple, de hautes extrusions sont caractérisées juste avant la marche incohérente. Une partie de ces microreliefs se trouve le long d'une portion du joint de macles avec un haut niveau de cohérence. Il faut également noter qu'avant l'amorçage (Figure 136.a à 2 % de la durée de vie), un contraste cristallographique ressort de l'image MEB le long du joint de macles avant la marche. Après l'amorçage, ce contraste cristallographique n'est plus visible. Ce dernier élément peut être le signe d'une distorsion cristallographique locale induite par des concentrations de champs mécaniques.



**Figure 136 : Exemple d'une fissure en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = -1$  amorcée proche d'une partie incohérente d'un joint de macles avec des extrusions marquées. a) 2 % de la durée de vie (cartographie MEB). b) 4 % de la durée de vie (MEB). c) 30 % de la durée de vie (MEB). d) Nature des interfaces. e) 4 % de la durée de vie (MEB-FEG). f) Image à fort grandissement des extrusions proche de la partie incohérente à 4 % de la durée de vie.**

La Figure 137 illustre que la formation de hautes extrusions semble liée à la présence d'une marche incohérente. Dans cet exemple, des extrusions très marquées sont visibles le long du joint de macles jusqu'à la marche. Dans cette même zone, des bandes de glissement sont présentes en dehors du plan du joint de macles. Ces éléments viennent appuyer l'hypothèse que des champs mécaniques particulièrement intenses opèrent dans ces zones.

Les résultats présentés peuvent suggérer que le glissement se transmet difficilement après une marche incohérente, lorsque le plan de glissement actif se retrouve à une certaine distance du joint de macles. Ce phénomène induirait ainsi une accumulation des dislocations qui se traduirait par une accumulation de la déformation plastique avant la marche. Comme décrit précédemment, les premiers stades de l'endommagement aurait donc lieu dans des zones de hautes extrusions, probablement créée par l'activation de systèmes de glissements à forte incidence par rapport à la surface libre. Encore une fois, comme pour les directions de glissement quasiment parallèle à la surface libre, comme pour la non transmission du glissement à travers un joint de grains se traduisant par un micro-volume, le confinement des dislocations le long d'un joint de macles ou sur une portion dans le cas présent semble central dans le processus de l'amorçage.



**Figure 137 : Hautes extrusions et traces de glissement en dehors du plan du joint de macles en lien avec la présence d'une marche incohérente.**

Bien que la présence d'une marche incohérente n'ait jamais été identifiée dans la littérature comme une configuration favorable à l'amorçage, des joints de macles fissurés reportés dans d'autres études [2,43,49,128] présentent régulièrement cette caractéristique, comme par exemple sur la Figure 138. Dans ce cas, comme présenté dans notre étude pour le site d'amorçage de la Figure 136, la fissure pourrait s'amorcer avant la marche le long du joint de macles et finir par se propager juste à côté du joint de macles. En effet, dans notre étude, beaucoup d'observations fines au MEB-FEG semblent montrer que des portions de fissure se trouvent presque exactement sur le joint de macles. Au contraire, l'étude de Stinville and al. [4] montre par des observations en microscopie électronique à transmission que les bandes de glissement semblent se trouver à quelques nanomètres du joint de macles. Ainsi, dans le cas d'un amorçage le long d'un joint de macles juste avant une marche incohérente, la question de la coïncidence de la fissure / de la bande de glissement avec le joint de macles peut se poser.

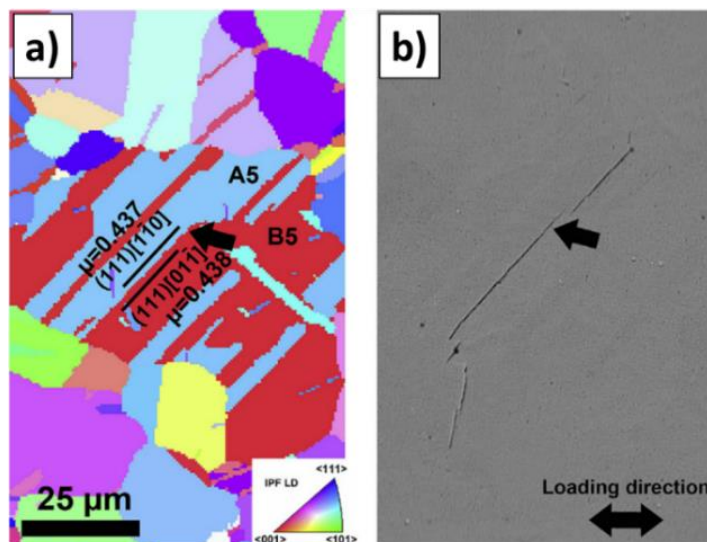


Figure 138 : Exemple dans la littérature d'une fissure en HCF à 20 °C avec un rapport de charge de  $R = -1$  sur du René 88DT, le long d'un joint de macles présentant une marche incohérente. a) EBSD. b) MEB. [2]

La présence d'un précipité  $\gamma'_i$  sur un joint de macles a été identifiée comme une autre configuration associée à l'amorçage de certaines fissures. Un exemple est présenté sur la Figure 139 avec un amorçage qui a été repéré proche d'un précipité  $\gamma'_i$  (Figure 139.a.b). Les seules traces de plasticité et d'endommagement remarquables dans la zone de l'amorçage se trouvent aux abords du précipité (Figure 139.d). Il est également remarquable que les extrusions les plus hautes se trouvent sur la portion la plus cohérente du joint, juste à côté du précipité (Figure 139.d.e).

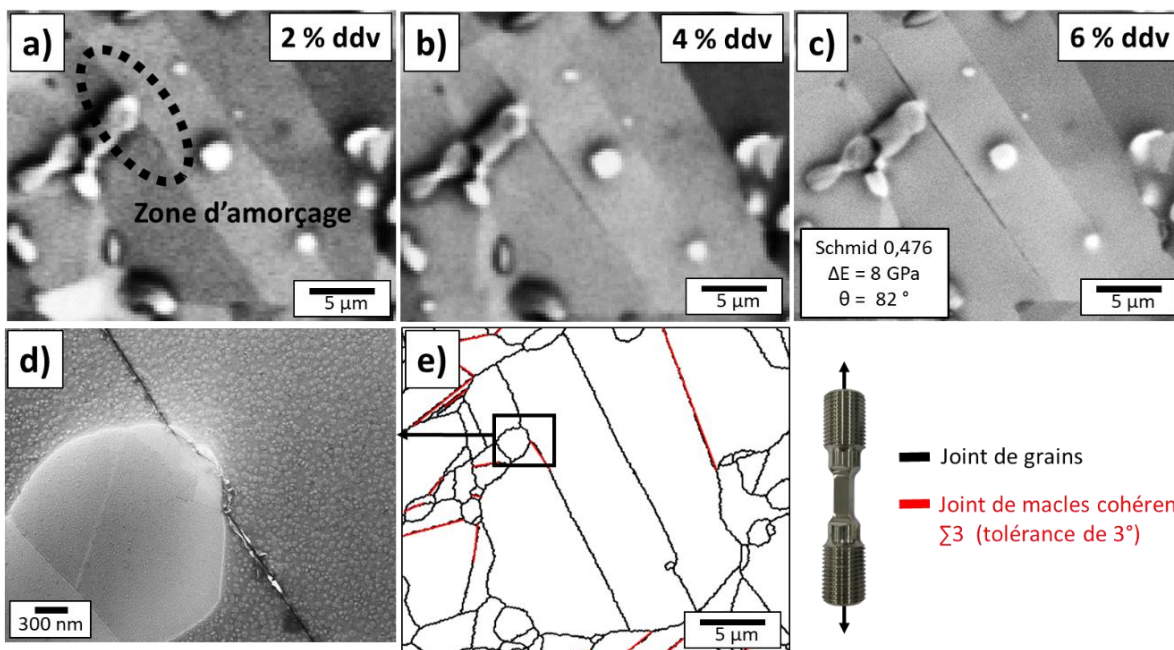
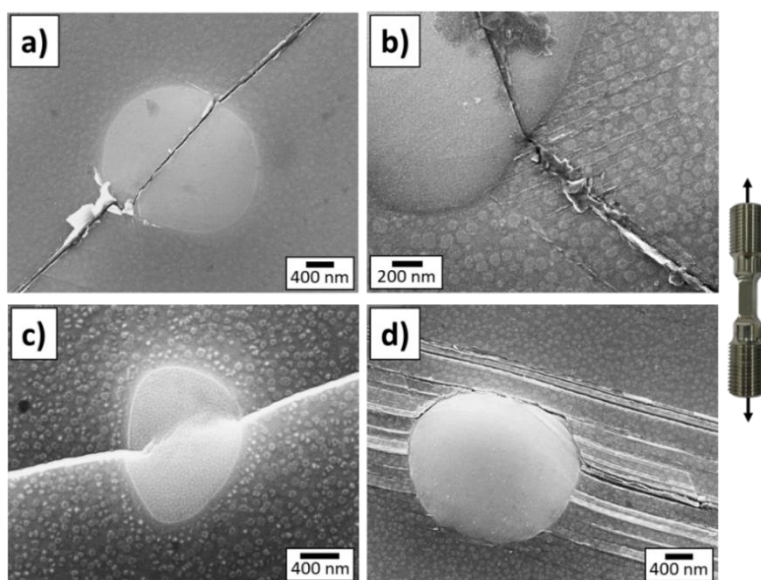


Figure 139 : Exemple d'une fissure en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = -1$  amorcée aux abords d'un  $\gamma_i$ . a) 2 % de la durée de vie (cartographie MEB). b) 4 % de la durée de vie (cartographie MEB). c) 6 % de la durée de vie (image MEB). d) Image MEB-FEG proche de la zone d'amorçage à 6 % de la durée de vie. e) Nature des interfaces.

En complément, la Figure 140 montre d'autres exemples présentant des microtraces de plasticité et de l'endommagement liés à la présence d'un précipité  $\gamma'_1$  sur un joint de macles. Il semblerait également qu'un joint de macles puisse être légèrement courbé à la rencontre d'un précipité  $\gamma'_1$  (Figure 139.e et Figure 140.c). Le niveau de cohérence du joint de macles serait alors modifié sur les portions courbées. La courbure pourrait être induite par le fait qu'un joint de macles soit épinglé par un précipité  $\gamma'_1$  au cours d'un traitement thermique ou thermomécanique. Ce dernier point est cependant à relativiser par le fait que les cartographies EBSD sont de moins bonne qualité aux extrêmes abords des précipités  $\gamma'_1$ , à cause du léger relief induit par la préparation de surface (voir dans le chapitre 2).



**Figure 140 : Exemples de précipités  $\gamma'_1$  intersectés par des joints de macles en HCF et en LCF. a) b) HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = -1$ . c) HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = 0$ . d) LCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,52\%$ ) à  $R = -1$ .**

Ainsi, la plasticité et l'endommagement observé aux abords d'un précipité  $\gamma'_1$  sur un joint de macles pourrait être induit par une transmission du glissement difficile à travers le précipité et / ou par des concentrations très locales de contraintes. Il est important de rappeler qu'une étude dans la littérature a montré que les fissures de fatigue sont moins longues lorsqu'il y a des précipités  $\gamma'_1$  dans une microstructure pour une taille de grains comparable [113]. En effet, un précipité a tendance à ralentir ou stopper la propagation d'une fissure [100,109,113]. L'impact de ces précipités est donc à relativiser. Ainsi, la présence de précipités  $\gamma'_1$  peut être une configuration propice aux premières décohésions mais elle n'induit pas d'abaissements de durée de vie à température ambiante.

Les spécificités microstructurales évoquées dans cette partie peuvent également se trouver en subsurface. Des exemples observés sur la reconstruction 3D et sur une facette cristallographique sont présentés sur la Figure 141. En effet, que ce soit en surface ou dans le volume, ces configurations peuvent être propices à des champs mécaniques complexes induisant l'émergence d'une bande de glissement en surface.

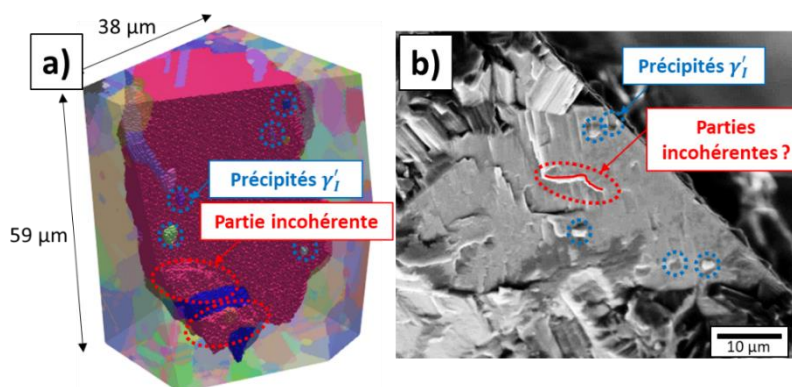


Figure 141 : a) Présence de précipités  $\gamma'_1$  et de portions incohérentes en subsurface du joint de macles fissuré. b) Traces pouvant correspondre à des précipités  $\gamma'_1$  et une partie incohérente d'un joint de macles sur une facette cristallographique en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,29\%$ ) à  $R = -1$ .

Il est important de préciser qu'il n'a pas été possible de quantifier les populations ayant amorcé en lien avec une marche incohérente ou un précipité  $\gamma'_1$ . En effet, une détermination aussi précise d'une zone d'amorçage nécessite que l'interruption soit réalisée exactement à l'instant adéquat. De plus, la présence d'une marche incohérente et / ou d'un précipité  $\gamma'_1$  sur un joint de macles est fréquente. Il s'agit donc de ne pas systématiquement associer ces caractéristiques à une cause d'amorçage.

Des amorçages ont également été identifiés sans spécificité microstructurales apparente en surface (Figure 142). Ainsi, ces configurations sont à prendre en compte comme des facteurs favorable mais pas indispensable à l'amorçage. Ainsi, l'auteur du manuscrit pense que les caractéristiques d'un joint de macles sont à considérer à l'ordre 1 dans l'analyse de l'amorçage et de la durée de vie, devant ces spécifiées microstructurales.

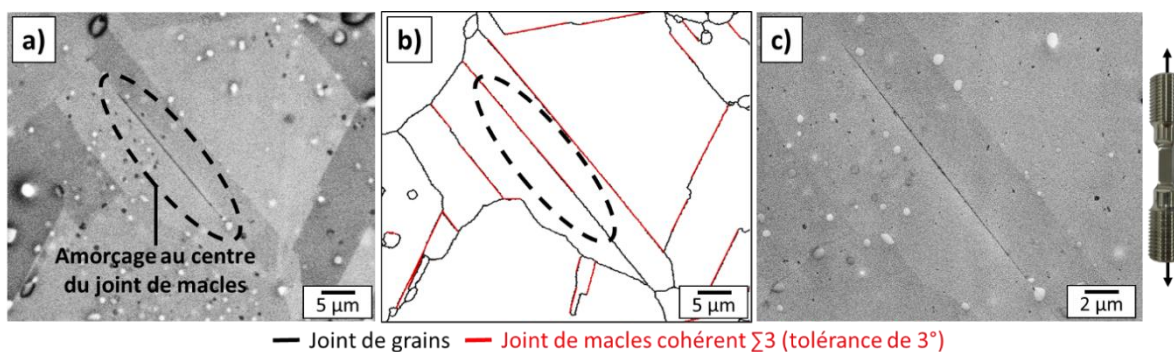
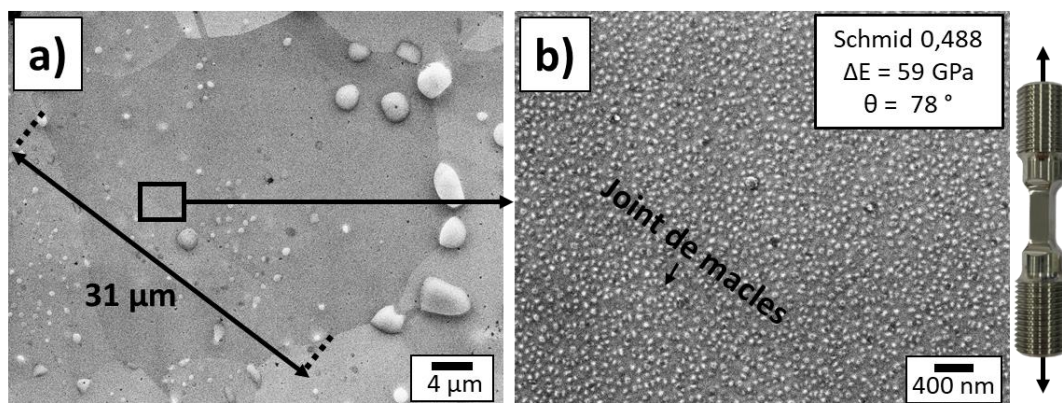


Figure 142 : Exemple d'un amorçage sans spécificités microstructurales en surface en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = -1$  à 30 % de la durée de vie. a) Image MEB. b) Nature des interfaces. c) Image MEB-FEG.

## II. 5. Champs mécaniques locaux

Pour cette condition de chargement, les signes d'activité plastique à la surface de l'éprouvette sont quasiment inexistantes. Rappelons qu'en omettant les fissures, une seule bande de glissement a été observée pour une surface analysée d'environ 130 mm<sup>2</sup>. Il est donc possible de déduire que le niveau de contrainte appliqué n'est globalement pas suffisant pour induire l'émergence de bandes de glissement, même pour un facteur de Schmid de 0,5. Une zone d'amorçage correspond ainsi à une configuration très particulière pour laquelle la plasticité s'active, et ce pour des facteurs de Schmid qui peuvent être localement assez faibles (0,3). Il est très probable que le glissement correspondant soit possible grâce à des champs mécaniques locaux particulièrement intenses.

La Figure 143 met en avant le cas d'un joint de macles sans aucune trace de plasticité alors qu'il présente, du moins en surface, des caractéristiques adéquates (facteur de Schmid etc) à l'amorçage d'une fissure. Ce type d'exemple met clairement en évidence que les grandeurs calculées dans cette étude (facteur de Schmid, différence de module d'Young, orientations des directions de glissement etc) ne traduisent que trop partiellement la complexité locale des champs mécaniques. Ainsi, comme cela a été constaté dans la littérature [49], il est impossible d'en déduire un critère d'amorçage assez robuste. La constitution d'un critère nécessiterait d'autres investigations sur des sites d'amorçage représentatifs de la population de fissures. Le manque d'informations clés à l'échelle 3D en particulier est pénalisant pour la proposition d'un critère complet et pertinent. L'intégration des champs mécaniques locaux, qui jouent un rôle central dans le processus d'amorçage, pourrait passer par des mesures de champs ou des simulations en champs complets.



**Figure 143 : Exemple d'un long joint de macles non fissuré présentant de bonnes caractéristiques pour amorcer une fissure ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$  à 48 % de la durée de vie en fatigue).**

Différentes échelles peuvent être considérées pour décrire l'impact des champs mécaniques locaux sur les processus d'endommagement. Cette remarque est en général pertinente dans un polycristal et elle l'est d'autant plus dans notre étude. En effet, la structure de grains bimodale et les éléments spécifiques tels qu'un précipité  $\gamma_1'$  ou « une marche incohérente » exacerbent le caractère multi-échelles de la microstructure de ces travaux. Une échelle très locale de quelques microns a été évoquée jusqu'ici. Celle-ci correspond par exemple à une zone avec de hautes extrusions au centre d'un joint de macles, à un micro-volume, à une jonction de joints ou à une marche incohérente. L'échelle d'un agrégat de quelques grains peut également être considérée. En effet, les grains voisins du grain fissuré impactent directement les champs de mécaniques qui se développent le long du joint de macles d'intérêt. Enfin, la microstructure bimodale de l'étude a la particularité de pouvoir présenter des hétérogénéités à une échelle dite mésoscopique correspondant aux zones de petits et de gros grains. Il est important de rappeler que les sites d'amorçage se trouvent presque exclusivement dans les zones de gros grains.

Cette dernière échelle a été investiguée par un essai de traction in-situ réalisé au microscope optique avec une mesure de champs par corrélation d'images à 1,45 % de déformation plastique. La méthodologie expérimentale associée est décrite dans l'article de Huet and al. [152]. Cet essai a permis de mettre en évidence des hétérogénéités de déformation entre les zones de gros grains et de grains fins, mais également entre différentes zones de gros grains. La Figure 144 présente les résultats correspondant pour une zone d'étude contenant plusieurs zones de gros grains et de grains fins (Figure 144.a.b). Les zones de gros grains sont entourées en vert et les zones de grains fins en rouge sur la cartographie MEB. Pour rappel du chapitre 2, les dendrites visibles sur la Figure 144.a correspondent à des zones de gros grains. Elles sont visibles grâce à leur densité moins importante de précipités

primaires  $\gamma'_i$ . Le champ de déformation étudié correspond à la déformation  $\epsilon_{xx}$  suivant la direction de traction. Les forts niveaux de déformations locales entourées en rouge (Figure 144.c.d) sont concentrés à l'intérieur des zones de gros grains.

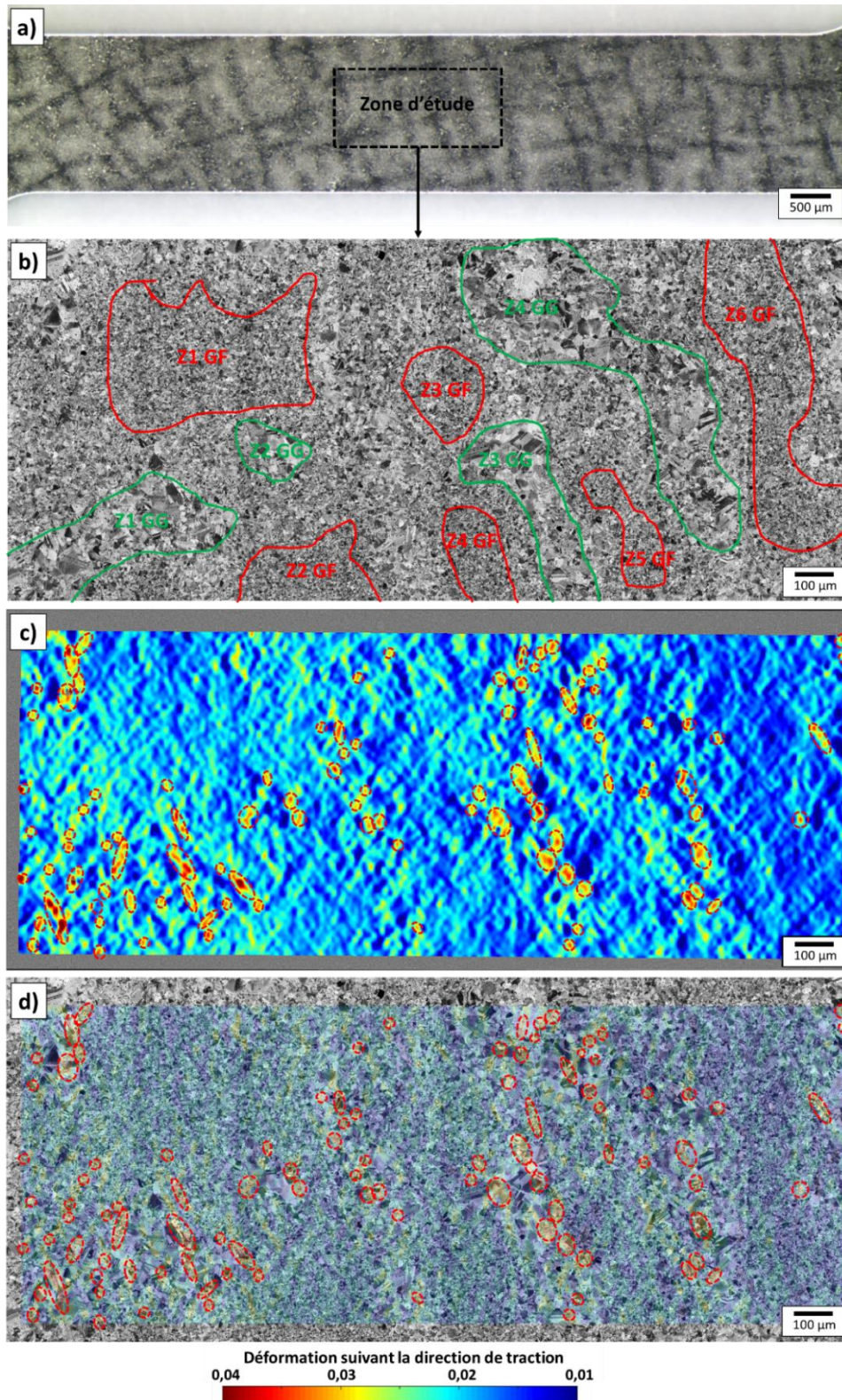
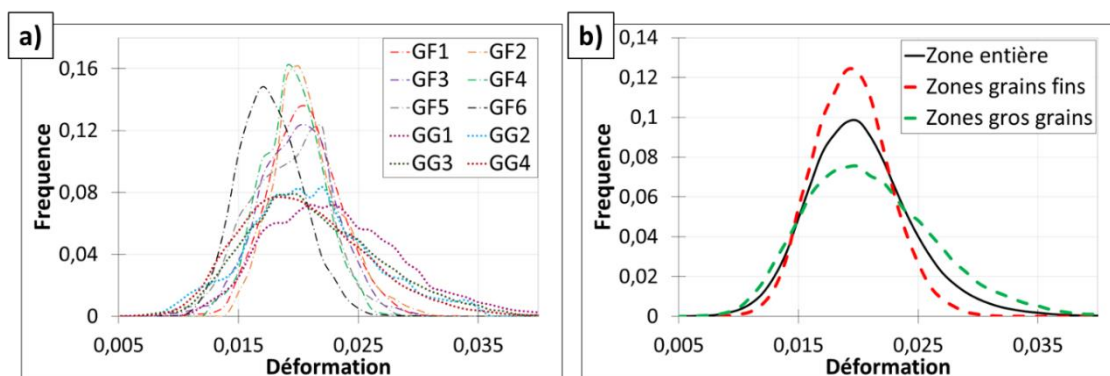


Figure 144 : Mesure du champ de déformation suivant la direction de traction par corrélation d'image au microscope optique. a) Zone de l'étude sur la micro-éprouvette. b) Cartographie MEB avec sélection de zones à grains fins et à gros grains. c) Champ de déformation eulérien. d) Superposition de la cartographie MEB et du champ de déformation.

La Figure 145 présente l’histogramme du champ de déformation  $\epsilon_{xx}$  associé aux zones de grains fins et de de gros grains (Figure 144.b). Les valeurs moyennes associées aux gros grains et aux grains fins sont comparables. Cependant, les histogrammes des zones de gros grains sont plus larges avec des valeurs maximales plus hautes. Ces concentrations de déformation spécifiques aux gros grains correspondent aux zones entourées en rouge sur la cartographie de champs de déformation  $\epsilon_{xx}$  (Figure 144.c.d). Ainsi, les résultats de cet essai montrent que les différences entre les zones de gros grains et de grains fins se manifestent localement avec des valeurs de déformation très hétérogènes dans les gros grains. Il est également important de noter que certaines zones de gros grains présentent des valeurs moyennes de déformation plus hautes que d’autres (GG1 sur la Figure 145.a). Ces zones pourraient être propices à une activation précoce de la plasticité aux bas niveaux de chargement et ainsi à l’amorçage de fissures.



**Figure 145 : Histogrammes des champs de déformations. a) Dans les zones de grains fins et de gros grains sélectionnées. b) Dans toute la zone, dans toutes les zones de grains fins et dans toutes les zones de gros grains.**

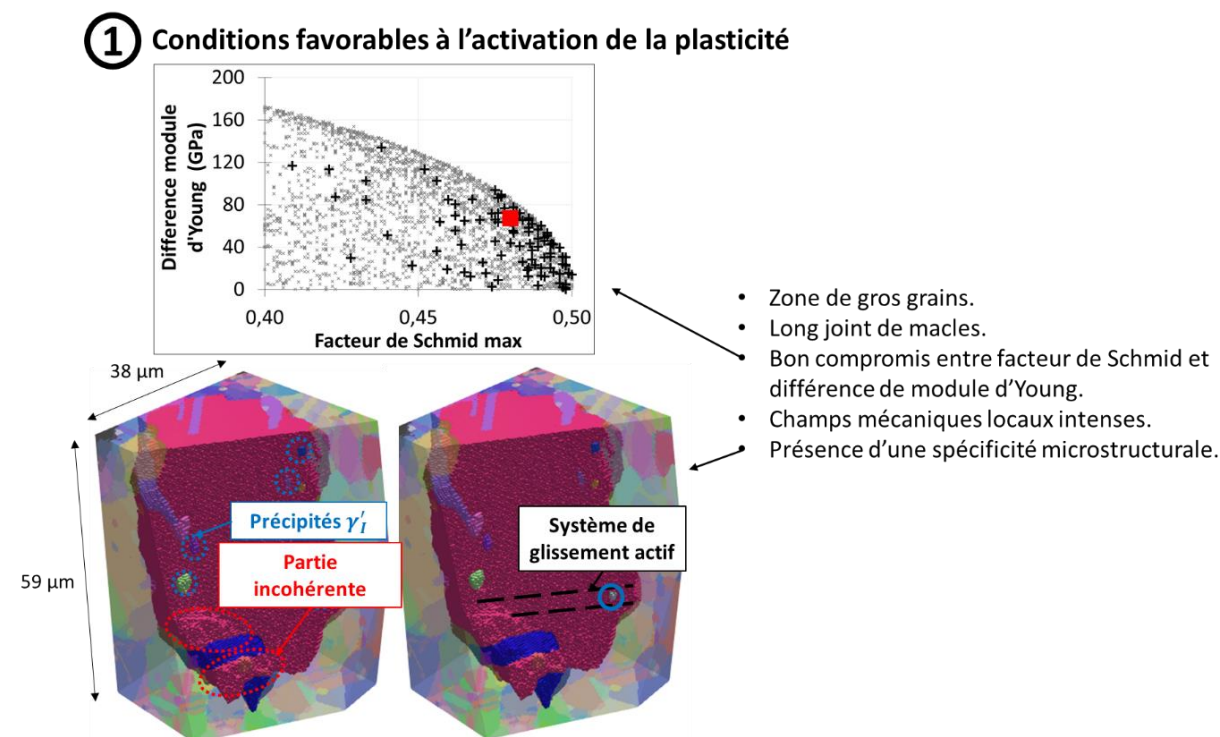
Ce type de données à l’échelle mésoscopique des zones de gros grains pourrait également être utilisé afin de comprendre l’impact du caractère bimodal de la microstructure sur la durée de vie pour un chargement macroscopique donné. Un chargement effectif correspondant à un champ mécanique moyen ou maximal dans une région avec des gros grains pourrait être proposé. Ces approches qui nécessiteraient de nombreuses autres données n’ont pas été priorisées dans ce travail.

## II. 6. Scénarios d’amorçage

Les éléments amenés jusqu’ici permettent de proposer un scénario d’amorçage le long d’un joint de macles. Le scénario envisagé est illustré sur la Figure 146 et la Figure 147 avec l’appui visuel du joint de macles reconstruit en 3D au FIB EBSD. La zone d’amorçage n’a pas été identifiée dans cet exemple. La présence de quelques extrusions au centre du joint de macles et d’un micro-volume (Figure 135) à une extrémité, autorise plusieurs hypothèses quant au mécanisme d’amorçage de cette fissure.

Comme présenté dans le premier point de la Figure 146, la plasticité s’active le long d’un joint de macles présentant un bon compromis entre le facteur de Schmid et la différence de module d’Young. La bande de glissement qui émerge est d’autant plus intense et l’amorçage sera donc d’autant plus précoce que le joint de macles est long. Le site d’amorçage se trouve dans une zone de gros grains avec des champs mécaniques locaux intenses gouvernés par des hétérogénéités microstructurales à différentes échelles. La présence d’une particularité microstructurale sur le joint de macles (marche incohérente, précipité  $\gamma'_1$  ou jonction de joints) en surface ou en subsurface semble être un facteur favorisant localement l’activation de la plasticité.





**Figure 146 : Etape 1 des scénarios d'amorçage.**

La bande de glissement en surface induit l'amorçage lorsque le glissement est presque parallèle à la surface libre (illustré dans le point 1 de la Figure 146 et le point 2 de la Figure 147). Cette configuration qui libère peu de dislocations en surface semble favorable à l'accumulation de la déformation plastique.

Pour la configuration identifiée comme nettement majoritaire de l'amorçage au centre du joint de macles, l'accumulation du glissement finit par induire l'activation locale d'un système de glissement compris dans le plan du joint de macles avec une forte incidence par rapport à la surface (point 2 de la Figure 147). Ainsi, de hautes extrusions émergent en surface, associées à de profondes intrusions dans lesquelles une fissure va s'amorcer (point 3 de la Figure 147). Ce processus peut être accentué par l'existence d'une spécificité microstructurale telle qu'un précipité  $\gamma_1'$  par exemple.

Dans une minorité de cas, l'amorçage a été identifié à l'extrémité du joint de macles. En effet, la faible incidence du glissement semble être favorable à l'accumulation des dislocations au niveau d'un joint de grains. Un micro-volume peut se créer si la transmission de la bande de glissement dans le grain voisin est difficile (point 2 de la Figure 147). Dans ce scénario, la fissure s'amorce dans le micro-volume, puis se propage le long du joint de macles (point 3 de la Figure 147).

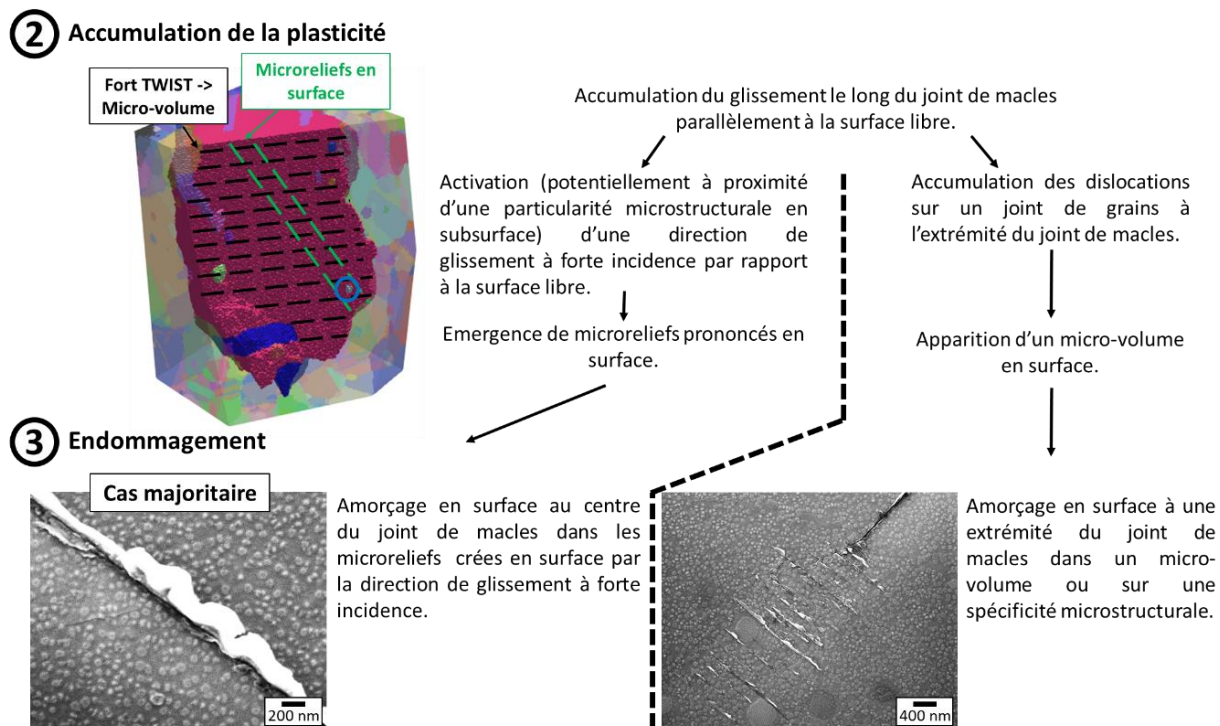


Figure 147 : Etape 2 et 3 des scénarios d'amorçage.

### III. Analyse de sites d'amorçage pour les conditions de type HCF à $R = 0$

En début de chapitre, l'analyse des configurations cristallographiques locales associées à l'amorçage le long d'un joint de macles a montré que les tendances sont similaires à  $R = -1$  et à  $R = 0$  en HCF. Les sites d'amorçage à  $R = 0$  ont cependant la particularité de présenter des angles de TWIST moins élevés qu'à  $R = -1$  (Annexe 13). Ce dernier résultat suggère que la transmission du glissement dans les grains voisins aux extrémités d'un joint de macles fissuré est plus facile à  $R = 0$ . Des amorçages impliquant « des supergrains » sont donc probables. En effet les conditions de chargement étudiées sont comparables à celles de l'étude de Davidson qui a proposé cette notion pour des essais conduits à 20 °C, à  $R = 0$  et avec une amplitude de contrainte comprise entre 63 % et 95 % de la limite d'élasticité [123].

Pour rappel du chapitre 3, la densité de bandes de glissement pour les conditions HCF à  $R = 0$  est nettement plus élevée qu'à  $R = -1$ . En revanche, une proportion bien moindre de bandes de glissement conduit à l'amorçage. Celles-ci ont donc probablement des caractéristiques très particulières par rapport à la population de bandes de glissement qui n'amorcent pas de fissures. La Figure 148 présente des exemples de bandes de glissement apparues le long d'un joint de macles non fissuré, malgré la longueur importante des 2 joints de macles. Ces bandes ont la caractéristique remarquable de ne pas présenter de zones avec de hautes extrusions, contrairement aux exemples fissurés qui seront évoqués ultérieurement (Figure 149).

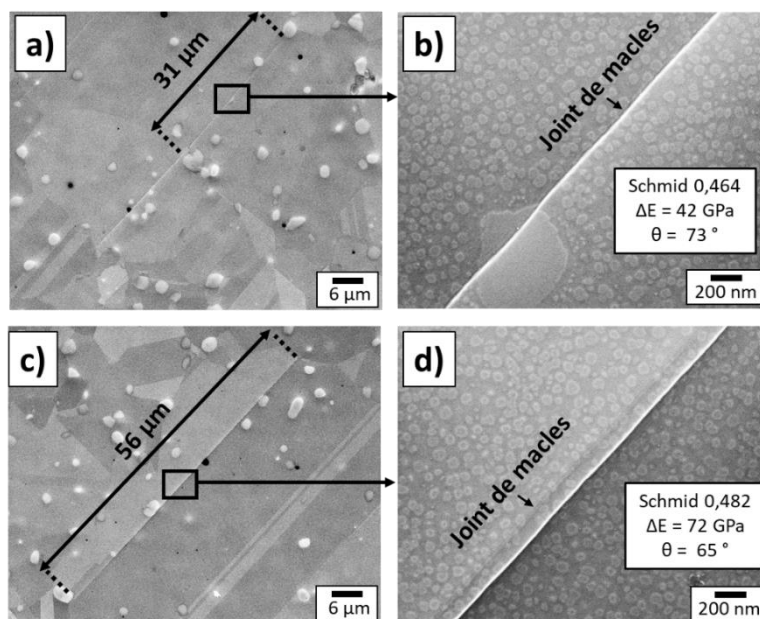


Figure 148 : Exemples de bandes de glissement en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$ ) à  $R = 0$  le long de joints de macles non fissurés.

L'objectif de cette partie est de cibler les similitudes et les différences relatives aux fissures amorcées le long d'un joint de macles entre les rapports de charge  $R = 0$  et  $R = -1$ . Ainsi, pour chacune des 2 conditions de chargement, les zones d'amorçage sont présentées, suivies de l'examen individuelle de quelques sites d'amorçage et de l'examen des facettes cristallographiques sur les faciès de rupture.

### III. 1. $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ , durée de vie de 80 000 cycles

#### III. 1. 1. Zones d'amorçage

Le Tableau 11 présente les zones d'amorçage identifiées le long des joints de macles à différents instants de la durée de vie. Comme à  $R = -1$ , la majorité des amorçages ont été identifiés au centre des joints de macles (environ 50 %). Une plus petite population de fissures s'est amorcée proche de l'extrémité du joint de macles (environ 10 %). Enfin, une partie non négligeable des zones d'amorçage n'ont pas pu être déterminées (environ 40%). Il est important de noter que pour cette condition la détermination de la zone d'amorçage sur une cartographie MEB est plus délicate à cause de la présence d'une bande de glissement le long du joint de macles en amont de l'endommagement (exemple sur la Figure 149 et sur la Figure 151).

Tableau 11 : Zones d'amorçage à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = 0$ .

% de la durée de vie	7 % ddv		25 % ddv		52 % ddv	
Nombre de fissures le long des joints de macles	10		70		103	
Amorçage au centre du joint de macles	5	50 %	24	34 %	34	33 %
Amorçage proche d'une extrémité du joint de macles	1	10 %	6	9 %	13	13 %
Zone d'amorçage non déterminée	4	40 %	40	57 %	56	54 %

Lorsque la zone d’amorçage a pu être repérée avec suffisamment de précision, les premières phases d’endommagement au centre d’un joint de macles ont été associées à la présence de hautes extrusions. La Figure 149 présente en effet un exemple avec des microreliefs beaucoup plus marqués dans la zone où la fissure semble s’être amorcée. Ainsi, dans le cas de l’amorçage au centre d’un joint de macles, le scénario décrit précédemment pour la condition HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = -1$  pourrait être valable à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = 0$ .

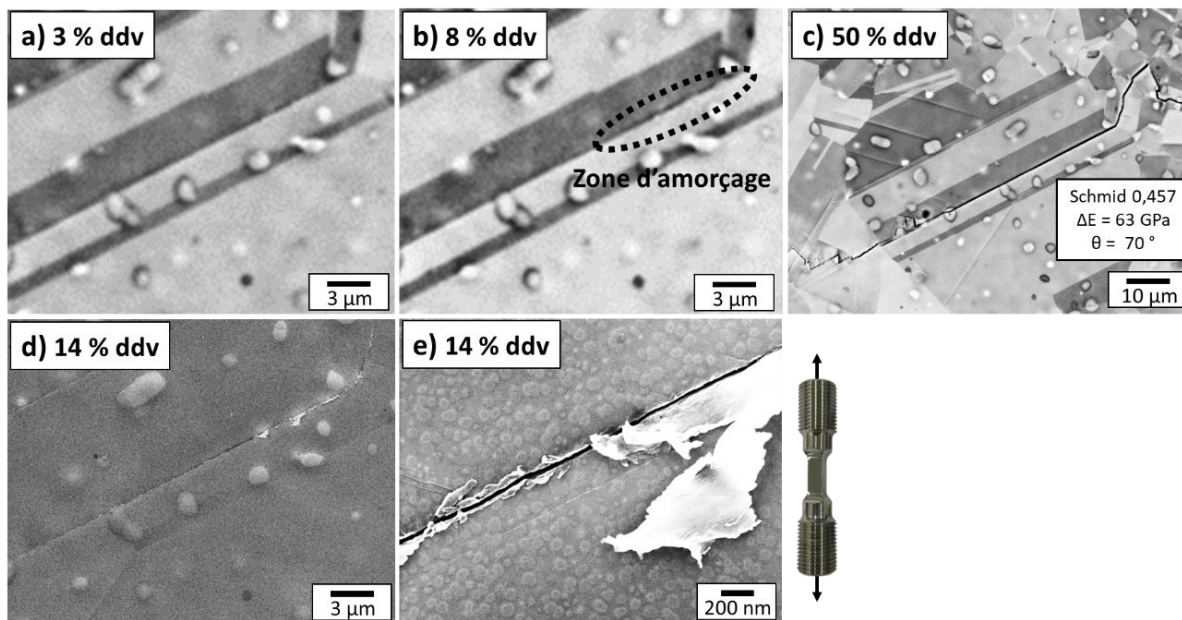


Figure 149 : Exemple d’une fissure amorcée dans une zone avec de hautes extrusions en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = 0$ . a) 3 % de la durée de vie (cartographie MEB). b) 8 % de la durée de vie (cartographie MEB). c) 50 % de la durée de vie (MEB). d) e) Images MEB-FEG à 14 % de la durée de vie.

