



**HAL**  
open science

# Etude des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel

**AD730™**

Louis Thébaud

► **To cite this version:**

Louis Thébaud. Etude des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel AD730™. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2017. Français. NNT : 2017ESMA0033 . tel-01735104

**HAL Id: tel-01735104**

**<https://theses.hal.science/tel-01735104>**

Submitted on 15 Mar 2018

**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.

# THÈSE

Pour l'obtention du Grade de  
**DOCTEUR DE L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DE  
MÉCANIQUE ET D'AÉROTECHNIQUE**

(Diplôme National – Arrêté du 25 mai 2016)

École Doctorale :  
Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Énergétique et Aéronautique

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

Présentée par :

**Louis THÉBAUD**

\*\*\*\*\*

**Études des relations entre microstructure et propriétés mécaniques  
du nouveau superalliage base nickel AD730™**

\*\*\*\*\*

Directeur de thèse : **Patrick VILLECHAISE**

Co-encadrant : **Jonathan CORMIER**

\*\*\*\*\*

Soutenue le 11 Juillet 2017

Devant la Commission d'Examen

JURY

**PRESIDENT :**

**A. HAZOTTE** Professeur, Université de Lorraine, LEM3, Metz

**RAPPORTEURS :**

**B. VIGUIER** Professeur, INP Toulouse-ENSIACET, CIRIMAT, Toulouse

**D. DELAGNES** Maître Assistant HDR, École des Mines d'Albi, Institut C. Ader, Carmaux

**MEMBRES DU JURY :**

**N. BOZZOLO** Professeur, Mines ParisTech, CEMEF, Sophia Antipolis

**D. LOCQ** Ingénieur de Recherche, ONERA, Chatillon

**P. VILLECHAISE** Directeur de Recherche CNRS, ISAE-ENSMA, Institut P<sup>2</sup>, Poitiers

**J. CORMIER** Maître de Conférence, ISAE-ENSMA, Institut P<sup>2</sup>, Poitiers







## Remerciements

Ces travaux de thèse se sont déroulés dans le cadre d'une collaboration entre les sociétés Aubert & Duval, Safran et le Département de Physique et de Mécanique des Matériaux de l'Institut P<sup>2</sup> (ISAE-ENSMA). À ce titre, je tiens à remercier l'ensemble de ces partenaires pour leur soutien financier ainsi que pour leur intérêt scientifique prononcé.

Je remercie chaleureusement Coraline Crozet, Alexandre Devaux et Denis Béchet (Aubert & Duval). Cette aventure a débuté lorsque vous m'avez proposé un stage à l'usine Aubert & Duval des Ancizes, où j'ai pu découvrir le monde des superalliages et de la métallurgie... Et surtout de l'AD730™ !! Je vous remercie pour votre accueil et pour m'avoir transmis votre passion de la métallurgie. Merci également pour votre regard critique et vos conseils.

Viennent ensuite Anne-Laure Rouffié et Jean-Michel Franchet (Safran SA), dont je salue l'investissement et l'intérêt constant pour ces travaux. Un remerciement particulier à Jean-Michel sans qui nous n'aurions pu obtenir nos barreaux d'AD730™ monogranulaires. Anne-Laure, merci d'avoir participé à ce jury. Je te remercie de plus pour tes nombreux conseils et ta bienveillance tout au long du projet.

Plus généralement, je tiens à remercier l'ensemble des personnes ayant participé à cette étude au travers des réunions de travail : Julien Thebault et Julien De Jaeger (Safran Aircraft Engines), Olivier Bertheaux et Antoine Organista (Safran Helicopter Engines) et Pierre Caron et Didier Locq (ONERA).

Ce projet de thèse a été intégré à la Chaire ANR Industrielle OPALÉ, dont les partenaires sont le groupe Safran, le laboratoire CEMEF (Centre de Mise en Forme des Matériaux, Mines ParisTech) et l'Institut P<sup>2</sup>. Ce contexte « multi-horizons » a été particulièrement enrichissant. Je remercie l'ensemble des membres de cette chaire.

J'adresse mes remerciements à Florence Pettinari-Sturmél, Muriel Hantcherli et Winnie Vultos (CEMES : Centre d'Élaboration de Matériaux et d'Études Structurales). Je vous remercie pour les échanges que nous avons eus sur cette étude, ainsi que pour les images MET de grande qualité que Winnie a effectuées. Winnie, je te remercie également d'avoir fait le déplacement jusqu'à Poitiers pour cette soutenance.

Je remercie ensuite sincèrement les membres de mon jury. Merci à Alain Hazotte d'avoir accepté la présidence de mon jury. Bernard Viguier et Denis Delagnes, je vous remercie de m'avoir fait l'honneur de rapporter ces travaux et ce (long) manuscrit. Votre curiosité et les interrogations qui en ont découlé lors de la soutenance ont permis une discussion très intéressante et pertinente. Nathalie Bozzolo et Didier Locq, je vous remercie d'avoir accepté de venir m'écouter une nouvelle fois présenter mes travaux. Je vous remercie également pour vos commentaires et nos discussions lors des séminaires OPALÉ et/ou réunions de travail.

Mes remerciements vont maintenant à mes encadrants de thèse côté laboratoire : Patrick Villechaise et Jonathan Cormier. Je vous remercie tous les deux pour votre engagement, votre disponibilité, votre bienveillance mais aussi pour vos compétences et votre expérience. L'excellente qualité de votre encadrement m'a permis de grandir et m'épanouir dans cette aventure. Je vous remercie

également pour toutes les discussions non scientifiques que nous avons pu avoir, et qui ont fait que cette expérience a été plus qu'une simple collaboration.

Ceci m'amène à remercier l'ensemble du personnel du laboratoire avec qui j'ai pu échanger pendant ces 3 ans et demi. Je remercie en particulier l'équipe technique qui nous forme et qui entretient les équipements, mais qui surtout contribue activement à l'excellente ambiance du laboratoire. Je remercie ainsi Denis, Mikaël, David, Anne-Laure, Médé, Damien, Florent, Maxime, Marc. Guillaume et Florence, merci à vous deux pour vos participations respectives à ces travaux. Florence, merci pour ta gentillesse et ta bonne humeur, et pour les nombreuses discussions pas toujours (rarement ?) scientifiques que nous avons eues autour des équipements.

Un grand merci à Eliane, Brigitte et Karine qui sont toujours là pour nous aider et nous faire profiter de leur bonne humeur. Eliane, merci de m'avoir initié à la course à pied, et d'être revenue à l'occasion de ma soutenance.

N'oublions pas l'atelier d'usinage, qui fournit un travail de très grande qualité et qui a toujours su répondre à mes demandes d'usinage « d'urgence » (promis ce sont les dernières éprouvettes !). Je remercie donc Laurent, Nicolas, Théo et Jacques.

J'en arrive maintenant à mes chers collègues doctorants. Je tiens pour commencer à remercier l'équipe de l'ATEM 2014 : merci à Momo, Julien S., Amélie, Camille, Élodie, Amélie M. et Gaëlle, ça a été un réel plaisir de partager cette aventure avec vous. Je remercie ensuite l'ensemble des doctorants que j'ai côtoyé pendant cette aventure, vous participez tous à cette ambiance unique qui existe au laboratoire, qui le rend si difficile à quitter. En vrac, merci à Camille G., Aline, Andrea, Rémi (que je remercie d'autant plus pour être venu avec Maud assister à ma soutenance), Aude, Nathan, Alice, Layla, Julien G., Antonio, Émeline et tous ceux que j'oublie...

Évidemment, je termine avec les membres du B001 (étendu). Merci à Ahmad, l'Annexe (Lucille), Amélie, Baptistou, Benjamin, Bibé\* (Aurélien), Bob (Nicolas), Élodie\*, François, Marina, Marion le Lion, Nathan (je n'oublie pas que tu as fait partie de ce bureau pendant deux semaines ☺), Ravi, Sélim et Thibal. Ce bureau est bien plus qu'un simple lieu de travail à mes yeux, c'est un lieu où j'ai appris à connaître des personnes que j'espère retrouver dans un futur très proche. Merci à vous pour ces parties de Claquet'ball, ces séances de drop, ces « apéros bureau », ces instants musicaux, ces trashages de bureau, ces séances Nerf...

\* Bibé et Élodie, un grand merci à vous deux pour votre contribution à ces travaux (respectivement cartographie EBSD et essais d'ATG).

Un immense remerciement va maintenant à mes frères et à mes parents, qui m'ont soutenu dans chacune des étapes de ma vie, et m'ont toujours poussé à aller plus loin.

Enfin, le plus grand des Merci va à toi Amélie. Tu as été ma plus grande source d'inspiration. Merci d'avoir été là pour partager tous ces instants de grande émotion, du plus grand doute à la plus grande joie. Ton soutien quotidien a été sans aucun doute un facteur clé de cette réussite. On est une équipe !

**- Table des Matières -**



- Table des Matières - .....	i
- Table des Acronymes – .....	vii
- Introduction Générale - .....	1
- Chapitre I - L'AD730™, un Nouveau Superalliage pour Disques de Turbines .....	9
<b>Partie I1. Généralités sur les superalliages base Nickel .....</b>	<b>11</b>
I1.1. Structure .....	11
I1.2. Éléments chimiques.....	15
I1.3. Procédés d'élaboration.....	19
I1.4. Traitements thermiques .....	25
<b>Partie I2. Relations entre microstructures et propriétés mécaniques .....</b>	<b>32</b>
I2.1. Relations entre taille de grains et propriétés mécaniques .....	32
I2.2. Relations entre précipités $\gamma'$ et mécanismes de déformation .....	35
I2.3. Conclusions .....	38
<b>Partie I3. Genèse de l'AD730™ .....</b>	<b>39</b>
I3.1. Objectifs de développement.....	39
I3.2. Conception de l'alliage .....	40
I3.3. Propriétés .....	42
I3.4. Étude de la faisabilité d'une version « duale » de l'alliage.....	48
<b>- Chapitre II - Matériau et dispositifs expérimentaux .....</b>	<b>53</b>
<b>Partie II1. Procédures expérimentales .....</b>	<b>55</b>
II1.1. Techniques de caractérisation.....	55
II1.2. Moyens d'essais mécaniques .....	63
<b>Partie II2. Matériau .....</b>	<b>69</b>
II2.1. Matière disponible pour l'étude et prélèvements .....	69
II2.2. Microstructures de l'étude .....	72
<b>- Chapitre III - Influence de différents paramètres microstructuraux sur les propriétés en fluage de l'alliage .....</b>	<b>93</b>
<b>Partie III1. Éléments bibliographiques sur les relations entre paramètres microstructuraux et propriétés en fluage .....</b>	<b>95</b>
III1.1. Définition du fluage .....	95
III1.2. Modélisation phénoménologique du fluage et mécanismes de déformation en fluage .....	96
III1.3. Influence de différents paramètres microstructuraux sur les propriétés en fluage .....	100
<b>Partie III2. Étude de l'influence de la taille de grains.....</b>	<b>107</b>
III2.1. Influence de la taille de grains sur les propriétés en fluage à 900°C.....	107
III2.2. Influence de la taille de grains sur les propriétés en fluage à 850°C.....	115

III2.3. Influence de la taille de grains sur les propriétés en fluage à 700°C.....	126
III2.4. Discussion .....	138
<b>Partie III3. Étude de l'influence de la taille de la précipitation <math>\gamma'</math> .....</b>	<b>151</b>
III3.1. Essais de traction monotone à 700°C .....	151
III3.2. Résultats de fluage .....	153
III3.3. Analyses.....	156
III3.4. Discussion .....	161
<b>Partie III4. Synthèse .....</b>	<b>165</b>
III4.1. Contributions relatives de la taille de grains et de la taille des précipités $\gamma'$ sur les propriétés en fluage.....	165
<b>- Chapitre IV - Influence des effets d'environnement sur les propriétés de l'alliage .....</b>	<b>171</b>
<b>Partie IV1. Éléments bibliographiques sur l'oxydation des superalliages...173</b>	
IV1.1. Généralités sur les cinétiques d'oxydation.....	173
IV1.2. Nature de l'oxydation de superalliages .....	173
<b>Partie IV2. Caractérisation des oxydes .....</b>	<b>177</b>
IV2.1. Cinétiques d'oxydation.....	177
IV2.2. Nature des oxydes formés dans l'AD730™ .....	178
IV2.3. Synthèse.....	183
<b>Partie IV3. Influence sur les propriétés mécaniques .....</b>	<b>185</b>
IV3.1. Influence de la vitesse de sollicitation sur les propriétés en traction.....	185
IV3.2. Influence de l'environnement sur les propriétés en fluage .....	189
IV3.3. Analyses.....	191
IV3.4. Influences relatives de l'environnement et de la taille de grains sur les propriétés à 700°C .....	198
<b>- Chapitre V - Fatigue – Temps de Maintien.....</b>	<b>203</b>
<b>Partie V1. Éléments bibliographiques .....</b>	<b>205</b>
V1.1. Fatigue pure .....	205
V1.2. Fatigue – temps de maintien des superalliages base nickel .....	206
<b>Partie V2. Influence du temps de maintien à contrainte maximale appliquée .....</b>	<b>212</b>
V2.1. Présentation des essais de fatigue pure .....	212
V2.2. Présentation des résultats de fatigue – temps de maintien.....	214
<b>Partie V3. Influence de la contrainte maximale appliquée .....</b>	<b>225</b>
V3.1. Présentation des résultats.....	225
V3.2. Analyses des boucles d'hystérésis.....	229
V3.3. Étude de ce phénomène.....	233

Partie V4. Comparaison aux autres alliages .....	243
- Conclusions Générales et Perspectives - .....	249
- Références Bibliographiques -.....	255
- Annexes - .....	271
- Annexe A - Étude des incertitudes de mesure dans l'analyse d'images par Visilog 6.9® .....	273
- Annexe B - Caractéristiques mécaniques en traction monotone des microstructures de l'étude.....	276
- Annexe C - Synthèse des résultats de fluage.....	278
- Annexe D - Systèmes de glissement .....	280
- Annexe E - Calcul des contraintes critiques de franchissement	283
- Annexe F - Présentation des spectres EDS .....	287
- Annexe G - Fatigue – temps de maintien Résultats complémentaires .....	289
Études des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel AD730™ .....	294
Relationships between microstructural parameters and mechanical properties of a new nickel based superalloy AD730™ .....	294



## - Table des Acronymes -

<b>TET</b>	Turbine Entry Temperature
<b>U720Li</b>	Udimet™ 720 Low Interstitial
$\gamma'_{\text{I}}, \gamma'_{\text{II}}$ et $\gamma'_{\text{III}}$	Précipités $\gamma'$ respectivement Primaires, Secondaires et Tertiaires
<b>APB</b>	Antiphase Boundary
<b>CFC</b>	Cubique Faces Centrées
<b>TCP</b>	Topologically Closed Packed
<b>VIM</b>	Vacuum Induction Melting
<b>ESR</b>	Electro-Slag Remelting
<b>VAR</b>	Vacuum Arc Remelting
<b>GFM</b>	Giratory Forging Machine
<b>CIC (HIP)</b>	Compaction Isostatique à Chaud (Hot Isostatic Pressing)
<b>MES</b>	Mise en Solution
<b>TTh (HT)</b>	Traitement Thermique (Heat Treatment)
<b>DMHT (GMHT)</b>	Dual Microstructure (Gradient Temperature) Heat Treatment
<b>MEB</b>	Microscope Électronique à Balayage
<b>BSE</b>	Back-Scattered Electrons
<b>FEG</b>	Field Emission Gun
<b>EDS</b>	Energy Dispersive X-Ray Spectrometry
<b>EBS</b>	Electron Back Scattered Diffraction
<b>MET</b>	Microscope Électronique en Transmission
<b>ATG</b>	Analyse Thermogravimétrique
<b>GG</b>	Gros Grains
<b>GF</b>	Grains Fins
<b>SX</b>	Single Crystals
<b>T</b>	Température
$T_f$	Température de fusion
$\Delta L$	Allongement
$A\%$	Déformation à rupture
$L_0$	Longueur Initiale
$\varepsilon, \varepsilon_{\text{vraie}}$	Déformation, Déformation vraie
$\sigma, \sigma_{\text{vraie}}$	Contrainte, Contrainte Vraie
<b>PLM</b>	Paramètre de Larson-Miller
$\dot{\varepsilon}, \dot{\varepsilon}_s$	Vitesse de déformation, Vitesse de déformation en régime stationnaire
<b>Rp0,2</b>	Limite d'élasticité à 0,2% de plasticité
<b>Rm</b>	Résistance maximale en traction
$t_R$	Temps (ou durée) à rupture
<b>DDV</b>	Durée de Vie
<b>PLC</b>	Portevin-Le Chatelier
<b>SAGBO</b>	Stress Assisted Grain Boundary Oxidation
<b>LCF</b>	Low Cycle Fatigue
<b>(V)HCF</b>	(Very) High Cycle Fatigue
$R_\sigma$	Rapport de Charge
<b>f</b>	Fréquence
$\Delta t$	Temps de maintien
<b>Nf</b>	Nombre de cycles à rupture
<b>Tcum</b>	Temps cumulé à contrainte maximale



**- Introduction Générale -**



Au début des années 1920, Paul D. Merica découvrit qu'ajouter de l'Aluminium à un alliage Ni-Cu (alliage « Monel ») augmente sensiblement sa résistance mécanique, ainsi que sa résistance à la corrosion. Ses travaux l'ont également poussé à observer les bénéfices liés à l'ajout de différents éléments mineurs, tels que le Carbone ou encore le Manganèse. Ces recherches aboutirent, le 26 Juin 1923, au dépôt du brevet à l'origine du premier « superalliage » enregistré [Merica, 1926]. En France, le métallurgiste Pierre Chevenard [Chevenard, 1930] déposa un brevet en 1929 mentionnant, sans la nommer, la phase durcissante des superalliages : la phase  $\gamma'$ . En effet, il expliquait alors qu'ajouter de l'Aluminium dans des « proportions suffisantes » dans un acier inoxydable austénitique permettait l'obtention d'un alliage biphasé, composé d'une phase dure riche en Nickel et Aluminium, remplaçant le rôle des carbures dans les ferronickels de l'époque. À la même époque (1921), l'inventeur français Maxime Guillaume met au point son principe de « Propulsion à réaction sur l'air » (Figure 1) destiné à créer un « nouvel appareil de locomotion aérienne plus souple que l'avion actuel, et plus rapide » [Guillaume, 1922].

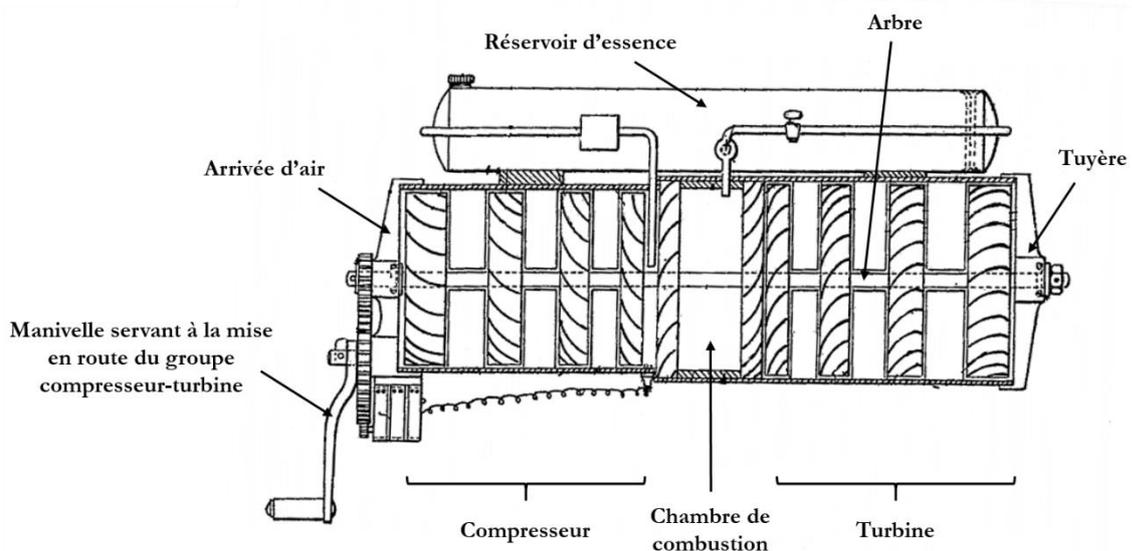


Figure 1 : Schéma du « Propulseur par réaction sur l'air » [Guillaume, 1922]

Les deux premiers prototypes de turboréacteurs fonctionnels sont apparus à la fin des années 1930, grâce aux recherches indépendantes d'un ingénieur britannique (Sir Frank Whittle [Whittle, 1931]), et d'un ingénieur allemand (Hans Von Ohain [Ohain, 1952]).

Le premier turboréacteur produit en série fut le Junkers Jumo 004, qui équipa les avions de combat Messerschmitt Me 262, Horten Ho 229 et Arado Ar 234 durant la Seconde Guerre Mondiale. Ce moteur marque également le début de l'utilisation des superalliages dans les moteurs d'avions : l'alliage « TiNidur » (Fe – 30Ni – 15Cr – 2Ti) fut en effet utilisé pour la fabrication d'aubes de turbine forgées [Sims, 1984], [Betteridge, 1987].

Le développement des superalliages est donc intimement lié au développement des turbines à gaz, qu'elles soient industrielles ou aéronautiques. Aujourd'hui encore, les superalliages sont majoritairement utilisés dans les parties chaudes des turbines à gaz, grâce à leur exceptionnelle tenue mécanique à haute température (Figure 2).

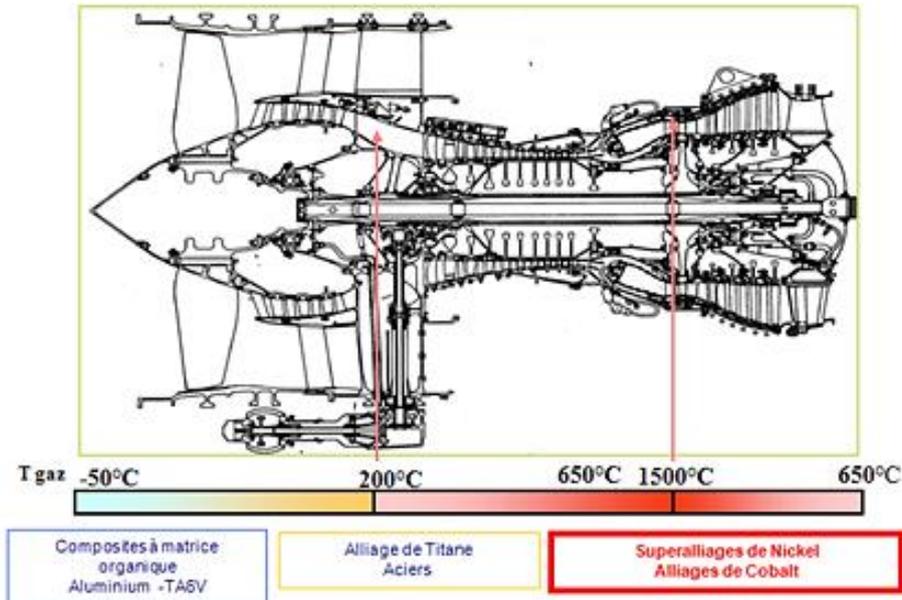
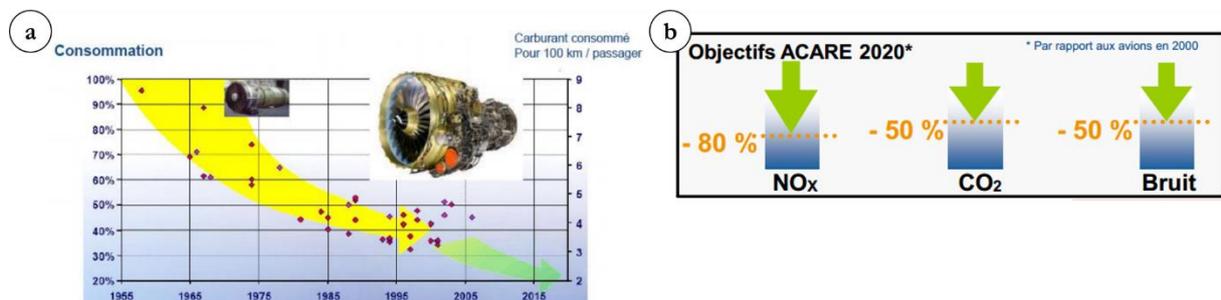


Figure 2 : Températures des gaz dans une turbine à gaz aéronautique : CFM56 – CFM International

Si l'augmentation des performances est toujours un facteur clé du développement des turbines à gaz, d'autres éléments entrent également en ligne de compte. On note en particulier la volonté croissante de diminuer l'impact de l'aviation sur l'environnement, pilotée par des programmes tels que ACARE (Advisory Council for Aviation Research and Innovation in Europe), dont le but est de définir une stratégie à long terme permettant de créer un réseau de recherche européen cohérent dans le domaine de l'aviation mêlant partenaires industriels et gouvernementaux (Figure 3).



- (a) Évolution de la consommation en carburant d'un avion  
(b) Objectifs de réduction d'émissions fixés par l'ACARE (Advisory Council for Aviation Research and Innovation in Europe)

Le rendement des turbines à gaz, que l'on peut modéliser simplement par le rendement d'un cycle théorique de Brayton (Figure 4), est maximisé par l'augmentation de la température d'entrée de turbine (TET). L'enjeu actuel majeur pour les métallurgistes est alors d'élaborer de nouveaux

matériaux capables de conserver d'excellentes propriétés mécaniques à ces températures de plus en plus élevées.

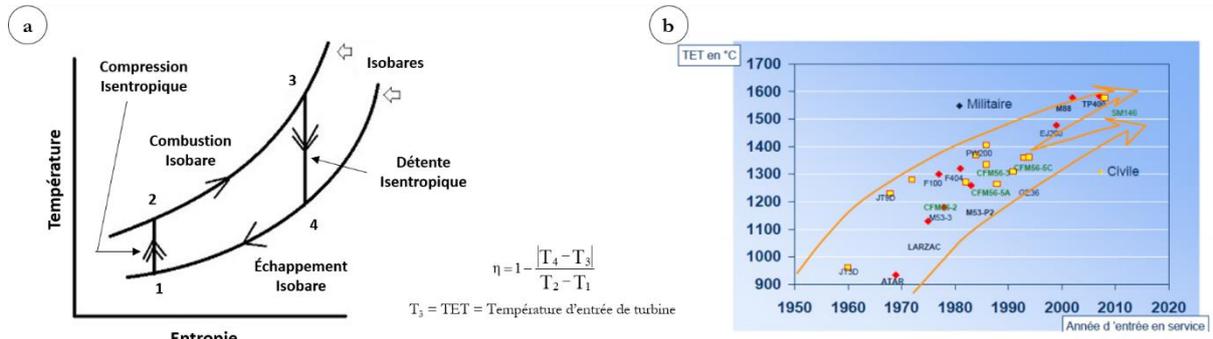


Figure 4 : (a) Cycle théorique de Brayton ; (b) Évolution de la température d'entrée de la veine gazeuse (TET : Turbine Entry Temperature) en fonction du temps

Parmi les pièces soumises à ces températures critiques, on citera les disques de turbines (Figure 5). Ces pièces sont non seulement sujettes à des températures élevées, mais aussi à des sollicitations mécaniques complexes, liées aux vibrations, à la force centrifuge ainsi qu'à l'enchaînement des cycles de vols. De plus, leur géométrie ainsi que leur localisation dans la turbine autour de l'arbre conduisent à des sollicitations différentes en fonction de la distance à l'axe de rotation : par exemple, la sollicitation dimensionnante au niveau de l'alésage est de type cyclique (associées aux sollicitations monotones pour répondre aux critères de résistance à l'éclatement) à des températures relativement basses (de 300°C à 500°C). En revanche, les sollicitations subies par la jante (couronne extérieure) sont quant à elles dépendantes du temps (fluage et fatigue – temps de maintien), à des températures plus élevées : autour de 700°C et plus.

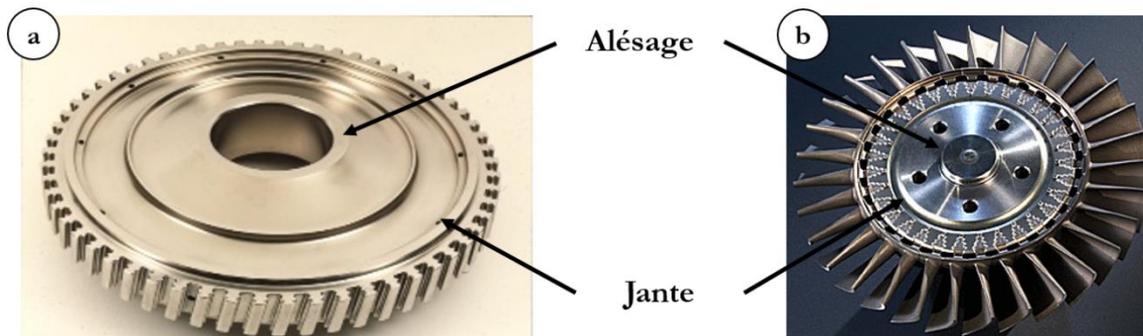


Figure 5 : (a) Disque de turbine aéronautique (Source Safran Aircraft Engines) ; (b) Disque de turbine de turbomachines d'hélicoptères (Source Safran Helicopter Engines)

L'AD730™ est un superalliage base nickel, développé ces dernières années par Aubert & Duval dans le but de répondre à ce cahier des charges [Devaux, 2010], [Devaux, 2011], [Devaux, 2012]. Il s'agit du premier superalliage élaboré par voie conventionnelle (coulé – forgé) développé en France, et destiné à des applications tournantes. Cet alliage, encore relativement peu caractérisé,

nécessite une étude détaillée de ses propriétés dans les conditions d'utilisation potentielle pour des applications tournantes.

De nombreux travaux ont cherché à caractériser l'influence de paramètres microstructuraux, tels que la taille de grains, ou la taille et la distribution des précipités  $\gamma'$ , sur les propriétés en fatigue et en fluage des superalliages. Les tendances établies restent à confirmer sur l'AD730<sup>TM</sup>. De plus, peu d'études se sont penchées sur l'analyse de l'influence de ces paramètres sur les propriétés en fluage à températures intermédiaires (700°C). L'étude de l'impact de la taille et distribution des précipités  $\gamma'$  est par ailleurs souvent rendue compliquée par le nombre de paramètres modifiés lorsque différents traitements thermiques sont appliquées (précipitation aux joints de grains, éventuellement taille de grains...). L'influence relative de la taille de précipités et de la taille de grains sur les propriétés en fluage est également un axe à étudier.

Enfin, le couplage existant entre fatigue et fluage, dans le cadre de sollicitations de type fatigue – temps de maintien, est encore peu caractérisé. En particulier, l'effet de la variation de la contrainte maximale appliquée à temps de maintien fixe est à déterminer.

C'est dans ce cadre que s'inscrit cette étude.

Il s'agira dans un premier temps de comprendre et caractériser finement le comportement de l'alliage sous ses deux formes Grains Fins (GF) et Gros Grains (GG) en fluage à haute température, étude nécessaire pour « valider » ces microstructures, proches de microstructures industrielles. Cela inclue l'analyse de l'influence des paramètres microstructuraux concernant les grains et la précipitation en fonction des conditions de température, de contrainte et d'environnement appliquées.

Dans un second temps, le comportement de l'alliage en fatigue – temps de maintien sera analysé.

Ce manuscrit de thèse se décompose en 5 chapitres, présentés ci-après.

Le premier chapitre est consacré à la présentation de l'alliage de l'étude, depuis son développement jusqu'aux premières caractérisations dont il a fait l'objet.

Le second chapitre est dédié à la présentation des moyens expérimentaux utilisés dans cette étude, ainsi qu'à la présentation des six microstructures utilisées, des traitements thermiques qui ont permis de les élaborer, ainsi que de leur caractérisation détaillée. L'objectif de ces microstructures est d'aider à découpler l'influence de la taille de grains, et de la taille et la distribution des précipités  $\gamma'$ . Cet objectif a été rendu possible notamment par l'utilisation originale de monograins d'AD730<sup>TM</sup>, qui permettent de s'affranchir de la présence de joints de grains et d'analyser uniquement les effets de taille de précipitation.

Dans le chapitre III, l'influence de la taille de grains sur les propriétés en fluage de l'alliage est présentée pour une gamme de température allant de 700°C à 900°C. Ensuite, l'analyse de l'influence

de la taille et de la distribution des précipités  $\gamma'$  est proposée, à l'aide de microstructures monogranulaires trempées à différentes vitesses de refroidissement.

L'impact de l'environnement sur les propriétés de l'AD730™ fait l'objet du chapitre IV. Pour cela, une caractérisation fine de l'oxydation (cinétique et nature) est effectuée. Une comparaison d'essais mécaniques réalisés sous air et sous vide est proposée pour déterminer comment l'environnement affecte les propriétés mécaniques de l'alliage.

Enfin, les propriétés en fatigue – temps de maintien de l'AD730™ sont présentées dans le dernier chapitre. Une première partie est consacrée à l'étude de l'influence du temps de maintien à contrainte maximale. Le deuxième volet est dédié aux effets de la contrainte maximale appliquée. Un comportement singulier a été identifié et est analysé en détails. Ce chapitre conclut par une synthèse et une comparaison de quelques résultats de fatigue – temps de maintien établis sur plusieurs superalliages base nickel.

*Ces travaux se sont déroulés à l'Institut Pprime, en collaboration avec Aubert & Duval, ainsi qu'avec le groupe Safran. Cette étude a également été intégrée à la chaire Industrielle ANR Opale, (qui porte sur l'optimisation des propriétés de superalliages à base nickel polycristallins, par le contrôle de la microstructure issue de la mise en forme), financée par l'ANR et le groupe Safran, en partenariat avec le CEMEF (Centre de Mise en Forme des Matériaux, Sophia Antipolis) et l'Institut Pprime.*



# - Chapitre I -

## L'AD730™, un Nouveau Superalliage pour Disques de Turbines

Depuis leur découverte, les recherches et développements réalisés sur les superalliages sont étroitement liés au développement des turbines à gaz, notamment dans le domaine aéronautique.

Leurs exceptionnelles propriétés mécaniques (limite d'élasticité, résistance au fluage, ténacité, tenue en fatigue) à très haute température (jusqu'à 80% de leur température de fusion) ainsi que leur très bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion en font des candidats de choix pour rentrer dans la composition des pièces les plus critiques de ces turbines **[Betteridge, 1987], [Reed, 2006]**.

Aujourd'hui, le développement des turbines à gaz, qu'elles soient aéronautiques ou destinées à la production d'énergie, est conditionné par les capacités des superalliages à être employés à des températures toujours plus élevées, leur rendement étant intimement lié aux températures d'entrée de turbines (TET). L'AD730™ fait partie des superalliages base Nickel polycristallins de nouvelle génération développés dans cet objectif.

Ce chapitre a pour but de présenter quelques généralités sur les superalliages et les relations entre microstructure et propriétés mécaniques pour finir sur la manière dont a été conçu et développé l'AD730™.

<b>- Chapitre I - L'AD730™, un Nouveau Superaliage pour Disques de Turbines .....</b>	<b>9</b>
<b>Partie I1. Généralités sur les superalliages base Nickel .....</b>	<b>11</b>
I1.1. Structure .....	11
I1.1.1. Matrice $\gamma$ et phase $\gamma'$ .....	11
I1.1.2. Carbures et borures .....	13
I1.1.3. Phases Topologiquement Compactes .....	13
I1.2. Éléments chimiques.....	15
I1.2.1. Le Nickel.....	15
I1.2.2. Rôle des différents éléments d'alliages .....	16
I1.3. Procédés d'élaboration.....	19
I1.3.1. Superaliages forgés .....	19
I1.3.2. Les superalliages « coulés » .....	24
I1.4. Traitements thermiques .....	25
I1.4.1. Traitement thermique de mise en solution (MES) .....	26
I1.4.2. Traitement thermique de vieillissement.....	30
I1.4.3. Sur-vieillissement métallurgique (ou vieillissement en cours d'usage) .....	31
<b>Partie I2. Relations entre microstructures et propriétés mécaniques .....</b>	<b>32</b>
I2.1. Relations entre taille de grains et propriétés mécaniques .....	32
I2.1.1. Traction / Fatigue pure .....	32
I2.1.2. Fluage / Fissuration .....	33
I2.1.3. Synthèse .....	34
I2.2. Relations entre précipités $\gamma'$ et mécanismes de déformation.....	35
I2.2.1. Mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations dans le cas de superalliages durcis par précipitation .....	35
I2.2.2. Synthèse .....	37
I2.3. Conclusions .....	38
<b>Partie I3. Genèse de l'AD730™ .....</b>	<b>39</b>
I3.1. Objectifs de développement.....	39
I3.2. Conception de l'alliage .....	40
I3.3. Propriétés .....	42
I3.3.1. Coût de l'alliage .....	42
I3.3.2. Stabilité microstructurale.....	44
I3.3.3. Propriétés mécaniques .....	45
I3.4. Étude de la faisabilité d'une version « duale » de l'alliage.....	48
I3.4.1. Microstructures « duales ».....	48
I3.4.2. Microstructure duale sur de l'AD730™ .....	50

## Partie I1. Généralités sur les superalliages base Nickel

Cette première partie a pour objectif de présenter en détail ces alliages particuliers, et d'introduire les notions nécessaires à la compréhension de la façon dont différents paramètres microstructuraux, associés aux procédés d'élaboration des superalliages, vont influencer sur les propriétés d'usage de ceux-ci.

### I1.1. Structure

#### I1.1.1. Matrice $\gamma$ et phase $\gamma'$

Il existe trois classes de superalliages base Nickel : les alliages durcis par précipitation  $\gamma/\gamma'$  et  $\gamma/\gamma''$ , et les superalliages austénitiques durcis par solution solide, utilisés notamment dans le domaine du nucléaire.

Les alliages durcis par solution solide (tels que le Haynes 230, l'Hastelloy X, l'Inconel 600...) démontrent une excellente fabricabilité, associée à de bonnes propriétés mécaniques et résistance à l'oxydation en température. Cependant, l'absence de durcissement par précipitation leur confère des propriétés mécaniques inférieures à celles des alliages  $\gamma/\gamma'$  et  $\gamma/\gamma''$  [Klarstrom, 1984].

Le plus connu des superalliages  $\gamma/\gamma''$  est l'Inconel 718. C'est de loin le superalliage le plus utilisé dans le monde, notamment grâce à son coût modéré et à ses très bonnes propriétés mécaniques. Il a de plus l'avantage d'être un alliage relativement simple à mettre en forme, et recyclable. La transformation de la phase  $\gamma''$  en phase  $\delta$  à partir de 650°C [Brooks, 1988], [Devaux, 2008] limite cependant la capacité de cet alliage à être utilisé pour des applications plus chaudes (disques de turbines de nouvelles générations par exemple).

L'alliage étudié ici faisant partie de la catégorie des alliages  $\gamma/\gamma'$ , nous ne nous attarderons pas dans ce manuscrit à la présentation détaillée de la phase  $\gamma''$ .

Les superalliages  $\gamma/\gamma'$ , qui sont donc au cœur de cette étude, sont composés principalement de deux phases :

- La matrice  $\gamma$  est une solution solide de structure cubique à faces centrées désordonnée. Elle est composée de nombreux éléments d'addition, qui participent à son durcissement.
- La phase  $\gamma'$ , de type  $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ , est un composé intermétallique cohérent avec la matrice  $\gamma$ , et possède une structure ordonnée de type  $\text{L1}_2$ . Sa maille élémentaire est représentée dans la Figure I-1.

Une illustration des principaux types de précipités  $\gamma'$  (primaires, secondaires et tertiaires) est présentée en Figure I-5.a.-b.

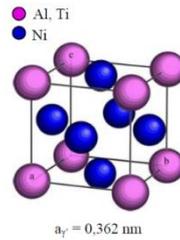


Figure I-1 : Structure cristallographique de la phase  $\gamma'$

La phase  $\gamma'$  joue un rôle durcissant par effet de blocage du mouvement des dislocations. Sa limite d'élasticité est en effet beaucoup plus élevée que celle de la matrice  $\gamma$ , comme l'ont montré les travaux de Beardmore et al. [Beardmore, 1969] sur une série d'alliages Ni-Cr-Al possédant différentes fractions volumiques de  $\gamma'$  (Figure I-2).

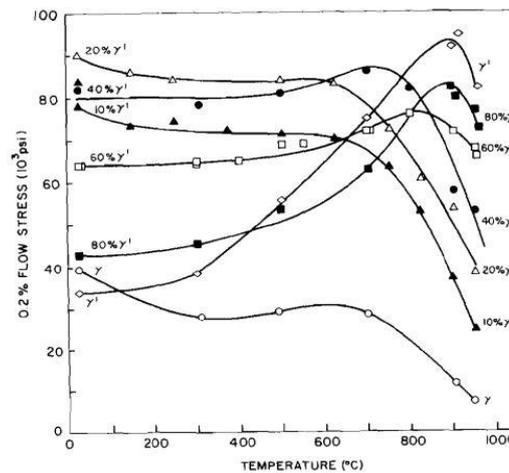


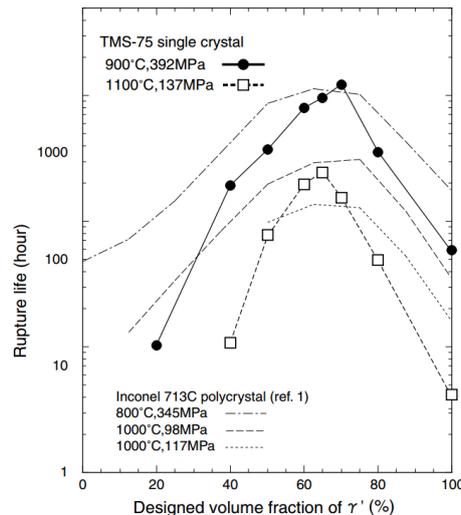
Figure I-2 : Limite d'élasticité du système Ni-Cr-Al en fonction de la température pour différentes fractions volumiques de  $\gamma'$  [Beardmore, 1969]

Le caractère durcissant de cette phase provient également de la cohérence de la phase  $\gamma'$  avec la matrice  $\gamma$ , du fait du faible écart de paramètre de maille (également appelé misfit, ou désaccord paramétrique de maille  $\delta$  (Équation I-1)) existant entre ces deux phases. Ce misfit est à l'origine de contraintes internes qui favorisent également le durcissement de l'alliage.

$$\delta = \frac{2(a_{\gamma'} - a_{\gamma})}{(a_{\gamma'} + a_{\gamma})} \quad \text{Équation I-1}$$

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

La maîtrise de la fraction volumique de phase  $\gamma'$  est donc capitale pour obtenir les propriétés souhaitées. S'il est clair que celle-ci a une influence sur les propriétés en statique de l'alliage (Figure I-2), la fraction volumique de phase  $\gamma'$  joue également un rôle important sur les propriétés en fluage des superalliages [Murakumo, 2004], [Bensch, 2012] :



**Figure I-3 : Temps à rupture en fluage en fonction de la fraction volumique de phase  $\gamma'$ , pour différents alliages (polycristallins et monogranulaires) et différentes températures d'essai [Murakumo, 2004]**

La fraction volumique de phase  $\gamma'$  n'est pas le seul paramètre à avoir une influence sur les propriétés mécaniques. La taille des précipités  $\gamma'$  est également très importante, car elle va conditionner le mode de franchissement de ces précipités par les dislocations, déterminant ainsi les propriétés mécaniques (I2.2.1).

### I1.1.2. Carbures et borures

Il existe deux types de carbures. Les carbures (et nitrures) primaires de type MC, très stables, se forment lors de la solidification de la coulée par réaction entre les éléments Carbone (et Azote) et principalement Titane.

Les carbures secondaires, de type  $M_{23}C_6$  et  $M_6C$ , se forment durant les phases de vieillissement, principalement dans les joints de grains, à partir des traces de Carbone y étant ségrégué. De la même façon, des borures se forment aux joints de grains, par réaction entre le Bore et des éléments comme le Chrome ou le Molybdène (Figure I-5.c.-d.)

L'influence de ce type de précipités sur les propriétés est précisée ci-après (I1.2.2, Tableau I-2).

### I1.1.3. Phases Topologiquement Compactes

Les phases topologiquement compactes (Figure I-5.e.) (ou phases TCP : Topologically Closed Packed phases) précipitent usuellement lors de sur-vieillissements d'un alliage (ou de vieillissements en service). Elles possèdent des structures cristallographiques relativement complexes. Par exemple, la phase  $\sigma$  est tétragonale, tandis que les phases R ou  $\mu$  sont de structure cristalline rhomboédrique [Rae, 2001], [Laurence, 2016] (Tableau I-1).

Ces phases TCP sont généralement composées des éléments suivants : Ni, Cr, Mo, Co, W et Re [Rae, 2001].

Ces éléments faisant partie de ceux qui participent le plus à l'amélioration des propriétés d'un alliage en fluage (voir I1.2.2), la formation de ces phases va appauvrir la matrice en ces éléments, ce qui pourra avoir une influence néfaste sur la durabilité de l'alliage [Simonetti, 1998], [Reed, 2006].

**Tableau I-1 : Éléments cristallographiques de plusieurs phases TCP [Rae, 2001]**

TCP phase	System	Space group	Space group No.	Atoms per unit cell	Lattice parameter (nm)	$\alpha$ (°)
$\sigma$	Tetragonal	$P4_2/mnm$	136	30	$a=0.912$ $b=$ $c=0.472$	90
P	Orthorhombic	Pa	62	56	$a=1.690$ $b=0.471$ $c=0.904$	90
$\mu$	Rhombohedral	R-3m	166	13	$a=0.473$ $b=$ $c=2.554$	120
R	Rhombohedral	R-3	148	53 (hex. 159)	$a=1.093$ $b=$ $c=1.934$	120

L'influence nuisible de la précipitation de phases TCP sur la durabilité de l'alliage provient également de la diminution de sa ductilité en agissant comme concentrateur de contraintes au sein du matériau, entraînant l'apparition précoce de micro fissures lors de sollicitations de type fluage [Simonetti, 1998], [Sugui, 2010]. Les phases TCP sont de plus intrinsèquement très fragiles. La différence de dureté entre ces phases et la matrice dans laquelle elles précipitent favorise la rupture à l'interface « TCP / Matrice  $\gamma$  ». L'effet délétère de ces phases s'observe également en fatigue, où les pores créés par leur présence entraînent la formation de fissures [Rae, 2001].

Plus récemment, les travaux de Laurence et al. [Laurence, 2016] ont montré que la présence de phases TCP dans un superalliage polycristallin proche de l'AD730™, le René 65™, peut avoir une influence importante à la fois sur la durabilité, mais aussi sur le comportement viscoplastique de l'alliage. Cet auteur a notamment mis en évidence une augmentation des vitesses de déformation pour des sollicitations de type fluage et fatigue-temps de maintien appliquées à des échantillons vieillis au sein desquels des phases TCP étaient apparues (Figure I-4).

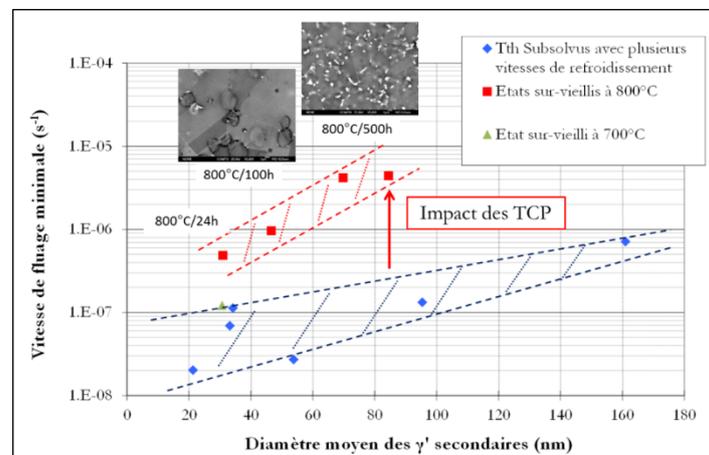


Figure I-4 : Influence de phases TCP sur les vitesses de déformation en fluage pur à 700°C / 800 MPa [Laurence, 2016]

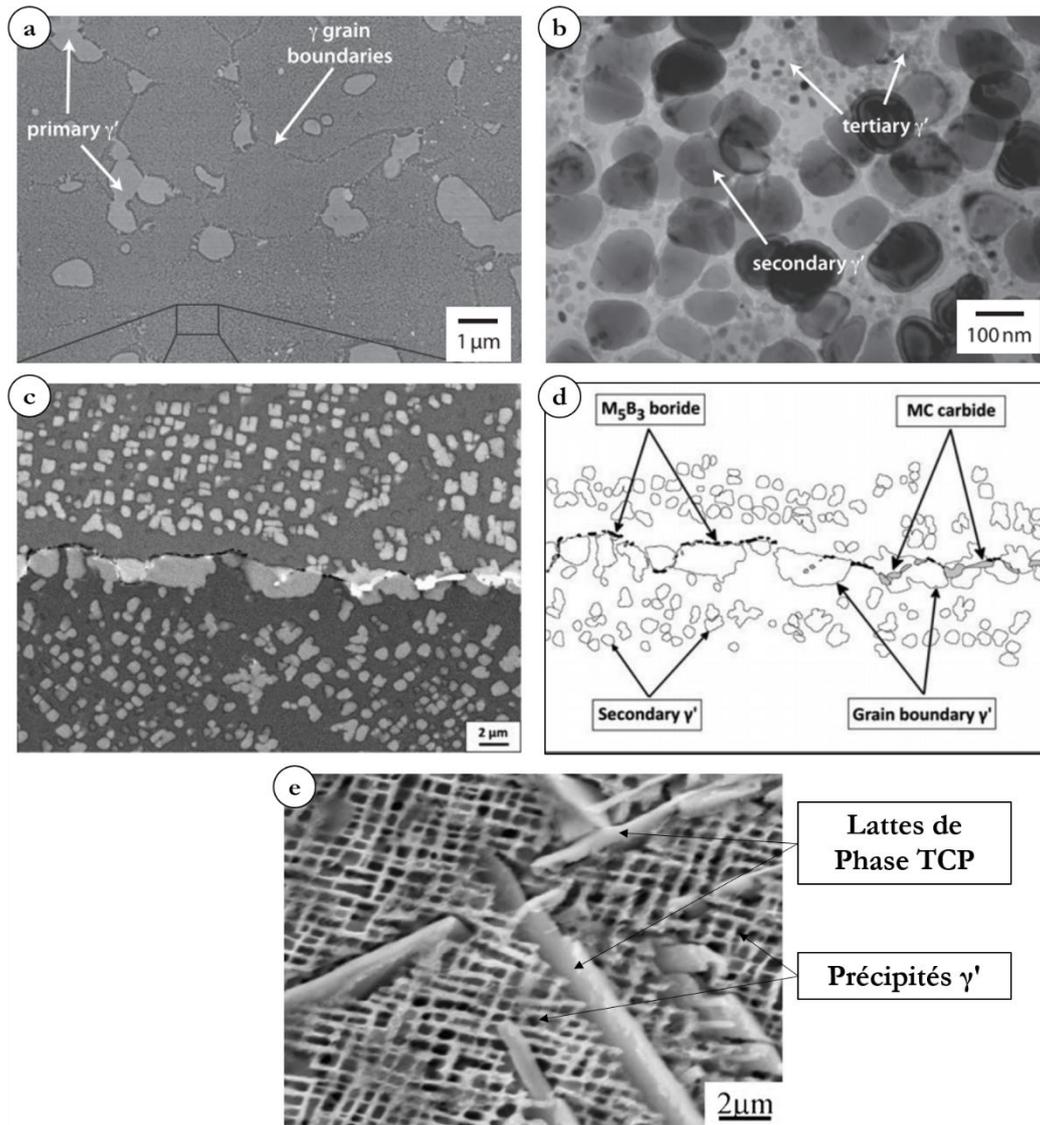


Figure I-5 : Illustrations des différentes phases présentes dans les superalliages base Nickel  
 (a) (b) Joints de grains et précipités  $\gamma'$  primaires, secondaires et tertiaires dans le superalliage RR1000 [Collins, 2013]  
 (c) (d) Joint de grains, précipités  $\gamma'$  secondaires, carbures MC et borures  $M_5B_3$  dans le superalliage STAL-15CC [Kontis, 2016]  
 (e) Phase TCP sous forme de lattes (phase  $\mu$ ) dans un superalliage monogranulaire [Sugui, 2010]

## I1.2. Éléments chimiques

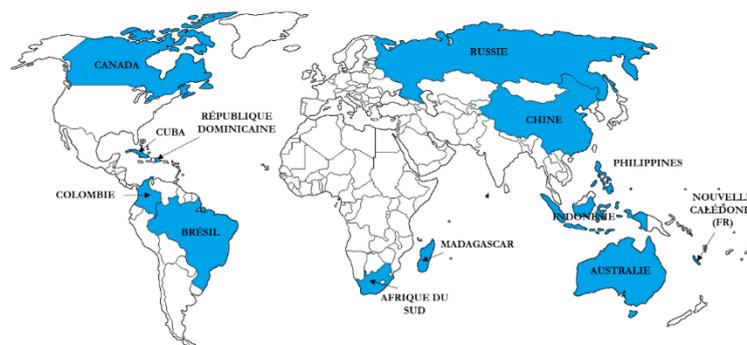
### I1.2.1. Le Nickel

Le choix du Nickel (Ni) comme élément majoritaire dans les alliages démontrant de très bonnes propriétés mécaniques et résistance à l'oxydation à haute température a plusieurs origines.

Premièrement, le Nickel présente une structure cristallographique CFC (Cubique à Faces Centrées) stable, depuis la température ambiante jusqu'à son point de fusion. Cette structure possède intrinsèquement une bonne résistance mécanique, tout en restant ductile, ce qui facilite la mise en forme notamment.

Les faibles vitesses de diffusion des éléments chimiques dans ce type de structure constituent également un autre avantage. En effet, cette propriété confère au Nickel (et à ses alliages) une très bonne stabilité métallurgique, dans une large gamme de température.

Les derniers points faisant du Nickel l'élément de choix pour la composition des superalliages sont d'ordre économique. Parmi les éléments présentant les qualités précédemment mentionnées, le Nickel est celui qui conduit à la meilleure combinaison coût/densité (par rapport au Cobalt ou au Paladium par exemple). Son coût relativement faible provient notamment de son abondance (9<sup>e</sup> élément métallique le plus présent de l'écorce terrestre), ainsi que de sa bonne distribution sur le globe, permettant une relative facilité d'accès (Figure I-6).



PAYS	PRODUCTION ANNUELLE (2013) (en Tonnes)	PAYS	PRODUCTION ANNUELLE (2013) (en Tonnes)
Philippines	446 000	Chine	95 000
Indonésie	440 000	Colombie	75 000
Russie	275 000	Cuba	66 000
Australie	234 000	Afrique du Sud	51 200
Canada	223 000	Madagascar	29 200
Nouvelle Calédonie (France)	164 000	République Dominicaine	15 800
Brésil	138 000	Autres Pays	377 000

**Figure I-6 : Production mondiale annuelle de Nickel (2013)**

### 11.2.2. Rôle des différents éléments d'alliages

Les superalliages sont des alliages complexes. Ils contiennent en moyenne une dizaine d'éléments d'addition, chacun d'entre eux ayant un rôle spécifique pour la mise en forme et/ou les propriétés finales de la nuance.

Le durcissement des superalliages est dû à l'effet combiné du durcissement par solution solide et du durcissement par précipitation (de la phase  $\gamma'$ ). Il est donc nécessaire de présenter l'influence de l'ajout de différents éléments chimiques sur ces deux processus.

- **Durcissement par solution solide**

Le durcissement par solution solide est lié à l'introduction de solutés dans la matrice, générant des distorsions de la maille cristalline, et modifiant son module de cisaillement notamment. Le fait d'allier la nuance entraîne également une diminution de l'énergie de faute d'empilement. Ces différents facteurs ont pour effet d'augmenter sensiblement la résistance au mouvement des dislocations, renforçant ainsi l'alliage.

Un bon soluté doit donc posséder une bonne solubilité dans le Ni et un coefficient de durcissement élevé. Une température de fusion élevée est également recherchée pour améliorer les propriétés de l'alliage en température.

Le Tungstène (W), le Molybdène (Mo), le Niobium (Nb) et le Rhénium (Re) possèdent un haut point de fusion ainsi qu'un faible coefficient de diffusion.

Un élément comme le Chrome (Cr) a un potentiel durcissant relativement faible, mais étant souvent présent en quantité importante dans les superalliages (grâce à ses excellentes propriétés pour la résistance à la corrosion), sa contribution au durcissement par solution solide est notable. En revanche, un taux trop élevé de Chrome peut favoriser la formation de phase TCP [Hardy, 2004]. Certains éléments sont également connus pour leur influence sur la vitesse de propagation de fissures [Hardy, 2004]. Ainsi, le Tantale (Ta) augmente la vitesse de propagation de fissures, tandis que des éléments comme le Chrome ou le Molybdène ont tendance à l'abaisser (le mécanisme supposé est la décoration des joints de grains par des carbures  $M_{23}C_6$  ( $M = Cr, Mo$ ) ou  $M_6C$  ( $M = Mo$ ), qui améliorent la résistance au glissement intergranulaire).

- **Durcissement par précipitation**

Le durcissement par précipitation est lié à l'augmentation de la résistance au mouvement des dislocations dans la matrice : lorsque les dislocations « rencontrent » des précipités, elles peuvent soit les contourner (on parlera alors de « contournement d'Orowan » (voir I2.2.1.a)), ou les cisailer par différents mécanismes (voir I2.2.1.b) [Reppich, 1982].

Ce sont principalement les éléments Aluminium (Al) et Titane (Ti), mais également le Tantale et le Niobium, qui forment la phase  $\gamma'$ . L'Al joue également un rôle important pour l'amélioration de la résistance à l'oxydation. Une quantité trop importante d'Al peut cependant entraîner un enrichissement de la matrice en Cr, menant à la formation de phases TCP. La quantité de Ti dans un superalliage est donc souvent ajustée pour obtenir la meilleure combinaison « fraction volumique de  $\gamma'$  / teneur en Al n'entraînant pas d'effets délétères) [Hardy, 2004]. On considère donc souvent le ratio Ti/Al, ou (Ti+Nb)/Al pour ajuster le taux en Ti dans l'alliage. Une valeur élevée du ratio Ti/Al est de plus connue pour augmenter « l'énergie de paroi d'antiphase » (APB : Anti-Phase Boundary), augmentant ainsi les propriétés de l'alliage en statique, comme l'ont montré les travaux de Jones et al. [Jones, 1996] par une analyse prédictive par réseaux de neurones (Figure I-7.a.), ou encore ceux de Xu et al. [Xu, 2012] sur l'étude des propriétés en fluage d'un superalliage en fonction du ratio Ti/Al.