Comme pour la condition HCF à  $R = -1$ , des fissures se sont amorcées proche de jonctions de joints et de précipités  $\gamma'_i$  dans le cas où la zone d’amorçage a été repérée à l’extrémité du joint de macles. Aucun micro-volume n’a été clairement mis en évidence, cependant des traces caractéristiques comme celles présentés à  $R = -1$  ont été ponctuellement observées. La Figure 150 présente un exemple de ce type, la zone d’amorçage de cette fissure ayant été identifiée à proximité de l’extrémité du joint de macles où le micro-volume est présent. La probabilité que l’amorçage ait eue effectivement lieu au niveau du micro volume est d’autant plus forte qu’aucune zone de hautes extrusions n’est présente le long du joint de macles.

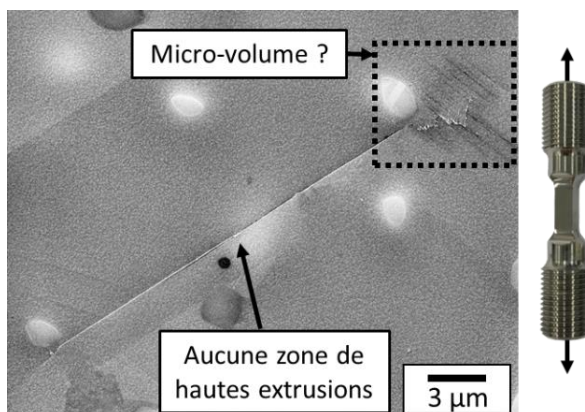
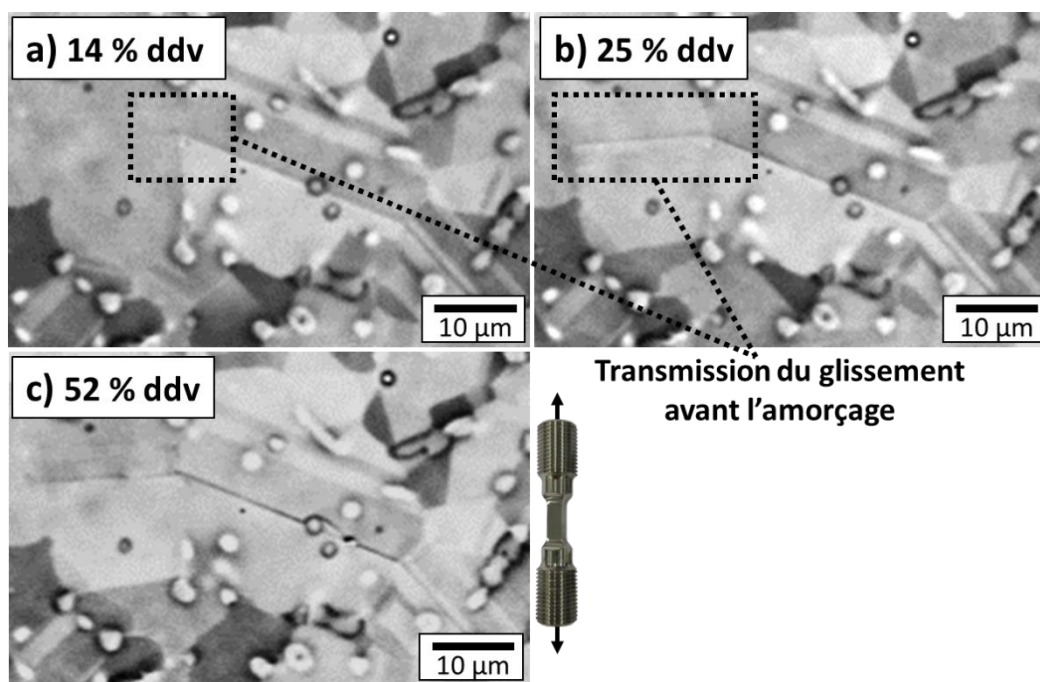


Figure 150 : Exemple d’une fissure amorcée proche d’une extrémité du joint de macles présentant des traces caractéristiques de la présence d’un micro volume en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = 0$ .

Comme pour la condition HCF à  $R = -1$ , certains amorçages ont été associés à des spécificités microstructurales telles qu'une marche incohérente ou la présence d'un précipité  $\gamma'_2$  sur le joint de macles. Un exemple d'une fissure qui s'amorce proche d'une marche incohérente est présenté dans l'Annexe 14.

Pour cette condition de chargement, une bande de glissement visible sur les cartographies MEB émerge le long du joint de macles en amont de l'amorçage de la fissure. Ce point est une différence majeure par rapport à la condition en HCF à  $R = -1$  où aucune trace de plasticité n'a été observée avant les premières phases d'endommagement (Figure 136, Figure 139 et Figure 142). A  $R = 0$  pour une demie amplitude de déformation totale imposée de  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ , certaines fissures s'amorcent avant que la bande de glissement ne se transmette dans les grains voisins aux extrémités du joint de macles, comme dans les exemples précédents (Figure 149 et Figure 150). Dans d'autres cas, l'endommagement a été observé le long du joint de macles après la transmission de la bande de glissement dans les grains voisins. En effet, dans l'exemple de la Figure 151, la bande de glissement s'est transmise du joint de macles vers le grain voisin entre 3 % et 14 % de la durée de vie alors que l'amorçage de la fissure s'est produit après 14 % de la durée de vie. Ce type de configuration, comme décrit dans la littérature pour les « supergrains » [123], permet d'atteindre une longueur de glissement plus importante. Les plus faibles angles de TWIST qui ont été caractérisés pour cette condition de chargement vont dans le sens de favoriser la transmission du glissement.



**Figure 151 : Exemple d'un amorçage d'une fissure le long d'un joint de macles après la transmission du glissement dans le grain voisin en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = 0$ .**

Pour résumer, les conditions cristallographiques locales des populations de fissures, la nature des zones d'amorçages et leurs caractéristiques sont globalement similaires entre le rapport de charge  $R = -1$  et  $R = 0$ , pour une demie amplitude de déformation totale imposée de  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ . Il est donc probable que les scénarios et les mécanismes d'endommagement mis en jeu soient comparables. Quelques spécificités sont cependant présentes à  $R = 0$ , notamment la présence de bandes de glissement le long des joints de macles avant l'amorçage et les cas de transmission du glissement dans les grains voisins avant les premières phases d'endommagement.

### III. 1. 2. Facettes cristallographiques

Les 2 faciès de rupture obtenus avec la condition de sollicitation évoquée sont discutés dans cette partie à la lumière des résultats précédemment présentés. Les 2 éprouvettes ont été testées à  $\Delta\varepsilon/2 = 0,27\%$  et à  $\Delta\varepsilon/2 = 0,25\%$  pour des durées de vie respectives de 67 000 cycles et 95 000 cycles. Comme expliqué précédemment, les angles associés à des traces de glissement sur les facettes sont donnés à titre indicatifs, sans certitude que les systèmes de glissement évoqués soient contenus dans le plan de la facette cristallographique.

La Figure 152 présente un des deux faciès de rupture (le second étant reporté en Annexe 15). 3 sites d'amorçage sont visibles : une particule (Figure 152.c) et deux facettes cristallographiques (Figure 152.b.d). Une des facettes présente des lignes avec beaucoup d'incidence par rapport à la surface libre (Figure 152.d). Une partie anguleuse linéique est également observée sur cette même facette. Celle-ci pourrait faire penser à un amorçage dans une bande de glissement qui se transmet à travers un joint de macles (cas évoqué dans le chapitre 1 et dans le chapitre 3 en LCF à  $R = -1$  dans la Figure 104.c). Le dernier site d'amorçage (Figure 152.b) est composé d'un groupe de plusieurs facettes débouchantes en surface. Cette configuration fait penser à un amorçage sur « un supergrain » avec la transmission du glissement dans plusieurs grains avant l'amorçage. Il est probable que la fissure se soit amorcée sur la plus grande facette au centre qui présente des lignes avec peu d'incidence par rapport à la surface. La facette de l'Annexe 15 est l'unique site d'amorçage sur le faciès de rupture, elle est de plus grande taille et les lignes observées ont une incidence importante par rapport à la surface libre.

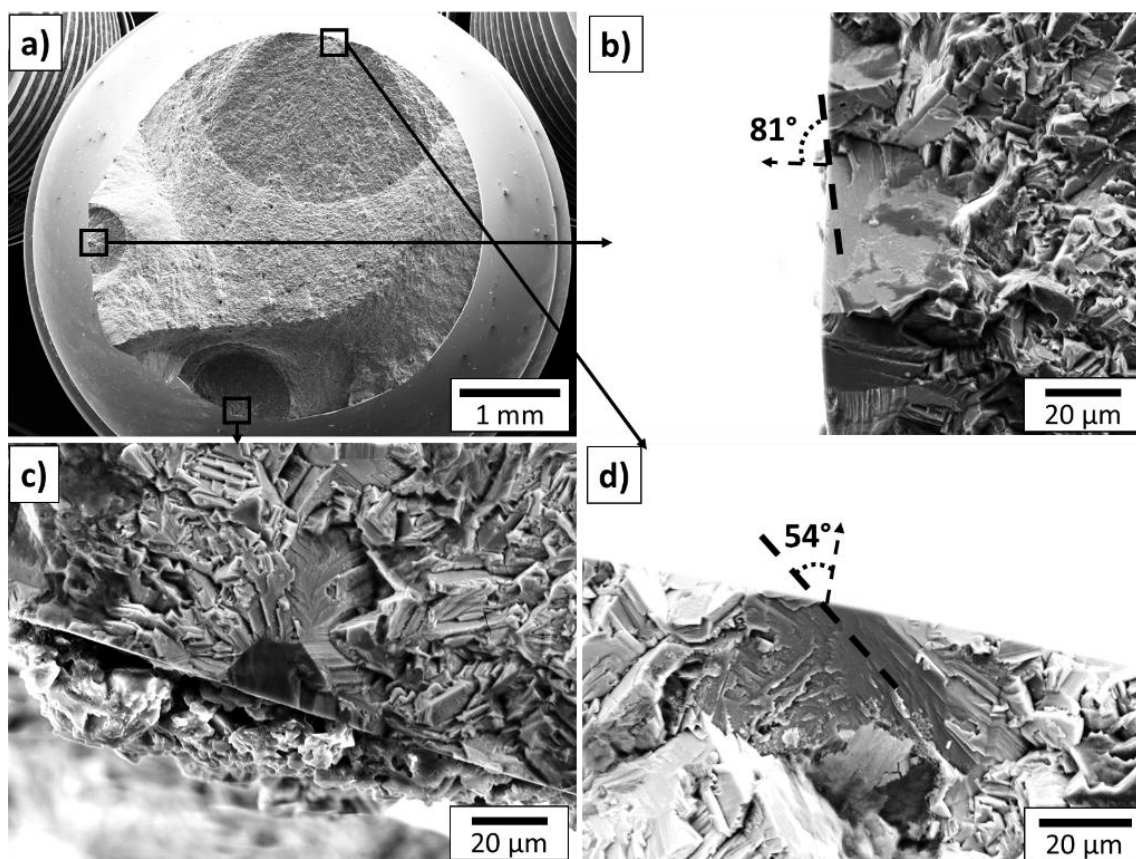


Figure 152 : Eprouvette 2 testée en HCF  $\Delta\varepsilon/2 = 0,25\%$  à  $R = 0$  avec une durée de vie de 95 000 cycles.

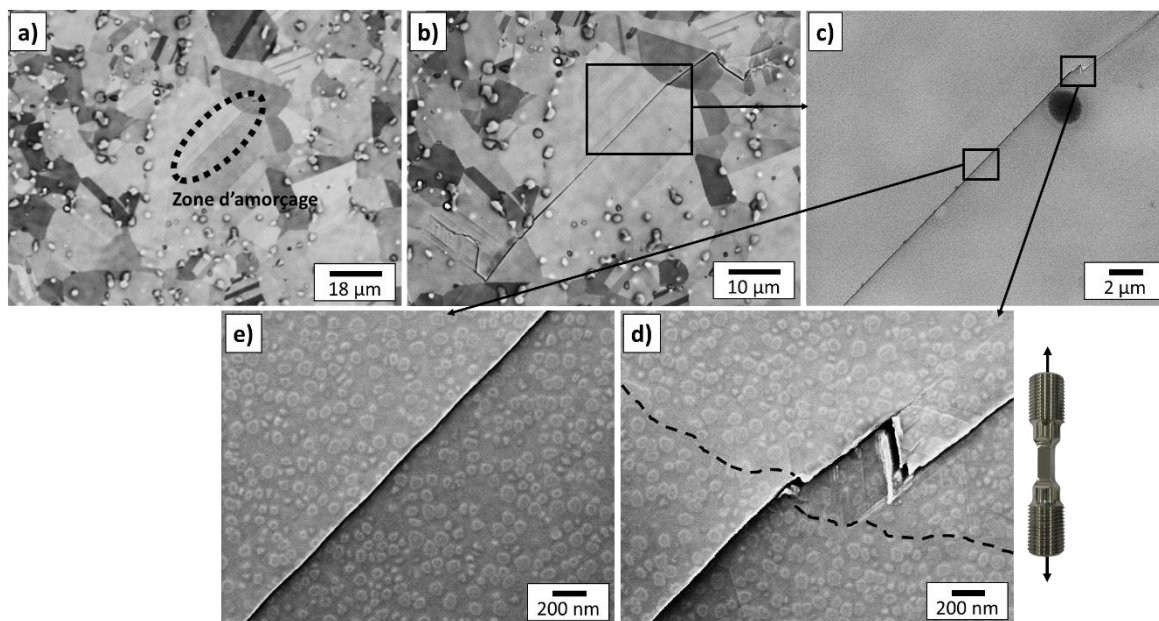
Les facettes cristallographiques des faciès de rupture ont des caractéristiques surprenantes comparativement à la population de fissures obtenue à partir des essais interrompus. En effet, sur 3 facettes cristallographiques caractérisées, 2 présentent des lignes à forte incidence par rapport à la surface libre. Ce résultat ne serait pas cohérent avec la population de fissures de l'essai interrompu qui présente des directions de glissement actives à faible incidence. Cette dernière remarque est valable dans le cas où les lignes correspondent à des bandes de glissement dans le plan de la facette. La présence de ces lignes pourrait s'expliquer par le fait qu'elles soient des bandes de glissement associées à des systèmes de glissement en dehors du plan du joint de macles. En effet, comme illustré dans l'Annexe 16, le haut niveau de contrainte de cette condition rend cette hypothèse très probable. Une autre hypothèse pourrait être que l'amorçage se produit plus tard dans le cas d'un joint de macles avec une direction de glissement active à forte incidence par rapport à la surface libre. Ces fissures pourraient mener à la rupture de l'éprouvette si elles n'amorcent pas trop tard dans la durée de vie et que les conditions de propagation sont favorables. Un exemple avec 2 fissures ayant une différence importante de vitesse de micro propagation est présenté en Annexe 17. Enfin, le cas de l'amorçage de type « supergrain » (Figure 152.b) pourrait correspondre au cas de la Figure 151, c'est-à-dire avec un amorçage ayant lieu après transmission de la bande de glissement dans un ou plusieurs grains voisins. La littérature montre également que ce type de facettes peut également indiquer une micro propagation transgranulaire au sein des bandes de glissement des grains voisins [99–101,109].

### **III. 2. $\Delta\varepsilon/2 = 0,20 \%$ , durée de vie de 200 000 cycles**

#### **III. 2. 1. Zones d'amorçage**

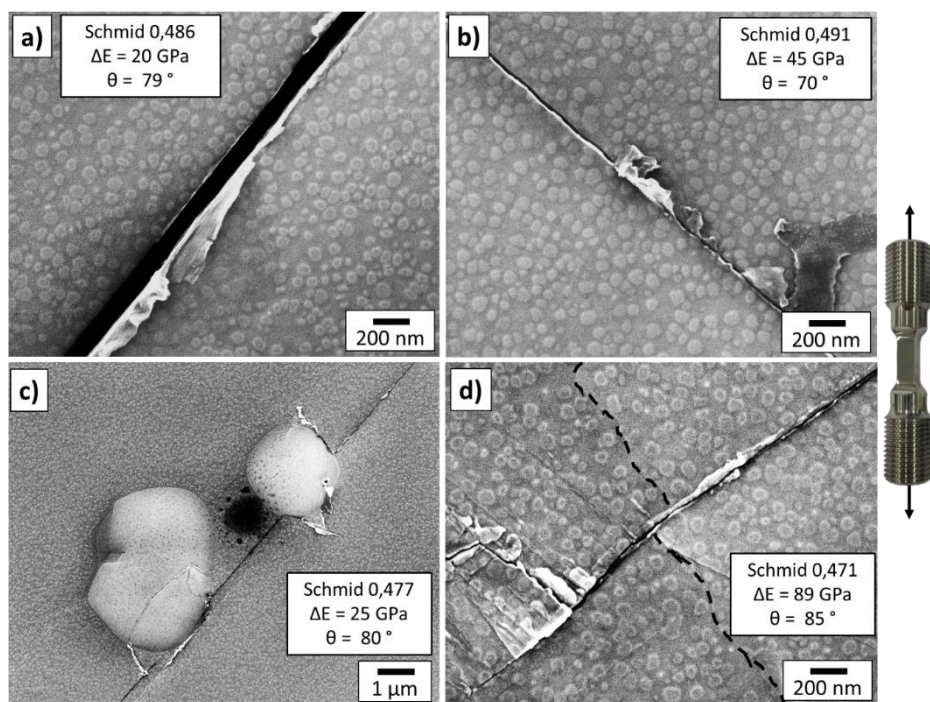
Rappelons qu'à cause de la très faible densité de fissures, seulement 5 amorçage le long d'un joint de macles ont été détectées et caractérisées. Les sites d'amorçage ont été analysés individuellement dans l'Annexe 18. Pour cette condition de chargement, aucune zone d'amorçage n'a pu être déterminée précisément car les fissures étaient déjà trop propagées aux interruptions pour lesquels elles ont été repérées. Les zones d'amorçage sont donc discutées à la lumière des traces de micro-plasticité observées lors de la détection d'une fissure.

Comme pour la condition HCF à  $R = -1$  et contrairement à ce qui a été évoqué précédemment à  $\Delta\varepsilon/2 = 0,27 \%$  à  $R = 0$ , l'endommagement a été détectée sans qu'une bande de glissement se soit préalablement formée le long du joint de macles (Figure 209.a et Figure 210.c). Un amorçage semble s'être produit à une extrémité du joint de macles. En effet, dans ce cas qui est illustré sur la Figure 153, les uniques traces de plasticité marquées sont observées à l'intersection entre la fissure et le joint de grains (Figure 153.d). Aucune extrusion n'a été caractérisée le long du joint de macles (Figure 153.c.e).



**Figure 153 : Fissure s'étant probablement amorcée à l'extrémité du joint de macles à  $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  à  $R = 0$ . a) Cartographie MEB à 15 % de la durée de vie. b) Image MEB à 30 % de la durée de vie. c) d) e) Image MEB-FEG à 50 % de la durée de vie. d) Intersection du joint de macles et du joint de grains. e) Centre du joint de macles.**

Pour les autres sites d'amorçage, de hautes extrusions pouvant correspondre aux premiers stades de l'endommagement ont été observés au centre des joints de macles (Figure 154.a.b) mais également proche de précipités  $\gamma'_1$  (Figure 154.c). Des traces de plasticité marquées similaires à celles de la Figure 153.d ont également été observées à des extrémités de joints de macles. La Figure 154.d présente également des bandes de glissement à l'extrémité d'un joint de macles pouvant correspondre à un micro volume.



**Figure 154 : Exemples de traces de plasticité sur plusieurs sites d'amorçage à  $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  à  $R = 0$ . a) b) Extrusions au centre d'un joint de macles. c) Endommagement proche des précipités  $\gamma'_1$ . d) Traces de plasticité pouvant faire penser à la présence d'un micro volume.**



Les traces de plasticité et d'endommagement caractérisées sont de même nature que pour les 2 autres conditions de chargement de type HCF. Il est ainsi probable que les mécanismes d'amorçage mis en jeu soit également similaire à ceux discutés précédemment. Par contre, il est possible que les proportions de type de zones d'amorçage diffèrent des 2 conditions étudiées précédemment. En effet, au moins 1 fissure sur 5 s'est amorcée à l'extrémité d'un joint de macles, ce qui correspond à 20%. Pour les 4 sites d'amorçage restant, des traces de plasticité aux extrémités des joints de macles montrent que l'hypothèse d'un amorçage dans cette zone n'est pas à exclure.

### III. 2. 2. Facettes cristallographiques

Pour rappel, 5 essais de fatigue jusqu'à la rupture ont été réalisés pour cette condition. 3 fissures fatales ont amorcées sur une particule débouchantes en surface et 2 sur des facettes cristallographiques.

Les facettes de la première éprouvette rompue, déjà présentées dans le chapitre 4, sont présentées en Annexe 19 avec en plus l'orientation des traces de glissement par rapport à la surface libre. Comme discuté dans le chapitre 4, la longueur des facettes débouchantes en surface est étonnement peu élevée comparativement à celle des joints de macles fissurés sur l'essai interrompu. Similairement à certaines facettes à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = 0$ , les principales traces de glissement présentes une incidence importante, contrairement aux facettes présentées pour la condition HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$ .

La deuxième éprouvette a rompu sur un unique site d'amorçage présenté sur la Figure 155. Celui-ci est composé de plusieurs facettes en surface et en subsurface. Comme abordé pour la condition à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = 0$ , ce type de site d'amorçage peut faire penser à un « supergrain » ou à une micro-propagation dans des bandes de glissement.

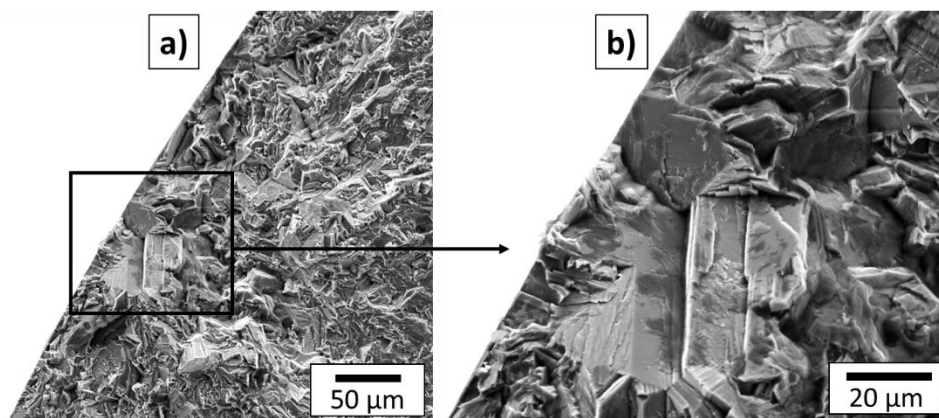


Figure 155 : Eprouvette 2 testée en HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,23\%$  à  $R = 0$  avec une durée de vie de 175 000 cycles. .

## IV. Synthèse

Les configurations cristallographiques locales associées aux fissures amorcées le long d'un joint de macles ont été analysées sur les différentes populations de sites d'amorçage en HCF ( $R = -1$  et  $R = 0$ ) et en LCF. Les scénarios et les mécanismes d'endommagement ont ensuite été discutés en s'appuyant sur l'analyse détaillée de différentes zones d'amorçage pour les conditions HCF ; d'abord à  $R = -1$  pour la condition de référence, puis à  $R = 0$  pour confrontation. Certaines caractéristiques des sites d'amorçage en surface ont ensuite été comparées aux facettes cristallographiques observées sur les faciès de rupture pour des conditions de chargement similaires.

Quelle que soit la condition de chargement, l'amorçage a systématiquement lieu dans les zones de gros grains de la microstructure bimodale. L'étude statistique des configurations cristallographiques locales montre qu'un joint de macles qui amorce une fissure est plus long que la moyenne. Il présente également un bon compromis entre la différence de module d'Young de part et d'autre du joint de macles et le facteur de Schmid. Les directions de glissement actives sont quasiment parallèles à la surface libre en HCF alors qu'elles ont une incidence élevée en LCF. Cette différence suggère des mécanismes d'endommagement différents. Il est important de noter que l'amorçage transgranulaire en LCF présente des caractéristiques similaires aux fissures le long d'un joint de macles. Ces résultats et ceux de la littérature suggèrent que les premiers stades d'endommagement le long d'un joint de macles en LCF ont lieu dans les microreliefs des bandes de glissement. Ceux-ci sont en effet importants grâce à l'orientation favorable des directions de glissements par rapport à la surface libre. Ce type de raisonnement est bien connu dans le cas de l'amorçage transgranulaire dans d'autres métaux et alliages CFC. Les directions de glissement quasiment parallèles à la surface libre en HCF ne permettent pas d'établir un scénario d'amorçage identique. Les mécanismes d'endommagement possibles pour les conditions de type HCF ont alors été discutés.

L'analyse des configurations locales favorisant les processus d'endommagement a d'abord été réalisée pour la condition de référence en HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = -1$ . Il est tout d'abord important de rappeler que toutes les bandes de glissement observées, à quelques rares exceptions près, ont données lieu à la formation d'une fissure. Cela montre que la plasticité s'active dans des zones très spécifiques, probablement du fait de champs mécaniques locaux intenses à différentes échelles, qui conduisent, dans le domaine des grands nombres de cycles, quasi-systématiquement à l'amorçage. Statistiquement, l'amorçage a majoritairement lieu au centre d'un joint de macles plutôt qu'à son extrémité. Plusieurs zones d'amorçage ont été repérées proche d'extrusions particulièrement hautes. Il est important de préciser que la majorité de la longueur d'un joint de macles fissuré ne présente pas ou peu d'extrusions pour cette condition de chargement. Il a alors été proposé que les premières phases de l'endommagement se déroulent dans ces zones de hautes extrusions. Celle-ci serait créée par l'activation locale d'un système de glissement à forte incidence par rapport à la surface libre, potentiellement à cause de la présence d'une configuration microstructurale spécifique en surface ou en subsurface. En effet, la présence d'une marche incohérente ou d'un précipité primaire  $\gamma'_1$  sur un joint de macles a été identifiée comme un facteur qui pourrait exacerber les champs mécaniques locaux. Plusieurs sites d'amorçage de fissures ont été associés à la présence d'une marche incohérente, ce qui à notre connaissance n'a pas été identifié clairement dans la littérature. Une minorité d'amorçage a lieu à une extrémité d'un joint de macles. Certaines fissures se sont amorcées sur des jonctions de joints. D'autres se sont potentiellement créées dans un micro volume, en effet un glissement quasiment parallèle à la surface libre semble favorable à une accumulation de dislocations au niveau des joints de grains. Un site d'amorçage reconstruit en 3D et 2

facettes cristallographiques ont une morphologie très allongée dans la profondeur, ce qui permettrait à une direction de glissement à forte incidence par rapport à la surface de bénéficier d'une longueur de glissement importante. L'examen détaillé de 2 facettes cristallographiques ayant menées à des fissures fatales montrent clairement de l'activité plastique sur plusieurs systèmes de glissement. Ce dernier résultat est cohérent avec les analyses réalisées sur les sites d'amorçage en surface. Sur les facettes, les principales bandes de glissement ont une faible incidence par rapport à la surface libre, ce résultat serait également cohérent avec la population de fissures en HCF. Cependant il est impossible d'affirmer que ces bandes correspondent à un système de glissement contenu dans le plan de la facette. Pour finir, il est probable que les mécanismes évoqués ne soit pas dépendant de la microstructure. En effet, les joints de macles fissurés présentent des configurations cristallographiques locales similaires sur la microstructure dite « grossière » pour la même condition de chargement.

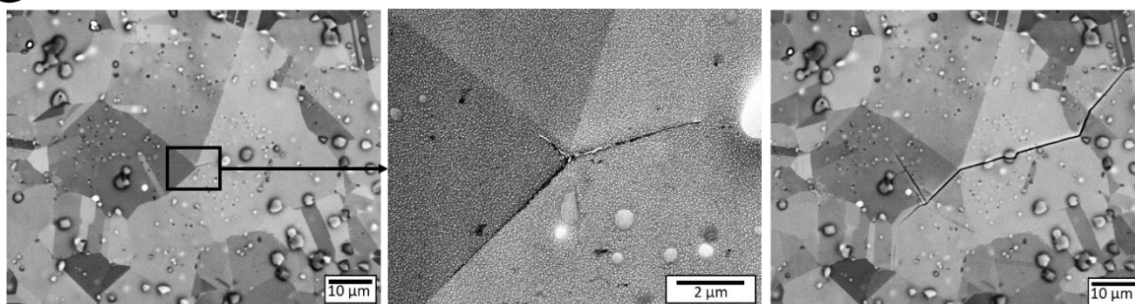
Les conclusions relatives aux configurations cristallographiques locales, aux zones d'amorçage et aux mécanismes d'endommagement sont globalement similaires les 2 conditions HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  et  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = 0$  et la condition HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) de référence à  $R = -1$ . La proportion d'amorçage à une extrémité d'un joint de macles semble cependant être plus importante pour le plus bas niveau de chargement ( $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$ ) à  $R = 0$ . Les facettes cristallographiques en HCF à  $R = 0$  présentent des caractéristiques différentes de celles de la condition de référence à  $R = -1$ . C'est notamment le cas de certains amorçages sur des groupes de facettes cristallographiques observés à  $R = 0$ . Il faut également noter que les principales bandes de glissement observées sur les facettes peuvent avoir une incidence élevée par rapport à la surface libre, contrairement aux facettes présentées à  $R = -1$ . Des hypothèses ont été posées pour tenter d'interpréter ce dernier résultat.

## Chapitre 6 : Fissures aux jonctions de joints de macles

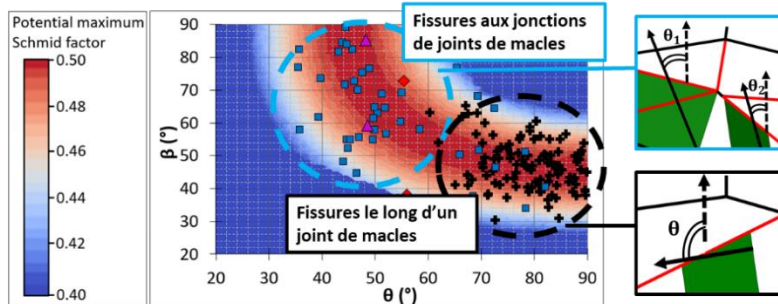
Les jonctions de joints de macles ont été identifiées comme une nouvelle configuration d'amorçage de fissures de fatigue. Des fissures de cette nature ont été identifiées pour toutes les conditions de chargement étudiées et pour les 2 microstructures de l'étude. En HCF à  $R = -1$ , une proportion importante de fissures s'est amorcée aux jonctions de joints de macles. De plus, à 30 % de la durée de vie, 30 % des fissures les plus longues sont à des jonctions.

Dans ce chapitre, ce type de site d'amorçage complexe est d'abord décrit en s'appuyant sur des caractérisations de surface et une reconstruction 3D. Les grandeurs calculées dans le chapitre 5 pour l'amorçage le long des joints de macles sont ensuite étudiées pour les joints de macles des jonctions fissurées. La complexité de cette configuration a nécessité l'analyse de nouvelles grandeurs qui seront présentées. Les mécanismes d'endommagement et un scénario d'amorçage sont, par la suite, discutés grâce à l'analyse de la population représentative de fissures et à de fines observations au MEB-FEG à différents instants de la durée de vie. Pour finir, des facettes cristallographiques observées sur les faciès de rupture et pouvant correspondre à cette configuration sont analysées à la lumière des résultats acquis.

### ① Zone de l'amorçage : très proche des jonctions



### ② Comparaisons des indicateurs avec le cas des fissures le long des joints de macles



### ③ Discussion des caractéristiques des joints, des traces de plasticité et de facettes cristallographiques pouvant correspondre à cette configuration

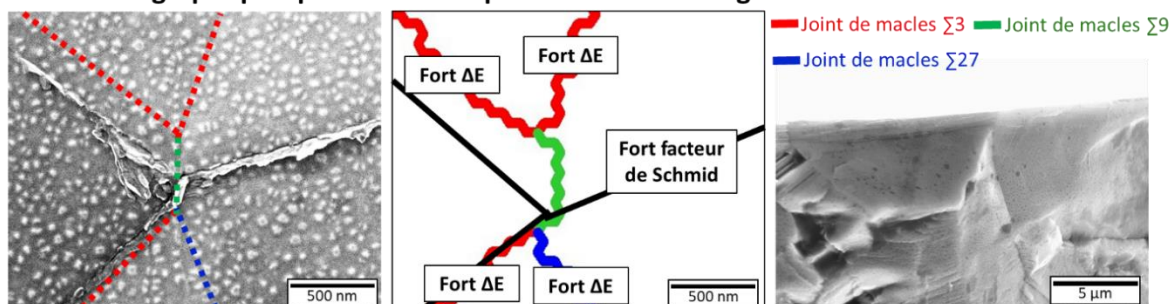


Figure 156 : Démarche d'analyse de l'amorçage de fissures aux jonctions de joints de macles.

## I. Description des jonctions fissurées

23 jonctions de joints de macles fissurées ont été caractérisées par EBSD, 21 pour la condition de type HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$ , 1 en LCF à  $R = -1$  et 1 en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  à  $R = 0$ . Les résultats présentés dans cette partie concernent la population de la condition de référence HCF à  $R = -1$ .

### I. 1. Zone d'amorçage

La zone d'amorçage a systématiquement été caractérisée au niveau de la jonction des différents joints de macles. Il n'a jamais été possible de déterminer si les premières phases d'endommagement ont lieu exactement sur la jonction ou juste à côté. La Figure 157 présente un exemple avec un amorçage à 2 % de la durée de vie. Cette fissure fait partie des plus longues à 30 % de la durée de vie pour cet essai interrompu. Il est clair dans cet exemple que les premières phases de plasticité et d'endommagement ont lieu sur la jonction ou juste à côté.

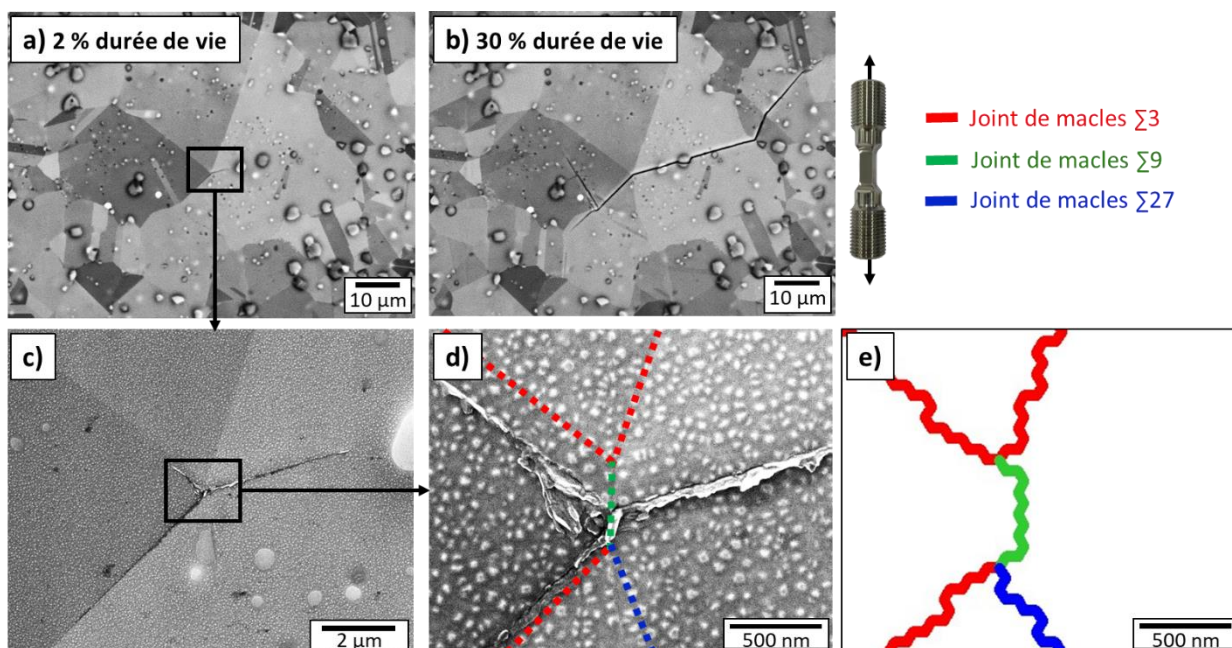


Figure 157 : Exemple d'un amorçage au niveau d'une jonction de joints de macles à 2 % de la durée de vie en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$ . a) b) Images MEB. c) d) Images MEB-FEG. e) Nature des interfaces.

### I. 2. Nature des joints

Un exemple de la configuration typique de jonction de joints de macles fissurée est représenté sur la Figure 158. La jonction est constituée de 5 joints de macles  $\Sigma 3$  liés par 2 segments de joints de macles de quelques dizaines de nanomètres, respectivement  $\Sigma 9$  et  $\Sigma 27$ . Comme dans l'exemple évoqué, au moins 1 des 5 joints de macles participant à la jonction est totalement incohérent.

Les données relatives aux 21 jonctions fissurées sont présentées sur la Figure 159. Une jonction de joint de macles est composée d'entre 4 et 6 cristallites. Comme évoqué dans le paragraphe précédent, la majeure partie de la population est composé de 5 joints de macles  $\Sigma 3$  liés par un segment de joint de macles  $\Sigma 9$  et un segment de joint de macles  $\Sigma 27$ . Des exceptions existent cependant, en effet, la jonction peut être réalisée par un joint de grain, un joint de macles  $\Sigma 9$  ou les 2.

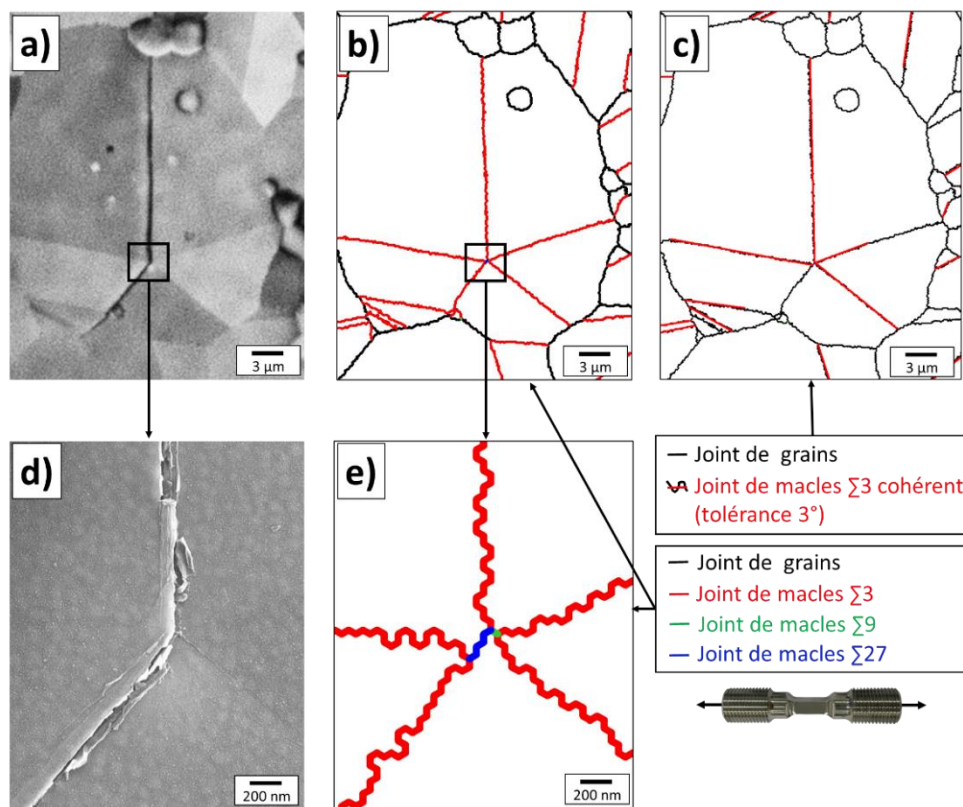


Figure 158 : Exemple de la configuration majoritairement observée en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$ . a) Image MEB. b) Nature des interfaces avec tous les joints de macles  $\Sigma 3$ . c) Nature des interfaces avec uniquement tous les joints de macles cohérents  $\Sigma 3$ . d) Image MEB-FEG au niveau de la jonction. e) Nature des interfaces au niveau de la jonction avec tous les joints de macles  $\Sigma 3$ .

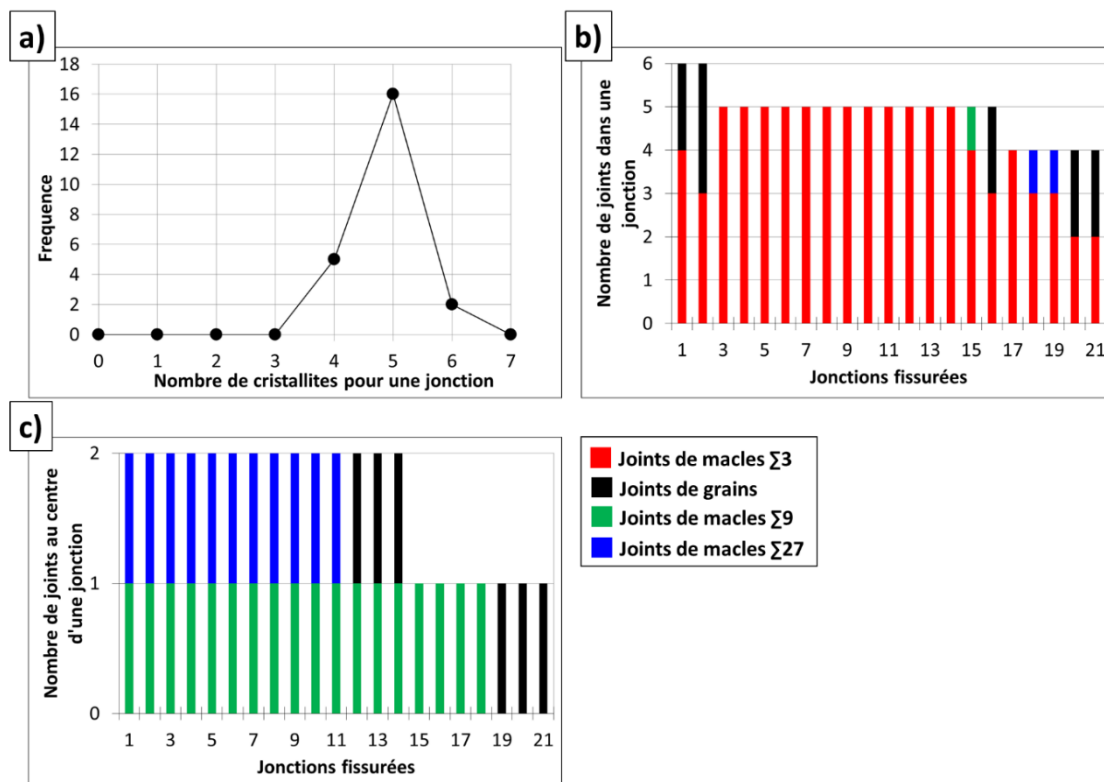


Figure 159 : Description des jonctions de joints de macles fissurées. a) Histogramme en fréquence du nombre de cristallites participant à une jonction. b) Nature des joints participant aux jonctions. c) Nature des segments de joints assurant les jonctions.

Des exemples de configurations spécifiques sont présentés sur la Figure 160. Il est intéressant de remarquer que la plupart des joints de macles  $\Sigma 3$  ne sont parfaitement cohérents que seulement par partie. De plus, comme déjà spécifié dans la description de la configuration la plus fréquente, il n'est pas rare qu'un des joints de macles  $\Sigma 3$  soit totalement incohérent. Le degré de cohérence, très probablement impliqué dans le processus d'endommagement ne sera que peu évoqué dans ce chapitre.

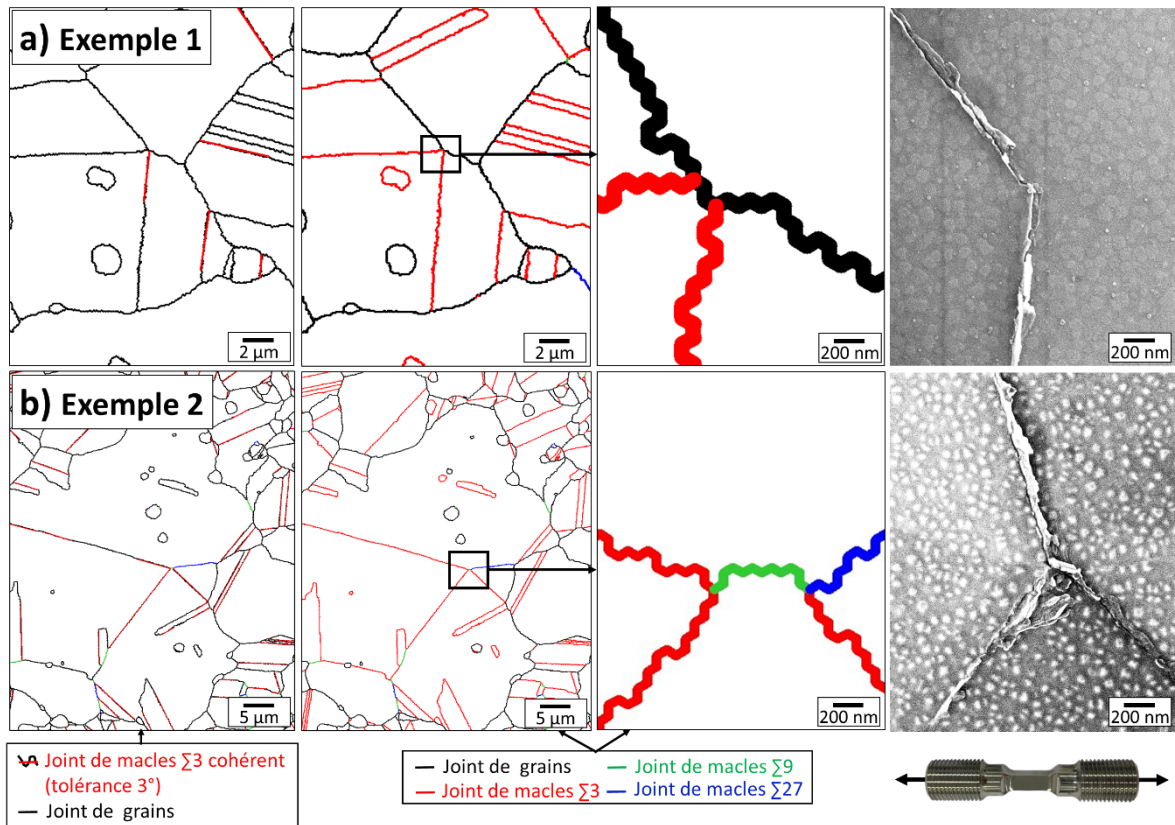


Figure 160 : Exemples de configurations spécifiques de jonctions de joints de macles fissurées en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$ . a) Exemple 1. b) Exemple 2.

### I. 3. Nature des joints fissurés

Comme décrit en début de chapitre, l'amorçage a lieu au niveau de la jonction. La fissure se propage ensuite suivant 2 plans octaédriques de part et d'autre de la jonction. Dans la grande majorité des cas (Figure 161), les 2 plans octaédriques se trouvent le long de deux joints de macles  $\Sigma 3$ . Des configurations spécifiques existent et sont illustrées sur la Figure 161.b.c, avec un des 2 plans octaédriques fissurés se trouvant proche d'un joint de grains ou tout simplement transgranulaire. Il faut noter que les 2 fissures les plus longues associées à des jonctions à 30 % de la durée de vie correspondent aux 2 configurations dites « spécifiques » de la Figure 161.b.c.

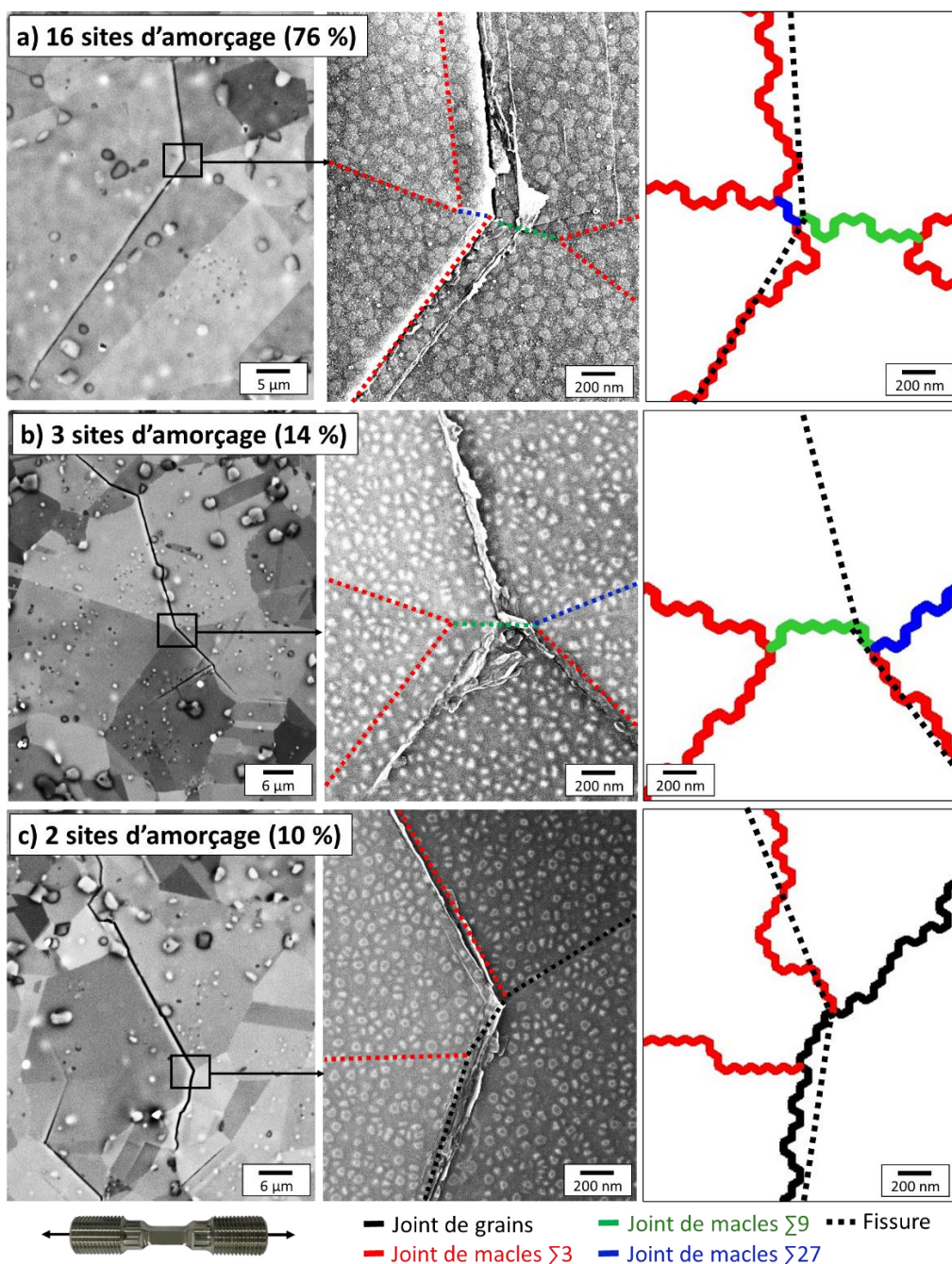


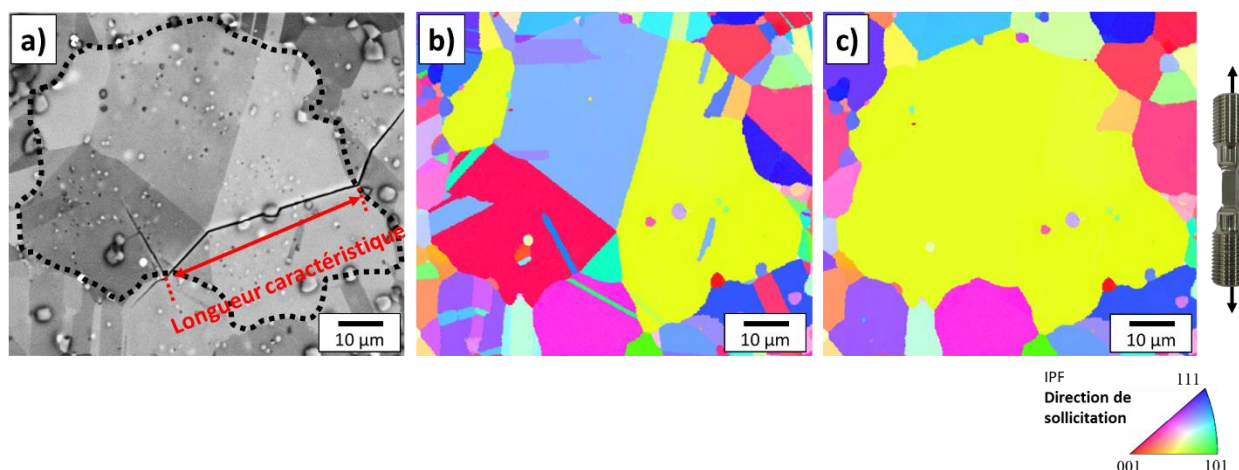
Figure 161 : Nature des joints fissurés en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$ . a) Plans octaédriques fissurés parallèles à 2 joints de macles  $\Sigma 3$ . b) Un plan octaédrique fissuré parallèle à un joint de macles  $\Sigma 3$  et un autre transgranulaire. c) Un plan octaédrique fissuré parallèle à un joint de macles  $\Sigma 3$  et un autre proche d'un joint de grains.



## I. 4. Taille des jonctions fissurées

L'objectif est d'associer une longueur caractéristique à une jonction fissurée. Il s'agit de comparer cette grandeur à la taille de grains de la microstructure et à la longueur des joints de macles fissurés dans le cas classique de l'amorçage le long des joints de macles. Ce type de comparaison est d'autant plus pertinent que l'ensemble des cristallites autour d'une jonction ne forment en générale qu'un seul et même grain reconstruit (Figure 162). La longueur caractéristique la plus naturelle est donc le diamètre équivalent du grain reconstruit. Celle-ci permet de replacer directement une jonction fissurée dans la population de taille de grains. Cette dimension est également compatible avec les méthodes de cotation de la taille de grains par les industriels. En effet, industriellement, la taille de grains est mesurée sans les joints de macles, avec une attaque adéquate et des observations en microscopie optique.

Afin d'être capable d'estimer la taille du grain reconstruit sans les données EBSD, le choix a été fait de mesurer systématiquement la distance représentée sur la Figure 162.a pour toutes les fissures amorcées à des jonctions. Cette longueur caractéristique est la longueur entre les 2 points par lesquels la fissure se propage dans les grains voisins.



**Figure 162 : a) Image MEB avec illustration de la longueur caractéristique mesurée pour les jonctions de joints de macles. b) Cristallites en figure de pôle inverse. c) Grains reconstruits sans les joints de macles en figure de pôle inverse.**

Comme réalisé dans le chapitre précédent pour l'amorçage le long d'un joint de macles, la Figure 163.a présente l'évolution de la moyenne des longueurs caractéristiques de jonctions fissurées au cours de la durée de vie. Pour comparaison, l'évolution de la moyenne des longueurs de joints de macles fissurés dans le cas classique est également tracée. L'évolution est presque identique entre les 2 configurations. Comme pour l'amorçage le long des joints de macles, les premières fissures s'amorcent avant 5 % de la durée de vie dans les plus gros grains reconstruits. Des jonctions avec une longueur caractéristique moins importante se fissurent ensuite jusqu'à ce que la moyenne de la longueur caractéristique stagne à une valeur presque égale à la taille de grains moyenne à 10 % de la durée de vie. Ce palier est induit par le fait que très peu de jonctions se fissurent après 10 % de la durée de vie, contrairement au nombre de fissures le long d'un joint de macles qui continue à augmenter (Figure 163.b).

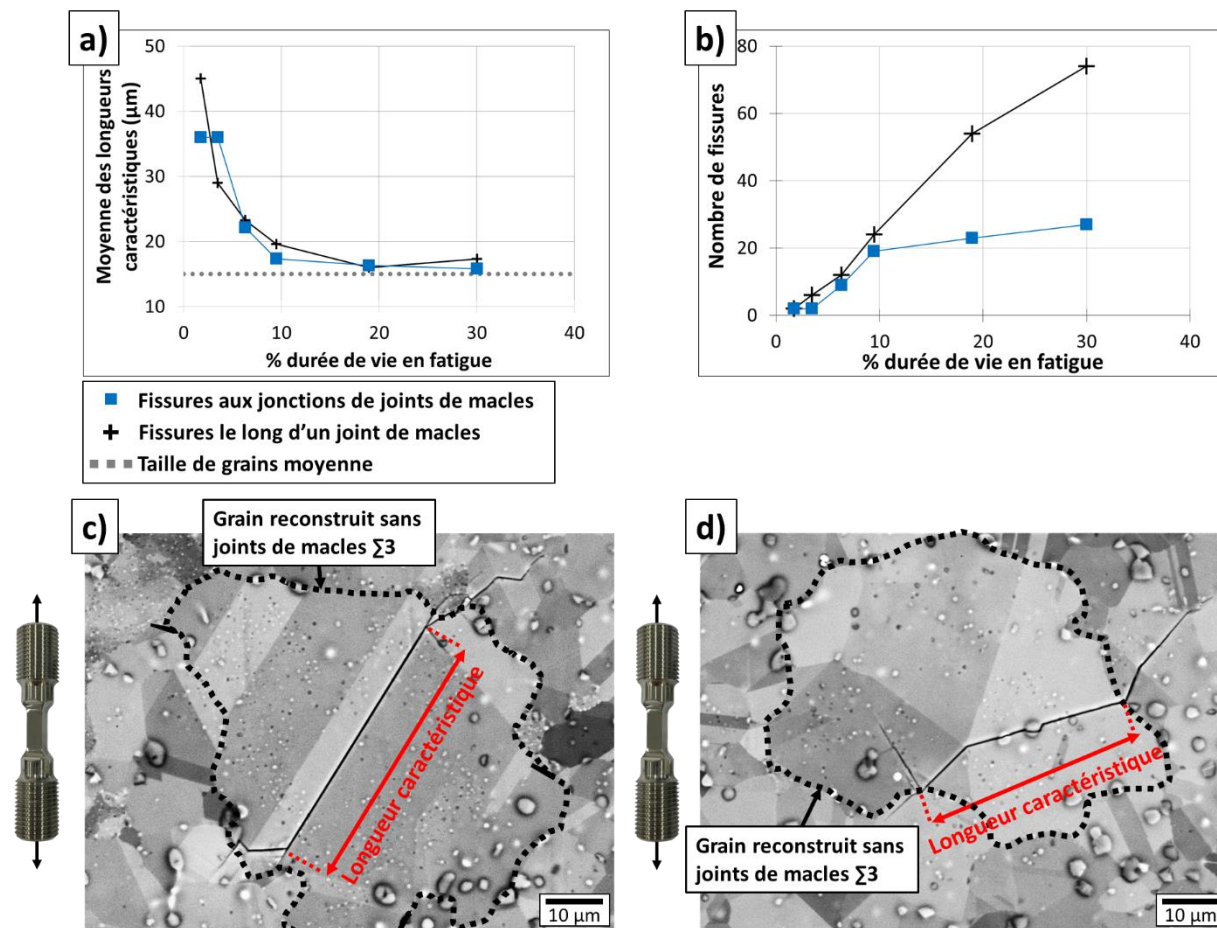


Figure 163 : Evolution de a) la longueur caractéristique moyenne et b) du nombre de fissure au cours de la durée de vie pour les fissures aux jonctions de joints de macles et pour les fissures le long des joints de macles en HCF à  $R = -1$ .

### I. 5. Reconstruction 3D

L'existence de configurations très spécifiques de jonctions de joints conduisant à l'amorçage précoce de longues fissures est un point clé de ce travail. Les analyses 2D présentées dans les paragraphes précédents ont montré toute la complexité et la diversité des configurations impliquées. Afin d'enrichir ces analyses et tenter de mieux identifier les microstructures favorisant ce processus, une jonction fissurée a été reconstruite en 3D au FIB EBSD.

Les observations de surface et les résultats 3D sont sur la Figure 164. Le site d'amorçage en surface est une jonction de 3 joints de macles  $\Sigma 3$  cohérents et un joint de macles  $\Sigma 27$ . Ces joints sont liés par un segment de joint de macles  $\Sigma 9$ . La fissure s'est développée suivant 2 des joints de macles cohérents en surface. En 3D, la jonction est présente sur une profondeur de  $12 \mu\text{m}$ . Étonnamment, en 3D, les joints de macles fissurés ne sont pas parallèles aux plans de glissement actifs, alors même que ceux-ci ont été identifiés comme cohérents en surface. Ce résultat surprenant va être appuyé et repris ultérieurement par l'analyse des désorientations entre les plans octaédriques fissurés ( $\Delta\alpha$ ) (Figure 174) et par des observations sur des facettes cristallographiques.

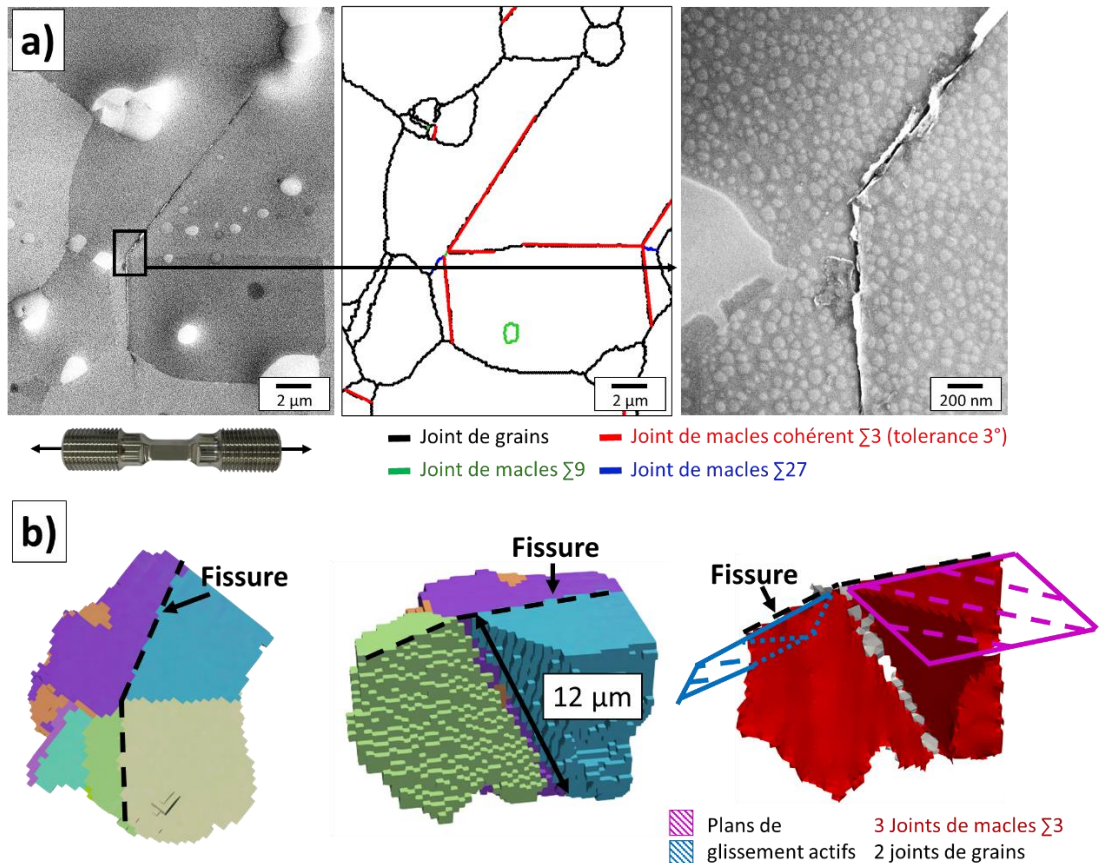


Figure 164 : Jonction fissurée en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$  reconstruit en 3D au FIB-EBSD. a) Caractérisations de surface (image MEB-FEG et nature des interfaces). b) Caractérisation 3D (cristallites participant à la jonction et reconstruction des interfaces).

## II. Etude des conditions cristallographiques locales

### II. 1. Grandeurs étudiées

Les configurations cristallographiques locales des joints de macles des jonctions fissurées seront décrites par les grandeurs listées ci-dessous (Figure 165), déjà utilisées dans l'analyse du cas classique de l'amorçage le long d'un joint de macles dans le chapitre précédent. Ces grandeurs ont été calculées pour les joints de macles fissurés et non fissurés des jonctions de joints de macles.

- Le facteur de Schmid maximal  $\mu$ .
- La différence de module d'Young ( $\Delta E = |E1 - E2|$ ) suivant la direction de sollicitation des 2 cristallites de part et d'autre du joint de macles.
- L'angle  $\theta$  entre la direction de glissement active et la normale à la surface libre, l'angle  $\beta$  entre la trace du joint de macles en surface et la direction de sollicitation et l'angle  $\alpha$  entre la normale au plan de glissement actif et la normale à la surface libre.

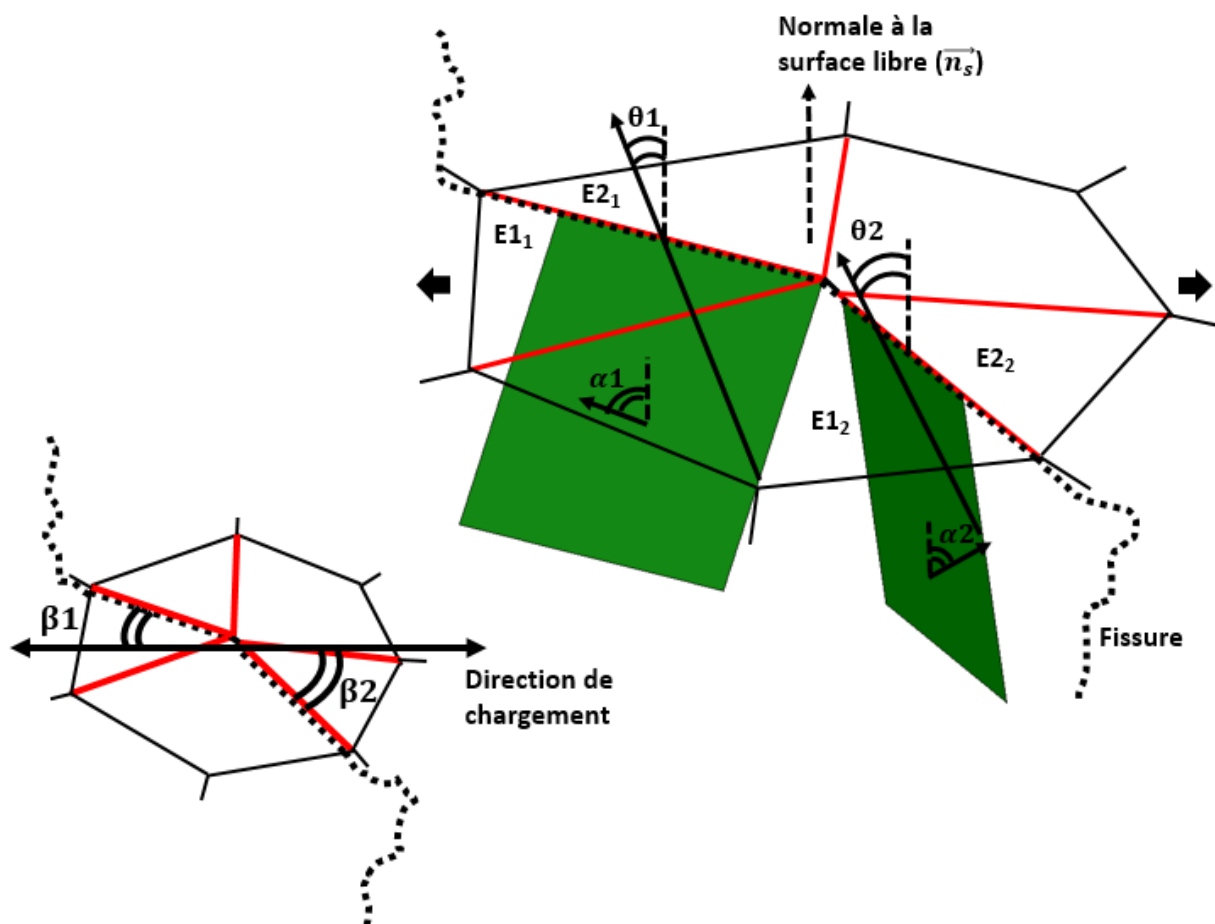
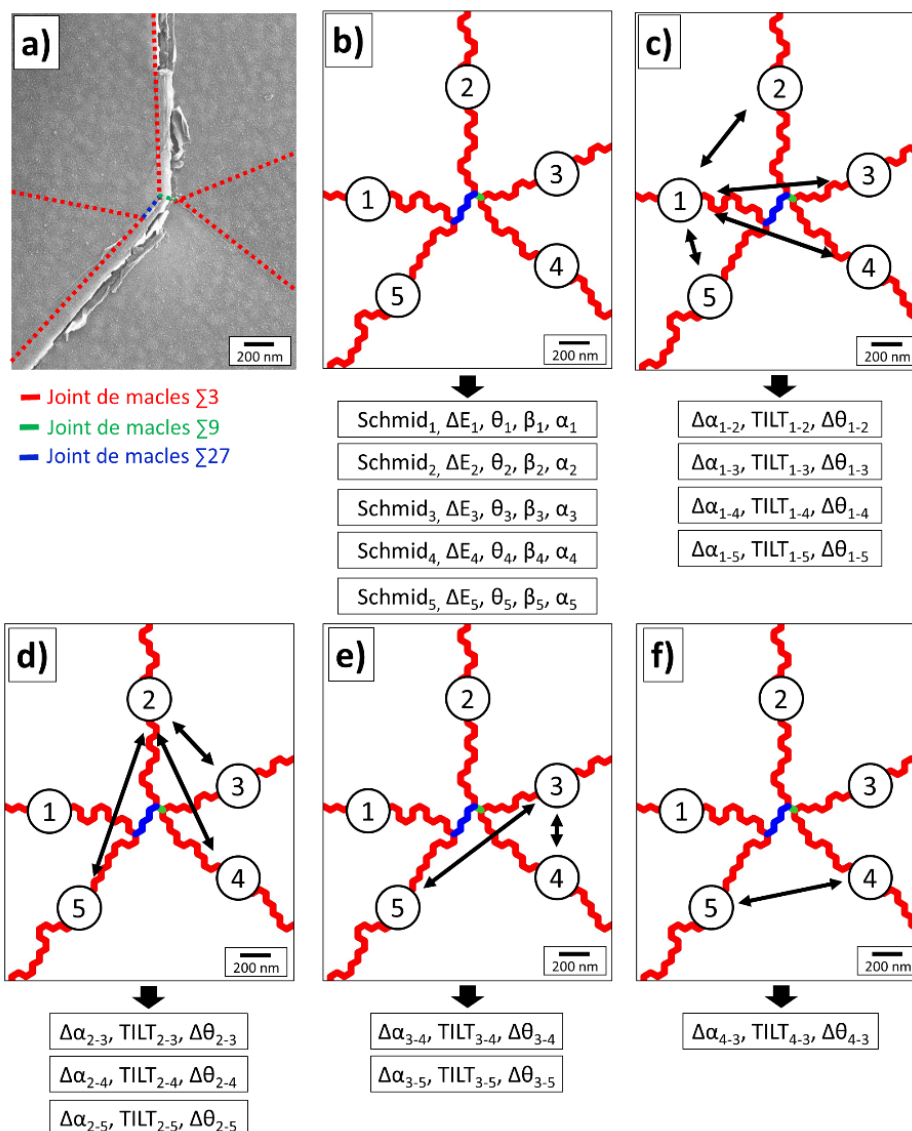


Figure 165 : Schéma des grandeurs étudiées pour caractériser un site d'amorçage à une jonction de joints de macles.

Les grandeurs précédentes, classiquement utilisées pour l'analyse de l'amorçage le long d'un joint de macles, ne sont pas suffisante pour l'analyse de la configuration plus complexe d'une jonction de joints de macles. D'autres paramètres ont ainsi été calculés, notamment afin de discuter de la transmission du glissement entre les 2 systèmes de glissement actifs à travers la jonction. Pour cela, l'angle de TILT et des paramètres calculés à partir des angles  $\alpha$  et  $\theta$ , nommés  $\Delta\alpha$  et  $\Delta\theta$ , sont calculés entre les systèmes de glissement actifs. Comme représenté sur la Figure 166, l'angle de TILT,  $\Delta\alpha$  et  $\Delta\theta$  ont été calculés pour toutes les paires de joints de macles des jonctions ; ce qui a permis de comparer les paires fissurées et les paires non fissurées.

- $\Delta\alpha = 180 - |\alpha_1 - \alpha_2|$  si  $\alpha_1$  et  $\alpha_2$  sont de signe différent.  $\Delta\alpha = |\alpha_1 - \alpha_2|$  si  $\alpha_1$  et  $\alpha_2$  sont de mêmes signes.  **$\Delta\alpha$  peut s'apparenter à l'angle de TWIST** qui est difficile à calculer dans cette configuration du fait de la morphologie complexe et de la petite dimension des joints assurant la jonction.  $\Delta\alpha$  estime donc la désorientation entre les 2 plans de glissement actifs.
- $\Delta\theta = |\theta_1 - \theta_2|$  quantifie la désorientation entre les 2 directions de glissement actives de part et d'autre de la jonction. Un angle similaire est utilisé dans une étude de transmission du glissement à travers un joint de grains [138].



**Figure 166 :** Grandeurs caractérisées pour une jonction de joints de macles fissurée, par joint de macles et par paire de joints de macles. a) Exemple d'une jonction fissurée. b) Grandeurs caractérisées pour tous les joints de macles de la jonction. c) d) e) f) Grandeurs caractérisées pour toutes les paires de joints de macles de la jonction.

## II. 2. Facteur de Schmid et différence de module d'Young

Le Tableau 12, la Figure 167 et la Figure 168 (inspirée de [2]) présentent les résultats relatifs au facteur de Schmid et à la différence de module d'Young. Il est important de rappeler qu'une jonction fissurée est majoritairement composée de 2 joints de macles fissurés et de 2 joints de macles cohérents non fissurés. Ainsi, les joints de macles fissurés et non fissurés sont étudiés comparativement à l'amorçage classique le long d'un joint de macles et à une population de 7125 joints de macles.

Les joints de macles fissurés des jonctions (carrés bleus) ont un facteur de Schmid plus élevé, en moyenne, que la population de joints de macles (pointillés gris) et que les joints de macles non fissurés des jonctions (points oranges). Le facteur de Schmid des joints de macles fissurés des jonctions est cependant plus faible que dans le cas classique de l'amorçage le long d'un joint de macles (croix noires). La différence de module d'Young des joints de macles (fissurés ou non) des jonctions est significativement plus élevée comparativement aux fissures le long d'un joint de macles.

Tableau 12 : Moyenne et écart types du facteur de Schmid et de la différence de module d'Young.

	Population	Facteur de Schmid ( $\mu$ )		Différence de module d'Young ( $\Delta E$ )	
		Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
<b>HCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,27\%</math>) R = -1</b> Joints de macles fissurés des jonctions de joints de macles	21 jonctions	0,459	0,028	80 GPa	52 GPa
<b>HCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,27\%</math>) R = -1</b> Joints de macles non fissurés des jonctions de joints de macles	21 jonctions	0,240	0,136	97 GPa	57 GPa
<b>HCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,27\%</math>) R = -1</b> Amorçage le long d'un joint de macles (cas classique)	79	0,480	0,019	47 GPa	31 GPa
Population de joints de macles	7125	0,330	0,139	75 GPa	56 GPa

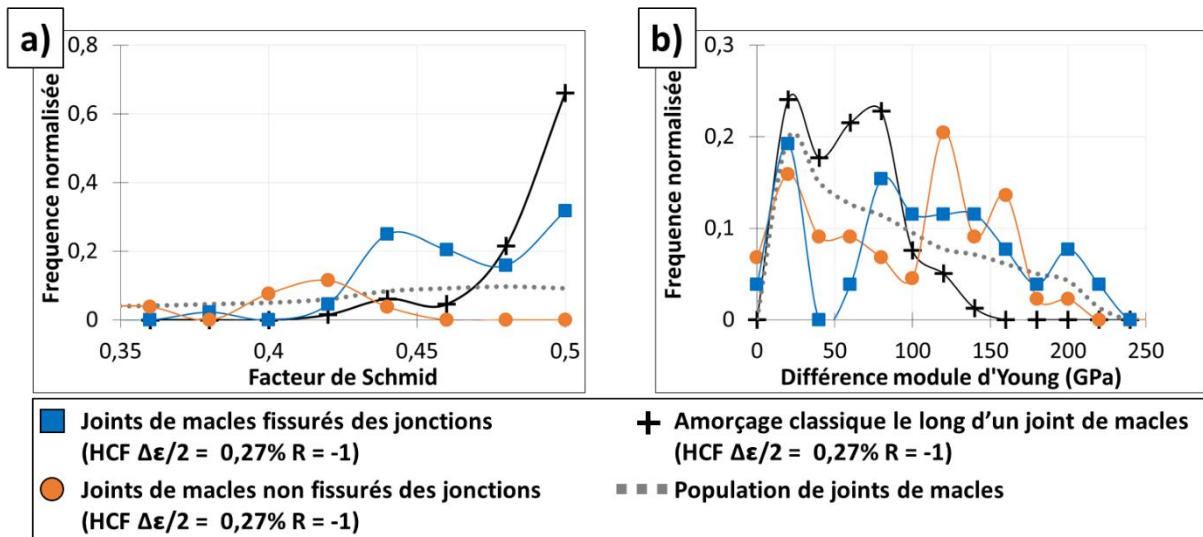


Figure 167 : Histogramme en fréquence normalisée du a) facteur de Schmid et de la b) différences de module d'Young.

Comme réalisé dans le cas classique de l’amorçage le long d’un joint de macles dans le chapitre précédent, la différence de module d’Young est tracée en fonction du facteur de Schmid pour les différentes populations de joints de macles sur la Figure 168. Il apparaît clairement que, comme pour les fissures le long d’un joint de macles, l’amorçage dans une jonction concerne en particulier des facteurs de Schmid élevés. Certains joints de macles fissurés ou non des jonctions présentent des différences de modules d’Young très élevées.

Les valeurs identifiées pour les 2 joints de macles fissurés de l’unique jonction endommagée en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  à  $R = 0$  (triangles roses) sont comprises dans la population des 21 jonctions de joints de macles en HCF à  $R = -1$ .

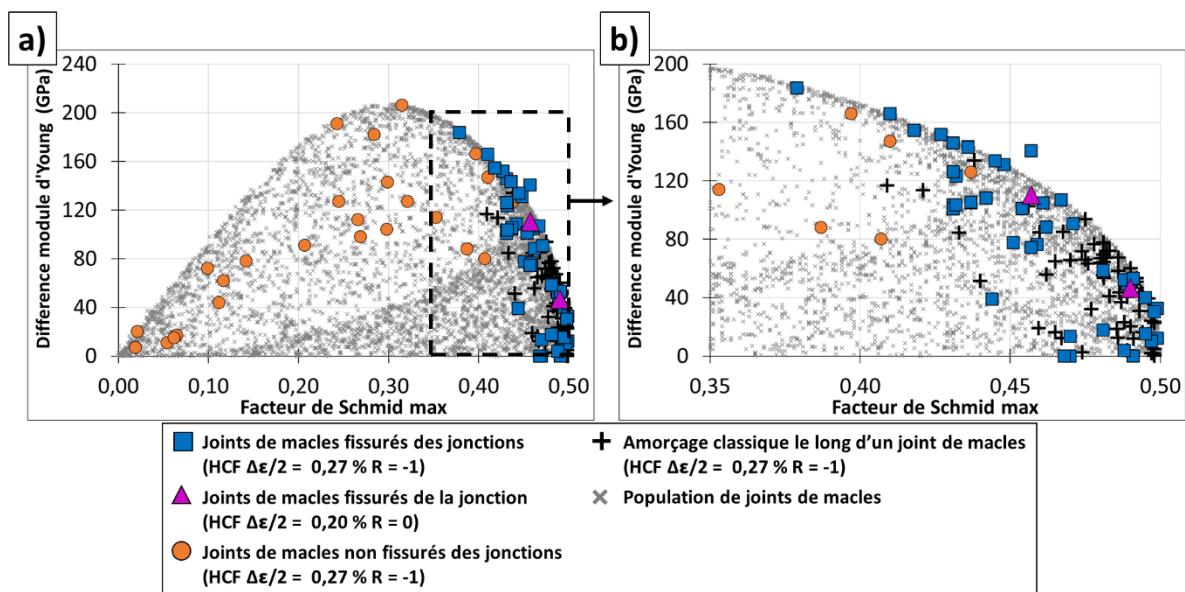


Figure 168 : Différence de module d’Young en fonction du facteur de Schmid.

### II. 3. Angles $\theta$ , $\alpha$ et $\beta$ (orientation des systèmes de glissement par rapport à la surface libre et à la direction de traction)

Le Tableau 13 et la Figure 169 présentent les données relatives aux angles  $\theta$ ,  $\alpha$  et  $\beta$ . Les angles relatifs aux joints de macles non fissurés des jonctions (points oranges) ne seront pas commentés car les systèmes de glissement associés sont inactifs. En effet dans la majorité des cas aucune bande de glissement n’a été observé le long de ces joints.

Les angles  $\theta$  et  $\beta$  des joints de macles fissurés des jonctions (carrés bleus) sont très similaires à ceux identifiés en LCF à  $R = -1$  dans le cas classique de l’amorçage le long d’un joint de macles (points rouges). Les angles  $\theta$  sont, en effet, quasiment identiques entre ces deux populations. Au contraire, alors que la condition de chargement est identique (HCF à  $R = -1$ ), l’amorçage le long d’un joint de macles (croix noires) met en jeu des angles  $\theta$  et  $\beta$  radicalement différents comparativement aux joints de macles fissurés des jonctions. Des différences moins marquées sur l’angle  $\alpha$  sont également constatées.

Tableau 13 : Moyennes et écarts types des angles  $\theta$ ,  $\beta$ ,  $\alpha$ .

	Population	Angle direction de glissement active / Normal à la surface ( $\theta$ )		Angle trace plan de glissement à la surface / direction de sollicitation ( $\beta$ )		Angle normal au plan de glissement actif / Normal à la surface ( $\alpha$ )	
		Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
<b>HCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,27\%</math>) R = -1</b> Joints de macles fissurés des jonctions de joints de macles	21 jonctions	53°	12°	63°	14°	53°	12°
<b>HCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,27\%</math>) R = -1</b> Joints de macles non fissurés des jonctions de joints de macles	21 jonctions	77°	8°	21°	16°	64°	17°
<b>HCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,27\%</math>) R = -1</b> Amorçage le long d'un joint de macles (cas classique)	79	79°	7°	47°	7°	74°	9°
<b>LCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,52\%</math>) R = -1</b> Amorçage le long d'un joint de macles (cas classique)	31	52°	13°	68°	13°	61°	9°
Population de joints de macles	7125	67°	16°	45°	26°	61°	19°

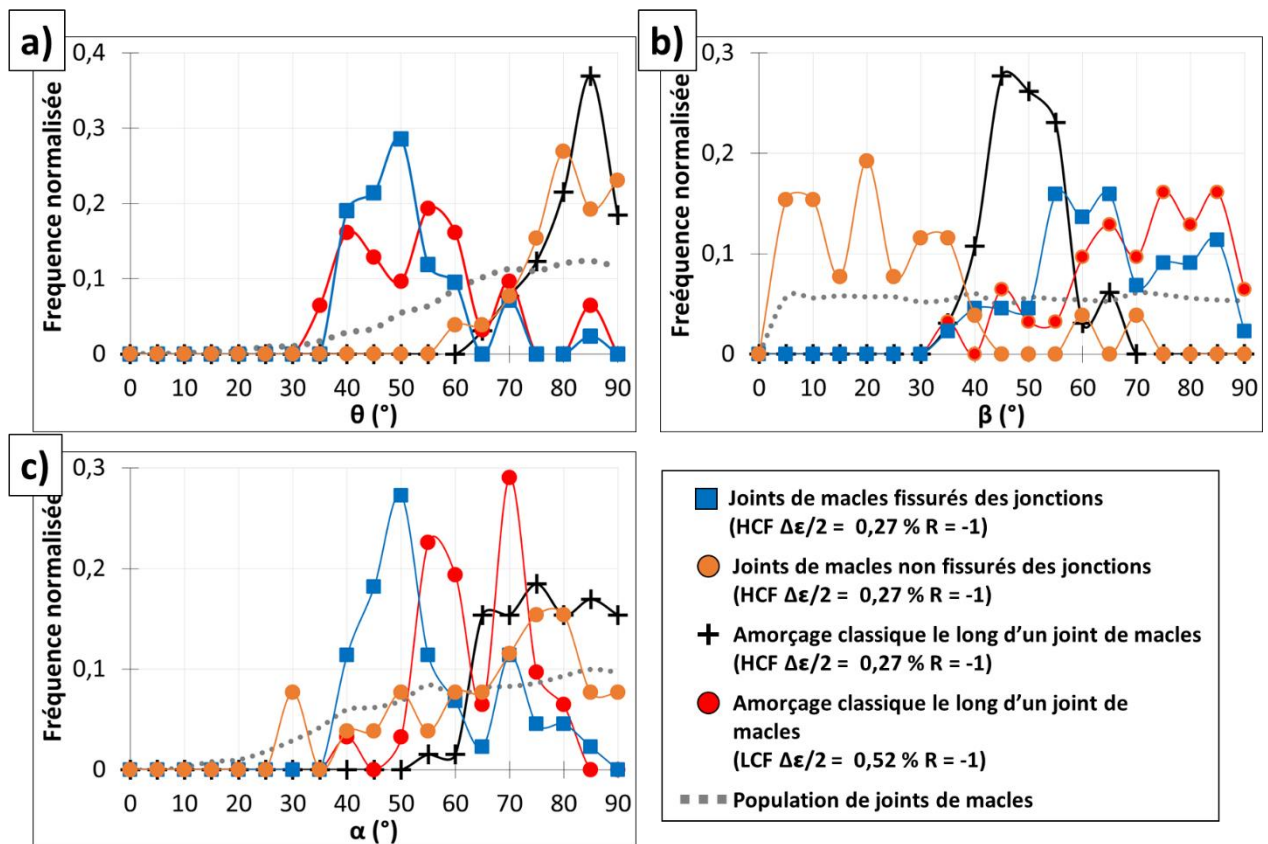


Figure 169 : Histogramme en fréquence normalisée des angles  $\theta$ ,  $\beta$ ,  $\alpha$  associés aux joints de macles fissurés et à la population de 7125 joints de macles. a)  $\theta$ . b)  $\beta$ . c)  $\alpha$ .



Afin de compléter l'analyse, les angles associés aux joints de macles fissurés des jonctions, à l'amorçage classique le long d'un joint de macles en LCF, en HCF et à l'amorçage transgranulaire en LCF, sont placés dans le graphique de couleur représentant le facteur de Schmid maximal pour une paire d'angles (Figure 170 et Figure 171). La construction de ces graphiques a été présentée dans le chapitre précédent (Figure 121 et Figure 122).

Les différences entre les deux types de site d'amorçage en HCF apparaissent clairement sur la Figure 170. Toutes les populations sont centrées sur des zones à facteur de Schmid de 0,5, ce qui signifie que les différences évoquées sont indépendantes du facteur de Schmid. Ce résultat suggère que les mécanismes d'endommagement au niveau d'une jonction de joints de macles sont différents de ceux qui opèrent le long d'un joint de macles. Les valeurs associées à la jonction fissurée en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  à  $R = 0$  suivent la tendance décrite.