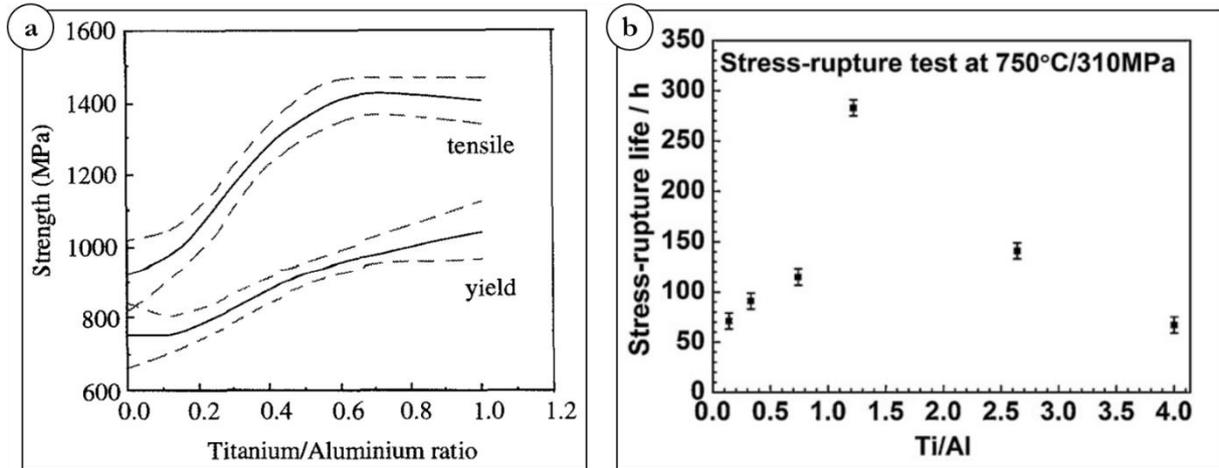


Figure I-7 : (a) Sensibilité prédite des propriétés en traction à température ambiante d'un superalliage base Ni en fonction du rapport Ti/Al [Jones, 1996] ; (b) Influence du ratio Ti/Al sur les propriétés en fluage d'un superalliage base Nickel [Xu, 2012]

Enfin, le Tantale accroît fortement la résistance au cisaillement (I2.2.1.b) de la phase  $\gamma'$ , augmentant ainsi son potentiel durcissant.

- **Renforcement des joints de grains**

Plusieurs études ont montré l'influence du Bore (B) et du Zirconium (Zr) [Garosshen, 1987], [Kontis, 2016] ainsi que celle de l'Hafnium (Hf) [Jain, 2000] dans l'amélioration de la résistance mécanique des joints de grains. Plus précisément, ces éléments améliorent la ductilité des joints, permettant ainsi de ralentir la propagation de fissures et d'augmenter les performances en fluage. L'influence des différents éléments d'alliage est résumée dans le Tableau I-2 suivant.

Tableau I-2 : Rôles des différents éléments chimiques présents dans les superalliages base Nickel [Jena, 1984], [Durand-Charre, 1997], [Hardy, 2004], [Reed, 2006], [Pollock, 2006]

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

\*L'influence des éléments favorisant la formation de carbures ou borures est plus délicate à décrire. En effet, la présence discrète de carbures ou borures aux joints de grains peut être bienvenue en diminuant le glissement aux joints de grains (mode de déformation conduisant à de l'endommagement principalement à haute température et basses contraintes en fluage). En revanche, ces phases sont délétères lorsqu'elles favorisent l'amorçage de fissures (en l'absence de plus gros défauts) en fatigue. La formation de carbures peut encore entraîner un appauvrissement

dans son voisinage en éléments  $\gamma'$ -gène (éléments favorisant la formation de la phase  $\gamma'$ ), comme le Cr par exemple. De ce fait, une zone appauvrie en  $\gamma'$  se forme autour du carbure, modifiant ainsi les processus locaux de déformation et éventuellement d'endommagement dans cette zone.

### **I1.3. Procédés d'élaboration**

#### **I1.3.1. Superaliages forgés**

Il existe deux méthodes pour élaborer des superalliages forgés : la méthode Cast & Wrought (« coulé et forgé »), qui se limite aux superalliages à relativement faibles teneurs en  $\gamma'$  (< 45 %), et la métallurgie des poudres, onéreuse mais permettant de réaliser des superalliages à teneurs de phase  $\gamma'$  plus élevées (> 45 %) et ayant d'excellentes propriétés mécaniques.

Chacune des étapes de l'élaboration du superalliage contribue à l'obtention des propriétés mécaniques souhaitées, en influençant différents paramètres du matériau, tels que la taille de grains, la pureté inclusionnaire, l'homogénéité de la chimie et de la structure ou encore des phases présentes.

##### ***I1.3.1.a. Superaliages élaborés par la méthode « Coulé/forgé »***

- **Fusion par induction sous vide (VIM)**

La première étape de l'élaboration de tout superalliage (métallurgie des poudres et « Cast & Wrought ») est la fusion par induction sous vide (VIM : Vacuum Induction Melting). Elle consiste à placer la matière première, située dans un creuset en céramique réfractaire, sous vide, et à porter le mélange jusqu'à la fusion. Vient ensuite une étape d'homogénéisation du mélange et de correction de la composition chimique de l'alliage avant de le couler dans une lingotière sous une pression partielle d'Argon.

Ce mode d'élaboration permet de limiter la pollution par des éléments types Oxygène (O), Azote (N), Plomb (Pb), Bismuth (Bi) etc. qui fragilisent le métal. Un autre avantage de ce procédé est de réduire la présence d'oxydes, préjudiciables en fatigue.

En revanche, cette étape ne permet pas d'obtenir une fine structure de solidification. C'est pourquoi elle est suivie de différentes étapes, dépendantes du type de superalliage élaboré, et de l'application souhaitée.

À la suite de cette première étape, le lingot va être refondu pour les alliages coulés/forgés, ou transformé en poudre pour les alliages métallurgie des poudres.

- **Refusion sous vide (VAR)**

Le procédé de refusion sous vide VAR (Vacuum Arc Remelting), schématisé sur la Figure I-8, consiste à placer une électrode dans un creuset en cuivre refroidi par de l'eau, dans lequel un vide est créé. Un arc électrique est alors formé entre l'électrode (la cathode) issue de l'étape VIM (ou

ESR dans le cas de doubles refusions) et le métal en fusion au sommet du lingot re-solidifié (l'anode). La purification est contrôlée par décantation par flottaison et dissociation thermique des oxydes.

Le procédé VAR permet également d'affiner la structure de solidification.

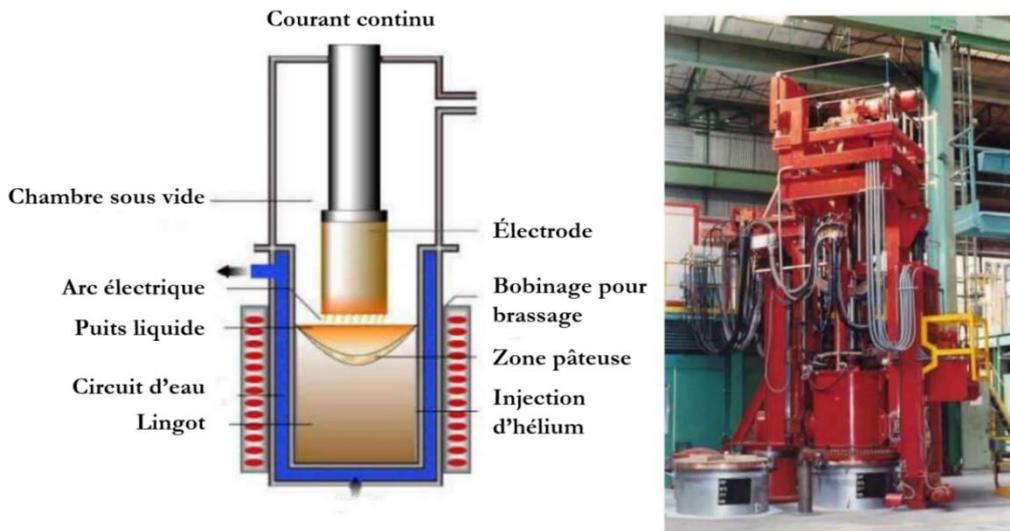


Figure I-8 : Schéma explicatif du procédé de refusion VAR (adapté de [Hans])

- **Refusion sous laitier (ESR)**

La refusion sous laitier, ou Electro-Slag Remelting (Figure I-9) affine la structure du métal en éliminant de nombreuses impuretés grâce au laitier situé entre l'électrode (issue du procédé VIM) et le lingot re-solidifié. Ce laitier « filtre » le métal fondu en éliminant notamment les oxydes et les sulfures. Le choix du laitier est primordial dans ce procédé car il doit réagir correctement avec les gouttelettes de métal fondu sans modifier sa composition chimique.

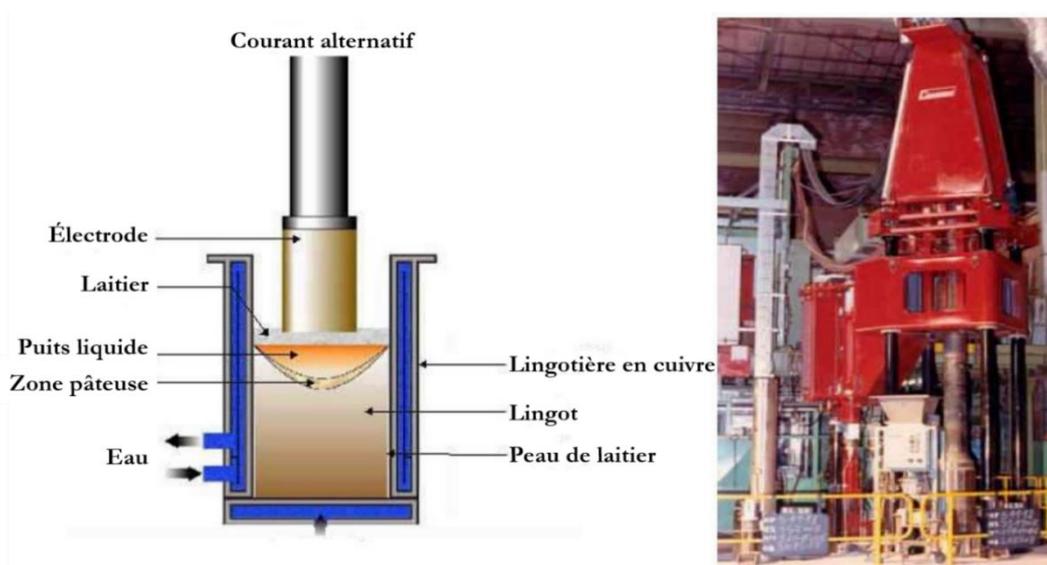


Figure I-9 : Schéma explicatif du procédé de refusion ESR (adapté de [Hans])

- **Forgeage, matriçage, traitements thermiques**

À la suite de ces refusions, le lingot subit différentes étapes de forgeage à chaud (Figure I-10) qui permettent d'homogénéiser la microstructure et de mettre en forme la billette en demi-produit.

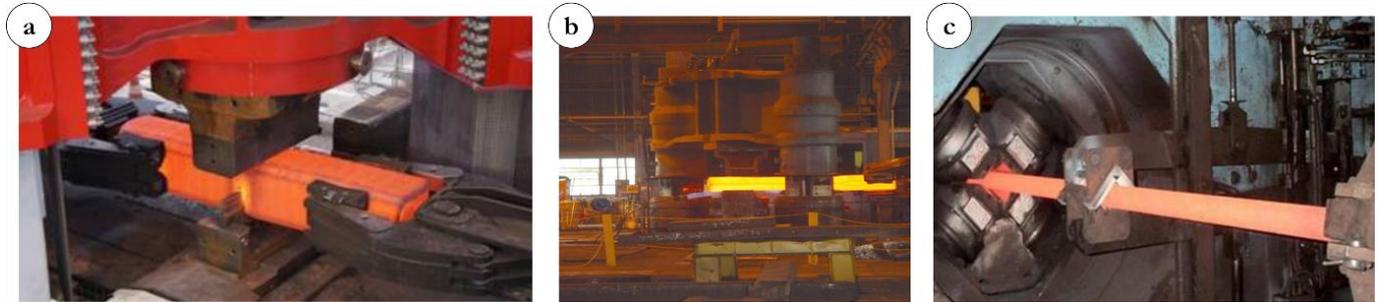


Figure I-10 : (a)(b) Écrasement en forge libre ; (c) Forgeage GFM (Gyratory Forging Machine) ou « SMX » ; Crédits photos : Aubert & Duval (a) et Safran (b) et (c)

Une tranche est ensuite débitée à partir de cette billette pour être matriçée et ainsi obtenir la forme de la pièce désirée.

Cette pièce matriçée subit ensuite les différents traitements thermiques de mise en solution et de vieillissement de façon à obtenir la microstructure et l'état de précipitation souhaités. Ces traitements thermiques, ainsi que leurs conséquences, sont précisés dans le paragraphe suivant (I1.4).

Après quelques derniers contrôles (chimiques, microstructuraux, ultrasons), la pièce est finalement usinée.

La méthode « coulé/forgé » est un procédé moins coûteux que la voie « métallurgie des poudres », et permet de plus la réalisation de pièces plus grandes, et en plus grande quantité. Cependant, l'un des défauts majeurs de cette méthode est le fait que malgré le forgeage, des hétérogénéités héritées de la coulée initiale (donc de tailles supérieures à la centaine de  $\mu\text{m}$ ) subsistent dans les pièces (Figure I-11.a.).

### ***11.3.1.b. Superaliages élaborés par métallurgie des poudres***

La première étape de ce procédé est l'atomisation sous gaz inerte (usuellement, de l'Argon) (ou par pulvérisation centrifuge) du métal provenant de la fusion VIM, permettant l'obtention de la poudre. La formation de la poudre a lieu lors de la solidification (très rapide) des petites gouttes de métal projetées. La propreté de la poudre étant très dépendante de la taille des particules qui la composent, celle-ci subit une étape de tamisage pour ne conserver que les particules ayant le diamètre voulu (typiquement,  $\sim 50$  à  $75 \mu\text{m}$ ). La poudre est ensuite placée dans un conteneur en acier et l'ensemble est scellé.

La poudre doit ensuite être consolidée. Pour cela, deux procédés peuvent être utilisés. La compaction isostatique à chaud (CIC, ou HIP pour Hot Isostatic Pressing), et l'extrusion [Pollock, 2006] :

- La compaction isostatique à chaud consiste à chauffer l'alliage à une température proche du solvus  $\gamma'$ , sous une pression hydrostatique d'environ 300 MPa, pendant plusieurs heures. Ce procédé est limité notamment par la taille de la chambre du compacteur.
- Une microstructure granulaire plus fine ( $\sim$ ASTM 12) est obtenue par le procédé d'extrusion. Le conteneur en acier est extrudé à une température inférieure au solvus  $\gamma'$ , réduisant fortement le diamètre initial. La déformation importante subie par les particules individuellement permettra de casser les films d'oxydes entourant chacune de ces particules. Cette étape permet également d'affiner la microstructure et de réduire la nocivité des particules de céramiques inhérentes à ce procédé, et issues de la phase d'atomisation (le creuset ainsi que la buse d'atomisation sont en effet en céramique). De plus, cet affinement microstructural favorise une meilleure contrôlabilité notamment par les techniques ultrasonores.

Une fois la poudre consolidée, une étape de mise en forme par forgeage est effectuée. Ce forgeage est isotherme, en raison de la fenêtre de forgeabilité souvent très étroite pour des alliages fortement chargés en  $\gamma'$ . Cette étape de forgeage permet aussi de s'approcher au mieux des côtes finales.

Comme pour la voie « coulé/forgé », cette pièce « brute de forge » est ensuite traitée thermiquement, contrôlée, puis usinée.

Ces différentes étapes sont illustrées dans la Figure I-12 ci-dessous.

Malgré le surcoût engendré par ce type de procédé, ses avantages sont multiples. C'est notamment grâce au développement de la métallurgie des poudres qu'est devenue possible, dans les années 1970, la production de nouveaux superalliages comme le Rene 95, l'Astroloy ou encore le MERL 76, puis le N18, possédant des fractions volumiques en phase  $\gamma'$  bien plus élevées que les superalliages communs de l'époque (IN718 ou Waspaloy). Des propriétés mécaniques beaucoup plus élevées pouvaient alors être obtenues [Reed, 2006]. Les alliages issus de la métallurgie des poudres comportent, de plus, une plus grande proportion d'éléments réfractaires (W, Mo, Ti, Ta ou Nb) qui favorisent généralement les ségrégations chimiques lors de la solidification conventionnelle. Le procédé de compaction mis en œuvre permet de réduire au maximum ces zones ségrégées en diminuant notamment leur taille par rapport à ce qui est observé dans les alliages coulés/forgés : les processus de ségrégation se font alors à l'échelle des dendrites de solidification au sein des poudres, c'est-à-dire souvent à l'échelle du micromètre. La structure granulaire obtenue avec ce procédé est donc globalement homogène (Figure I-11.b.).

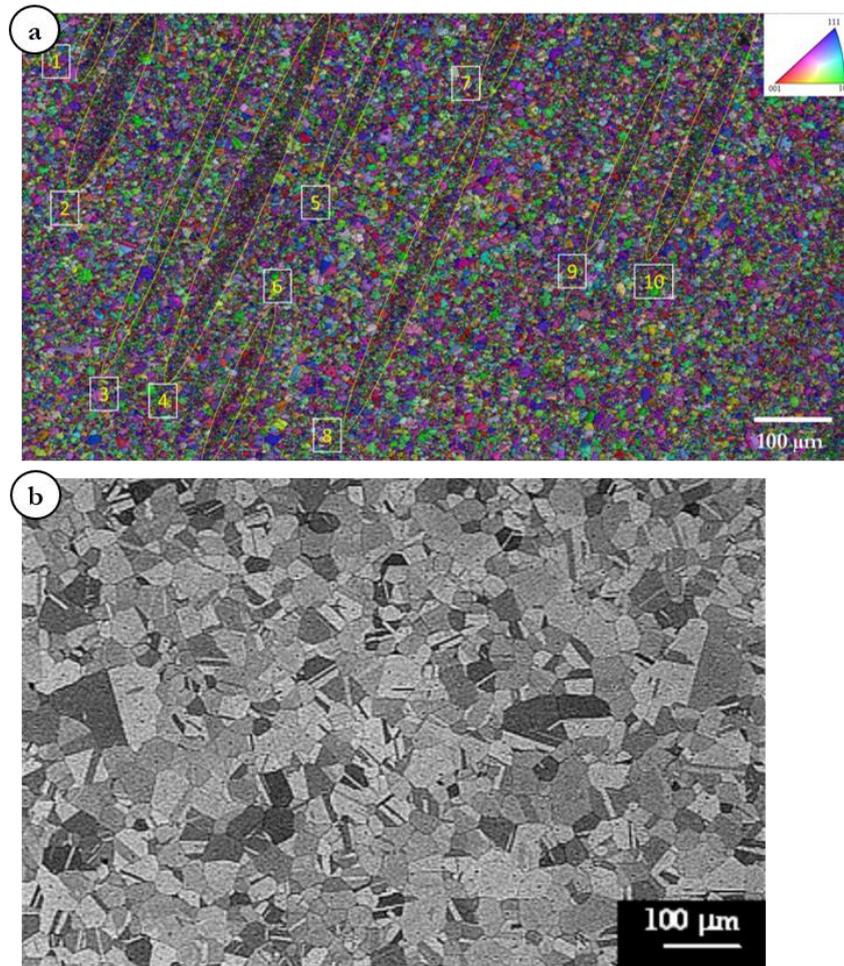


Figure I-11 : (a) Cartographie d'orientations cristallographiques d'un pion de René 65 (Coulé/Forgé) issu d'une barre forgée – Présence de bandes de grains fins issus d'hétérogénéités chimiques héritées de la coulée initiale [Laurence, 2016] ; (b) Observation optique de la structure granulaire du NR6 (Métallurgie des Poudres) après traitement thermique supersolvus [Soula, 2010]

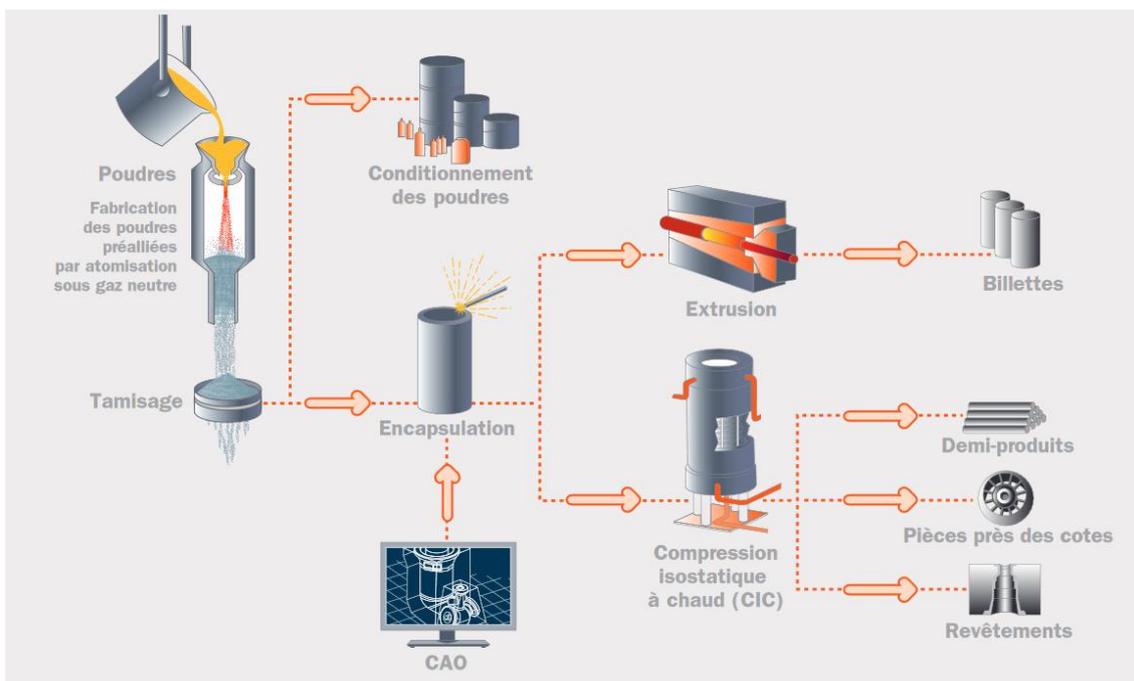


Figure I-12 : Illustration des différentes étapes de la voie « Métallurgie des Poudres » - Crédit Aubert & Duval

### I1.3.2. Les superalliages « coulés »

La méthode « coulée » est utilisée pour élaborer des pièces dont la forme finale sera complexe (aubes de turbines par exemple) et/ou pour réaliser des superalliages composés de grains colonnaires, ou encore monogranulaires.

Comme pour les superalliages forgés, la première étape de l'élaboration des superalliages « coulés » est la fusion par induction sous vide (VIM). À la suite de cette étape, le lingot obtenu va être refondu dans un moule en céramique.

Cette refusion va être réalisée selon différents procédés en fonction de l'application recherchée. Dans le cas de superalliages monogranulaires, le procédé industriel usuel est le procédé « Bridgman » (Figure I-13).

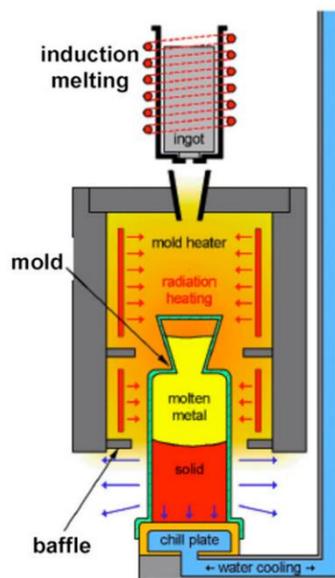


Figure I-13 : Schéma de principe du procédé « Bridgman » [Brundidge, 2012]

Ce procédé consiste usuellement à solidifier le lingot refondu à partir d'un germe monogranulaire, ayant l'orientation cristalline recherchée. Un monograin ayant la même orientation que le germe va alors croître à partir de ce germe.

La cinétique de solidification est un paramètre majeur de ce type de procédé, car il va être déterminant pour l'homogénéité finale de la pièce. En effet, la solidification est dendritique (Figure I-14), et l'espacement entre dendrites primaires et secondaires est conditionné par la vitesse de refroidissement, elle-même contrôlée par la vitesse de tirage hors du four lors de la solidification, ainsi que par le gradient thermique entre la sortie du four et l'écran thermique (« baffle », Figure I-13) [Pollock, 2006]. De plus, certains éléments chimiques ont une plus forte tendance à ségréger que d'autres, entraînant une hétérogénéité chimique supplémentaire au sein de la pièce.

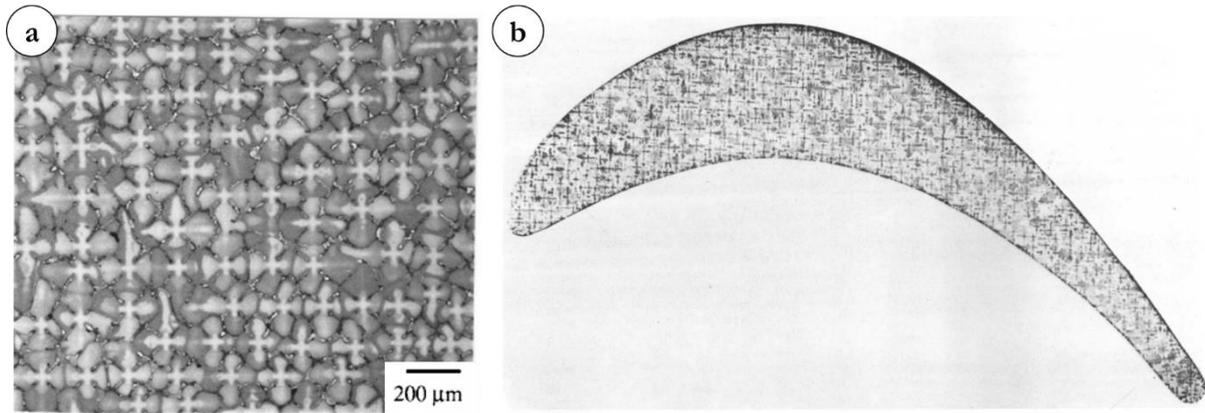


Figure I-14 : Illustration des dendrites de solidification d'alliages coulés ; (a) [Pollock, 2006] ; (b) Section attaquée chimiquement d'une aube de turbine monogranulaire en MAR-M200 [Versnyder, 1970]

Pour s'affranchir de ces hétérogénéités, ou tout du moins les réduire, des traitements thermiques d'homogénéisation plus ou moins complexes sont appliqués.

Enfin, des traitements thermiques supplémentaires sont réalisés afin d'obtenir la microstructure fine de précipitation  $\gamma'$  souhaitée pour l'application visée.

#### I1.4. Traitements thermiques

Il existe différentes populations de précipités  $\gamma'$ , nommés  $\gamma'_I$  (primaires),  $\gamma'_{II}$  (secondaires) et  $\gamma'_{III}$  (tertiaires) en fonction de leur taille et/ou ordre d'apparition au cours du traitement thermique (ou TTh dans la suite du manuscrit) (Figure I-15).

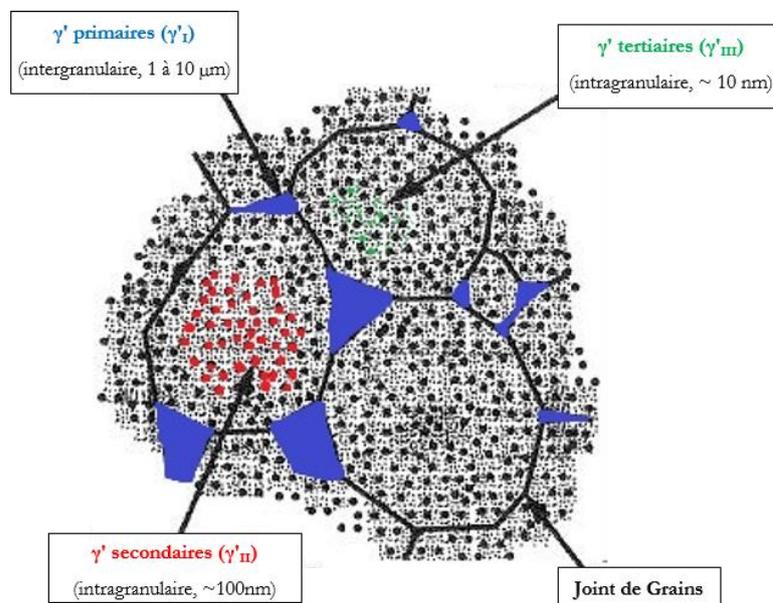


Figure I-15 : Microstructure typique d'un superalliage base Nickel  $\gamma/\gamma'$  [Jackson, 1999]

Les précipités  $\gamma'_I$  sont les précipités de plus grande taille. Ceux-ci sont majoritairement intergranulaires. Les précipités  $\gamma'_{II}$  (et  $\gamma'_{III}$ ) apparaissent lors des phases de refroidissement et de vieillissement, et sont pour la plupart intragranulaires.

Le traitement thermique typique d'un superalliage est composé de deux étapes principales : le traitement de mise en solution, puis le traitement thermique de vieillissement. Le schéma de la Figure I-16 illustre ce traitement thermique typique :

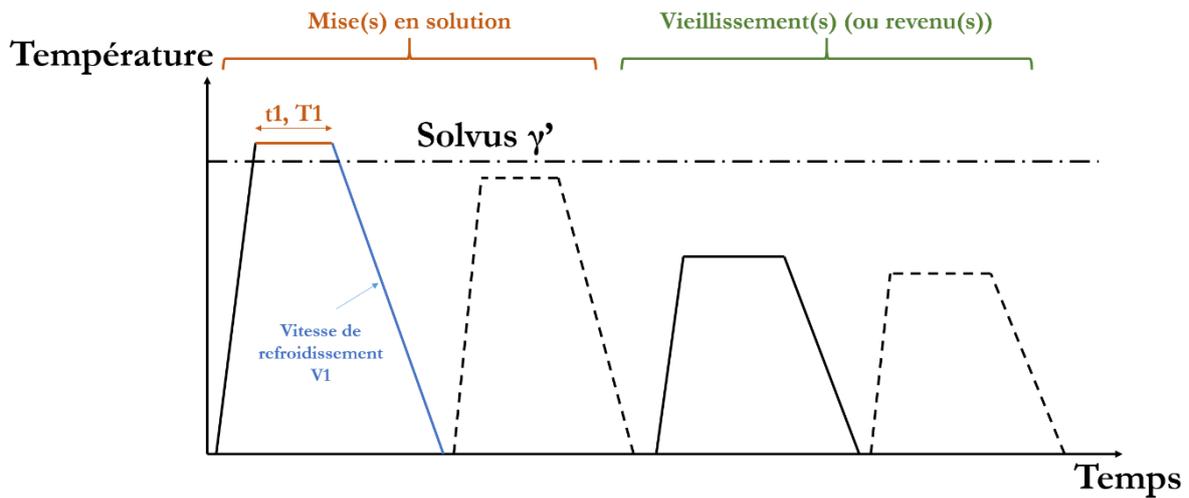


Figure I-16 : Traitement thermique type d'un superalliage

#### I1.4.1. Traitement thermique de mise en solution (MES)

La formation des précipités  $\gamma'$  a lieu lors d'un refroidissement hors équilibre de la solution solide sursaturée  $\gamma$ . Le traitement thermique de mise en solution consiste à remettre en solution tout ou partie de la phase  $\gamma'$ . La cinétique de précipitation ainsi que de croissance de ces précipités est contrôlée par la vitesse de refroidissement  $V_1$  post mise en solution. Une attention particulière est donc portée au type de trempe appliqué à la pièce à la suite d'une mise en solution.

Cette partie du traitement peut être composée d'une ou deux étapes, en fonction des propriétés recherchées.

Les valeurs de  $T_1$  (Figure I-16 – température de mise en solution) ainsi que de  $t_1$  (temps de maintien à cette température) sont celles qui vont déterminer en premier lieu les caractéristiques microstructurales de l'alliage, en particulier sa taille de grains. La Figure I-17, issue des travaux de Jackson et al. et de Locq et al., qui portaient sur l'optimisation des traitements thermiques des superalliages Udimet™ 720Li (ou U720Li par la suite) [Jackson, 1999] et NR3 [Locq, 2000], illustre comment la taille de grains et la fraction de précipités  $\gamma'$  primaires évoluent en fonction de  $T_1$ .

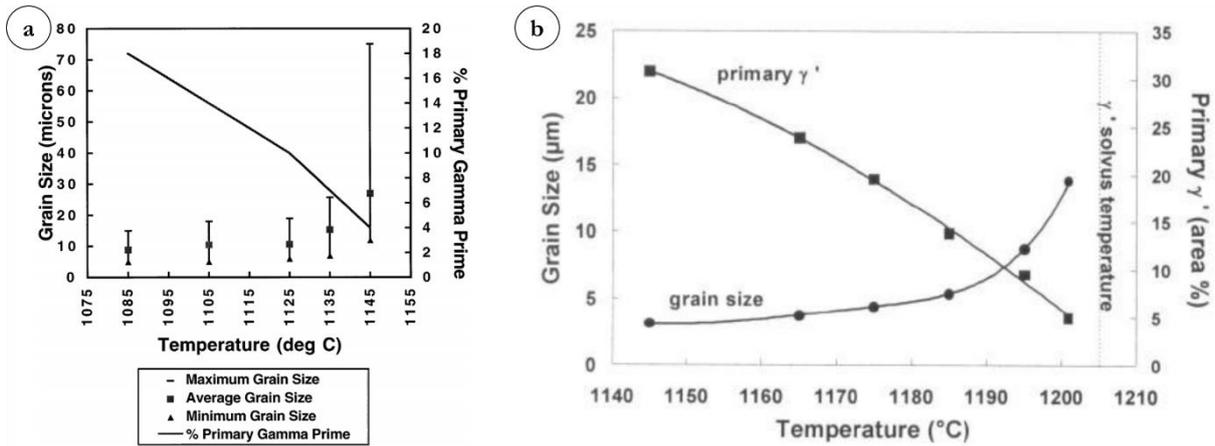


Figure I-17 : Variation de la taille de grains et de la fraction de précipités  $\gamma'_I$  en fonction de la température de mise en solution (a) Udimet™ 720Li [Jackson, 1999] ; (b) NR3 [Locq, 2000]

- Lorsque  $T_1 < T_{\text{Solvus-}\gamma'}$ , la mise en solution est dite « subsolvus ». Une faible fraction de précipités  $\gamma'_I$  reste non dissoute et les précipités  $\gamma'$  primaires restent présents pour épingler les joints de grains et ainsi empêcher le grossissement rapide de grain. On obtient alors une microstructure à « Grains Fins ».

**Remarque :** Le processus de blocage des joints de grains par les précipités  $\gamma'_I$  (ou autres particules) est appelé « Zener pinning » [Smith, 1948]

- Dans le cas contraire, lorsque  $T_1 > T_{\text{Solvus-}\gamma'}$ , nous parlerons de mise en solution « supersolvus ». Dans ce cas, les précipités  $\gamma'$  sont entièrement dissouts dans la matrice. Il n'y a donc plus de précipités  $\gamma'$  pour bloquer la progression des joints de grains, ce qui conduit à une microstructure dite à « Gros Grains ».

**Remarque :** Il est important de noter que dans certains alliages, comme le Waspaloy, les joints de grains peuvent être bloqués par les carbures. Une microstructure à Grains « Fins » (ou « intermédiaires ») est alors obtenue même en cas de mise en solution supersolvus. Dans ce cas, c'est la température de solvus des carbures qui sera déterminante si l'on souhaite une croissance importante des grains.

- Dans le cas où  $T_1 \sim T_{\text{Solvus-}\gamma'}$ , une fraction conséquente de précipités  $\gamma'$  est dissoute, mais il reste quelque précipités  $\gamma'$  dans les zones interdendritiques héritées de la solidification du lingot, bloquant ainsi une partie des joints de grains. La microstructure obtenue est alors qualifiée de « duplex », composée de gros grains et de grains fins [Bain, 1988], [Billot, 2010], [Larrouy, 2014]. Ce type de microstructure n'est pas observé dans des alliages élaborés par la voie de la métallurgie des poudres.

Les précipités  $\gamma'_{II}$  (et  $\gamma'_{III}$ ) précipitent durant la phase de refroidissement après l'étape de mise en solution. Il a été montré, notamment par Furrer et al. sur de l'U720Li [Furrer, 1999] et Mao et al.

sur du Rene88DT [Mao, 2002], que la taille de ces précipités est liée à la vitesse de refroidissement à l'issue de la mise en solution (Figure I-18).

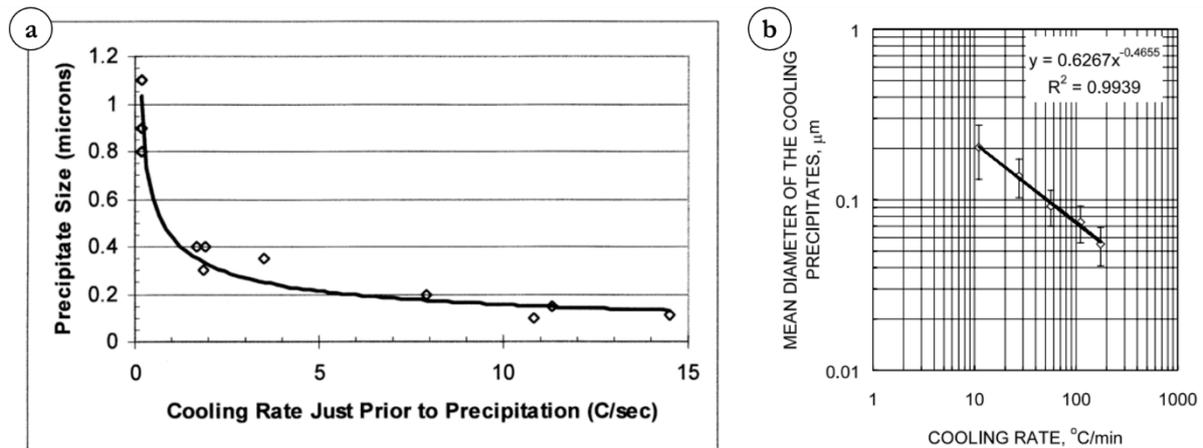


Figure I-18 : Taille des précipités  $\gamma'_{II}$  en fonction de la vitesse de refroidissement post-mise en solution  
(a) U720Li [Furrer, 1999]  
(b) René88DT [Mao, 2002]

Les vitesses de refroidissement rapides entraînent de plus une sursaturation de la matrice (Figure I-19.a.). La nucléation de la phase  $\gamma'$  se fait alors sous la forme de précipités très fins. Lorsque la vitesse de refroidissement est trop rapide, la sursaturation de la matrice est telle que la phase de précipitation de la phase  $\gamma'$  n'est pas complète. Dans ces conditions, l'équilibre thermodynamique n'est pas atteint. Les grandes vitesses de refroidissement (notamment celles rencontrées lors de trempes à l'eau ou à l'huile) génèrent de plus, en raison des forts gradients thermiques au sein de pièces massives, des contraintes résiduelles [Nagasaka, 1993], [Dye, 2004]. Ces contraintes peuvent entraîner une diminution des propriétés mécaniques, en fatigue par exemple [Webster, 2001]. Le traitement thermique de vieillissement (I1.4.2) est alors indispensable, d'une part pour stabiliser la microstructure de précipitation dans le temps et d'autre part pour réduire les contraintes résiduelles apparues lors du refroidissement.

Ensuite, si la vitesse de refroidissement est plus faible, il est possible d'observer une ou plusieurs vague(s) de précipitation. Les précipités issus de la deuxième vague sont alors appelés  $\gamma'_{III}$ . Ceux-ci possèdent une taille généralement très faible, dans la limite de résolution de la microscopie à balayage (quelques nanomètres).

Lorsque que l'on diminue suffisamment la vitesse de refroidissement, la morphologie des précipités  $\gamma'_{II}$  est également modifiée (Figure I-19.b.).

Dans l'étude de Furrer et al., il est montré que pour des vitesses de refroidissement lentes (1,3°C/sec), les précipités  $\gamma'_{II}$  sont plus grossiers, et de formes irrégulières. Des vitesses de refroidissement encore plus lentes conduisent à une forme lamellaire des précipités  $\gamma'_{II}$ , dits «  $\gamma'_{II}$ -Fan » (Figure I-20).

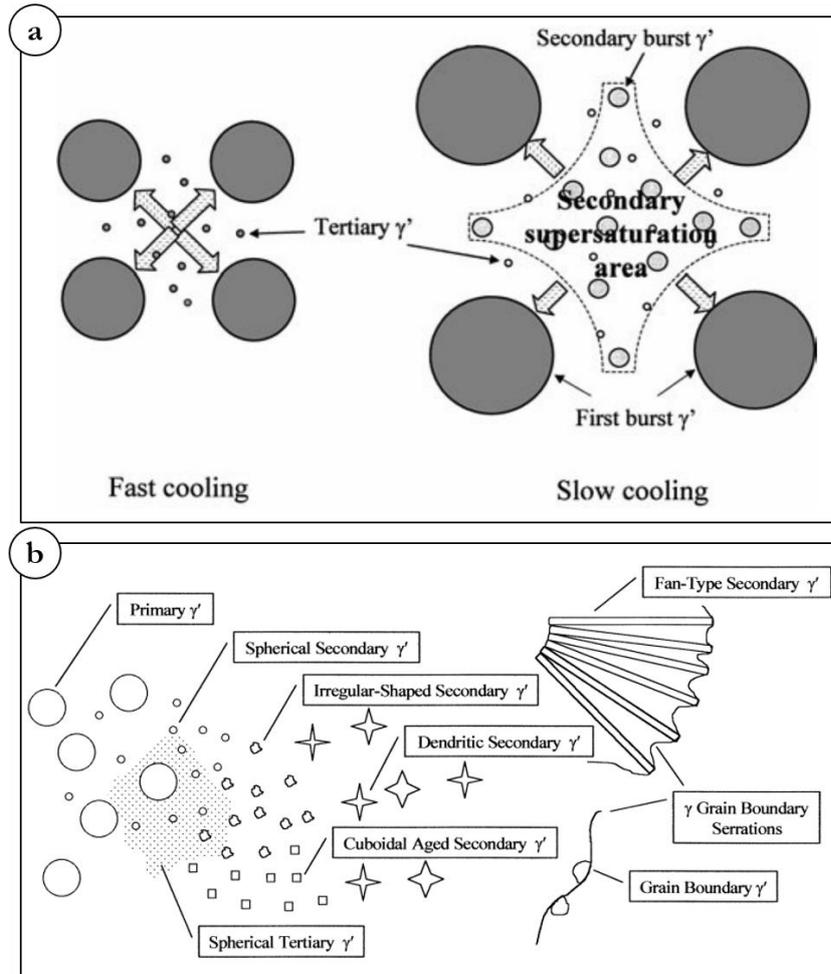


Figure I-19 : (a) Évolution morphologique des précipités  $\gamma'$  dans l'alliage U720 [Furrer, 1999] ;  
 (b) Formation des précipités  $\gamma'$  en fonction de la vitesse de refroidissement post mise en solution

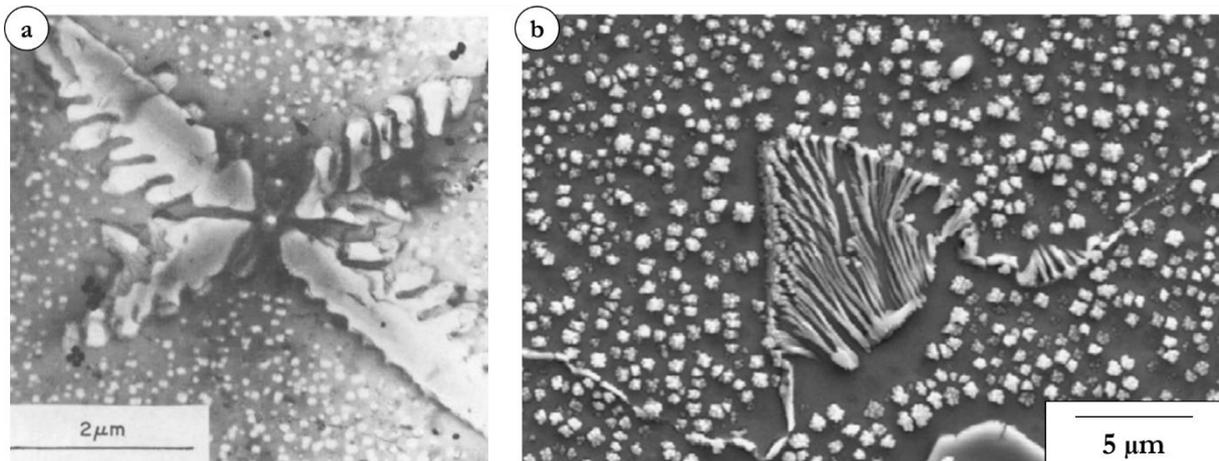


Figure I-20 : (a) Exemple de précipité  $\gamma'_{II}$  ayant cru sous forme de dendrite obtenu dans du Nimonic80A après vieillissement à 945°C pendant 24h [Ricks, 1983] ; (b) Exemple de «  $\gamma'_{II}$ -Fan » obtenu dans du « Waspaloy modifié » après refroidissement lent à travers le solvus- $\gamma'$  [Wisniewski, 2009]

Les précipités  $\gamma'_{II}$  ne sont pas les seuls paramètres microstructuraux affectés par la vitesse de refroidissement après mise en solution. Larson et al. ont montré très tôt sur de l'Inconel 792 [Larson, 1977] que lors d'un refroidissement lent à travers le solvus  $\gamma'$ , les grains continuent de grossir. Lors de la migration des joints de grains, des précipités  $\gamma'$  nucléent et coalescent de façon

aléatoire, notamment au niveau des joints de grains, et viennent ainsi les épingler. Les joints de grains obtenus à l'issue de ce type de traitement thermique sont dentelés, comme on peut l'observer sur la Figure I-21 ci-dessous. On note cependant que l'Inconel 792 fait partie des alliages de fonderie, sur lesquels il est plus facile de créer des dentelures d'amplitude importante, notamment grâce aux ségrégations dendritiques.

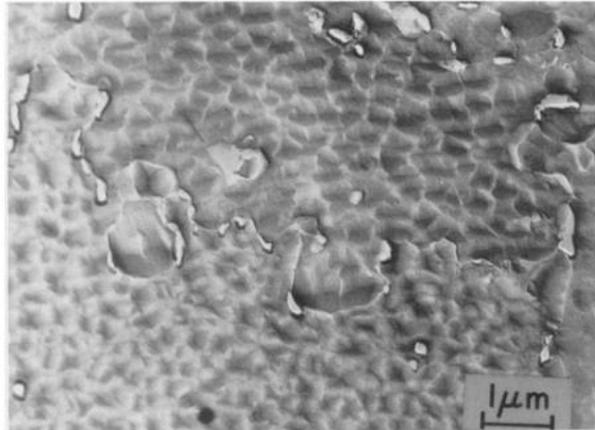


Figure I-21 : Joint de grains dentelé épinglé par des précipités  $\gamma'$  (IN-792) [Larson, 1977]

#### 11.4.2. Traitement thermique de vieillissement

Le traitement thermique de vieillissement (également appelé « revenu ») est la dernière étape du traitement thermique classique des superalliages. Là encore, ce traitement peut se dérouler en une ou plusieurs étapes. Il dure généralement quelques heures, et est réalisé à des températures proches des températures maximales d'utilisation en service de l'alliage.

Ce traitement thermique a pour objectif de finaliser (et/ou stabiliser) la microstructure de l'alliage, en faisant coalescer les précipités  $\gamma'_{II}$  et  $\gamma'_{III}$  notamment. Cette dernière étape permet d'ajuster la microstructure de manière à optimiser le plus possible les propriétés d'usage de l'alliage (Figure I-22).

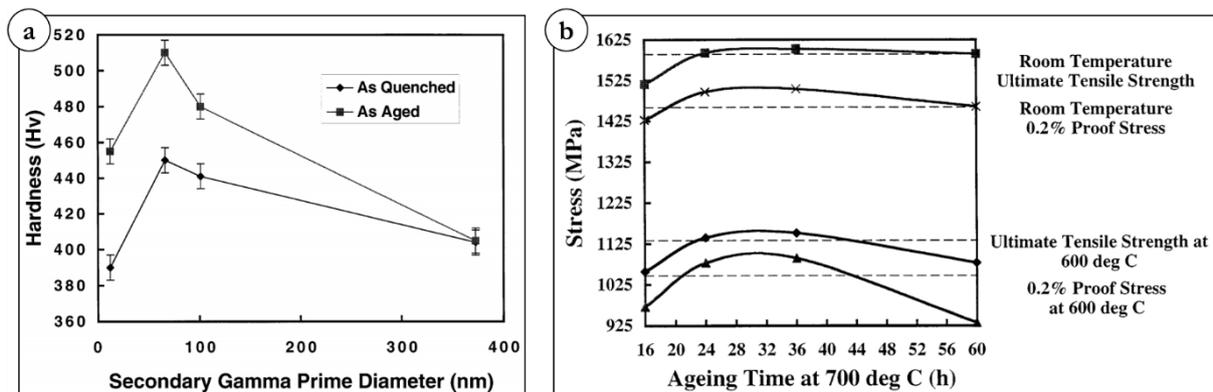


Figure I-22 : Influence du vieillissement sur les propriétés mécaniques de l'U720 [Jackson, 1999]

(a) Influence du vieillissement sur la dureté

(b) Influence de la durée du vieillissement sur les propriétés en traction monotone

Un autre des objectifs de ce traitement thermique est de relaxer les éventuelles contraintes résiduelles apparues lors des phases de refroidissement post mise en solution.

### **I1.4.3. Sur-vieillissement métallurgique (ou vieillissement en cours d'usage)**

Le sur-vieillissement métallurgique correspond ici au vieillissement qu'une pièce subit durant son utilisation. Si les superalliages possèdent une microstructure relativement stable, celle-ci peut être amenée à évoluer lors de l'utilisation en service. L'équilibre thermodynamique est en effet rarement complètement atteint à l'issue des traitements thermiques (mise en solution et vieillissements). Les précipités  $\gamma'$  peuvent ainsi coalescer ou se dissoudre, de manière à abaisser l'énergie d'interface. Ce processus est appelé « Mûrissement d'Ostwald » **[Ostwald, 1901]**.

Par ailleurs, durant l'exposition d'un alliage aux températures de service, certaines phases, telles que les carbures et borures, ou encore les phases TCP, peuvent précipiter, et éventuellement diminuer les propriétés mécaniques de l'alliage. Caractériser ces évolutions microstructurales lors de sur-  
vieillissement est donc important.

Le sur-vieillissement métallurgique ne rentre pas dans le cadre de cette étude. Les détails liés à ce processus ne sont donc pas présentés ici.

## Partie I2. Relations entre microstructures et propriétés mécaniques

Cette partie a pour vocation de décrire dans les grandes lignes les relations entre différents paramètres microstructuraux et les propriétés mécaniques des superalliages, de façon à expliquer pourquoi certains paramètres ont été optimisés dans la conception de l'alliage de l'étude : l'AD730™. Ces analyses seront plus poussées dans les Chap. III et Chap. V.

### I2.1. Relations entre taille de grains et propriétés mécaniques

La taille de grains est l'un des paramètres contrôlant à l'ordre 1 un certain nombre de propriétés mécaniques. Ce paramètre est dépendant de toutes les étapes de l'élaboration du superalliage, depuis les différentes refusions jusqu'aux traitements thermiques finaux, en passant par toutes les étapes de mise en forme qui vont influencer en particulier l'homogénéité granulaire d'une pièce massive.

#### I2.1.1. Traction / Fatigue pure

- **Traction**

La taille de grains est connue pour jouer un rôle prépondérant sur les propriétés d'un alliage en traction. En effet, la limite d'élasticité d'un matériau polycristallin est reliée à la taille de grains par la relation de Hall-Petch [Hall, 1970] :

$$\sigma_c = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad \text{Équation I-2}$$

Où  $\sigma_c$  est la contrainte critique à partir de laquelle un matériau polycristallin subit une déformation plastique,  $\sigma_0$  et  $k$  des constantes liées au matériau, et  $d$  le diamètre moyen des grains.

Dans les faits, la taille de grains d'un alliage n'est pas toujours homogène dans tout le volume étudié. Bain et al. [Bain, 1988] ont par exemple montré que les propriétés en traction d'une microstructure duplex (composée de gros et de petits grains, obtenues par une mise en solution à une température proche du solvus  $\gamma'$  (I1.4.1)) dans de l'U720Li sont pilotées par les grains les plus fins de la microstructure (Figure I-23). Une microstructure duplex présente donc des propriétés en traction monotone proches d'une microstructure composée exclusivement de grains fins.

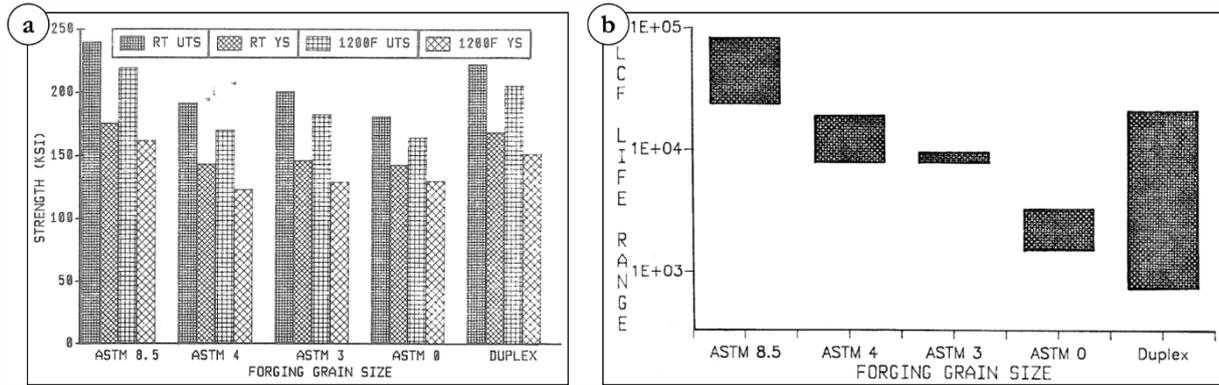


Figure I-23 : Influence de la taille de grains sur les propriétés mécaniques de l'U720 [Bain, 1988]  
(a) Propriétés en traction monotone à la température ambiante (RT) et 649°C (1200°F)  
(b) Durée de vie en fatigue pure à 649°C (1200°F)

• **Fatigue pure**

Les propriétés en fatigue pure étant fortement liées à la limite d'élasticité d'un matériau, celles-ci sont donc dépendantes également de la taille de grains. Une microstructure à grains fins optimise donc la durabilité de l'alliage en fatigue pure (Figure I-23).

En revanche, contrairement aux propriétés en traction monotone, la durée de vie d'un alliage composé d'une microstructure duplex est considérablement affectée par la présence de gros grains, qui font office de zones d'amorce de fissures, comme l'ont montré les travaux de Billot et al. sur l'U720Li [Billot, 2010] (Figure I-24).

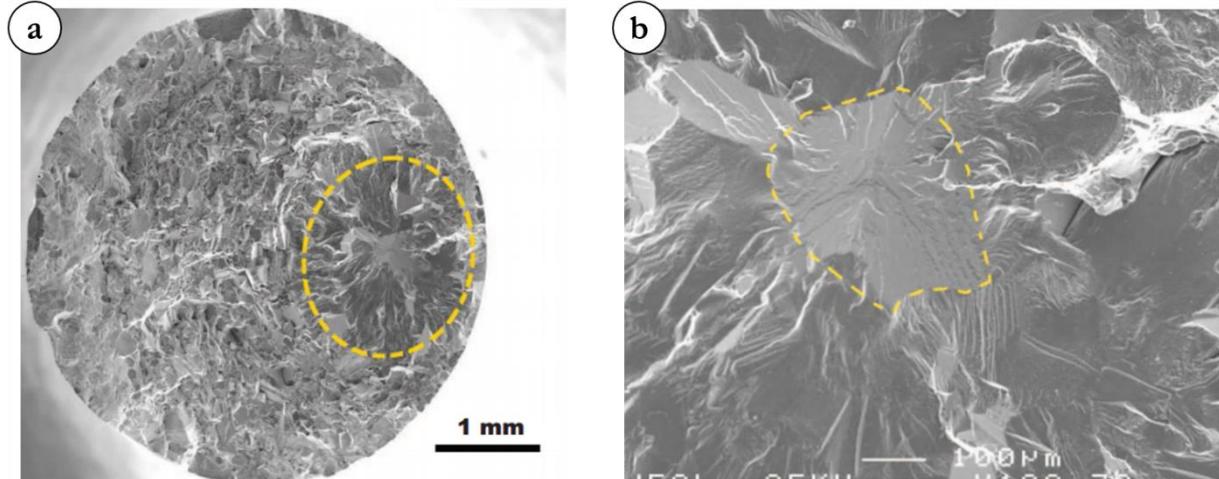


Figure I-24 : Amorce de fissure en fatigue pure (700°C) sur un gros grain (ou grosse macle) sur de l'U720Li duplex [Billot, 2010]

**I2.1.2. Fluage / Fissuration**

• **Fluage pur**

Contrairement à la traction, les propriétés en fluage ont tendance à être améliorées lorsque l'on augmente la taille de grains [Reed, 2006]. En effet, l'un des modes d'endommagement prépondérant en fluage (voir Chap. III) est le glissement suivi de la cavitation aux joints de grains, mécanisme largement favorisé par une microstructure à grains fins, présentant de fait une quantité

plus importante de joints de grains. De plus, en atmosphère oxydante, il est reconnu que les joints de grains agissent comme des « portes d'entrée » à l'oxydation, favorisant ainsi la contribution de l'environnement à l'endommagement.

- **Résistance à la propagation de fissures**

Un superalliage possédant une microstructure à grains fins présente généralement de moins bonnes propriétés de résistance à la propagation de fissures de fatigue qu'un alliage gros grains. Les études de Gayda et al. [Gayda, 1983] et Pang et al. [Pang, 2007] révèlent que la propagation de fissures dans une microstructure à gros grains est transgranulaire, tandis qu'elle devient intergranulaire dans une microstructure à grains fins. Cette transition est associée à l'oxydation fragilisant le joint de grains et abaissant ainsi la résistance du matériau à la propagation de fissures de fatigue.

### I2.1.3. Synthèse

Les paragraphes précédents reflètent bien la complexité de l'influence de la taille de grains sur les propriétés mécaniques des superalliages : l'amélioration d'une propriété via la modification de la taille de grains conduit souvent à l'abaissement d'une autre, comme l'illustre la Figure I-25. Il convient donc de trouver le meilleur compromis en fonction de l'application finale recherchée.

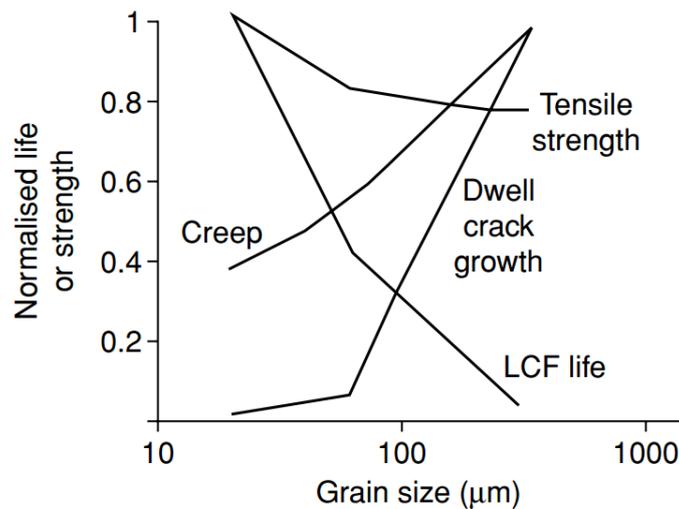


Figure I-25 : Illustration schématique des propriétés mécaniques majeures d'un disque de turbine et leur dépendance à la taille de grains [Reed, 2006]

Il est par ailleurs compliqué de prédire les propriétés mécaniques d'un superalliage dans le cas de sollicitations combinant la fatigue et le fluage, lors d'essais de fatigue avec temps de maintien notamment. L'influence de la taille de grains est dans ce cas dépendante du temps de maintien à contrainte maximale par exemple. Ce point sera développé dans le Chapitre V.