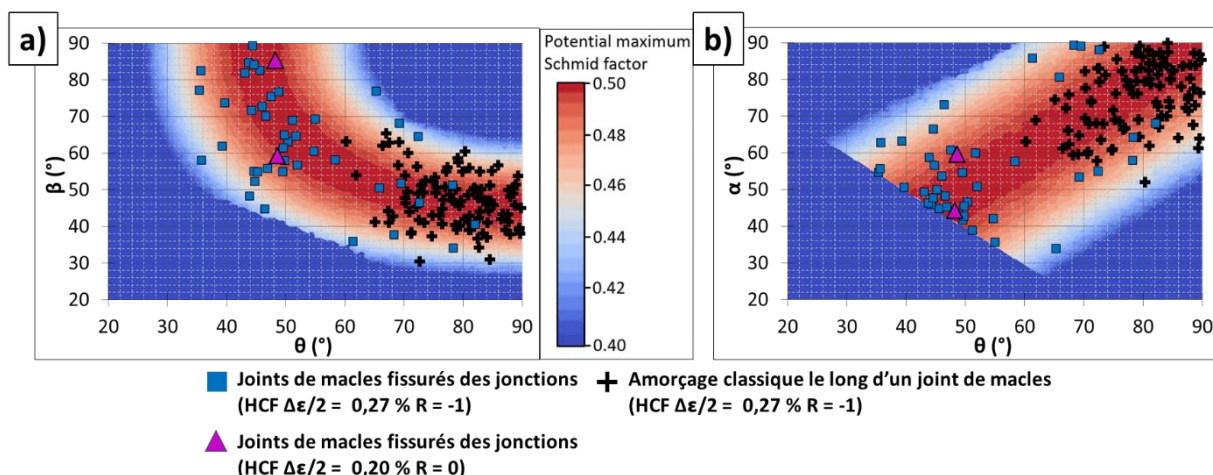


Figure 170 : Comparaison entre les joints de macles fissurés des jonctions et l'amorçage le long d'un joint de macles en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$ . Deux points correspondent à l'unique jonction fissurée en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  à  $R = 0$ . a) ( $\theta, \beta$ ). b) ( $\theta, \alpha$ ).

Les joints de macles fissurés des jonctions en HCF et l'amorçage le long d'un joint de macles en LCF occupent clairement les mêmes plages d'angles (Figure 171). Il est important de noter que les valeurs évoquées sont aussi similaires à celles des fissures transgranulaires en LCF. Ce résultat suggère que les mécanismes d'endommagement sont communs entre les 3 populations de fissures.

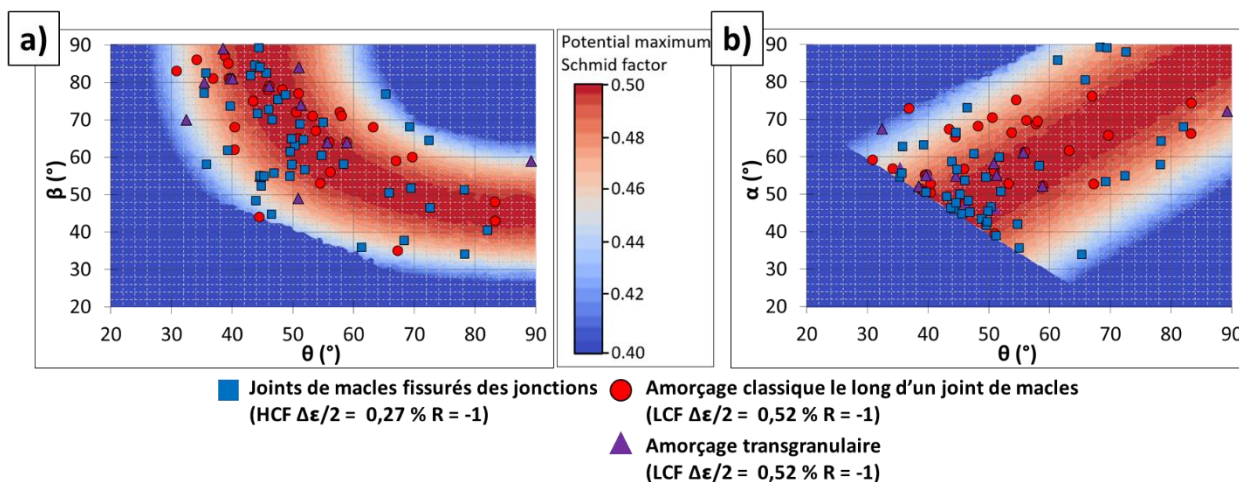


Figure 171 : Comparaison entre les joints de macles fissurés des jonctions en HCF et l'amorçage le long d'un joint de macles / transgranulaire en LCF à  $R = -1$ . a) ( $\theta, \beta$ ). b) ( $\theta, \alpha$ ).

## II. 4. Angles de TILT, $\Delta\alpha$ et $\Delta\theta$ (désorientations entre les systèmes de glissement actifs des 2 plans octaédriques fissurés)

Les données évoquées dans cette partie concernent cette fois des paires de joints de macles fissurés ou non dans des jonctions (Figure 166). Le Tableau 14 présente la moyenne et l'écart type des angles de TILT,  $\Delta\alpha$  et  $\Delta\theta$ .

Les paires de joints de macles fissurés présentent des angles de TILT nettement plus élevés et des valeurs de  $\Delta\theta$  remarquablement plus faibles que les paires non fissurées. La différence d'angles  $\Delta\alpha$  est similaire entre les deux populations.

Tableau 14 : Moyennes et écarts types des angles de TILT,  $\Delta\alpha$  et  $\Delta\theta$ .

	Population	TILT		$\Delta\alpha$		$\Delta\theta$	
		Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
<b>HCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,27\%</math>) R = -1</b> <b>Paires de joints de macles fissurés des jonctions</b>	21 paires (21 jonctions)	40°	12°	54°	30°	9°	13°
<b>HCF (<math>\Delta\epsilon/2 = 0,27\%</math>) R = -1</b> <b>Paires de joints de macles non fissurés des jonctions</b>	71 paires (21 jonctions)	79°	40°	41°	23°	23°	14°

En complément, la Figure 172.a représente l'angle de TILT en fonction de l'angle  $\Delta\alpha$ . 2 populations sont mises en évidence : les forts et les faibles  $\Delta\alpha$ . La désorientation entre les 2 plans de glissement pour chaque configuration est illustrée sur la Figure 172.b. Il faut noter que les 2 populations ne présentent pas de différences significatives au niveau des autres grandeurs identifiées (différence de module d'Young, facteur de Schmid et  $\theta$ ). La paire de joints de macles fissurés en HCF à R = 0 se trouve dans les mêmes plages de valeurs que la population de jonctions fissurées en HCF à R = -1.

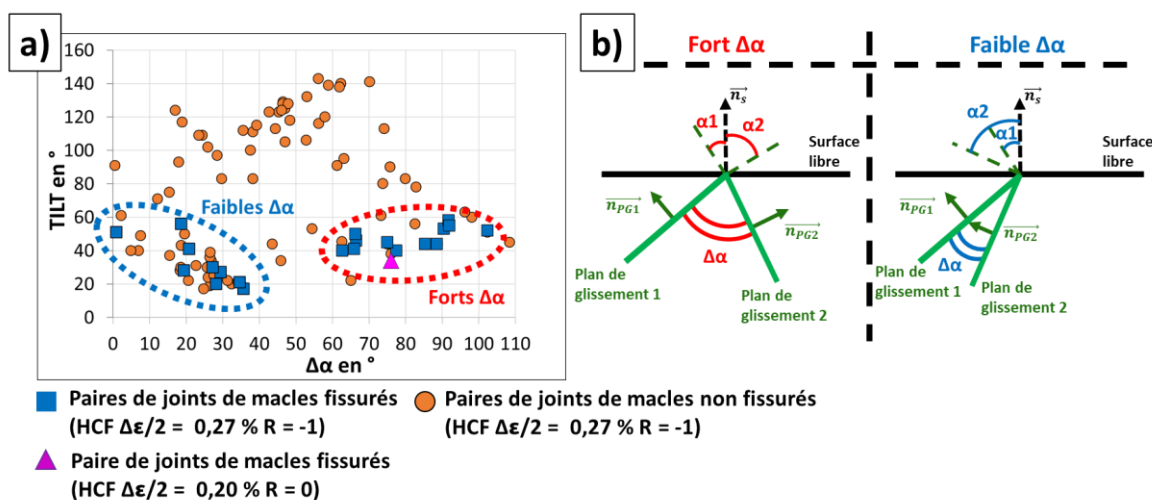


Figure 172 : a) Angle de TILT en fonction de  $\Delta\alpha$ . b) Schémas de la désorientation des plans de glissement des paires fissurées à forts et faibles  $\Delta\alpha$ .

La différence d'angles  $\Delta\theta$  est très majoritairement nulle (Figure 173.a) pour les paires de joints de macles fissurés. C'est-à-dire que les 2 joints de macles fissurés ont une direction de glissement active avec exactement la même incidence par rapport à la surface libre ( $\theta_1 = \theta_2$ ). La Figure 173.b met également en évidence que presque tous les  $\Delta\theta$  non nuls sont associés à de faibles  $\Delta\alpha$ . Encore une fois, la jonction de joints de macles fissurée en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  à  $R = 0$  suit la tendance décrite.

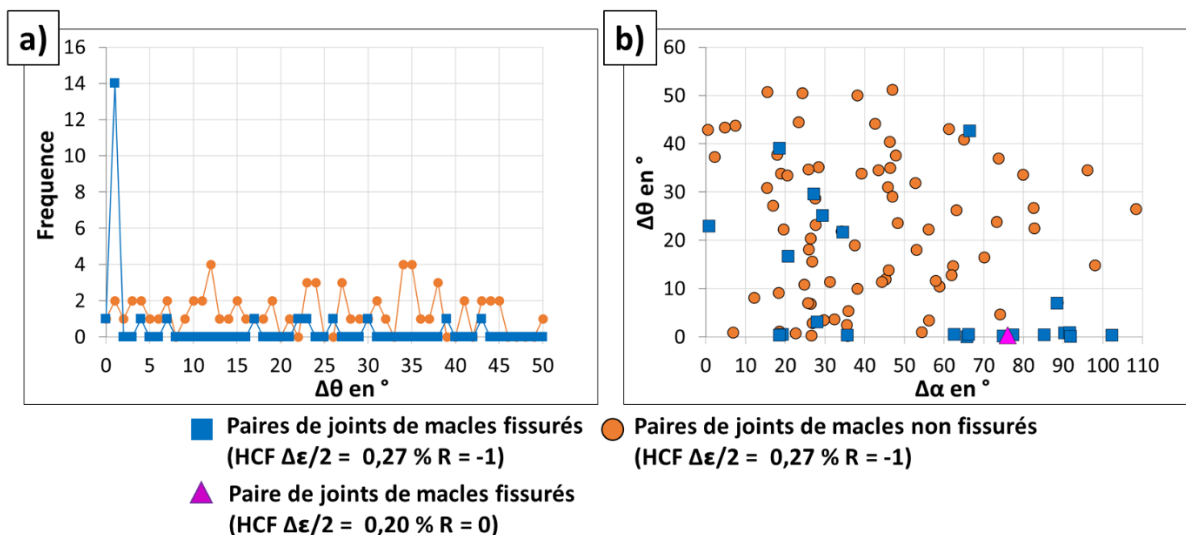


Figure 173 : a) Histogramme de  $\Delta\theta$ . b)  $\Delta\theta$  en fonction de  $\Delta\alpha$ .

Les données acquises sur les angles  $\Delta\alpha$  permettent de revenir sur un résultat relatif à la reconstruction 3D d'une jonction fissurée (Figure 164). La Figure 174 illustre la différence  $\Delta\alpha$  sur l'agrégat reconstruit en 3D. La valeur de  $\Delta\alpha$  ( $67^\circ$ ) confirme la non-coïncidence des plans de glissement actifs avec les joints de macles fissurés en 3D (Figure 174.c). Ce point mériterait d'être investigué sur d'autres jonctions de joints de macles fissurées.

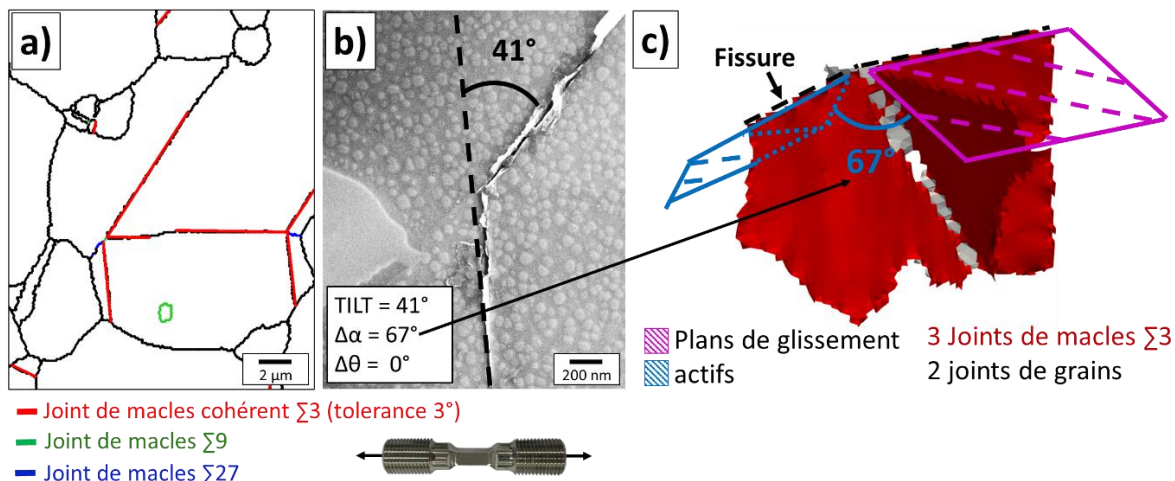


Figure 174 : Retour sur la jonction de joint de macles reconstruit en 3D avec la valeur de  $\Delta\alpha$  associée en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$ . a) Nature des interfaces. b) Image MEB FEG au niveau de la jonction. c) Interfaces en 3D.

## II. 5. Impact de la microstructure

4 sites d'amorçage de type jonction de joints de macles ont été identifiées sur la microstructure grossière. Les grandeurs associées à 2 de ces jonctions sont représentées sur la Figure 175. Les 2 autres jonctions présentent un précipité  $\gamma'_i$  au niveau de la jonction. Comme cette caractéristique n'a pas été observée sur la microstructure bimodale, dans un souci de cohérence, le choix a été fait de ne pas discuter les grandeurs associées à cette dernière configuration dans cette partie. Les 4 jonctions et les grandeurs caractérisées sont présentées dans l'Annexe 20.

La majorité des caractéristiques associées aux joints de macles et aux paires de joints de macles fissurés des jonctions de la microstructure dite « grossière » sont similaires aux tendances obtenues sur la microstructure bimodale. Seul un joint de macles fissuré présente un facteur de Schmid particulièrement bas. Ce même joint de macles est ainsi également associé à une valeur de  $\beta$  particulièrement basse. Ce dernier résultat n'est pas particulièrement surprenant et fait écho à la comparaison réalisée entre les deux microstructures pour l'amorçage le long d'un joint de macles en termes de facteur de Schmid dans le chapitre précédent.

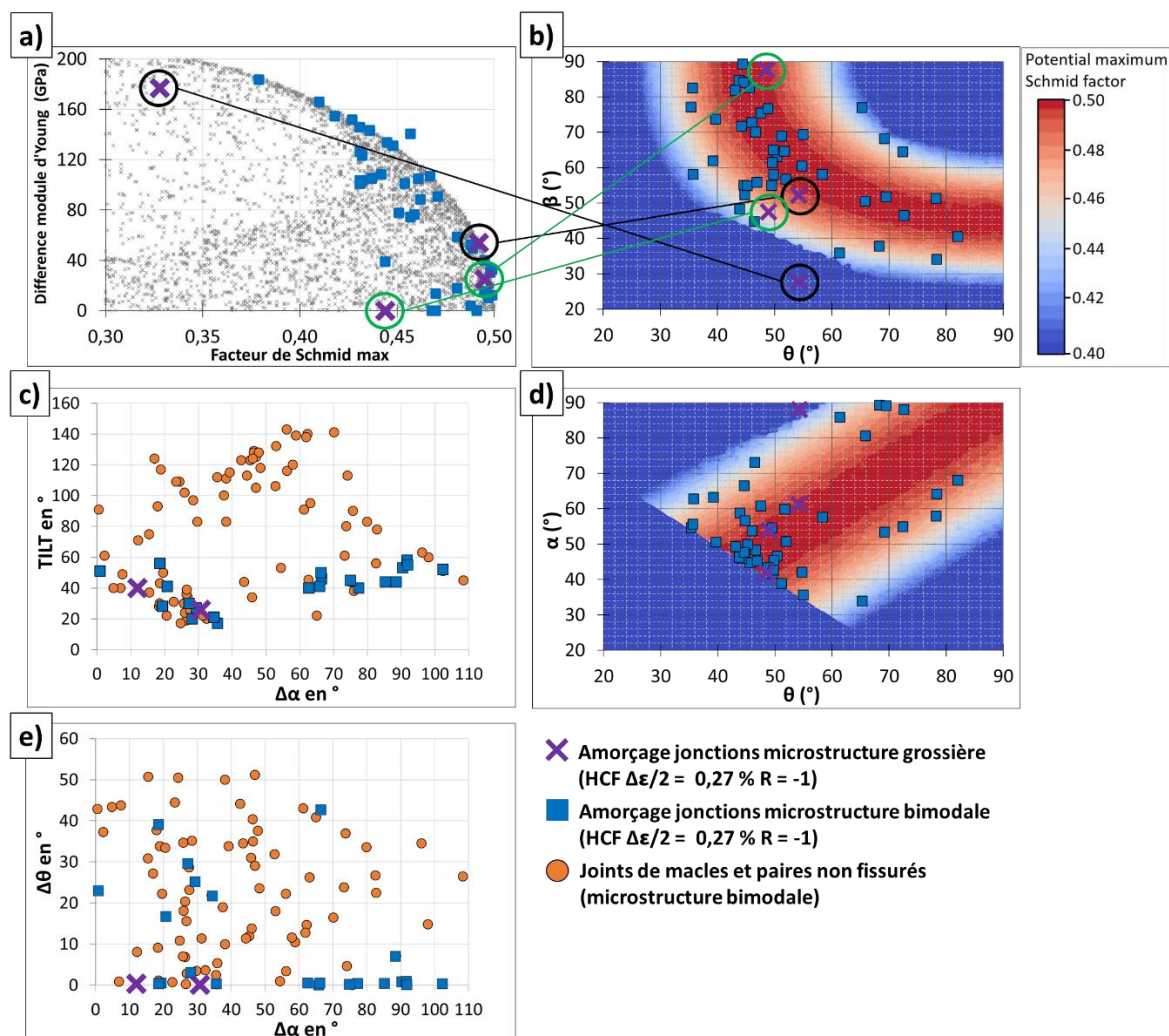


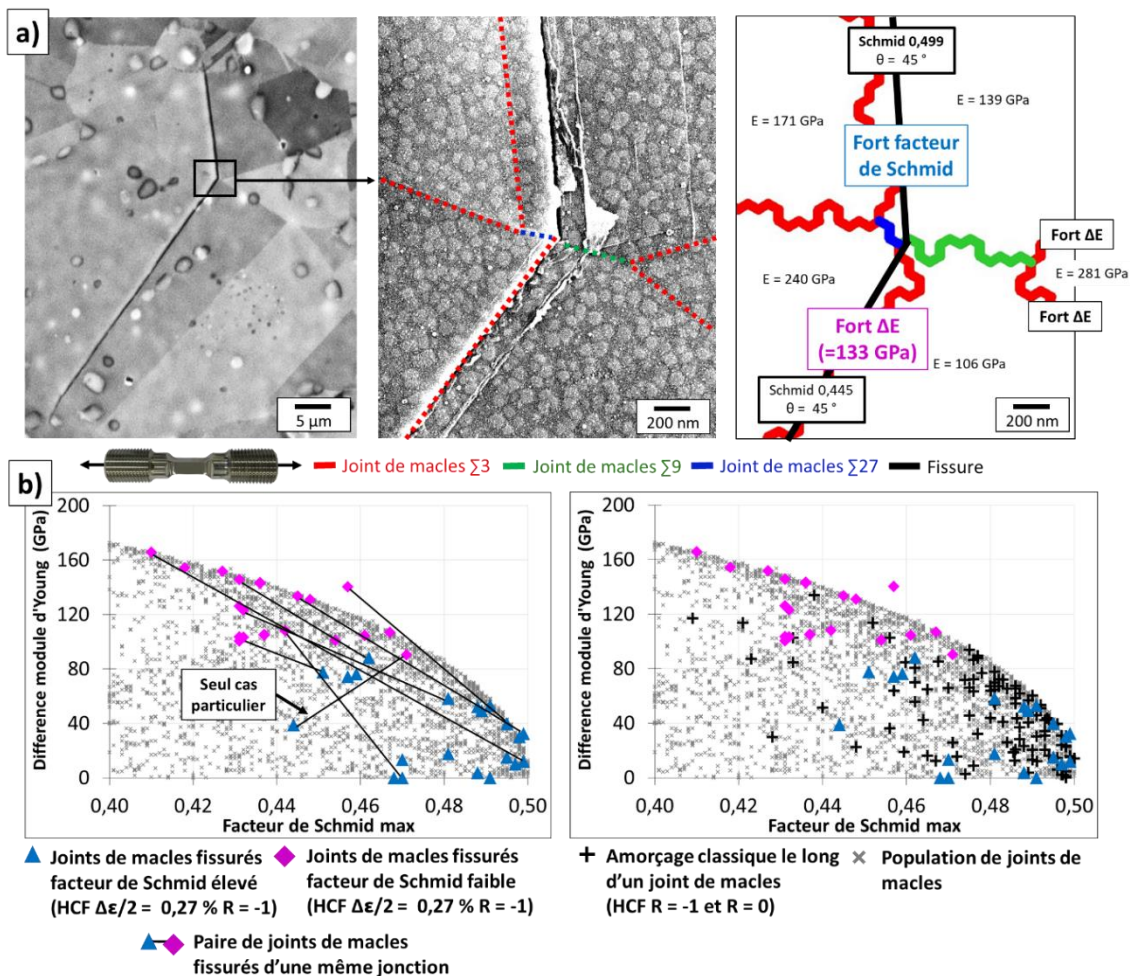
Figure 175 : Comparaison entre les jonctions de joints de macles fissurées de la microstructure grossière et de la microstructure bimodale en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,25$  % à R = -1. a) Différence de module d'Young et facteur de Schmid. b) Angle  $\beta$  et  $\theta$ . c) Angle de TILT et angle  $\Delta\alpha$ . d) Angle  $\alpha$  et  $\theta$ . e) Angle  $\Delta\theta$  et  $\Delta\alpha$ .

### III. Analyses complémentaires et discussion

La configuration d'une jonction de joints de macles  $\Sigma 3$  liés par un segment de joint de macles  $\Sigma 9$  et un segment de joint de macles  $\Sigma 27$  a été identifiée dans la littérature pour les superalliages à base de nickel polycristallins [46]. La formation de fissures de fatigue à partir de ce type de jonction n'a, en revanche, jamais été reportée à notre connaissance. La méthodologie et les interruptions précoces des essais de fatigue dans notre étude ont permis d'identifier précisément un certain nombre d'amorçages sur ces jonctions. Le fait que ce type de jonction ne soit pas spécifique à la microstructure de l'étude et probablement pas à cette classe d'alliage, suggère qu'il est possible que des amorçages aux jonctions de joints de macles aient été faussement identifiés comme des amorçages classiques le long d'un joint de macles dans la littérature. Cela pourrait notamment être le cas dans l'étude de Stinville and al. [2] sur du René88DT dans laquelle les niveaux de chargement étudiés (HCF et VHCF à  $R = -1$ ) encadrent notre condition de référence en HCF à  $R = -1$ . Dans cette étude, l'incidence des directions de glissement actives par rapport à la surface libre associée à l'amorçage le long d'un joint de macles est importante et très dispersée. Ce résultat n'est pas en accord avec l'analyse statistique du chapitre 5, qui montre que pour ce type de site d'amorçage, l'incidence caractérisée est très faible. Cela pourrait s'expliquer par le fait que dans l'étude de Stinville and al. [2], une partie des fissures ont initialement amorcé sur des jonctions de joints de macles. Cette configuration a, en effet, été identifiée comme mettant en jeu des directions de glissement avec une incidence bien plus importante que l'amorçage le long d'un joint de macles.

Une jonction de joint de macles semble être un site propice à une activation locale de la plasticité à cause de champs mécaniques locaux intenses qui s'y développent. Ceci est d'autant plus vrai pour la condition HCF à  $R = -1$ , dont le bas niveau de contrainte maximale (environ 50 % de la limite d'élasticité  $R_{p0.02}$ ) n'induit des traces de plasticité que dans des zones bien spécifiques. Les valeurs élevées des différences de modules d'Young des joints de macles participant aux jonctions fissurées suggèrent en effet que l'anisotropie de comportement est un paramètre de premier ordre pouvant expliquer la formation de telles fissures. Ces phénomènes sont probablement exacerbés au niveau de la jonction car beaucoup de cristallites (entre 4 et 6) sont très proches les unes des autres. Dans la littérature, des études sur l'amorçage de fissures [153,154] et la localisation de la déformation plastique aux jonctions triples [149–151,154,155] vont dans le sens des arguments avancés. C'est notamment le cas de 3 articles [149–151], dans lesquels des mesures de champs en surface associées à la reconstruction 3D d'un agrégat de grains, ont permis d'associer la présence de jonctions triples en subsurface à l'émergence de bandes de glissement intenses en surface. Ces études ont également montré qu'une bande de glissement est très intenses lorsqu'elle apparaît le long d'un joint de macles  $\Sigma 3$  avec un haut facteur de Schmid qui participe à une jonction triple en subsurface. Des simulations en champs complets sur l'agrégat reconstruit en 3D ont montré qu'en moyenne, une jonction triple est un site avec de hauts niveaux de contraintes et des distorsions locales marquées. C'est cependant la présence d'un système de glissement à haut facteur de Schmid proche d'une jonction triple qui semble être le paramètre de premier ordre, devant les distorsions, dans l'émergence d'une bande de glissement intense en surface [151]. Les jonctions de joints de macles évoquées dans cette thèse sont plus complexes qu'une jonction triple. Le nombre élevé d'interfaces mises en jeu pourrait permettre l'existence simultanée de distorsions locales intenses induites par l'anisotropie élastique et l'activité d'un système de glissement à haut facteur de Schmid le long d'un joint de macles  $\Sigma 3$ .

Justement, pour presque toutes les jonctions de joints de macles, chacun des 2 plans octaédriques fissurés dans chaque jonction correspond respectivement à un facteur de Schmid élevé et à une forte différence de module d'Young de part et d'autre d'un joint de macles  $\Sigma 3$ . La Figure 176.a illustre cette caractéristique sur un exemple. Comme décrit précédemment, plusieurs joints de macles  $\Sigma 3$  ont des différences de module d'Young importantes. Le premier joint de macles fissuré a un facteur de Schmid élevé (0,499) et une faible différence de module d'Young, alors que le deuxième présente un facteur de Schmid plus faible mais une différence de module d'Young importante (133 GPa). Ce résultat a été observé sur 20 des 21 jonctions de joints de macles fissurées en HCF à  $R = -1$  (Figure 176.b).



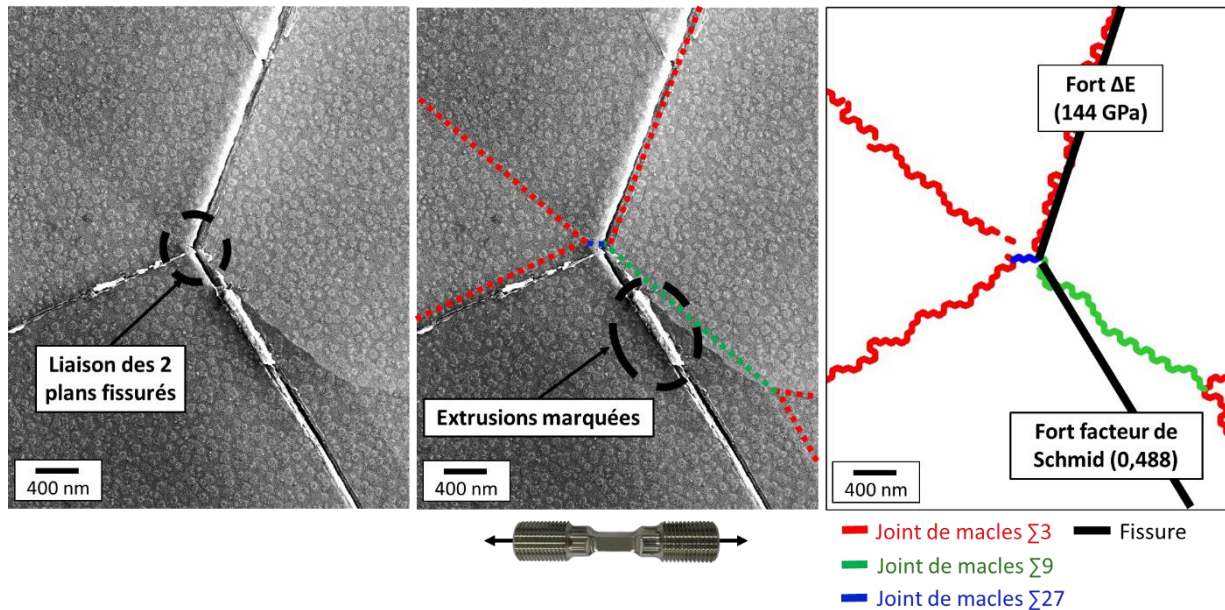
c)	Différence de module d'Young ( $\Delta E$ )		Facteur de Schmid	
	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
Tous les joints de macles fissurés des jonctions	80 GPa	52 GPa	0,459	0,028
▲ Joints de macles fissurés facteur de Schmid élevé (HCF $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ $R = -1$ )	34 GPa	28 GPa	0,480	0,017
◆ Joints de macles fissurés facteurs de Schmid faibles (HCF $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ $R = -1$ )	125 GPa	25 GPa	0,437	0,019
+ Fissures le long des joints de macles (HCF $R = -1$ et $R = 0$ )	47 GPa	29 GPa	0,478	0,018
Population de joints de macles	75 GPa	56 GPa	0,330	0,139

Figure 176 : a) Exemple d'une jonction de joints de macles fissurée et des grandeurs associées en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$ . b) Différence de module d'Young en fonction du facteur de Schmid. c) Tableau avec les moyennes et les écarts types.

Sur la Figure 176.b, les joints de macles fissurés ont donc été séparés en 2 groupes. Pour chaque jonction, le joint de macles avec la différence de modules d'Young la plus faible est représenté avec un triangle bleu et celui avec la différence de modules la plus élevée est représenté avec un losange rose. Pour illustration, quelques paires de joints de macles sont reliées sur la Figure 176.a. Les deux populations se différencient nettement. Toutes les jonctions sont composées d'au moins un joint de macles fissuré présentant une différence de module d'Young supérieure à 80 GPa. Cette valeur est environ égale à la moyenne de la différence de module pour la population de 7125 joints de macles. Il est également intéressant de remarquer que les joints de macles fissurés avec de hauts facteurs de Schmid occupent une zone similaire à l'amorçage classique le long des joints de macles en HCF dans les graphiques de la Figure 176.b.

Comme décrit en début de chapitre, les premiers stades de l'endommagement ont systématiquement été observés à proximité immédiate de la jonction et sur 2 plans octaédriques. Les caractérisations réalisées n'ont pas permis de déterminer exactement la zone d'amorçage ou de début de la plasticité. Il aurait notamment été intéressant de déterminer si le glissement et / ou l'endommagement commencent d'un côté, ou sur la jonction. L'observation systématique de l'endommagement sur 2 plans de glissement suggère que si le glissement s'active d'un côté de la jonction, il est probablement très rapidement transmis, ou il induit l'amorçage d'une fissure rapidement transmise. Dans cette configuration, la transmission du glissement est contrôlée entre autres par la nature des segments de joints qui assurent la jonction et par la désorientation entre les 2 systèmes de glissement actifs de part et d'autre de la jonction. L'analyse de la désorientation des paires de systèmes de glissement a montré que l'amorçage a, en effet, lieu pour des configurations géométriques spécifiques (petit angle de TILT, large plage de  $\Delta\alpha$  et un  $\Delta\theta$  quasiment nul). Cependant, les valeurs d'angles de TILT et de  $\Delta\alpha$  semblent s'opposer vis-à-vis de la transmission du glissement. En effet, un faible angle de TILT va dans le sens d'un glissement facile à se transmettre alors que certains forts  $\Delta\alpha$  indiquent que la désorientation entre les plans de glissement est importante et donc que le glissement sera plus difficile à se transmettre. L'analyse conjointe de  $\Delta\alpha$  et  $\Delta\theta$  pour les  $\Delta\alpha$  élevés ( $\in [60^\circ ; 110^\circ]$ ) semble montrer que la configuration spécifique où les 2 directions de glissement ont presque exactement la même orientation par rapport à la surface libre ( $\Delta\theta = 0$ ) compense la désorientation importante des plans de glissement ( $\Delta\alpha$  importants) vis-à-vis de la transmission du glissement. Ce dernier résultat serait cohérent avec une étude de la littérature qui montre que, pour une désorientation donnée entre 2 plans de glissement de part et d'autre d'un joint de grains, la configuration géométrique des directions de glissement impacte la transmission du glissement à travers un joint de grains [138].

La nature des segments de joints au centre des jonctions et leur orientation par rapport au glissement serait également des paramètres à considérer concernant la transmission de la plasticité et / ou les premiers stades d'endommagement. Les dimensions de ces joints rendent l'acquisition de ce type d'information difficile. Certains résultats, comme celui présenté sur la Figure 177, incriminent la liaison des joints de macles  $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 9$  et  $\Sigma 27$ . En effet, dans cet exemple avec un segment de joint de macles  $\Sigma 9$  particulièrement long, les 2 plans octaédriques fissurés semblent se rejoindre sur, ou à proximité immédiate, de la jonction de ces 3 types de joints. Il est également intéressant de remarquer que, dans cet exemple, la zone avec les extrusions les plus marquées se trouve proche de la liaison sur le plan de glissement à haut facteur de Schmid. Cette dernière observation pourrait être une indication de la zone associée aux premiers stades d'endommagement.

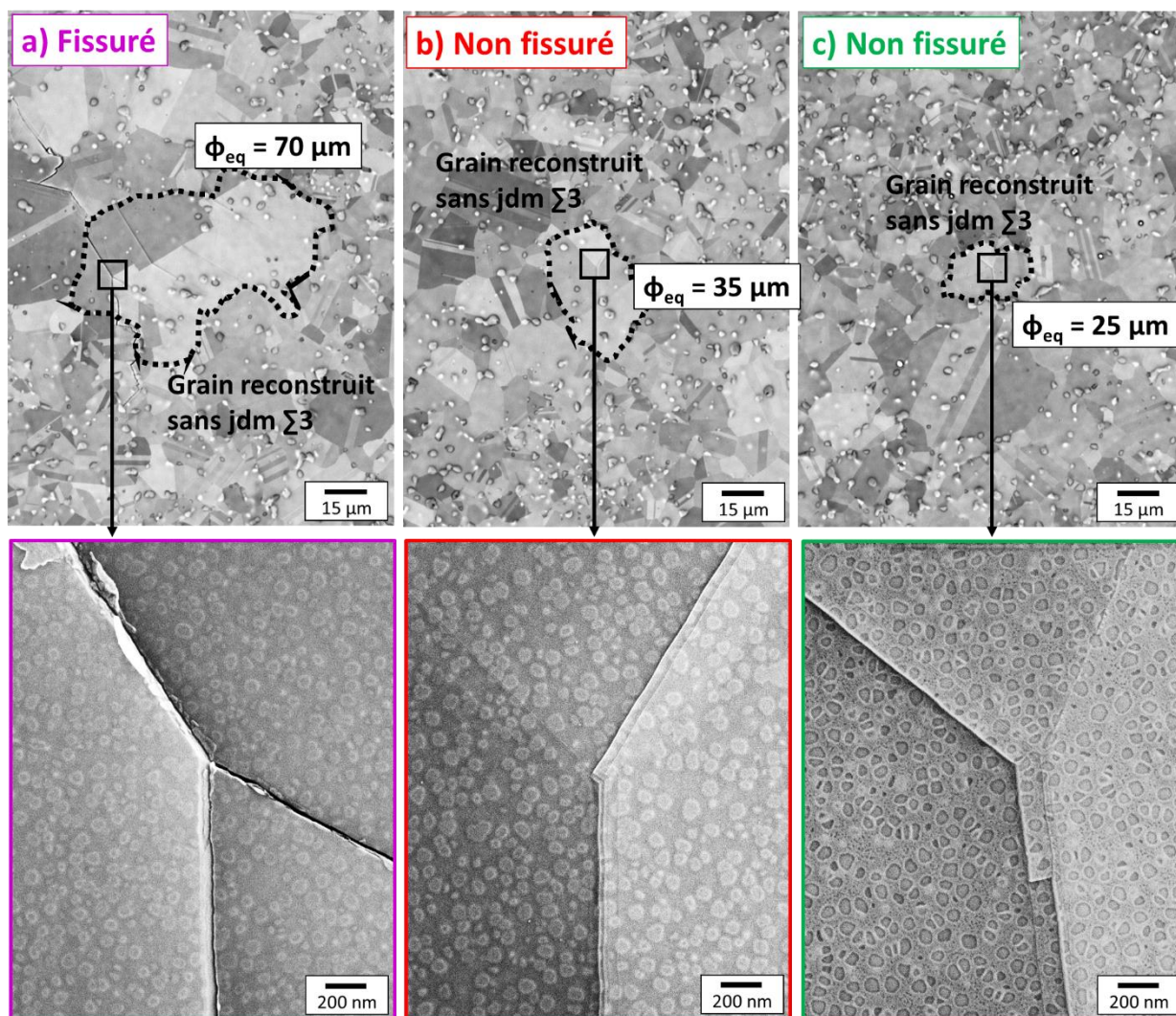


**Figure 177 : Exemple d'une jonction de joints de macles fissurée avec un segment de joint de macles  $\Sigma 9$  particulièrement long.**

L'amorçage sur une jonction de joints de macles étant à priori non répertorié dans la littérature, il est possible de se demander si toutes les jonctions présentes dans la microstructure donnent lieu à de l'endommagement. L'observation de la microstructure sur des surfaces importantes aux interruptions des essais de fatigue a permis de repérer plusieurs jonctions de joints de macles non fissurées et ne présentant pas de bandes de glissement en HCF à  $R = -1$ . Leur caractérisation par l'EBSA aurait permis d'étayer la discussion. Ce point est une perspective évidente de cette partie. 2 jonctions de joints de macles non fissurées mais présentant des bandes de glissement ont cependant été caractérisées en HCF à  $R = 0$ , pour la plus basse amplitude de déformation étudiée ( $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$ ). La confrontation de ces 2 exemples avec la seule jonction fissurée à cette condition de chargement est présentée sur la Figure 178 et la Figure 179. La jonction fissurée est représentée en rose et les 2 jonctions non fissurées en vert et rouge.



L'amorçage semble favorable lorsque la taille de grains est importante. En effet, le grain fissuré reconstruit est nettement plus gros que les grains contenant les bandes de glissement (Figure 178). Ce résultat n'est pas surprenant, comme décrit dans le chapitre 1 : une longueur de glissement élevée est associée au mouvement d'un grand nombre de dislocations. Lorsque l'incidence de la direction de glissement est élevée, ce qui est le cas pour les jonctions, cela se traduit par l'émergence de microreliefs prononcés en surface.



**Figure 178 : Comparaison d'une jonction de joints de macles fissurée à 2 jonctions non fissurées en HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  à  $R = 0$ . a) Jonction fissurée. b) c) Jonction non fissurée.**

Dans la même logique que pour la taille des grains, les résultats de la Figure 179 suggèrent que les bandes de glissement des jonctions non fissurées ne sont pas assez intenses pour amorcer une fissure. En effet, la jonction non fissurée en rouge (Figure 179.b) présente des modules d'Young proches les uns des autres et aucune des 2 directions de glissement actives ne présente un facteur de Schmid supérieur à 0,450. Dans le cas des 2 jonctions non fissurées, une des deux directions de glissement actives a une incidence très faible ( $\theta = 87^\circ$  et  $\theta = 82^\circ$ ) par rapport à la surface libre. Cela induira des microreliefs nettement moins prononcés en surface. Dans cette optique, l'activation des directions de glissement à deuxième plus haut facteur de Schmid pourrait créer plus de microreliefs. En effet, celles-ci ont des incidences plus élevées et des valeurs de  $\theta$  induisant un  $\Delta\theta$  nul. Cependant les facteurs de Schmid associés sont peu élevés (0,378 et 0,381), donc l'intensité du glissement associée serait probablement trop faible.

La dernière caractéristique différenciant la jonction fissurée des deux jonctions non fissurées est la nature des petits segments de joints assurant la liaison. En effet, dans les 2 cas, les bandes de glissement passent à proximité d'une jonction entre 2 joints de macles  $\Sigma 3$  et un joint de macles  $\Sigma 9$  (Figure 179.b et Figure 179.c). Comme expliqué précédemment, la jonction fissurée implique 2 plans octaédriques qui se rejoignent proche de l'intersection entre un joint de macles  $\Sigma 3$ , un  $\Sigma 9$  et un  $\Sigma 27$ . Ce dernier résultat est un élément supplémentaire qui interroge quant à l'impact de la nature des petits segments de joints sur le processus d'endommagement.

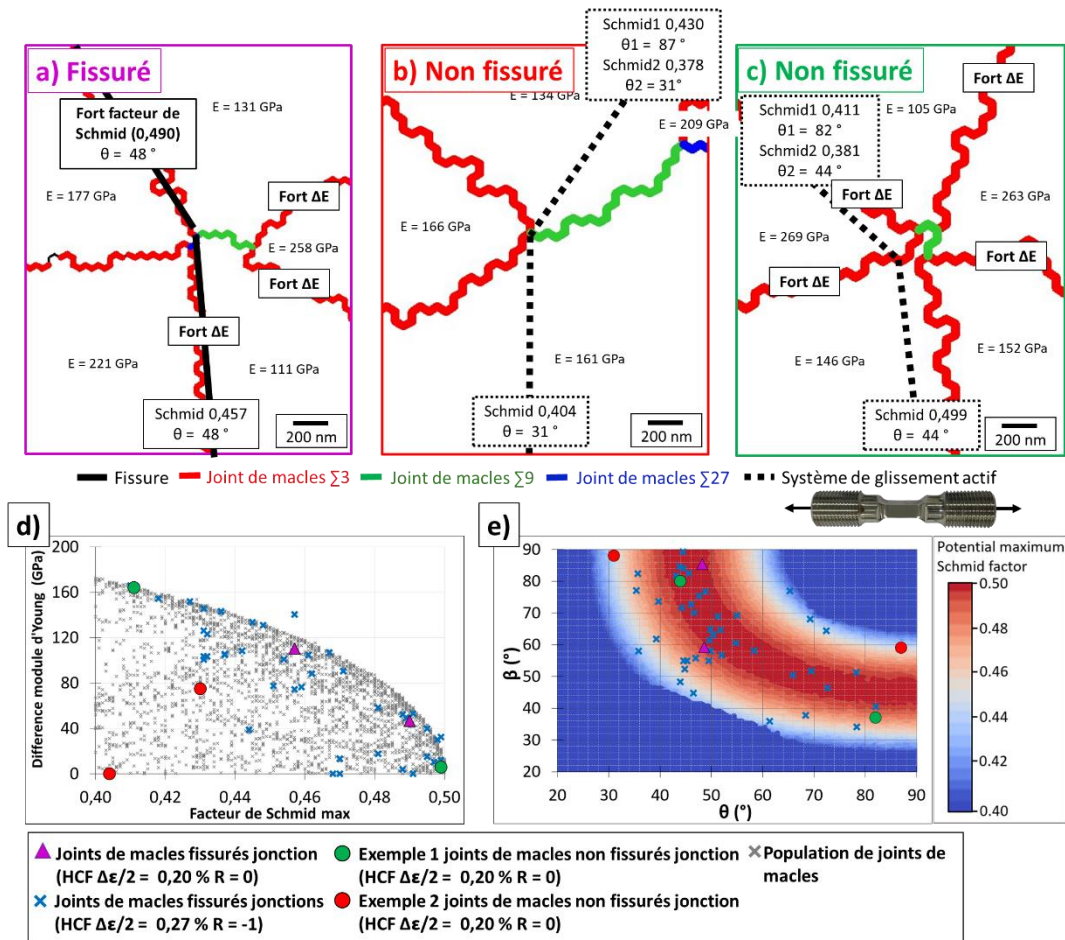
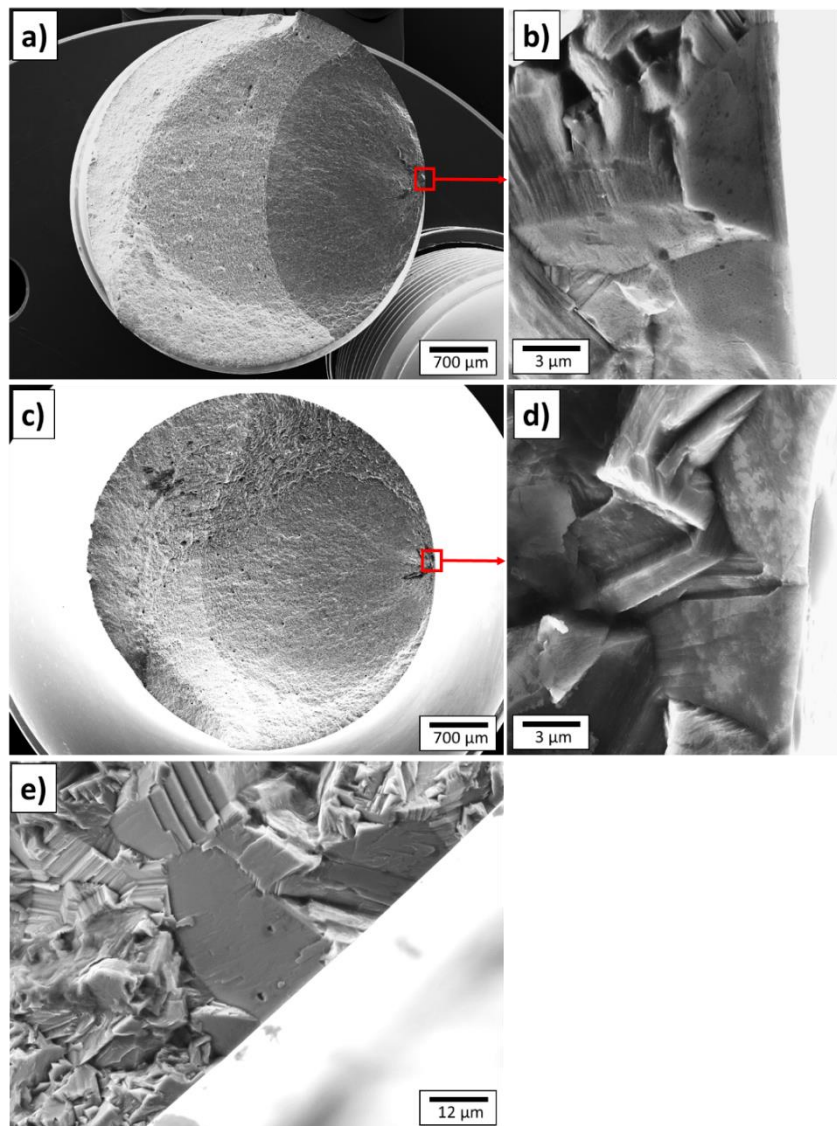


Figure 179 : Comparaison de la jonction fissurée avec les 2 jonctions non fissurées HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  à R = 0. a) b) c) Nature des interfaces et valeurs des grandeurs caractérisées. d) Différence de module d'Young en fonction du facteur de Schmid. e)  $\beta$  en fonction de  $\theta$ .

Compte-tenu des éléments présentés dans ce chapitre, il apparaît que certaines facettes cristallographiques déjà évoquées dans le chapitre 3 possèdent des caractéristiques pouvant correspondre à des jonctions de joints de macles (Figure 180). Les deux facettes en HCF à  $R = -1$  sont particulièrement remarquables car elles sont très différentes et d'une dimension significativement inférieure aux 2 autres facettes associées à des amorçages classiques le long d'un joint de macles. Les 2 plans désorientés observés sur les facettes peuvent faire penser aux angles  $\Delta\alpha$  identifiés et à la discussion quant à la cohérence des joints de macles  $\Sigma 3$  fissurés.

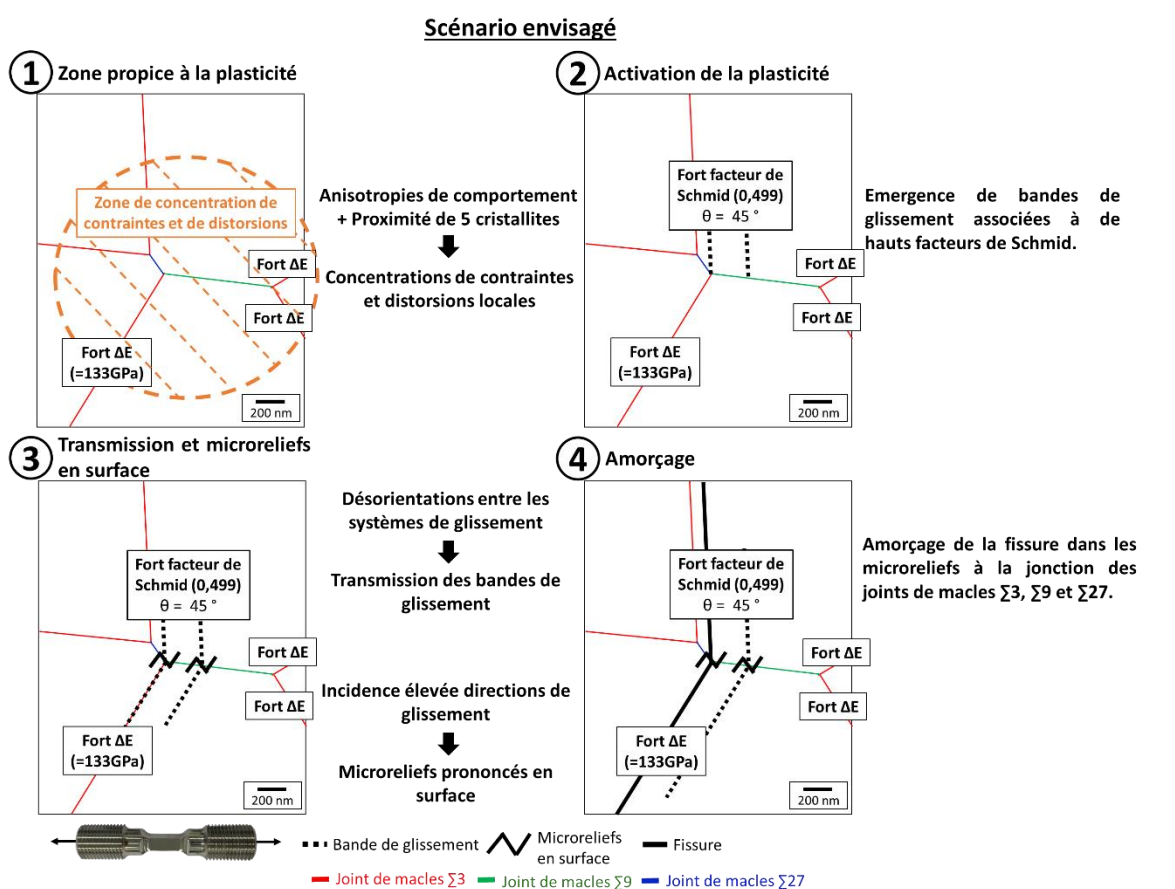


**Figure 180 : Facettes cristallographiques pouvant correspondre à des amorçages de type jonction de joints de macles. a) b) HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$  durée de vie 400 000 cycles. c) d) HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$  durée de vie 1 200 000 cycles. e) HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,22\%$  à  $R = 0$  durée de vie de 200 000 cycles.**

## IV. Scénario d'amorçage

Les analyses réalisées ont mis en évidence des caractéristiques spécifiques à l'amorçage aux jonctions de joints de macles. Ces éléments ont permis d'établir un scénario d'amorçage décrit sur la Figure 181. Une configuration d'amorçage type déjà illustrée au début du chapitre est utilisée pour décrire le scénario.

En raison des fortes différences de module d'Young des joints de macles, la zone à proximité immédiate de la jonction est probablement sujette à des concentrations de contraintes et / ou des distorsions locales, ce qui rend cette zone favorable à une activité plastique précoce et intense (Figure 181.1). Celle-ci se manifeste par l'émergence d'une ou de plusieurs bandes de glissement sur un système de glissement avec un facteur de Schmid élevé, préférentiellement le long d'un joint de macles (Figure 181.2). Le glissement se transmet ensuite rapidement sur un système de glissement le long du joint de macles à forte différence de module d'Young (Figure 181.3). Les premiers stades de l'endommagement se produisent ensuite très rapidement. L'amorçage a lieu dans les microreliefs créés par l'incidence importante des directions de glissement par rapport à la surface libre (Figure 181.4). Cette caractéristique semble particulièrement critique proche d'une jonction entre des joints de macles  $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 9$  et  $\Sigma 27$  (Figure 181.4). Les bandes de glissement qui se transmettent à travers le joint de macles  $\Sigma 9$  sans amorcer de fissure sur la Figure 181 appuient ce point. La fissure se propage ensuite le long des 2 joints de macles  $\Sigma 3$ .



**Images et données expérimentales associées**

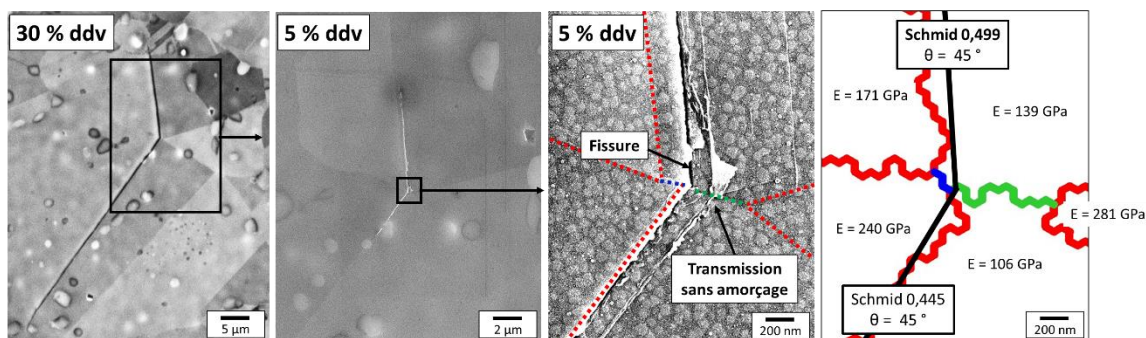


Figure 181 : Scénario envisagé de l'amorçage de fissures à une jonction de joints de macles.

## V. Synthèse

Les interruptions précoces des essais de fatigue ont permis d'identifier une nouvelle configuration d'amorçage impliquant les joints de macles : les fissures aux jonctions de joints de macles  $\Sigma 3$ . Cette configuration ne semble pas être spécifique à la microstructure de l'étude car des jonctions fissurées ont également été caractérisées sur la microstructure dite grossière. Ces sites d'amorçage ont été observés pour toutes les conditions de chargement étudiées avec une proportion importante pour la condition de référence en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27$  % à  $R = -1$ . L'analyse s'est donc appuyée sur la population la plus exhaustive de 21 jonctions de joints de macles fissurées qui a été caractérisée pour cette condition. Les caractéristiques de l'unique jonction endommagée en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,20$  % à  $R = 0$  et de 2 jonctions de la microstructure grossière ont ensuite été confrontées à ces résultats.

La majorité des jonctions de joints de macles fissurées sont constituées de 5 joints de macles  $\Sigma 3$  liés par des joints de macles très courts  $\Sigma 9$  et  $\Sigma 27$ . L'amorçage a systématiquement lieu à proximité de ces segments de joints au niveau de la jonction. La fissure se développe ensuite le long de 2 plans octaédriques parallèles à 2 joints de macles  $\Sigma 3$  dans la grande majorité des cas. De nombreuses autres configurations ont été identifiées, un des plans de glissement le long duquel la fissure se développe peut, par exemple, se trouver proche d'un joint de grains ou être au centre d'une cristallite. Une jonction de joints de macles a été reconstruite en 3D au FIB-EBSD.

Les sites d'amorçage de ce type jonction de joints de macles ont été analysés d'une part avec les grandeurs précédemment utilisées dans le cas classique de l'amorçage le long d'un joint de macles et d'autre part par des grandeurs spécifiquement sélectionnées pour cette configuration particulière. Les jonctions associées aux longueurs caractéristiques les plus importantes, c'est à dire correspondantes aux plus gros grains, s'endommagent très tôt dans la durée de vie. Cette tendance est identique à celle caractérisée pour les fissures le long d'un joint de macles. La différence élevée de modules d'Young des cristallites de part et d'autre des joints de macles  $\Sigma 3$  met en avant l'importance de l'anisotropie de comportement dans le processus d'amorçage. En effet, les joints de macles des jonctions ont une différence de modules d'Young importante comparativement à l'amorçage classique le long d'un joint de macles. Les zones proches de la jonction sont ainsi probablement le siège de concentrations de contraintes et de distorsions locales induites par la proximité d'un nombre élevé de cristallites. Dans une jonction, la plasticité et l'endommagement se développent systématiquement sur un plan octaédrique associé à un haut facteur de Schmid et sur un plan se trouvant le long d'un joint de macles avec une différence de module d'Young élevée. Les directions de glissement actives des jonctions ont une incidence importante par rapport à la surface libre, contrairement à l'amorçage le long d'un joint de macles pour la même condition de chargement, c'est-à-dire en HCF à  $R = -1$ . Ce type d'orientation a cependant été observé pour l'amorçage le long d'un joint de macles et transgranulaire en LCF à  $R = -1$  (voir chapitre 5). Ce résultat suggère que l'amorçage a lieu proche de la jonction dans les microreliefs prononcés induit par les directions de glissement à forte incidence. Cette dernière caractéristique pourrait être particulièrement critique proche d'une jonction entre des joints de macles  $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 9$  et  $\Sigma 27$ .

L'unique jonction de joints de macles fissurées en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,20$  % à  $R = 0$  suit exactement les mêmes tendances que la population en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27$  % à  $R = -1$ . Cette fissure est apparue dans un grain reconstruit particulièrement gros. Les 2 jonctions analysées sur la microstructure grossière ont également des caractéristiques comparables, excepté un joint de macles fissuré qui présente un facteur de Schmid plus faible.

Certaines facettes cristallographiques observées en HCF à  $R = -1$  et à  $R = 0$  présentent des caractéristiques atypiques pouvant correspondre à des jonctions de joints de macles. Elles sont, en effet, composées de 2 plans désorientés qui se rejoignent à la surface. La désorientation entre ces 2 plans fait penser aux angles  $\Delta\alpha$  identifiés et à une caractéristique observée sur une jonction de joints de macles reconstruite en 3



---

## Conclusion générale

Comme cela a été mentionné dans le cadre introductif et bibliographique de ce travail, les joints de macles sont identifiés comme l'un des éléments microstructuraux des superalliages à base de nickel forgés à l'origine de la formation de fissure de fatigue à température ambiante et intermédiaire. Dans ce contexte, cette thèse a été centrée sur la réalisation d'une étude statistique des configurations cristallographiques favorisant les premiers stades d'endommagement en fatigue avec pour objectif principal d'évaluer précisément l'importance des configurations impliquant des joints de macles.

Les essais de fatigue jusqu'à la rupture à température ambiante, pour des rapports de charge  $R = -1$  et  $R = 0$ , ont permis de vérifier que les fissures fatales amorcent quasi-systématiquement en surface sur des facettes cristallographiques. 4 conditions de chargement ont été sélectionnées et 353 fissures secondaires ont été analysées grâce à la réalisation d'essais interrompus. L'amorçage des premières fissures se produit très tôt, régulièrement avant 5 % de la durée de vie en LCF et en HCF. La majorité des fissures s'amorcent en lien avec les joints de macles, notamment en HCF où tous les sites d'amorçage des fissures secondaires impliquent des joints de macles. L'amorçage le long d'un joint de macles est la configuration majoritairement observée.

Les interruptions précoces des essais de fatigue ont permis d'identifier une nouvelle configuration d'amorçage impliquant les joints de macles : les fissures aux jonctions de joints de macles  $\Sigma 3$ . Ces sites d'amorçage ont été observés pour toutes les conditions de chargement étudiées avec une proportion importante pour la condition de référence en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$ . Cette configuration ne semble pas être spécifique à la microstructure bimodale de l'étude car des jonctions fissurées ont également été caractérisées sur la microstructure dite grossière. Des facettes cristallographiques sur des faciès de rupture pourraient correspondre à des jonctions de joints de macles. Il est probable que ce type de site d'amorçage ait été confondu avec l'amorçage classique le long d'un joint de macles dans le passé, que ce soit dans le cas des fissures secondaires ou des facettes cristallographiques.

L'orientation de la direction de glissement par rapport à la surface libre a été identifiée comme un marqueur de la condition de chargement et du type de site d'amorçage. L'amorçage le long d'un joint de macles est, en effet, associé à des directions de glissement à fortes incidences en LCF, alors qu'en HCF, le glissement est quasiment parallèle à la surface libre. En HCF, l'amorçage aux jonctions de joints de macles implique des directions de glissement à fortes incidences, contrairement aux fissures le long d'un joint de macles. Ces résultats suggèrent des mécanismes d'endommagement différents. En effet, un glissement avec une incidence importante est favorable à la création de microreliefs marqués en surface dans lesquels une fissure peut s'amorcer. Ainsi, l'amorçage le long d'un joint de macles en LCF et à une jonction de joints de macles a probablement lieu dans les microreliefs des bandes de glissement. En HCF, le long d'un joint de macles, l'orientation quasiment parallèle à la surface libre du glissement ne permet pas de tirer la même conclusion. Dans ce cas, l'amorçage se produit majoritairement au centre du joint dans une zone avec de hautes extrusions et minoritairement à l'extrémité du joint de macles. La présence d'extrusions au centre de ces joints de macles a été reliée à des concentrations de champs mécaniques permettant l'activation de systèmes de glissement à plus bas facteurs de Schmid. La présence d'un précipité  $\gamma'_i$  ou d'une marche incohérente sur le joint de macles a été identifiée comme favorable à l'amorçage de fissures. A l'extrémité d'un joint de macles, les fissures peuvent s'amorcer à une jonction de joints ou dans un micro-volume.



---

Des caractéristiques observées sur les facettes cristallographiques des faciès de rupture ont été discutées à la lumière des résultats obtenus sur les populations de sites d'amorçage des essais de fatigue interrompus. Cette comparaison a mis en évidence un certain nombre de points surprenants, notamment concernant le rapport de charge  $R = 0$ . Ce type d'analyse est un nouvel exemple illustrant la difficulté de discuter de la fissure fatale à partir des fissures secondaires.

De nettes différences ont été observées entre les zones de gros grains et de grains fins de la microstructure bimodale pour toutes les conditions de chargement. En effet, l'amorçage de fissures se produit quasi-exclusivement dans les zones de gros grains. L'activité plastique semble également être bien plus importante dans les zones de gros grains, notamment pour les conditions de type LCF. La mesure de champs réalisée lors d'un essai de traction in-situ va dans le sens de cette dernière affirmation.

Comme attendu, la taille de grains a été identifiée comme centrale dans le processus d'amorçage, pour les fissures le long et aux jonctions de joints de macles. L'amorçage a presque systématiquement eu lieu dans les zones de gros grains de la microstructure bimodale. La cinétique d'amorçage a également été caractérisée comme plus rapide dans les gros grains. Des facettes cristallographiques et une reconstruction d'un site d'amorçage au FIB-EBSD ont pointés l'importance de la morphologie et de la taille de grains en 3D.

## Perspectives

Différentes perspectives émergent naturellement à la suite de ce travail. Des perspectives académiques sont d'abord évoquées avant de finir par des perspectives plus applicatives.

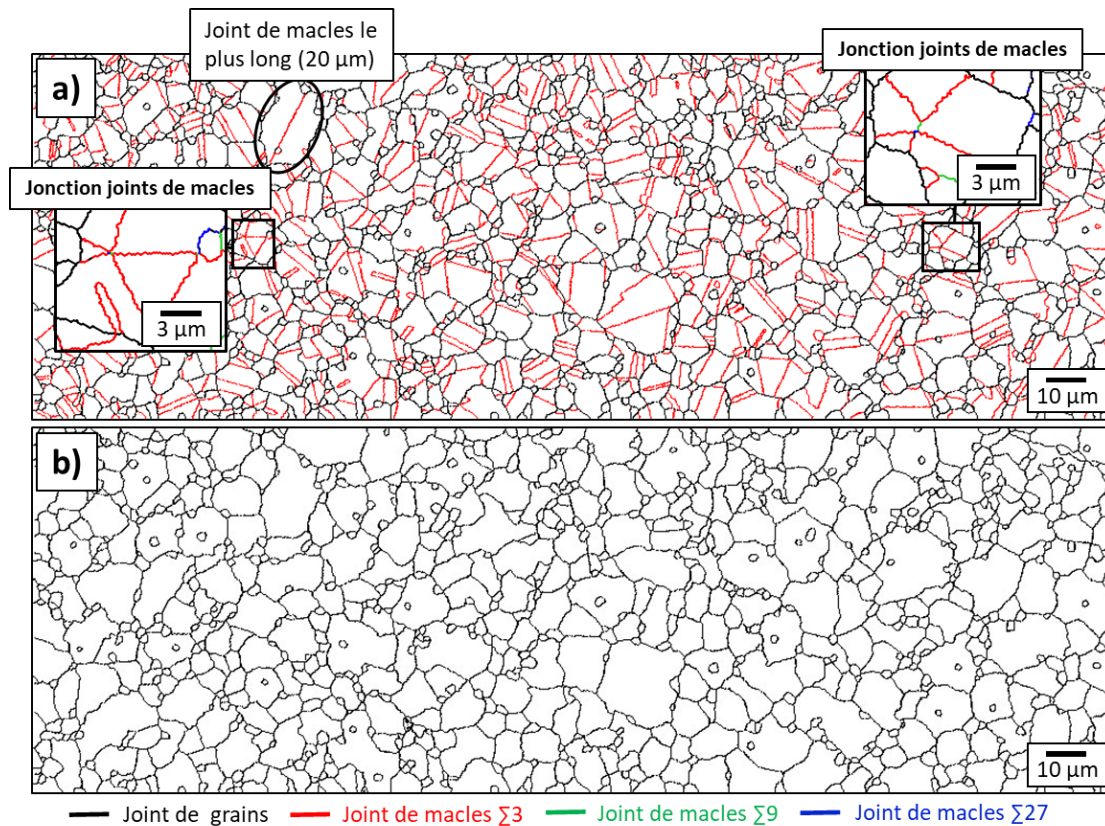
La fissure fatale n'a été que trop peu évoqué dans ces travaux, son analyse et l'étude de ses caractéristiques au regard de la population statistique de fissures est essentiel dans la compréhension de la durée de vie en fatigue.

La création de critères d'amorçage requière des analyses supplémentaires. De nouvelles caractérisations 3D sur des sites d'amorçage bien choisis dans la population de fissures seraient précieuses dans le but de mieux cerner les particularités d'un joint de macles donnant lieu à l'amorçage d'une fissure. Des simulations en champs complets sur ces agrégats 3D permettraient par la suite de comprendre les champs mécaniques locaux qui opèrent le long d'un joint de macles et au niveau d'une jonction de joints de macles.

Est-ce que les sites d'amorçage identifiés dans ces travaux sont présents pour d'autres conditions de chargement ? En effet, il serait intéressant de discuter des transitions et des compétitions entre différents mécanismes et types de sites d'amorçage, en fonction de la condition de chargement et de la température. Une étude à une température intermédiaire (450°C) permettrait dans un premier temps de vérifier la similitude des configurations d'amorçage par rapport à la température ambiante, sachant que la littérature reporte des amorçages en subsurface pour ce type de condition [118]. Enfin, une étude avec des caractérisations fines à haute température (700°C) devrait mettre en évidence un amorçage préférentiel dans les grains fins induit par la contribution marquée des joints de grains aux processus de déformation et d'endommagement couplés à l'oxydation.

L'amorçage aux jonctions de joints de macles ouvre de nombreuses perspectives. La Figure 182 montre que ces jonctions existent dans une microstructure avec une taille de grains

fine et homogène, issue de la thèse d'Adèle Govaere [28]. Il serait alors intéressant de déterminer si, et sous quelles conditions, est observée la formation de fissures de fatigue aux jonctions de joints de macles dans une telle microstructure. La question de la détectabilité de ces jonctions pourrait se poser afin de pouvoir contrôler leur présence ou certaines de leurs caractéristiques dans une microstructure utilisée industriellement. Enfin, comprendre les mécanismes métallurgiques liés à leur formation pourrait permettre de limiter, voire d'éviter leur formation.



**Figure 182 : Microstructure d'AD730™ avec des grains fins [28] contenant des jonctions de joints de macles. a) Cristallites. b) Grains reconstruits sans les joints de macles.**

La taille de grains demeurant très utilisée sur le plan applicatif, il est important que ce type d'étude puisse discuter de la pertinence et des valeurs à considérer quant à la définition des critères de la taille de grains maximale acceptable dans un disque de turbine. La structure de grains et son impact sur la durée de vie en fatigue peut être difficile à appréhender dans les superalliages à base de nickel. En effet, ces alliages sont souvent densément maclés et présentent des éléments microstructuraux complexes, tel que des jonctions de joints de macles. La complexité est d'autant plus importante pour une microstructure bimodale. Les microstructures applicatives, dans une moindre mesure, présentent aussi des variabilités de taille de grains à l'échelle d'un disque. Il serait donc intéressant de réaliser un travail sur les abattements de la durée de vie en fonction des tailles de grains et des différentes configurations impliquant la présence de gros grains dans une microstructure globalement fine : qui est le plus critique entre un cluster de grains moyen, un seul gros grain ou une zone de gros grains ? Quel est l'impact des tailles et des morphologies des zones de gros de grains ? Ce type d'étude serait par exemple pertinente pour l'analyse de la zone de transition d'un disque dual.

Pour finir, l'évolution des solutions technologiques afin d'optimiser la tenue des disques de turbines nécessite de comprendre toujours plus finement l'impact de la microstructure sur

---

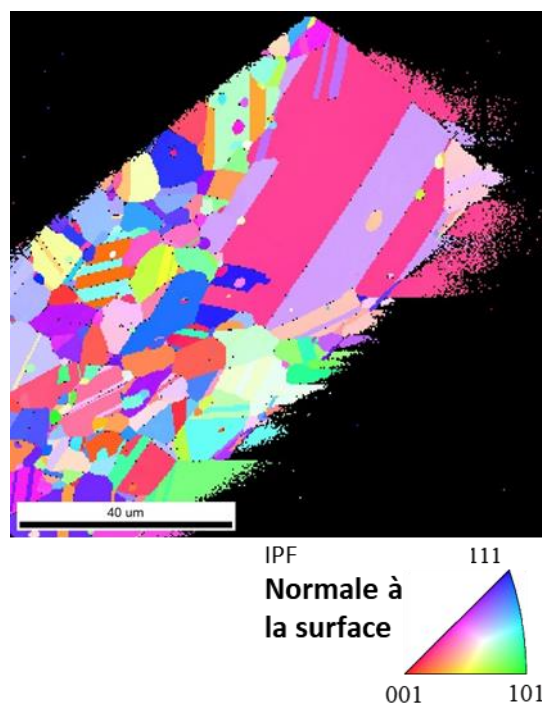
les propriétés mécaniques. Ainsi, l'amorçage de fissures de fatigue dans les superalliages à base de nickel, bien qu'étudié depuis de nombreuses années, n'a à coup sûr, pas encore livré tous ses secrets.

## Annexes

### **ANNEXE 1 : Méthodologie d'acquisition d'un site d'amorçage en 3D au FIB EBSD.**

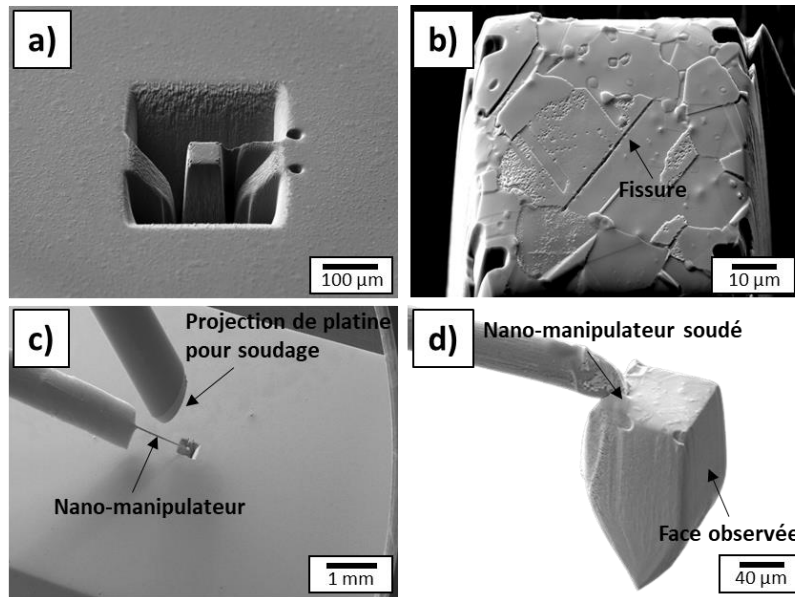
2 sites d'amorçage sélectionnés dans la population statistique de fissures ont été reconstruits en 3D au FIB-EBSD (FIB = Faisceau d'ions focalisé) au CEMEF à Sofia Antipolis. Les sites d'amorçage ont été préalablement repérés et analysés en surface (MEB, MEB-FEG et EBSD) à l'Institut P'.

La caractérisation a lieu par des polissages FIB et des cartographies EBSD successifs. Pour que cela soit possible, la face à observer doit être bien orientée par rapport au détecteur EBSD ( $70^\circ$ ) mais aussi par rapport au FIB ( $55^\circ$ ). Du fluor est également injectée au cours du polissage FIB pour réduire le « curtaining » qui induit une surface non parfaitement plane et qui dégrade la qualité des cartographies EBSD. La Figure 183 présente un EBSD brut d'acquisition, la cartographie est de bonne qualité avec peu de points non indexés. Des pas de  $0,5 \mu\text{m}$  et  $0,3 \mu\text{m}$  ont été utilisés pour l'acquisition des données EBSD des 2 sites d'amorçage. La quantité de matière retirée par le polissage FIB a ainsi été adaptée afin d'obtenir des voxels cubiques.



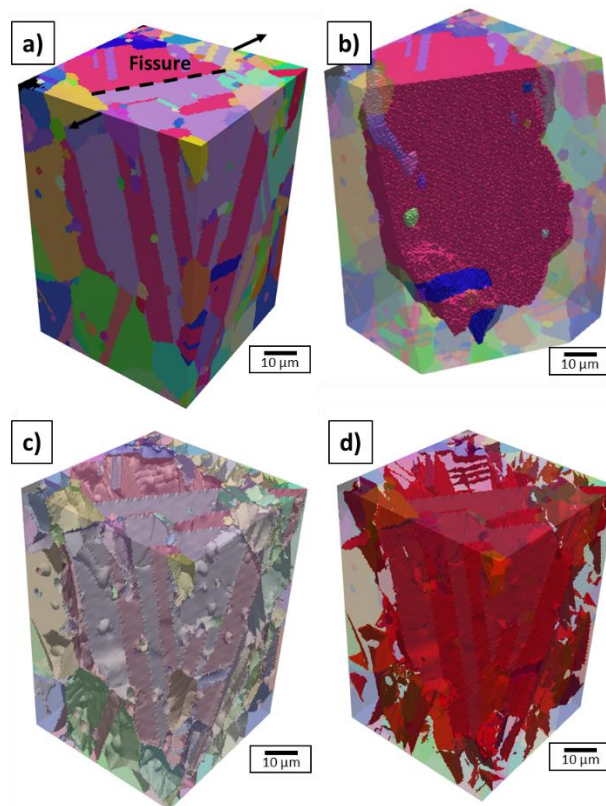
**Figure 183 : Carte EBSD sans post-traitement d'une tranche.**

Pour être caractérisé un volume doit d'abord être extrait. Pour cela un polissage FIB à fort courant (1 ou 2  $\mu\text{A}$ ) est réalisé autour du volume d'intérêt pour faire un maximum de place pour l'extraction. Cette étape s'appelle le décaissement (Figure 184.a.b). Un nano-manipulateur est ensuite soudé avec une injection de platine sur un coin du volume (Figure 184.c). Le volume est ensuite décroché de l'éprouvette par polissage FIB. Le porte objet est ensuite retiré et le volume extrait est prêt à être caractérisé (Figure 184.d). La préparation d'un tel volume demande une journée de travail avec de nombreuses étapes délicates, notamment le soudage du nano-manipulateur et l'extraction du volume.



**Figure 184 : Procédure d'extraction du volume 3D. a) Décaissement du volume par polissage FIB à fort courant (1 ou 2  $\mu\text{A}$ ). b) Surface du volume avec la fissure au centre. c) Soudage du nano-manipulateur par projection de platine. d) Volume extrait et prêt à être caractérisé par polissage FIB à faibles courants (100 nA) et EBSD successifs.**

Les données sont post-traitées sur DREAM3D avec des étapes délicates d'alignement, de coupes, de nettoyage et d'analyse. La visualisation des résultats se fait sur ParaView. Un exemple de résultat est présenté sur la Figure 185 avec la caractérisation des grains, des joints de grains et des joints de macles  $\Sigma 3$ .



**Figure 185 : Visualisation du volume reconstruit en 3D sur ParaView avec différents résultats possibles. a) Volume 3D. b) Interface fissurée. c) Visualisation de toutes les interfaces. d) Visualisation de tous les joints de macles  $\Sigma 3$ .**

## ANNEXE 2 : Etude de la variabilité de la taille de grains en fonction des éprouvettes testées.

Les données présentées sur la Figure 186 montrent que la taille de grains semble comparable entre les éprouvettes testées. Comme déjà présentée avec une échelle plus macroscopique dans le chapitre des méthodes expérimentales, la densité et la morphologie des zones de gros grains peuvent varier en fonction des échantillons. C'est ce dernier élément qui induit les légères fluctuations de la taille de grains moyenne mesurée. La taille de grains maximale varie également légèrement en fonction des cartographies. Cette caractéristique est dépendante de la taille de la cartographie (voir la Figure 74 et la Figure 75 le chapitre des méthodes expérimentales où les données relatives à une grande cartographie sont présentées).

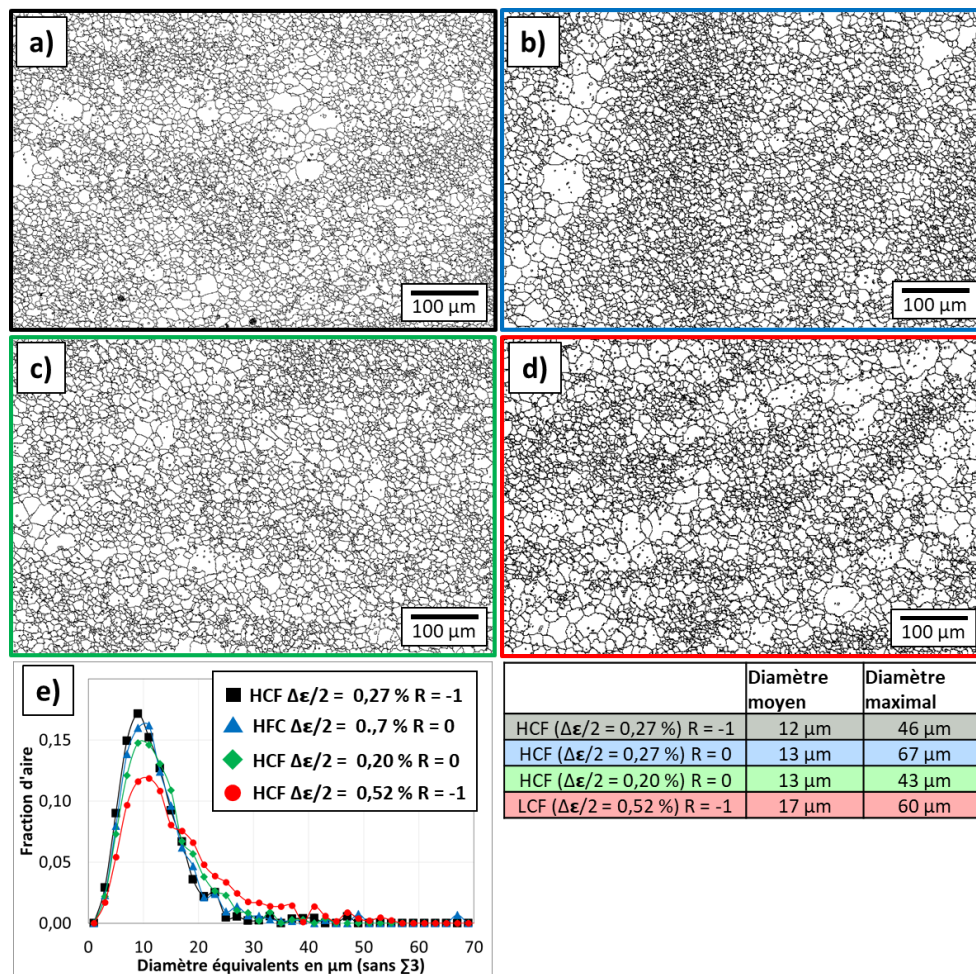


Figure 186 : Variabilité de la taille de grains en fonction des éprouvettes. a) HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = -1$ . b) HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) à  $R = 0$ . c) HCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$ ) à  $R = 0$ . d) LCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,52\%$ ) à  $R = -1$ . e) Histogramme de la taille des grains reconstruits sans les joints de macles, moyenne des diamètres équivalents pondérés par la fraction d'aire et diamètre maximal.

## ANNEXE 3 : Etude des précipités $\gamma'_{II}$ dans une zone de petits grains et de gros grains de la microstructure bimodale.

La population de précipités  $\gamma'_{II}$  dans les zones de gros grains et de grains fins présente les mêmes caractéristiques en termes de taille et de fraction surfacique (Figure 187). Les zones de gros grains et de grains fins sont facilement distinguables à partir de la différence de fraction surfacique de précipités  $\gamma'_I$  (Figure 187.a).

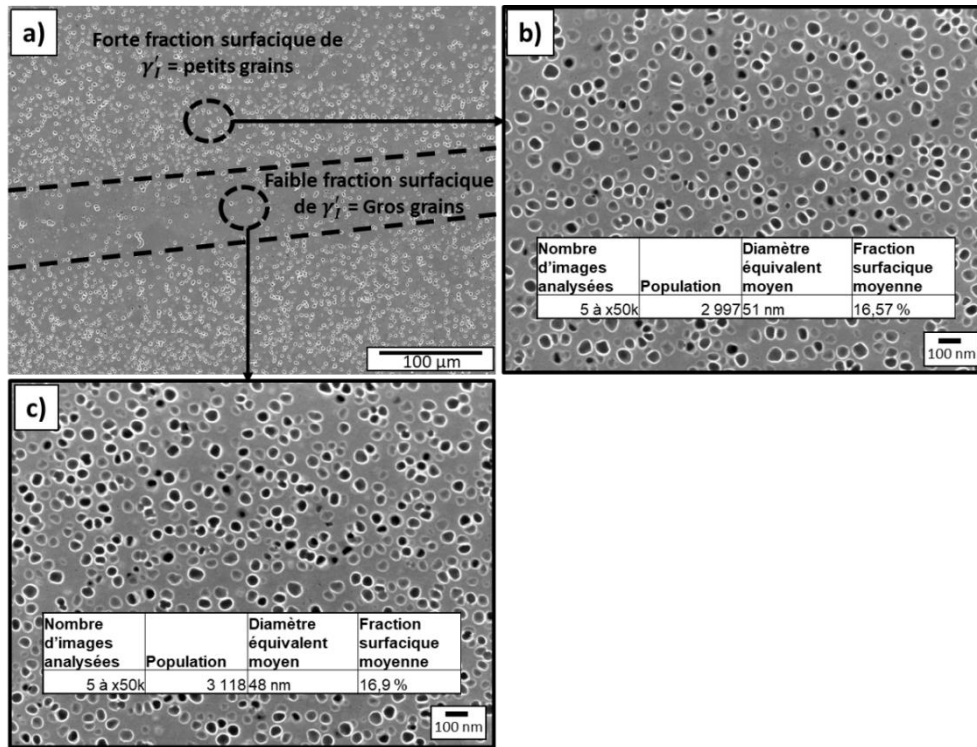


Figure 187 : Précipités  $\gamma_{II}$  dans une zone de b) petits grains et c) de gros grains de la microstructure bimodale.

#### ANNEXE 4 : Exemple d'un faciès de rupture en LCF à $R = 0$ .

Comme illustré sur la Figure 188, les faciès de rupture en LCF à  $R = 0$  ont les mêmes caractéristiques que ceux évoqués à  $R = -1$  dans le chapitre 4.

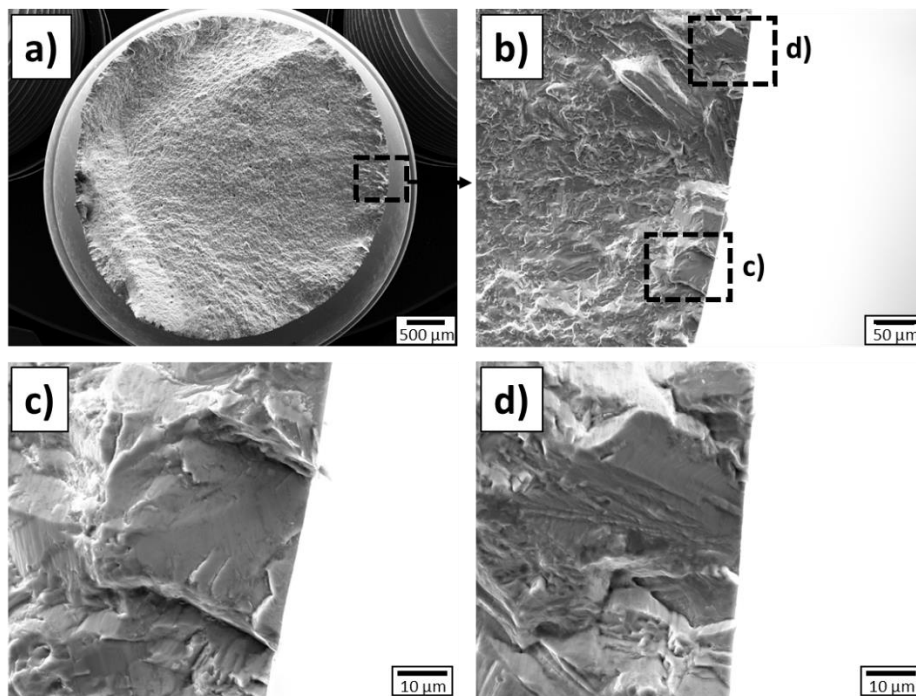


Figure 188 : Faciès de rupture en LCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,65\%$ ) à  $R = 0$  : Amorçage de la fissure fatale sur plusieurs facettes cristallographiques débouchantes en surface. a) Vue globale. b) Zone avec plusieurs facettes cristallographiques. c) d) Images à forts grossissements de 2 facettes cristallographiques.

## ANNEXE 5 : Compétition entre amorçage sur facettes cristallographiques et sur particules en HCF à R = 0.

Un amorçage sur particule débouchante en surface a été observé pour 3 des 5 éprouvettes sollicitées **uniquement pour le plus bas niveau de chargement en condition HCF à R = 0** ( $\Delta\epsilon/2 = 0,23\%$  avec une durée de vie d'environ 200 000 cycles). Les 2 autres éprouvettes correspondent à un amorçage sur facette cristallographique débouchante en surface.