Par ailleurs, le cas de microstructures plus complexes, telles que les microstructures duplex (I1.4.1) et/ou à gradient de microstructures (structures duales, voir I3.4.1) est lui aussi plus délicat à appréhender. Dans ces conditions, la prédiction des propriétés mécaniques est difficile, et il est

d'autant plus nécessaire de réaliser des essais mécaniques sur pièces pour caractériser le comportement de ces microstructures.

## **I2.2. Relations entre précipités $\gamma'$ et mécanismes de déformation**

### **I2.2.1. Mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations dans le cas de superalliages durcis par précipitation**

L'AD730™ fait partie des superalliages durcis par précipitation : le renforcement de l'alliage est principalement dû à la présence de précipités  $\gamma'$  dans la matrice  $\gamma$ . Les mécanismes de déformation plastique sont liés aux interactions entre les dislocations, mobiles dans la matrice, et les précipités  $\gamma'$ . Les différents mécanismes de franchissement de ces précipités dépendent de plusieurs facteurs tels que la température, la taille, la morphologie, la distribution spatiale et la fraction volumique des précipités  $\gamma'$ . Ces différents mécanismes sont détaillés ci-après.

#### ***I2.2.1.a. Contournement d'Orowan***

Une dislocation réalise ce qu'on appelle un « Contournement d'Orowan » lorsqu'elle se courbe pour franchir un précipité  $\gamma'$ , en laissant autour de ce dernier une boucle, dite « d'Orowan » (Figure I-26).

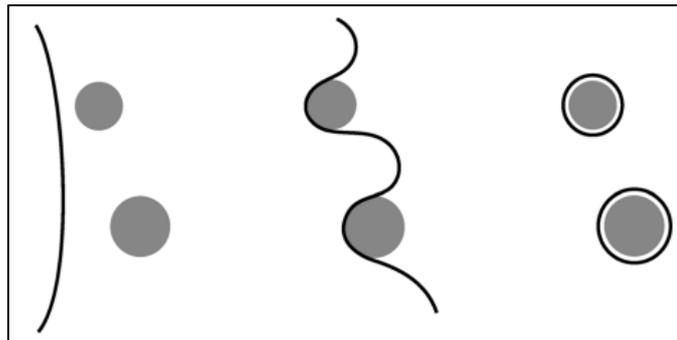


Figure I-26 : Schéma de principe du contournement d'Orowan [Raujol, 2004]

Ce mécanisme se produit si la contrainte de franchissement des précipités dépasse une contrainte limite, appelée « Contrainte d'Orowan » [Steuer, 2014], [Galindo-Nava, 2015] :

$$\tau_{\text{Orowan}} = \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{\mu b}{L} \quad \text{Équation I-3}$$

Où  $b$  la norme du vecteur de Burgers,  $\mu$  le module de cisaillement et  $L$  la distance inter-précipités  $\gamma'$  dans un plan  $\{111\}$ .

Lorsque la distance inter-précipités est très faible, cette contrainte  $\tau_{\text{Orowan}}$  sera élevée, les dislocations ne pouvant contourner les précipités par ce mécanisme.

### 12.2.1.b. Cisaillement par paires de dislocations avec création de paroi d'antiphase APB

Ce phénomène est dû à l'entrée d'une dislocation de matrice dans un précipité, en modifiant l'ordre de ce dernier. Il y a alors création d'un défaut d'empilement, appelé paroi d'antiphase (ou APB : Anti Phase Boundary). L'ordre au sein du précipité peut être rétabli par le passage d'une seconde dislocation ayant le même vecteur de Burgers. Ces deux dislocations forment alors une « superdislocation » (Figure I-27).

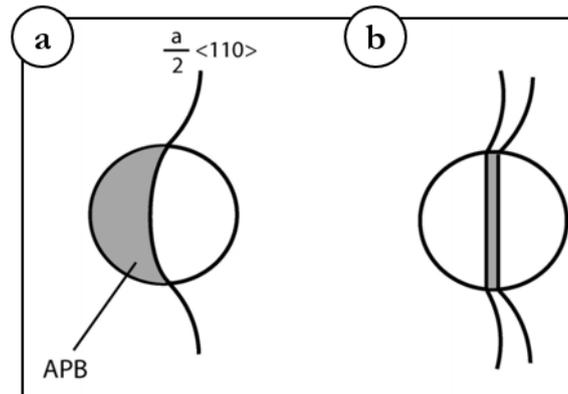


Figure I-27 : Schéma illustrant le cisaillement [Raujol, 2004]  
(a) Par une dislocation de matrice traînant une APB  
(b) Par une superdislocation

Deux principaux types de franchissement des précipités par les superdislocations existent. Ceux-ci dépendent de la taille des précipités à franchir.

Dans le cas de gros précipités, le cisaillement se fera par deux dislocations fortement couplées. Au contraire, des précipités plus fins seront cisailés par deux dislocations faiblement couplées.

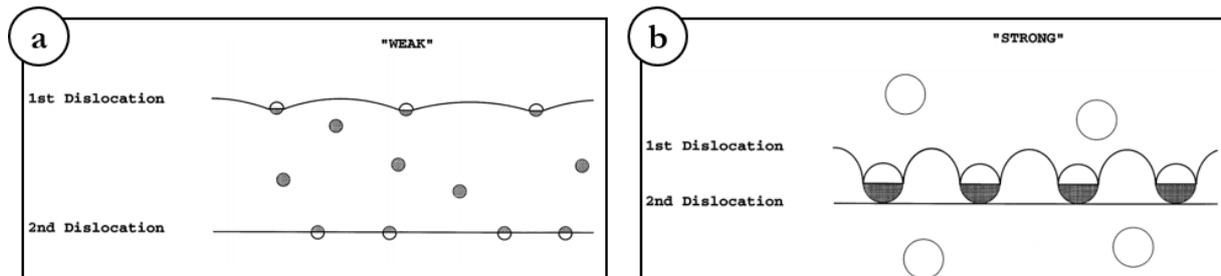


Figure I-28 : Schéma de principe du mécanisme de cisaillement des précipités par paires de dislocations [Jackson, 1999]  
(a) Dislocations faiblement couplées  
(b) Dislocations fortement couplées

Les contraintes nécessaires au cisaillement des précipités  $\gamma'$  dans le cas des dislocations faiblement couplées et fortement couplées sont données respectivement par les Équation I-4 et Équation I-5 [Galindo-Nava, 2015].

$$\tau_p^{\text{Weak}} = \frac{\gamma_{\text{APB}}}{2b} \left( \left( \frac{6\gamma_{\text{APB}}rf}{2\pi T_{\text{ten}}} \right)^{1/2} - f \right) \quad \text{Équation I-4}$$

Où  $\gamma_{\text{APB}}$  est l'énergie de paroi d'antiphase des précipités dans les plans  $\{111\}$ ,  $b$  la norme du vecteur de Burgers,  $r$  le rayon moyen des particules,  $f$  la fraction volumique des précipités et  $T_{\text{ten}}$  la tension de ligne.

$$\tau_p^{\text{Strong}} = \frac{\gamma_{\text{APB}}l_1}{2bL} = \sqrt{\frac{3}{2}} \left( \frac{\mu b}{\pi^{3/2}} \right) \frac{f^{1/2}}{r} \sqrt{\frac{2\pi\gamma_{\text{APB}}r}{\mu b^2} - 1} \quad \text{Équation I-5}$$

Où  $\gamma_{\text{APB}}$  est l'énergie de paroi d'antiphase des précipités dans les plans  $\{111\}$ ,  $l_1$  longueur du segment de dislocation de tête active dans le cisaillement,  $L$  la distance interparticulaire moyenne ;  $\mu$  est le module de cisaillement,  $b$  la norme du vecteur de Burgers,  $r$  le rayon moyen des particules et  $f$  la fraction volumique des précipités

Ces équations sont valables dans le cas de distributions mono-modales de précipités  $\gamma'$ . Il existe cependant des formules adaptées au cas des précipitations multi-modales [Galindo-Nava, 2015]. Ces formules sont introduites dans le Chapitre III.

La Figure I-29 ci-dessous représente le type de franchissement des précipités par les dislocations en fonction de la taille des précipités  $\gamma'$ . On y observe que les mécanismes de cisaillement sont favorisés par des précipités de petites tailles, tandis que le contournement aura lieu préférentiellement sur des précipités de plus grands diamètres.

De nombreux autres mécanismes de cisaillement, dérivés de ces deux principaux, existent, et sont souvent associés à des microstructures multimodales ([Raujol, 2004], [Billot, 2010]).

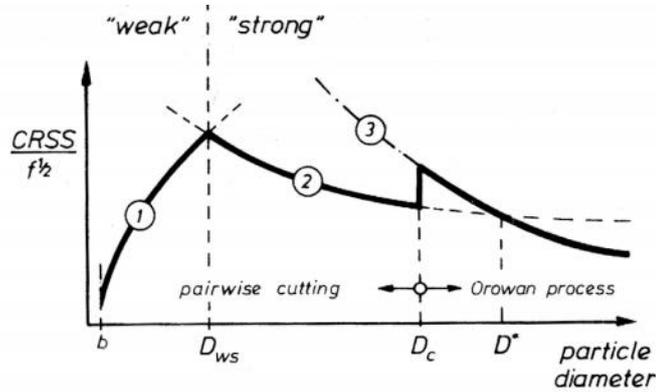


Figure I-29 : Transition entre les différents mécanismes de franchissement des précipités en fonction du diamètre des particules durcissantes ( $\gamma'$ ) (à fraction de phase durcissante constante) [Huther, 1978]

### I2.2.2. Synthèse

Les différents mécanismes explicités précédemment rendent compte de l'importance de la taille, de la distribution spatiale et du nombre (fraction volumique) des précipités  $\gamma'$  au sein de la matrice  $\gamma$ . En effet, le type de mécanisme de déformation lié à la précipitation  $\gamma'$  est fortement dépendant soit du diamètre moyen des particules, soit de la distance inter-précipités.

À noter qu'industriellement, les microstructures de précipitation des superalliages sont souvent multimodales, les mécanismes cités précédemment ont donc des actions conjuguées, rendant d'autant plus complexe l'analyse des mécanismes de déformation dans ces alliages.

### **I2.3. Conclusions**

Les différents paramètres microstructuraux, tels que la taille de grains ou encore la taille des précipités  $\gamma'$  jouent donc un rôle capital sur les propriétés d'usage de l'alliage. Il est alors nécessaire, dès la conception d'un nouvel alliage, d'avoir en tête ces facteurs, et de chercher à les optimiser en fonction de l'application voulue. La suite de ce premier chapitre vise donc, sur la base de cette présentation succincte des modes de durcissement dans les alliages  $\gamma/\gamma'$ , à présenter le développement de l'AD730™, matériau support de notre étude.

## Partie I3. Genèse de l'AD730™

Nous nous attacherons dans cette partie à décrire la genèse de l'AD730™. Quels étaient les enjeux de développement ? Quelles ont été les différentes étapes de sa conception et de son élaboration, notamment pour ce qui concerne l'ajustement de sa chimie ? Nous terminerons par quelques propriétés notables de ce nouvel alliage.

### I3.1. Objectifs de développement

Dans le contexte de l'augmentation des performances des turbines, il devient nécessaire de développer de nouveaux superalliages, capables de conserver d'excellentes propriétés mécaniques à des températures toujours plus élevées. Rappelons que l'alliage 718, très largement utilisé dans les turbines en raison de son excellent compromis entre propriétés mécaniques, coût de production et soudabilité (propriété importante pour la réparation de pièces ou l'assemblage de pièces complexes notamment) [Schafrik, 2001], [Paulonis, 2001], voit ses propriétés mécaniques se dégrader fortement à partir de 650°C, du fait de la transformation de la phase  $\gamma'$  (la phase durcissante de cet alliage) en phase  $\delta$  au-delà de 650°C [Brooks, 1988], [Devaux, 2008], [Jouiad, 2016].

D'autres alliages offrant de bonnes propriétés mécaniques à des températures plus élevées existent déjà, mais ceux-ci présentent un coût de production nettement plus élevé que l'alliage 718. Les alliages élaborés par métallurgie des poudres (N18 [Ducrocq, 1988], René88DT [Krueger, 1992], RR1000 [Hardy, 2004]) par exemple, possédant des fractions de phase  $\gamma'$  élevées (jusqu'à 58% pour le N18 [Wlodek, 1996]) ont des propriétés mécaniques suffisantes pour ce type d'applications, mais leur mode d'élaboration reste très coûteux. Les alliages élaborés par la voie conventionnelle « Cast & Wrought » (« coulé/forgé »), tels que l'U720Li, le Waspaloy, ou plus récemment le 718Plus, la série des TMW4 puis le René65, proposent chacun des combinaisons « coût de production / propriétés mécaniques », qu'il est encore possible d'améliorer.

En effet, l'U720Li, que l'on considérera comme la référence, conserve de très bonnes propriétés mécaniques jusqu'à plus de 700°C [Sczerzenie, 1984], [Bain, 1988], [Furrer, 2000], [Jain, 2000], mais est complexe à élaborer par la voie « coulé/forgé » en raison notamment de sa fraction volumique en  $\gamma'$  élevée (45%).

Les alliages TMW4 ont été développés au milieu des années 2000 à partir de l'U720Li, dans le but d'améliorer à la fois ses capacités en température, ainsi que sa capacité à être élaboré par la voie « coulé/forgé » [Cui, 2006], [Cui, 2009], [Zhong, 2011], [Zhong, 2012]. Si les propriétés mécaniques de ces alliages sont effectivement légèrement meilleures que celles de l'U720Li, leur coût est en revanche plus élevé : la fraction volumique élevée en phase  $\gamma'$  (49%), rendant compliquée

la mise en forme par la voie « coulé/forgé », ajoutée à une teneur en Cobalt (Co) très élevée (25 wt%) augmentent considérablement leur coût de production.

Le développement de l'alliage 718Plus conduit à un coût raisonnable en raison de sa composition proche de celle du 718. Sa température limite d'utilisation est supérieure d'environ 25°C par rapport à celle du 718 [Kennedy, 2005]. En revanche, comme celles de l'alliage 718, les propriétés mécaniques du 718Plus sont nettement inférieures à celles de l'U720Li ou du TMW4.

Le compromis « coût de production / propriétés mécaniques » reste donc difficile à optimiser, ce qui explique la volonté de conception de nouveaux alliages.

L'objectif principal du développement de l'AD730™ a donc été l'amélioration de ce compromis, en priorisant le cahier des charges suivant [Devaux, 2011], [Devaux, 2010], [Devaux, 2012] :

- Possibilité d'être élaboré par la voie « coulé/forgé »
- Forgeabilité plus importante que celles de l'U720Li ou des alliages TMW
- Propriétés mécaniques proches de celles de l'U720Li, et bien supérieures à celles du 718Plus
- Stabilité microstructurale dans une large plage de température (jusqu'à 750°C)
- Densité inférieure à celle du 718Plus ( $< 8,3 \text{ g.cm}^{-3}$ )
- Coût de production inférieur à ceux de l'U720Li et des alliages TMW

### **I3.2. Conception de l'alliage**

Le développement de l'AD730™ s'est largement appuyé sur des modélisations thermodynamiques. Le logiciel Thermo-Calc® a été utilisé pour modéliser l'équilibre du système Ni-Fe-Cr-Co-Mo-W-Al-Ti-Nb-B-Zr-C [Devaux, 2011], [Devaux, 2010], [Devaux, 2012].

Les données issues de la littérature croisées avec les modélisations Thermo-Calc® ont permis aux inventeurs de travailler sur l'influence des éléments chimiques sur chacun des paramètres du cahier des charges cité ci-dessus.

Le cahier des charges a ainsi pu être précisé : une fraction en  $\gamma'$  comprise entre 32% et 42%, de manière à obtenir un alliage possédant de bonnes propriétés mécaniques (supérieures à celles du 718Plus), tout en conservant une bonne forgeabilité (supérieure à celle des U720Li et TMW4). Le solvus- $\gamma'$  a également été limité, pour pouvoir forger l'alliage dans une large gamme de température (sub- et super-solvus). La stabilité de l'alliage à chaud étant un critère primordial, une grande importance a été portée au ratio (Ti+Nb)/Al, paramètre également important pour le durcissement par précipitation de la phase  $\gamma'$  et l'apparition ou non de phases TCP (type  $\mu$ ). Enfin, le coût de l'alliage (comprenant le prix du lit de fusion et la facilité de mise en œuvre) a été étudié avec attention.

Pour répondre à ce cahier des charges, 3 paramètres ont été examinés en détail, et ont permis l'élaboration de plusieurs nuances tests.

- *Étude de la teneur en Cobalt (Co)*

Le Cobalt étant l'un des éléments les plus coûteux du système analysé, limiter sa teneur dans l'alliage constitue un enjeu économique naturel. La littérature indique que le Co participe significativement au durcissement de la phase  $\gamma$ , jusqu'à des teneurs proches de 9-10% [Maurer, 1980], [Loomis, 1972], [Cao, 2004]. Augmenter la teneur en Co au-delà ne présenterait pas d'avantage supplémentaire significatif sur les propriétés mécaniques. Il a donc été décidé d'abaisser la teneur en Co, en le substituant par du Fer (Fe). En revanche, l'ajout de Fe dans l'alliage diminue sa stabilité à long-terme. Le Fe favorise notamment l'apparition de phase  $\sigma$ , ainsi que celle de phases aiguillées de type  $\eta$ . L'ajustement d'autres éléments est donc nécessaire pour contrebalancer cet effet.

- *Étude de la teneur en Molybdène (Mo) et en Tungstène (W)*

Le couple Mo+W participe également fortement au durcissement par solution solide de la matrice de l'alliage. En revanche, la présence de ces éléments en quantité trop importante entraîne l'apparition de phases TCP, ainsi qu'une hausse significative de la densité. Les teneurs de ces deux éléments ont donc été ajustées pour conserver une bonne tenue mécanique en s'affranchissant de ces phases délétères.

- *Étude de la teneur en éléments «  $\gamma'$ -gènes » : Aluminium (Al), Titane (Ti) et Niobium (Nb)*

L'intervalle de fraction volumique en  $\gamma'$  étant fixé, le ratio (Ti+Nb)/Al a été adapté de manière à rester dans cet intervalle tout en se plaçant dans une fenêtre où la phase  $\eta$   $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Nb})$  n'est pas censée apparaître.

Cette étude a mené à l'élaboration industrielle de plusieurs nuances, appelées notamment Ni30, Ni33 et Ni40. Suite à plusieurs tests, allant de la traction, au fluage, en passant par la forgeabilité (étude de la striction lors d'essais de traction très rapide ( $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ )), la chimie de l'alliage a été fixée pour donner l'AD730™ (Tableau I-3) [Devaux, 2012]. Certains ajustements ont été effectués par rapport aux nuances d'études : par exemple, le ratio (Ti+Nb)/Al a été abaissé par rapport à ceux de Ni30 et Ni33, de manière à éviter toute formation de phase  $\eta$  (Figure I-30). La diminution du durcissement apporté par la phase  $\gamma'$  suite à la diminution de ce ratio a été contrebalancée par l'augmentation de la teneur en W dans l'alliage, augmentant le durcissement de la phase  $\gamma$ .

Enfin, un solvus- $\gamma'$  à une température proche de 1100°C était recherché [Masoumi, 2016a], de manière à pouvoir forger l'alliage en conditions subsolvus et supersolvus. La teneur en Al a donc été légèrement augmentée, entraînant donc un ajustement des teneurs en Ti et Nb pour conserver le ratio (Ti+Nb)/Al voulu.

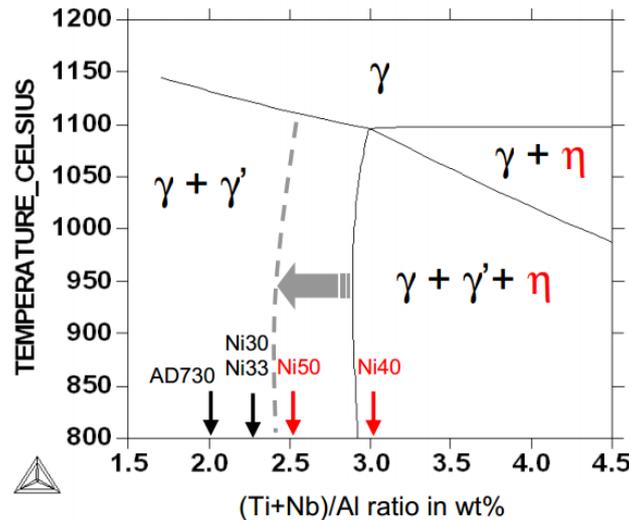


Figure I-30 : Diagramme de phases en fonction du ratio (Ti+Nb)/Al wt% calculé avec le logiciel Thermo-Calc®, à partir des compositions du Tableau I-3 [Devaux, 2012]

Tableau I-3 : Compositions chimiques (en pourcentage massique wt%) de l'AD730™ et des nuances dont il découle [Devaux, 2012]

Éléments	Ni	Fe	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	B	C	Zr	Ti + Nb		Présence de phase $\eta$ -Eta
													Al	Al	
Ni30	Base	5	9	15,2	3	2,5	2,0	3,5	1	0,01	0,015	0,03	2,25	Al	Non
Ni33	Base	3,2	9,2	14,8	2,9	2,3	2,3	4	1,3	0,01	0,015	0,03	2,3	Al	Non
Ni40	Base	5	9	15,3	3	2,5	1,75	3,9	1,3	0,01	0,010	0,03	3	Al	Oui
AD730™	Base	4	8.5	15,7	3,1	2,7	2,25	3,4	1,1	0,01	0,015	0,03	2	Al	Non

### I3.3. Propriétés

Une fois la chimie de l'alliage complètement fixée, plusieurs essais ont été réalisés de manière à confirmer les bonnes aptitudes du nouvel alliage à répondre au cahier des charges déterminé.

#### I3.3.1. Coût de l'alliage

La partie « coût » d'un alliage comprend au moins deux paramètres : premièrement, le prix du lit de fusion de l'alliage (soit le coût de la matière première), mais aussi le coût de fabrication. En particulier, la capacité de l'alliage à être mis en forme facilement a été examinée.

Une étude de l'évolution du coût des matières premières sur plusieurs années confirme le bon positionnement de l'alliage par rapport à ses concurrents (Figure I-31).

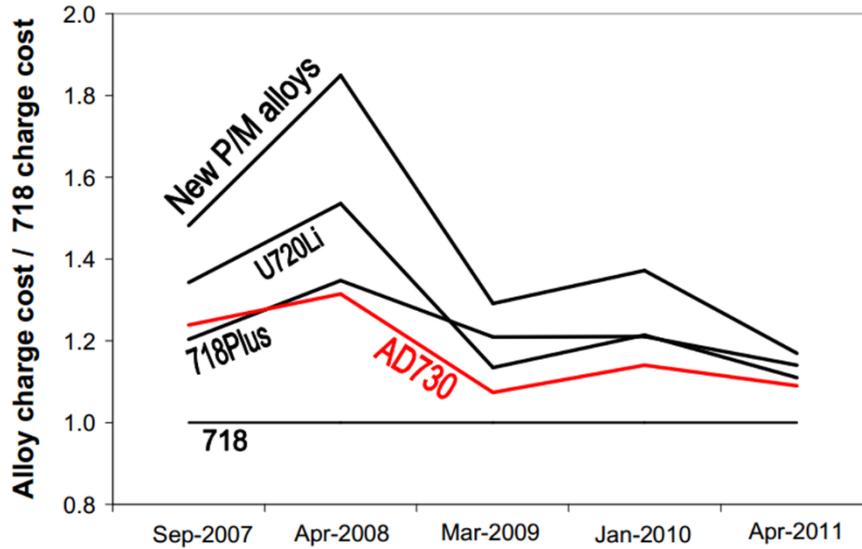


Figure I-31 : Coûts en matières premières de différents alliages coulés/forgés rationalisés à celui de l'alliage 718, sur une période de 4 ans [Devaux, 2012]

Des tests de forgeabilité ont été réalisés sur des échantillons d'AD730™, et comparés à plusieurs nuances concurrentes. Ces tests consistent en des essais de traction à haute température (de 1040°C à 1220°C) et forte vitesse de déformation ( $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ). La striction est examinée lors de ces essais. Un alliage est considéré comme forgeable lorsque la striction mesurée lors de ce type d'essais est supérieure à environ 55%.

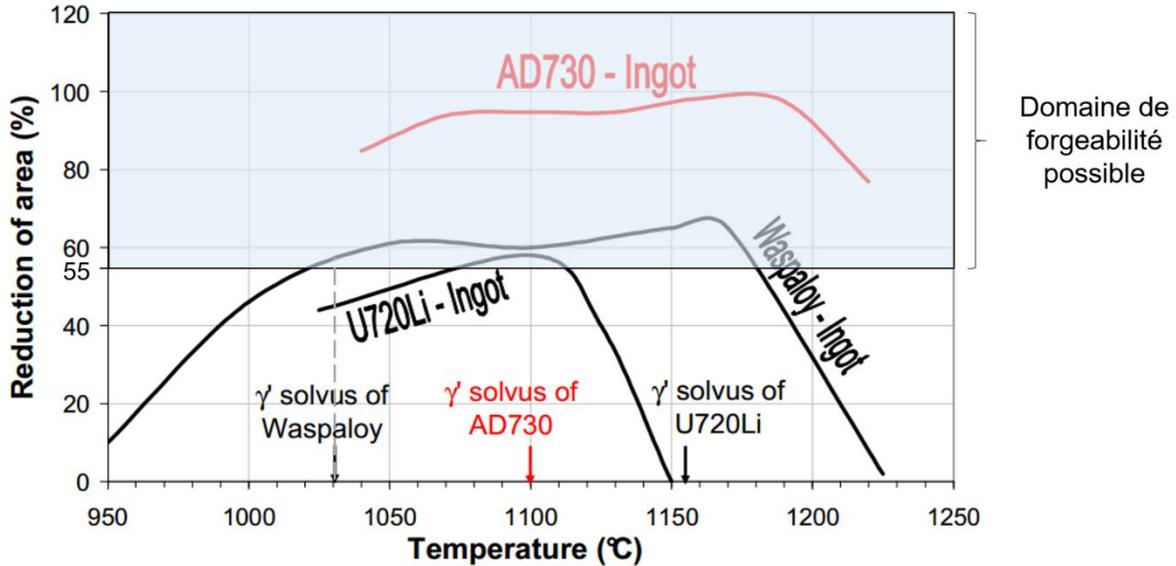


Figure I-32 : Étude comparative de la forgeabilité de l'AD730™ par rapport à ses concurrents lors d'essais de traction rapide à haute température sur lingots (Adaptée de [Devaux, 2012])

La plage de température autorisant une forgeabilité raisonnable est plus élevée pour l'AD730™ que pour l'U720Li et le Waspaloy (Figure I-32). De plus, cette plage de température autorise le forgeage de l'alliage dans des conditions supersolvus et subsolvus  $\gamma'$ . Cette large plage de forgeabilité permet de casser plus facilement la structure brute de coulée lors de forgeages en conditions

supersolvus, ou de raffiner correctement la microstructure lors de forgeages en conditions subsolvus.

Cette particularité n'est pas le cas de l'alliage Waspaloy, qui est difficile à forger subsolvus  $\gamma'$ , rendant ainsi compliquée l'obtention de structures granulaires fines (> ASTM 8). L'U720Li ne possède pas non plus cette caractéristique : cet alliage est très difficile à forger à des températures supérieures au solvus  $\gamma'$ . Les structures granulaires obtenues dans la plage de forgeage disponible sont donc hétérogènes. Il est alors nécessaire d'appliquer des déformations importantes pour obtenir une structure granulaire acceptable, ce qui complexifie les gammes de conversion.

L'AD730™ respecte donc bien le cahier des charges fixé au niveau du coût de production : son coût en matière première est inférieur à nombre de ses concurrents, et cet alliage est a priori relativement simple et économique à mettre en forme.

De plus, il a été montré récemment que, contrairement à certains de ses concurrents, notamment l'U720Li, il était possible d'élaborer l'AD730™ par des coulées de tailles plus importantes (lingots pouvant aller jusqu'à 25 pouces de diamètre (~ 64 cm)) sans constater de diminution des propriétés de l'alliage. Ce point devrait réduire significativement le coût du demi-produit (billet) et améliorer encore le compromis coût de production / propriétés mécaniques [Crozet, 2016].

### 13.3.2. Stabilité microstructurale

L'un des objectifs de développement de l'AD730™ était l'obtention d'un alliage stable métallurgiquement, sur une large plage de température. En particulier, d'importants efforts ont été réalisés pour éviter la précipitation de phases nocives, type TCP ou phase  $\eta$ .

Le paramètre  $Md^*$ , utilisé pour représenter la stabilité microstructurale d'un alliage [Morinaga, 1984], a été contrôlé minutieusement. Plus ce paramètre présente une valeur faible, plus l'alliage sera stable à une température donnée. L'alliage a été développé de manière à présenter un paramètre  $Md$  aussi faible que celui du 718 (Figure I-33).

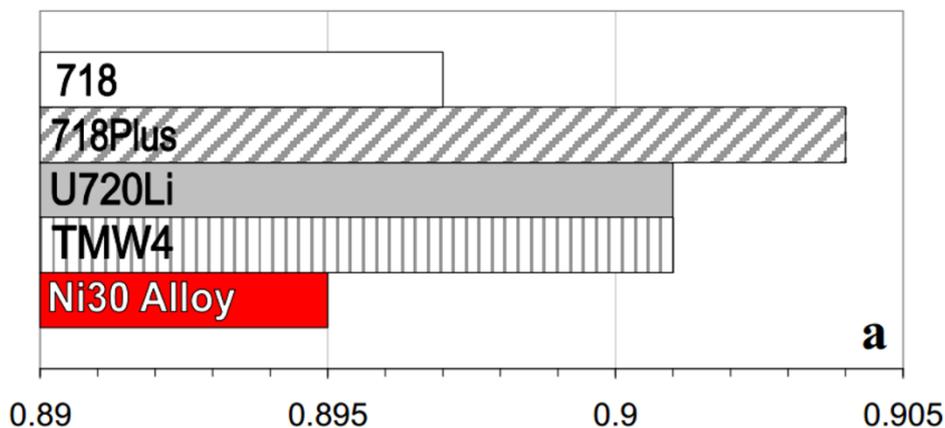


Figure I-33 : Paramètre  $Md$  à 700°C de la nuance Ni30 comparée à plusieurs alliages concurrents, calculé à partir de Thermo-Calc® [Devaux, 2011]

\*  $Md(T) = \sum x_i Md_i$ , où  $x_i$  correspond à la teneur atomique en élément  $i$  de la matrice  $\gamma$  à la température  $T$ , et  $Md_i$  est le niveau d'énergie de l'orbitale  $d$  de l'élément  $i$  considéré

Expérimentalement, des traitements thermiques de survieissement métallurgique ont été réalisés, notamment à 750°C pendant 3000 h. À l'issue de ces essais, aucune phase TCP n'a été observée. Une faible augmentation de la taille des précipités  $\gamma'$  a été notée, entraînant une légère chute des propriétés mécaniques. À noter cependant que cette chute des propriétés mécaniques est plus faible que celles observées pour le Waspaloy ou l'U720Li [Devaux, 2012]. La très bonne stabilité métallurgique de l'alliage est donc confirmée.

### I3.3.3. Propriétés mécaniques

Deux versions de ce matériau ont été étudiées : une version Grains Fins (GF) et une version Gros Grains (GG). Les traitements thermiques à appliquer pour ces deux versions ont été ajustés de manière à optimiser le compromis « propriétés en traction et fatigue pure / propriétés en fluage et fissuration ».

Le traitement thermique retenu pour la version Grains Fins de l'AD730™ est le suivant : mise en solution à 1080°C pendant 4h suivie d'une trempe à l'huile sur pièce ( $\sim 300^\circ\text{C}/\text{min}$ ), et vieillissement à 730°C / 8 h [Devaux, 2012], [Devaux, 2014a] (Figure I-34).

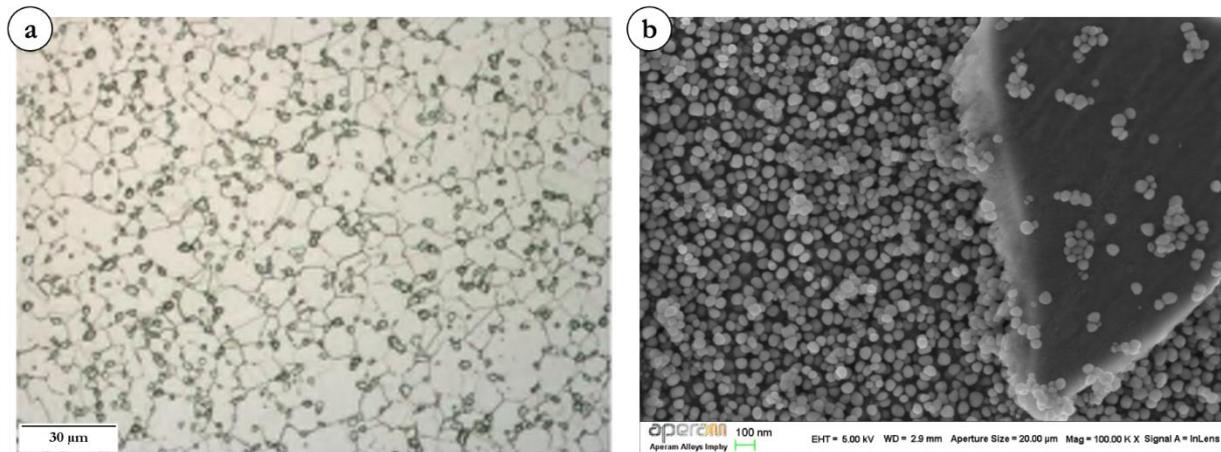


Figure I-34 : Microstructure de la version Grains Fins de l'AD730™

(a) Structure granulaire [Devaux, 2014a]

(b) Structure de précipitation  $\gamma'_{II}$  [Devaux, 2012]

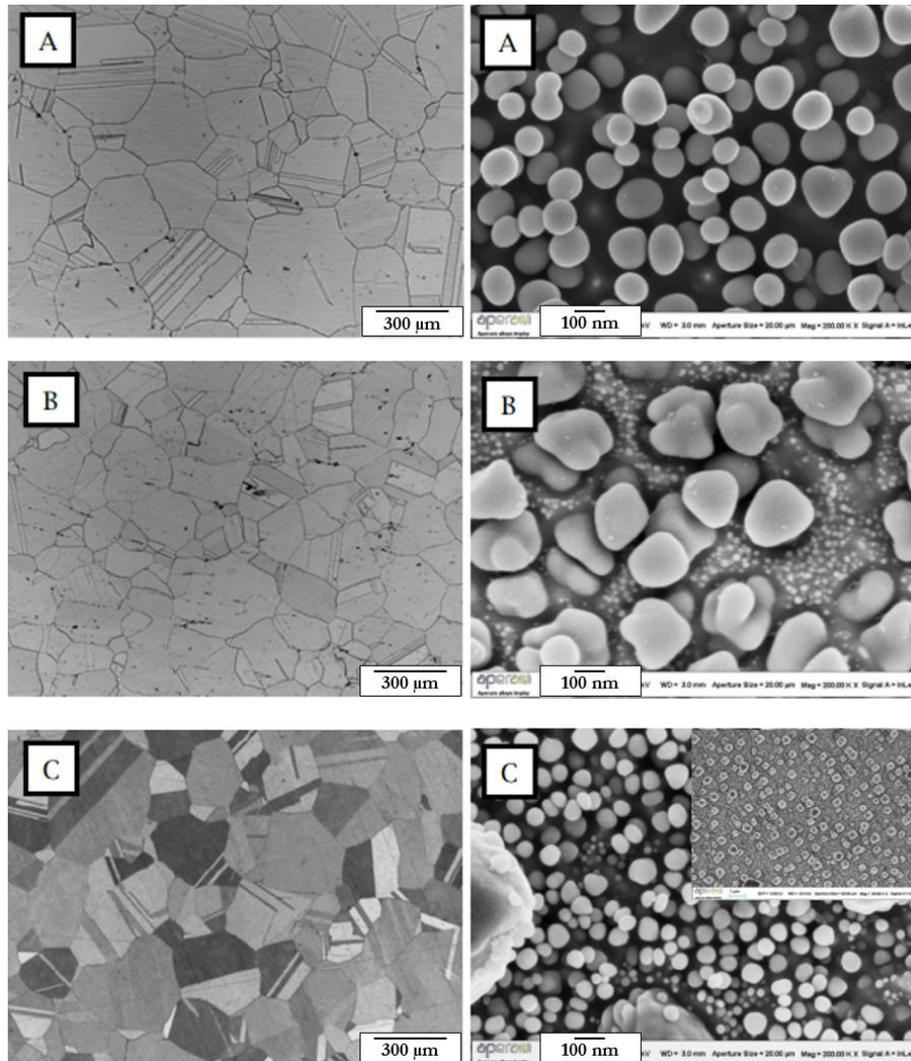
Le traitement thermique de la version Gros Grains était encore à l'étude au début de notre étude [Devaux, 2014b]. Trois options ont été testées sur pièce. Les résultats des essais mécaniques issus de ces traitements thermiques sont présentés ci-après (I3.3.3.b et I3.3.3.c).

Ces traitements thermiques correspondant sont détaillés dans le Tableau I-4 ci-après, issu de [Devaux, 2014b].

**Tableau I-4 : Détails des trois traitements thermiques à l'étude pour la version Gros Grains de l'AD730™ [Devaux, 2014b]**

Reference	Solution heat-treatment	Aging	Grain size	Intragranular $\gamma'$ diameter
A	1120 °C/4h/Oil Quench (85 °C/min)	840 °C/16h/Air	ASTM 1.5	114 nm
B	1120 °C/4h/Gas Quench (60 °C/min)	760 °C/16h/Air	ASTM 1.5	184 nm and 24 nm
C	1120 °C/4h/Air Cooled (25 °C/min) 1080 °C/4h/Oil Quench (100 °C/min)	760 °C/16h/Air	ASTM 1.5	478 nm, 65 nm and 24 nm and 24 nm

Les microstructures obtenues suite à ces traitements thermiques sont présentées en Figure I-35.



**Figure I-35 : Observations micrographiques de l'AD730™ dans sa version Gros Grains - Étude des traitements thermiques A, B et C (Adapté de [Devaux, 2014b])**

Quelques propriétés de l'alliage ont ensuite été examinées, de manière à mieux connaître ce matériau nouvellement développé.

### ***13.3.3.a. Fraction molaire de la phase $\gamma'$***

L'alliage étudié étant durci par précipitation, il est important de connaître la fraction molaire de la phase  $\gamma'$ , paramètre qui va conditionner ses propriétés d'usage.

Celle-ci a été calculée avec le logiciel Thermo-Calc® à partir de la composition chimique précisée dans le Tableau I-3 (Figure I-36). On note en particulier pour la suite de l'étude que la fraction

molaire de l'AD730™ à 700°C est d'environ 35-37%, et à 850°C d'environ 34%. Cette figure montre de plus clairement le positionnement « intermédiaire » de l'AD730™ par rapport aux nuances 718Plus et U720.

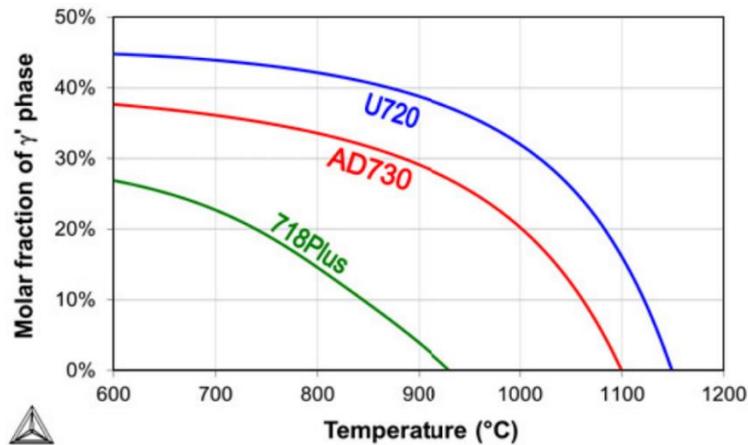


Figure I-36 : Fraction molaire en phase  $\gamma'$  en fonction de la température calculée à partir du logiciel Thermo-Calc® pour 3 superalliages C&W [Devaux, 2014a]

### I3.3.3.b. Propriétés en traction monotone

Premièrement, plusieurs essais de traction monotone ont été effectués, à différentes températures (Figure I-37).

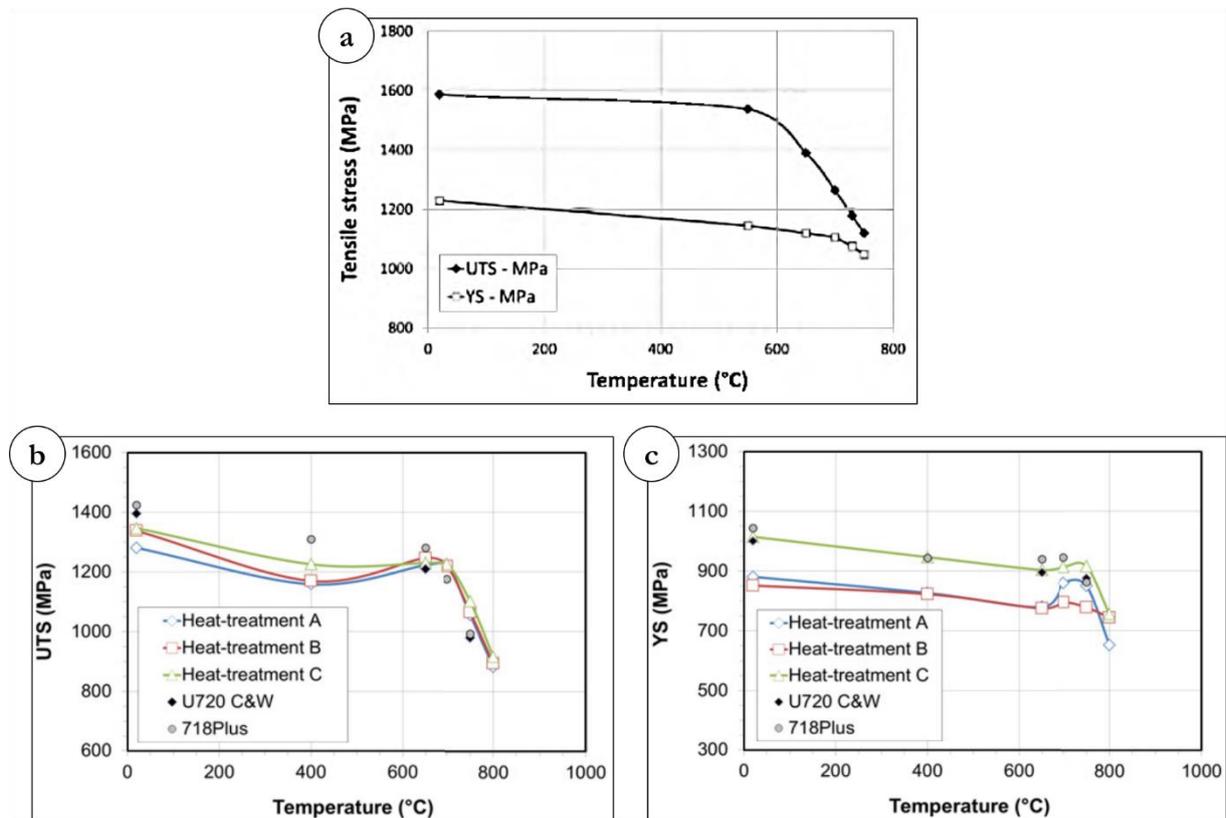


Figure I-37 : Propriétés en traction monotone de l'AD730™  
(a) Dans sa version Grains Fins [Devaux, 2014a]  
(b) et (c) Dans sa version Gros Grains [Devaux, 2014b]

Les limites d'élasticité mesurées correspondent au cahier des charges fixé, à savoir proche de celles de l'U720Li. On remarque que, comme attendu, quel que soit le TTh appliqué, la version Gros Grains présente des propriétés statiques inférieures à celles de la version Grains Fins.

### ***13.3.3.c. Propriétés en fluage isotherme***

Les disques de turbine sont d'une part sollicités en traction et en fatigue à cœur, mais aussi en fluage au niveau de la couronne du disque. Des tests sur les deux versions de l'alliage ont donc été effectués pour évaluer les tenues au fluage de ces deux versions.

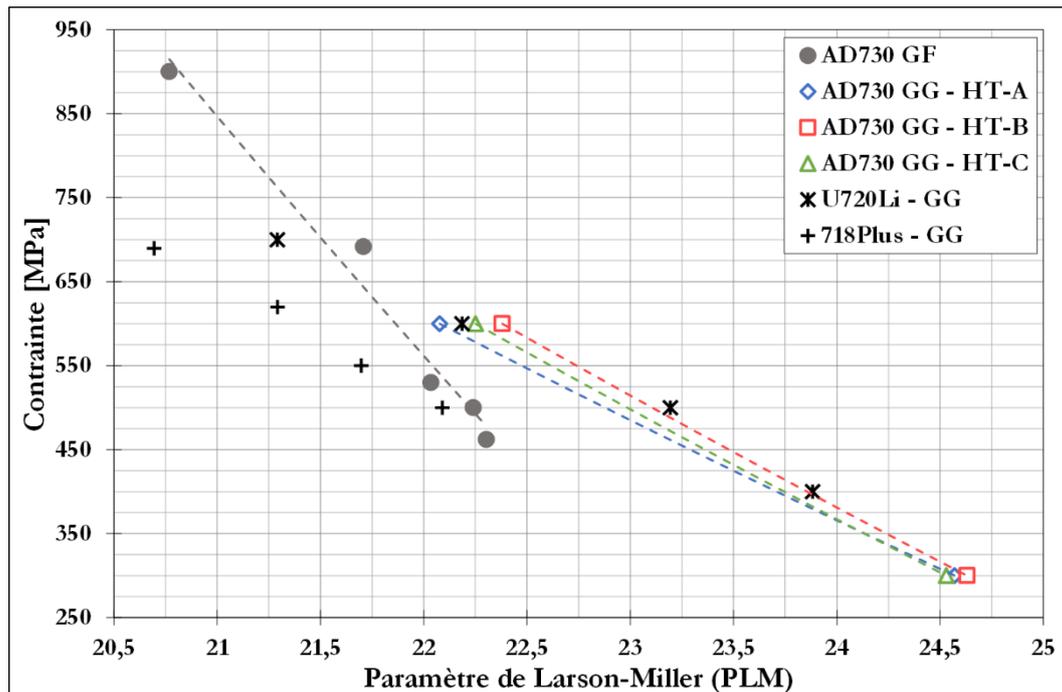


Figure I-38 : Paramètre de Larson-Miller (PLM) en fonction de la contrainte appliquée de l'AD730™ (adapté de [Devaux, 2014a] et [Devaux, 2014b]) – Comparaison avec deux autres superalliages coulés/forgés (dans leur version « gros grains »)

La Figure I-38 présente les résultats obtenus avec une approche de type Larson-Miller (voir III.1.1). On constate, comme attendu, une nette amélioration des propriétés en fluage de la version Gros Grains par rapport à la version Grains Fins (en particulier en conditions {basses contraintes/hauts températures}), ainsi qu'un bon placement de l'AD730™ par rapport à ses concurrents (en version GG, par rapport à l'U720Li GG et au 718Plus GG).

## **13.4. Étude de la faisabilité d'une version « duale » de l'alliage**

### **13.4.1. Microstructures « duales »**

Un disque de turbine subit des sollicitations élevées (fortes contraintes) de type « fatigue », à des températures moyennes (~ 500°C) au niveau de l'alésage, qui sont associées à des sollicitations de type fluage, à des contraintes moins élevées, mais à plus haute température au niveau de la jante (Figure I-39).

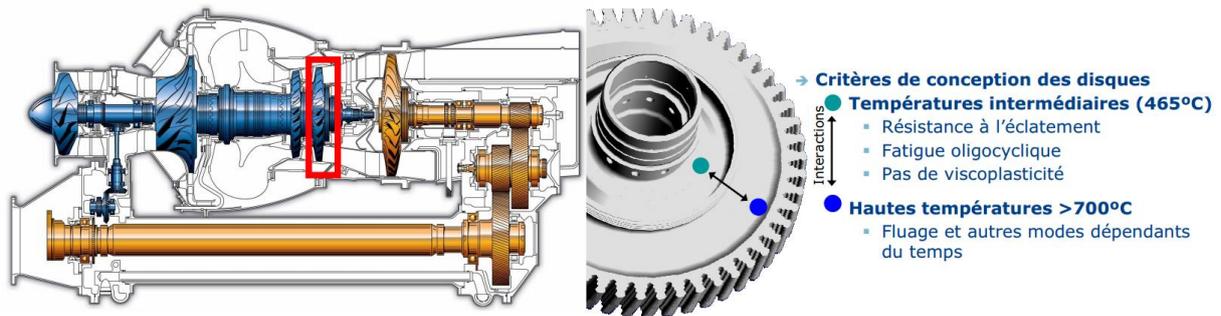


Figure I-39 : Critères de dimensionnement d'un disque de turbine HP [Larrouy, 2014]

Par le passé, les disques de turbines étaient dimensionnés principalement pour résister à l'éclatement et en fatigue. L'augmentation des températures d'entrée de turbine entraîne une augmentation significative des sollicitations de type fluage en périphérie de disque. Cette évolution conduit à l'étude de solutions permettant de satisfaire ces différents critères en fonction de la localisation dans le disque.

L'une des voies les plus prometteuses est la mise en place d'un traitement thermique particulier, permettant l'obtention d'une microstructure présentant un gradient de taille de grains à partir de la couronne. La microstructure sera alors adaptée aux variations locales de températures et de modes de sollicitations.

Ce type de microstructure à gradient de taille de grains, appelée « duale », a été étudié et développé ces 15 dernières années, notamment par les équipes de Gayda et al. sur le LSHR [Gayda, 2001], [Gayda, 2004], [Gabb, 2011], de Mitchell et al. sur le RR1000 [Mitchell, 2008] et de Ning et al. sur le FGH 4096 [Ning, 2013], tous ces alliages étant issus de la métallurgie des poudres.

Ces études ont permis de développer un nouveau type de traitement thermique, appelé DMHT (« Dual Microstructure Heat Treatment », ou GTHT pour « Gradient Temperature Heat Treatment »), donnant lieu à une microstructure présentant le gradient de taille de grains recherché (Figure I-40).

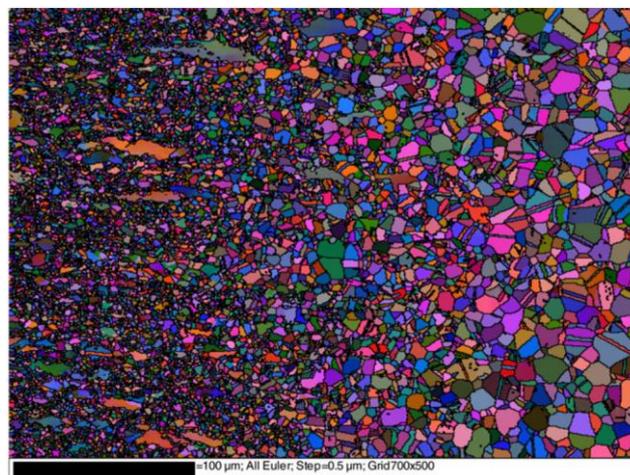


Figure I-40 : Cartographie EBSD d'une microstructure duale obtenue sur un superalliage pour disques de turbine : le FGH 4096 [Ning, 2013]

### I3.4.2. Microstructure duale sur de l'AD730™

Une étude est actuellement en cours, en collaboration entre l'École de Technologie Supérieure (ETS) de Montréal, Aubert & Duval et l'Institut Pprime, sur la conception de versions « duales » de plusieurs superalliages polycristallins pour disque de turbine, élaborés par la voie « Coulé / Forgé » : l'U720Li et l'AD730™ [Taboada Michel, 2016].

La faisabilité de telles structures sur ces deux alliages a été démontrée, par la réalisation de disques dont le diamètre dépasse les 200 mm. Le procédé utilisé ne peut être dévoilé dans ce document pour des raisons de confidentialité.

La Figure I-41 présente le type de gradient de taille de grains obtenu.

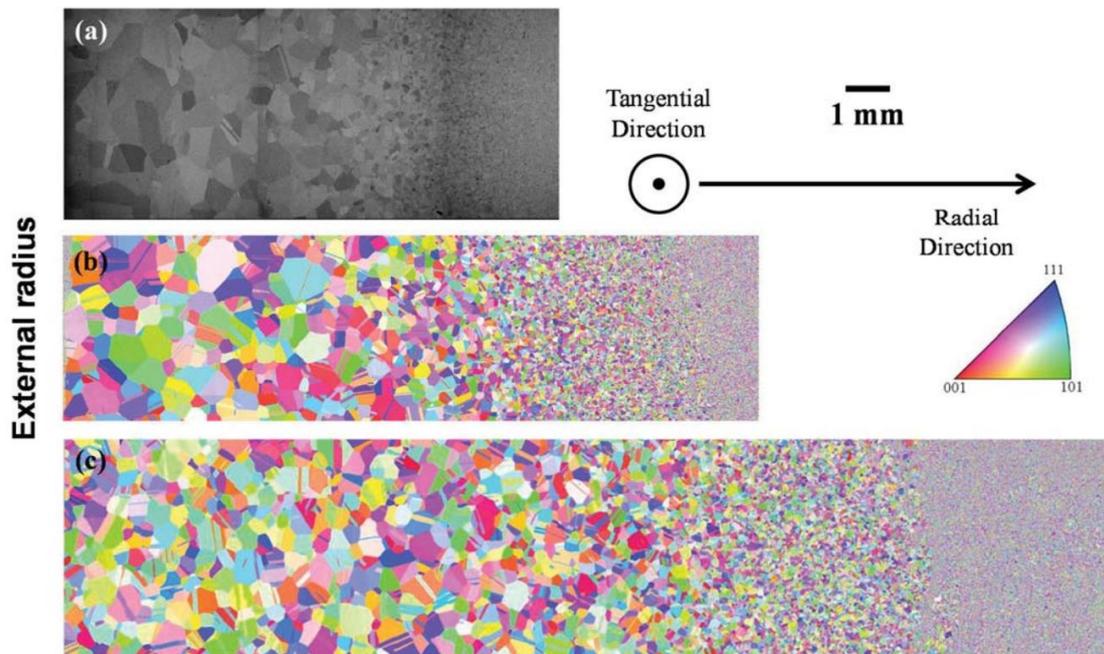


Figure I-41 : Variation de la taille de grains à mi-hauteur dans des disques de 126 mm de diamètre en U720Li (a), et AD730™ (b), et de 224 mm de diamètre en AD730™ (c) (Observations au MEB-FEG (a) et cartographies EBSD (b) et (c)) [Taboada Michel, 2016]

L'étude de la microstructure de précipitation au sein de ces structures montre que les fractions volumiques en  $\gamma'$  sont proches de celles des alliages « parents ».

Les propriétés mécaniques testées sont la traction et la fatigue pure. Les premiers essais sont encourageants, les résultats obtenus étant également proches de ceux des alliages « parents », dans leurs versions grains fins et gros grains relativement à la zone du disque « dual » testée.

Les propriétés en fluage ont également été étudiées, notamment à 850°C / 300 MPa (Figure I-42) :

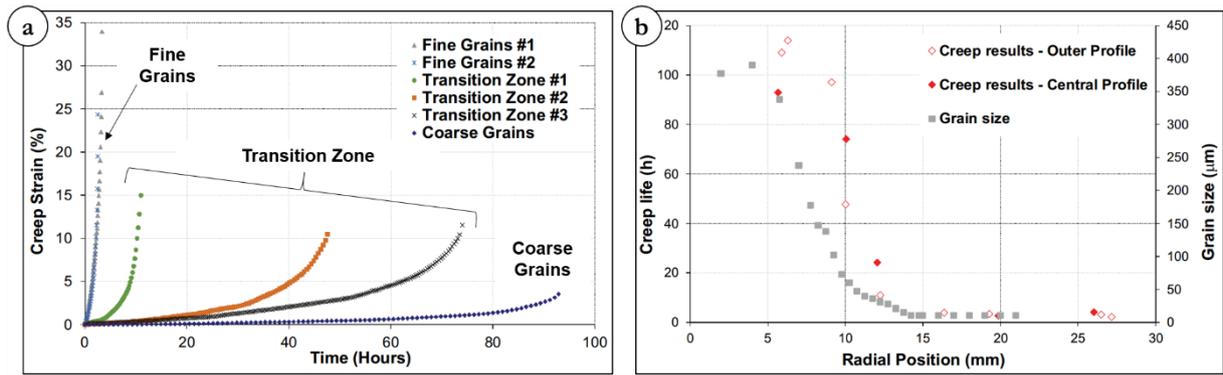


Figure I-42 : Résultats des essais de fluage à 850°C / 300 MPa réalisés sur des échantillons issus d'un disque « dual » d'AD730™ (Adapté de [Taboada Michel, 2016])

- (a) Courbes déformation - temps
- (b) Représentation de la durée à rupture et de la taille de grains en fonction de la position radiale dans le disque

Au-delà de la notion de structure duale, cette figure démontre la très forte influence de la taille de grains sur les propriétés de l'alliage dans les conditions testées. Ce point sera développé dans le Chapitre III.

L'AD730™ est un nouveau superalliage base Nickel développé par Aubert & Duval en particulier pour la composition de disques dans des turbines de nouvelle génération. Il a donc été conçu pour conserver ses bonnes propriétés mécaniques et métallurgiques dans une large gamme de températures. Les aspects économiques ont également été au cœur du développement de l'alliage, de manière à créer une nuance offrant la meilleure combinaison possible entre propriétés mécaniques et coût d'élaboration.

Pour cela, le logiciel de simulation thermodynamique Thermo-Calc® a été utilisé, permettant en particulier de se placer dans un domaine de composition n'entraînant pas la formation de phases nocives, telles que les phases TCP ou encore la phase  $\eta$ .

La composition chimique finale de l'alliage a été ajustée suite aux premiers essais réalisés sur coulées industrielles.

Les premiers essais mécaniques réalisés sur ce nouvel alliage démontrent des propriétés mécaniques prometteuses, dans la version Grains Fins comme dans la version Gros Grains.

Une caractérisation plus complète des propriétés mécaniques de l'alliage reste à réaliser, notamment dans le domaine de températures à la limite de capacité de l'alliage (700°C et plus), où les propriétés viscoplastiques vont jouer un rôle prépondérant. L'alliage étant développé dans les deux versions (GG et GF), il est également important de prendre en compte l'influence de la taille de grains, mais aussi de la microstructure de précipitation de phase  $\gamma'$ , ainsi que de la morphologie et de la nature des joints de grains.

Le chapitre suivant va présenter les moyens expérimentaux mis en jeu pour investiguer les relations entre ces propriétés viscoplastiques et différents paramètres microstructuraux.