Les images MEB de ces amorçages sur particule sont présentées sur la Figure 189 avec la distribution en fréquence des diamètres équivalents 2D des particules établie sur l'AD730<sup>TM</sup> par ailleurs [28]. Similairement à des études de la littérature [118,120], les particules ayant conduit à la rupture des éprouvettes font partie des plus grandes ( $\varnothing > 20\ \mu\text{m}$ ). La propagation est transgranulaire autour des particules. Il est possible de remarquer en observant les tailles des facettes autour des particules que 2 particules (Figure 189.b) et Figure 189.c)) se trouvent dans une zone à grains fins et 1 particule (Figure 189.d)) dans une zone à gros grains.

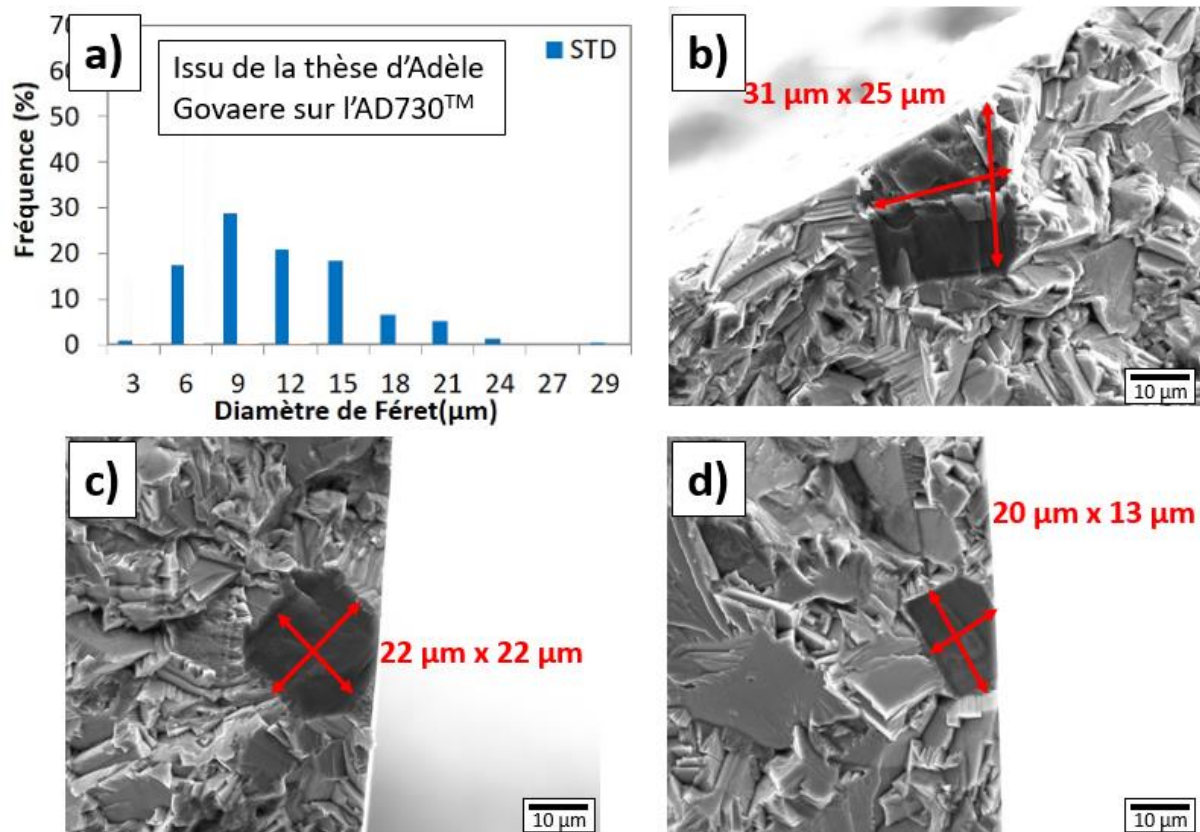


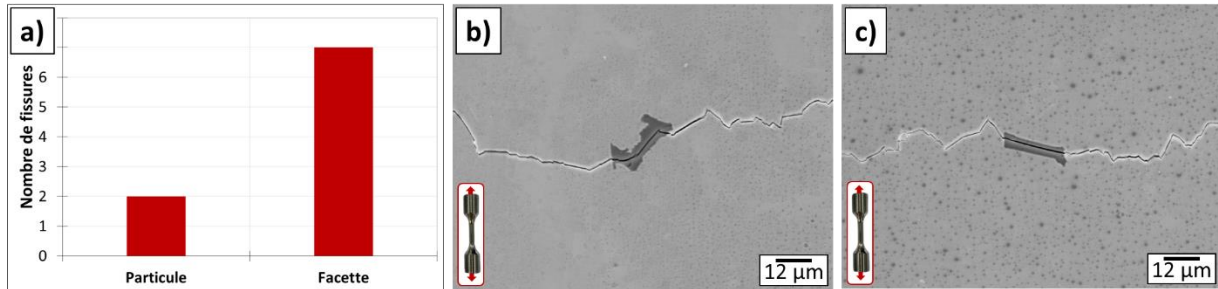
Figure 189 : Comparaison des tailles des particules sur les faciès de rupture avec une distribution statistique 2D. a) Distribution en nombre des diamètres équivalents 2D des particules sur une surface [28]. b) Faciès de rupture 1. c) Faciès de rupture 2. d) Faciès de rupture 3.

Les fûts des 5 éprouvettes testées à la même amplitude de déformation ( $\Delta\epsilon/2 = 0,23\%$ ) à R = 0 ont été observés après rupture loin de la zone rompue afin de caractériser des fissures secondaires (Figure 190). La majorité des fissures secondaires observées est de type « facette cristallographique ». Les 2 fissures amorcées sur particule concernent des inclusions probablement clivées avec des morphologies allongées perpendiculairement ou à 45° par rapport à la direction de sollicitation (Figure 190.b.c).

Des particules déjà fissurées peuvent être présentes dans les matériaux avant essais mécaniques et d'autres particules se fissurent pour des contraintes inférieures à la limite

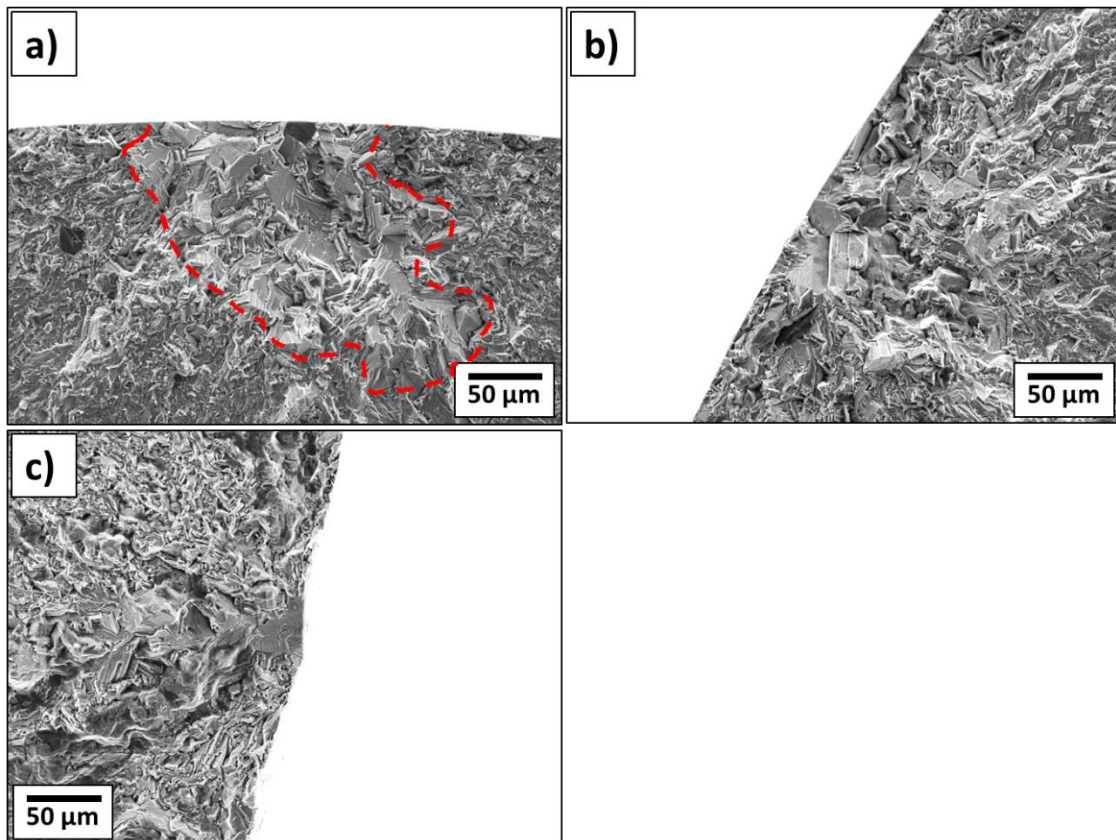


d'élasticité [28]. Cependant, des essais de traction in-situ à température ambiante [28,120] ou des essais de fatigue avec des particules pré-endommagées [124] ont montré que peu de fissures se propagent des particules à la matrice. A la lumière de ces résultats, on peut supposer qu'une partie des particules fissurent au cours de l'essai de fatigue et qu'une très faible proportion d'entre elles se propage pour créer des fissures pouvant mener à la rupture des éprouvettes, d'où le faible nombre de fissures secondaires observées en lien avec des particules.



**Figure 190 : Compétition entre amorçage de type facettes cristallographiques et particules ( $R = 0$ ). Analyse des fissures secondaires sur les futs des 4 éprouvettes après la rupture. a) Nombre de fissures par type de site d'amorçage. b) c) Exemple d'une fissure secondaire pour un amorçage de type particule.**

Les faciès de rupture avec des amorçages sur des particules ont également la particularité d'avoir une zone de micro-propagation transgranulaire bien définie autour du site d'amorçage comparativement aux amorçages sur facettes cristallographiques (Figure 191).

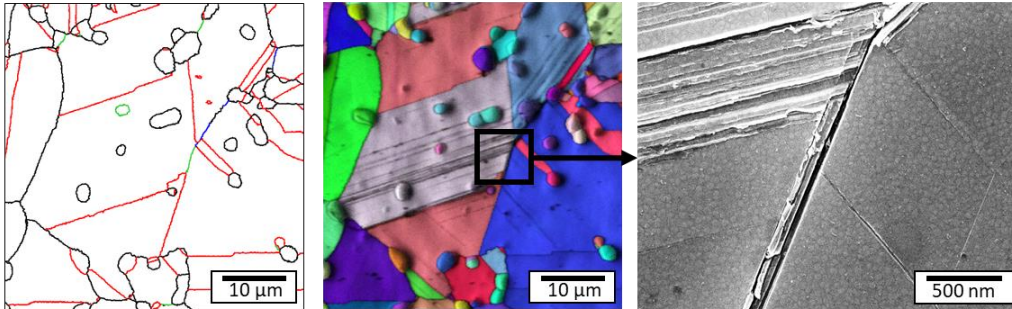


**Figure 191 : Zones de micro-propagation (mode I) associées aux amorçages sur particules et sur facettes cristallographiques en HCF. a) Amorceur sur particule à  $\Delta\epsilon/2 = 0,23\%$  à  $R = 0$ . b) Amorceur sur facette cristallographique à  $\Delta\epsilon/2 = 0,23\%$  à  $R = 0$ . c) Amorceur sur facette cristallographique à  $\Delta\epsilon/2 = 0,30\%$  à  $R = -1$ .**

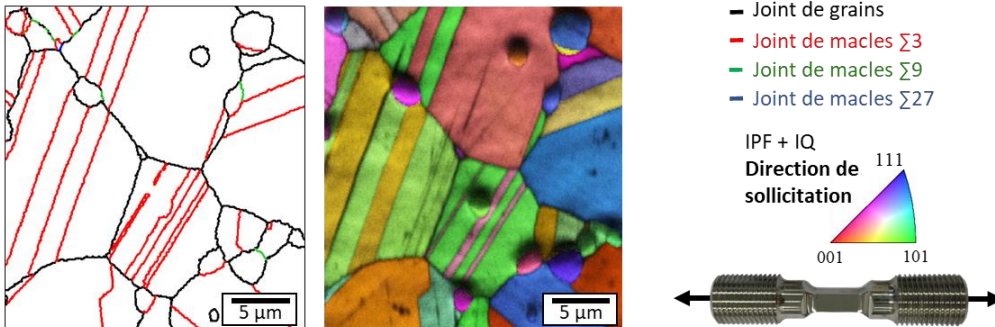
## ANNEXE 6 : Exemples de sites d'amorçage observés en faibles proportions en LCF à $R = -1$ .

D'autres sites d'amorçage présentés sur la Figure 192 ont été observés en très faibles proportions en LCF à  $R = -1$ . Il s'agit d'une fissure à une jonction de joints de macles, d'une fissure intergranulaire et d'une fissure associée à une particule.

### a) Jonction de joints de macles



### b) Joint de grains



### c) Particule

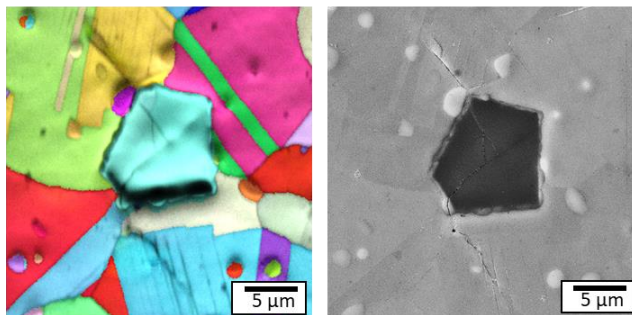


Figure 192 : Sites d'amorçage observés à la marge en termes de proportion en LCF ( $\Delta\epsilon/2 = 0,52\%$ ) à  $R = -1$  à 5 % de la durée de vie. a) Fissure à une jonction de joints de macles. b) Fissure au niveau d'un joint de grains. c) Fissure au niveau d'une particule.

## ANNEXE 7 : Estimation de la durée de vie pour l'éprouvette à section carrée testée en HCF à $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ à $R = -1$ .

L'estimation de la durée de vie pour une éprouvette à section carrée associée la condition de référence HCF à  $R = -1$  (environ 300 000 cycles) a été réalisée en comparant la longueur des fissures les plus longues et à celles mesurées sur une éprouvette cylindrique lors d'un essai interrompu plusieurs fois jusqu'à la rupture à la même amplitude de déformation totale ( $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ ) (Figure 193). Cette estimation a été réalisée en raison de la dispersion des durées de vie pour cette condition de sollicitation. En effet, pour des amplitudes de déformation

totales imposées entre  $\Delta\epsilon/2 = 0,29\%$  et  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ , des durées de vie de 175 000 cycles, de 400 000 cycles et de plus d'1 000 000 de cycles ont été obtenues.

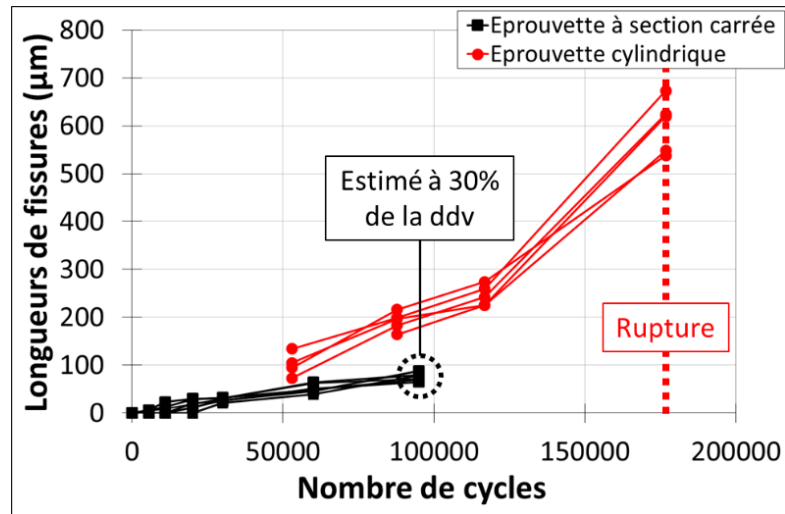


Figure 193 : Comparaison de la longueur des fissures les plus longues en fonction du nombre de cycles pour une éprouvette à section carrée et pour une éprouvette cylindrique testées jusqu'à la rupture à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  (HCF) à  $R = -1$ .

### ANNEXE 8 : Estimation de la durée à l'amorçage.

L'étude de la cinétique d'amorçage et de micro-propagation a nécessité une durée à l'amorçage pour chaque fissure. Cette grandeur est une estimation du pourcentage de la durée de vie à laquelle la fissure s'est amorcée. La durée à l'amorçage est calculée comme la moitié de l'intervalle entre la dernière interruption avant la détection de la fissure et la première interruption où la fissure est détectée (Figure 194).

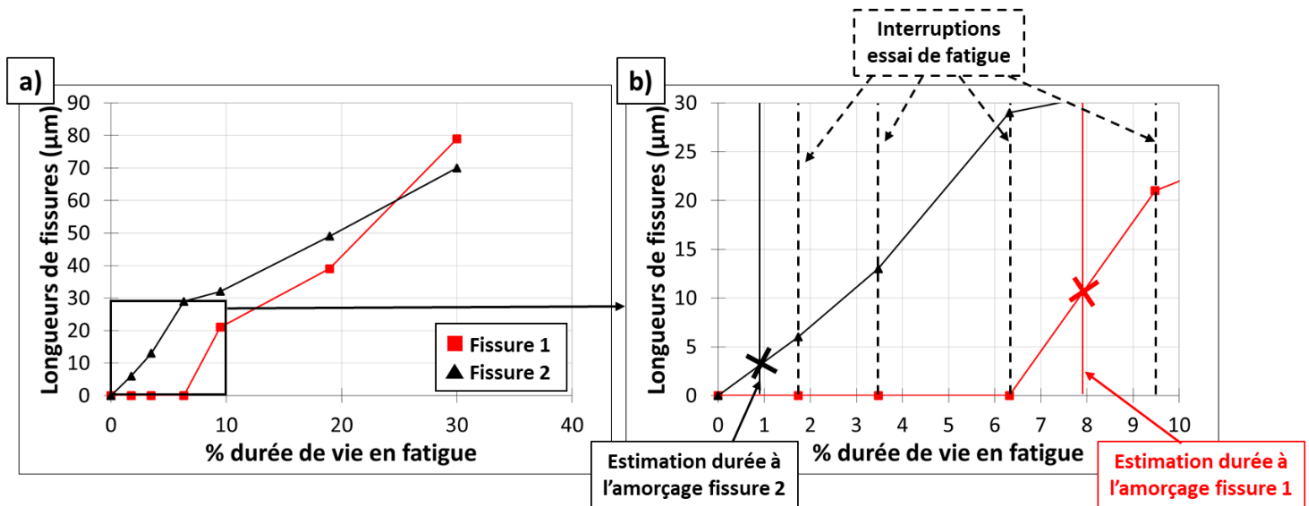


Figure 194 : Illustration du calcul de la durée à l'amorçage dans le cas de 2 fissures à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  (HCF) à  $R = -1$ .

### ANNEXE 9 : Exemples de fissures le long d'un joint de macles présentant des vitesses de micro-propagation différentes.

La Figure 195 présente des exemples de fissures s'étant amorcées sensiblement au même moment mais présentant des vitesses de propagation nettement différentes.

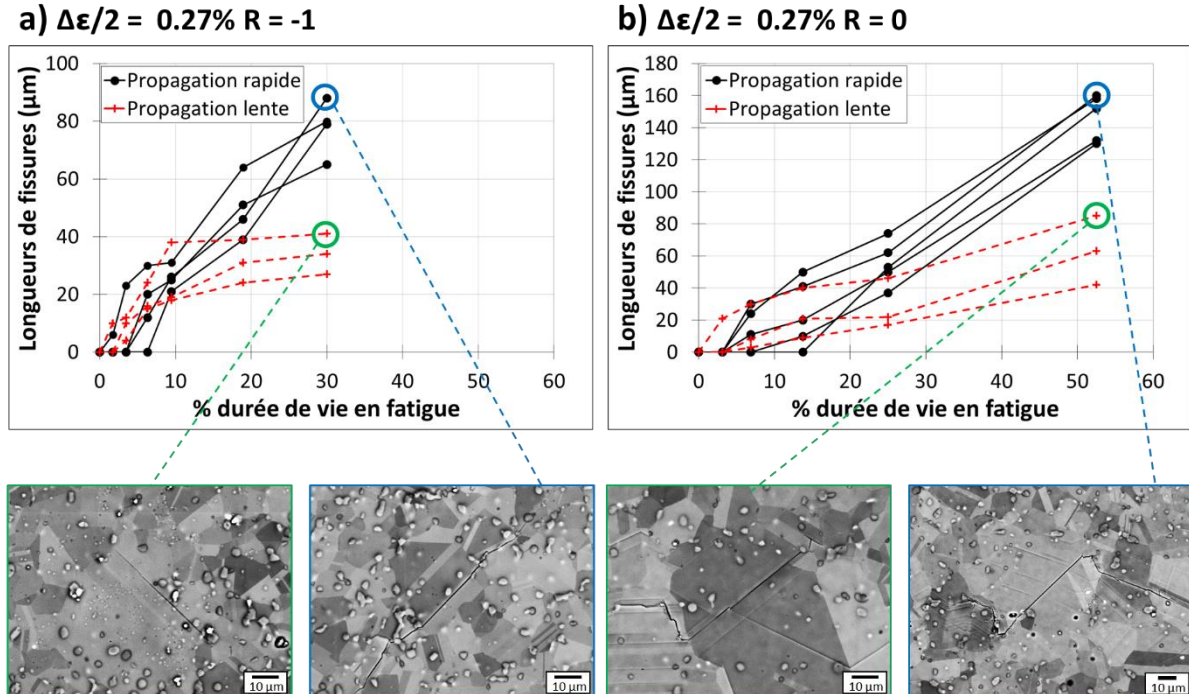


Figure 195 : Exemple de fissures présentant différentes vitesses de micro-propagation. a)  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$ . b)  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R=0$ .

### ANNEXE 10 : Exemples de faciès de rupture en LCF et en HCF pour la microstructure grossière.

La Figure 196 présente un exemple de faciès de rupture en LCF de la microstructure dite grossière, comme pour la microstructure bimodale de nombreuses facettes cristallographiques sont distinguables. A contrario, en HCF, les sites d'amorçage sont peu nombreux, voir uniques (Figure 197).

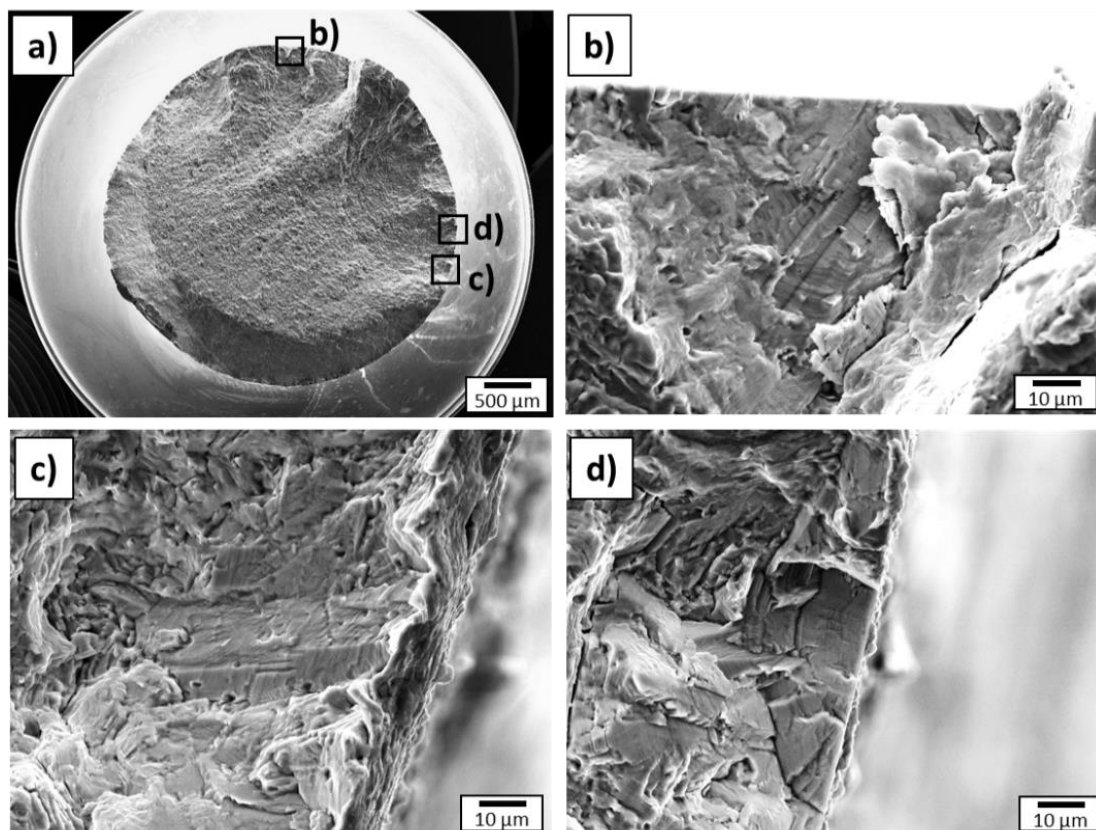


Figure 196 : Faciès de rupture en LCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,67\%$  à  $R = -1$  de la microstructure grossière.

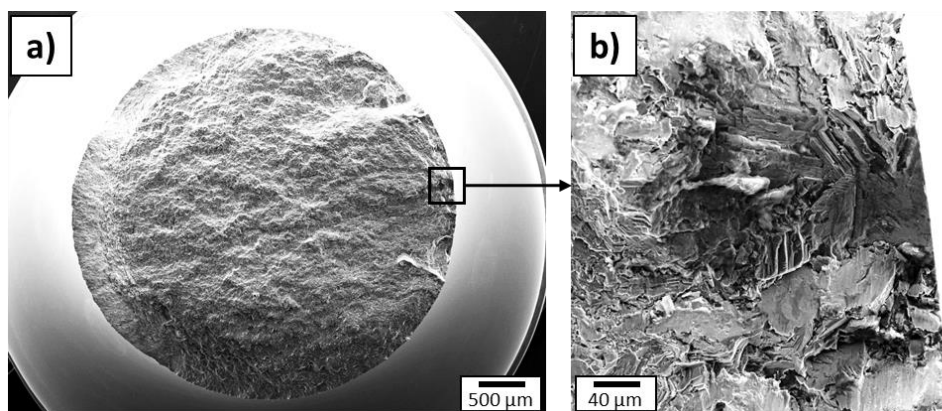
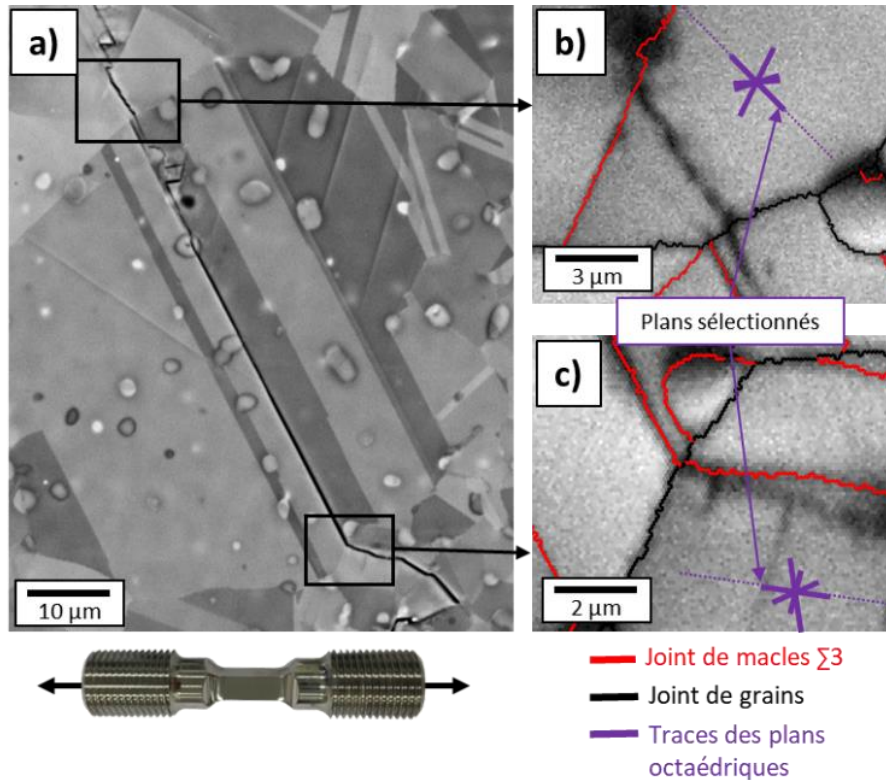


Figure 197 : Faciès de rupture en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,28\%$  à  $R = -1$  de la microstructure grossière.

## ANNEXE 11 : Calcul des angles de TILT et de TWIST.

Les angles de TWIST et de TILT ont été calculés différemment en fonction de la propagation ou non de la fissure dans les grains voisins.

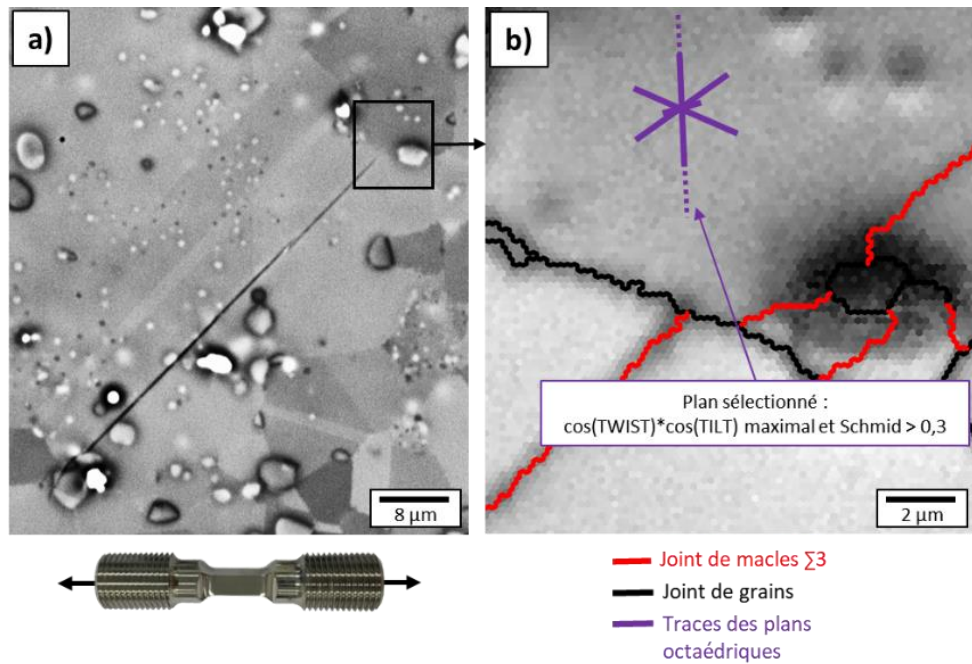
Si la fissure s'est propagée (Figure 198), les plans octaédriques sélectionnés pour le calcul sont ceux suivant lesquels la fissure s'est propagée (ou les plus proches).



**Figure 198 : Sélection des plans octaédriques pour les calculs des angles de TWIST et de TILT lorsque la fissure s'est propagée dans les grains voisins. a) Image MEB de la fissure en BSE. b) c) Données EBSD (IQ) avec la nature des interfaces et les traces des 4 plans octaédriques.**

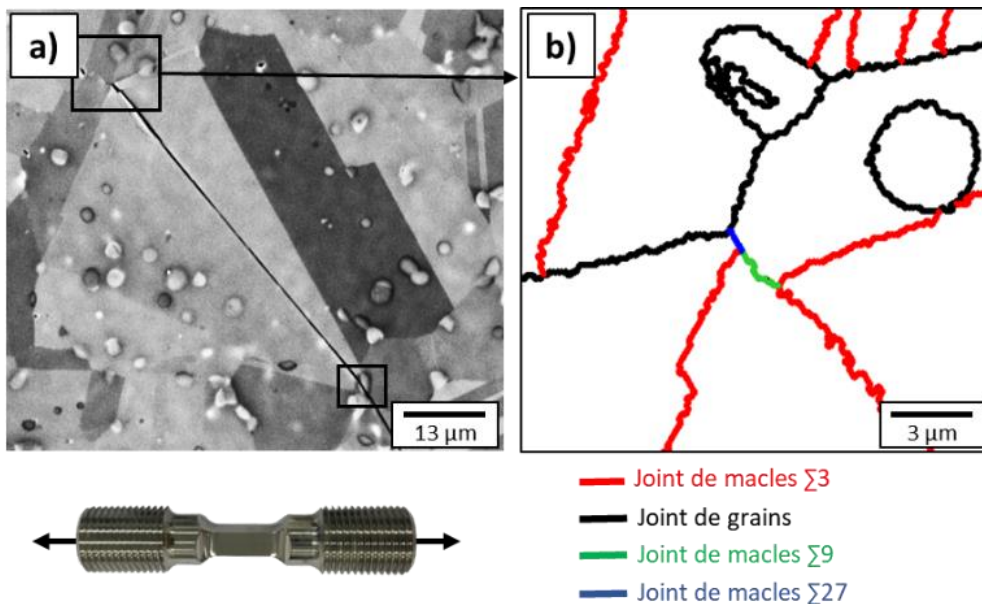
Le facteur  $m_s = \cos(\text{TWIST}) * \cos(\text{TILT})$  [145] ainsi que le facteur de Schmid ont été utilisés pour sélectionner les plans octaédriques les plus probables à la transmission du glissement ou de la fissure. Une bande de glissement se transmet plus facilement si  $m_s$  est élevé (TILT proche de  $0^\circ$  et TWIST proche de  $0^\circ$ ). Il a aussi été montré qu'une bande de glissement se transmet plus facilement sur un système de glissement à fort facteur de Schmid. Dans notre étude, pour la condition de référence en HCF à  $R = -1$ , il a été caractérisé que les fissures se propagent lorsque le plan octaédrique contient une direction de glissement ayant un facteur de Schmid supérieur à 0,3.

Ainsi lorsque la fissure ne s'est pas propagée à travers le joint de grains (Figure 199), le plan octaédrique sélectionné est celui qui a le plus grand facteur  $m_s$  et une direction de glissement avec un facteur de Schmid supérieur à 0,3.



**Figure 199 : Sélection des plans octaédriques pour le calcul des angles de TWIST et de TILT lorsque la fissure ne s'est pas propagée dans les grains voisins. a) Image MEB de la fissure en BSE. b) Données EBSD (IQ) avec la nature des interfaces et les traces des 4 plans octaédriques.**

Dans certaines configurations, il est difficile de définir le joint de grain à travers lequel le glissement se transmet ou se transmettrait (Figure 200). Comme dans le cas illustré sur la Figure 200 avec une jonction de joints et un précipité  $\gamma'_i$  aux deux extrémités du joint de macles fissuré. Les angles de TWIST et de TILT n'ont pas été calculés dans de telles situations.



**Figure 200 : Exemple d'une fissure pour laquelle les angles de TWIST et de TILT n'ont pas été caractérisés à cause de la présence d'une jonction de joints et d'un précipité  $\gamma'_i$  aux 2 extrémités du joint de macles fissuré. a) Image MEB de la fissure en BSE. b) Données EBSD avec la nature des interfaces.**

**ANNEXE 12 : Histogrammes de longueur des joints de macles fissurés (amorçage le long d'un joint de macles).**

La Figure 201 représente les histogrammes de longueur de joints de macles fissurés dans le cas de l'amorçage le long d'un joint de macles. Tous les joints de macles fissurés à une interruption donnée sont pris en compte. Les écarts type associés à ces longueurs à chaque interruption sont présents sur la Figure 202.

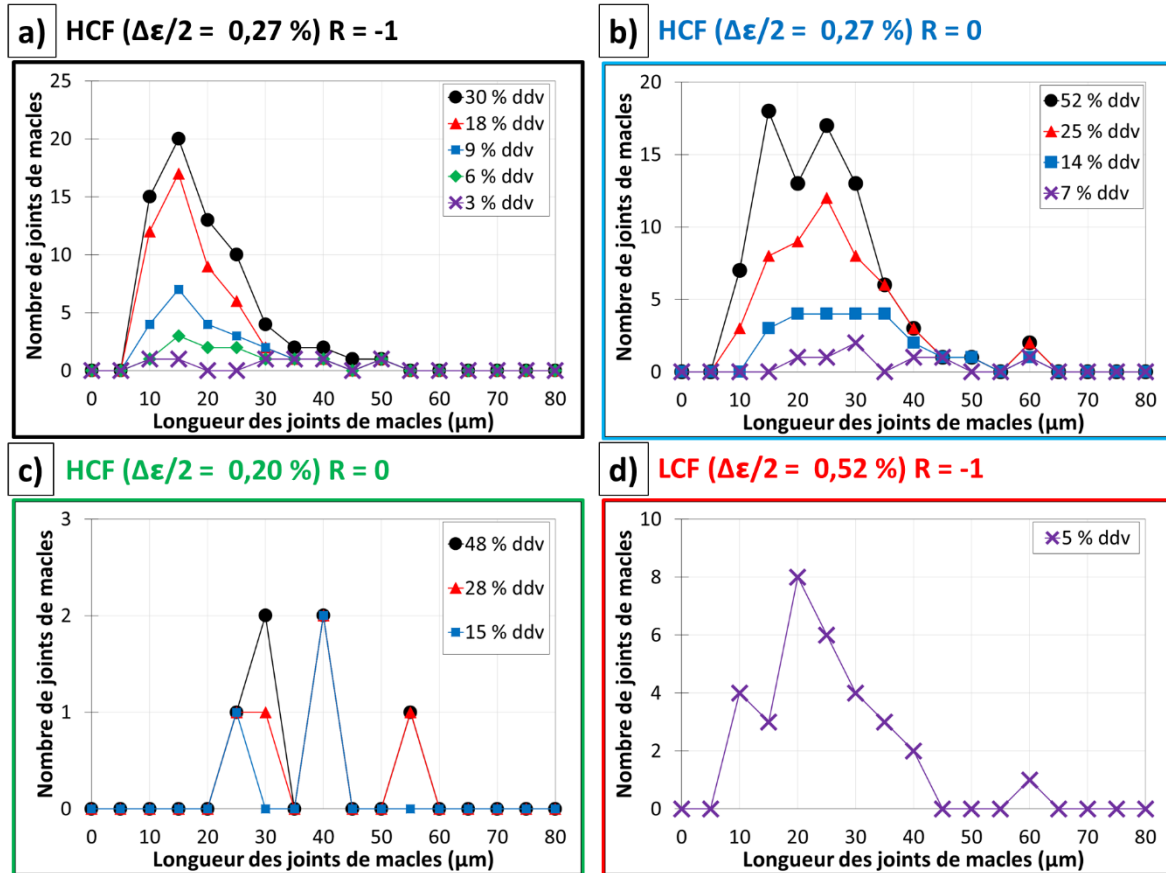


Figure 201 : Histogrammes de la longueur des joints de macles fissurés. a) HCF,  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = -1$ . b) HCF,  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = 0$ . c) HCF,  $\Delta\epsilon/2 = 0,20\%$  à  $R = -1$ . d) LCF,  $\Delta\epsilon/2 = 0,52\%$  à  $R = -1$ .

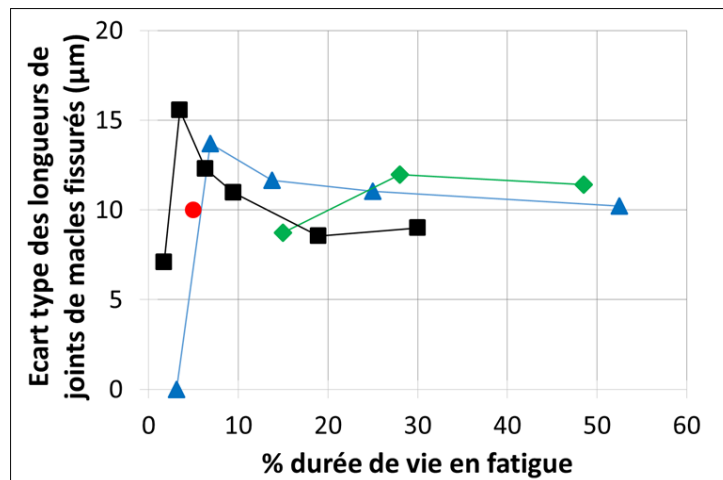


Figure 202 : Ecart type de la longueur de joints de macles fissurés à chaque interruption des essais pour les 4 conditions de chargement.



**ANNEXE 13 : Résultats relatifs aux angles de TWIST, de TILT et au facteur ms.**

Le Tableau 15 présente la moyenne et l'écart type de l'angle de TWIST, de TILT et du facteur ms pour 3 conditions HCF. La Figure 203 donne les histogrammes associés à ces grandeurs. Il est important de noter que l'angle de TWIST a été calculé différemment en fonction de la propagation ou non de la fissure dans le grain voisin. Ces grandeurs seront utilisées pour discuter des mécanismes d'amorçage en HCF uniquement.

**Tableau 15 : Moyennes et écarts types des angles de TWIST, de TILT et du facteur ms pour les conditions de chargement HCF.**

	Population	TWIST		TILT		ms = cos(TWIST)*cos(TILT)	
		Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
<b>HCF <math>\Delta\epsilon/2 = 0,27</math> % R = -1</b> <b>Amorçage le long d'un joint de macles</b>	63	43°	25°	27°	24°	0,540	0,307
<b>HCF <math>\Delta\epsilon/2 = 0,20</math> % R = 0</b> <b>Amorçage le long d'un joint de macles</b>	6	37°	31°	26°	22°	0,56	0,29
<b>HCF <math>\Delta\epsilon/2 = 0,27</math> % R = 0</b> <b>Amorçage le long d'un joint de macles</b>	19	25°	23°	16°	13°	0,790	0,265

Les angles de TILT sont assez faibles et comparables pour les 3 conditions (Figure 203.b). La condition HCF à R = -1 met en jeu des angles de TWIST assez élevés avec plus de la moitié des valeurs caractérisées supérieures à 40°. Au contraire les angles de TWIST sont assez faibles pour la condition HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,27$  % à R = 0 avec presque toutes les valeurs inférieures à 40°. Ces différences se répercutent sur le facteur ms avec une grande partie de la population HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,27$  % à R = 0 associée à un ms proche de 1, c'est-à-dire la valeur maximale. Les données relatives à la condition HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,20$  % à R = 0 sont difficiles à interpréter du fait du faible nombre de valeurs.

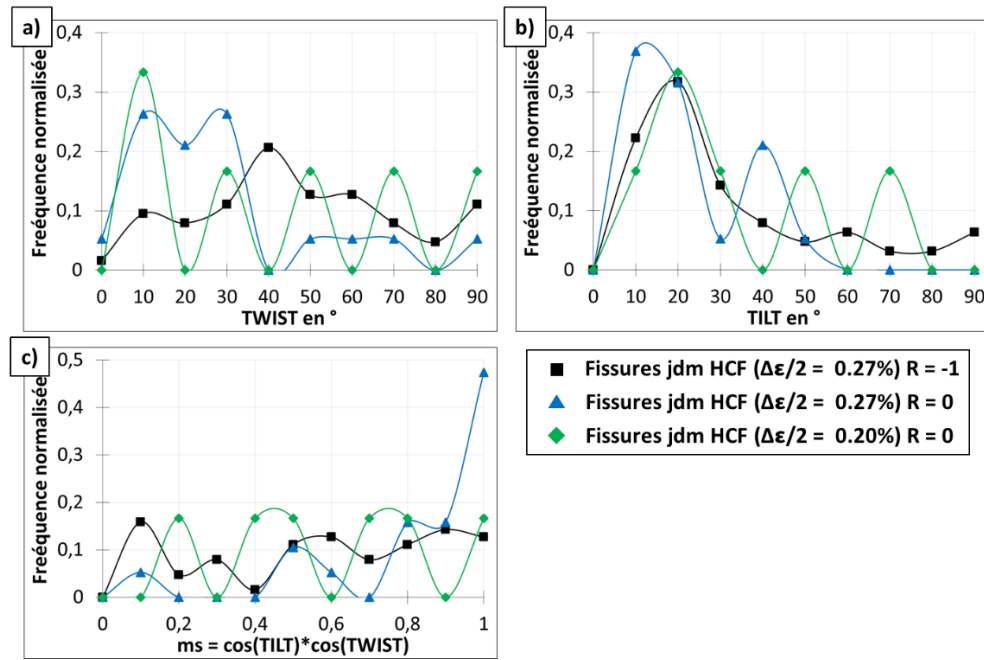


Figure 203 : Histogrammes en fréquence normalisée des angles de a) TWIST, de b) TILT et du c) facteur  $ms$ .

#### ANNEXE 14 : Exemple d'un amorçage en lien avec une marche incohérente en HCF à R = 0.

L'exemple de la Figure 204 et de la Figure 205 présente un amorçage en lien avec une marche incohérente en HCF à R = 0, donnant lieu à une fissure relativement longue à 50 % de la durée de vie.

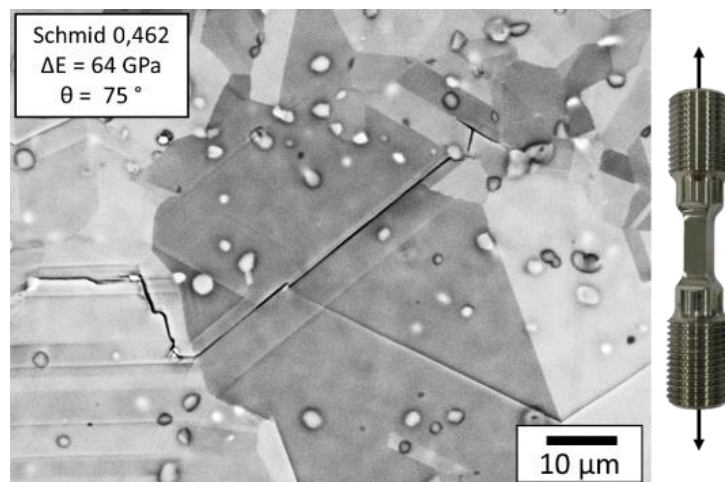
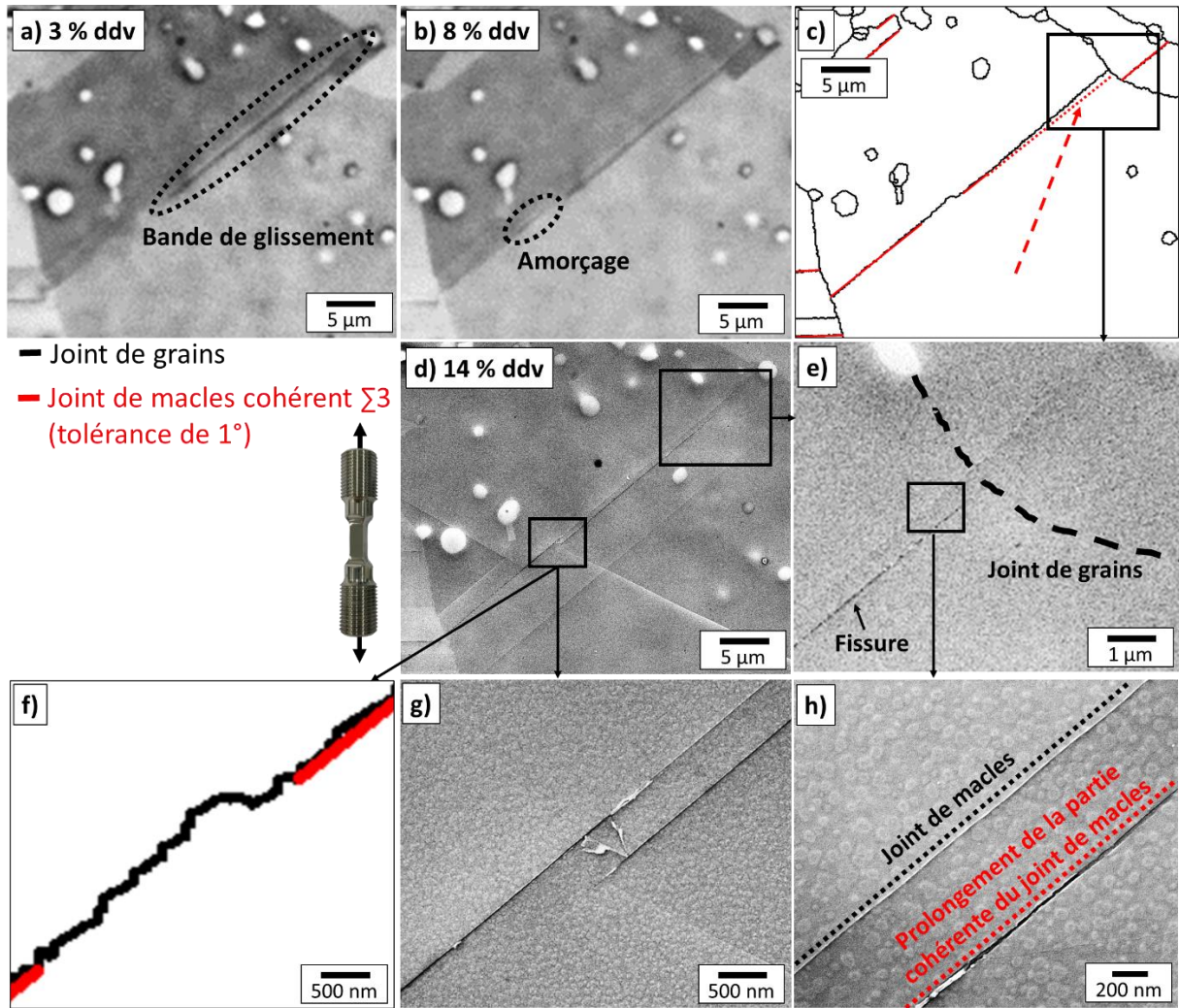


Figure 204 : Exemple 2 d'une fissure à 50% de la durée de vie en HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à R = 0.

Dans cet exemple, les premiers stades d'endommagement ont probablement eu lieu de part et d'autre d'une partie incohérente qui se présente sous forme de « petite bosse » (Figure 205.a.b.f.g) au centre du joint de macles. La Figure 205.g illustre des traces de plasticité en lien avec la difficulté de transmission de la fissure ou du glissement juste après « la bosse ». La fissure s'est ensuite propagée sur le plan octaédrique dans le prolongement de la partie cohérente et non directement sur le reste du joint de macles qui n'est pas parfaitement cohérent (Figure 205.c.e.h).



**Figure 205 :** Amorçage en lien avec une marche incohérente en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = 0$ . Cartographie MEB à a) 3% et b) 8% de la durée de vie. c) Nature des interfaces avec les parties cohérentes des joints de macles en rouge et le prolongement d'une partie cohérente du joint de macles fissuré en rouge pointillé. d) Image MEB-FEG à 14% de la durée de vie avec e) h) des zooms sur la pointe de fissure se propageant sur la partie cohérente du joint de macles. f) g) Fort grandissement sur la partie incohérente au centre du joint de macles.

### **ANNEXE 15 :** Deuxième faciès de rupture obtenu en HCF à $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$ à $R = 0$ .

Une seule facette cristallographique est présente sur la Figure 206. Elle est de grande dimension et présente des lignes avec une incidence qui semble importante par rapport à la surface libre (Figure 206.b).

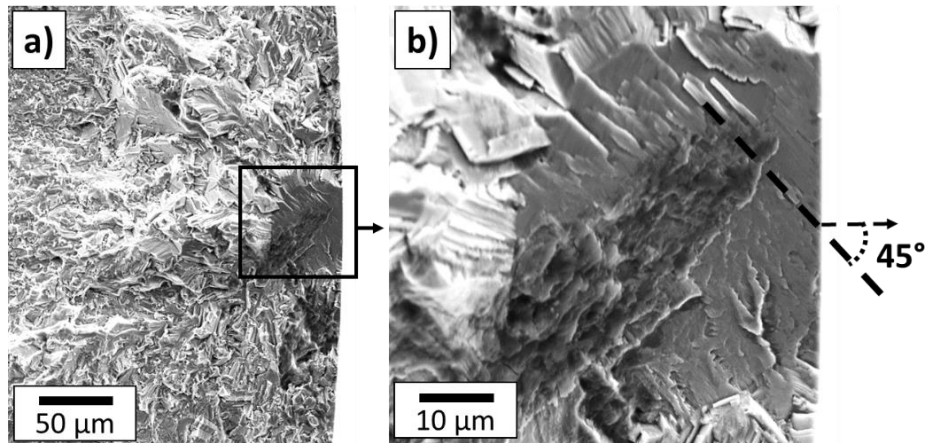


Figure 206 : Faciès de rupture en HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = 0$  avec une durée de vie de 67 000 cycles.

**ANNEXE 16 : Exemple d'un joint de macles fissuré en HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = 0$  présentant de nombreuses bandes de glissement en dehors du plan du joint de macles.**

Le joint de macles fissuré présenté sur la Figure 207 présente des bandes de glissement en dehors du plan du joint de macles sur toute la longueur. Il est probable que ces bandes donneraient lieu à des lignes sur une facette si cette fissure menait à la rupture de l'éprouvette.

**Bandes de glissement en dehors du plan du joint de macles**

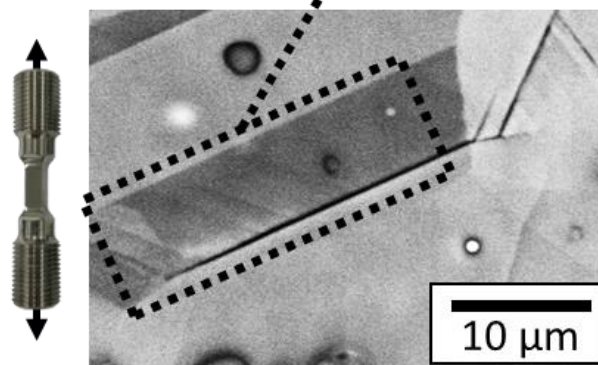
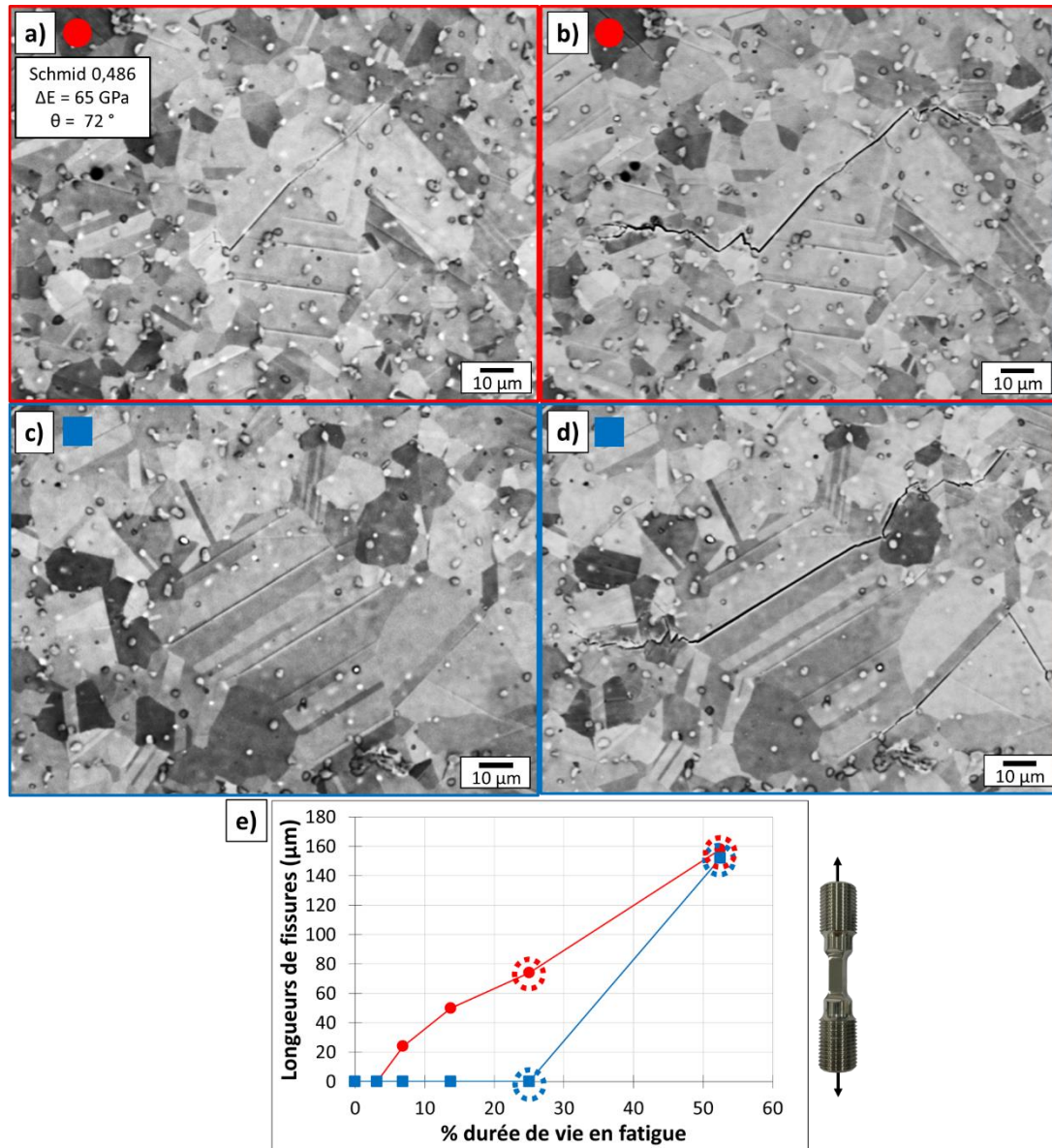


Figure 207 : Exemple d'un joint de macles fissuré avec des bandes de glissement en dehors du plan du joint de macles en HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = 0$ .

**ANNEXE 17 : Exemple de 2 fissures s'étant amorcées le long d'un joint de macles présentant des cinétiques d'amorçage et de micro-propagation différentes en HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,27\%$  à  $R = 0$ .**

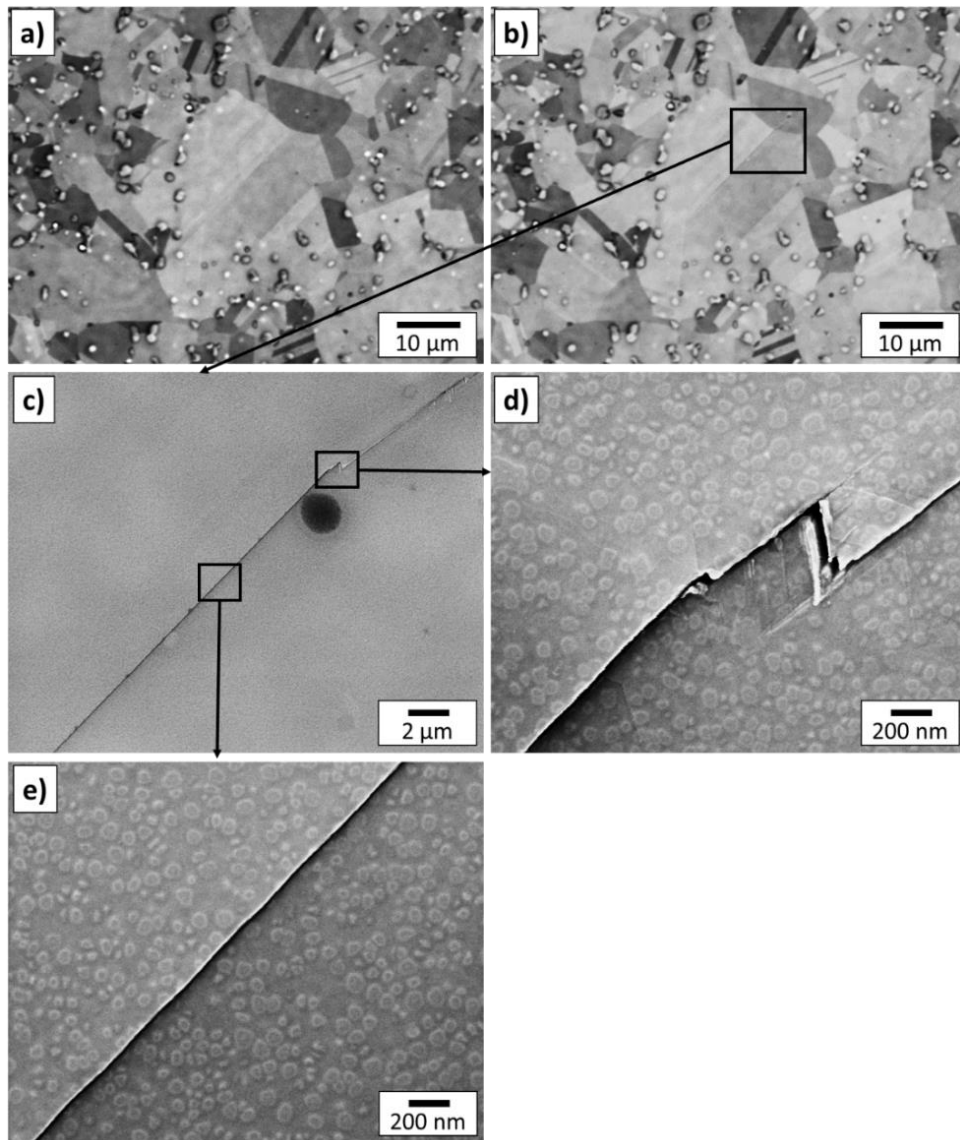
La Figure 208 présente une comparaison entre 2 fissures qui pourrait illustrer ce propos avec une fissure amorcée tardivement (après 25 % de la durée de vie) (Figure 208.c.d) qui atteint rapidement une longueur équivalente à une fissure amorcée avant 10 % de la durée de vie (Figure 208.a.b). La fissure qui se propage vite a amorcée dans une bande de glissement qui était présente depuis les premières interruptions (Figure 208.c). Malheureusement, les conditions cristallographiques locales associées ne sont pas connues.



**Figure 208 :** Exemple de 2 fissures avec des cinétiques d'amorçage et de propagation différentes en HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,27 \%$  à  $R = 0$ . a) Fissure 1 et c) fissure 2 à 25 % de la durée de vie. b) Fissure 1 et d) fissure 2 à 52 % de la durée de vie. e) Evolution des longueurs de fissures.

### **ANNEXE 18 : Présentation des 5 amorçages le long d'un joint de macles en HCF à $\Delta\epsilon/2 = 0,20 \%$ à $R = 0$ .**

Les 2 fissures de la Figure 209 et de la Figure 210 ont en commun d'avoir été repérées lorsqu'elles étaient légèrement propagées le long d'une partie du joint de macles et dans le grain voisin. De la micro-plasticité est observée dans les 2 exemples à l'extrémité du joint de macles (Figure 209.d et Figure 210.d). Dans l'exemple de la Figure 209, il est possible de supposer que la fissure a amorcé à l'intersection entre le joint de macles et le joint de grains car aucune autre ligne de glissement ou haute extrusion n'a été observée dans toute la zone d'amorçage.



**Figure 209 : Fissure 1. a) Cartographie MEB à 15 % de la durée de vie. b) Image MEB à 30 % de la durée de vie. c) d) e) Images MEB-FEG à 50 % de la durée de vie. d) Intersection joint de macles et joint de grains. e) Centre du joint de macles.**

Pour la fissure de la Figure 210, la transmission aux extrêmes abords du joint de grains se fait sur un plan avec de faibles valeurs d'angles de TILT et de TWIST mais aussi avec un petit facteur de Schmid (0,197) et se poursuit sur un plan avec une direction à fort facteur de Schmid. Les extrusions semblent liées à ce changement de plan et à la forte désorientation entre les deux plans (différence élevée des angles  $\alpha$  sur la Figure 210.d). Des extrusions ont été également observées au centre du joint de macles (Figure 210.e).

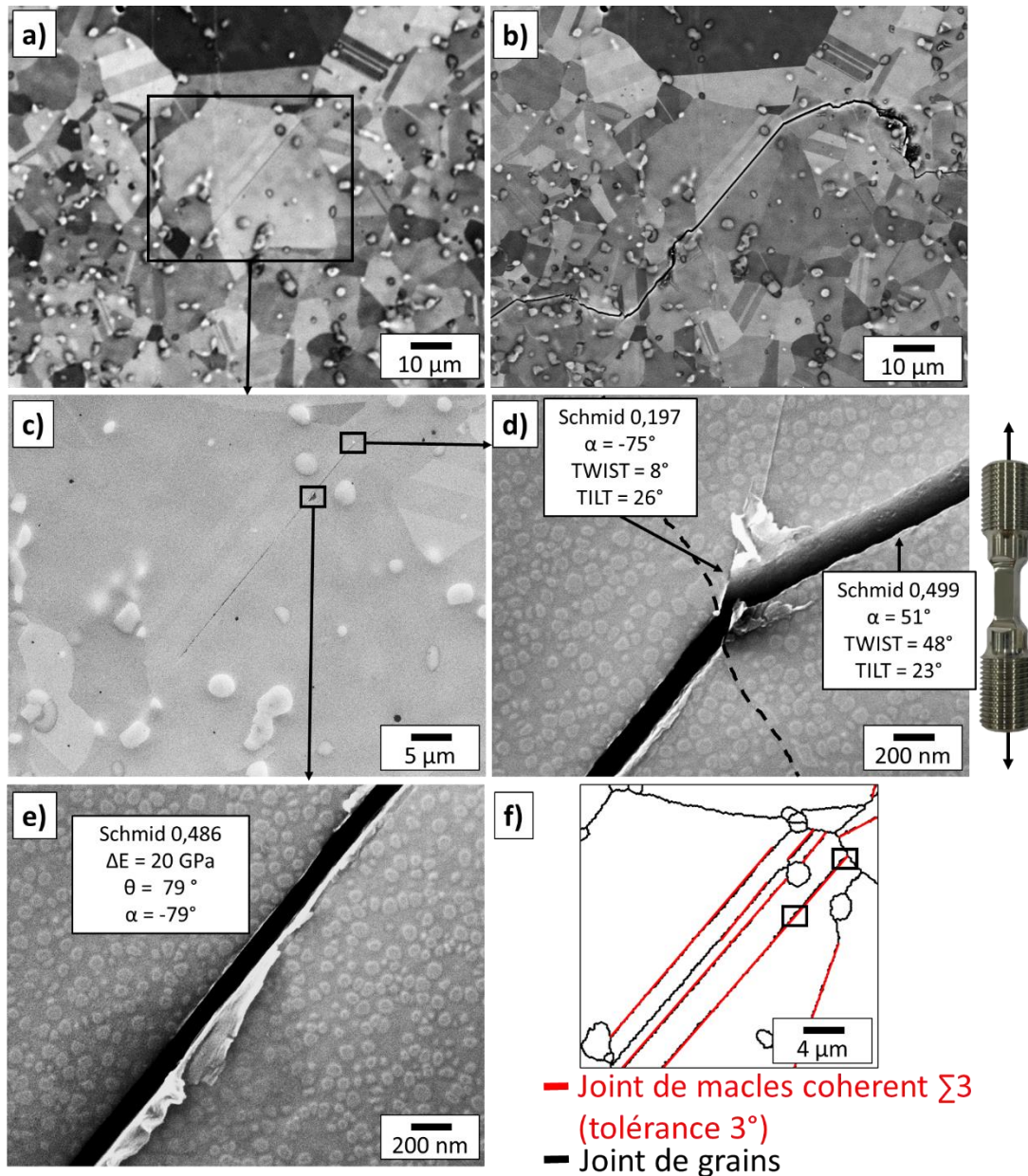
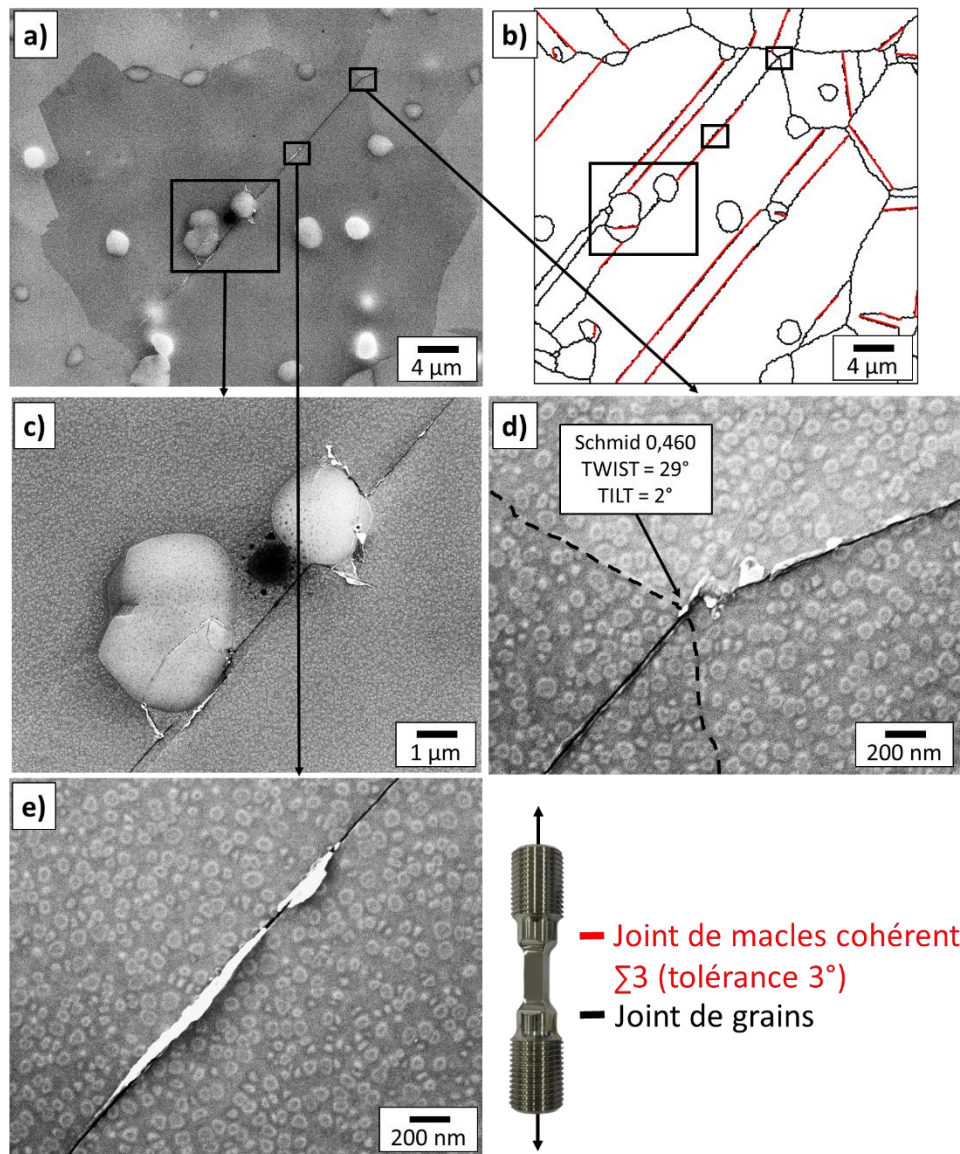


Figure 210 : Fissure 2. a) Cartographie MEB à 15 % de la durée de vie. b) Image MEB à 50 % de la durée de vie. c) Image MEB-FEG à 15 % de la durée de vie. d) e) Image MEB-FEG à 50 % de la durée de vie. d) Intersection joint de macles et joint de grains. e) Centre du joint de macles. f) Nature des interfaces.

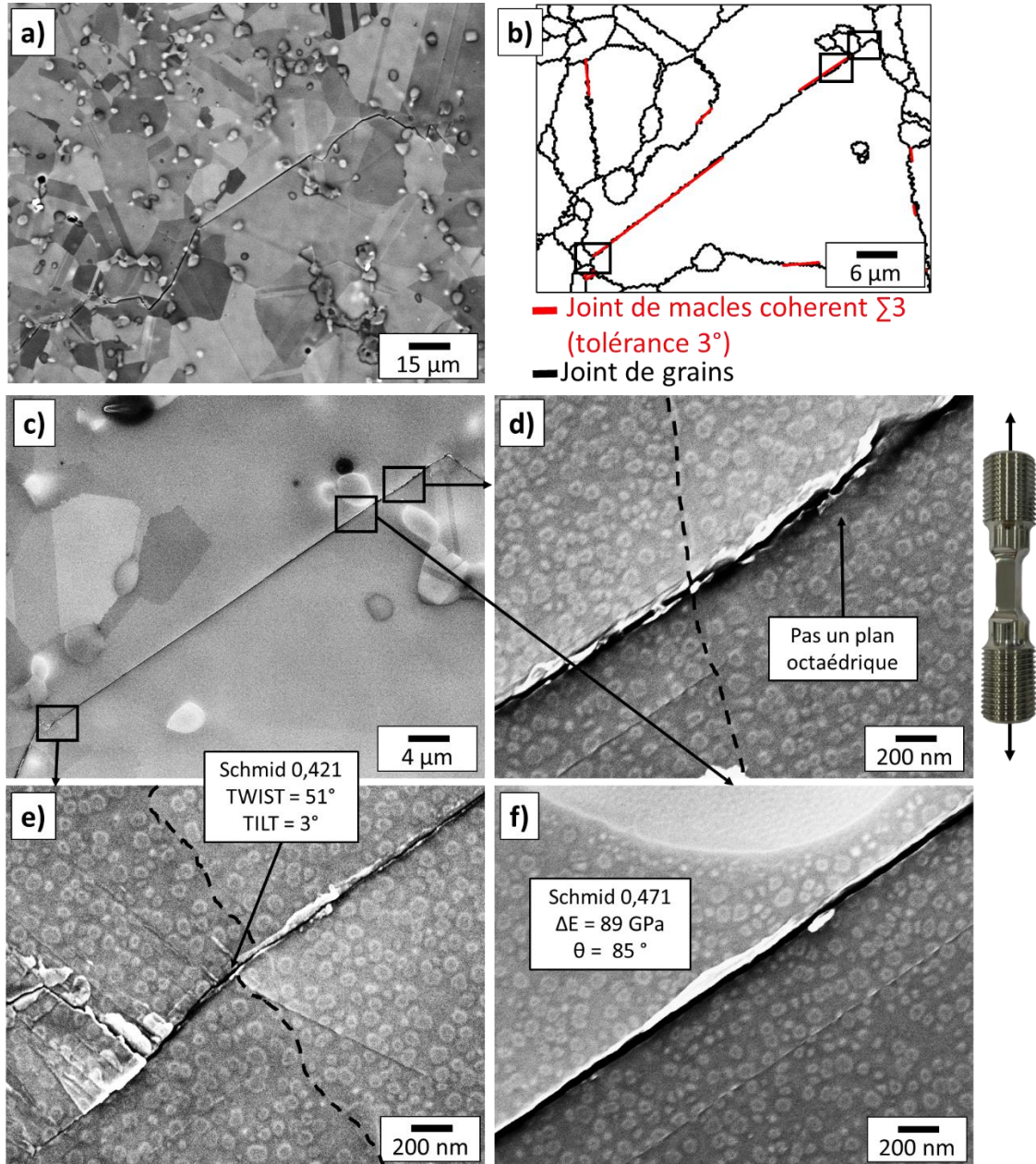
3 possibles zones d'amorçages ont été identifiées pour la fissure de la Figure 211 : les précipités  $\gamma'_1$  (Figure 211.c), une zone au centre du joint de macles avec des extrusions (Figure 211.c) et la jonction de joints (Figure 211.d). Ces 3 régions présentent des lignes de plasticité et / ou de hautes extrusions.



**Figure 211 : Fissure 3. a) c) e) Images MEB à 50 % de la durée de vie. b) Nature des interfaces. c) Précipités  $\gamma'_1$  au centre du joint de macles. d) Jonction de joints à l'extrémité du joint de macles. e) Centre du joint de macles.**

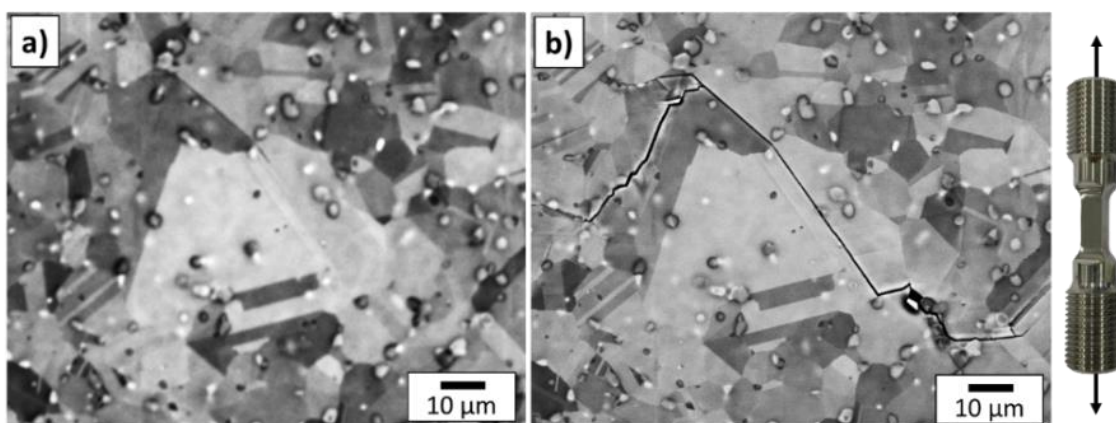


Pour la fissure de la Figure 212, les zones d'amorçage possibles sont une intersection entre le joint de macles et un joint de grains (Figure 212.e) et une zone avec des extrusions au centre du joint de macles proche d'un précipité  $\gamma'_1$  (Figure 212.f). Des lignes de plasticité importantes pouvant faire penser à un micro-volume sont présentes proche du joint de grains (Figure 212.e) avec la valeur de l'angle de TWIST caractérisée qui va dans ce sens.



**Figure 212 : Fissure 4. a) Image MEB à 50 % de la durée de vie. b) Nature des interfaces. c) d) e) f) Images MEB à 50 % de la durée de vie. d) Intersection joint de macles et joint de grains 1. e) Intersection joint de macles et joint de grains 2. f) Centre du joint de macles.**

La Figure 213 et la Figure 214 présente la dernière fissure caractérisée. Le joint de macles fissuré a la particularité de participer à une jonction de joints de macles. Cette jonction est similaire aux sites d'amorçage découvert dans cette étude (Figure 214.f) qui ont été présentés et nommé précédemment « fissures aux jonctions de joints de macles ». La qualification de cette fissure comme « une fissure le long d'un joint de macles » est ambiguë car il est impossible d'affirmer que la fissure n'a pas amorcé sur cette jonction. Cependant la fissure n'était pas centrée sur la jonction (Figure 213.a) lors de sa première détection, donc un amorçage au centre du joint de macles ou à l'autre extrémité a été supposé ; d'autant plus que ces zones présentent de hautes extrusions (Figure 214.b.c).



**Figure 213 : Fissure 5. a) Cartographie MEB à 15 % de la durée de vie. b) Image MEB à 50 % de la durée de vie.**

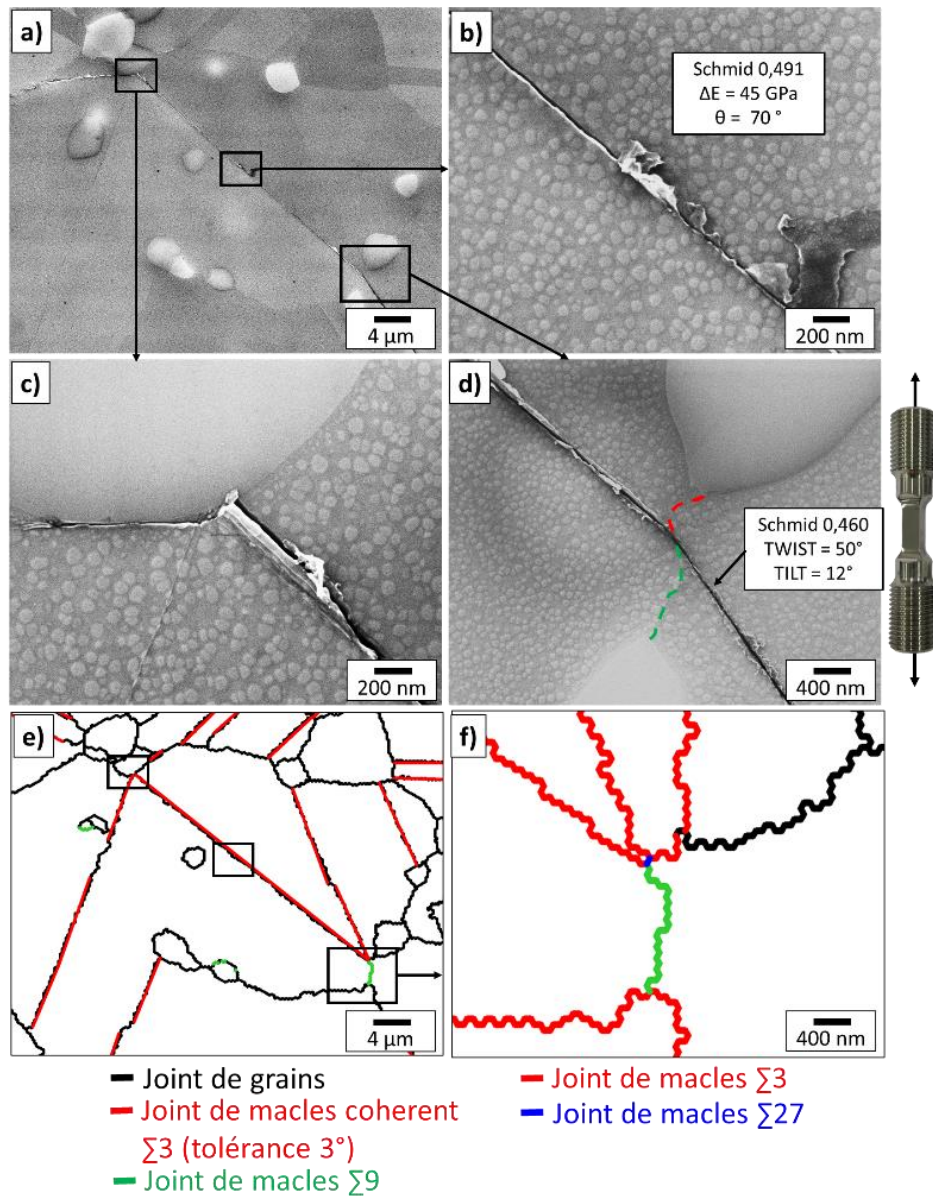


Figure 214 : Fissure 5 a) b) c) d) Images MEB à 30 % de la durée de vie. b) Centre du joint de macles. c) Intersection joint de macles et précipité  $\gamma'$ . d) Jonction de joints de macles. e) f) Nature des interfaces.

### ANNEXE 19 : Présentation de 3 facettes cristallographique relatives à une éprouvette rompue en HCF à $\Delta\epsilon/2 = 0,22\%$ à $R = 0$ .

3 facettes cristallographiques éloignées les unes des autres ont été observées sur la l'éprouvette (Figure 215). 2 facettes (Figure 215.b.c) présentent des bandes de glissement avec des orientations par rapport à la surface libre qui semblent comparables à celle caractérisées sur les essais interrompus. Cependant, des bandes de glissement semblant avoir une forte incidence sont de nouveaux présentes sur la 3<sup>ème</sup> facette (Figure 215.a). La facette de la Figure 215.b pourrait correspondre à des fissures étudiées dans le paragraphe précédent (Figure 209, Figure 210 et Figure 214) avec des bandes de glissement à faibles incidences et une zone qui peut faire penser à une rupture par transmission du glissement dans le grain voisin ou à la présence d'une jonction de joints.

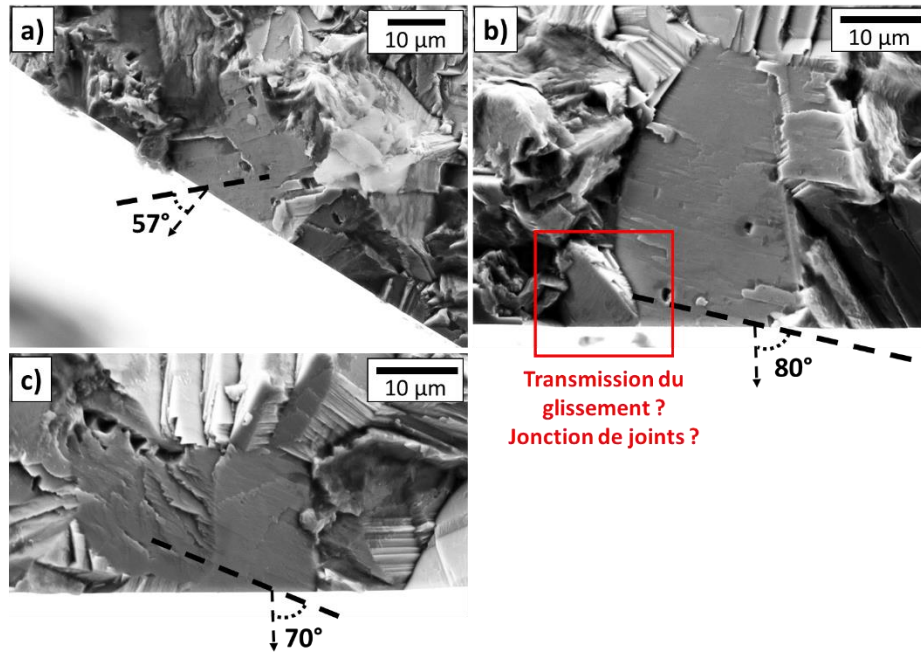


Figure 215 : Faciès de rupture en HCF  $\Delta\epsilon/2 = 0,22\%$  à  $R = 0$  avec une durée de vie de 200 000 cycles.

**ANNEXE 20 : Jonctions de joints de macles fissurées en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,25\%$  à  $R = -1$  sur la microstructure grossière.**

Les 4 jonctions de joints de macles fissurées identifiées sur la microstructure grossière sont présentées dans cette annexe.

Les jonctions de la Figure 216 et de la Figure 217 sont très similaires à celles identifiées et analysées sur la microstructure bimodale.