## **- Chapitre II -**

# **Matériau et dispositifs expérimentaux**

Ce chapitre a pour objectif de présenter les techniques expérimentales utilisées pour cette étude. En particulier, les moyens mis en œuvre pour caractériser la microstructure du matériau, de la préparation des échantillons à l'analyse des images MEB, seront détaillés. Les moyens d'essais mécaniques seront à leur tour décrits.

La seconde partie de ce chapitre est consacrée à la présentation des différents « états matière » disponibles au début de l'étude, puis à l'analyse des différentes microstructures établies par traitements thermiques spécifiquement pour cette étude dans le but d'étudier séparément l'influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés d'usage de l'alliage.

<b>- Chapitre II - Matériau et dispositifs expérimentaux .....</b>	<b>53</b>
<b>Partie III. Procédures expérimentales .....</b>	<b>55</b>
II1.1. Techniques de caractérisation.....	55
II1.1.1. Préparation des échantillons .....	55
II1.1.2. Microscopie électronique à balayage.....	56
II1.1.3. Analyse dispersive en énergie (EDS ou EDX).....	56
II1.1.4. Diffraction des électrons rétrodiffusés (ou Electron Back Scattered Diffraction : EBSD).....	57
II1.1.5. Microscopie Électronique en Transmission (MET).....	58
II1.1.6. Analyse d'images .....	59
II1.1.7. Analyse Thermogravimétrique (ATG) .....	62
II1.2. Moyens d'essais mécaniques .....	63
II1.2.1. Éprouvettes utilisées.....	63
II1.2.2. Essais de fluage isotherme sous air .....	64
II1.2.3. Essais de traction, fatigue et fatigue – temps de maintien sous air.....	65
II1.2.4. Essais mécaniques sous vide.....	67
II1.2.5. Calibration en température .....	67
<b>Partie II2. Matériau .....</b>	<b>69</b>
II2.1. Matière disponible pour l'étude et prélèvements .....	69
II2.1.1. Lopins forgés « SMX ».....	69
II2.1.2. Demi-disque brut de forge.....	70
II2.1.3. Monograins d'AD730™ .....	70
II2.2. Microstructures de l'étude .....	72
II2.2.1. Microstructure à grains fins .....	72
II2.2.2. Microstructure à Gros Grains .....	78
II2.2.3. Monograins.....	84
II2.2.4. Synthèse.....	91

## Partie III. Procédures expérimentales

### III.1. Techniques de caractérisation

Cette étude nécessite la caractérisation et l'analyse à différentes échelles de la microstructure de l'alliage, ainsi que des mécanismes de déformation et d'endommagement. Pour cela, différentes techniques de caractérisation ont été utilisées.

#### III.1.1. Préparation des échantillons

Avant toute chose, chaque échantillon à observer a été poli au papier SiC jusqu'au grade 4000, puis au spray diamanté jusqu'au grade 1  $\mu\text{m}$ .

Cet état de polissage n'est pas satisfaisant pour l'observation et l'analyse de la microstructure de précipitation  $\gamma'$ . Il est donc nécessaire de procéder à une étape supplémentaire de façon à pouvoir analyser les différentes phases en présence. Deux procédures très différentes et complémentaires ont été utilisées.

La première est un polissage électrolytique à l'aide d'une solution électrolytique A3 (méthanol, 2-butoxyéthanol + acide perchlorique). Les conditions de polissage électrolytique utilisées pour cette étude sont les suivantes : tension de 45V appliquée pendant 6 s, à une température d'environ 6-8°C (solution conservée au réfrigérateur). Ce polissage permet entre autre de réduire l'écroissage résiduel dû au polissage mécanique. Les grains sont de plus révélés lors d'observations au MEB en mode électrons rétrodiffusés.

La deuxième est une attaque chimique à « l'eau régale » (2/3 HCl + 1/3 HNO<sub>3</sub>). Cette solution chimique attaque la phase  $\gamma'$  sans dégrader la matrice  $\gamma$ .

Ces deux procédures peuvent être appliquées sur un même échantillon de manière à pouvoir réaliser toutes les observations (taille de grains sur la partie seulement polie électrolytique et précipitation  $\gamma'$  sur la partie polie électrolytique et attaquée chimiquement) en même temps, comme l'illustre le schéma en Figure II-1 :

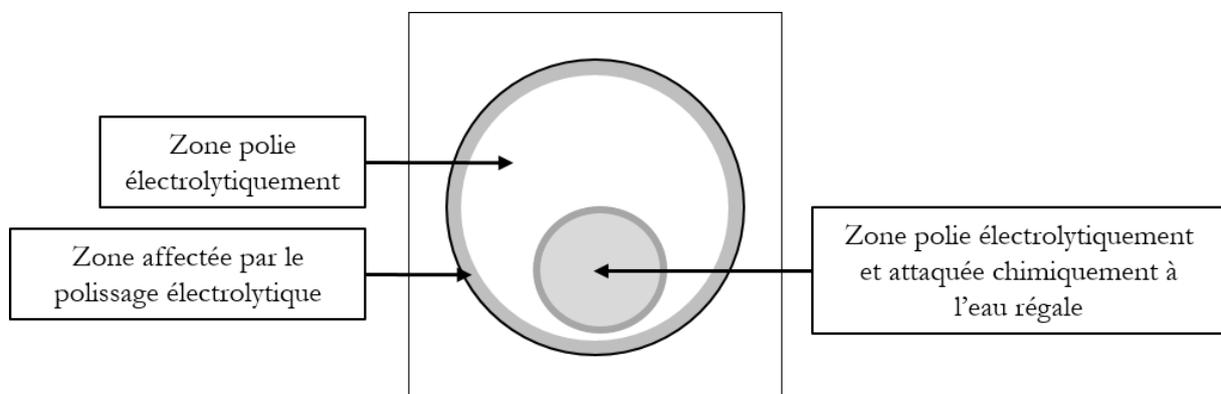


Figure II-1 : Schéma d'une préparation type d'un échantillon pour observations au MEB-FEG

### **III.1.2. Microscopie électronique à balayage**

Le principe général d'un MEB est basé sur la formation de l'image d'un objet à partir des signaux réémis par la zone « balayée » par un faisceau d'électrons dont la taille et les déplacements sont maîtrisés. Les électrons générés au sein du canon par un filament sont accélérés dans la colonne pour atteindre l'échantillon placé dans la chambre sous vide. L'interaction électrons-échantillon produit entre autres des rayons X, des électrons secondaires et des électrons rétrodiffusés. Ces rayonnements et particules sont captés par un ou plusieurs détecteurs et utilisés pour former une image. Pour les observations n'exigeant pas de résolution importante à fort grandissement, un MEB à filament de tungstène, dit MEB Conventionnel, le JEOL 6400 a été utilisé. Les images sont généralement prises sous une tension d'accélération de 25 kV avec un courant de sonde allant de  $10^{-9}$  à  $10^{-10}$  A. Les observations réalisées sur ce MEB concernaient principalement l'analyse des faciès de rupture d'éprouvettes ayant subi des sollicitations mécaniques. Des observations en électrons rétrodiffusés ont également été effectuées. Dans ce cas, le courant de sonde est augmenté, dans le but d'éjecter plus d'électrons rétrodiffusés vers le détecteur.

La caractérisation de la microstructure de précipitation, plus fine, ainsi que l'analyse des mécanismes de déformation et d'endommagement à l'échelle de la microstructure de précipitation, nécessite une meilleure résolution et de plus forts grandissements. Le MEB conventionnel devient insuffisant, nous avons donc utilisé un MEB-FEG (Field Emission Gun, ou canon à émission de champ) : le JEOL 7000F. La taille de sonde sur ce type de MEB est nettement plus petite, ce qui permet la réalisation d'images de bonne résolution à des grandissements élevés (jusqu'à x 100000) (tension d'accélération de 25 kV sur ce MEB également).

### **III.1.3. Analyse dispersive en énergie (EDS ou EDX)**

Des analyses EDS, ou *Energy Dispersive X-Ray Spectrometry*, ont été réalisées sur un MEB conventionnel JEOL 6100 (tension d'accélération réglée classiquement à 25 kV). Le détecteur EDS utilisé est un détecteur au silicium (ou « Silicon Drift Detector ») Bruker AXS de type « Silicon Drift », le logiciel associé est le logiciel Esprit.

Le principe d'une telle analyse est de récupérer les photons X émis lors de la rencontre entre le faisceau électronique incident et les atomes de la surface de l'objet. Chaque émission correspond à une transition électronique entre niveaux de cœur de l'atome. Ainsi, à chaque élément chimique est associé un spectre spécifique en émission d'énergie. Le traitement des signaux X récupérés correspond au tri des photons par énergie, puis à l'attribution de chaque photon détecté à l'élément chimique correspondant. Le comptage des photons en fonction de leur énergie permet de plus de réaliser des mesures quantitatives des éléments chimiques présents, et ce de manière très localisée.

Il est cependant important de noter que les photons X de trop basses énergies ne sont pas détectés, et donc les éléments ayant un faible numéro atomique tels que H, He, Li, Be ou B ne sont donc pas détectables par ce type de moyen de caractérisation. Les analyses des éléments O et N sont, de ce fait, seulement qualitatives.

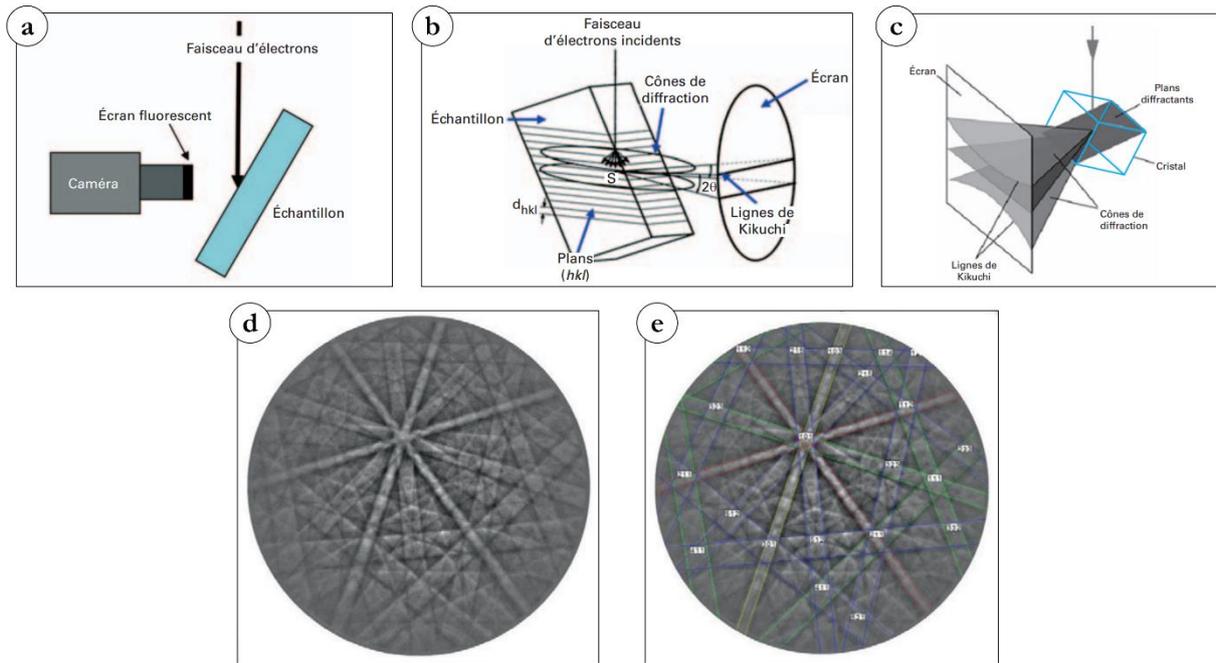
#### **II1.1.4. Diffraction des électrons rétrodiffusés (ou Electron Back Scattered Diffraction : EBSD)**

L'étude des orientations cristallines, et plus globalement des textures cristallographiques d'un alliage est capitale dans l'analyse et la compréhension des mécanismes de déformation et d'endommagement, la taille de grains ainsi que les joints de grains jouant un rôle prépondérant dans ces processus.

Dans le cadre de cette étude, la technique EBSD (ou Electron Back Scattered Diffraction, diffraction des électrons rétrodiffusés) a été employée. Cette méthode est ici couplée à un MEB conventionnel (JEOL 6100), dont la tension d'accélération était de 25 kV.

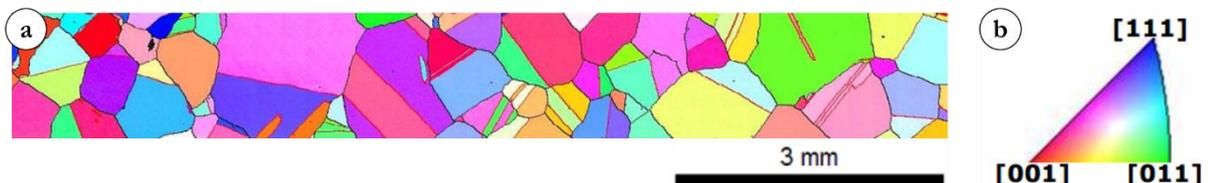
Cette technique consiste en l'acquisition par une caméra CCD de diagrammes de diffraction (appelés diagrammes de Kikuchi) se formant sur un écran fluorescent (phosphore) (Figure II-2.a.). Ces diagrammes résultent de l'interaction entre les électrons incidents et la matière analysée : lorsque ces électrons viennent interagir avec le matériau, certains sont diffractés dans les conditions particulières de Bragg suivant certaines familles de plans réticulaires. Les cônes de diffraction formés par ces électrons sont interceptés par un écran phosphore. Un diagramme de Kikuchi est caractérisé par une multitude de bandes (paires de lignes apparaissant droites sur l'écran, du fait de la très grande ouverture des cônes de diffraction) (Figure II-2.b. et Figure II-2.c.).

Les diagrammes de Kikuchi dépendent donc des symétries du réseau cristallin du matériau analysé, et correspondent à son orientation cristallographique locale. Ces diagrammes sont indexés de manière à relier l'orientation cristalline de chaque grain à des axes macroscopiques (Figure II-2.d. et Figure II-2.e.), associés à la platine porte-objet. L'utilisateur choisit l'axe qui convient le mieux à son étude. Lors de la représentation des cartographies EBSD, il est donc indispensable de préciser suivant quel axe macroscopique les orientations cristallines sont projetées.



**Figure II-2 : Représentation schématique du principe de fonctionnement de l'EBSD**  
 (a) Schéma de principe d'un système EBSD [Baudin, 2010]  
 (b) et (c) Schéma du principe de formation des lignes de Kikuchi [Baudin, 2010]  
 (d) et (e) Diagramme de Kikuchi du cuivre pur sans et avec indexation [Wilkinson, 2012]

Une cartographie EBSD (Figure II-3.a.) est le résultat de l'acquisition et de l'indexation de diagrammes de Kikuchi en tout point de la surface considérée. À chaque orientation cristallographique est ensuite associée une couleur, codée dans le « triangle standard » (Figure II-3.b.), correspondant à l'ensemble des orientations cristallines pour un cristal donné.



**Figure II-3 : (a) Cartographie EBSD (a) d'une microstructure à Gros Grains d'U720Li (orientation cristallographique codée suivant la direction horizontale) ; (b) Triangle standard associé [Larrouy, 2014]**

Le logiciel permettant l'acquisition et le traitement des cartographies réalisées est *OIM*. Les paramètres d'acquisition d'une cartographie EBSD doivent tenir compte de la microstructure analysée. En particulier, le pas de la cartographie doit être suffisamment fin pour pouvoir décrire convenablement le joint de grains considéré. Plus la structure granulaire est fine, plus le pas d'acquisition doit être fin. La taille (surface analysée) de la cartographie est alors elle aussi dépendante de la microstructure analysée.

### III.1.5. Microscopie Électronique en Transmission (MET)

La Microscopie Électronique en Transmission (MET) a été utilisée pour analyser les mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations. Ces observations ont été réalisées au Centre

d'Élaboration de Matériaux et d'Études Structurales (CEMES) de Toulouse, par Winnie Vultos, Florence Pettinari-Sturmel et Muriel Hantcherli, sur un microscope JEOL 2010 [Vultos, 2018].

Cette technique de microscopie électronique diffère du MEB notamment par la tension appliquée (généralement autour de 200 kV), ainsi que par la taille de l'échantillon qui doit être « transparent » aux électrons. Une lame MET nécessite une préparation minutieuse, allant du prélèvement de la lame à son amincissement par polissage mécanique suivi d'un bombardement ionique ou par polissage électrolytique afin d'atteindre la transparence électronique. L'épaisseur d'une lame MET est usuellement de quelques nm ou dizaines de nm.

Les électrons générés par le canon du microscope vont ainsi traverser la lame, le faisceau est donc « transmis » à travers l'échantillon. Les électrons transmis seront traités par un système optique, puis observés sur un écran fluorescent pour former l'image.

Cette technique permet en particulier l'obtention d'une très bonne résolution spatiale (jusqu'au centième de nm), autorisant l'observation des dislocations et donc l'analyse des mécanismes de déformation.

#### **III.1.6. Analyse d'images**

L'étude de la taille et de la fraction surfacique des précipités  $\gamma'$  a nécessité un post-traitement des images prises au MEB-FEG. Pour cela, le logiciel Visilog 6.9® a été utilisé.

L'analyse d'images se décompose en plusieurs étapes, détaillées ci-après.

- **Nettoyage et binarisation de l'image**

L'image obtenue au MEB-FEG est une image en niveau de gris. La première étape consiste en la binarisation de cette image, préalablement ajustée en niveau de contraste et de luminosité, l'objectif étant de faire ressortir les précipités  $\gamma'$  de la matrice. Une fonction seuillage est ensuite utilisée pour binariser cette image (voir Figure II-4). Il est à noter qu'en fonction de l'attaque chimique utilisée (durée d'exposition, concentration de la solution chimique...), ainsi que du contraste obtenu lors de l'acquisition au MEB-FEG, des effets de bords apparaissent de façon plus ou moins marquée au voisinage des cavités créées par l'attaque chimique, notamment au niveau des  $\gamma'$  secondaires. Il est donc nécessaire de réaliser le seuillage manuellement, et de l'adapter à chaque fois. Il est également nécessaire d'avoir un regard critique sur cette méthode, qui peut entraîner une sous-évaluation, ou sur-évaluation (voir Figure II-4.c et Figure II-4.d) locale de la taille des particules.

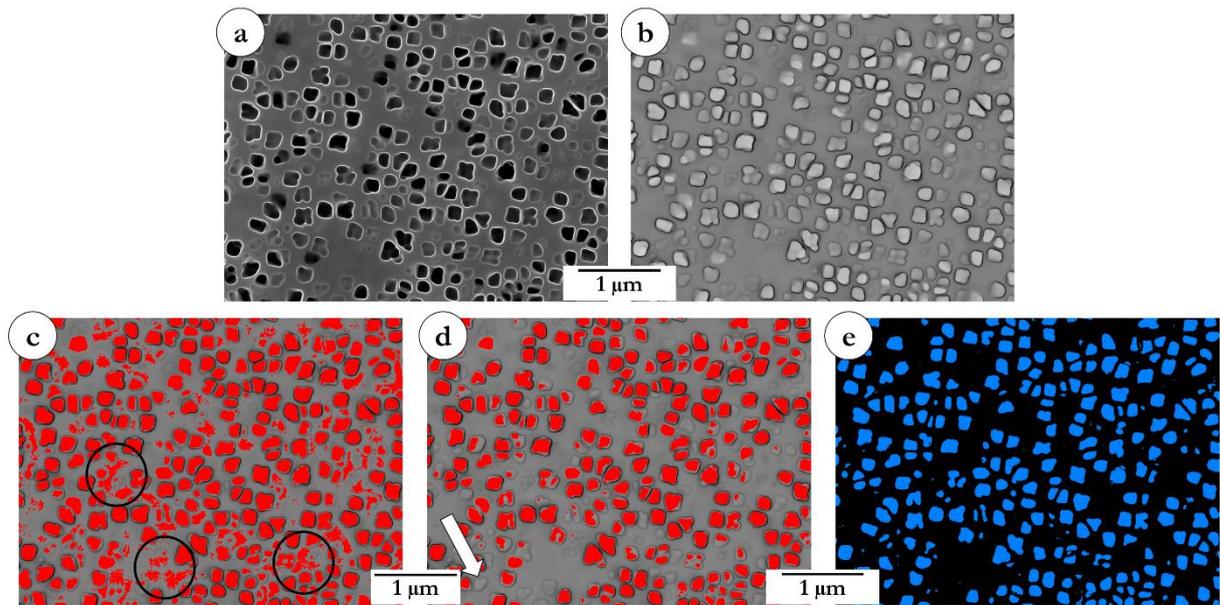


Figure II-4 : Principales étapes de binarisation de l'analyse d'image par Visilog 6.9®

- (a) Image d'origine prise au MEB en mode électrons secondaires
- (b) Image issues des premières étapes de traitement (contraste/luminosité ajustés, puis inversion de contraste et lissage des contours)
- (c) Exemple de seuillage trop bas : une partie de la matrice est considérée comme précipités  $\gamma'$  (cercles noirs)
- (d) Exemple de seuillage trop haut : certains précipités  $\gamma'$  ne sont pas pris en compte (flèche blanche)
- (e) Seuillage considéré comme correct

- Étapes d'érosion/reconstruction

L'image obtenue après binarisation nécessite quelques étapes de traitements supplémentaires, permettant d'ajuster le seuillage.

En particulier, les artefacts liés à l'image d'origine et au seuillage sont supprimés par érosion, les espaces non détectés sont comblés, les particules collées sont séparées, puis l'image est reconstruite à partir de ces différentes étapes (Figure II-5).

La dernière étape consiste en la suppression des particules coupées par les bords de l'image (étape dite de « border kill », nécessaire notamment pour la quantification en taille des précipités).

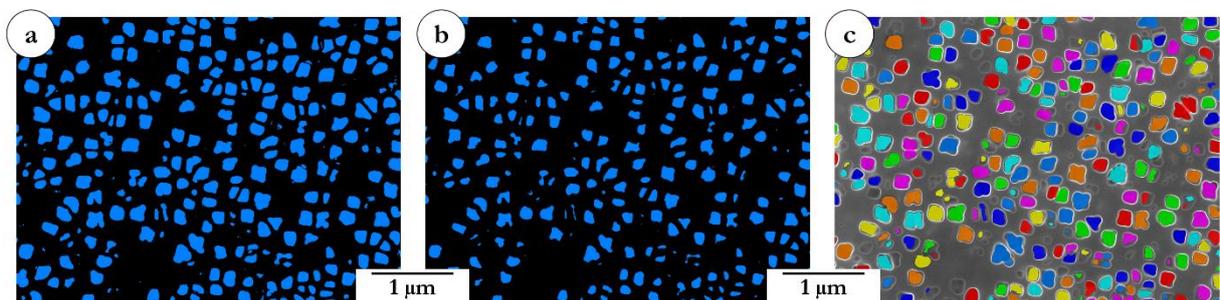


Figure II-5 : Étapes d'érosion/reconstruction de l'analyse d'image par Visilog 6.9®

- (a) Image seuillée (Figure II-4.e)
- (b) Image issue de l'étape d'érosion : les plus petits précipités ont été supprimés
- (c) Image reconstruite (érosion, bouchage des trous etc.), superposée à l'image originale (à chaque taille de particule est attribuée une couleur)

- **Analyse des résultats**

Trois informations principales vont pouvoir être tirées de l'image binarisée :

- La fraction surfacique en précipités  $\gamma'$  est déterminée en calculant le rapport du nombre total de pixels occupés par les particules sur le nombre de pixels de l'image complète.
- Le diamètre équivalent de chaque particule est calculé par Visilog 6.9® à partir de l'image dont on a supprimé les bords. Ceci nous permet de tracer des histogrammes de fréquence en taille de précipités, la fréquence étant le nombre de précipités analysés ayant une taille comprise dans l'intervalle de diamètre considéré.
- En plus du diamètre équivalent de chaque particule, de nombreuses informations sont calculées, telles que les coordonnées spatiales, le périmètre ou encore le facteur de forme.
- Enfin, une évaluation de la largeur moyenne des couloirs inter-précipités, très utile lors de l'étude des processus de déformation à l'échelle des dislocations, est réalisée par traitement des données. Cette approche moins classique est détaillée ci-dessous :
  - La première étape consiste à déterminer la carte des distances inter-particules, qui correspond à la distance considérée en tout point à la particule la plus proche. L'algorithme permet alors le traçage d'iso-courbes de distance (Figure II-6.b.).
  - Ensuite, le « squelette de la matrice » est formé à partir de la courbe d'équidistance entre proches précipités (Figure II-6.c.). Les points triples sont ensuite retirés du squelette de manière à n'avoir qu'un segment entre chaque précipité.
  - Le calcul des largeurs de couloirs s'effectue à partir des deux étapes précédentes : la valeur renvoyée par le logiciel correspond à la distance (calculée à partir des iso-courbes de distances de la Figure II-6.b.) entre chaque segment du « squelette de la matrice » et son plus proche précipité (flèches colorées sur la Figure II-6.d.). Cette valeur, qui correspond donc à la moitié de la largeur du couloir considéré, est ensuite multipliée par 2 pour obtenir la largeur du couloir.

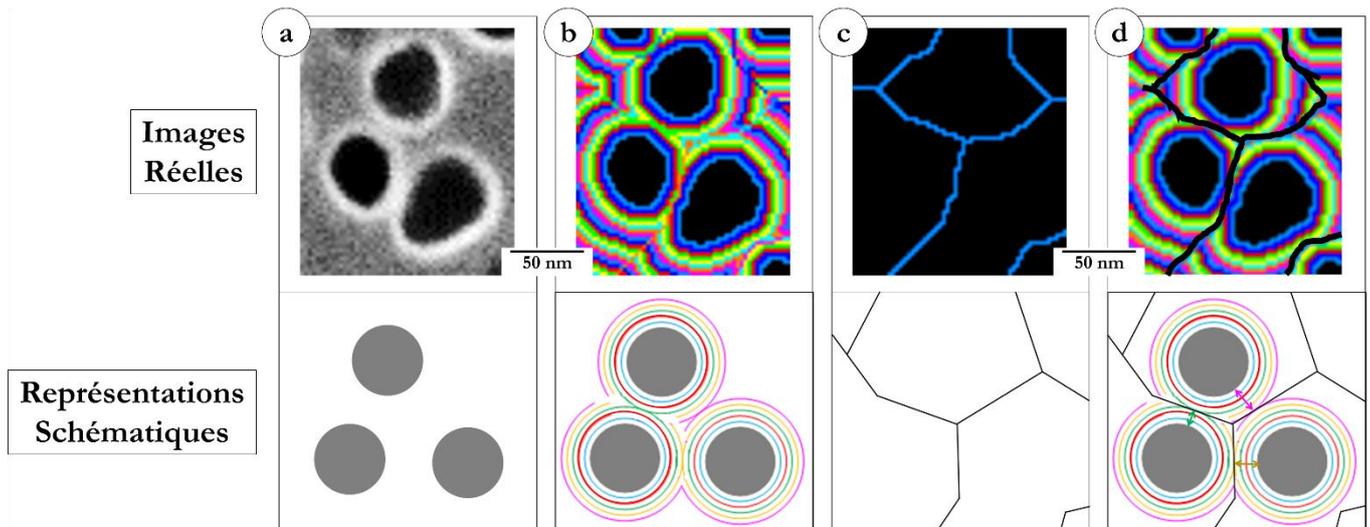


Figure II-6 : Détermination des largeurs de couloirs inter-précipités par analyse d'image Visilog 6.9®

- (a) Image originale prise au MEB en mode électrons secondaires
- (b) Cartographie des courbes d'iso-distance inter-particules
- (c) Squelette d'équidistance entre proches particules (« squelette de la matrice »)
- (d) Squelette de la matrice superposé aux courbes d'iso-distances inter-particules

- **Analyse des incertitudes de mesure sur ce type d'analyses**

Les analyses d'images ont été effectuées systématiquement sur un minimum de 10 images par microstructure (10 images pour les précipités  $\gamma'$  primaires et 10 autres pour les secondaires de la microstructure GF par exemple), ce qui correspond à une moyenne de 4000 particules par analyse (le nombre de particules analysées est plus faible pour les précipités  $\gamma'$  les plus grossiers (précipités  $\gamma'_I$  pour la microstructure GF et précipités  $\gamma'_{II}$  cuboïdaux pour les microstructures GG et SX-GG, voir II.2.2).

Les incertitudes de mesure dépendent de nombreux facteurs, allant de la netteté de l'image prise au MEB, à la qualité du seuillage, en passant par le nombre de pixels contenus dans une particule ainsi que le nombre de particules analysées pour avoir une analyse statistique correcte. L'étude détaillée de ces paramètres est précisée en Annexe A. Les incertitudes de mesures liées à la dispersion des résultats sont comprises entre 8 et 15 % pour la mesure des tailles de précipités et de distances inter-précipités. La mesure des précipités  $\gamma'$  tertiaires les plus fins (quelques nanomètres, cas des microstructures SX-40 et SX-100) est plus délicate, l'incertitude de mesure allant jusqu'à 26 % (34 % pour les distances inter-précipités).

### III.1.7. Analyse Thermogravimétrique (ATG)

L'étude des cinétiques d'oxydation a été réalisée par analyse thermogravimétrique (ou ATG). Cette technique permet le suivi de la variation de masse d'un échantillon en fonction du temps ou de la température, et ce dans une atmosphère contrôlée.

Dans notre cas, le système utilisé est un *Setaram Setsys Evolution* (Figure II-7.a). Ce système est composé d'une balance basée sur un mécanisme à fléau (Figure II-7.b.), d'un four vertical, ainsi

que d'une arrivée de gaz, permettant l'étude sous différentes atmosphères contrôlées (air reconstitué, vide, azote...).

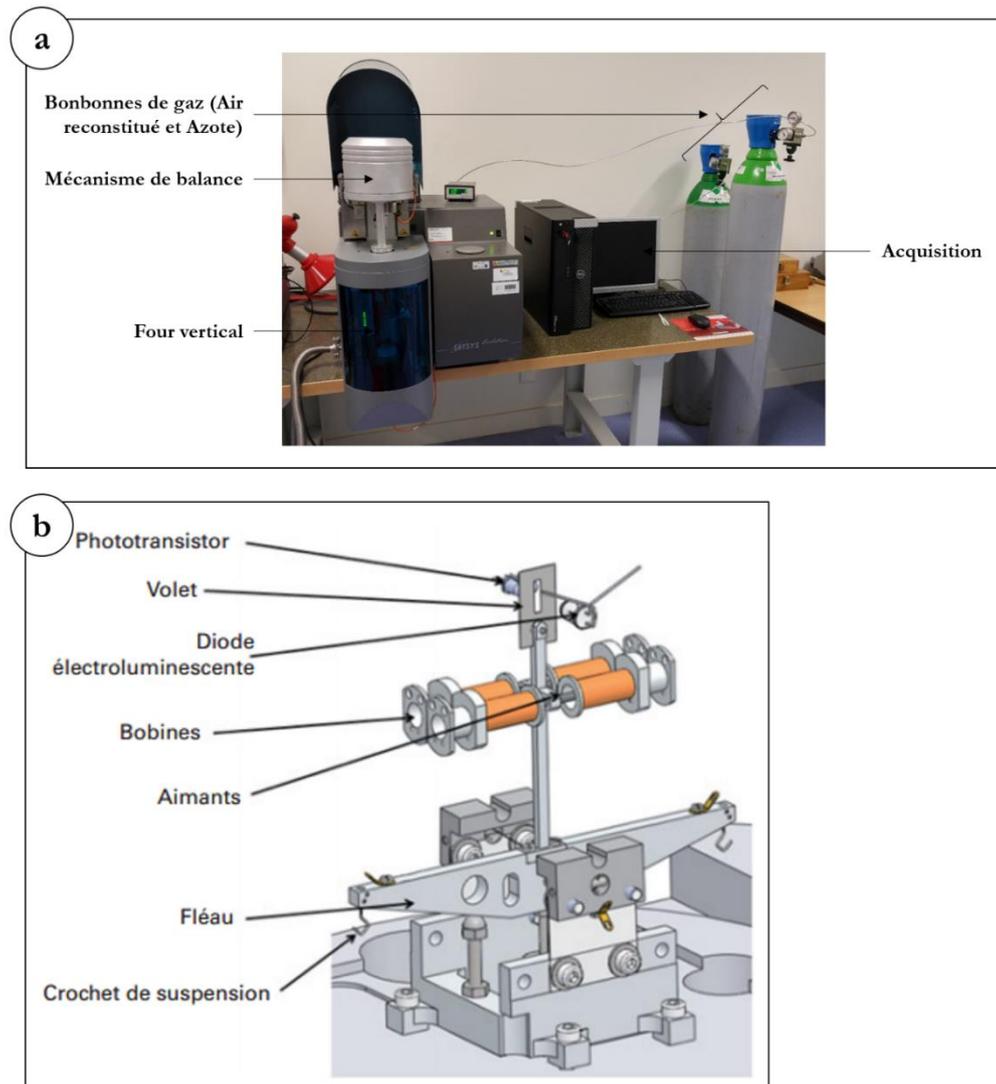


Figure II-7 : (a) Dispositif ATG utilisé dans le cadre de cette étude ; (b) Schéma du mécanisme de balance du système utilisé [Wirth, 2014]

Dans le cas de notre étude, les cinétiques d'oxydation à 700°C, 850°C et 900°C ont été étudiées, pendant une durée de 100 h, sous air reconstitué.

## III.2. Moyens d'essais mécaniques

### III.2.1. Éprouvettes utilisées

Deux géométries d'éprouvettes sont utilisées pour cette étude, en fonction du type de sollicitation et de la machine utilisés.

La première est utilisée pour tous les types de sollicitations mécaniques : traction monotone, fatigue pure, fluage pur et fatigue-temps de maintien. On nommera ces éprouvettes « M12 », en lien avec le diamètre de leurs têtes (12 mm). Leur schéma est présenté dans la Figure II-8.a. ci-après :

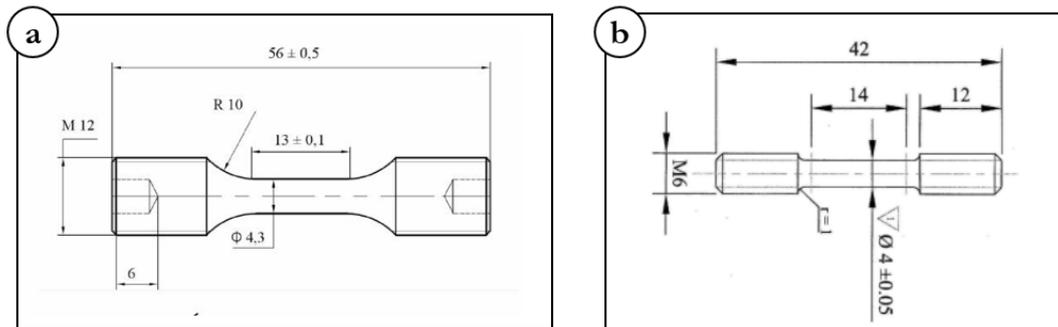


Figure II-8 : Schéma d'usinage des éprouvettes utilisées pour cette étude  
(a) Éprouvette « M12 » (Traction, fluage, fatigue et fatigue – temps de maintien)  
(b) Plan d'éprouvette « M6 » (Traction, fluage)

Le second type d'éprouvette est réservé au fluage pur et à la traction monotone uniquement, ces éprouvettes seront nommées par la suite « M6 ».

Avant essai, le polissage du fût est réalisé pour chaque éprouvette (au papier SiC jusqu'au grade 4000 pour les éprouvettes de fluage pur et de traction monotone, papier SiC puis finition au spray diamanté 3 μm et 1 μm pour les autres éprouvettes), de façon à éviter l'amorçage de fissures à partir de traces d'usinage.

### III.2.2. Essais de fluage isotherme sous air

Les essais de fluage sous air sont effectués sur une machine classique Adamel à simple ligne, équipée d'un four à résistance *TAC 6* géré par une régulation *Eurotherm 2208* (Figure II-9), et/ou sur une *SETRA 2400 N37* double ligne, équipée elle aussi d'un four *Pyrox Kanthal Super* à résistances en  $\text{MoSi}_2$  ( $T_{\text{max}} = 1600^\circ\text{C}$ ) géré par une régulation *Eurotherm 2408*. Les éprouvettes sont sollicitées à charge constante (calculée à partir de leur section initiale) par l'intermédiaire de poids suspendus à un bras de levier. La procédure de mise en charge se fait en deux temps. La première phase consiste à appliquer les charges sur le bras de levier bloqué par un vérin. Lors de la deuxième phase, le vérin est débloqué, ce qui permet l'application progressive de la charge à l'éprouvette testée.

La déformation est suivie à l'aide d'un extensomètre LVDT (Linear Variable Displacement Transducer) et est acquise via le logiciel *Measure Foundry™* ou *Labtech®*.



**Figure II-9 : Machine de fluage sous air Adamel**

La majorité des essais a été menée à rupture. Cependant, quelques essais ont été interrompus à une valeur donnée de déformation plastique mesurée. L'interruption se réalise sous charge, jusqu'à refroidissement complet, de manière à préserver les structures de déformation et d'endommagement développées en température.

Les conditions d'essais en fluage pur sont détaillées dans le Tableau II-1 ci-dessous.

**Tableau II-1 : Conditions d'essais en fluage pur**

Température [°C]	700	850	900
Contraintes [MPa]	500-950	50-350	150-250

### **III.2.3. Essais de traction, fatigue et fatigue – temps de maintien sous air**

Les essais de traction, fatigue et fatigue – temps de maintien sous air sont réalisés sur une machine électromécanique Instron 8862, équipée d'un four à lampes équipé de 4 lampes de puissance 2000 W chacune, et d'une cellule de charge de capacité dynamique de 100 kN (Figure II-10.a.).

**Remarque :** Il convient de noter que le moyen de chauffage équipant cette machine (four à lampes) conduit à une température moins homogène qu'un four à résistance classique, comme celui utilisé en fluage. Le léger gradient thermique introduit pourrait être à l'origine d'un allongement amoindri lors d'essais de fatigue – temps de maintien par rapport à un essai de fluage « classique ».

La déformation a été suivie par un extensomètre à couteaux en carbure de silicium (Figure II-10.b.). Des plots en céramique sont déposés sur le fût de l'éprouvette, au niveau des points de contact avec les couteaux, de manière à ce que ceux-ci ne glissent pas lorsqu'ils y sont appliqués.

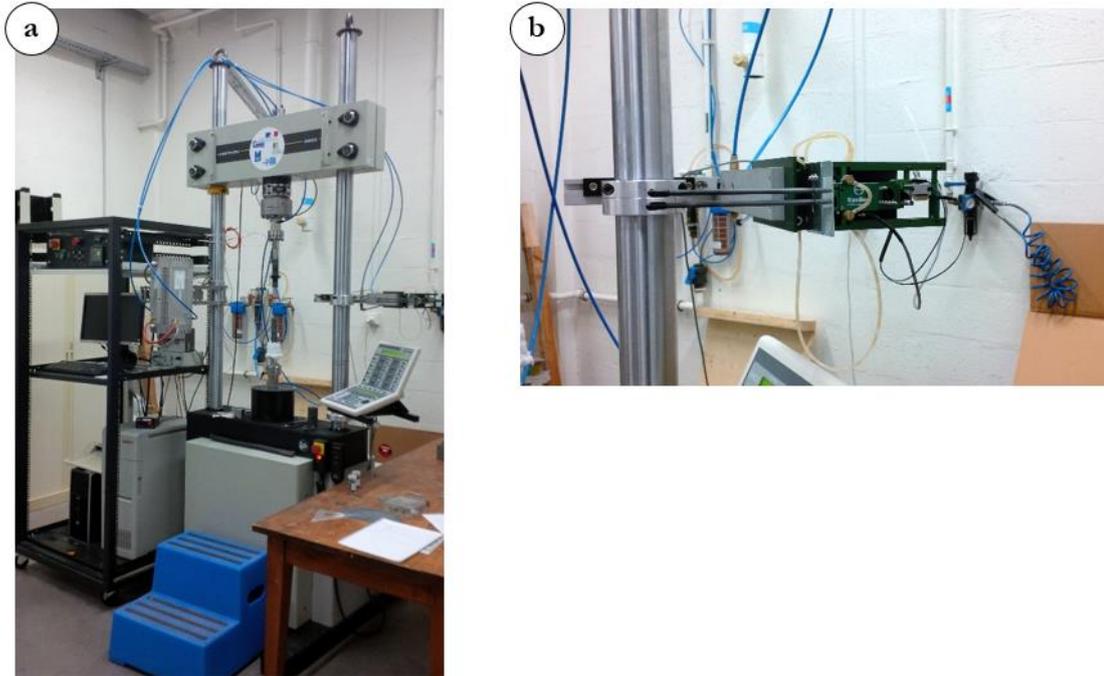


Figure II-10 : (a) Machine électromécanique Instron 8862 ; (b) Extensomètre à couteaux céramiques utilisé pour le suivi de déformation pour essais à haute température

Les essais de fatigue et de fatigue-temps de maintien sont réalisés en contrôle de charge, la génération du signal d'asservissement ainsi que l'acquisition de la déformation sont assurées par le logiciel « Instron LCF ». Le rapport de charge  $R_\sigma$  a été choisi positif ( $R_\sigma = \frac{\sigma_{\min}}{\sigma_{\max}} = 0,05$ ) pour tous les essais, de manière à rester en traction pendant tout l'essai. Les signaux types des essais de fatigue et fatigue-temps de maintien sont détaillés ci-dessous (Figure II-11).

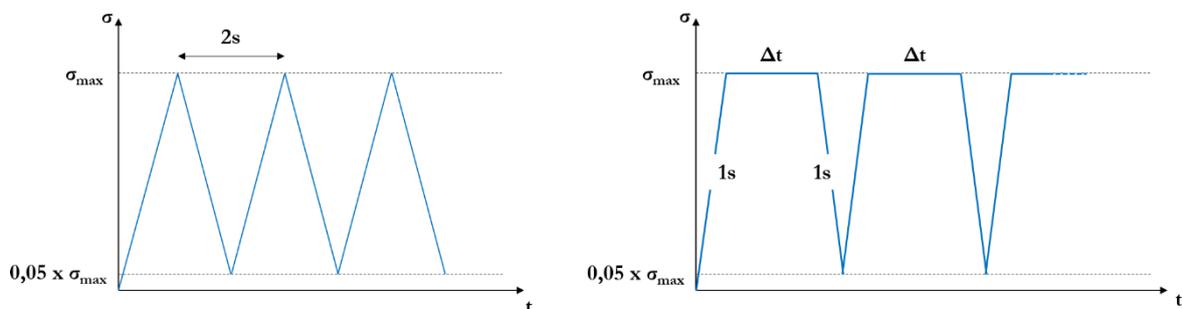


Figure II-11 : Schéma des signaux de fatigue et de fatigue-temps de maintien, générés par le logiciel « Instron LCF »

Les essais de traction ont été suivis via le logiciel « Wavematrix », et pilotés en vitesse de déplacement traverse.

Les conditions d'essais de traction, fatigue et fatigue-temps de maintien sont précisées dans le Tableau II-2 ci-après.

**Tableau II-2 : Conditions d'essais sur la machine électromécanique Instron 8862**

<b>Traction</b>	Température [°C]	20	650	700
	Vitesse de déformation [s <sup>-1</sup> ]	10 <sup>-3</sup>	5.10 <sup>-3</sup>	5.10 <sup>-3</sup> ; 10 <sup>-4</sup> ; 10 <sup>-5</sup> ; 10 <sup>-6</sup>
<b>Fatigue Pure</b>	Température [°C]		700	
	Rapport de charge R <sub>σ</sub>		0,05	
	Contrainte maximale σ <sub>max</sub> [MPa]		800 – 1150	
	Fréquence [Hz]		0,5	
<b>Fatigue-Temps de Maintien</b>	Température [°C]		700	
	Rapport de charge R <sub>σ</sub>		0,05	
	Contrainte maximale σ <sub>max</sub> [MPa]		700 – 1070	
	Temps de maintien [s]		1 – 3600	

#### III.2.4. Essais mécaniques sous vide

Quelques essais mécaniques ont également été réalisés sous vide, dans le but d'évaluer l'impact de l'oxydation sur les mécanismes de déformation et/ou d'endommagement, en particulier au niveau des joints de grains. Ces essais ont été effectués sur une machine hydraulique Instron 1271, équipée d'un four à rayonnement situé dans l'enceinte sous vide, pouvant atteindre une température maximale de 1250°C.

Le système de pompage permet d'atteindre un vide secondaire de l'ordre de 10<sup>-7</sup> mbar à 850°C. La génération du signal, ainsi que l'acquisition de la déformation sont effectuées par le logiciel « *Instron Dax* ».



**Figure II-12 : Machine hydraulique avec enceinte sous vide secondaire Instron 1271**

#### III.2.5. Calibration en température

Les essais mécaniques réalisés durant cette étude ont été effectués en température. Les mesures de température ont toujours été menées de manière déportée. En effet, la soudure d'un thermocouple sur le fût de l'éprouvette peut entraîner un amorçage prématuré et affecter la durabilité des échantillons.

De manière à réaliser ces mesures déportées, des calibrations en température ont été faites, sur chacune de ces machines de la façon suivante : une éprouvette de calibration (de même géométrie, de même état de surface que nos éprouvettes d'essais, mais aussi composée d'un matériau proche du matériau d'essai (superalliage base nickel)) a été percée de 3 trous (1mm de diamètre, 1,5mm de profondeur), dans lequel 3 thermocouples K ont été fixés (Figure II-13).

**Remarque :** Un thermocouple K est un thermocouple utilisant le couple « Alumel/Chromel » pour la mesure de température. Son domaine d'utilisation est [-40 – 1200]°C.

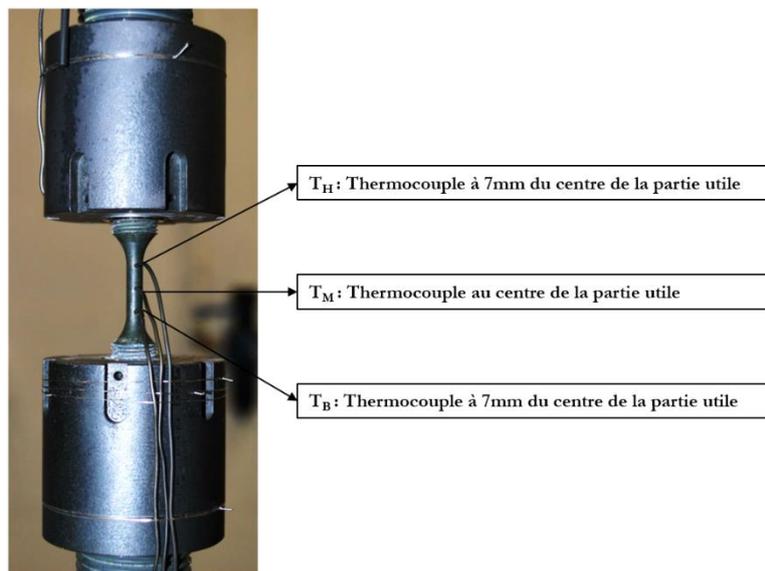


Figure II-13 : Montage de calibration en température (après calibration) : éprouvette en Inconel 718 percée de 3 trous borgnes également espacés dans lequel sont fixés 3 thermocouples K

## Partie II2. Matériau

Toute la matière utilisée pour cette étude provient de la même coulée industrielle, élaborée par Aubert & Duval (Les Ancizes) dans un four VIM de grande capacité (l'IV30, de capacité de 30 tonnes). Deux refusions ESR puis VAR ont par la suite été réalisées. La composition chimique de cette coulée est précisée dans le Tableau II-3 ci-dessous.

**Tableau II-3 : Composition chimique (en pourcentage massique) de la coulée d'AD730™ dont proviennent tous les états matières de l'étude**

Élément	Ni	C	Cr	Mo	W	Al	Co	Ti	Nb	Fe	B	Zr
Wt. %	Base	<0.02	16	3	2.7	2.3	8.5	3.5	1.1	4	0.01	0.03

Le lingot obtenu subit ensuite une étape de conversion (constituée d'étapes successives de forgeages et étirages), qui permet de passer d'un lingot de diamètre 500 mm après la dernière étape de refusion (VAR) à une barre de diamètre 200 mm pour la matière utilisée pour l'élaboration du disque forgé par Safran (II2.1.2), ou à un demi-produit (sous forme de lopin) de diamètre 90 mm (II2.1.1).

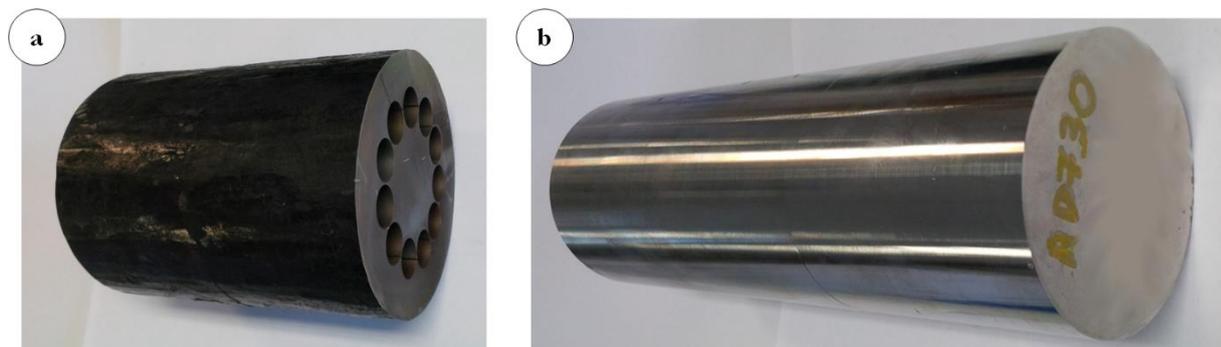
Enfin, une partie de cette matière a permis l'élaboration de monograins d'AD730™ (II2.1.3).

Ces différents états sont présentés dans la partie suivante.

### II2.1. Matière disponible pour l'étude et prélèvements

#### II2.1.1. Lopins forgés « SMX »

La majorité de la matière utilisée pour cette étude provenait de deux lopins d'AD730™ forgés GFM (Giratory Forging Machine) (ou « SMX ») (Figure II-14), le premier étant brut de forge (a), le second ayant été usiné (b).



**Figure II-14 : Lopins forgés « SMX » par Aubert & Duval, site des Ancizes**

Les ébauches capables d'éprouvettes ont toutes été prélevées à l'Institut Pprime dans le sens longitudinal, à mi-rayon (Figure II-15). Ce choix de prélèvement permet de nous affranchir des éventuelles hétérogénéités microstructurales dues au forgeage en proche surface et de disposer d'une microstructure homogène équivalente pour toutes les éprouvettes.

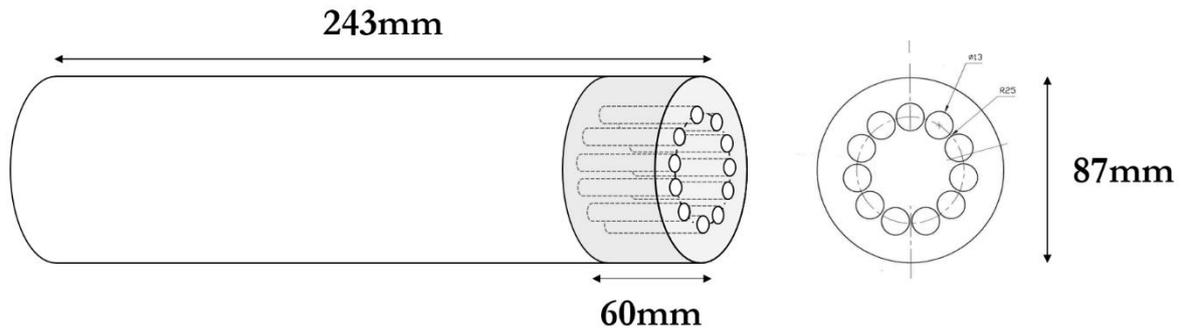


Figure II-15 : Plan de prélèvement d'ébauches capables d'éprouvettes dans le lopin brut de forge

### II2.1.2. Demi-disque brut de forge

De manière à étudier la faisabilité industrielle de pièces forgées en AD730™, un disque pour turboréacteur, d'un diamètre environ 420 mm (Figure II-16) a été forgé par Safran Aircraft Engines (Usine de Gennevilliers). La moitié de ce disque nous a été fourni pour cette étude. Les conditions de forgeage ne seront pas détaillées dans ce manuscrit pour des raisons évidentes de confidentialité. L'accès aux iso courbes de refroidissement, aux cartographies simulées de taille de grains ainsi qu'aux macrographies sur tranches nous ont permis de définir le plan de prélèvement présenté sur la Figure II-16.

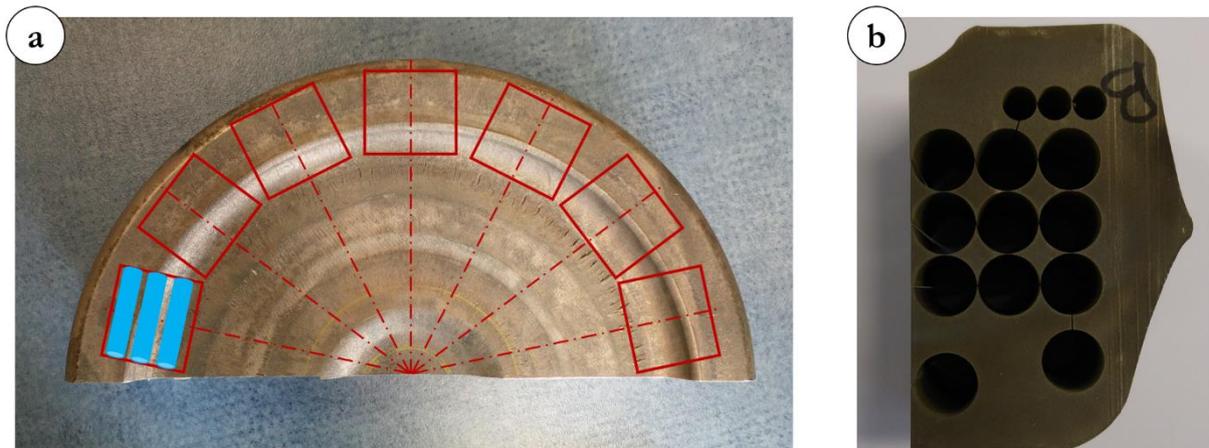


Figure II-16 : Présentation des plans de prélèvement dans le disque

(a) Plan de prélèvements des blocs superposé à une photo du disque

(b) Photo d'un bloc prélevé dans le disque, dans lequel ont été prélevées les ébauches cylindriques

Les ébauches capables d'éprouvettes ont été réalisées dans le sens tangentiel (Figure II-16).

### II2.1.3. Monograins d'AD730™

Des monograins de superalliages ont été coulés par Safran Aircraft Engines. Ces monograins n'ont en aucun cas une visée industrielle, mais peuvent être très utiles pour la compréhension de différents mécanismes de déformation et d'endommagement liés aux propriétés d'usage des alliages forgés associés. En particulier, ces monograins permettront d'analyser le rôle de la précipitation  $\gamma'$  sur les propriétés mécaniques en s'affranchissant de l'influence du joint de grains.

Ainsi, des monograins d'AD730™ nous ont été fournis. Ceux-ci ont été coulés suivant une direction cristallographique proche de  $\langle 001 \rangle$  via un procédé « Bridgman » classique (voir ChapI1.3.2.).

Cet alliage n'étant pas conçu pour être élaboré suivant cette voie, et n'ayant pas fait l'objet d'une optimisation des paramètres de coulée, quelques défauts sont apparus sur les barreaux monogranulaires. On peut notamment observer à la surface de certains barreaux des « sous-joints », ou encore quelques grains recristallisés (Figure II-17).

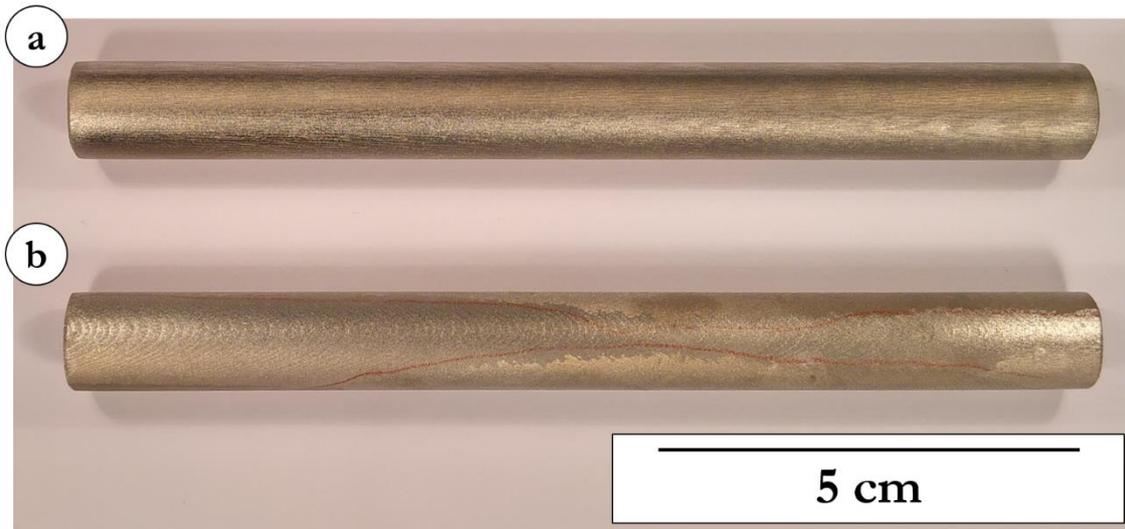


Figure II-17 : Photo de barreaux monogranulaires d'AD730™  
(a) Ne comportant pas de défaut particulier  
(b) Comportant quelques « joints de grains » (rouges)

Nous n'avions donc à notre disposition qu'une quantité limitée de barreaux monogranulaires sains, ce qui nécessitait de bien cibler les essais à réaliser avec cette matière.

Nous avons fait le choix de ne prélever dans ces barreaux que des éprouvettes « M6 », de manière à pouvoir obtenir le plus d'éprouvettes possibles. Ces éprouvettes ont été usinées dans le sens longitudinal du barreau (direction de la solidification) (Figure II-18). Chaque éprouvette est donc théoriquement sollicitée suivant la direction cristallographique  $\langle 001 \rangle$ .

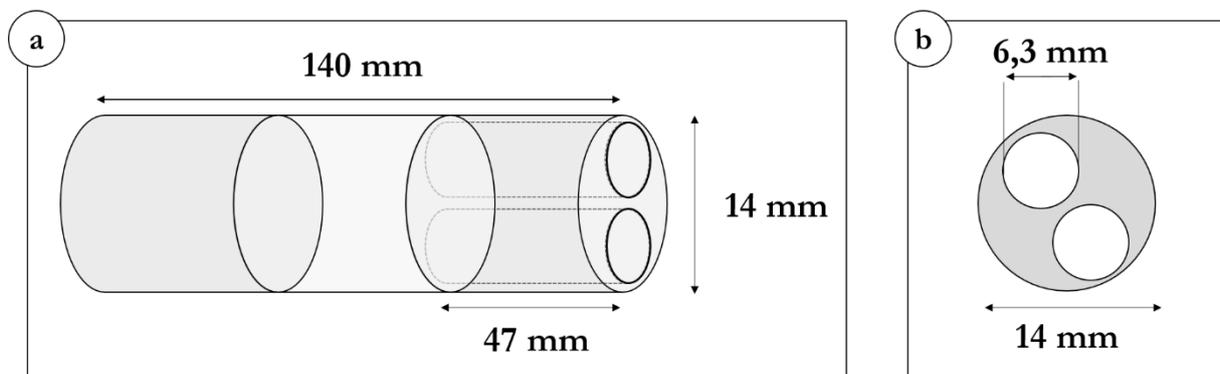


Figure II-18 : Plans de prélèvement des ébauches cylindriques (pour éprouvettes de fluage) dans les barreaux monogranulaires d'AD730™

## II.2. Microstructures de l'étude

Les différentes microstructures qui vont être présentées dans cette partie ont plusieurs objectifs. Les premiers sont d'ordres industriels : plusieurs études sur l'alliage ont démontré les bonnes propriétés de l'alliage dans sa version Grains Fins [Deviaux, 2010], [Deviaux, 2011], [Deviaux, 2012]. Il convient de préciser ces propriétés, ainsi que d'étudier plus en détails les mécanismes qui leur sont associés. La microstructure à Gros Grains est actuellement à l'étude, et nécessite elle aussi une caractérisation plus détaillée. Sa durabilité, notamment en fatigue pure, reste encore à démontrer.

Les autres objectifs plus académiques sont l'étude des paramètres microstructuraux de manière indépendante. Ainsi, une microstructure à Grains Fins, à Gros Grains et monogranulaire rendent possible l'étude de la taille de grains, et de l'absence de joints de grains. De la même manière, des microstructures monogranulaires présentant différentes tailles de précipités  $\gamma'$  permettent l'étude de l'influence de la taille des précipités.

### II.2.1. Microstructure à grains fins

#### II.2.1.a. Traitement thermique

Le traitement thermique appliqué au matériau pour obtenir une microstructure « Grains Fins » (ou **GF**) a été déterminé dans de précédentes études [Helstroffer, 2011], [Poulain, 2011], [Deviaux, 2014a]. Celui-ci a été en particulier optimisé pour obtenir le meilleur compromis entre propriétés en statique et cyclique.

Il est composé d'un traitement thermique de mise en solution subsolvus  $\gamma'$  à 1080°C pendant 4 h, suivi d'une trempe à l'huile sur pièce, ou à l'air sur ébauche ( $\sim 300^\circ\text{C}/\text{min}$ ), puis d'un traitement thermique de vieillissement à 730°C pendant 8 h, suivi d'une trempe à l'air (Figure II-19).

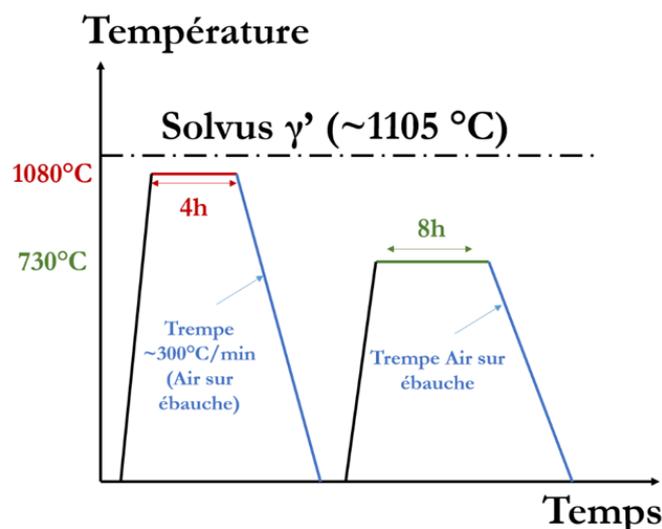


Figure II-19 : Traitement thermique « Grains Fins »

### II2.2.1.b. Caractérisation de la précipitation $\gamma'$

N.B. Pour chaque traitement thermique, la caractérisation de la précipitation  $\gamma'$  s'effectue sur des échantillons prélevés dans des barreaux de 13 mm de diamètre (60 mm de long), prélevés à mi-rayon et dans le sens longitudinal dans la barre forgée. Les vitesses de refroidissement correspondent donc aux vitesses « sur ébauche ». De cette manière, la caractérisation microstructurale associée aux traitements thermiques étudiés correspond directement aux microstructures retrouvées sur les éprouvettes testées (prélevées elles aussi à mi-rayon de la barre forgée).

Les micrographies réalisées au MEB-FEG nous permettent de caractériser la microstructure, en particulier en termes de taille et de distribution de la précipitation  $\gamma'$ .

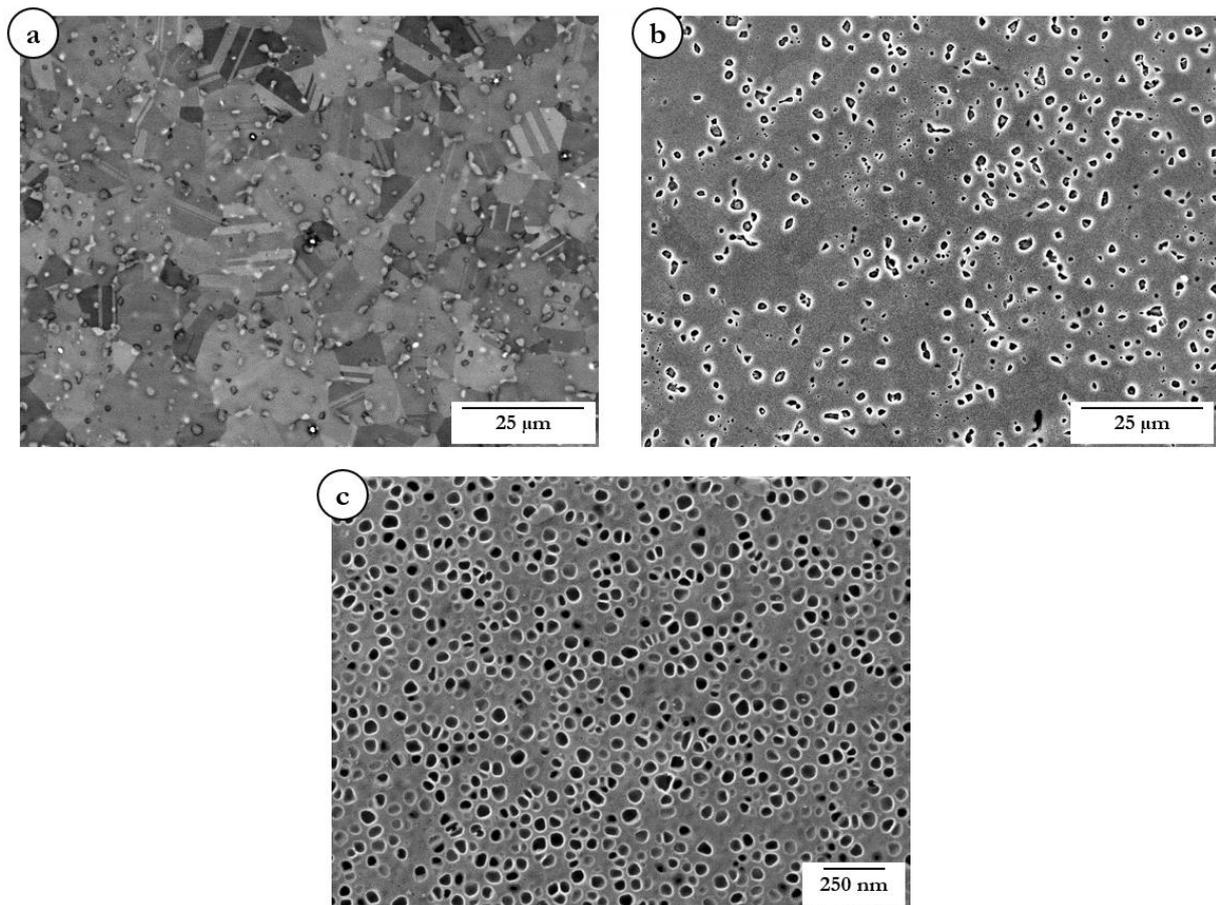


Figure II-20 : Microstructure Grains Fins observée au MEB-FEG  
(a) Structure granulaire (Grandissement : x 1000)  
(b) Précipitation  $\gamma'_I$  (Grandissement : x 1000)  
(c) Précipitation  $\gamma'_{II}$  (Grandissement : x 50000)

À partir de ces images, une quantification précise de la précipitation en  $\gamma'_I$  et  $\gamma'_{II}$  a été effectuée, par analyses d'images via le logiciel Visilog 6.9®. Les résultats de ces analyses sont présentés Figure II-21.

Les précipités  $\gamma'_I$  ont un diamètre compris entre 0,5 et 2  $\mu\text{m}$ . Ces précipités ont contribué au blocage du mouvement des joints de grains lors du traitement thermique de mise en solution. Les précipités  $\gamma'_{II}$  sont fins et sphériques, leur diamètre est compris entre 35 et 45 nm. Cette précipitation fine va

agir en tant qu'obstacle au mouvement des dislocations lors de la déformation plastique. Les distances inter-précipités relevées sont d'environ 30-40 nm.

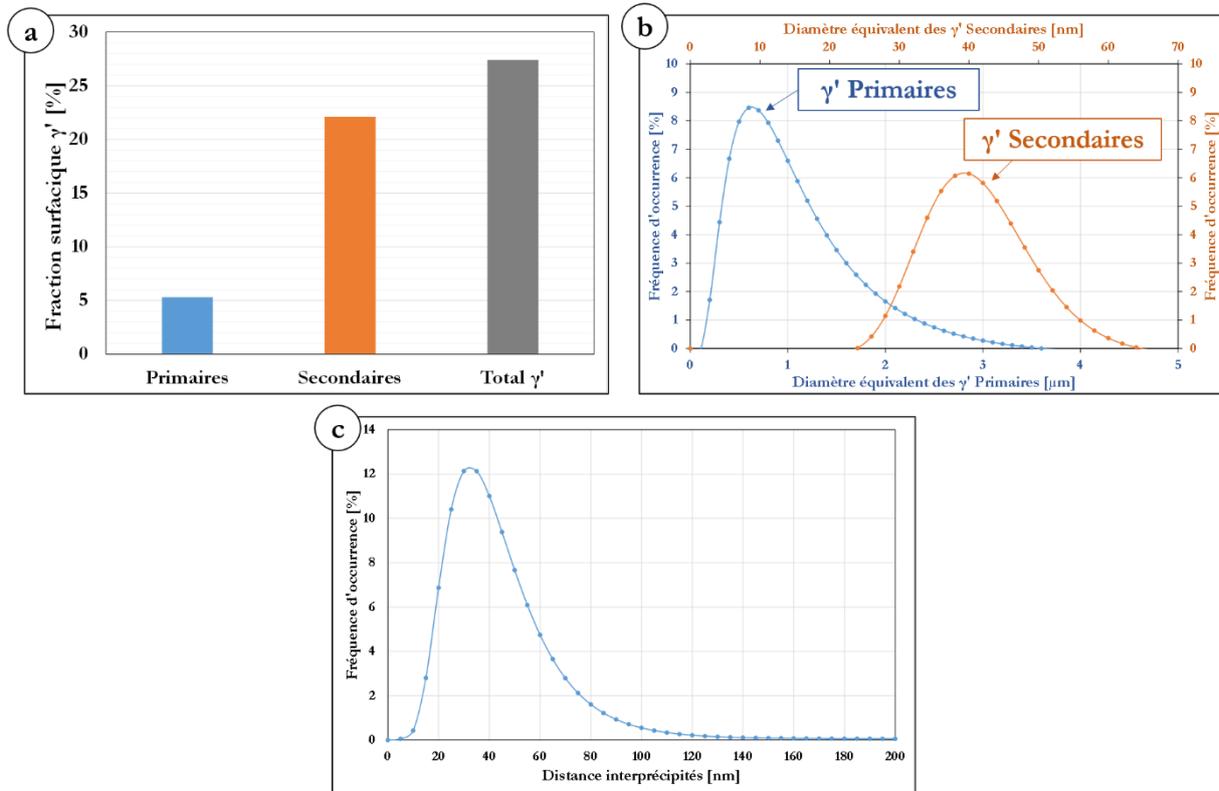


Figure II-21 : Caractérisation en fraction surfacique (a), en taille (b) ainsi qu'en distance inter-précipités (c) de la précipitation  $\gamma'$  dans la microstructure GF

### II2.2.1.c. Caractérisation par analyses EBSD de la structure granulaire

Des analyses EBSD ont été réalisées pour caractériser finement la structure granulaire de chaque microstructure. Ces analyses permettent l'obtention précise de la taille de grains, mais aussi de la densité de macles, qui peuvent jouer un rôle important dans les propriétés de l'alliage.

Deux types de cartographies seront représentés. Le premier correspond au squelette des joints de grains, en incluant puis en excluant les joints de macles  $\Sigma 3$  (les grains ont été reconstruits en associant les macles aux grains « mères »). Le second type représente l'orientation cristalline de chaque grain, chaque couleur correspondant à une orientation cristalline définie dans le triangle standard. Encore une fois, des cartographies des orientations cristallines incluant puis excluant les macles seront représentées.

**Remarque :** À noter que les mesures (de taille de grains et de texture notamment) ont été réalisées sur des cartographies où les précipités  $\gamma'$  primaires (considérés par le logiciel comme des grains à part entière) ont été retirés manuellement.

Dans le cas de la microstructure GF (Figure II-22 et Figure II-23), la taille de grains mesurée est comprise entre 1  $\mu\text{m}$  et 25  $\mu\text{m}$ , avec un diamètre moyen égal à 6  $\mu\text{m}$  et 10  $\mu\text{m}$ , en considérant les macles et en les excluant respectivement.

Une analyse de la texture cristallographique de chaque microstructure est également réalisée (Figure II-23).

Les figures de pôles  $\{100\}$ ,  $\{110\}$  et  $\{111\}$  sont proposées sur la Figure II-23. L'indice de texture est égal à 1,8 et 2,0 (avec et sans joints de macles respectivement), ce qui correspond à une microstructure très peu texturée (un indice de texture de 1 correspondant à une microstructure parfaitement non texturée). Ce résultat n'est pas surprenant puisque la matière étudiée provient d'échantillons prélevés à mi-rayon dans le sens longitudinal d'une barre forgée.

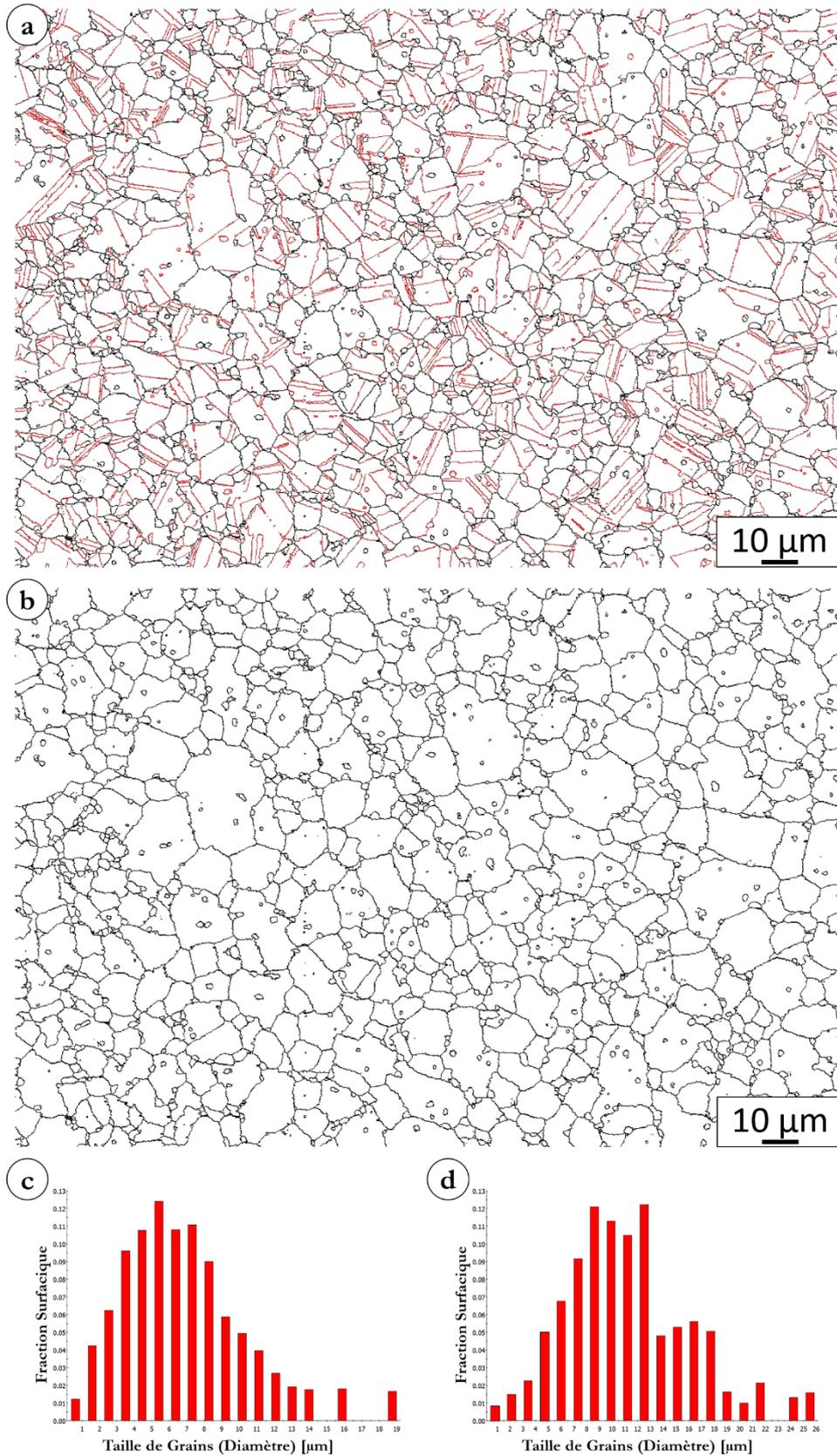
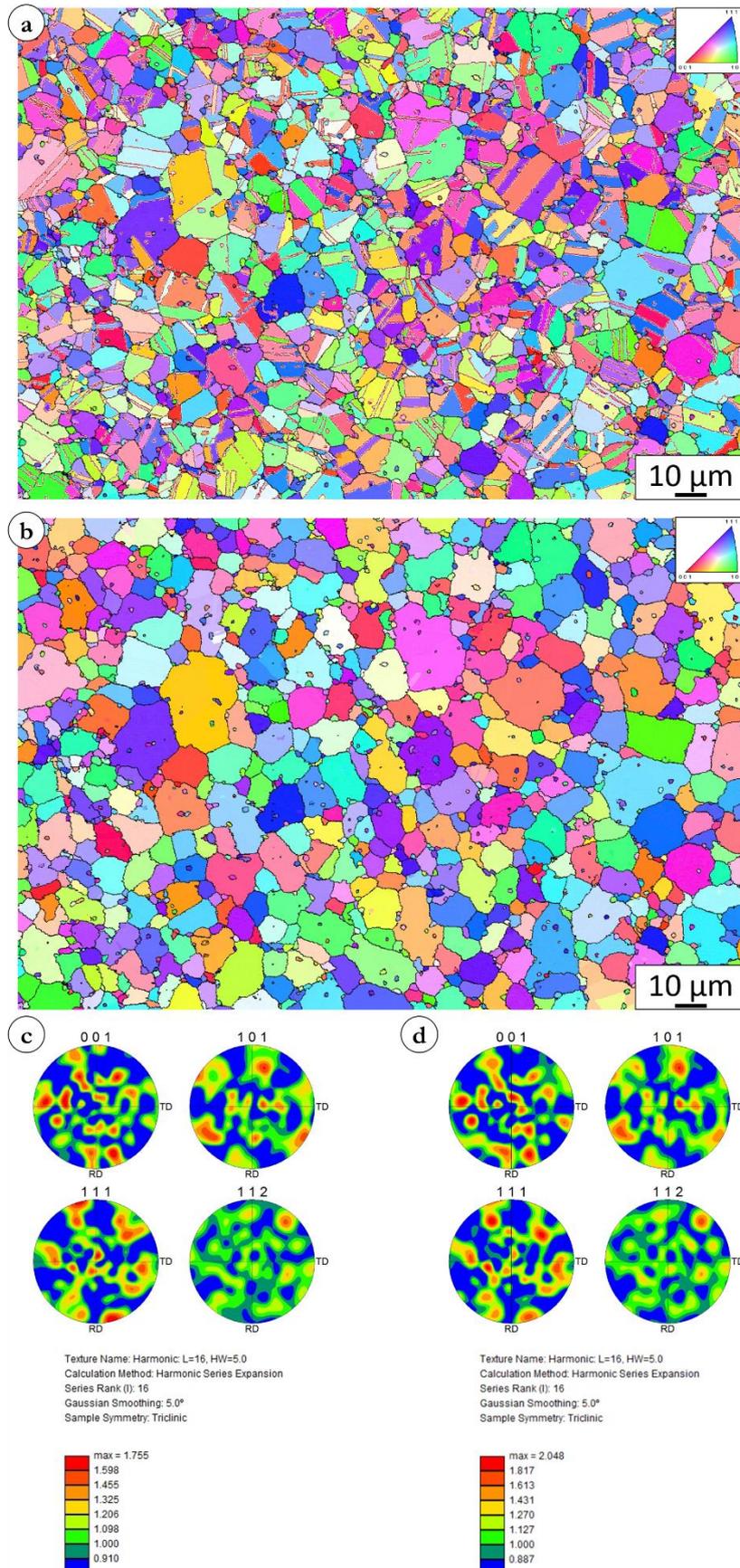


Figure II-22 : Analyses EBSD de la microstructure à Grains Fins

- (a) Cartographie des joints de grains ; En noir les joints généraux  $[5 - 180]^\circ$  ; En rouge les joints de macles  $\Sigma 3$
- (b) Cartographie des joints de grains excluant les joints de macles  $\Sigma 3$
- (c) Distribution en taille des grains, avec macles
- (d) Distribution en taille des grains en excluant les macles (Grains reconstruits)



**Figure II-23 : Analyses EBSD de la microstructure à Grains Fins**

- (a) Cartographie des orientations cristallographiques prenant en compte les joints de macles  $\Sigma 3$
- (b) Cartographie des orientations cristallographiques excluant les joints de macles  $\Sigma 3$
- (c) (d) Figures de pôles avec et sans macles

## II2.2.2. Microstructure à Gros Grains

### II2.2.2.a. Traitement thermique

Le traitement thermique de la microstructure « Gros Grains » (**GG**) a été élaboré en collaboration avec l'ONERA [Locq, 2014], [Locq, 2015]. Les travaux de Locq et al. ont permis de déterminer le traitement thermique permettant d'optimiser les propriétés en fluage (objectif principal d'une microstructure « Gros Grains ») tout en conservant de bonnes propriétés en traction et en fatigue. Pour cela, un certain nombre de couples Traitement de mise en solution / Traitement de vieillissement ont été étudiés (Tableau II-4).

Des tests de dureté ont d'abord permis de déterminer la vitesse de refroidissement post mise en solution optimale, puis des essais de traction monotone à différentes températures ainsi que des essais de fluage (750°C / 500 MPa et 800°C / 200 MPa) ont permis d'ajuster le traitement thermique de vieillissement.

Tableau II-4 : Liste des traitements thermiques testés pour la microstructure « Gros Grains »

TTh de Mise en Solution 1	TTh de Mise en Solution 2	Traitement Thermique de Vieillissement	
		760°C/16h	-
1120°C/1h/ Ref 15°C.min <sup>-1</sup>			-
	1080°C/4h/ Ref 100°C.min <sup>-1</sup>	800°C/4h	760°C/16h 710°C/16h
1120°C/1h/ Ref 50°C.min <sup>-1</sup>		850°C/4h	- 760°C/16h

Le traitement thermique retenu pour la microstructure « Gros Grains » pour notre étude est le suivant (Figure II-24) :

- **Mises en solution : 1120°C/2h/Ref 70°C.min<sup>-1</sup> + 1080°C/4h/Ref 300°C.min<sup>-1</sup>**

**Remarque :** Dans les travaux de Locq et al., les vitesses de refroidissement testées pour les mises en solution 1 et 2 étaient respectivement 40°C.min<sup>-1</sup> et 100°C.min<sup>-1</sup>. Nous avons utilisé des vitesses plus élevées dans le cadre de notre étude (70°C.min<sup>-1</sup> et 300°C.min<sup>-1</sup>) en raison des capacités des fours du laboratoire ne permettant pas d'atteindre ces vitesses. Nous avons donc opté pour une trempe « laine de roche » pour la première mise en solution (~70°C.min<sup>-1</sup>) et air sur ébauches (~ 300°C.min<sup>-1</sup>) pour la seconde.

- **Vieillissements : 800°C/4h + 760°C/16h**

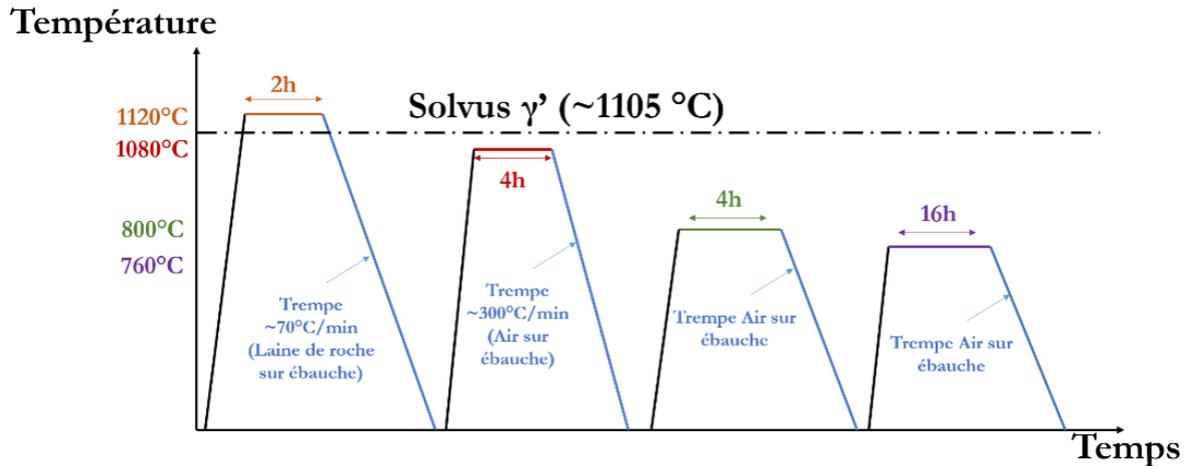


Figure II-24 : Traitement thermique permettant l'obtention de la microstructure « Gros Grains »

### II.2.2.b. Caractérisation de la précipitation $\gamma'$

De la même façon que pour la microstructure GF, les observations MEB-FEG permettent l'analyse de la taille de grains, mais aussi une quantification précise de la précipitation  $\gamma'$ .

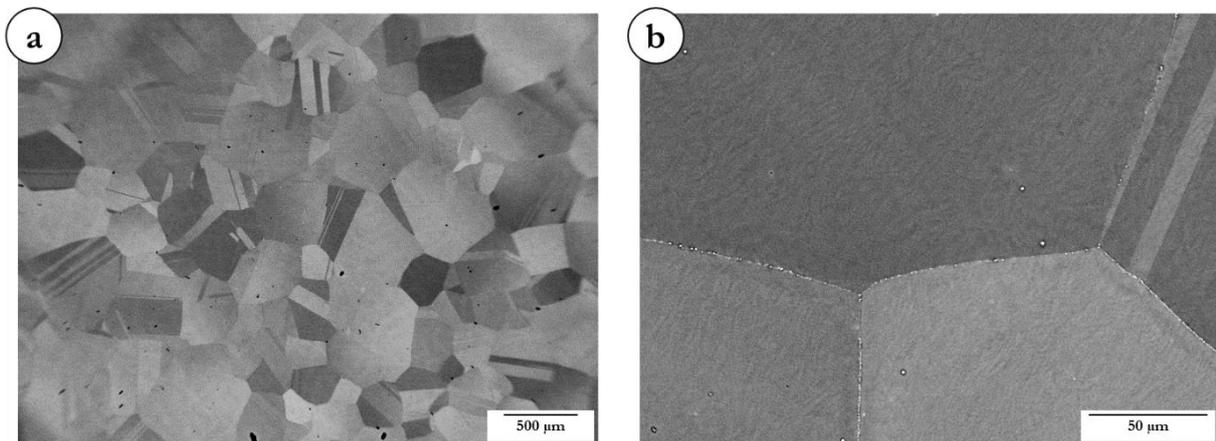


Figure II-25 : Observations de la microstructure GG au MEB-FEG en électrons rétrodiffusés (BSE)

(a) Structure granulaire (Grandissement : x 30)

(b) Précipitation intergranulaire (Grandissement : x 500)

La Figure II-25 présente des micrographies MEB-FEG de la microstructure GG. On note une taille de grains relativement homogène, ainsi qu'une précipitation intergranulaire. Cette précipitation intergranulaire est présentée à plus fort grossissement sur la Figure II-26.b.

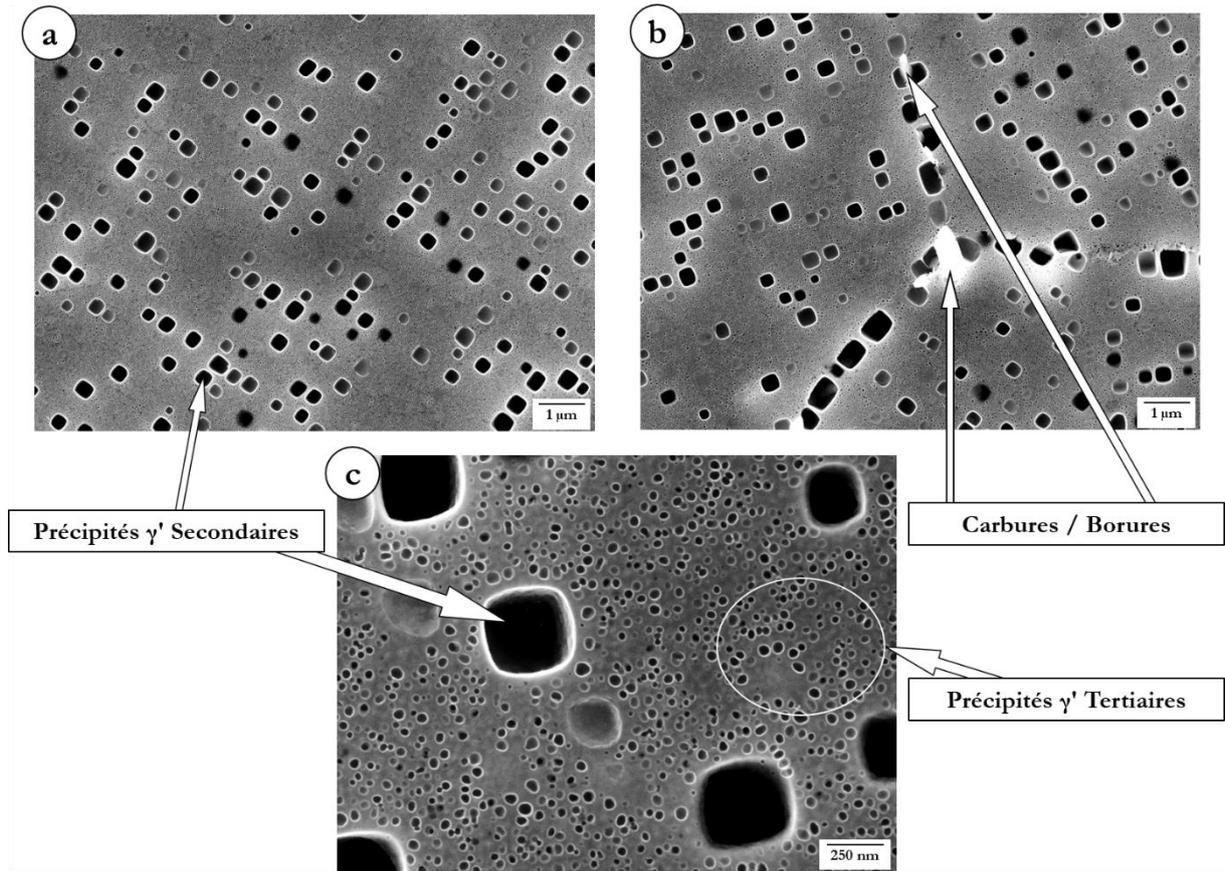


Figure II-26 : Microstructure « Gros Grains » observée au MEB-FEG  
(a) Première vague de précipitation  $\gamma'_{II}$  (Grandissement : x 10000)  
(b) Précipitation aux joints de grains ( $\gamma'_{II}$  et carbures/borures (en blanc sur l'image) (Grandissement : x 10000)  
(c) Seconde vague de précipitation  $\gamma'_{III}$  (Grandissement : x 50000)

On observe sur la Figure II-26 que la précipitation  $\gamma'$  intragranulaire de la microstructure GG est bimodale : une première population de  $\gamma'_{II}$  est apparue lors du refroidissement lent après la première MES, puis a coalescé sous forme cuboïdale lors du second palier de mise en solution à 1080°C. Ces cuboïdes possèdent une arête d'environ 300 nm, ou un diamètre équivalent compris entre 250 et 300 nm. Les résultats d'analyses d'images (Figure II-27) correspondent en effet au « diamètre équivalent » de chaque particule (diamètre du disque de surface équivalente à la particule analysée). Le refroidissement à l'issue de cette seconde MES a entraîné la précipitation de la seconde population de  $\gamma'$  : les précipités  $\gamma'_{III}$  qui comblent les couloirs de matrice entre les précipités  $\gamma'_{II}$ . Ceux-ci, ainsi que les précipités  $\gamma'_{II}$  vont coalescer lors des deux paliers de vieillissement. Ces précipités  $\gamma'$  tertiaires possèdent une taille d'environ 30-40 nm.

La quantification des tailles, fractions surfaciques et distance inter-précipités est présentée en Figure II-27.

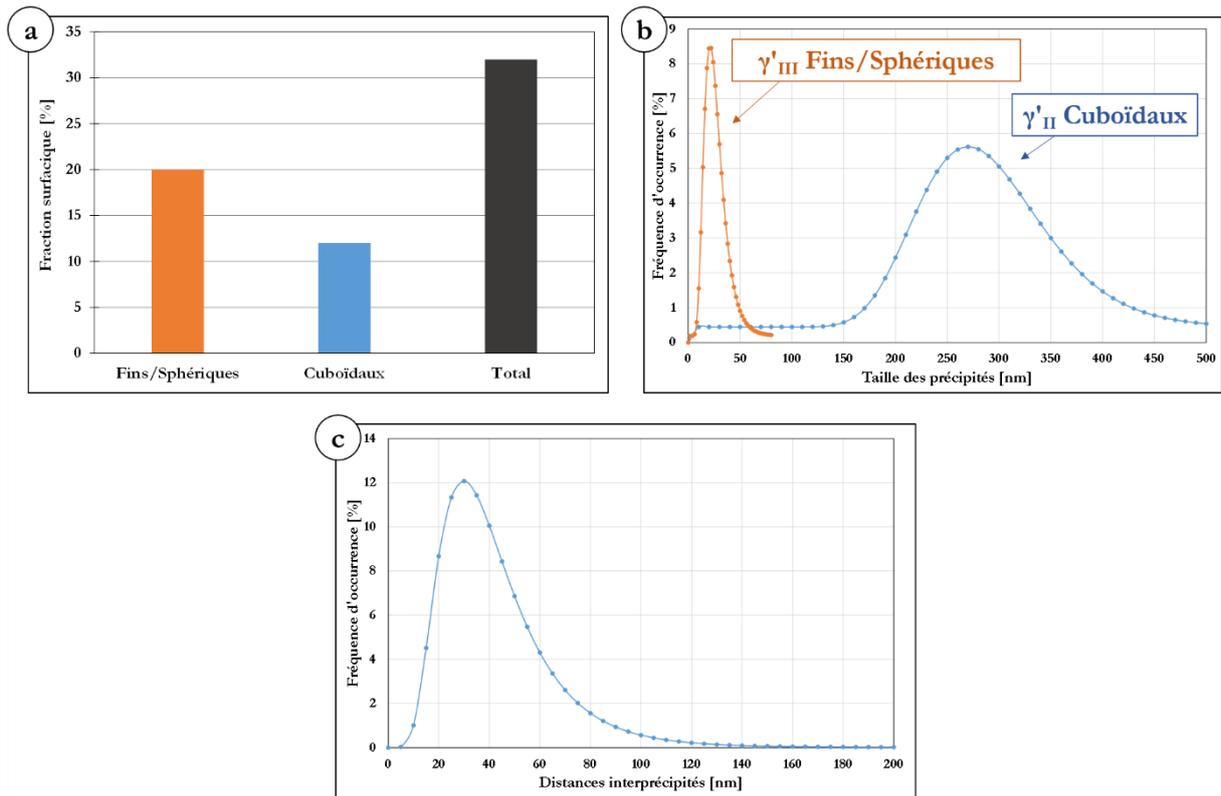


Figure II-27 : Caractérisation en fraction surfacique (a), en taille (b) ainsi qu'en distance inter-précipités (c) de la précipitation  $\gamma'$  dans la microstructure GG

### II2.2.2.c. Caractérisation de la structure granulaire par analyses EBSD

La caractérisation de la structure granulaire de la microstructure GG a été réalisée sur une coupe longitudinale d'éprouvette ayant été testée à 700°C, dans la tête (partie non déformée). À cette température, nous considérons que la microstructure, en particulier à l'échelle granulaire, n'est pas modifiée par l'essai.

Comme pour la microstructure GF, deux types de cartographies seront présentées, avec et sans prise en compte des joints de macles.

Le diamètre des grains est compris entre 50  $\mu\text{m}$  et 800  $\mu\text{m}$ , avec un diamètre moyen de 191  $\mu\text{m}$  et 324  $\mu\text{m}$ , en considérant les macles et en les excluant respectivement (Figure II-28). L'indice de texture cristalline a été calculé à 2,2 et 2,6 avec et sans les joints de macles (Figure II-29). Nous considérerons donc par la suite que cette microstructure est homogène en termes de taille et distribution de grains et qu'elle ne présente pas de texture marquée.

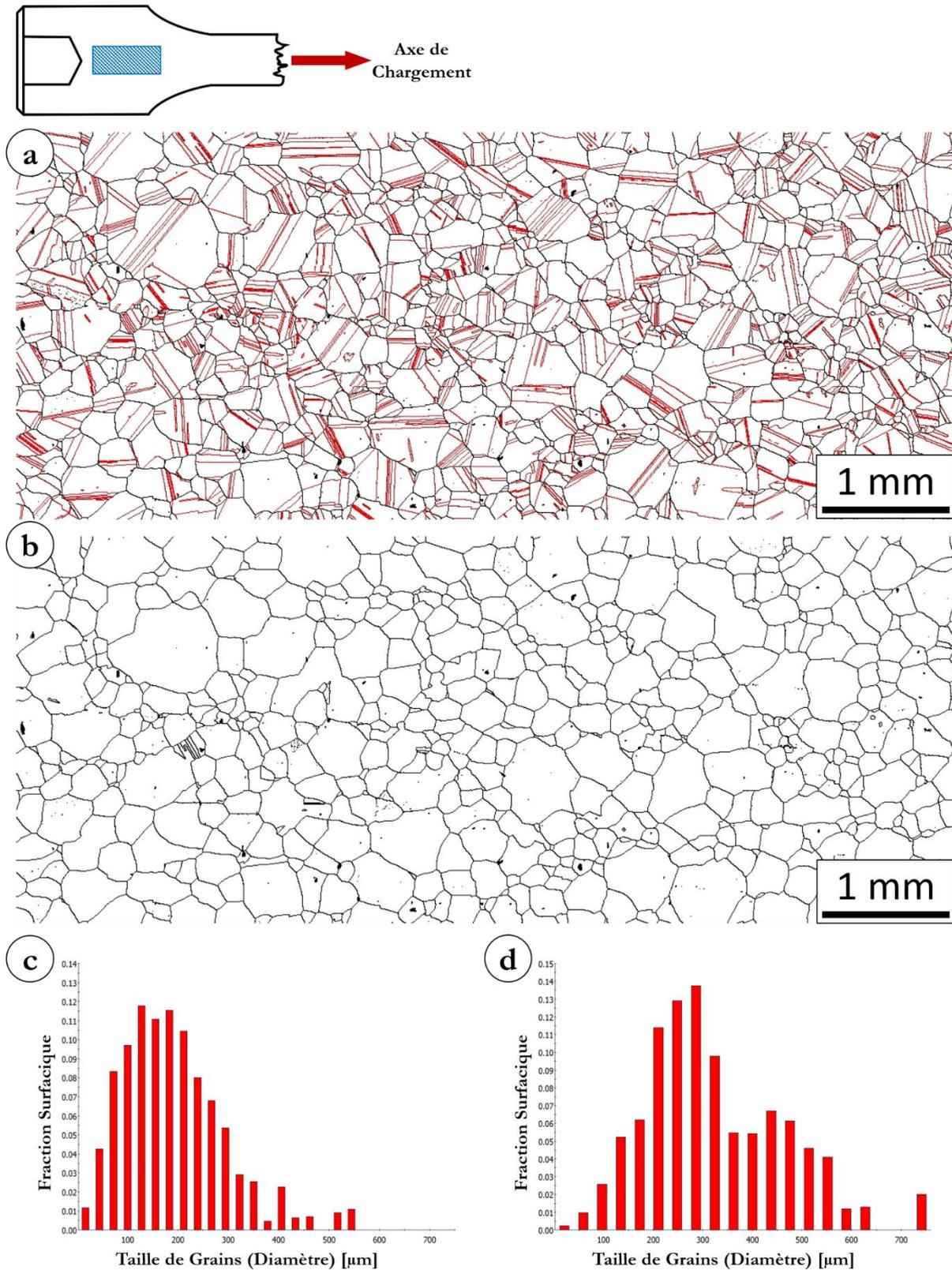
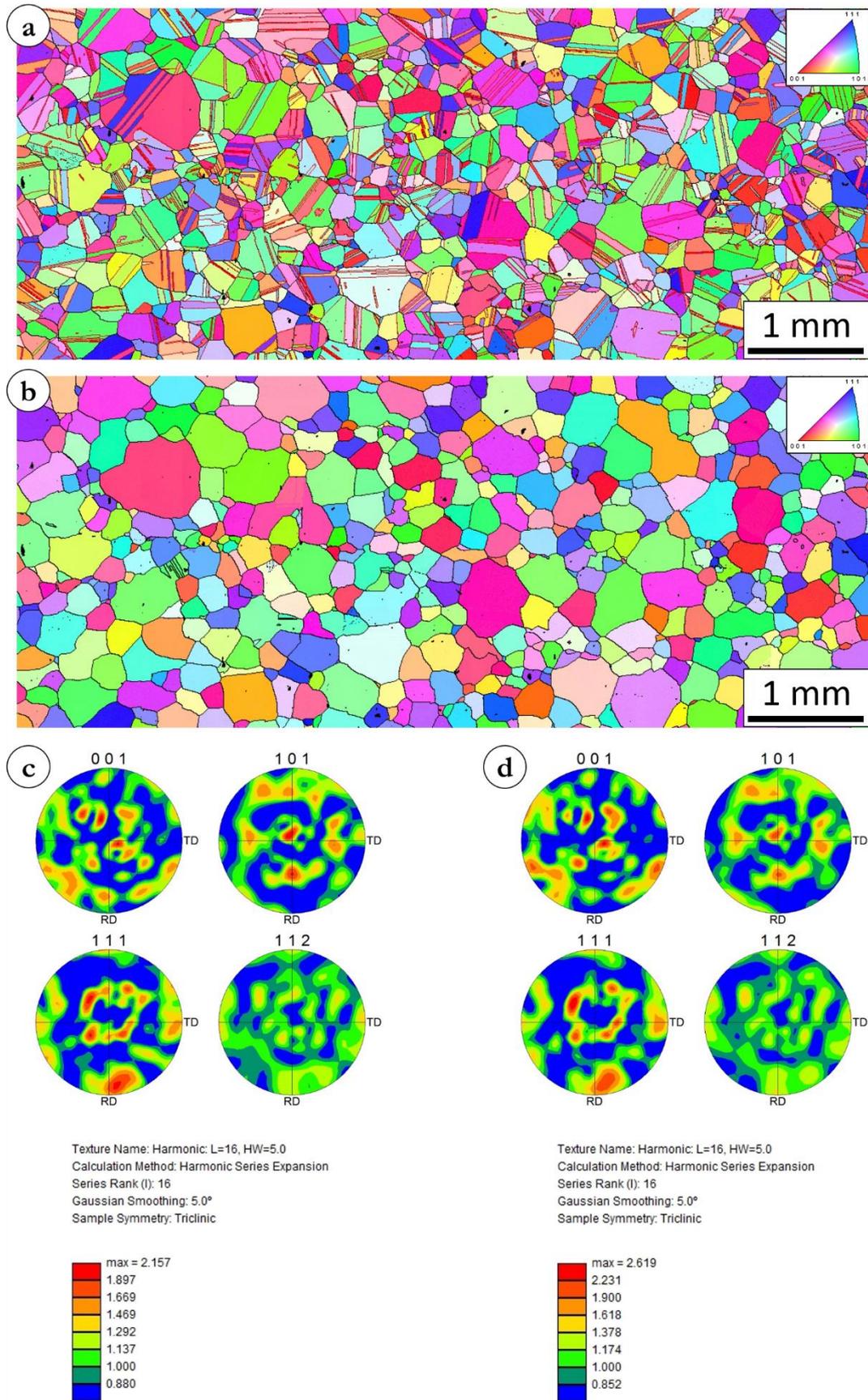


Figure II-28 : Analyses EBSD de la microstructure à Gros Grains

- (a) Cartographie des joints de grains ; En noir les joints généraux  $[5 - 180]^\circ$  ; En rouge les joints de macles  $\Sigma 3$
- (b) Cartographie des joints de grains excluant les joints de macles  $\Sigma 3$
- (c) Distribution en taille des grains, avec macles
- (d) Distribution en taille des grains en excluant les macles (Grains reconstruits)



**Figure II-29 : Analyses EBSD de la microstructure à Gros Grains**

- (a) Cartographie des orientations cristallographiques prenant en compte les joints de macles  $\Sigma 3$
- (b) Cartographie des orientations cristallographiques excluant les joints de macles  $\Sigma 3$
- (c) (d) Figures de pôles avec et sans macles

### II2.2.3. Monograins

Les monograins d'AD730™ à notre disposition ont subi 4 traitements thermiques différents. Le premier était destiné à étudier l'influence de la présence de joints de grains sur les propriétés viscoplastiques. Les 3 autres TTh avaient pour but d'étudier l'influence de la taille et de la distribution de la précipitation  $\gamma'$  sur ces mêmes propriétés.

Il a été vu en ChapI1.3.2. que la solidification d'alliages coulés était dendritique, et entraînait de fortes hétérogénéités chimiques. Il a donc été nécessaire, avant toute chose, de réaliser un traitement thermique d'homogénéisation. Une attention particulière a été portée à la montée en température, que nous avons effectuée lentement, de manière à homogénéiser au mieux la microstructure tout au long de ce traitement thermique et éviter tout risque de brûlure de l'alliage (il est rappelé ici que l'AD730™ n'a en aucun cas été développé pour être élaboré sous forme de monograins, et n'est donc pas optimisé pour ce type d'applications). Les carbures et borures sont donc de potentiels sites de brûlure en cas de montée en température trop rapide et trop haute lors de la mise en solution.

Le traitement thermique d'homogénéisation est le suivant : enfournement à 1090°C, puis montée jusqu'à 1160°C à 3,5°C.min<sup>-1</sup>. Un palier de 4 h à 1160°C est effectué, suivi d'une montée en température jusqu'à 1180°C à 2°C.min<sup>-1</sup>. Ce palier à 1180°C est par la suite maintenu 20 h, suivi d'une trempe à l'air.

#### II2.2.3.a. Monograins traités « GG »

Le premier objectif de ces monograins est l'étude de la présence (ou de l'absence) de joints de grains sur les propriétés mécaniques, notamment viscoplastiques. Pour cela, des monograins d'AD730™ ont subi le même traitement thermique qui est appliqué aux polycristaux GG (Figure II-24). De cette façon, la microstructure de précipitation  $\gamma'$  est censée être identique sur les monograins et sur la microstructure polycristalline GG.

Cette microstructure monogranulaire traitée « GG » sera dénotée dans la suite du manuscrit de la façon suivante : « **SX-GG** » (SX : Single Crystals).

La Figure II-30 présente des observations micrographiques réalisées au MEB-FEG de cette microstructure. On relève notamment la structure dendritique encore visible, malgré le traitement d'homogénéisation réalisé. À plus fort grandissement, dans les zones dendritiques et interdendritiques, on note qu'il subsiste bien des hétérogénéités chimiques : la fraction surfacique en  $\gamma'$  est légèrement plus importante dans les zones interdendritiques par rapport aux zones dendritiques, tandis que les tailles des précipités  $\gamma'_{II}$  et  $\gamma'_{III}$  restent sensiblement les mêmes (Figure II-31).

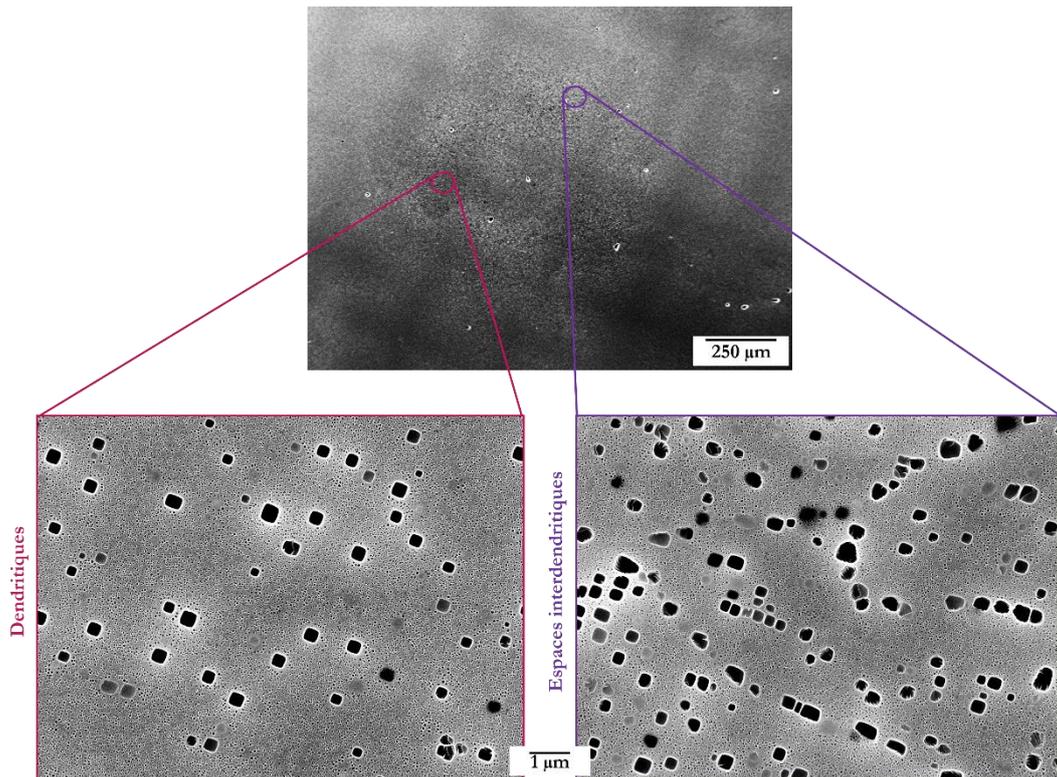


Figure II-30 : Observations MEB-FEG de la microstructure monogranulaire traitée GG - Mise en évidence des zones **dendritiques** et **interdendritiques**

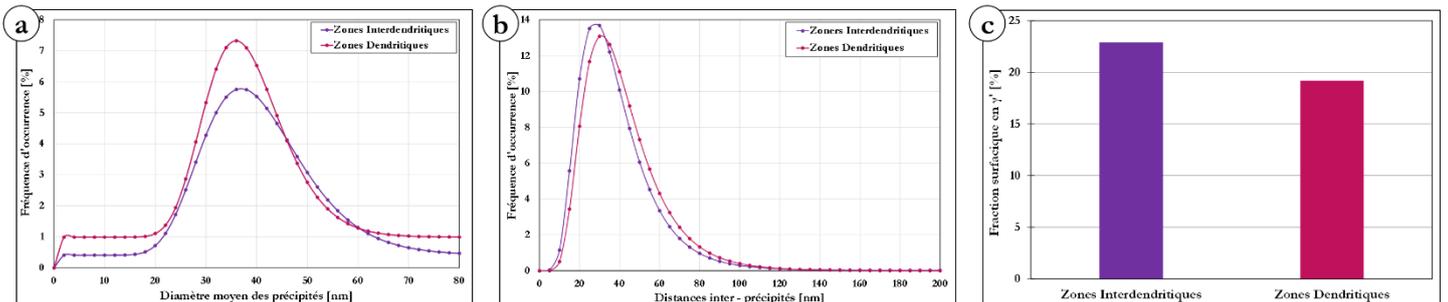


Figure II-31 : Comparaison des tailles (a) ; distances interprécipités (b) ; et fractions surfaciques (c) des  $\gamma'_{III}$  de la microstructure SX-GG en fonction des zones **dendritiques** et **interdendritiques**

En moyenne cependant, la microstructure de précipitation  $\gamma'$  reste très proche de celle de la microstructure GG (Figure II-32). Il est donc possible d'étudier l'influence de la présence de joints de grains sur les propriétés mécaniques par comparaison des études réalisées sur les états SX-GG et GG.

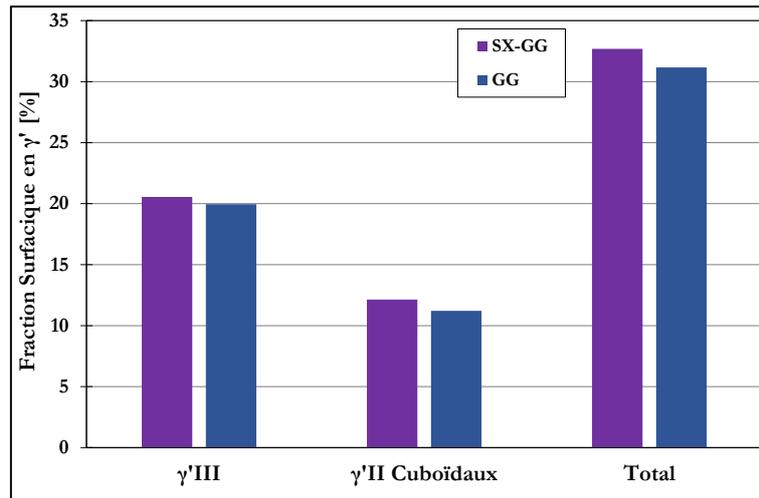


Figure II-32 : Comparaison des fractions surfacciques en  $\gamma'$  des microstructures « GG » et « SX-GG »

### II2.2.3.b. Monograins ayant subi des mises en solution suivies de refroidissement à vitesses contrôlées

L'autre objectif de ces monograins est l'étude de l'influence de la taille et de la distribution de la précipitation  $\gamma'$  sur les propriétés viscoplastiques de l'alliage. Cela a été rendu possible par la réalisation de traitements thermiques composés d'une mise en solution à 1120°C pendant 2 h suivie d'un refroidissement contrôlé.

Pour pouvoir déterminer quelle vitesse de refroidissement appliquer, toutes les données à notre disposition concernant les relations « Taille de  $\gamma'$  en fonction de la vitesse de refroidissement » ont été regroupées. Ces données sont présentées Figure II-33 ci-après.

Sur ce graphique, les traitements thermiques réalisés par Locq et al. étaient composés d'une mise en solution à 1120°C/1 h, tandis que les traitements thermiques provenant des autres sources sont constitués d'une mise en solution à la même température, mais pendant 2 h. Nos traitements thermiques étant constitués de mises en solution supersolvus d'une durée de 2 h, nous nous baserons sur les données issues de traitements thermiques identiques.

Pour pouvoir avoir une sensibilité convenable à la taille de précipités  $\gamma'$ , nous avons cherché à obtenir trois microstructures avec des tailles sensiblement différentes. Les vitesses de refroidissement qui ont été choisies, après une étape de mise en solution à 1120°C pendant 2 h sont : 40°C.min<sup>-1</sup>, 100°C.min<sup>-1</sup> et 300°C.min<sup>-1</sup>. Les microstructures issues de ces traitements thermiques seront par la suite appelées respectivement **SX-40**, **SX-100** et **SX-300**. Les deux premières vitesses de refroidissement ont été réalisées dans un four sous vide avec refroidissement sous pression d'argon contrôlée de Safran Aircraft Engines, tandis que la dernière vitesse de refroidissement a été obtenue à l'Institut Pprime, dans un four sous air, par trempe sur ébauche. Ces vitesses sont matérialisées sur la Figure II-33 par les lignes verticales en pointillés rouges.

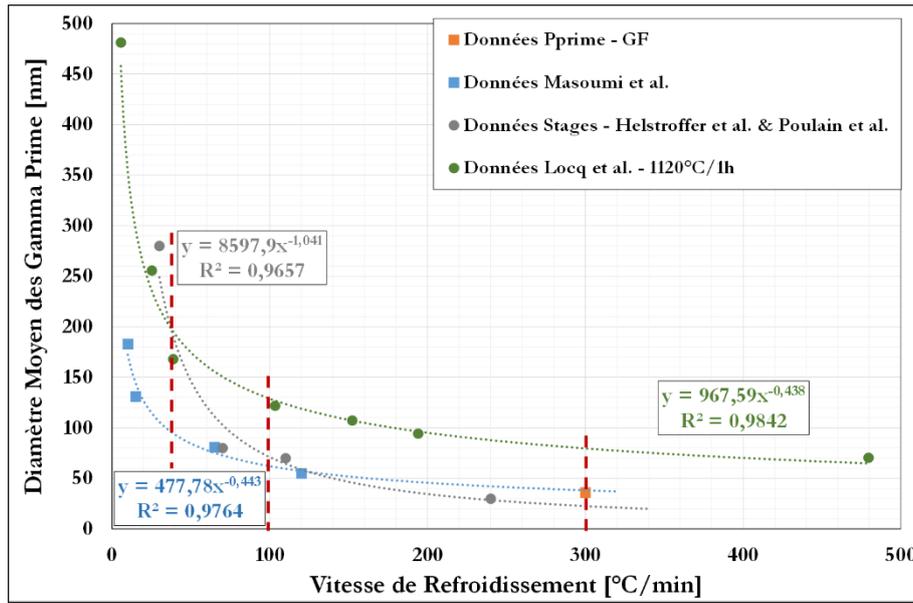


Figure II-33 : Diamètre moyen des  $\gamma'$  en fonction de la vitesse de refroidissement post-mise en solution supersolvus [Masoumi, 2016b], [Locq, 2015], [Helstroffer, 2011], [Poulain, 2011]

À noter que la troisième vitesse de refroidissement (refroidissement à l'air ;  $300^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ ) correspond également aux vitesses de refroidissement vues par les microstructures GF (après mise en solution) et GG (après la seconde mise en solution). Les tailles de précipités  $\gamma'$  obtenues seront donc proches des précipités  $\gamma'_{II}$  et  $\gamma'_{III}$  des microstructures GF et GG respectivement.