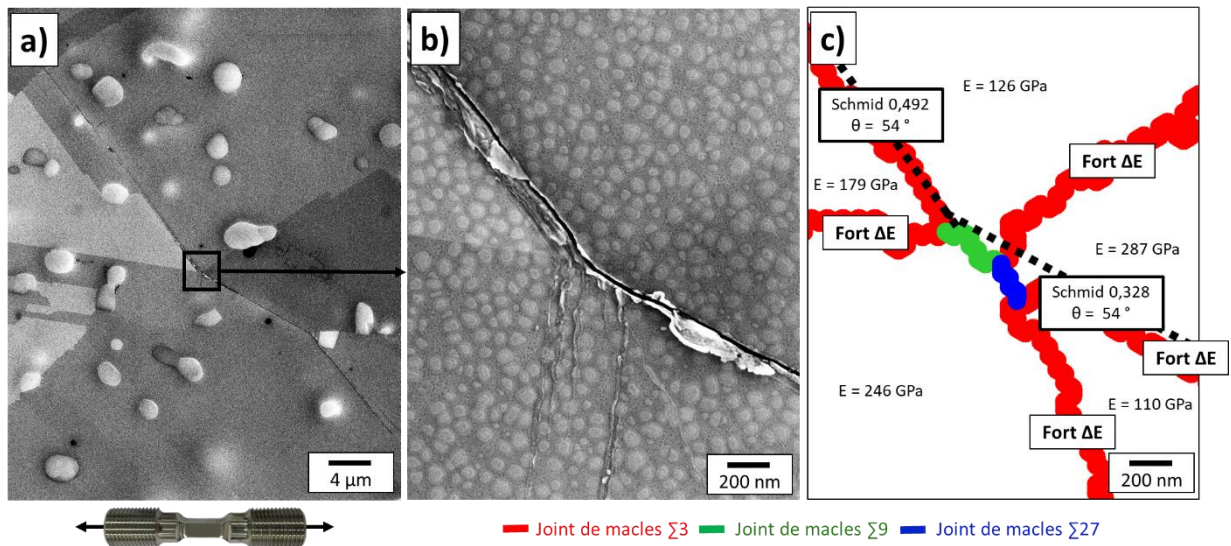
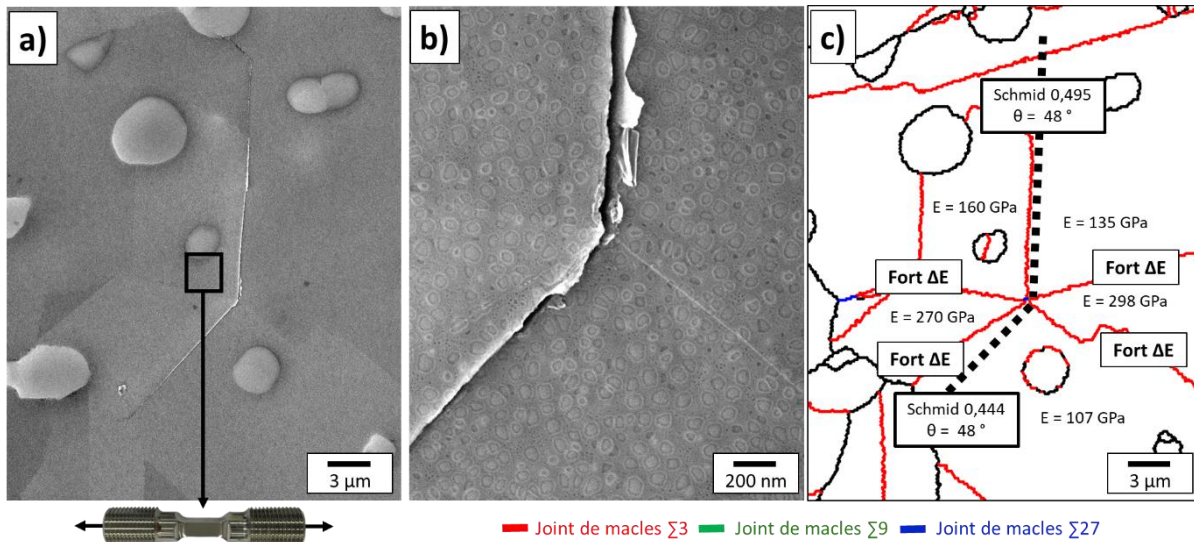
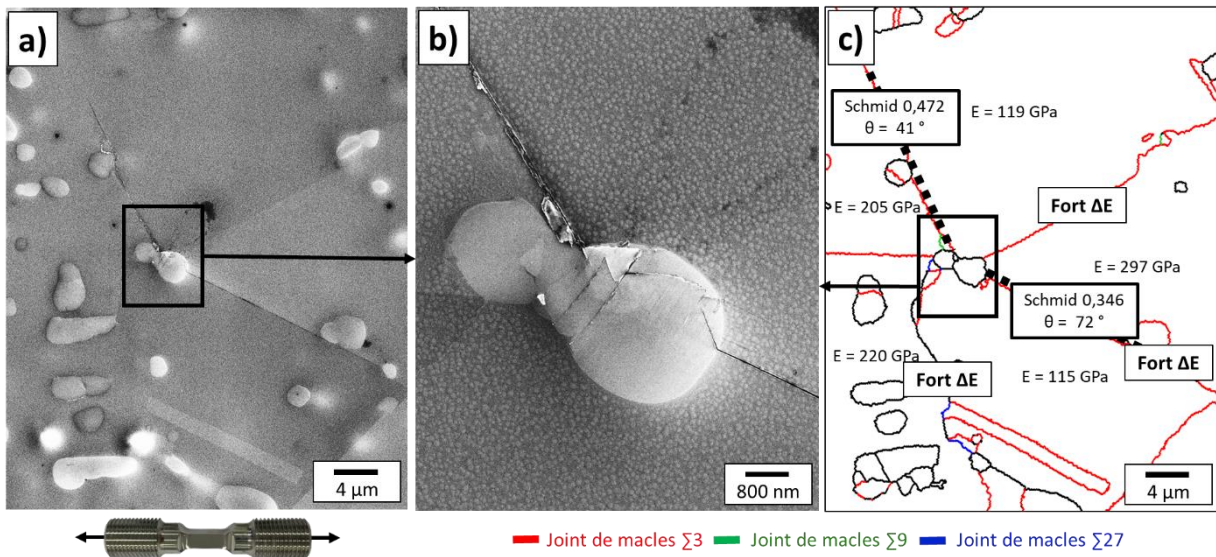


Figure 216 : Jonction de joints de macles fissurée de la microstructure grossière et les grandeurs associées en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,25\%$  à  $R = -1$ .

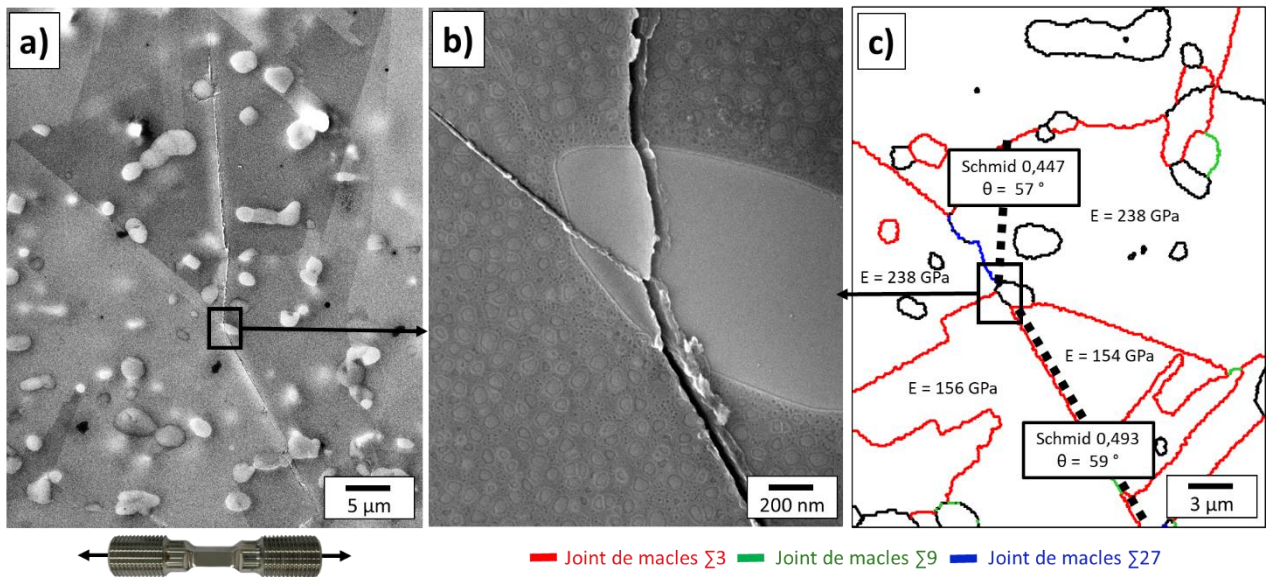


**Figure 217 : Jonction de joints de macles fissurée de la microstructure grossière et les grandeurs associées en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,25\%$  à  $R = -1$ .**

Les jonctions de la Figure 218 et de la Figure 219 présentent un précipité  $\gamma'_1$  au niveau de la jonction. Il est très probable que celui-ci impacte le processus d'endommagement.



**Figure 218 : Jonction de joints de macles fissurée de la microstructure grossière et les grandeurs associées en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,25\%$  à  $R = -1$ .**



**Figure 219 : Jonction de joints de macles fissurée de la microstructure grossière et les grandeurs associées en HCF à  $\Delta\epsilon/2 = 0,25\%$  à  $R = -1$**



## Références

1. Guedou JY, Honnorat Y. Endommagement en fatigue oligocyclique des disques de turbomachines. *Matériaux & Techniques*. 1989;77(1-2):49-55.
2. Stinville JC, Lenthe WC, Miao J, Pollock TM. A combined grain scale elastic–plastic criterion for identification of fatigue crack initiation sites in a twin containing polycrystalline nickel-base superalloy. *Acta Materialia*. 15 janv 2016;103:461-73.
3. Miao J, Pollock TM, Wayne Jones J. Crystallographic fatigue crack initiation in nickel-based superalloy René 88DT at elevated temperature. *Acta Materialia*. 1 déc 2009;57(20):5964-74.
4. Stinville JC, Martin E, Karadge M, Ismonov S, Soare M, Hanlon T, et al. Fatigue deformation in a polycrystalline nickel base superalloy at intermediate and high temperature: Competing failure modes. *Acta Materialia*. 15 juin 2018;152:16-33.
5. Brogdon ML, Rosenberger A. Evaluation of the Influence of Grain Structure on the Fatigue Variability of Waspaloy. *Superalloys 2008 (Eleventh International Symposium)*. p. 583-8.
6. Charpagne MA, Franchet JM, Bozzolo N. Overgrown grains appearing during sub-solvus heat treatment in a polycrystalline  $\gamma$ - $\gamma'$  Nickel-based superalloy. *Materials & Design*. 2018;144:353-60.
7. Reed RC. *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press; 2008. 389 p.
8. Michel HT, Reda LS, Santos GE, Cormier J, Dumont C, Villechaise P, et al. Mechanical properties of cast & wrought hybrid disks. *13th International Symposium on Superalloys, Warrendale*. 2016. p. 539-48.
9. Gabb TP, Kantzos PT, Telesman J, Gayda J, Sudbrack CK, Palsa B. Fatigue resistance of the grain size transition zone in a dual microstructure superalloy disk. *International Journal of Fatigue*. 2011;33(3):414-26.
10. Gayda J, Gabb TP, Kantzos PT. The Effect of Dual Microstructure Heat Treatment on an Advanced Nickel-Base Disk Alloy. *Superalloys 2004 (Tenth International Symposium)*; 2004. p. 323-9.
11. Mughrabi H, Wang R, Differt K, Essmann U. Fatigue crack initiation by cyclic slip irreversibilities in high-cycle fatigue. In: *Fatigue Mechanisms: Advances in Quantitative Measurement of Physical Damage: A Conference*; ASTM International: West Conshohocken, PA, USA. 1983. p. 1.
12. Sangid MD. The physics of fatigue crack initiation. *International Journal of Fatigue*. 2013 ; 57:58-72.
13. Tanaka K, Mura T. A dislocation model for fatigue crack initiation. 1981.
14. Lukáš P, Klesnil M, Krejčí J. Dislocations and Persistent Slip Bands in Copper Single Crystals Fatigued at Low Stress Amplitude. *Physica Status Solidi (b)*. janv 1968;27(2):545-58.
15. Basinski ZS, Basinski SJ. Fundamental aspects of low amplitude cyclic deformation in face-centred cubic crystals. *Progress in Materials Science*. 1 janv 1992;36:89-148.



16. Polák J, Lepistö T, Kettunen P. Surface topography and crack initiation in emerging persistent slip bands in copper single crystals. *Materials Science and Engineering*. 1985;74(1):85-91.
17. Polák J. On the role of point defects in fatigue crack initiation. *Materials Science and Engineering*. 1 août 1987;92:71-80.
18. Wang R, Mughrabi H, McGovern S, Rapp M. Fatigue of copper single crystals in vacuum and in air I: Persistent slip bands and dislocation microstructures. *Materials Science and Engineering*. 1984;65(2):219-33.
19. Hunsche A, Neumann P. Quantitative measurement of persistent slip band profiles and crack initiation. *Acta Metallurgica*. 1 févr 1986;34(2):207-17.
20. Blochwitz C, Tirschler W. Influence of texture on twin boundary cracks in fatigued austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2 janv 2003;339(1):318-27.
21. Mineur M, Villechaise P, Mendez J. Influence of the crystalline texture on the fatigue behavior of a 316L austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 15 juill 2000;286(2):257-68.
22. ALAIN R. Comportement en fatigue plastique d'un acier inoxydable austénitique type 316L entre 20°C et 600°C : étude des facteurs gouvernant la durée de vie. Poitiers; 1993.
23. Heinz A, Neumann P. Crack initiation during high cycle fatigue of an austenitic steel. *Acta Metallurgica et Materialia*. 1 oct 1990;38(10):1933-40.
24. Liu W, Bayerlein M, Mughrabi H, Day A, Quedstedt PN. Crystallographic features of intergranular crack initiation in fatigued copper polycrystals. *Acta Metallurgica et Materialia*. 1 juill 1992;40(7):1763-71.
25. Sangid MD, Maier HJ, Sehitoglu H. An energy-based microstructure model to account for fatigue scatter in polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. 1 mars 2011;59(3):595-609.
26. Larrouy B, Villechaise P, Cormier J, Berteaux O. Grain boundary–slip bands interactions: Impact on the fatigue crack initiation in a polycrystalline forged Ni-based superalloy. *Acta Materialia*. 15 oct 2015;99:325-36.
27. Durand M. Analyse des mécanismes métallurgiques survenant dans l'alliage AD730TM au cours du revenu de relaxation des contraintes. Université Paris sciences et lettres; 2021.
28. Govaere A. Impact des carbures sur la variabilité des propriétés en fatigue de superalliages pour disques. Chasseneuil-du-Poitou, Ecole nationale supérieure de mécanique et d'aérotechnique; 2020.
29. Weber V. Simulation numérique du procédé de refusion sous laitier électroconducteur. 2008.
30. Forbes Jones RM, Jackman LA. The structural evolution of superalloy ingots during hot working. *JOM*. janv 1999;51(1):27-31.
31. Thébaud L. Etude des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel AD730<sup>TM</sup>. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers; 2017.

32. Vernier S. Évolution de la microstructure du superalliage base nickel AD730 au cours des opérations de forgeage industrielles. Université Paris sciences et lettres; 2018.
33. Jackson MP, Reed RC. Heat treatment of UDIMET 720Li: the effect of microstructure on properties. *Materials Science and Engineering: A*. 15 janv 1999;259(1):85-97.
34. Mao J, Chang KM, Yang W, Furrer DU, Ray K, Vaze SP. Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy Rene88DT. *Materials Science and Engineering: A*. 1 juill 2002;332(1):318-29.
35. Groh J, Gabb T, Helmink R, Wusatowska-Sarnek A. Development of a new cast and wrought alloy (René 65) for high temperature disk applications. *Proceedings of the 8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*. 2014. p. 67.
36. Was GS. The role of coincidence-site-lattice boundaries in creep of Ni-16Cr-9Fe at 360° C. *Metallurgical and Materials Transactions*. 1997;28(10):2101-12.
37. Alexandreanu B, Sencer BH, Thaveerungsriporn V, Was GS. The effect of grain boundary character distribution on the high temperature deformation behavior of Ni-16Cr-9Fe alloys. *Acta materialia*. 2003;51(13):3831-48.
38. Detor A, Deal A, Hanlon T. Grain Boundary Engineering Alloy 706 for Improved High Temperature Performance.
39. Crawford DC, Was GS. The Role of grain boundary misorientation in intergranular cracking of Ni-16Cr-9Fe in 360 °C argon and high-Purity water. *Metall Trans A*. avr 1992;23(4):1195-206.
40. Palumbo G, King PJ, Aust KT, Erb U, Lichtenberger PC. Grain boundary design and control for intergranular stress-corrosion resistance. *Scripta Metallurgica et Materialia*. 1991;25(8):1775-80.
41. Aust KT, Erb U, Palumbo G. Interface control for resistance to intergranular cracking. *Materials Science and Engineering: A*. 1994;176(1-2):329-34.
42. Krupp U. Improving the resistance to intergranular cracking and corrosion at elevated temperatures by grain-boundary-engineering-type processing. *J Mater Sci*. juin 2008;43(11):3908-16.
43. Stein CA, Cerrone A, Ozturk T, Lee S, Kenesei P, Tucker H, et al. Fatigue crack initiation, slip localization and twin boundaries in a nickel-based superalloy. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*. 1 août 2014;18(4):244-52.
44. Boettner RC, McEvily AJ, Liu YC. On the formation of fatigue cracks at twin boundaries. *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*. 1 juill 1964;10(103):95-106.
45. Thompson A I. The influence of grain and twin boundaries in fatigue cracking. *Acta Metallurgica*. 1 sept 1972;20(9):1085-94.
46. Lenthe WC. Twin related domains in polycrystalline nickel-base superalloys: 3D structure and fatigue. University of California, Santa Barbara; 2017.
47. Lenthe WC, Stinville JC, Echlin MP, Pollock TM. Statistical assessment of fatigue-initiating microstructural features in a polycrystalline disk alloy. In: *13th International Symposium on Superalloys, SUPERALLOYS 2016*. Minerals, Metals and Materials Society; 2016. p. 569-77.

48. Bozzolo N, Bernacki M. Viewpoint on the Formation and Evolution of Annealing Twins During Thermomechanical Processing of FCC Metals and Alloys. *Metall Mater Trans A*. juin 2020;51(6):2665-84.
49. Stinville JC, Lenthe WC, Echlin MP, Callahan PG, Texier D, Pollock TM. Microstructural statistics for fatigue crack initiation in polycrystalline nickel-base superalloys. *Int J Fract*. déc 2017;208(1-2):221-40.
50. Devaux A, Georges E, Héritier P. Development of new C&W superalloys for high temperature disk applications. *Advanced Materials Research*. 2011;278:405-10.
51. Devaux A, Picqué B, Gervais MF, Georges E, Poulain T, Héritier P. AD730<sup>TM</sup> - A New Nickel-Based Superalloy for High Temperature Engine Rotative Parts. In: Huron ES, Reed RC, Hardy MC, Mills MJ, Montero RE, Portella PD, et al., éditeurs. *Superalloys 2012*. 1<sup>re</sup> éd. Wiley; 2012. p. 911-9.
52. Devaux A, Berglin L, Thebaud L, Delattre R, Crozet C, Nodin O. Mechanical properties and development of supersolvus heat treated new nickel base superalloy AD730<sup>TM</sup>. *MATEC Web of Conferences*. EDP Sciences; 2014.
53. Devaux A, Helstroffer A, Cormier J, Villechaise P, Douin J, Hantcherli M, et al. Effect of Aging Heat-Treatment on Mechanical Properties of AD730<sup>TM</sup> Superalloy. *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*. John Wiley & Sons, Inc. Hoboken, NJ, USA; 2014. p. 521-35.
54. Georges E, Héritier P, Devaux A. Properties of New C&W Superalloys for High Temperature Disk Applications. In: *7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives (2010)*. John Wiley & Sons, Inc.; 2010. p. 223-35.
55. Laurence A. Impact du sur-vieillessement métallurgique sur le comportement et la durabilité du nouveau superalliage pour disque de turbine René 65.
56. Thébaud L, Villechaise P, Crozet C, Devaux A, Béchet D, Franchet JM, et al. Is there an optimal grain size for creep resistance in Ni-based disk superalloys? *Materials Science and Engineering: A*. 2018;716:274-83.
57. Hénaff G, Morel F. *Fatigue des structures: endurance, critères de dimensionnement, propagation des fissures, rupture*. Ellipses.; 2005.
58. Suresh S. *Fatigue of Materials*. Cambridge University Press; 1998. 708 p.
59. Gopinath K, Gogia AK, Kamat SV, Balamuralikrishnan R, Ramamurty U. Low cycle fatigue behaviour of a low interstitial Ni-base superalloy. *Acta Materialia*. 1 juill 2009;57(12):3450-9.
60. Hüther W, Reppich B. Interaction of Dislocations With Coherent, Stress-Free, Ordered Particles. *International Journal of Materials Research*. 1 oct 1978;69(10):628-34.
61. Wessman AE. *Physical Metallurgy of Rene 65, a Next-Generation Cast and Wrought Nickel Superalloy for use in Aero Engine Components*. University of Cincinnati; 2016.
62. Raynor D, Silcock JM. Strengthening Mechanisms in  $\gamma'$  Precipitating Alloys. *Metal Science Journal*. 1 janv 1970;4(1):121-30.
63. Reppich B. Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in  $\gamma'$  precipitating Ni-base alloys—I. Theoretical concept. *Acta Metallurgica*. 1 janv 1982;30(1):87-94.

64. Reppich B, Schepp P, Wehner G. Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in  $\gamma'$  precipitating nickel-base alloys—II. Experiments. *Acta Metallurgica*. 1 janv 1982;30(1):95-104.
65. Nembach E, Suzuki K, Ichihara M, Takeuchi S. In situ deformation of the  $\gamma'$  hardened superalloy Nimonic PE16 in high-voltage electron microscopes. *Philosophical Magazine A*. 1 avr 1985;51(4):607-18.
66. Raujol S. Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disques d'une turbine. Toulouse, INSA; 2004.
67. Lerch BA, Jayaraman N, Antolovich SD. A study of fatigue damage mechanisms in Waspaloy from 25 to 800°C. *Materials Science and Engineering*. 15 sept 1984;66(2):151-66.
68. Harris WJ. *Metal Fatigue*. N. E. Frost, K. J. Marsh and L. P. Pook. Clarendon Press, Oxford. 1974. 499 pp. Illustrated. £14.00. *The Aeronautical Journal*. juin 1975;79(774):275-275.
69. Klesnil M, Lukác P. *Fatigue of Metallic Materials*. Elsevier; 1992. 274 p.
70. Nishijima, Kanazawa. Stepwise S-N curve and fish-eye failure in gigacycle fatigue. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*. 1999;22(7):601-7.
71. Y M. Factors influencing the mechanism of superlong fatigue failure in steels. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*. 1999;22(7):581-90.
72. Mughrabi H. On 'multi-stage' fatigue life diagrams and the relevant life-controlling mechanisms in ultrahigh-cycle fatigue. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*. 2002;25(8-9):755-64.
73. Murakami Y, Takada M, Toriyama T. Super-long life tension–compression fatigue properties of quenched and tempered 0.46% carbon steel. *International Journal of Fatigue*. 1 oct 1998;20(9):661-7.
74. Gayda J, Miner RV. Fatigue crack initiation and propagation in several nickel-base superalloys at 650°C. *International Journal of Fatigue*. 1 juill 1983;5(3):135-43.
75. Topper TH, Lam TS. Effective strain–fatigue life data for variable amplitude fatigue. *International Journal of Fatigue*. 1 juin 1997;19(93):137-43.
76. Turnbull A, De Los Rios ER. The Effect of Grain Size on the Fatigue of Commercially Pure Aluminium. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*. 1995;18(12):1455-67.
77. Stolarz J. Multicracking in low cycle fatigue—a surface phenomenon? *Materials Science and Engineering: A*. 30 août 1997;234-236:861-4.
78. Ochi Y, Ishii A, Sasaki SK. An Experimental and Statistical Investigation of Surface Fatigue Crack Initiation and Growth. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*. 1985;8(4):327-39.
79. Tan Y, Octaviani S, Gao N, Reed PAS. The behavior of anisotropic fatigue short crack initiation and propagation for a directionally solidified superalloy CM247LC at room temperature. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*. 2023;46(10):3912-26.

80. Larrouy B. Mécanismes de déformation et d'amorçage de fissures dans l'alliage Udimet™ 720Li en relation avec les paramètres microstructuraux. Chasseneuil-du-Poitou, Ecole nationale supérieure de mécanique et d ...; 2014.
81. Panella M. Prévion des propriétés mécaniques de superalliages base nickel en relation avec leur microstructure granulaire de précipitation. Chasseneuil-du-Poitou, Ecole nationale supérieure de mécanique et d ...; 2021.
82. Sauzay M. Cubic elasticity and stress distribution at the free surface of polycrystals. *Acta Materialia*. 2007;55(4):1193-202.
83. Signor L, Villechaise P, Ghidossi T, Lacoste E, Gueguen M, Courtin S. Influence of local crystallographic configuration on microcrack initiation in fatigued 316LN stainless steel: Experiments and crystal plasticity finite elements simulations. *Materials Science and Engineering: A*. 1 janv 2016;649:239-49.
84. Dang VT. Etude numérique statistique des champs locaux de contraintes en surface de polycristaux cubiques et hexagonaux en élasticité. Chasseneuil-du-Poitou, Ecole nationale supérieure de mécanique et d ...; 2016.
85. Gaubert A, Jouiad M, Cormier J, Le Bouar Y, Ghighi J. Three-dimensional imaging and phase-field simulations of the microstructure evolution during creep tests of < 011 >-oriented Ni-based superalloys. *Acta Materialia*. 2015;84:237-55.
86. Peralta P, Llanes L, Bassani J, Laird C. Deformation from twin-boundary stresses and the role of texture: Application to fatigue. *Philosophical Magazine A*. juill 1994;70(1):219-32.
87. Polák J, Mazánová V, Heczko M, Kuběna I, Man J. Profiles of persistent slip markings and internal structure of underlying persistent slip bands. *Fatigue Fract Eng Mat Struct*. juill 2017;40(7):1101-16.
88. Polák J, Man J, Obrtlík K. AFM evidence of surface relief formation and models of fatigue crack nucleation. *International Journal of Fatigue*. 1 sept 2003;25(9):1027-36.
89. Villechaise P, Sabatier L, Girard JC. On slip band features and crack initiation in fatigued 316L austenitic stainless steel: Part 1: Analysis by electron back-scattered diffraction and atomic force microscopy. *Materials Science and Engineering: A*. 2002;323(1-2):377-85.
90. Polák J. Role of persistent slip bands and persistent slip markings in fatigue crack initiation in polycrystals. *Crystals*. 2023;13(2):220.
91. Man J, Obrtlík K, Blochwitz C, Polák J. Atomic force microscopy of surface relief in individual grains of fatigued 316L austenitic stainless steel. *Acta Materialia*. 3 sept 2002;50(15):3767-80.
92. Mu P, Aubin V, Alvarez-Armas I, Armas A. Influence of the crystalline orientations on microcrack initiation in low-cycle fatigue. *Materials Science and Engineering: A*. 20 juin 2013;573:45-53.
93. Man J, Vystavěl T, Weidner A, Kuběna I, Petrevec M, Kruml T, et al. Study of cyclic strain localization and fatigue crack initiation using FIB technique. *International Journal of Fatigue*. 1 juin 2012;39:44-53.
94. Sumigawa T, Kitamura T. Nucleation of Slip Bands near Twin Boundary in High-Cycle Fatigue. *JSME International Journal Series A Solid Mechanics and Material Engineering*. 2004;47(2):98-105.

95. Li LL, Zhang P, Zhang ZJ, Zhou HF, Qu SX, Yang JB, et al. Strain localization and fatigue cracking behaviors of Cu bicrystal with an inclined twin boundary. *Acta Materialia*. 1 juill 2014;73:167-76.
96. Gopalan P, Margolin H. Elastic stresses, twin boundaries and fatigue cracking. *Materials Science and Engineering: A*. 1991;142(1):11-23.
97. Peralta P, Laird C. The role of strain compatibility in the cyclic deformation of copper bicrystals. *Acta materialia*. 1997;45(7):3029-46.
98. Gemperlova J, Jacques A, Gemperle A, Vystavel T, Zarubova N, Janecek M. In-situ transmission electron microscopy observation of slip propagation in  $\Sigma 3$  bicrystals. *Materials Science and Engineering: A*. 2002;324(1-2):183-9.
99. Jiang R, Karpasitis N, Gao N, Reed PAS. Effects of microstructures on fatigue crack initiation and short crack propagation at room temperature in an advanced disc superalloy. *Materials Science and Engineering: A*. 12 août 2015;641:148-59.
100. Pang HT, Reed PAS. Effects of microstructure on room temperature fatigue crack initiation and short crack propagation in Udimet 720Li Ni-base superalloy. *International Journal of Fatigue*. 1 oct 2008;30(10):2009-20.
101. Pang HT, Reed PAS. Fatigue crack initiation and short crack growth in nickel-base turbine disc alloys—the effects of microstructure and operating parameters. *International Journal of Fatigue*. 1 sept 2003;25(9):1089-99.
102. Marchal N. Propagation de fissure en fatigue-fluage à haute température de superalliages monocristallins à base de nickel.
103. Paris PC. THE GROWTH OF CRACKS DUE TO VARIATIONS IN LOAD. 1962.
104. Lankford J. THE GROWTH OF SMALL FATIGUE CRACKS IN 7075-T6 ALUMINUM. 1982. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*.
105. Suresh S, Ritchie RO. Propagation of short fatigue cracks. *International Metals Reviews*. 1 janv 1984;29(1):445-75.
106. Tanaka. PROPAGATION AND NON-PROPAGATION OF SHORT FATIGUE CRACKS AT A SHARP NOTCH. 1983. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*.
107. Alexandre F, Deyber S, Pineau A. Modelling the optimum grain size on the low cycle fatigue life of a Ni based superalloy in the presence of two possible crack initiation sites. *Scripta Materialia*. 1 janv 2004;50(1):25-30.
108. Texier D, Stinville JC, Echlin MP, Pierret S, Villechaise P, Pollock TM, et al. Short crack propagation from cracked non-metallic inclusions in a Ni-based polycrystalline superalloy. *Acta Materialia*. 15 févr 2019;165:241-58.
109. Goto M, Knowles D. Initiation and propagation behaviour of microcracks in Ni-base superalloy Udimet 720 Li. *Engineering Fracture Mechanics*. 1 mai 1998;60(1):1-18.
110. Albrecht J. Comparing fatigue behavior of titanium and nickel-based alloys. *Materials Science and Engineering: A*. 15 mai 1999;263(2):176-86.
111. Connolley T, Reed PAS, Starink MJ. Short crack initiation and growth at 600°C in notched specimens of Inconel718. *Materials Science and Engineering: A*. 15 janv 2003;340(1):139-54.

112. Pang HT, Reed PAS. Microstructure effects on high temperature fatigue crack initiation and short crack growth in turbine disc nickel-base superalloy Udimet 720Li. *Materials Science and Engineering: A*. 15 mars 2007;448(1):67-79.
113. M. A. Charpagne, J. C. Stinville, A. T. Polonsky, M. P. Echlin, S. P. Murray, Z. Chen, N. Bozzolo, J. Cormier, V. Valle & T. M. Pollock. Tuning Strain Localization in Polycrystalline Nickel-Based Superalloys by Thermomechanical Processing. In *Superalloys 2020: Proceedings of the 14th International Symposium on Superalloys* (pp. 471-481). Springer International Publishing.
114. Deng GJ, Tu ST, Zhang XC, Wang QQ, Qin CH. Grain size effect on the small fatigue crack initiation and growth mechanisms of nickel-based superalloy GH4169. *Engineering Fracture Mechanics*. 1 janv 2015;134:433-50.
115. SD Antolovich, E Rosa, A Pineau. Low cycle fatigue of René 77 at elevated temperatures. *Materials Science and Engineering*, 1981, vol. 47, no 1, p. 47-57.
116. Zheng J, Powell BE. Effect of stress ratio and test methods on fatigue crack growth rate for nickel based superalloy Udimet720. *International Journal of Fatigue*. 1 mai 1999;21(5):507-13.
117. Hu D, Mao J, Song J, Meng F, Shan X, Wang R. Experimental investigation of grain size effect on fatigue crack growth rate in turbine disc superalloy GH4169 under different temperatures. *Materials Science and Engineering: A*. 4 juill 2016;669:318-31.
118. Govaere A, Rouffié AL, Franchet JM, Galy D, Dumont C, Devaux A, et al. Is the Carbon Content Really an Issue for the LCF Durability of Forged  $\gamma/\gamma'$  Ni-Based Disk Alloys? In: Tin S, Hardy M, Clews J, Cormier J, Feng Q, Marcin J, et al., éditeurs. *Superalloys 2020*. Cham: Springer International Publishing; 2020. p. 591-602. (The Minerals, Metals & Materials Series).
119. Zhao Y, Jiang R, Wang RX, Li ZH, Zhang L, Zhao LG, et al. LCF life prediction of turbine disc alloy using crystal plasticity and 3D representative volume element containing twin boundaries. *International Journal of Fatigue*. 2023;108075.
120. Texier D, Gómez AC, Pierret S, Franchet JM, Pollock TM, Villechaise P, et al. Microstructural Features Controlling the Variability in Low-Cycle Fatigue Properties of Alloy Inconel 718DA at Intermediate Temperature. *Metall Mater Trans A*. 1 mars 2016;47(3):1096-109.
121. Texier D, Stinville JC, Charpagne MA, Chen Z, Valle V, Villechaise P, et al. Role of Non-metallic Inclusions and Twins on the Variability in Fatigue Life in Alloy 718 Nickel Base Superalloy. In: Tin S, Hardy M, Clews J, Cormier J, Feng Q, Marcin J, et al., éditeurs. *Superalloys 2020*. Cham: Springer International Publishing; 2020. p. 629-39. (The Minerals, Metals & Materials Series).
122. Stinville JC, Miller VM, Pollock TM. Effect of non-metallic ceramic inclusions on strain localization during low cycle fatigue of a polycrystalline superalloy. In: *Superalloys 2016: Proceedings of the 13th International Symposium of Superalloys*. John Wiley & Sons, Inc. Hoboken, NJ, USA; 2016. p. 897-905.
123. Davidson DL, Tryon RG, Oja M, Matthews R, Ravi Chandran KS. Fatigue Crack Initiation In WASPALOY at 20 °C. *Metall Mater Trans A*. sept 2007;38(13):2214-25.
124. Texier D, Cormier J, Villechaise P, Stinville JC, Torbet CJ, Pierret S, et al. Crack initiation sensitivity of wrought direct aged alloy 718 in the very high cycle fatigue regime: the

role of non-metallic inclusions. *Materials Science and Engineering: A*. 15 déc 2016;678:122-36.

125. Billot T. Comportement et endommagement en fatigue et fatigue - fluage à haute température de différents états microstructuraux du superalliage base-nickel Udimet 720. 2006;

126. Sangid MD, Maier HJ, Sehitoglu H. The role of grain boundaries on fatigue crack initiation – An energy approach. *International Journal of Plasticity*. 1 mai 2011;27(5):801-21.

127. Jiménez M, Ludwig W, Gonzalez D, Molina-Aldareguia JM. The role of slip transfer at grain boundaries in the propagation of microstructurally short fatigue cracks in Ni-based superalloys. *Scripta Materialia*. 15 mars 2019;162:261-5.

128. Jiang R, Pierron F, Octaviani S, Reed PAS. Characterisation of strain localisation processes during fatigue crack initiation and early crack propagation by SEM-DIC in an advanced disc alloy. *Materials Science and Engineering: A*. 24 juin 2017;699:128-44.

129. Stinville JC, Callahan PG, Charpagne MA, Echlin MP, Valle V, Pollock TM. Direct measurements of slip irreversibility in a nickel-based superalloy using high resolution digital image correlation. *Acta Materialia*. 2020;186:172-89.

130. Zhang X, Stinville JC, Pollock TM, Dunne FPE. Crystallography and elastic anisotropy in fatigue crack nucleation at nickel alloy twin boundaries. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. 1 oct 2021;155:104538.

131. Echlin MP, Lenthe WC, Stinville JC, Pollock TM. Acquisition of 3D Data for Prediction of Monotonic and Cyclic Properties of Superalloys. In: Ghosh S, Woodward C, Przybyla C, éditeurs. *Integrated Computational Materials Engineering (ICME): Advancing Computational and Experimental Methods*.

132. Stinville JC, Charpagne MA, Cervellon A, Hemery S, Wang F, Callahan PG, et al. On the origins of fatigue strength in crystalline metallic materials. *Science*. 2 sept 2022;377(6610):1065-71.

133. Risbet M, Feaugas X, Guillemer-Neel C, Clavel M. Use of atomic force microscopy to quantify slip irreversibility in a nickel-base superalloy. *Scripta Materialia*. 1 sept 2003;49(6):533-8.

134. Ho HS, Risbet M, Feaugas X. On the unified view of the contribution of plastic strain to cyclic crack initiation: Impact of the progressive transformation of shear bands to persistent slip bands. *Acta Materialia*. 2015;85:155-67.

135. Babinský T, Kuběna I, Šulák I, Kruml T, Tobiáš J, Polák J. Surface relief evolution and fatigue crack initiation in René 41 superalloy cycled at room temperature. *Materials Science and Engineering: A*. 2021;819:141520.

136. Genée J. Etude statistique et numérique des interactions bandes de glissement-joints de grains : application aux superalliages de nickel. Chasseneuil-du-Poitou, Ecole nationale supérieure de mécanique et d'aérotechnique; 2017.

137. Black RL, Anjaria D, Genée J, Valle V, Stinville JC. Micro-strain and cyclic slip accumulation in a polycrystalline nickel-based superalloy. *Acta Materialia*. 1 mars 2024;266:119657.

138. Di Gioacchino F, Edwards TEJ, Wells GN, Clegg WJ. A new mechanism of strain transfer in polycrystals. *Sci Rep*. 22 juin 2020;10(1):10082.



139. Zhai T, Jiang XP, Li JX, Garratt MD, Bray GH. The grain boundary geometry for optimum resistance to growth of short fatigue cracks in high strength Al-alloys. *International Journal of Fatigue*. 1 oct 2005;27(10):1202-9.
140. T.C. LEE, I.M. ROBERTSON,, H.K. BIRNBAUM. An In Situ Transmission Electron Microscope Deformation Study of the Slip Transfer Mechanisms in Metals. *Metallurgical Transactions A*. 1990;
141. Sangid MD, Ezaz T, Sehitoglu H, Robertson IM. Energy of slip transmission and nucleation at grain boundaries. *Acta Materialia*. 1 janv 2011;59(1):283-96.
142. Vaunois JR, Cormier J, Villechaise P, Devaux A, Flageolet B. Influence of both  $\gamma'$  distribution and grain size on the tensile properties of UDIMET 720Li at room temperature. *Proceedings of the 7th International Symposium on Superalloy*. 2010.
143. Li LL, Zhang ZJ, Zhang P, Wang ZG, Zhang ZF. Controllable fatigue cracking mechanisms of copper bicrystals with a coherent twin boundary. *Nat Commun*. 26 mars 2014;5(1):3536.
144. Li L, Zhang Z, Zhang P, Zhang Z. A review on the fatigue cracking of twin boundaries: Crystallographic orientation and stacking fault energy. *Progress in Materials Science*. 1 janv 2023;131:101011.
145. Shen Z, Wagoner RH, Clark WAT. Dislocation pile-up and grain boundary interactions in 304 stainless steel. *Scripta metallurgica*. 1986;20(6):921-6.
146. Sauzay M, Jourdan T. Polycrystalline microstructure, cubic elasticity, and nucleation of high-cycle fatigue cracks. *Int J Fract*. 1 oct 2006;141(3):431-46.
147. Forsyth PJE. Exudation of Material from Slip Bands at the Surface of Fatigued Crystals of an Aluminium–Copper Alloy. *Nature*. janv 1953;171(4343):172-3.
148. Bourdin F, Stinville JC, Echlin MP, Callahan PG, Lenthe WC, Torbet CJ, et al. Measurements of plastic localization by heaviside-digital image correlation. *Acta Materialia*. 15 sept 2018;157:307-25.
149. Charpagne MA, Hestroffer JM, Polonsky AT, Echlin MP, Texier D, Valle V, et al. Slip localization in Inconel 718: A three-dimensional and statistical perspective. *Acta Materialia*. 15 août 2021;215:117037.
150. Hestroffer JM, Latypov MI, Stinville JC, Charpagne MA, Valle V, Miller MP, et al. Development of grain-scale slip activity and lattice rotation fields in Inconel 718. *Acta Materialia*. 1 mars 2022;226:117627.
151. Hestroffer JM, Stinville JC, Charpagne MA, Miller MP, Pollock TM, Beyerlein IJ. Slip localization behavior at triple junctions in nickel-base superalloys. *Acta Materialia*. 1 mai 2023;249:118801.
152. Huet A, Naït-Ali A, Giroud T, Villechaise P, Hémery S. Onset of plastic deformation and strain localization in relation to  $\beta$  phase in metastable  $\beta$  and dual phase Ti alloys. *Acta Materialia*. 2022;240:118348.
153. Gao Y, Stölken JS, Kumar M, Ritchie RO. High-cycle fatigue of nickel-base superalloy René 104 (ME3): Interaction of microstructurally small cracks with grain boundaries of known character. *Acta Materialia*. 1 mai 2007;55(9):3155-67.

154. Kobayashi S, Inomata T, Kobayashi H, Tsurekawa S, Watanabe T. Effects of grain boundary- and triple junction-character on intergranular fatigue crack nucleation in polycrystalline aluminum. *J Mater Sci.* 1 juin 2008;43(11):3792-9.

155. Wang ZG, Zhang ZF, Li XW, Jia WP, Li SX. Orientation dependence of the cyclic deformation behavior and the role of grain boundaries in fatigue damage in copper crystals. *Materials Science and Engineering: A.* 1 déc 2001;319-321:63-73.



## **Résumé : Amorçage de fissures de fatigue aux joints de macles dans un superalliage à base de nickel $\gamma/\gamma'$ .**

Mots clés : Superalliage, Fatigue, Amorçage de fissures, joints de macles.

Les superalliages durcis par la phase  $\gamma'$  sont utilisés dans les moteurs des avions civils nouvelle génération pour leur stabilité microstructurale à haute température qui permet l'augmentation du rendement. En service, les disques de turbine en superalliage sont principalement sollicités en fatigue à des températures intermédiaires, typiquement 450 °C. L'amorçage des fissures de fatigue dans cette classe d'alliage est contrôlé par de nombreux paramètres tels que le niveau de chargement, la température, l'environnement et la microstructure. De la température ambiante jusqu'aux températures intermédiaires, les joints de macles se trouvant dans les gros grains ont été identifiés comme responsables de l'apparition de nombreuses fissures de fatigue. L'objectif de cette thèse est de réaliser une analyse statistique des sites d'amorçage en fatigue à température ambiante pour plusieurs conditions de chargement et des mécanismes d'endommagement associés. Le matériau utilisé est l'AD730™ car ce superalliage polycristallin est représentatif de la famille des  $\gamma / \gamma'$  et que sa microstructure et ses propriétés mécaniques sont maintenant bien documentées. Comme déjà identifié dans la littérature, la majorité des fissures s'amorcent le long des joints de macles. L'orientation du glissement plastique par rapport à la surface libre le long du joint de macles a été identifiée comme un marqueur du niveau de chargement. En effet, les directions de glissement sont parallèles à la surface libre en endurance limitée (HCF) alors qu'elles ont une incidence importante en fatigue oligocyclique (LCF). Ces résultats suggèrent que les mécanismes d'endommagement le long d'un joint de macles sont dépendants de l'amplitude de chargement. Une nouvelle configuration d'amorçage a été découverte : les fissures aux jonctions de joints de macles. Celles-ci ont été caractérisées pour plusieurs conditions d'essai et 2 microstructures différentes. Il est probable que ce type de site d'amorçage ait été confondu avec l'amorçage classique le long d'un joint de macles dans le passé. Pour finir, la taille de grains a été identifiée comme centrale dans le processus d'amorçage avec une cinétique d'apparition des fissures bien plus importante dans les gros grains.

**Abstract : Fatigue crack initiation at twin boundaries in a  $\gamma/\gamma'$  nickel-based superalloy.**

Keywords : Superalloy, Fatigue, Crack initiation, Twin boundaries.

$\gamma'$ -phase-hardened superalloys are used in new-generation civil aircraft engines for their microstructural stability at high temperatures, which enhances efficiency. In service, superalloy turbine disks are mainly subjected to fatigue loading at intermediate temperatures, typically 450°C. Fatigue crack initiation in this class of alloy is controlled by many parameters such as loading level, temperature, environment and microstructure. From room temperature to intermediate temperatures, twin boundaries in coarse grains have been identified as responsible for the initiation of numerous fatigue cracks. The aim of this study is to carry out a statistical analysis of fatigue crack initiation sites at room temperature for various loading conditions and the associated damage mechanisms. The material used is AD730™ because this polycrystalline superalloy is representative of the  $\gamma / \gamma'$  family and its microstructure and mechanical properties are now well documented. As already noted in the literature, the majority of cracks initiate along twin boundaries. The orientation of plastic slip relative to the free surface along the twin boundary has been identified as a indicator of the loading level. Indeed, the slip directions are parallel to the free surface in high-cycle fatigue (HCF), whereas they are significantly inclined with respect to the free surface in low-cycle fatigue (LCF). These results suggest that damage mechanisms along a twin boundary are dependent on loading amplitude. A new crack initiation configuration has been discovered: cracks at junctions of twin boundaries. These were characterized for different test conditions and for two different microstructures. It is likely that this type of crack initiation site has been confused with classic initiation along a twin boundary in the past. Finally, grain size was found to be central to the fatigue initiation process, with crack initiation kinetics much higher in coarser grains.