Des micrographies MEB-FEG de ces 3 microstructures observées après refroidissement post-mise en solution sont présentées en Figure II-34 ci-après. Tandis que la microstructure issue du refroidissement le plus lent (SX-40) présente une précipitation bimodale, composée de précipités  $\gamma'_{II}$  d'environ 160 nm de diamètre, et de précipités  $\gamma'_{III}$  d'environ 10 nm de diamètre, les deux autres microstructures ne présentent qu'une population de précipités  $\gamma'_{II}$  (observables au MEB-FEG). Elles regroupent des précipités  $\gamma'_{II}$  de diamètre 80 nm et 35 nm respectivement pour les microstructures SX-100 et SX-300.

Ces tailles de précipités  $\gamma'$  ont été déterminées comme précédemment par analyses d'images, et sont détaillées ci-après (Figure II-35).

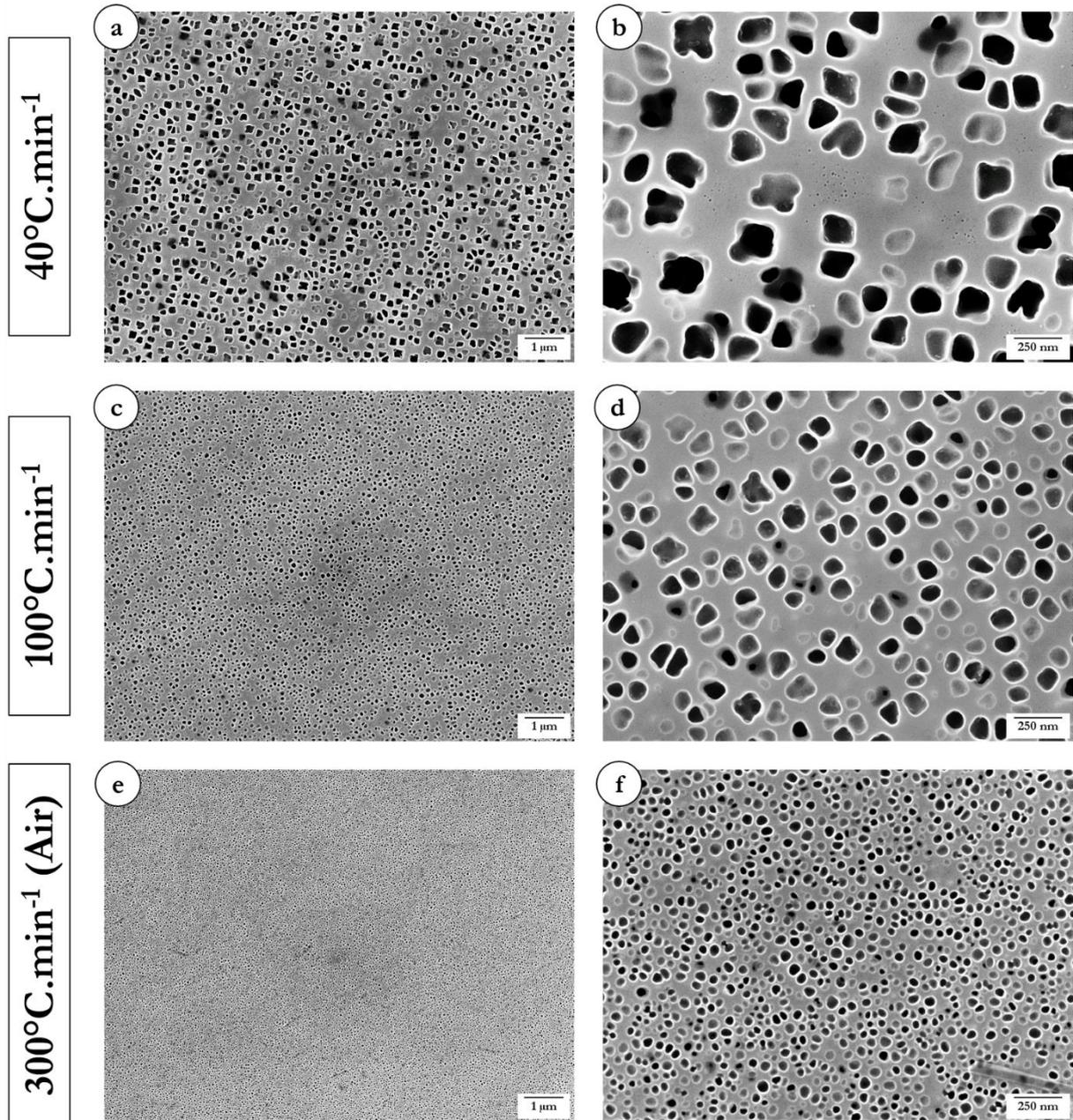
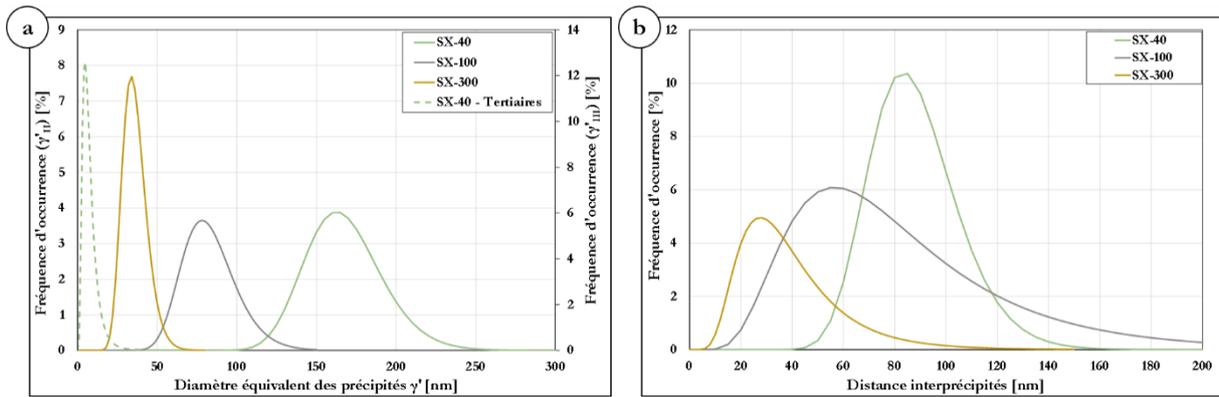


Figure II-34 : Micrographies MEB-FEG des monograins ayant subi des vitesses de refroidissement post mise en solution contrôlées - (a)(b) 1120°C/2h/(40°C.min<sup>-1</sup>) ; (c)(d) 1120°C/2h/(100°C.min<sup>-1</sup>) ; (e)(f) 1120°C/2h/(300°C.min<sup>-1</sup>) ; (a) (c) (e) Grandissement x 10000 ; (b) (d) (f) Grandissement x 50000



**Figure II-35 : Caractérisations en Tailles (a) et en Distances Inter-Précipités (b) de la précipitation  $\gamma'$  des microstructures monogranulaires ayant subies des refroidissements contrôlés**

Ces microstructures issues de traitements thermiques ne comprenant qu'une mise en solution suivie d'un refroidissement plus ou moins rapide sont probablement hors équilibre thermodynamique. Elles sont donc susceptibles d'évoluer légèrement, notamment lors de la mise en chauffe avant essai mécanique (cette mise en chauffe (+ stabilisation thermique) est d'environ 3 h pour les essais mécaniques réalisés sur ces microstructures). Il a donc été décidé d'effectuer un traitement thermique supplémentaire à ce qui vient d'être présenté : 700°C/3h/Air. Une analyse quantitative de ces nouveaux états microstructuraux a été réalisée. Les observations correspondantes sont présentées ci-dessous en Figures II-36.a-b-c. De la même façon que précédemment, les Figures II-36.d-e présentent les résultats des analyses d'images réalisées sur ces micrographies. Il est noté en particulier l'apparition de précipités  $\gamma'_{III}$  sur les deux microstructures qui en étaient dépourvues précédemment (SX-100 et SX-300), d'une taille du même ordre de grandeur que pour ceux déjà observés sur SX-40 ( $\sim 10$  nm de diamètre). La taille des précipités  $\gamma'_{II}$  reste sensiblement la même. Les mesures de distances inter-précipités ont été réalisées avec et sans prise en compte des  $\gamma'_{III}$ . En effet, des mécanismes de type « contournement d'Orowan » peuvent dépendre de la distance entre les  $\gamma'_{II}$  uniquement et/ou de celle entre tous les obstacles présents dans la matrice ( $\gamma'_{II}$  et  $\gamma'_{III}$ ).

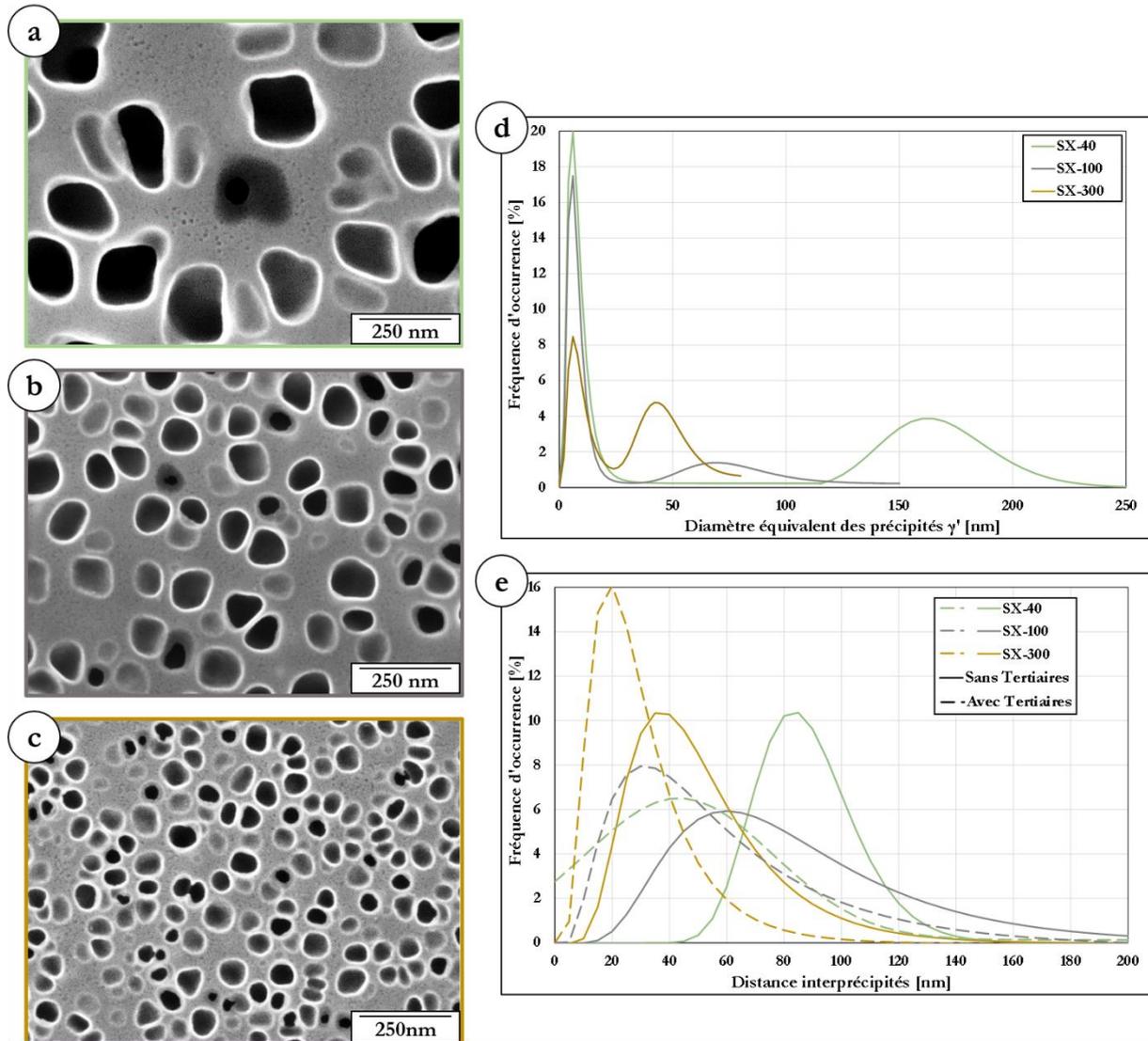


Figure II-36 : Microstructures observées après traitement thermique de « vieillissement » à 700°C/3h/Air

- (a) SX-40
- (b) SX-100
- (c) SX-300
- (d) Caractérisation en taille de la précipitation  $\gamma'$  après ce traitement thermique
- (e) Caractérisation en distances inter-précipités (avec et sans prise en compte des précipités  $\gamma'_{III}$ )

Les différentes caractéristiques de ces microstructures sont résumées dans le Tableau II-5 ci-après.

#### II.2.2.4. Synthèse

Un résumé des caractéristiques microstructurales des différentes microstructures de l'étude est présenté dans le Tableau II-5 ci-dessous (les caractéristiques des microstructures SX-40, SX-100 et SX-300 sont celles obtenues après le traitement thermique de « vieillissement » de 700°C/3h/Air).

**Tableau II-5 : Récapitulatif des caractéristiques microstructurales des différentes microstructures de l'étude**

Microstructure	Taille de Grains	Taille / Fraction surfacique des précipités $\gamma'$			Distances inter-particulaires
		Précipités $\gamma'_I$	Précipités $\gamma'_{II}$	Précipités $\gamma'_{III}$	Avec $\gamma'_{III}$ / Sans $\gamma'_{III}$
<b>GF</b>	10 $\mu\text{m}$	1 $\mu\text{m}$ / 15%	40 nm / 25 %	-	35 – 45 nm / -
<b>GG</b>	350 $\mu\text{m}$	-	300 nm / 12 %	35 nm / 20 %	30 – 40 nm / -
<b>SX-GG</b>	-	-	300 nm / 12 %	35 nm / 20 %	30 – 40 nm / -
<b>SX-40</b>	-	-	160 nm / 30 %	6 – 8 nm / 0,5 %	45 nm / 85 nm
<b>SX-100</b>	-	-	80 nm / 29 %	4 – 8 nm / 0,5%	35 nm / 55 nm
<b>SX-300</b>	-	-	35 nm / 27 %	4 – 6 nm / 0,5%	20 nm / 40 nm

On note pour commencer que les deux microstructures polycristallines principales de l'étude (GF et GG) présentent toutes deux des populations bimodales de précipités  $\gamma'$ . Les précipités  $\gamma'_I$  intergranulaires pour la microstructure GF, et  $\gamma'_{II}$  cuboïdaux pour la microstructure GG constituent la première population. La seconde population, composée de précipités  $\gamma'$  fins et sphériques, présente des tailles proches pour ces deux microstructures ( $\gamma'_{II}$  de 40 nm de diamètre et  $\gamma'_{III}$  de 35 nm de diamètre pour les microstructures GF et GG respectivement). Cette taille de précipités  $\gamma'_{II}$  est également celle de la microstructure SX-300. Les distances inter-précipités sont également proches entre ces trois microstructures.



# **- Chapitre III -**

## **Influence de différents paramètres microstructuraux sur les propriétés en fluage de l'alliage**

Ce chapitre propose une caractérisation en fluage du matériau de l'étude, avec en particulier une quantification de l'influence de deux paramètres microstructuraux essentiels que sont la taille de grains et la taille des précipités  $\gamma'$ . Le rôle de ces grandeurs a pu être analysé finement grâce à l'élaboration de microstructures académiques, sur un matériau polycristallin, mais aussi à partir des barreaux monogranulaires d'AD730™.

Ce chapitre est composé d'une première partie consacrée à quelques rappels bibliographiques sur le fluage des superalliages et les relations entre paramètres microstructuraux et propriétés viscoplastiques. Les deux parties suivantes s'attachent à détailler comment ces deux paramètres microstructuraux influent sur les propriétés en fluage. Une synthèse de ces résultats est enfin exposée.

<b>- Chapitre III - Influence de différents paramètres microstructuraux sur les propriétés en fluage de l'alliage .....</b>	<b>93</b>
<b>Partie III1. Éléments bibliographiques sur les relations entre paramètres microstructuraux et propriétés en fluage .....</b>	<b>95</b>
III1.1. Définition du fluage .....	95
III1.2. Modélisation phénoménologique du fluage et mécanismes de déformation en fluage .....	96
III1.2.1. Modèles de prédiction du temps à rupture (ou de la déformation critique) .....	96
III1.2.2. Mécanismes de déformation à l'échelle microscopique .....	98
III1.3. Influence de différents paramètres microstructuraux sur les propriétés en fluage .....	100
III1.3.1. Influence de la taille de grains .....	100
III1.3.2. Méthodes de renforcement des joints de grains .....	101
III1.3.3. Influence de la précipitation $\gamma'$ .....	105
<b>Partie III2. Étude de l'influence de la taille de grains .....</b>	<b>107</b>
III2.1. Influence de la taille de grains sur les propriétés en fluage à 900°C .....	107
III2.1.1. Essais de fluage à 900°C .....	107
III2.1.2. Analyse macroscopique des mécanismes de déformation .....	108
III2.1.3. Analyse des mécanismes d'endommagement .....	110
III2.1.4. Synthèse .....	114
III2.2. Influence de la taille de grains sur les propriétés en fluage à 850°C .....	115
III2.2.1. Essais de fluage à 850°C .....	115
III2.2.2. Analyses des mécanismes de déformation .....	117
III2.2.3. Analyse des mécanismes d'endommagement .....	119
III2.2.4. Synthèse .....	124
III2.3. Influence de la taille de grains sur les propriétés en fluage à 700°C .....	126
III2.3.2. Analyses des mécanismes de déformation .....	128
III2.3.3. Analyse des mécanismes d'endommagement .....	132
III2.3.4. Synthèse .....	138
III2.4. Discussion .....	138
III2.4.1. Étude des changements de mécanismes de déformation observés à 700°C .....	138
III2.4.2. Influence de la taille de grains sur les propriétés en fluage en fonction de la température .....	149
<b>Partie III3. Étude de l'influence de la taille de la précipitation <math>\gamma'</math> .....</b>	<b>151</b>
III3.1. Essais de traction monotone à 700°C .....	151
III3.2. Résultats de fluage .....	153
III3.3. Analyses .....	156
III3.3.1. Mécanismes de déformation de fluage .....	156
III3.3.2. Mécanismes d'endommagement .....	159
III3.4. Discussion .....	161
III3.4.1. Calcul des contraintes critiques théoriques de franchissement des précipités $\gamma'$ .....	161
III3.4.2. Retour sur les mécanismes d'endommagement .....	164
<b>Partie III4. Synthèse .....</b>	<b>165</b>
III4.1. Contributions relatives de la taille de grains et de la taille des précipités $\gamma'$ sur les propriétés en fluage .....	165
III4.1.1. Contributions relatives de la taille de grains et de la taille des précipités $\gamma'$ sur les propriétés en fluage à 700°C .....	165
III4.1.2. Contributions relatives de la taille de grains et de la taille des précipités $\gamma'$ sur les propriétés en fluage en fonction de la température .....	166
III4.1.3. Synthèse .....	167

## Partie III.1. Éléments bibliographiques sur les relations entre paramètres microstructuraux et propriétés en fluage

### III.1.1. Définition du fluage

Le fluage correspond à la déformation continue et irréversible d'un solide soumis à un effort mécanique. Ce phénomène est dépendant du temps : la déformation est alors une combinaison de déformation élastique, plastique et viscoplastique. On parle plus généralement de mécanismes viscoplastiques.

Le fluage est un phénomène qui est activé thermiquement [Kanter, 1938] : s'il peut en théorie se manifester pour toute température supérieure au zéro absolu, on le retrouve généralement dans le cas des métaux à des températures supérieures à environ  $0,2T_f$  (ou  $T_f$  est la température de fusion du métal considéré) [Saint-Antonin, 1995].

L'AD730<sup>TM</sup> ayant été développé pour une température d'utilisation proche de  $700^\circ\text{C}$  à  $750^\circ\text{C}$ , soit une température supérieure à  $0,5T_f$ , il convient d'analyser avec soin les propriétés viscoplastiques de cet alliage.

La courbe de la Figure III-1 représente une courbe typique d'un essai de fluage.

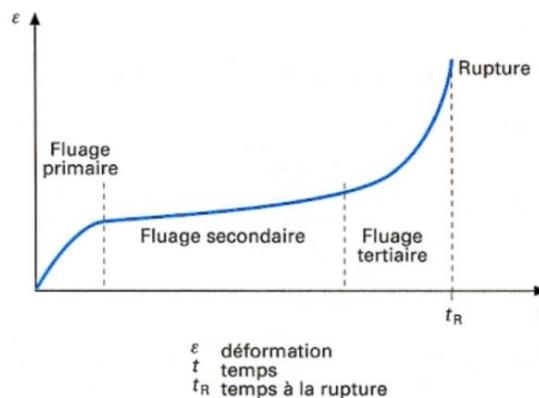


Figure III-1 : Représentation schématique d'une courbe de fluage typique et de ses différents stades [Saint-Antonin, 1995]

On note ici qu'un essai de fluage est très majoritairement réalisé à charge constante, et non à contrainte constante. Ainsi, la contrainte augmente au cours de l'essai, avec la diminution de la section portante due à l'allongement de l'éprouvette. La déformation représentée lors d'essais de fluage est généralement la « déformation vraie », prenant en compte cette variation de la section portante, et calculée de la manière suivante (Équation III-1) :

$$\epsilon_{\text{Vraie}} = 100 \times \ln\left(1 + \frac{\Delta L}{L_0}\right) \quad \text{Équation III-1}$$

Avec  $\Delta L$  l'allongement mesuré et  $L_0$  la longueur initiale de la partie utile de l'éprouvette.

Dans la suite de ce manuscrit, la déformation de fluage sera toujours notée «  $\epsilon$  », et correspondra à la « déformation vraie » de l'Équation III-1.

Notons que dans la suite de ce chapitre, seule la déformation de fluage sera représentée sur les courbes déformation-temps, les déformations élastiques, thermiques et éventuelles déformations plastiques n'étant pas représentées.

Sur la courbe de la Figure III-1, on distingue trois stades : primaire, secondaire et tertiaire.

- Le fluage primaire correspond à la période transitoire où la vitesse de déformation diminue. Ce ralentissement de la déformation est la manifestation du durcissement du matériau, généralement lié à l'augmentation de la densité de dislocations au sein du solide sollicité.
- La déformation ralentit jusqu'à atteindre un palier. C'est le stade secondaire. Un équilibre est alors atteint entre création et annihilation de dislocations. La vitesse de déformation est constante.
- Enfin, la déformation accélère pendant le stade tertiaire. Pendant cette phase, la densité et la mobilité des dislocations augmentent. On assiste également à l'apparition des premiers stades d'endommagement (cavitation interne, endommagement surfacique...), qui vont diminuer la section portante de l'éprouvette, augmentant ainsi la contrainte appliquée. La combinaison de ces deux mécanismes va mener à la rupture.

L'allongement et le temps à rupture sont deux caractéristiques permettant d'évaluer les capacités d'un matériau / état métallurgique à résister au fluage pour un niveau de chargement et une température donnés.

## **III.1.2. Modélisation phénoménologique du fluage et mécanismes de déformation en fluage**

### **III.1.2.1. Modèles de prédiction du temps à rupture (ou de la déformation critique)**

Être capable de prédire de façon précise le temps à rupture (ou le temps nécessaire pour atteindre une déformation critique) d'un matériau sollicité en fluage a conduit au développement de plusieurs modèles semi-empiriques, détaillés dans les paragraphes suivants. Certains de ces modèles (modèle de Norton en particulier) permettent également de postuler les mécanismes de déformation pilotant la déformation de fluage.

#### ***III.1.2.1.a. Relation de Monkman-Grant***

La relation de Monkman-Grant, établie en 1956 [Monkman, 1956], relie la vitesse de fluage stationnaire (ou « secondaire »)  $\dot{\epsilon}_S$  au temps à rupture  $t_R$  de la manière suivante :

$$\dot{\epsilon}_{S,t_R} = \text{Constante} \qquad \text{Équation III-2}$$

Cette relation suppose implicitement que l'essentiel de la durée de vie en fluage est passée en stade secondaire, les phases primaire et tertiaire ayant une contribution négligeable à la durée totale de l'essai.

Lorsque cette relation est vérifiée, les mécanismes mis en jeu sont supposés être identiques dans la plage de température et de contrainte explorée.

#### **III.2.1.b. Relation de Larson-Miller**

La relation de Larson-Miller repose sur les mêmes hypothèses que celle de Monkman-Grant (fluage total assimilable au seul stade secondaire), couplées avec un mécanisme de fluage thermiquement activé [Larson, 1952]. Le paramètre de Larson-Miller (ou PLM) est défini par la relation suivante :

$$PLM = T(C + \log(t_R)) \quad \text{Équation III-3}$$

Où PLM est le Paramètre de Larson-Miller,  $T$  est la température de l'essai de fluage (en K),  $t_R$  est le temps à rupture (en h) et  $C$  est une constante matériau (égale à 20 pour les superalliages).

L'utilisation de ce paramètre consiste alors à représenter la contrainte appliquée en fonction du PLM. La durée à rupture peut alors être prédite à partir des courbes maîtresses ainsi tracées. Une telle approche permet de proposer des équivalences temps-température.

#### **III.2.1.c. Diagramme de Norton**

La loi de Norton est l'une des lois phénoménologiques les plus classiques pour analyser les mécanismes de déformation en fluage. Cette loi fait l'hypothèse que la déformation de fluage est constituée très majoritairement de la déformation apparaissant lors du stade secondaire, c'est-à-dire pendant la période où la vitesse de déformation est constante.

Dans ce cas, la vitesse de déformation peut s'écrire simplement de la manière suivante [Norton, 1929] :

$$\dot{\epsilon} = A \cdot \sigma^n \quad \text{Équation III-4}$$

Où  $A$  et  $n$  (= Coefficient de Norton) sont des constantes dans un domaine {température/contrainte} donné,  $\sigma$  est la contrainte appliquée et  $\dot{\epsilon}$  est la vitesse de déformation stationnaire

La représentation dans un graphique bi-logarithmique de la vitesse de fluage (où de la vitesse minimale de fluage dans le cas où cette vitesse de déformation n'est jamais strictement constante) en fonction de la contrainte permet d'accéder directement à la valeur  $n$ , dit « Coefficient de Norton ». Cette valeur renseigne sur les mécanismes de déformation contrôlant les propriétés en fluage dans le domaine température/contrainte considéré [Nabarro, 1995].

La Figure III-2 donne l'exemple de deux diagrammes de Norton sur des alliages de TiAl (Figure III-2.a.) et un superalliage polycristallin (NR3, Figure III-2.b.). On remarque notamment que la

sensibilité de la vitesse minimale de déformation à la contrainte peut varier en fonction de l'intervalle de contrainte étudié, pour une température donnée.

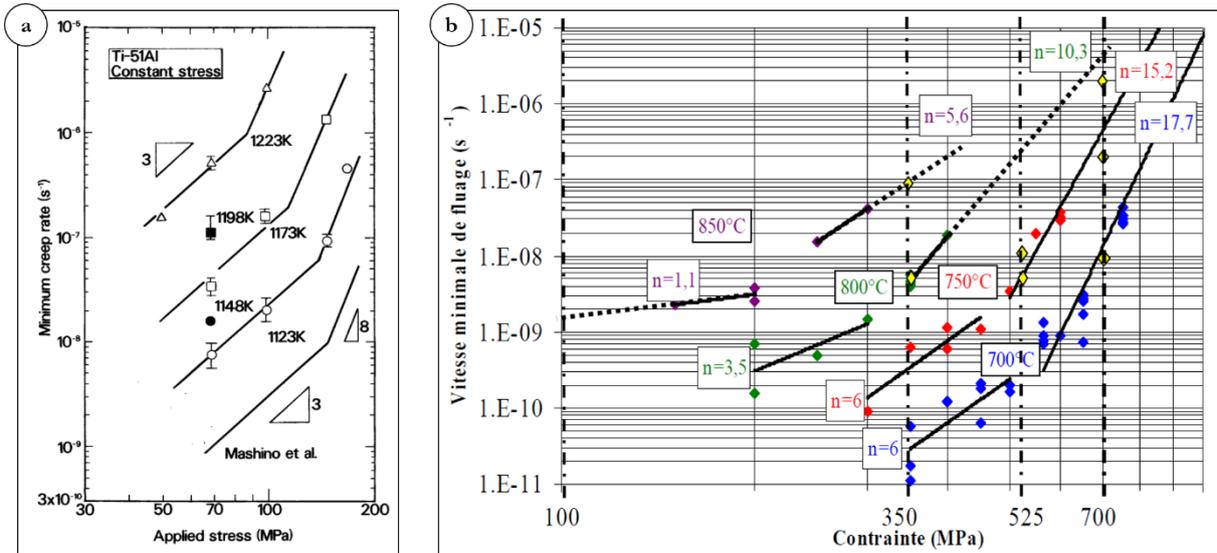


Figure III-2 : Exemples de « Graphes de Norton »

- (a) Graphe de Norton des alliages Ti-51Al et Ti-50Al dans le domaine de température [850-950]°C [Takahashi, 2002]
- (b) Graphe de Norton du superalliage NR3 dans sa version « Gros Grains » dans le domaine de température [700-850]°C [Soula, 2010]

Suivant les coefficients de Norton obtenus, on distingue généralement trois domaines :

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

Ces mécanismes de déformation, détaillés dans les paragraphes suivant, sont donc fortement dépendants de la température et de la contrainte appliquée.

### III.1.2.2. Mécanismes de déformation à l'échelle microscopique

#### III.1.2.2.a. Fluage « dislocations »

Le fluage est de type « dislocations » lorsque les mécanismes pilotant la déformation de fluage sont liés aux mouvements des dislocations. Dans un cristal CFC parfait, les dislocations se déplacent selon des systèmes de glissement déterminés ({plan de glissement/direction de glissement}, voir Annexe D pour plus de précisions sur les systèmes de glissement). Le glissement peut alors être simple (un seul système activé) ou multiple à l'échelle du grain.

Lors de sollicitations de fluage, des mécanismes thermiquement activés entrent en jeu. Les dislocations peuvent alors changer de plan de glissement, par montée (dislocation coin qui se déplace hors de son plan de glissement) ou par glissement dévié (dislocation vis qui change de plan de glissement lors de la rencontre avec un obstacle). Lorsque ces dislocations rencontrent un précipité  $\gamma'_{II}$  ou  $\gamma'_{III}$ , celles-ci peuvent le franchir soit par contournement (voir Chap.I2.2.1.a.), soit par cisaillement (voir Chap.I2.2.1.b.). Les mécanismes de déformation mis en jeu lors du fluage « dislocations » sont donc une combinaison entre les mécanismes de nucléation et d'annihilation de dislocations, leur mobilité au sein de la matrice ainsi que la manière dont ces dislocations vont pouvoir franchir les précipités qu'elles rencontrent, contrôlant ainsi la vitesse de déformation.

Dans une approche globale, la vitesse de déformation lors de ce type de fluage peut être décrite par la Loi d'Orowan, qui relie la vitesse de déformation à la densité de dislocations mobiles :

$$\dot{\epsilon} = \rho_m \cdot b \cdot v \quad \text{Équation III-5}$$

Où  $\rho_m$  est la densité de dislocations mobiles (qui dépend de nombreux paramètres, tels que la contrainte appliquée, les contraintes internes, la distribution et fraction volumique des particules durcissantes, des dislocations épinglées, et indirectement la température),  $b$  est la norme du vecteur de Burgers (constant pour un système de glissement donné), et  $v$  est la vitesse de glissement des dislocations dans le système considéré.

### **III.2.2.b. Fluage « diffusion »**

Lorsque les températures vues par le matériau sollicité en fluage sont plus importantes ( $> \sim 0,6T_f$ ), des mécanismes de diffusion de lacunes vont s'activer thermiquement. Ce sont alors ces mécanismes qui pilotent la plasticité plutôt que le mouvement de dislocations.

Il existe deux modèles qui rendent compte de ces mécanismes de diffusion : le modèle de Nabarro-Herring et celui de Coble.

- **Modèle de Coble**

Le fluage « Coble » intervient généralement à plus faibles températures que celui de Nabarro-Herring. Il correspond à la diffusion de lacunes dans les joints de grains. Le mouvement des lacunes dans ce cas est représenté en Figure III-3.a. La vitesse de déformation peut alors s'écrire, selon le modèle de Coble, de la façon suivante :

$$\dot{\epsilon} = B' \frac{D_j \delta_j \sigma \Omega}{d^3 kT} \quad \text{Équation III-6}$$

Où  $B'$  est un coefficient dépendant de la forme des grains,  $\Omega$  est le volume atomique,  $D_j$  est le coefficient de diffusion aux joints de grains,  $\delta_j$  est l'épaisseur effective pour la diffusion du joint de grains,  $\sigma$  la contrainte appliquée,  $d$  est la taille de grains,  $k$  est la constante de Boltzmann et  $T$  la température.

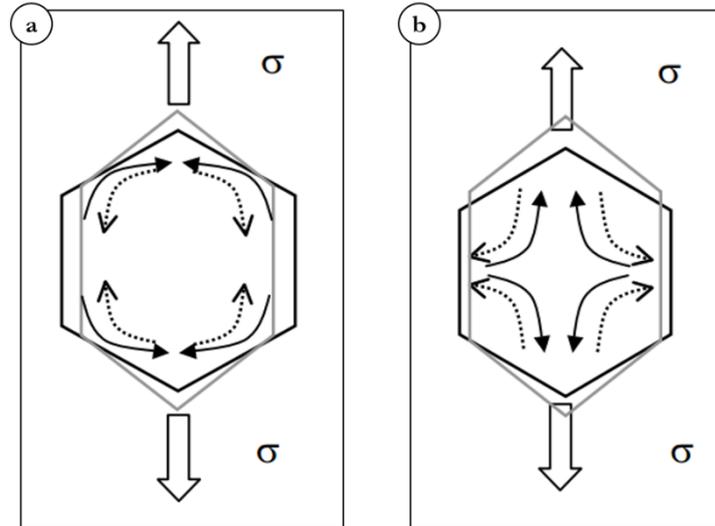


Figure III-3 : Illustration des fluages « diffusion » de type Coble (a) et Nabarro-Herring (b) [Dubiez-Le Goff, 2003]

- **Modèle de Nabarro-Herring**

Le modèle de Nabarro-Herring apparaît aux plus hautes températures. Dans ce cas, les lacunes ne diffusent plus dans les joints de grains, mais dans le grain. La représentation schématique de ce mécanisme est présentée en Figure III-3.b. La vitesse de déformation s'écrit alors :

$$\dot{\epsilon} = B \frac{D_V \sigma \Omega}{d^2 k T} \quad \text{Équation III-7}$$

Où  $B$  est un coefficient dépendant de la forme des grains,  $\Omega$  est le volume atomique,  $\sigma$  la contrainte appliquée,  $D_V$  est le coefficient d'auto-diffusion en volume,  $d$  est la taille de grains,  $k$  est la constante de Boltzmann, et  $T$  la température

On remarque que, contrairement au fluage « dislocations », la vitesse de déformation dépend ici de la taille de grains, en  $d^2$  pour le fluage Nabarro-Herring et  $d^3$  pour le fluage Coble.

- **Compatibilité de déformation aux joints de grains**

Les modèles précédemment exposés ne prennent pas en compte le fait que lors de ce type de fluage, la morphologie des grains évolue (ceux-ci s'allongent dans le sens de la sollicitation). Les grains doivent rester en contact au cours de la déformation (en l'absence d'endommagement), ce qui implique que le fluage « diffusion » doit être accompagné de glissements intergranulaires.

### III1.3. Influence de différents paramètres microstructuraux sur les propriétés en fluage

#### III1.3.1. Influence de la taille de grains

L'obtention de bonnes propriétés en fluage est souvent associée à une grande taille de grains [Bain, 1988], [Torster, 1997], [Jackson, 1999], [Reed, 2006]. Augmenter la taille de grains revient en effet à diminuer la densité de joints de grains, et ainsi à diminuer les phénomènes diffusifs

apparaissant lors de sollicitations de type fluage, dont les fluages Nabarro-Herring et/ou Coble en sont les exemples. Diminuer la densité de joints de grains permet également de limiter la sensibilité d'un alliage à l'oxydation intergranulaire, mode d'endommagement majeur des superalliages polycristallins soumis au fluage à haute température [McMahon, 1970], [Chateau, 1999], [Chateau, 2010].

Cependant, il a été montré précédemment que lorsque la température de fluage est plus faible ( $\sim 0.5T_f$ ), la déformation plastique de fluage n'est plus contrôlée par des phénomènes diffusifs aux joints de grains, mais par le mouvement des dislocations dans la matrice. Dans ce cas, une taille de grains plus faible entraîne une diminution du libre parcours moyen de ces dislocations, ce qui conduit à un renforcement du matériau. Lasalmonie et Strudel [Lasalmonie, 1986] ont de cette façon montré qu'il existait une taille de grains « optimale » pour laquelle la vitesse de déformation stationnaire est minimale pour un alliage et une distribution de précipités  $\gamma'$  donnée (Figure III-4).

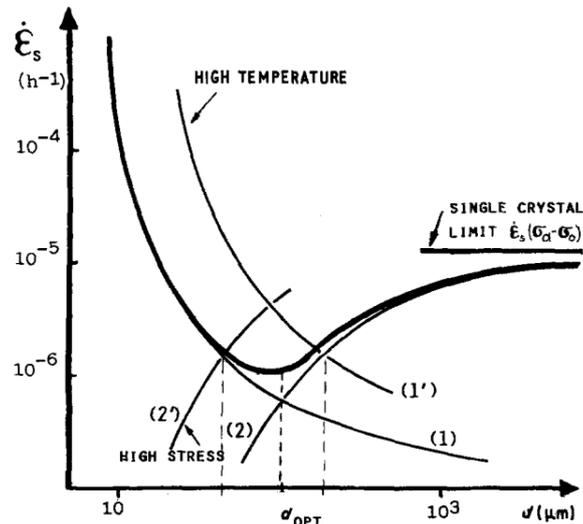


Figure III-4 : Vitesses de déformation en fonction du diamètre moyen des grains – Mise en évidence d'une taille de grains optimale pour laquelle la vitesse de déformation stationnaire de fluage est minimale dans un superalliage base nickel [Lasalmonie, 1986]

La taille de grains a donc une influence très importante sur les propriétés en fluage d'un alliage, à travers la densité et la distribution des joints de grains. Cependant, comme il a été montré précédemment, modifier la taille de grains d'un alliage entraîne l'abaissement d'autres propriétés mécaniques. Il existe alors quelques méthodes pour renforcer les joints de grains, sans nécessairement changer la taille de grains. Le paragraphe suivant propose d'étudier deux de ces méthodes.

### III.3.2. Méthodes de renforcement des joints de grains

#### III.3.2.a. Renforcement des joints de grains par dentelures

Comme cela a été précisé précédemment (Chap.II.4.1.), des joints de grains dentelés sont obtenus en réalisant un refroidissement lent à travers le solvus  $\gamma'$  après la mise en solution.

Les études ([Thibault, 2013], [Tanaka, 1988]) traitant de ce sujet montrent que la création de dentelures aux joints de grains a pour effet principal de limiter le glissement intergranulaire lors de sollicitation en fluage, principalement dans des conditions hautes températures et basses contraintes où ce processus est l'un des modes de déformation prépondérant.

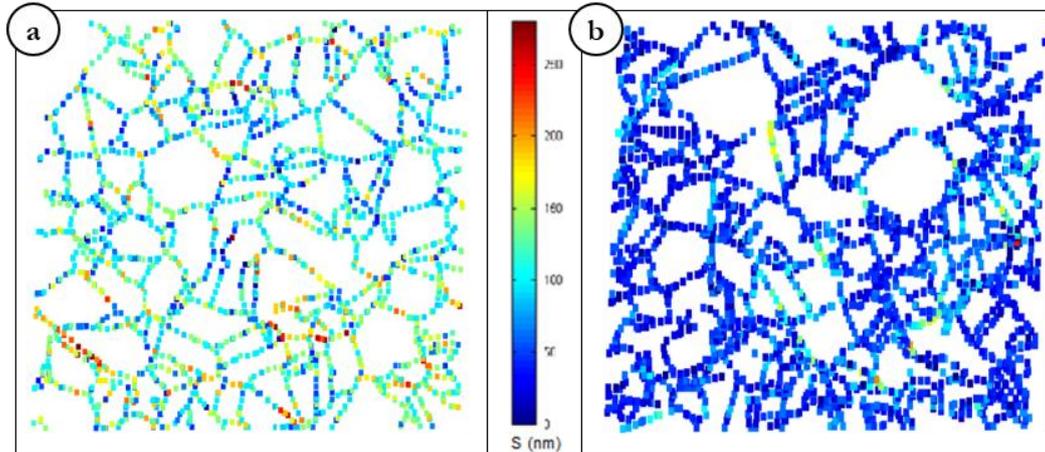


Figure III-5 : Amplitude du glissement intergranulaire après fluage 700°C / 700 MPa, interrompu à 1% de déformation [Thibault, 2013]

- (a) Microstructure de référence
- (b) Microstructure à joints de grains dentelés

Il ressort de la Figure III-5 que le glissement intergranulaire, quantifié grâce à un système de microextensométrie directement déposé sur la surface de l'échantillon, est sensiblement plus faible sur la microstructure à joints de grains dentelés, par rapport à la microstructure de référence.

La cavitation au niveau des joints de grains, ainsi que l'amorçage de fissures en fluage sont aussi impactés par les dentelures, comme l'ont montré Hong et al. [Hong, 2009] et Tanaka et al. [Tanaka, 1988] dans leurs travaux.

Il est important de noter que la limitation du glissement intergranulaire n'est pas le seul effet des joints de grains dentelés. En effet, la création de dentelures nécessite de réaliser un refroidissement lent à travers le solvus  $\gamma'$ , ce qui favorise la formation de  $\gamma'$  « Fans » (voir Chap.I1.4.1), et la coalescence des précipités  $\gamma'$  en général. Aussi, Thibault et al. ont constaté qu'une microstructure à joints de grains dentelés était plus sensible à la déformation intragranulaire qu'une microstructure de référence.

De plus, les propriétés en fluage d'un alliage ne sont pas systématiquement améliorées par les joints de grains dentelés. Wisniewski et al. ont en effet montré pour le Waspaloy « gatorized » (Figure III-6) que pour des températures modérées, et de fortes contraintes appliquées, une microstructure conventionnelle sera plus performante qu'une microstructure à joints de grains dentelés.

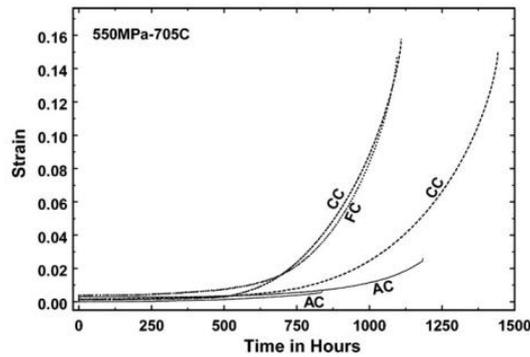


Figure III-6 : Courbes de fluage 705°C / 550 MPa pour différentes microstructures [Wisniewski, 2009]

AC = Air Cooling → Microstructure de référence (joints de grains lisses)

FC = Furnace Cooling (6°C/min) → Microstructure à joints de grains dentelés

CC = Continuous Cooling (3°C/min) → Microstructure à joints de grains dentelés

On voit par exemple sur les courbes de la Figure III-6 que les durées à rupture des différentes microstructures testées (référence, et joints de grains dentelés) sont proches les unes des autres, sans amélioration liée aux dentelures des joints de grains.

En revanche, pour des essais à haute température, et basse contrainte, l'effet bénéfique des joints de grains dentelés a été observé dans plusieurs études (Figure III-7).

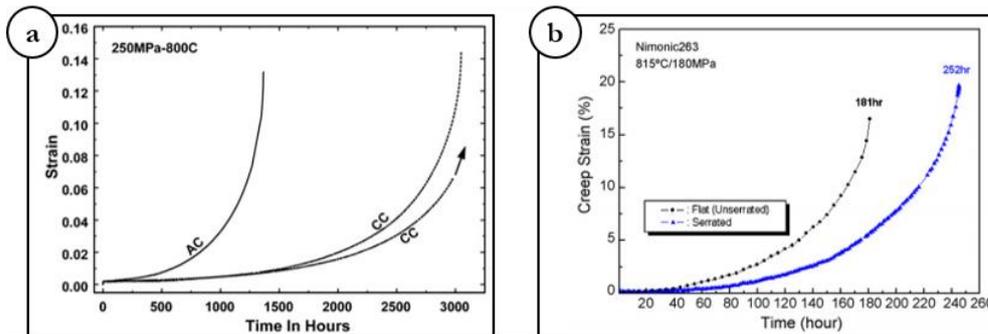


Figure III-7 : Illustration de l'amélioration des propriétés en fluage due aux joints de grains dentelés

(a) [Wisniewski, 2009]

(b) [Hong, 2009]

Le renforcement des joints de grains est donc un moyen efficace d'améliorer les propriétés d'un alliage en fluage, plutôt dans les domaines de hautes températures et de basses contraintes.

### III.3.2.b. Renforcement des joints de grains par ajout d'éléments mineurs

Un autre moyen de renforcer les joints de grains est la modification de la chimie d'un alliage. En effet, l'ajout de certains éléments mineurs, tels que le Bore, le Carbone, l'Hafnium ou encore le Zirconium, est connu pour améliorer parfois de façon spectaculaire les propriétés mécaniques d'un superalliage (durée de vie en fluage, ductilité, résistance à la rupture en fluage et traction), sans que les raisons de ce renforcement ne soient totalement connues [Decker, 1958], [Sabol, 1969], [Duhl, 1971], [Garosshen, 1987], [Kontis, 2014], [Stinville, 2015]. Kontis et al. ont particulièrement bien observé ce phénomène par ajout de Bore dans le nouveau superalliage STAL15-CC (Figure III-8).

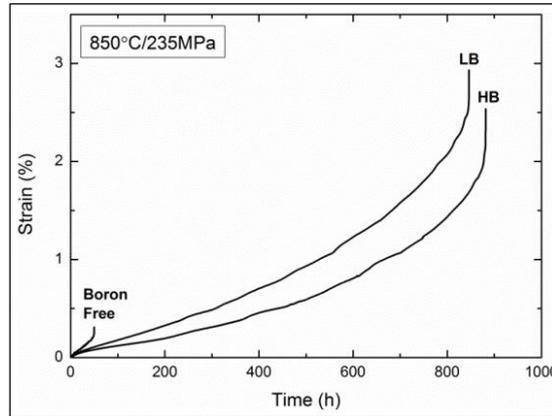


Figure III-8 : Illustration de l'amélioration des propriétés en fluage du superalliage STAL15-CC par ajout de bore (LB=Low Bore ; HB = High Bore) [Kontis, 2014]

Plusieurs hypothèses sont avancées pour expliquer ce phénomène. Decker et al. ont d'abord proposé que les atomes de Bore, présents aux joints de grains, empêchent le processus d'annihilation des dislocations. Les études suivantes suggèrent que l'augmentation de l'énergie d'interface et l'amélioration des forces cohésives des joints de grains expliquent ce phénomène ([Garosshen, 1987]). Garosshen et al. évoquent de plus le fait que les atomes de Bore, ségrégués aux joints de grains, viennent combler les lacunes, limitant ainsi la cavitation aux joints de grains, ainsi que la création de zones de déplétion en précipités  $\gamma'$  autour des joints de grains. Enfin, le Bore est supposé avoir également un effet sur les carbures, notamment de type  $M_{23}C_6$  qui, en présence d'éléments traces, ne précipitent plus sous forme de films continus aux joints de grains, mais de manière discrète.

Plus récemment, les travaux de Kontis et al. [Kontis, 2014] confirment certaines de ces hypothèses, notamment l'effet du bore sur la précipitation des carbures  $M_{23}C_6$ . Ils suggèrent également que des couches de  $\gamma'$  se forment aux joints de grains, et entourent les carbures ( $MC$  et  $M_{23}C_6$ ) (phénomène également observé par Yan et al. [Yan, 2008]), améliorant ainsi la ductilité et la résistance en fluage (Figure III-9). Ces enveloppes de  $\gamma'$  limitent également la propagation de fissures, améliorant la tenue de l'alliage à hautes températures.

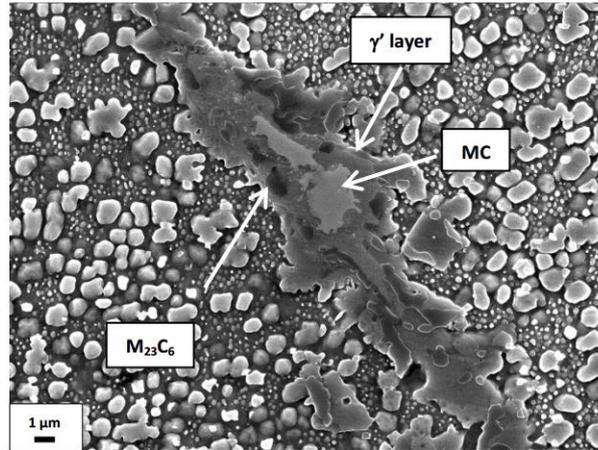


Figure III-9 : Enveloppe de phase  $\gamma'$  autour des carbures MC et  $M_{23}C_6$  dans un superalliage dopé au bore (0,006 wt-%) [Kontis, 2014]

### III.3.3. Influence de la précipitation $\gamma'$

De nombreuses études se sont attachées à examiner le rôle de la taille des précipités  $\gamma'$  sur les propriétés mécaniques, et notamment en fluage [Bhowal, 1990], [Jackson, 1999]. Lorsque les mécanismes dislocationnels sont activés, les dislocations doivent franchir les précipités qu'elles rencontrent, par contournement ou par cisaillement.

Des études montrent que le mode de franchissement des précipités par les dislocations dépend de la taille des précipités ([Jackson, 1999]) et de la distance inter-particulaire ([Bhowal, 1990]). Ainsi, des précipités de petites tailles (ou des distances inter-particulaires faibles) favoriseront des mécanismes de cisaillement, par paires de dislocations faiblement ou fortement couplées, tandis que de plus gros précipités (et donc les plus grandes distances inter-particulaires) favoriseront les processus de contournement. Ces différentes tendances sont illustrées sur la Figure III-10 ci-après.

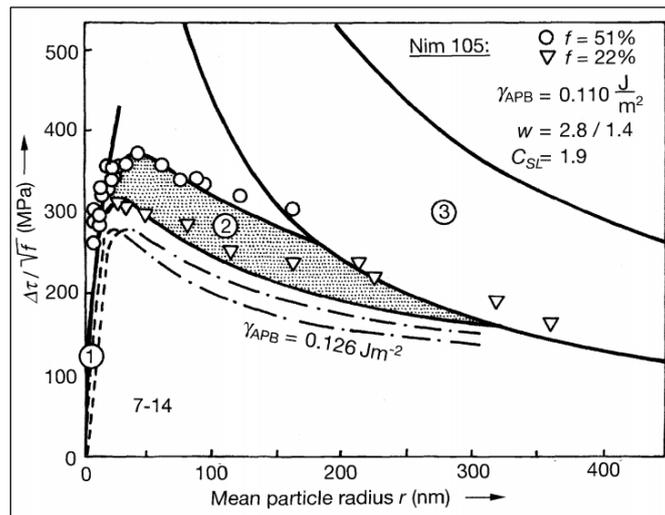


Figure III-10 : Évolution de la contrainte de cisson critique résolue en fonction du rayon des précipités  $\gamma'$  du Nimonic 105 – Illustration des trois modes de franchissements prédominants : Cisaillement par des dislocations faiblement couplées (Courbe 1) ; Cisaillement par paires de dislocations fortement couplées (Courbe 2) ; Contournement d'Orowan (Courbe 3) [Reppich, 1993]

Des études plus récentes ([Locq, 2000], [Raujol, 2004], [Locq, 2004]) se sont intéressées plus finement à l'influence de la précipitation de  $\gamma'$  tertiaires (Figure III-11). Les auteurs montrent que ces précipités, en venant combler les couloirs inter-précipités  $\gamma'$  secondaires, entraînent une transition de mécanismes de déformation : les précipités  $\gamma'$  secondaires sont contournés en l'absence de précipités  $\gamma'_{III}$ , tandis que leur présence diminue la mobilité des dislocations parfaites  $a/2\langle 110 \rangle$  (a étant le paramètre de maille) dans les couloirs de matrice. Cette moindre mobilité conduit les dislocations parfaites à se dissocier en deux partielles (selon le procédé exposé par Condat et Décamps [Condat, 1987], [Décamps, 1991]), entraînant un nouveau mode de cisaillement [Décamps, 2004].

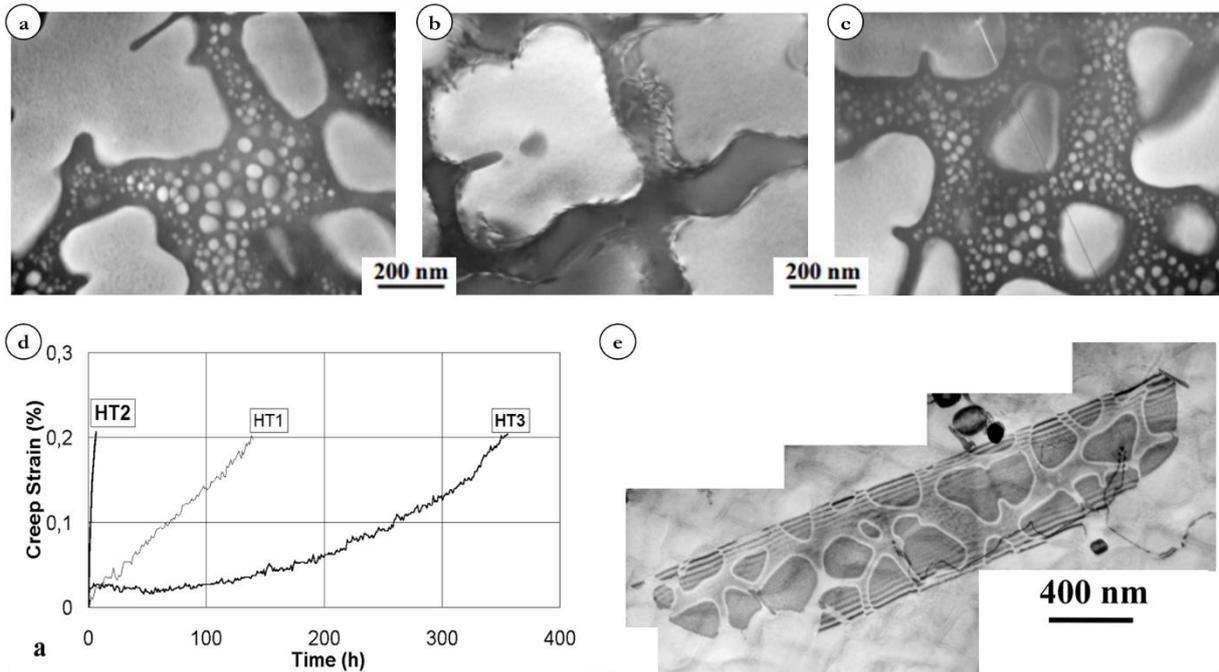


Figure III-11 : Illustration de l'influence des précipités  $\gamma'$  tertiaires sur les propriétés en fluage [Locq, 2004]  
(a) (b) (c) Microstructures respectivement HT1, HT2 et HT3  
(d) Essais de fluage interrompus à 700°C / 650 MPa ; HT2 : T<sup>o</sup>Th sans  $\gamma'_{III}$  ; HT1 et HT3 : T<sup>o</sup>Th avec  $\gamma'_{III}$   
(e) Observations MET du nouveau mode de cisaillement entraîné par la présence des précipités  $\gamma'_{III}$  dans les couloirs de matrice, mis en évidence par Décamps et al. [Décamps, 2004]

## **Partie III2. Étude de l'influence de la taille de grains**

Le premier paramètre microstructural qui a été étudié est la taille de grains. Pour cela, trois microstructures ont été testées, chacune avec une taille de grains différente : la microstructure **GF** (Grains Fins), **GG** (Gros Grains), et la microstructure monogranulaire ayant subi le même traitement thermique que la microstructure GG : **SX-GG** (voir II.3.2).

Ces trois microstructures ont été testées en fluage pur à différentes températures (700°C, 850°C et 900°C).

Toutes les données extraites des essais de fluage réalisés pour cette étude sont résumées dans l'Annexe C.

### **III2.1. Influence de la taille de grains sur les propriétés en fluage à 900°C**

#### **III2.1.1. Essais de fluage à 900°C**

On notera pour commencer qu'une température de 900°C pour des essais de fluage sur l'AD730™ est très élevée, cet alliage ayant en effet été développé pour être utilisé à des températures autour de 700 à 750°C (Chap.I4). Tester l'alliage à ces températures extrêmes permet cependant d'en apprendre plus sur le comportement de l'alliage, et sur le rôle de ses joints de grains, notamment vis-à-vis des effets d'environnement.

Les essais à cette température ont été effectués sur les microstructures GG et SX-GG, la microstructure GF n'étant pas suffisamment résistante en fluage à cette température pour être testée. Les contraintes appliquées ont été choisies relativement faibles (150 et 250 MPa), de manière à atteindre des durées d'essais suffisamment longues pour que la température et l'environnement aient le temps de contribuer à la durabilité de l'alliage.

Les courbes de ces essais sont présentées sur la Figure III-12. On note une très forte influence de la taille de grains pour les essais réalisés à plus faible contrainte (150 MPa, Figure III-12.a.), matérialisée par un temps à rupture beaucoup plus important pour la microstructure SX-GG que pour la microstructure GG. Néanmoins, lorsque l'on augmente la contrainte appliquée (250 MPa, Figure III-12.b.), cet effet s'inverse : la durée à rupture de l'éprouvette SX-GG est inférieure à celle de l'éprouvette GG (respectivement 10 h et 16 h pour les éprouvettes SX-GG et GG).

On note de plus que quelle que soit la contrainte appliquée, la microstructure GG se déforme moins rapidement que celle SX-GG. La déformation à rupture atteinte par les éprouvettes SX-GG est également systématiquement plus importante que pour les éprouvettes GG.

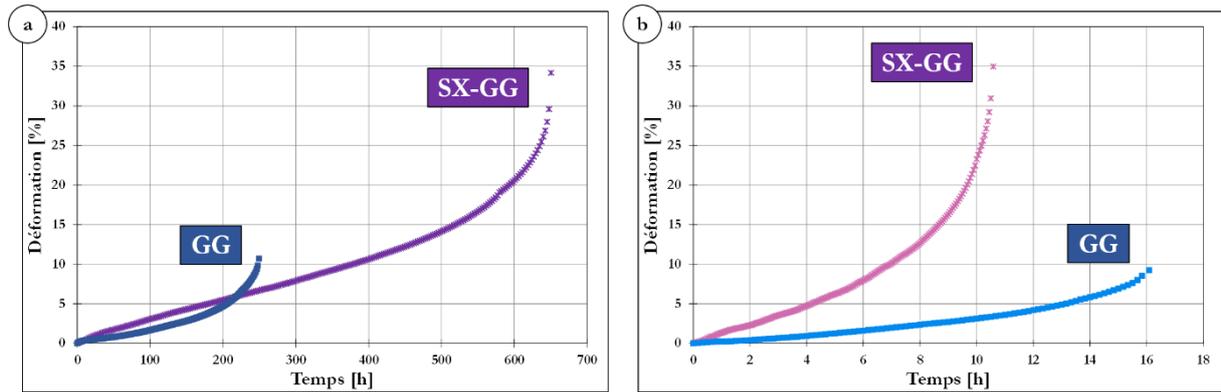


Figure III-12 : Résultats des essais de fluage à 900°C - Comparaison entre les microstructures GG et SX-GG  
(a) 900°C / 150 MPa  
(b) 900°C / 250 MPa

Enfin, un changement de comportement est clairement observé pour la microstructure SX-GG en fonction de la contrainte appliquée : l'augmentation de la contrainte de 150 MPa à 250 MPa entraîne un abattement très important (x 60) de la durée à rupture (abattement plus important que pour la microstructure GG (x 15)).

### III2.1.2. Analyse macroscopique des mécanismes de déformation

L'analyse des modes de déformation lors d'essais de fluage passe en particulier par l'étude des vitesses minimales de déformation. La Figure III-13.a. représente les vitesses de déformation en fonction de la déformation pour les 4 essais réalisés à 900°C, sur les microstructures GG et SX-GG.

Les premières observations notables concernant cette figure sont les vitesses de déformation des éprouvettes SX-GG, supérieures à celles des GG dans les mêmes conditions. Comme il a été noté dans le paragraphe précédent (III2.1.1), les allongements à rupture des éprouvettes SX-GG sont également bien plus importants que ceux des éprouvettes GG (environ 3,5 fois plus importants).

On remarque de plus que les éprouvettes GG ne présentent pas de stade secondaire à proprement parlé, la vitesse de déformation minimale n'étant atteinte que ponctuellement. En revanche, la microstructure SX-GG présente un stade secondaire plus long, mais uniquement pour l'essai à 150 MPa. Quelle que soit la contrainte appliquée, cette vitesse minimale de déformation est atteinte plus tard dans l'essai pour la microstructure SX-GG que pour la microstructure GG.

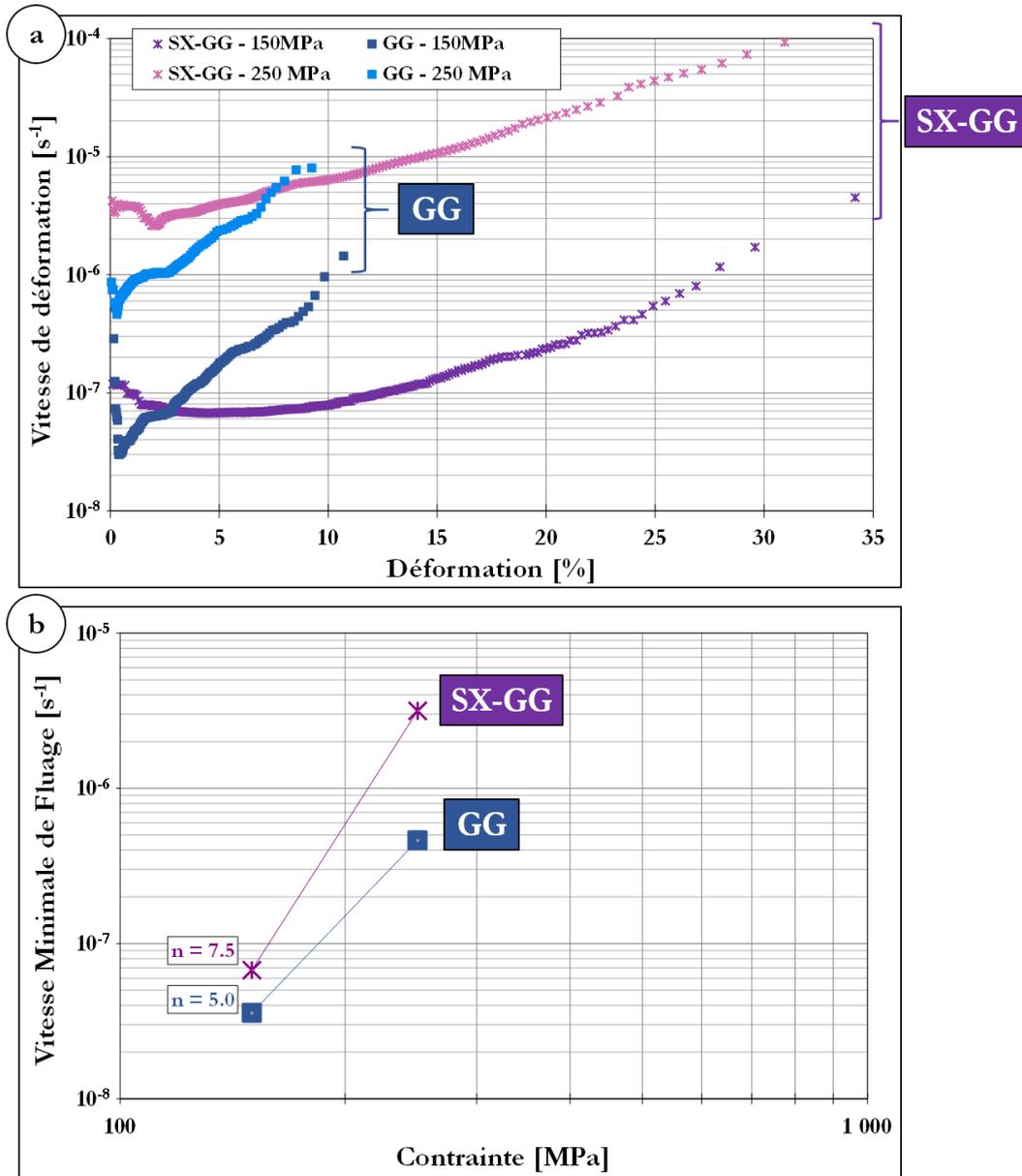


Figure III-13 : Analyses des vitesses de déformation des essais à 900°C

(a) Vitesses de déformation en fonction de la déformation

(b) Graphe de Norton : Vitesse minimale de fluage en fonction de la contrainte appliquée

Enfin, l'analyse des premiers stades de déformation (Figure III-13.a.) révèle que la diminution de la vitesse de déformation en début d'essai, correspondant à un durcissement du matériau, est très faible pour la microstructure SX-GG. Ce comportement atypique diffère fortement de celui de la microstructure polycristalline GG, qui présente une forte diminution de la vitesse de déformation au début de l'essai (stade primaire).

Ceci indique très clairement que les joints de grains contribuent au durcissement de l'alliage en impliquant une diminution plus rapide de la vitesse de déformation. Cet effet est observé plus visiblement dans le diagramme de Norton de la Figure III-13.b., où les vitesses de déformation minimales relevées sont plus importantes pour la microstructure monogranulaire que pour la microstructure polycristalline.

Les coefficients de Norton relevés pour les microstructures GG et SX-GG sont respectivement 5,0 et 7,5. Ces valeurs indiquent que dans ces conditions, la déformation est contrôlée par des mécanismes mêlant diffusion et mouvement des dislocations.

### III2.1.3. Analyse des mécanismes d'endommagement

#### III2.1.3.a. Analyses des éprouvettes GG

Les observations du faciès de rupture des éprouvettes GG testées en fluage à 900°C montrent un endommagement exclusivement intergranulaire (Figure III-14). Ce caractère intergranulaire est également clairement visible sur le fût de l'éprouvette testée à 150 MPa (Figure III-15), où il est possible d'observer à la loupe binoculaire un très grand nombre de fissures secondaires.

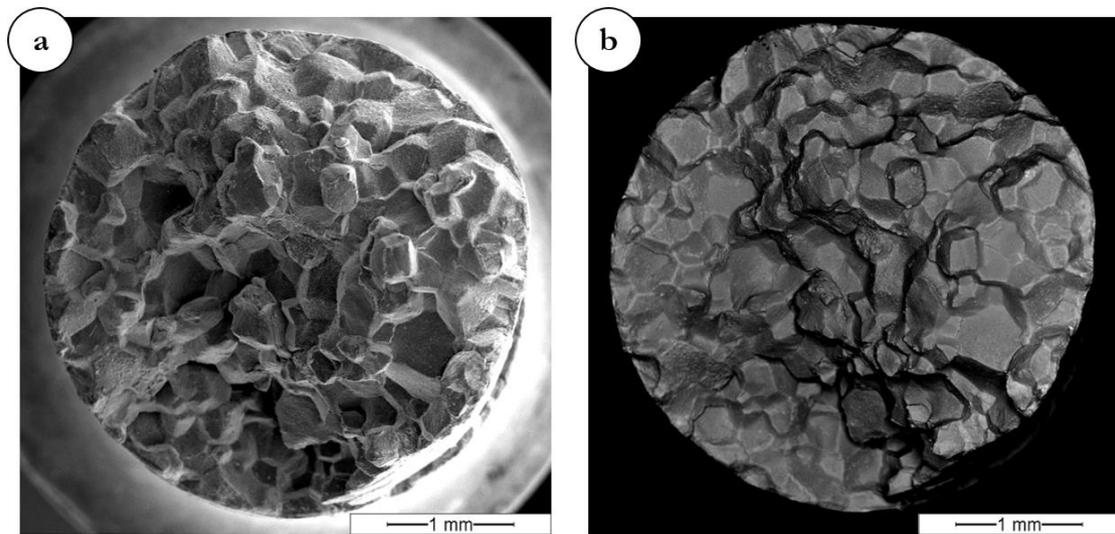


Figure III-14 : Faciès de rupture de l'éprouvette GG testée en fluage à 900°C / 150 MPa – Observations en électrons secondaires (a) et rétrodiffusés (b)

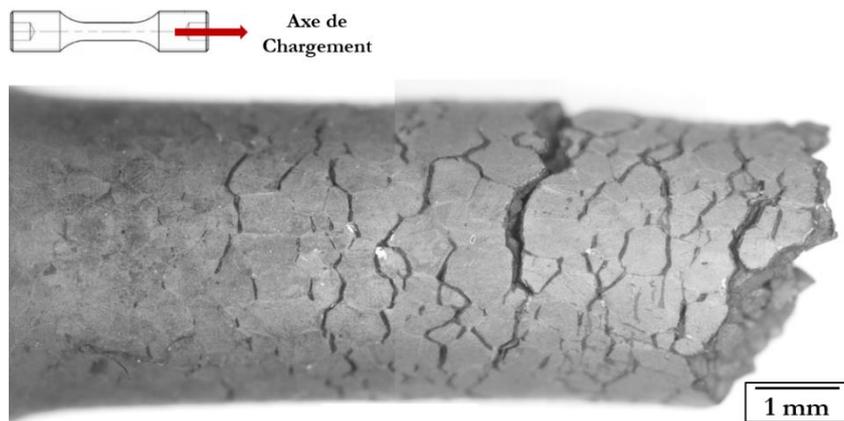


Figure III-15 : Fût de l'éprouvette GG testée en fluage à 900°C / 150 MPa observée à la loupe binoculaire

Ce caractère exclusivement intergranulaire de l'endommagement suggère que l'oxydation intergranulaire est le processus d'endommagement à l'ordre 1. En effet, à cette température très élevée pour ce type d'alliage, l'oxydation (ainsi que la dégradation de la microstructure de précipitation) a une grande influence sur la durabilité du matériau [Reed, 2006], [Chateau, 1999], [Chateau, 2010].

Ces hypothèses sont confirmées par les observations réalisées sur une coupe longitudinale de l'éprouvette GG testée à 150 MPa (Figure III-16).

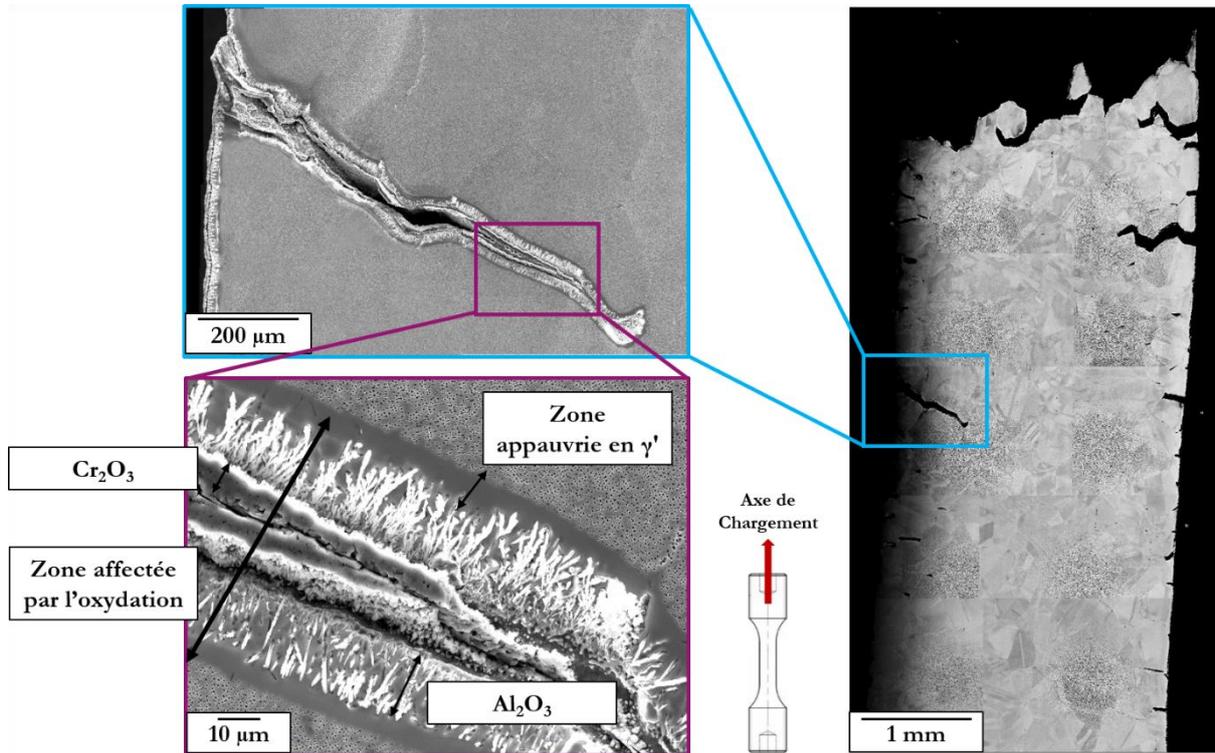


Figure III-16 : Coupe longitudinale de l'éprouvette GG testée en fluage à 900°C / 150 MPa

Cette coupe atteste tout d'abord du très grand nombre de fissures secondaires intergranulaires, déjà observées sur le fût de l'éprouvette (Figure III-15).

Les observations réalisées à plus fort grandissement sur ces fissures secondaires révèlent la contribution de l'oxydation à l'endommagement. La zone affectée par l'oxydation est étendue sur une épaisseur de plusieurs dizaines de µm. Cette couche affectée par l'oxydation comporte 3 zones : en partant de la surface libre à l'intérieur de l'éprouvette, la première zone est une couche d'oxyde de Chrome ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ), d'environ 5 à 10 µm, la seconde zone est composée de « branches » d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  entourée de matrice métallique non oxydée d'environ 10 à 15 µm d'épaisseur. Enfin, ces « branches » étant fortement chargées en Aluminium, élément  $\gamma'$ -gène, une couche appauvrie en précipités  $\gamma'$  d'une épaisseur de 5 à 10 µm compose la dernière zone de cette couche affectée par l'oxydation. Les effets d'environnement sur les mécanismes d'endommagement, ainsi que le détail des analyses EDS réalisées sur cette coupe, seront repris de manière plus poussée dans le chapitre suivant (Chapitre IV).

### III.2.1.3.b. Analyses des éprouvettes SX-GG

Le faciès de rupture de l'éprouvette SX-GG testée à 900°C / 150 MPa (Figure III-17) est exclusivement ductile, comme l'atteste la présence de nombreux cupules, ainsi que la réduction très importante de la section portante (environ 80 %).

Le caractère très déformé de ce faciès ne permet pas de déterminer la séquence de processus d'endommagement notamment dans les premiers stades.

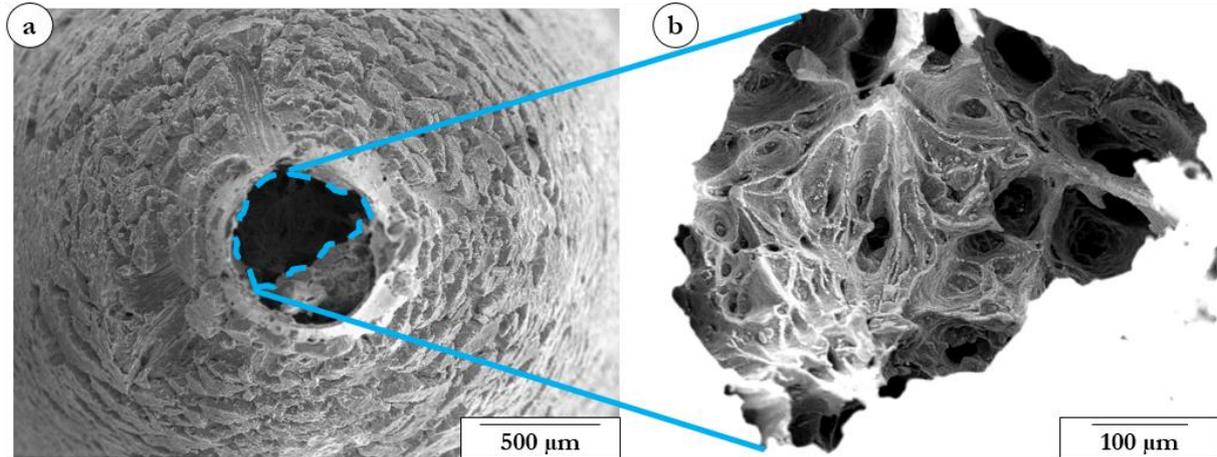


Figure III-17 : Faciès de rupture de l'éprouvette SX-GG testée en fluage à 900°C / 150 MPa

L'observation d'une coupe d'éprouvette rompue est donc indispensable pour analyser plus précisément les processus d'endommagement. Sur la coupe présentée en Figure III-18, qui révèle une fois de plus l'importante ductilité (allongement et réduction de la section portante), un endommagement classique pour un superalliage monogranulaire sollicité en fluage à haute température (relative à son solvus  $\gamma'$ ) est observé : l'endommagement se localise sur les pores de fonderie (Figure III-18.b.), qui font office d'amorces de fissures en raison d'une concentration de contrainte plus importante à leur voisinage.

La microstructure de précipitation  $\gamma'$  a fortement évolué à la suite de cet essai. Premièrement, une coalescence de celle-ci est observée ici : les précipités  $\gamma'_{III}$  ont entièrement été dissous, tandis que les précipités  $\gamma'_{II}$  cuboïdaux ont coalescé et ont, pour une partie, fusionné. Leur taille est passée d'environ 300 nm avant essai à plus d'1 µm de diamètre moyen.

La dernière observation est le début de mise en radeau de ces précipités  $\gamma'_{II}$  dans le sens perpendiculaire à la direction de sollicitation, mécanisme largement étudié et observé sur les superalliages monogranulaires sollicités en fluage traction [Tien, 1971], [Tien, 1972], [Caron, 1983], [Draper, 1989], [Pollock, 1994], [Reed, 1999], [Cormier, 2009]. Un gradient très progressif de ces différents états microstructuraux est constaté dans la partie utile de l'éprouvette jusqu'à la zone de striction prononcée.

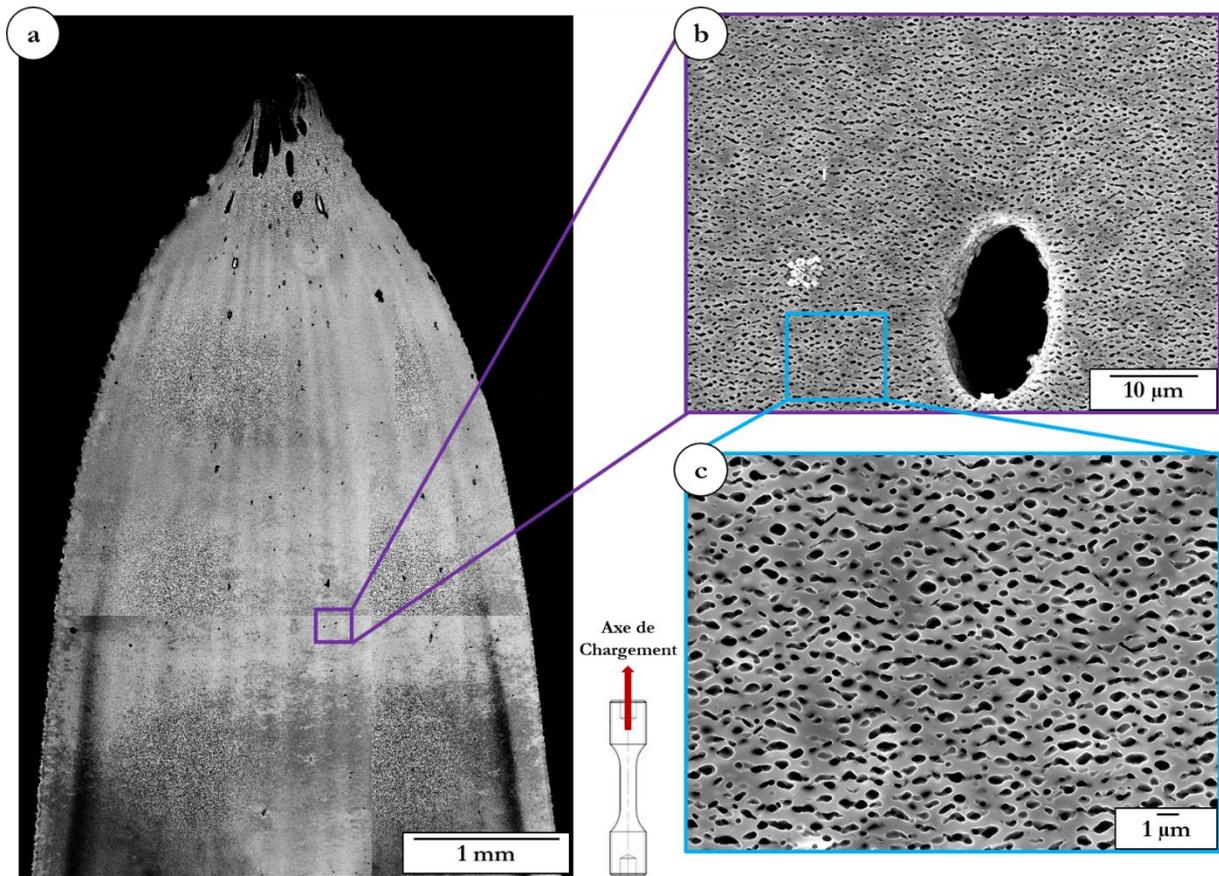


Figure III-18 : Coupe longitudinale de l'éprouvette SX-GG rompue après essai de fluage à 900°C / 150 MPa  
(a) Observation globale de la coupe en électrons rétrodiffusés (BSE)  
(b) Observation d'une fissure amorcée sur un pore de fonderie  
(c) Zoom sur la microstructure de précipitation après essai

Un autre type d'endommagement a été observé sur l'éprouvette SX-GG testée à 900°C / 150 MPa : un endommagement intergranulaire au niveau de certaines zones recristallisées, situées en surface ou au niveau du faciès de rupture (Figure III-19). L'énergie stockée, apportée par la déformation très importante de l'éprouvette, et par la température d'essai élevée, sont la cause première de cette recristallisation surfacique. L'environnement est également un paramètre clé dans ce mécanisme : lorsqu'une (ou plusieurs) couche(s) d'oxyde(s) se forme(nt) à la surface de l'échantillon, un appauvrissement en précipités  $\gamma'$  apparaît nécessairement sous cette couche, en raison du transport de Titane et d'Aluminium (éléments  $\gamma'$ -gènes) de la matrice vers la couche d'oxyde. Cette couche appauvrie en précipités  $\gamma'$  accumule plus de déformation que le reste de l'éprouvette, ce qui facilite alors la recristallisation surfacique [Porter, 1981], [Xie, 2008], [Foss, 2013].

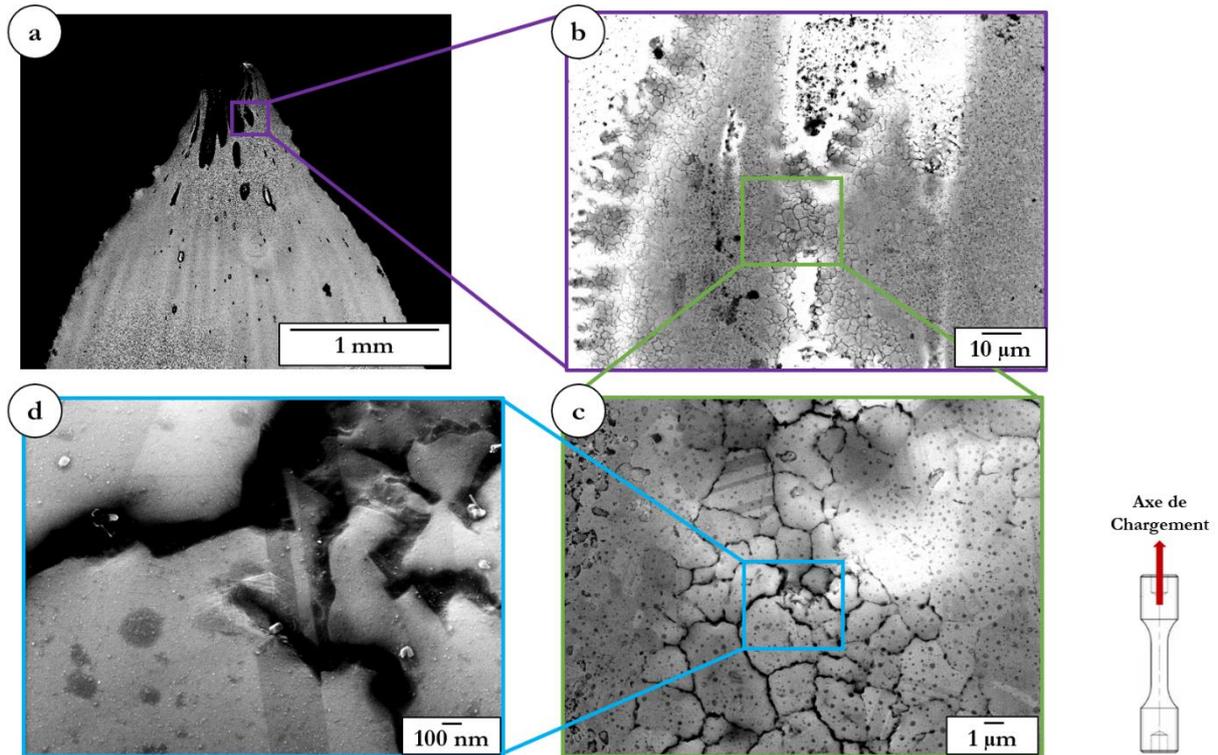


Figure III-19 : Mise en évidence de la recrystallisation en surface sur l'éprouvette SX-GG testée en fluage à 900°C / 150 MPa

- (a) Observation globale de la coupe (BSE)
- (b) (c) Mise en évidence de la recrystallisation au niveau de la zone de rupture
- (d) Fissures intergranulaires dans la zone de recrystallisation

Nous ferons l'hypothèse que l'impact de cette recrystallisation surfacique est limité sur le comportement en fluage, en raison notamment des observations précédentes sur l'endommagement des éprouvettes : le caractère exclusivement ductile des faciès de rupture, ainsi que l'endommagement apparaissant au niveau des pores de fonderie confirment ces hypothèses.

#### III2.1.4. Synthèse

Les essais de fluage à 900°C sur les microstructures GG et SX-GG ont mis en évidence une forte influence de la présence des joints de grains, à travers des comportements très différents entre les deux microstructures, pour les deux contraintes testées.

- Les résultats des essais de fluage à 900°C / 150 MPa peuvent être résumés comme suit :
  - $t_r(\text{SX-GG}) = 2,5.t_r(\text{GG})$ , mais  $\dot{\epsilon}(\text{SX-GG}) > \dot{\epsilon}(\text{GG})$  ;
  - Dans ces conditions, l'étude des vitesses de déformation (Figure III-13) indique que les mécanismes contrôlant la déformation de fluage sont une combinaison de mécanismes diffusionnels et dislocationnels ;
  - Pour la microstructure SX-GG, aucun durcissement habituellement observé lors des premiers stades d'un essai de fluage n'est relevé (150 MPa et 250 MPa) ;

- L'absence de joints de grains dans la microstructure SX-GG a pour effet d'augmenter le libre parcours moyen des dislocations, ce qui explique les grandes vitesses de déformation relevées (par rapport à la microstructure polycristalline) ;
- En revanche, les joints de grains sont endommageants en raison de l'oxydation qui pénètre dans l'éprouvette par ces « canaux » ; Ceci entraîne une plus faible ductilité de la microstructure polycristalline, et donc une rupture prématurée ;
- Les essais de fluage dans le cas d'une contrainte appliquée plus élevée (250 MPa) conduisent aux éléments suivants :
  - Les durées d'essais sont courtes pour les deux microstructures (10 h et 16 h pour les microstructures SX-GG et GG respectivement) ;
  - Les mécanismes précédemment cités restent actifs ;
  - Dans le cas de la microstructure SX-GG, l'augmentation des vitesses de déformation liée à l'augmentation de la contrainte appliquée va entraîner une réduction beaucoup plus rapide de la section portante ;
  - Cette striction devient alors plus rapide que l'endommagement intergranulaire de la microstructure GG, entraînant la rupture de l'éprouvette SX-GG avant celle de l'éprouvette GG.

À 900°C, les joints de grains contribuent au durcissement de l'alliage, mais sont aussi des sources d'endommagement via leur sensibilité à l'environnement. En fonction des contraintes appliquées, il y a donc compétition entre ces deux phénomènes, menant à la rupture prématurée de l'une ou l'autre des microstructures. Le monograin n'est donc pas nécessairement plus performant que la microstructure polycristalline lorsque la contrainte appliquée est élevée.

## **III2.2. Influence de la taille de grains sur les propriétés en fluage à 850°C**

### **III2.2.1. Essais de fluage à 850°C**

Cette température est toujours très élevée pour ce type d'alliage, mais peut être atteinte ponctuellement sur certaines pièces en service, lors de régimes particuliers (décollage d'un avion ou régimes d'urgence notamment).

Les essais de fluage à 850°C ont été réalisés sur les trois microstructures GF, GG et SX-GG. Pour plus de clarté, une comparaison des microstructures GF et GG sera d'abord présentée, puis des microstructures GG et SX-GG.

III.2.1.a. Comparaison des microstructures GF et GG

La comparaison des microstructures GF et GG indique clairement que la taille de grains joue un rôle important sur les propriétés en fluage (Figure III-20). La microstructure GF présente en effet des durées à rupture bien plus faibles que la microstructure GG (50 fois plus faibles). En outre, la ductilité apparente de la microstructure GF est beaucoup plus importante que celle de la microstructure GG (x 3,5 environ).

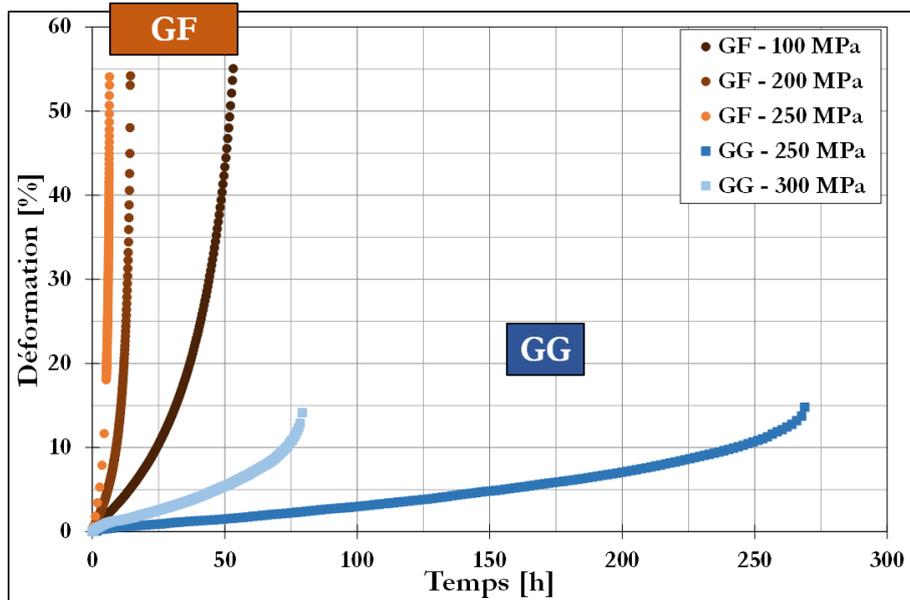


Figure III-20 : Courbes de fluage déformation en fonction du temps des essais de fluage à 850°C – Comparaison entre les microstructures GF et GG

III.2.1.b. Comparaison des microstructures GG et SX-GG

L'influence de la présence des joints de grains a été examinée en comparant les résultats de fluage des microstructures GG et SX-GG. À 850°C, les durées à rupture obtenues sur ces deux microstructures sont très proches (Figure III-21.a) : 238 h pour SX-GG contre 275 h pour GG à 250 MPa par exemple.

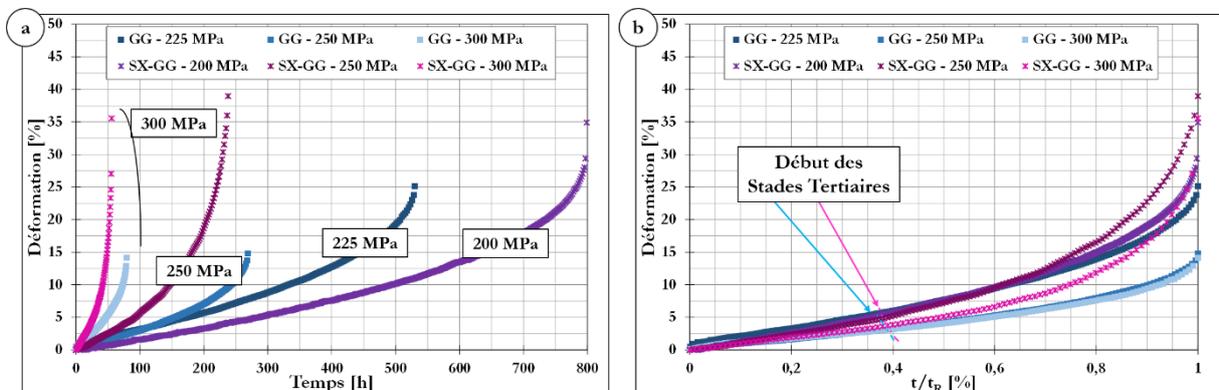


Figure III-21 : Comparaison des résultats de fluage à 850°C entre les microstructures GG et SX-GG

(a) Déformation en fonction du temps

(b) Déformation en fonction du temps rationalisé par le temps à rupture

De la même manière, la Figure III-21.b. révèle que les stades tertiaires débutent sensiblement aux mêmes instants des essais sur ces deux microstructures.

Enfin, comme pour les essais à 900°C, les vitesses de déformation sont plus faibles pour la microstructure GG que pour la microstructure SX-GG (voir également III.2.2), et l'allongement à rupture est plutôt plus élevé dans le cas SX-GG.

Comme à 900°C, la microstructure SX-GG n'apparaît pas plus intéressante vis-à-vis du fluage que la microstructure GG à 850°C.

### III.2.2.2. Analyses des mécanismes de déformation

#### III.2.2.2.a. Comparaison des microstructures GG et GF

La comparaison des courbes « vitesse de déformation / déformation » des microstructures GG et GF (Figure III-22) confirme les observations précédentes : dans ces conditions, la microstructure GF se déforme beaucoup plus rapidement que la microstructure GG. Deux ordres de grandeur en vitesse de déformation (flèche bleue sur la Figure III-22) séparent en effet la microstructure GF à celle GG à 850°C / 250 MPa.

Les vitesses de déformation minimales correspondent aux mêmes niveaux de déformation pour les deux microstructures.

Un diagramme de « Norton » a ensuite été tracé à partir de ces analyses Figure III-23. Ici, le coefficient de Norton de la microstructure GF est de 1,8, ce qui correspond plutôt à un fluage de type diffusion. Celui de la microstructure GG est de 4,1. Cette valeur de coefficient de Norton traduit un fluage mixte combinant fluage dislocations et fluage diffusion, comme à 900°C.

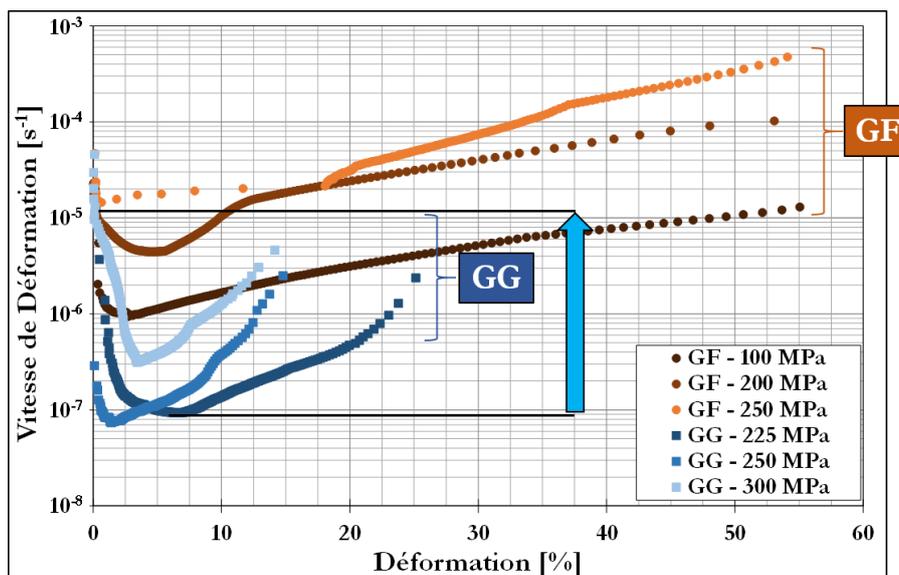


Figure III-22 : Vitesses de déformation en fonction de la déformation lors d'essais de fluage à 850°C – Comparaison des microstructures GG et GF

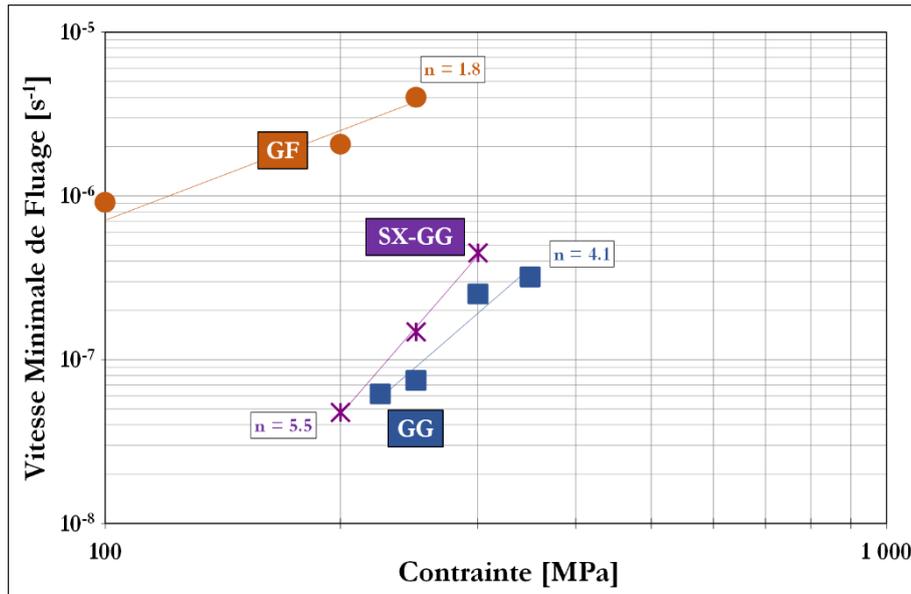


Figure III-23 : Graphe de Norton des essais de fluage à 850°C

### III.2.2.2.b. Comparaison des microstructures GG et SX-GG

La comparaison des vitesses de déformation des microstructures SX-GG et GG (Figure III-24) indique que la microstructure monogranulaire se déforme légèrement plus rapidement que la microstructure GG sous toutes les contraintes appliquées, comme c'est le cas à 900°C.

On note de plus que la vitesse minimale de fluage est atteinte dès le début de l'essai pour la microstructure SX-GG, indiquant une absence de stade primaire de fluage, ce qui diffère avec le comportement des deux microstructures polycristallines. La vitesse de déformation ne fait donc qu'augmenter au cours de l'essai, sans qu'aucune phase de durcissement ne soit observée. Ce comportement est très atypique, et diffère à la fois du comportement des microstructures polycristallines, mais aussi d'alliages monogranulaires « classiques » en fluage.

Les vitesses minimales de déformation de la microstructure SX-GG révèlent, d'après la Figure III-23, que les modes de déformation en fluage à 850°C sont de types dislocations/diffusion (coefficient de Norton de SX-GG = 5,5 à 850°C), comme pour la microstructure GG.

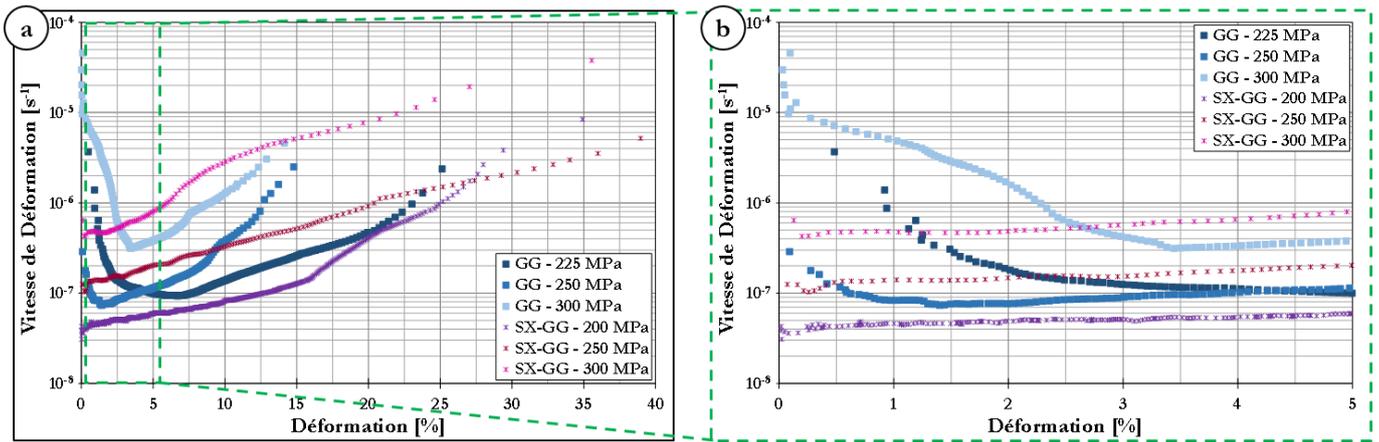


Figure III-24 : Vitesses de déformation en fonction de la déformation lors d'essais de fluage à 850°C – Comparaison des microstructures GG et SX-GG

### III2.2.3. Analyse des mécanismes d'endommagement

Les processus d'endommagement ont été analysés pour chacune des microstructures GF, GG et SX-GG. Les tendances et comportements observés étant les mêmes pour toutes les contraintes testées, nous ne présenterons ici les observations que pour une seule éprouvette par microstructure, et nous considérerons que les mécanismes mis en jeu sont les mêmes, quelle que soit la contrainte appliquée.

#### III2.2.3.a. Microstructure GG – Essai à 850°C / 250 MPa

Le faciès de rupture de l'éprouvette GG testée à 850°C / 250 MPa correspond à une rupture exclusivement intergranulaire (Figure III-25), comme cela a déjà été observé pour les essais à 900°C. Cet endommagement intergranulaire est mis en évidence de manière encore plus prononcée sur la Figure III-26, présentant l'observation à la loupe binoculaire du fût de cette éprouvette. On remarque sur ce fût la présence de très nombreuses fissures secondaires, toutes intergranulaires, depuis le congé de raccordement de l'éprouvette jusqu'à la zone de rupture.

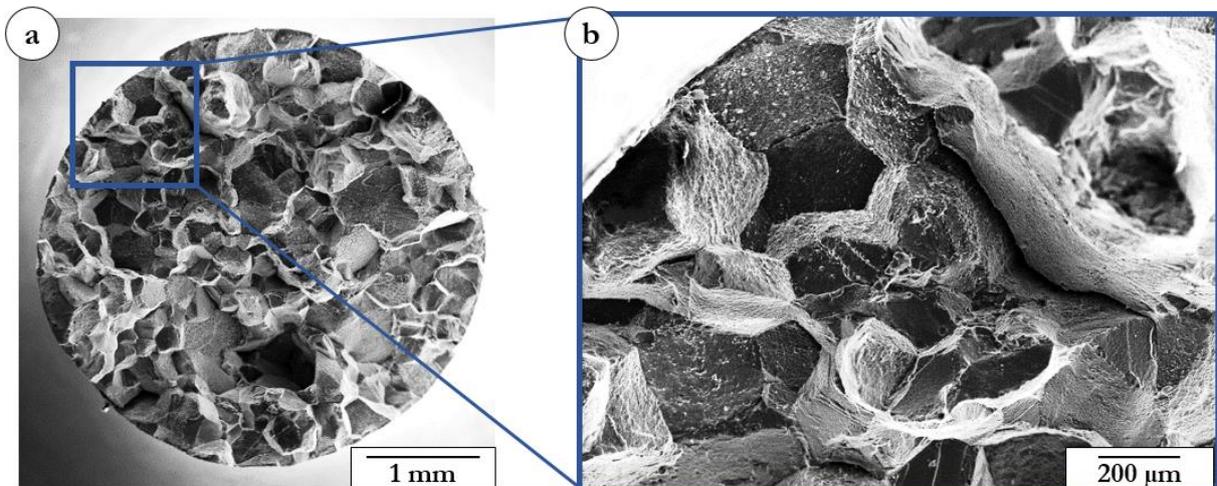


Figure III-25 : Faciès de rupture de l'éprouvette GG testée en fluage à 850°C / 250 MPa



Figure III-26 : Observation à la loupe binoculaire du fût de l'éprouvette GG testée en fluage à 850°C / 250 MPa

L'observation d'une coupe longitudinale de cette même éprouvette autorise l'analyse plus fine de ces mécanismes d'endommagement. Sur la Figure III-27, les nombreuses fissures intergranulaires sont une nouvelle fois mises en évidence, que ce soit en surface (Figure III-27.b., assistées par l'oxydation), ou en volume (Figure III-27.a.).

L'importante coalescence de la microstructure de précipitation  $\gamma'$  est présentée en Figure III-27.c. : les précipités  $\gamma'_{II}$  et  $\gamma'_{III}$  sont toujours présents, contrairement aux observations faites sur les éprouvettes testées à 900°C. Cependant, leur taille a beaucoup évolué : le diamètre moyen des précipités  $\gamma'_{II}$  passe de 300 nm avant l'essai, à 400-500 nm après 270 h à 850°C, tandis que celui des précipités  $\gamma'_{III}$  passe de 35 nm à 150-190 nm.

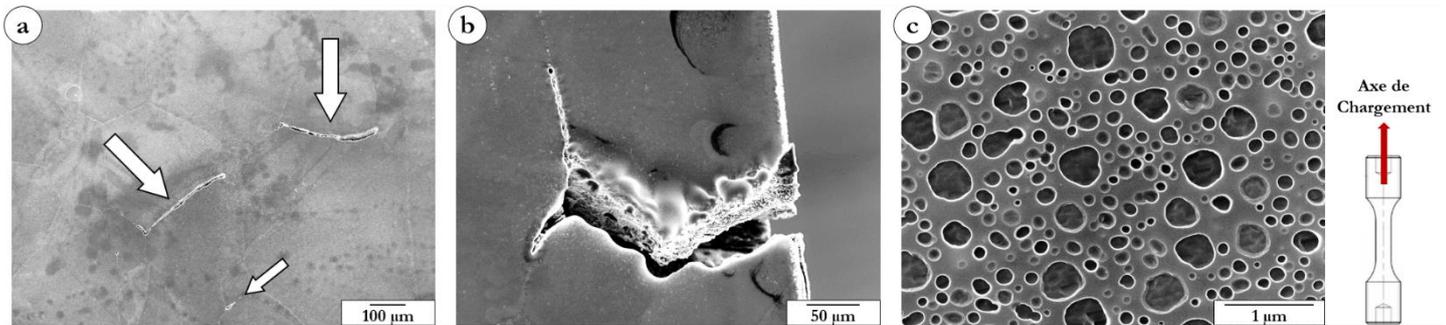


Figure III-27 : Coupe longitudinale de l'éprouvette GG testée en fluage à 850°C / 250 MPa  
(a) Observation de l'endommagement intergranulaire en volume (flèches blanches)  
(b) Endommagement intergranulaire en surface, assisté par l'oxydation  
(c) Microstructure de précipitation  $\gamma'$  après essai (270h à 850°C)

### III2.2.3.b. Microstructure GF

Les faciès de rupture des éprouvettes GF testées à 850°C sont entièrement ductiles, comme le prouve la Figure III-28, où de nombreuses cupules sont observées.

Cependant, l'observation du faciès de rupture seul ne permet pas de localiser les premiers stades d'endommagement.

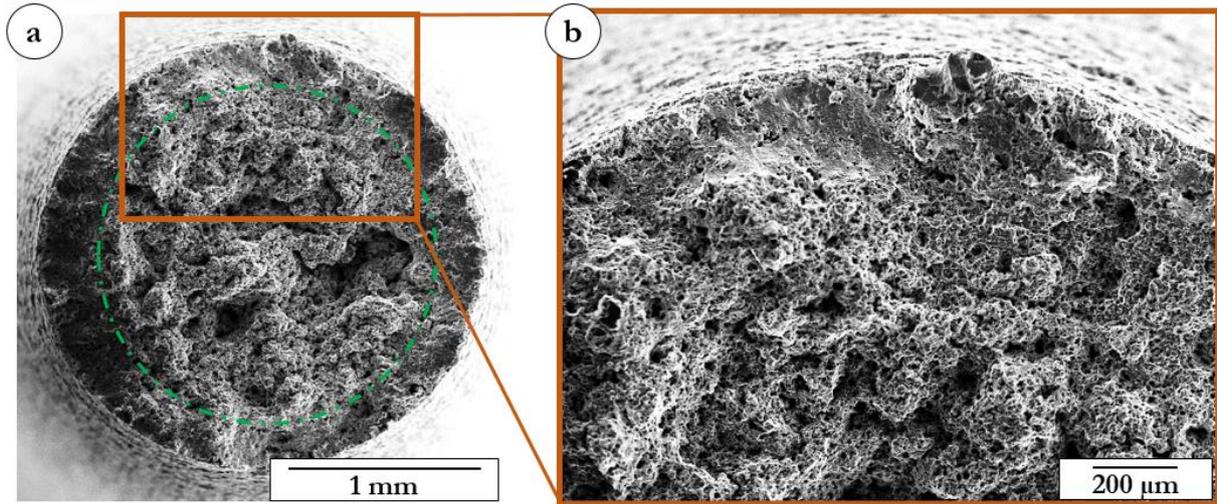


Figure III-28 : Faciès de rupture de l'éprouvette GF testée en fluage à 850°C / 250 MPa

La coupe de l'éprouvette GF testée à 850°C / 50 MPa est présentée en Figure III-29.

La Figure III-29.a. montre l'un des premiers stades de l'endommagement, l'image étant prise loin de la zone de rupture (3 mm de la zone de rupture). Cet endommagement est localisé à l'interface «  $\gamma'_1$  / joints de grains ». Ce type d'endommagement a été identifié dans plusieurs autres études sur des matériaux différents (U720Li et René 65), dans des zones composées de « grains fins » [Billot, 2010], [Laurence, 2016]. Il peut être décomposé en trois étapes [Saint-Antonin, 1995] : l'amorçage, caractérisé par l'apparition de microcavités, dans notre cas le plus souvent aux interfaces « joints de grains /  $\gamma'_1$  », suivi de la croissance, liée aux processus de diffusion de lacunes, et enfin à la coalescence, phase durant laquelle les cavités se rejoignent pour créer les fissures.

Les processus diffusifs aux joints de grains conduisent également à un important appauvrissement de ceux-ci en précipités  $\gamma'$ , ce qui participe aussi à la fragilisation de ces joints.

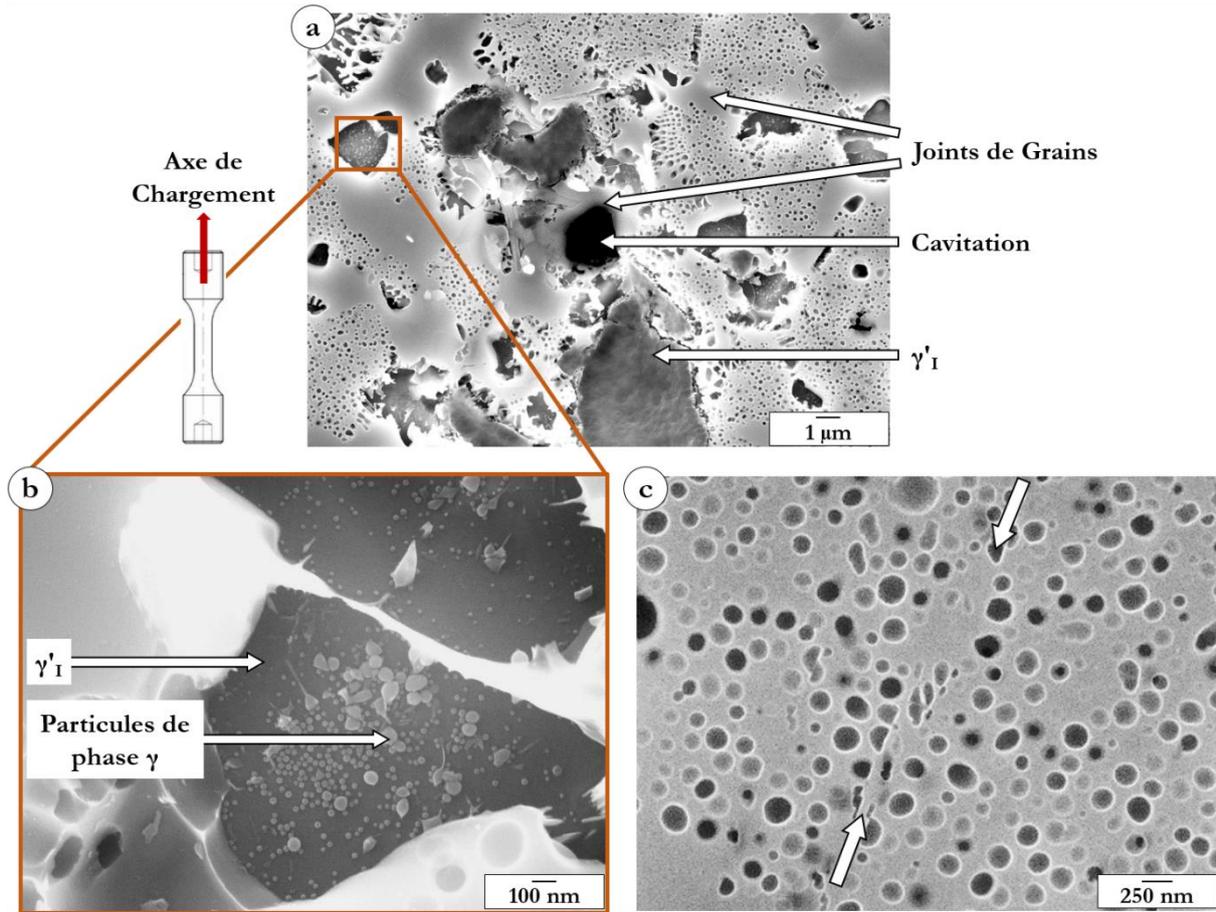


Figure III-29 : Coupe longitudinale d'éprouvette GF testée en fluage à 850°C / 50 MPa

(a) Endommagement localisé à l'interface « Joints de grains /  $\gamma'_{\text{I}}$  »

(b) Précipitation de particules  $\gamma$  dans un précipité  $\gamma'_{\text{I}}$

(c) Microstructure de précipitation après essai (370 h à 850°C) + Cisaillement de précipités  $\gamma'_{\text{II}}$  (flèches blanches)

Comme pour la microstructure GG, une importante coalescence de la microstructure de précipitation  $\gamma'$  apparaît durant l'essai à 850°C (Figure III-29.b.). Pour un temps passé dans le four à 850°C d'environ 370 h, le diamètre moyen des précipités  $\gamma'_{\text{II}}$  est passé de 40 nm à 150-200 nm. L'autre évolution notable de la microstructure concerne l'apparition de particules de phase  $\gamma$  dans des précipités  $\gamma'_{\text{I}}$  (Figure III-29.b.), ce qui suggère que ces derniers sont instables thermodynamiquement. Ce type de précipitation a déjà été observée sur d'autres superalliages pour disques [Cadel, 2002], [Flageolet, 2005], [Miller, 2007], [Laurence, 2016]. Elle est attribuée à une instabilité thermodynamique créée par l'utilisation simultanée d'éléments  $\gamma'$ -gènes pour la croissance des précipités  $\gamma'$  et pour le retour à l'équilibre de la phase  $\gamma$ . Ceci induit un flux de matière entrant et sortant des précipités  $\gamma'$ , notamment primaires. Ce flux de matière conduit à la germination de particules  $\gamma$  dans les précipités  $\gamma'_{\text{I}}$  [Flageolet, 2005].

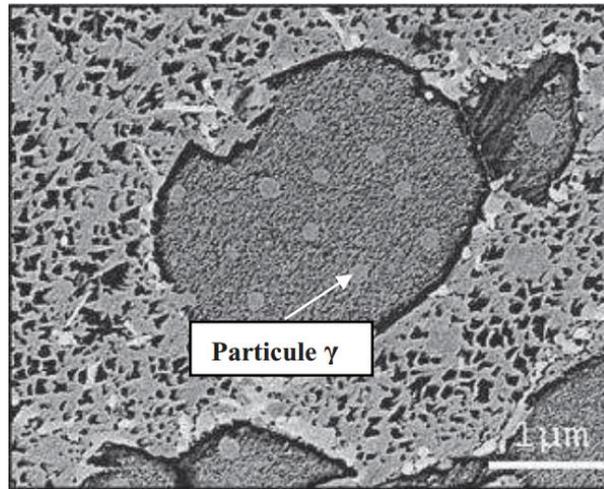


Figure III-30 : Germination de particules  $\gamma$  dans un précipité  $\gamma'_1$  après sur-vieillessement pendant 300 h à 785°C dans le superalliage N18 [Flageolet, 2005]

Enfin, de très rares bandes de cisaillement ont été observées (Figure III-29.c.), ce qui indique que malgré l'importance des phénomènes diffusifs à cette température pour cette microstructure, les mécanismes dislocationnels sont encore présents.

#### III.2.2.3.c. Microstructure SX-GG

Comme pour la microstructure GF, le faciès d'une éprouvette SX-GG testée en fluage à 850°C est exclusivement ductile (Figure III-31). Là encore, les sources d'endommagement ne sont pas détectables par l'observation seule du faciès de rupture.

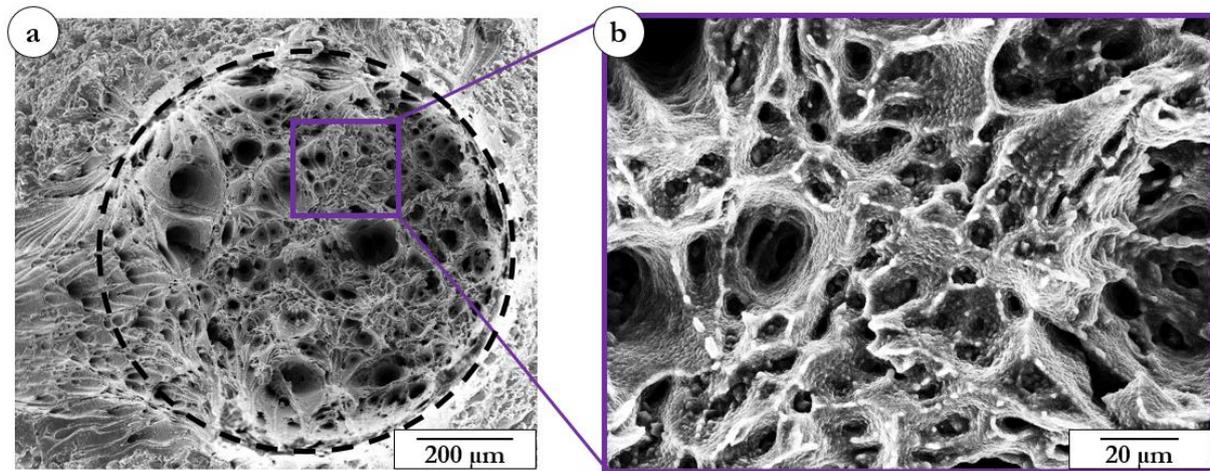


Figure III-31 : Faciès de rupture de l'éprouvette SX-GG testée en fluage à 850°C / 250 MPa (la limite entre le faciès et le fût est mis en évidence par les pointillés noirs sur (a))

Les observations au MEB-FEG de la coupe longitudinale de l'éprouvette SX-GG testée à 850°C / 250 MPa, présentées en Figure III-32, suggèrent que l'endommagement en fluage à 850°C est proche de celui observé à 900°C sur la microstructure SX-GG : il se localise au niveau des défauts, notamment des pores de fonderie (leur taille initiale étant d'environ 10  $\mu\text{m}$  de diamètre).

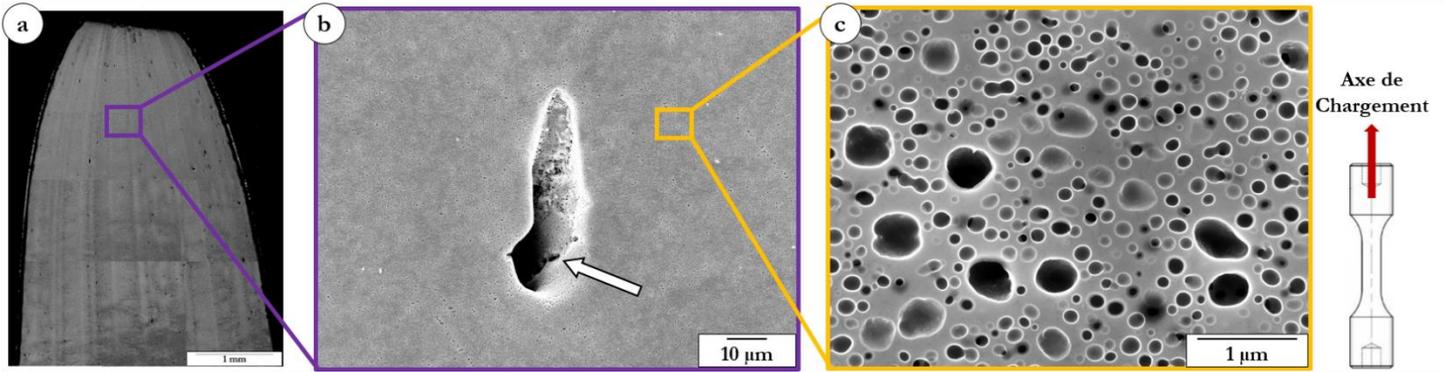


Figure III-32 : Coupe longitudinale de l'éprouvette SX-GG testée en fluage à 850°C / 250 MPa

- (a) Observation globale de la coupe en électrons rétrodiffusés (BSE)
- (b) Amorce de fissure sur un pore de fonderie (flèche)
- (c) Précipitation  $\gamma'$  après essai

On note enfin l'évolution de la microstructure, comme pour GG et GF : pour un temps passé en température d'environ 250 h, les précipités  $\gamma'_{II}$  ont évolué d'une taille de 300 nm à 450-550 nm, et les  $\gamma'_{III}$  de 35 nm à 150-200 nm. Cette évolution de la microstructure de précipitation participe à l'augmentation continue de la vitesse de déformation, évoquée précédemment en III.2.2.b : le grossissement des précipités  $\gamma'$  entraîne en effet une diminution de la contrainte d'Orowan, ce qui mène à l'augmentation de la vitesse de déformation.

#### III.2.2.4. Synthèse

Les essais de fluage réalisés à 850°C sur les trois microstructures GF, GG et SX-GG ont permis de « classer » ces trois microstructures.

- La microstructure GF est celle qui présente les propriétés (durées à rupture et vitesses de déformation) les moins performantes (durées à rupture près de 40 fois inférieures à celles de GG ; vitesses de déformation près de 100 fois supérieures) ;
- L'influence de la taille de grains est donc très forte à cette température :
  - Pour la microstructure GF, le mécanisme dominant de fluage est de type diffusion (d'espèces chimiques ou de lacunes, mobiles préférentiellement aux joints de grains). Ce mécanisme entraîne l'endommagement au niveau des interfaces «  $\gamma'_I$  / joints de grains » ;
  - Le mécanisme pilotant la déformation de fluage pour la microstructure GG est en revanche mixte diffusion/dislocations (coefficient de Norton de 4,1).
- La comparaison entre les microstructures GG et SX-GG montre des vitesses de déformation proches et des performances légèrement moins bonnes pour la microstructure SX-GG que pour GG ; L'état monogranulaire ne constitue donc pas la microstructure la plus performante ;
- Ceci s'explique de la même manière que les résultats de fluage à 900°C :

- La microstructure GG se déforme moins rapidement que la microstructure SX-GG en raison de la présence de joints de grains qui participent au blocage du mouvement des dislocations (le mécanisme pilotant la déformation pour la microstructure SX-GG est également mixte diffusion/dislocations (coefficient de Norton de 5,5)).
- Ces joints de grains sont cependant endommagés en raison de l'oxydation intergranulaire ;
- En revanche, l'oxydation ne pénètre pas dans l'éprouvette SX-GG, la ductilité n'est donc pas affectée par l'environnement. La déformation atteinte à rupture est donc plus importante dans ce cas. L'endommagement sera alors exclusivement assisté par les processus de diffusion de lacunes au niveau des pores notamment. C'est alors la réduction de la section portante qui entraîne la rupture de l'éprouvette.
- Lorsque les superalliages monogranulaires « classiques » sont sollicités en fluage, l'absence de joints de grains est contrebalancée par la présence de phase durcissante en grande quantité dans la matrice (les taux typiques de phase  $\gamma'$  dans des superalliages monogranulaires pour aubages sont compris entre 50 et 70 % [Reed, 2006], [Pollock, 2006]), ce qui permet le blocage efficace du mouvement des dislocations. La fraction volumique de phase  $\gamma'$  dans l'AD730™, d'environ 34 % à 850°C (voir Figure I-36), est trop faible pour assurer ce rôle ;

Le dernier élément permettant d'expliquer les vitesses de déformation plus importantes de la microstructure SX-GG par rapport à la microstructure GG vient du fait que certaines orientations cristallines fluent moins rapidement que d'autres [Caron, 1988]. Dans la microstructure polycristalline, composée de grains ayant diverses orientations réparties aléatoirement (microstructure GG non texturée, voir Chap. II), certains grains vont se déformer plus ou moins rapidement que d'autres. L'agrégat cristallin composé de ces multi-orientations cristallines peut dans ce cas se déformer moins rapidement que la microstructure monogranulaire.

### **III2.3. Influence de la taille de grains sur les propriétés en fluage à 700°C**

La majorité des essais de fluage a été réalisée à 700°C, notamment du fait de sa proximité à la température d'usage envisagée pour l'alliage AD730™ (entre 700°C et 750°C).

De nouveau, les microstructures GF et GG, puis GG et SX-GG seront comparées séparément.

#### ***III2.3.1.a. Comparaison des microstructures GF et GG***

Sur les Figure III-33 (présentant les courbes de fluage des différents essais réalisés à 700°C sur les microstructures GG et GF) et Figure III-34 (représentant l'écart de temps à rupture entre les microstructures GG et GF en fluage à 700°C), deux régimes se distinguent :

- Dans le cas des faibles contraintes ( $\sigma \leq 700$  MPa, Figure III-33.a.), la microstructure GG présente des temps à rupture supérieurs à ceux de la microstructure GF : pour  $\sigma = 600$  MPa,  $t_r(\text{GF}) = 517$  h, tandis que  $t_r(\text{GG}) = 949$  h.
- Dans le cas des plus fortes contraintes ( $\sigma > 750$  MPa, Figure III-33.b.), les durées à rupture sont identiques entre les microstructures GG et GF.

L'influence de la taille de grains sur les propriétés en fluage à 700°C est donc complexe : en fonction de la contrainte appliquée, la taille de grains peut avoir une influence sur la durée à rupture (x 2 pour les faibles contraintes) ou non.

On note cependant que les contraintes appliquées pour lesquelles la taille de grains n'aurait plus d'impact sur la durée à rupture sont élevées, allant jusqu'à se rapprocher des limites d'élasticité (Annexe B), notamment de celles de la microstructure GG.

La taille de grains n'aurait donc que peu d'influence sur les durées à rupture dans le cas des contraintes élevées. En revanche, celle-ci conserverait une importance sur le comportement, en particulier en ce qui concerne la ductilité : les ductilités constatées pour la microstructure GF, quelles que soient les contraintes appliquées, sont de 1,5 à 3 fois supérieures à celles de la microstructure GG, à contraintes appliquées équivalentes.

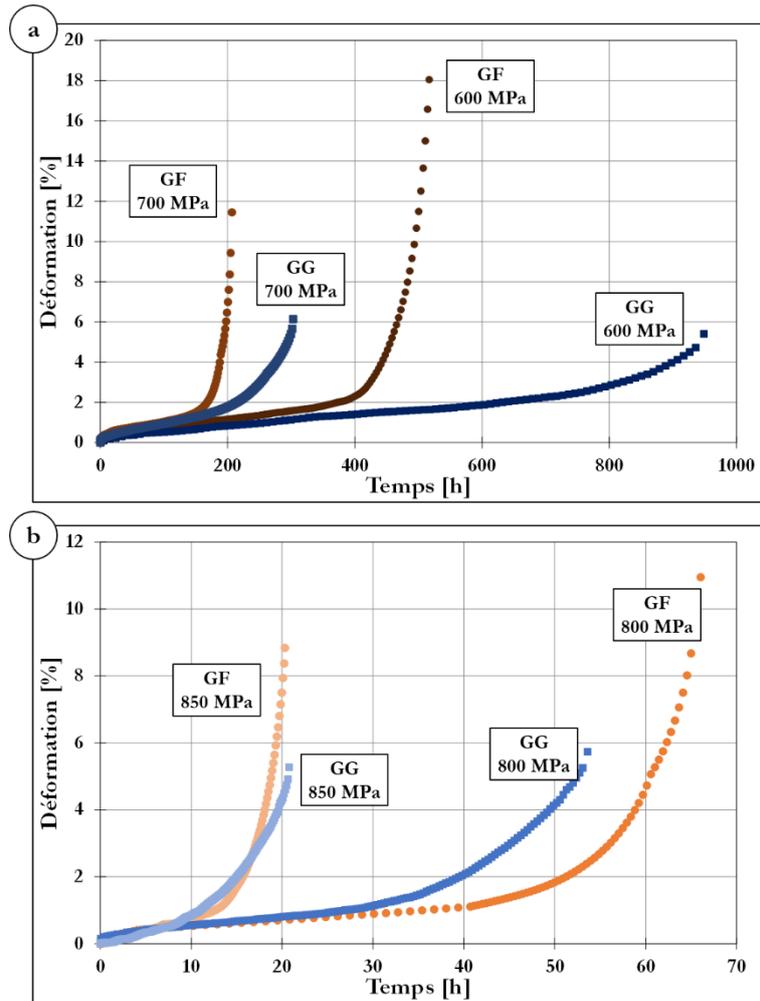


Figure III-33 : Courbes de fluage des essais réalisés à 700°C – Comparaison des microstructures GF et GG  
(a) Cas des basses contraintes – Longs temps d’essais : 700 et 600 MPa  
(b) Cas des fortes contraintes : 800 et 850 MPa.

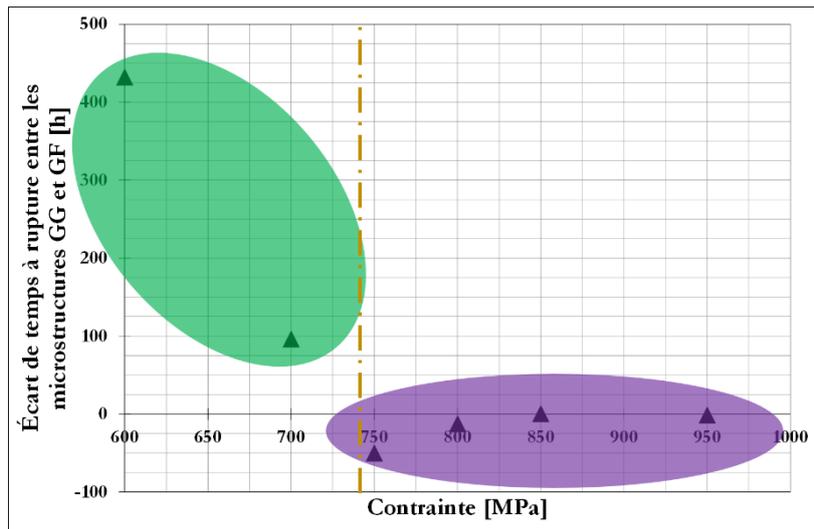


Figure III-34 : Écarts de temps à rupture entre les microstructures GG et GF en fluage à 700°C

### III2.3.1.b. Comparaison des microstructures GG et SX-GG

La dernière série d'essais réalisés sur les microstructures « types » de l'étude concerne la comparaison des microstructures GG et SX-GG à 700°C. Les contraintes testées sont 750, 800 et 850 MPa. Les résultats de ces essais sont présentés sur la Figure III-35 ci-après.

La première observation est l'abatement très important des durées à rupture des essais effectués sur la microstructure SX-GG par rapport à ceux sur la microstructure GG (abattement d'un facteur 3 à 6 en fonction de la contrainte appliquée). Cet abattement est accompagné, comme pour les températures d'essai précédentes, d'une ductilité beaucoup plus importante pour la microstructure SX-GG par rapport à GG (ductilité ~ 3 à 5 fois plus élevée).

Comme pour les essais réalisés à 850°C et 900°C, l'état SX-GG n'est pas celui qui présente les meilleures propriétés en fluage. L'introduction des joints de grains dans les structures GG est très positive.

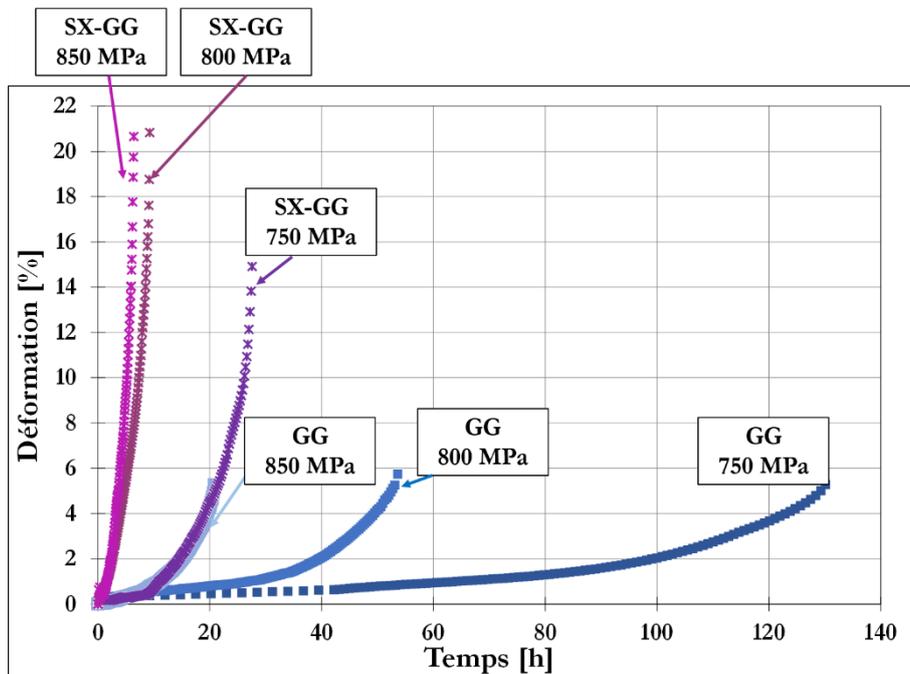


Figure III-35 : Courbes de fluage à 700°C – Comparaison des microstructures GG et SX-GG

### III2.3.2. Analyses des mécanismes de déformation

#### III2.3.2.a. Observations au MEB-FEG

L'observation de coupes longitudinales d'éprouvettes rompues à l'issue des essais mécaniques nous renseigne sur les premiers stades de l'endommagement. Dans certains cas, ces coupes donnent également de nombreuses informations sur les mécanismes de déformation prédominants.

La Figure III-36, représentant des coupes longitudinales d'éprouvettes testées en fluage à 700°C à 800 MPa (GF) et 850 MPa (GG et SX-GG), montre la présence de nombreuses bandes de cisaillement, où le cisaillement des précipités  $\gamma'$  (secondaires et tertiaires (Figure III-36.c.)) est très

prononcé. Le mouvement des dislocations, est donc essentiel dans les mécanismes de déformation, pour ces trois microstructures, dans les conditions de contraintes appliquées élevées ( $\sigma > 750$  MPa).

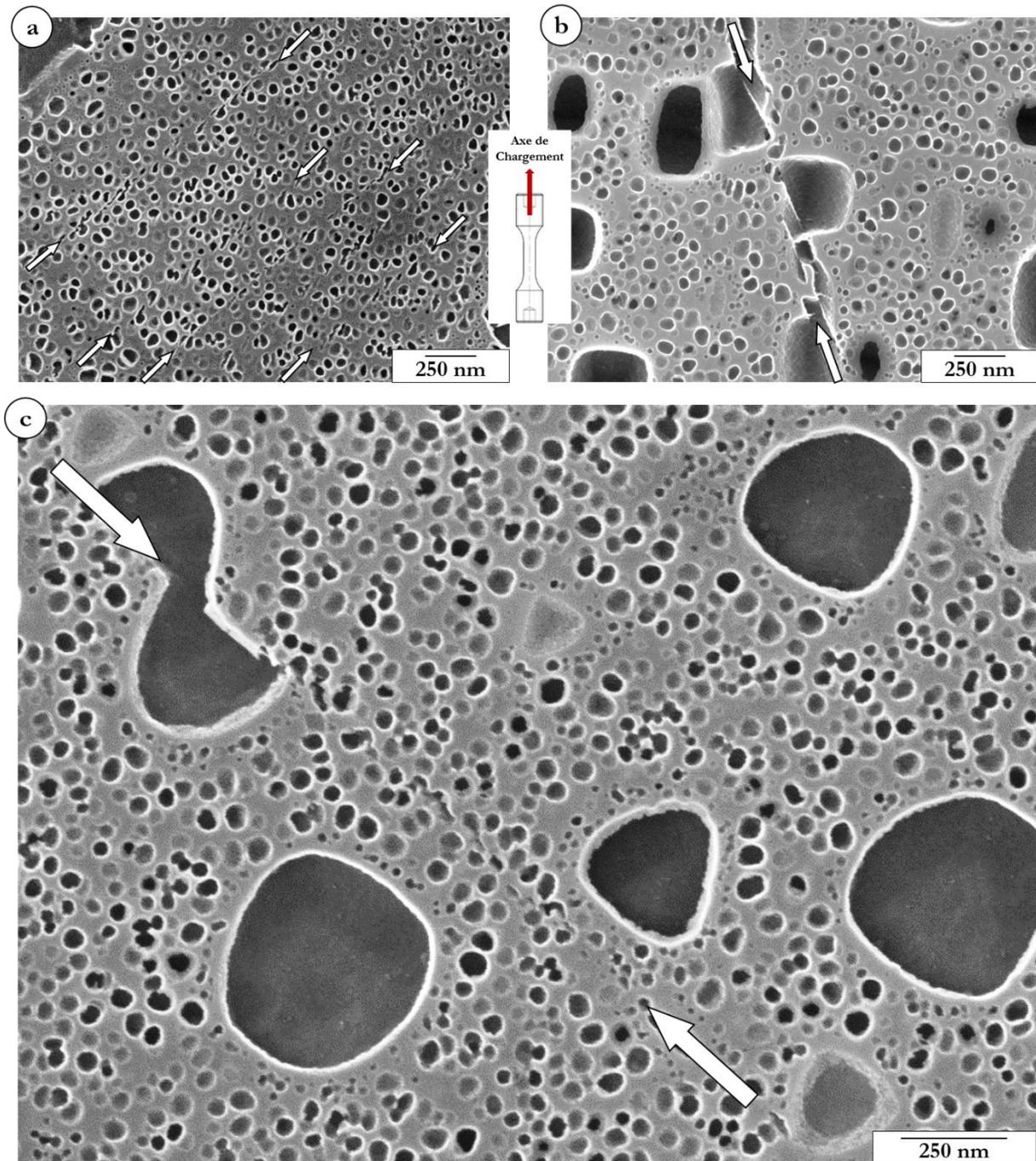


Figure III-36 : Coupes longitudinales d'éprouvettes testées en fluage à 700°C ; (a) GF – 800 MPa ; (b) SX-GG – 850 MPa ; (c) GG – 850 MPa – Cisaillement des précipités  $\gamma'$  mis en évidence par les flèches blanches – La micrographie associée à la microstructure GG (c) est présentée sous un plus grand format de manière à mettre en évidence le cisaillement des précipités  $\gamma'$  secondaires et tertiaires (ceci est valable également pour les deux autres microstructures)

### *III.2.3.2.b. Comparaison des vitesses de déformation des microstructures GG et GF*

L'étude des vitesses de déformation des essais de fluage réalisés sur les microstructures GG et GF (Figure III-37) met en évidence, comme précédemment, deux régimes :

- Dans le cas des fortes contraintes ( $\sigma > 750$  MPa) : le comportement des microstructures GG et GF est identique : mêmes vitesses de déformation minimale, atteintes aux mêmes niveaux de déformation. La seule différence entre ces deux microstructures réside dans l'allongement à rupture, plus important pour la microstructure GF.
- Dans le cas des faibles contraintes ( $\sigma < 750$  MPa), les comportements restent proches (vitesses minimales de déformation également atteintes aux mêmes niveaux de déformation) mais la microstructure GF se déforme plus rapidement que celle GG pour l'essai à plus faible contrainte (600 MPa).

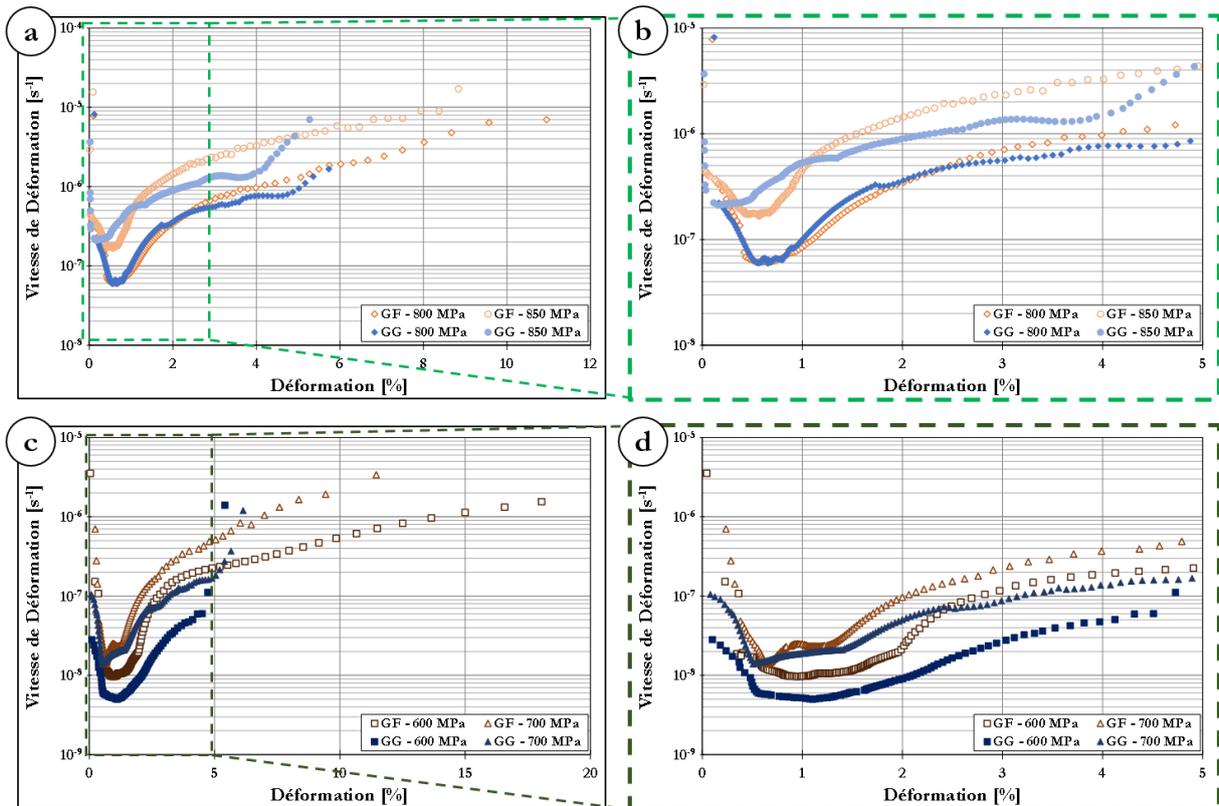


Figure III-37 : Vitesses de déformation en fonction de la déformation des essais de fluage à 700°C – Comparaison des microstructures GG et GF

- (a) (b) Essais de fluage à 700°C / 850 MPa et 700°C / 800 MPa  
(c) (d) Essais de fluage à 700°C / 700 MPa et 700°C / 600 MPa  
(b) (d) Zoom sur les premiers 5% de déformation

### III.2.3.2.c. Comparaison des vitesses de déformation des microstructures GG et SX-GG

Il a été vu précédemment que dans le cas des fortes contraintes appliquées, le comportement des deux microstructures GG et GF est semblable.

Pour des raisons de clarté, les vitesses de déformation de la microstructure SX-GG ne seront comparées qu'à celles de la microstructure GG (Figure III-38).

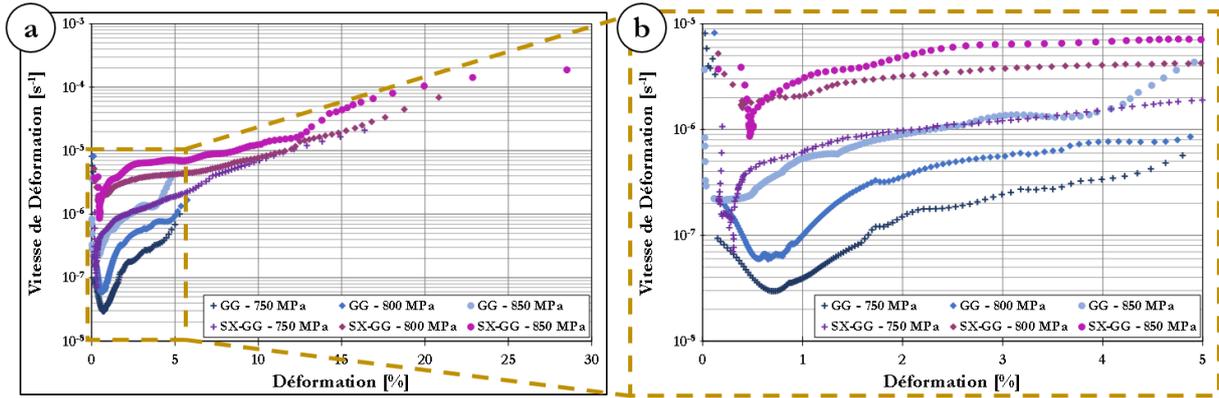


Figure III-38 : Vitesses de déformation en fonction de la déformation des essais de fluage à 700°C – Comparaison des microstructures GG et SX-GG

La Figure III-38.b. montre clairement la différence de comportement entre ces deux microstructures : comme pour les températures supérieures, la microstructure SX-GG se déforme plus rapidement que la microstructure GG pour une même contrainte appliquée. Il est également noté que la vitesse minimale de fluage est atteinte à des niveaux de déformation plus faibles pour la microstructure monogranulaire que pour la microstructure polycristalline.

#### III.2.3.2.d. Synthèse

L'étude de ces vitesses de déformation permet de relever la valeur de la vitesse de déformation minimale pour chacun de ces essais. Ces valeurs sont reportées dans le diagramme de Norton, représentant la vitesse minimale de fluage en fonction de la contrainte appliquée (Figure III-39).

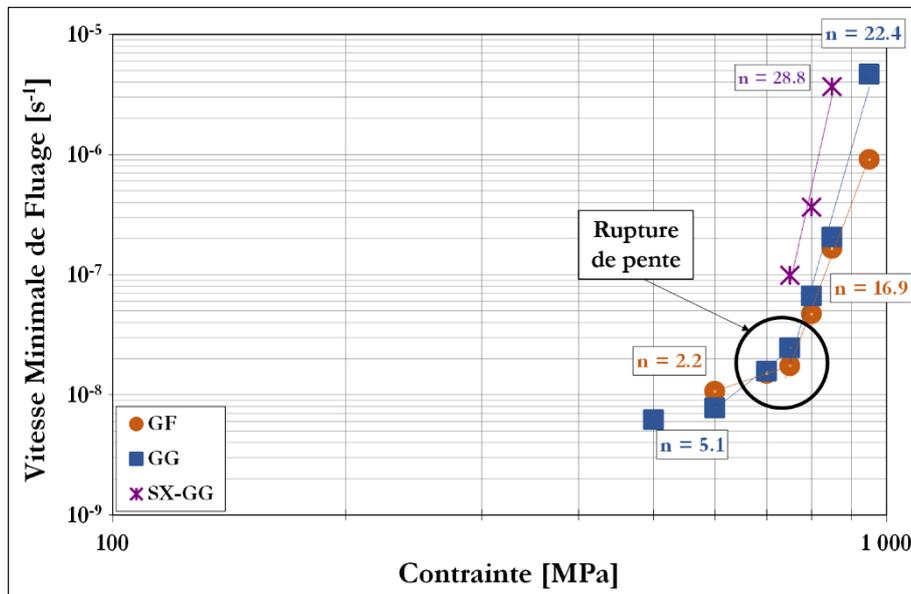


Figure III-39 : Diagramme de Norton des essais de fluage à 700°C

Le premier résultat important révélé par ces essais concerne le changement de comportement pour les microstructures polycristallines lorsque la contrainte appliquée diminue : pour ces deux microstructures, une rupture de pente dans la Figure III-39 est observée autour de la même

contrainte (750 MPa), suggérant fortement un changement de mécanisme de déformation, ou éventuellement un changement de mécanisme d'endommagement, à cette contrainte appliquée.

- Dans le cas des fortes contraintes appliquées ( $\sigma > 750$  MPa) : les deux microstructures polycristallines GG et GF se comportent de façons identiques : les durées à rupture, ainsi que les vitesses de déformation sont les mêmes. Seul l'allongement à rupture est plus grand pour la microstructure GF que pour GG. Dans ces conditions, les coefficients de Norton (22,4 et 16,9 pour les microstructures GG et GF respectivement) correspondent à des fluages de type « dislocations ».
- Lorsque la contrainte appliquée est plus faible ( $\sigma < 750$  MPa), le comportement de ces deux microstructures diffère : les durées à rupture relevées sont plus grandes pour la microstructure GG que GF, les vitesses de déformation sont également plus faibles pour la microstructure GG. Les coefficients de Norton diffèrent également : celui de la microstructure GF correspond à un fluage de type « diffusion » ( $n_{GF} = 2,2$ ) tandis que celui associé à la microstructure GG correspond à un fluage mixte dislocations / diffusion » ( $n_{GG} = 5,1$ ).
- La microstructure monogranulaire n'a été testée que pour des contraintes appliquées élevées ( $\sigma \geq 750$  MPa). Dans ce cas, cette microstructure présente des durées à rupture, ainsi que des vitesses de déformation, bien moins performantes que les microstructures polycristallines (GG et GF). En revanche, le coefficient de Norton de la microstructure SX-GG correspond, comme pour ceux des deux microstructures polycristallines testées à contraintes élevées, à un fluage de type « dislocations » ( $n_{SX-GG} = 28,8$ ).

Le second résultat notable concerne l'influence de la présence de joints de grains sur les propriétés en fluage à 700°C. A minima dans le cas des fortes contraintes appliquées, les joints de grains semblent jouer un rôle très positif sur les propriétés en fluage. Ainsi, la microstructure monogranulaire est la moins performante en fluage.

### **III2.3.3. Analyse des mécanismes d'endommagement**

Dans un premier temps, les mécanismes d'endommagement ne seront analysés que pour les éprouvettes ayant été testées à fortes contraintes ( $\sigma > 750$  MPa). Les conséquences du changement de mécanisme de déformation autour de 750 MPa, mis en évidence précédemment, sur les processus d'endommagement seront analysées en III2.4.1.

#### **III2.3.3.a. Microstructure GG**

Le faciès de rupture de l'éprouvette testée à 700°C / 800 MPa est présenté en Figure III-40 ci-après.

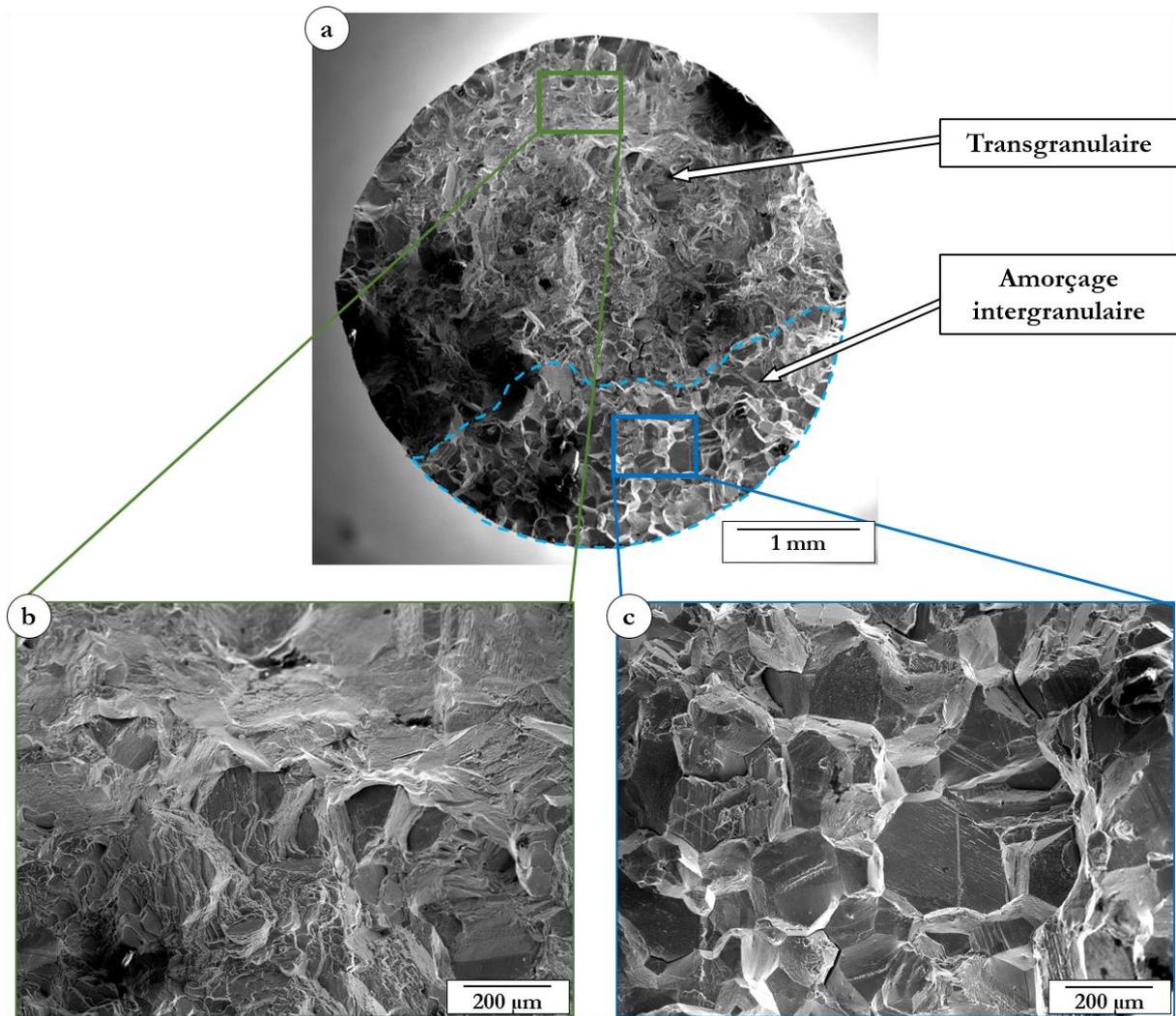


Figure III-40 : Faciès de rupture de l'éprouvette GG testée en fluage à 700°C / 800 MPa

Ce faciès de rupture présente deux zones distinctes : une zone d'amorçage, intergranulaire, puis une zone de propagation/rupture, transgranulaire. Ceci révèle un changement radical de mécanisme d'endommagement par rapport à ce qui a été observé pour des températures d'essais plus élevées, où l'endommagement était entièrement intergranulaire.

L'analyse du fût d'une éprouvette rompue, testée à 700°C / 850 MPa montre la présence de nombreuses fissures secondaires intergranulaires et sur joints de macles, ainsi que des bandes de glissement elles aussi très nombreuses au sein des grains (Figure III-41.a).

Un agrandissement d'une fissure secondaire intergranulaire met en évidence l'oxydation relativement importante aux joints de grains (Figure III-41.b).

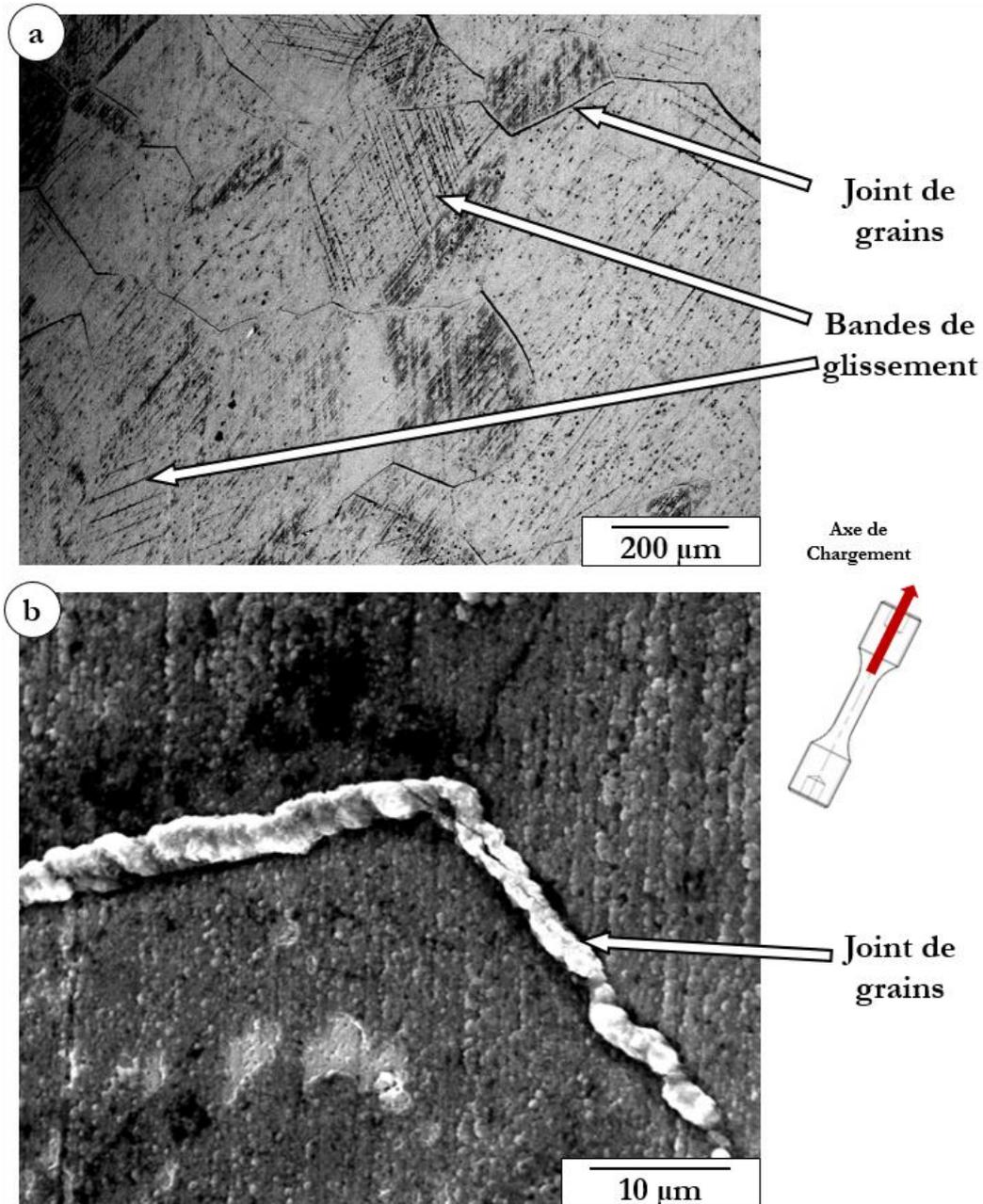


Figure III-41 : Fût de l'éprouvette GG testée en fluage à 700°C / 850 MPa

L'observation de la coupe longitudinale de l'éprouvette testée à 700°C / 800 MPa (Figure III-42) met en évidence un endommagement localisé aux joints de grains, qu'ils soient généraux (Figure III-42.a.), ou de type macle  $\Sigma 3$  (Figure III-42.b.).

L'endommagement de la microstructure GG, pour les fortes contraintes appliquées ( $\sigma > 750$  MPa) semble donc pouvoir être lié aux mécanismes de déformation. Dans ces conditions, le mouvement des dislocations serait le mode de déformation contrôlant les propriétés en fluage à l'ordre 1 (cisaillement des précipités  $\gamma'$  très important). Les bandes de glissement ayant accumulé suffisamment de déformation plastique peuvent être à l'origine des premiers stades

d'endommagement. L'oxydation observée au niveau des joints de grains (Figure III-41.b.) pourrait contribuer à accélérer la fissuration intergranulaire.

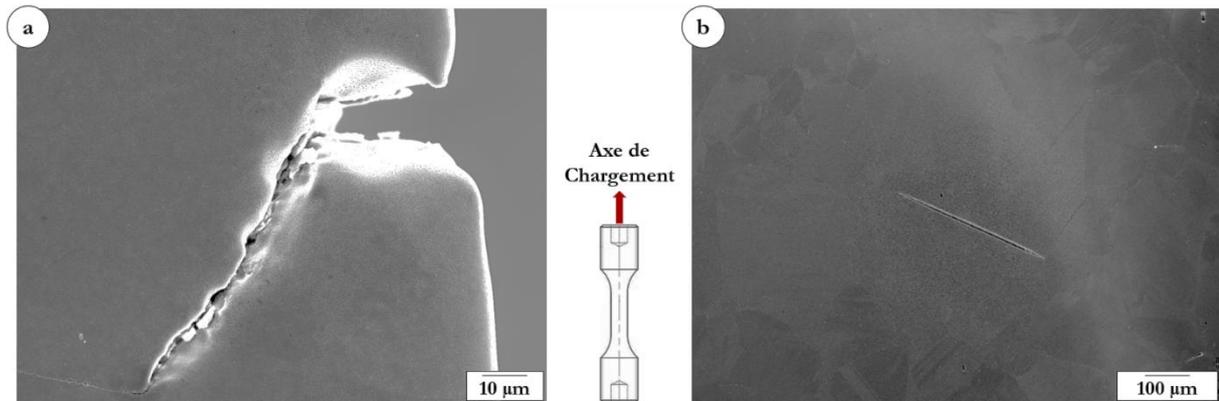


Figure III-42 : Coupe longitudinale de l'éprouvette GG testée en fluage à 700 °C / 800 MPa

(a) Fissure intergranulaire en surface

(b) Amorce de fissure sur joint de macle

### *III2.3.3.b. Microstructure GF*

Le faciès de rupture typique d'une éprouvette GF testée en fluage à 700°C est présenté en Figure III-43. Celui-ci est composé de 3 zones distinctes : la première zone (pointillés bleus) concerne l'amorçage et les premiers stades de propagation de fissures, intergranulaire (Figure III-43.b. et d.). Viennent ensuite les derniers stades de propagation, transgranulaires (pointillés blancs, Figure III-43.c.), suivis de la rupture finale.

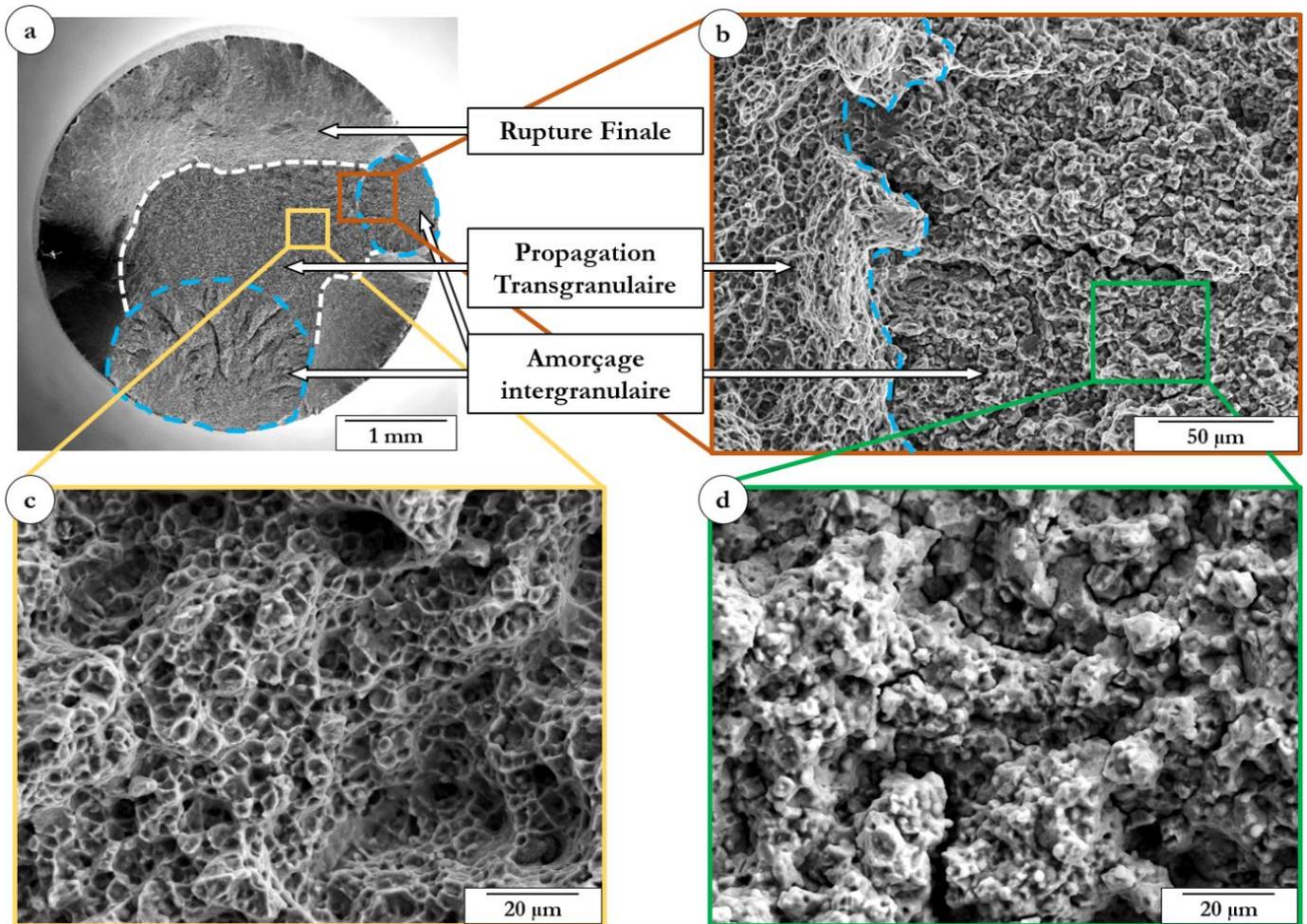


Figure III-43 : Faciès de rupture de l'éprouvette GF testée en fluage à 700°C / 800 MPa

Le caractère intergranulaire de l'amorçage de fissure est confirmé par l'observation du fût d'une éprouvette GF testée en fluage à 700°C / 700 MPa (Figure III-44), où l'on observe clairement que l'endommagement est localisé au niveau des joints de grains et/ou au niveau des interfaces « Joints de Grains /  $\gamma_1$  » (Figure III-44.b).

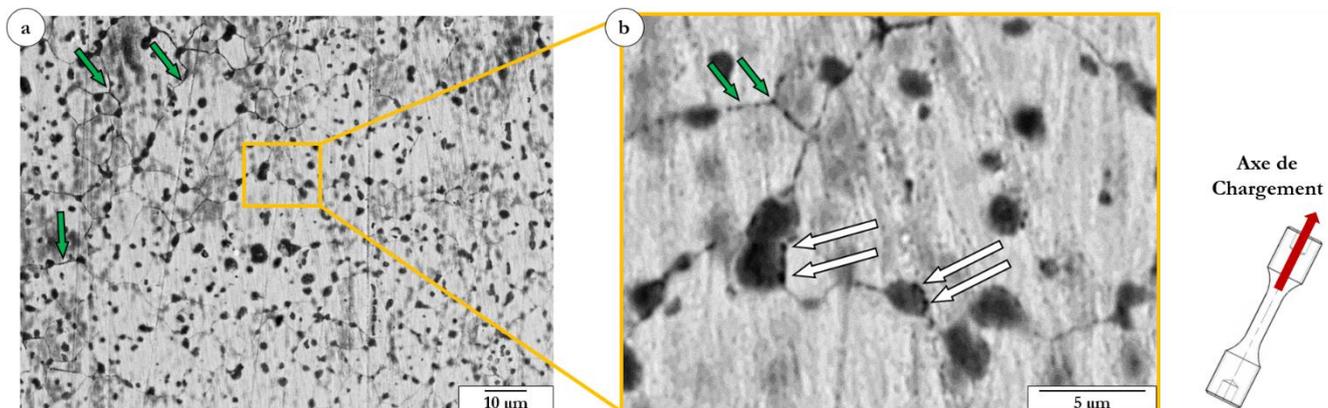


Figure III-44 : Fût de l'éprouvette GF testée à 700°C / 700 MPa – Essai interrompu à ~ 0,5% de déformation plastique cumulée – Mise en évidence de l'endommagement intergranulaire (flèches vertes) et aux interfaces «  $\gamma_1$  / Joints de Grains » (flèches blanches)

### III.2.3.3.c. Microstructure SX-GG

L'endommagement d'une éprouvette monogranulaire SX-GG, étudié via l'observation du faciès de rupture d'une éprouvette testée en fluage à 700°C / 850 MPa (Figure III-45) est très planaire : de nombreuses facettes cristallographiques sont notamment observées sur la Figure III-45.b.

Ce type d'endommagement est lié au type de mécanismes de déformation : le mouvement des dislocations par glissement observé précédemment (voir III.2.3.2.a) est mis en évidence sur ce faciès, où chaque « marche » représente un plan de glissement.

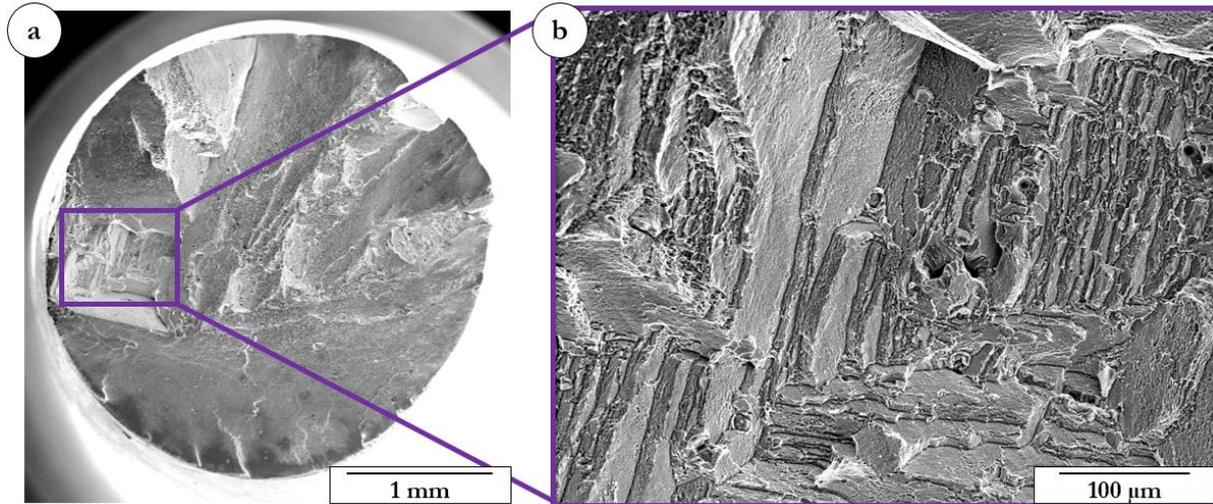


Figure III-45 : Faciès de rupture de l'éprouvette SX-GG testée en fluage à 700°C / 850 MPa

L'observation d'une coupe de l'éprouvette SX-GG indique que, comme pour les températures plus élevées, les premiers stades de l'endommagement sont localisés sur les pores de fonderie, qui font office de concentrateurs de contraintes.

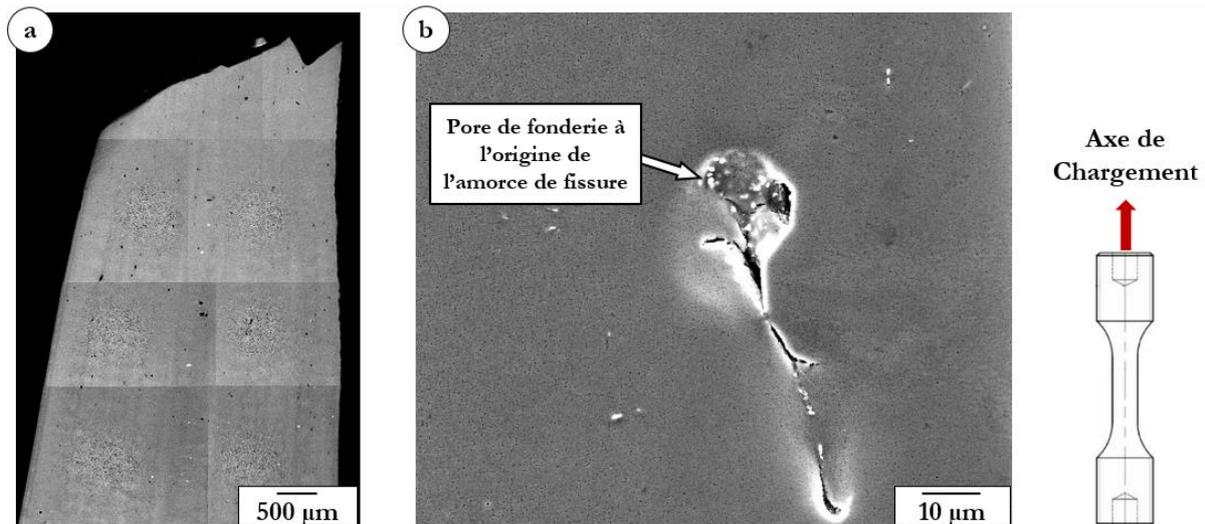


Figure III-46 : Coupe longitudinale de l'éprouvette SX-GG testée en fluage à 700°C / 850 MPa – Pore de fonderie à l'origine d'une amorce de fissure

### **III2.3.4. Synthèse**

L'influence de la taille de grains et de la présence de joints de grains sur les propriétés en fluage à 700°C est une nouvelle fois complexe.

- La comparaison des microstructures GG et GF indique que, dans un large domaine de contraintes ( $\sigma \geq 750$  MPa), la taille de grains n'a pas d'influence sur les propriétés en fluage (temps à rupture et vitesses de déformation identiques entre les deux microstructures) ;
- Un changement de comportement est de plus observé pour ces deux microstructures autour de 750 MPa ; Celui-ci est analysé dans le paragraphe suivant (III2.4.1) ;
- Les propriétés (durée à rupture et vitesses de déformation) de la microstructure SX-GG sont inférieures à celles des deux microstructures polycristallines ;
- Les propriétés en fluage à 700°C ne peuvent donc pas s'expliquer uniquement au travers de la taille de grains.

Les coefficients de Norton associés aux trois microstructures GF, GG et SX-GG sont supérieurs à 16 (pour des contraintes supérieures à 750 MPa), ce qui correspond à un fluage de type « dislocations ». De plus, les nombreuses bandes de cisaillement, observées sur les éprouvettes issues de chacune de ces microstructures, appuient l'hypothèse du fluage contrôlé par le mouvement des dislocations.

À cette température d'essai, la taille des précipités  $\gamma'$  est supposée avoir un impact important sur les propriétés en fluage [Locq, 2004], [Billot, 2010], [Laurence, 2014], [Laurence, 2016]. Le mouvement des dislocations est en effet conditionné par la taille de ces précipités, ainsi que par la distance qui les sépare. L'influence de ce paramètre est étudiée dans la Partie III3 ci-après.

## **III2.4. Discussion**

### **III2.4.1. Étude des changements de mécanismes de déformation observés à 700°C**

Le changement de comportement mis en évidence précédemment (III2.3.1.a) est analysé dans ce paragraphe, tant au niveau des mécanismes de déformation observables par microscopie (à balayage et en transmission) qu'au niveau des processus d'endommagement, qui vont être ou non impactés par ce changement.

Pour plus de clarté seule la microstructure GG sera analysée. Une tentative d'extrapolation à la microstructure GF sera ensuite proposée.

Toujours par souci de lisibilité, deux conditions seront analysées : 700°C / 600 MPa et 700°C / 850 MPa, ces deux conditions se « situant » de part et d'autre de la rupture de pente observée sur le graphe de Norton à 700°C (Figure III-39) pour les deux microstructures polycristallines.

### **III.2.4.1.a. Observations MEB comparatives des mécanismes de déformation – Microstructure GG**

Les différences de mécanisme de déformation entre les éprouvettes testées à faibles contraintes (< 700 MPa) et fortes contraintes (> 750 MPa) ont en premier lieu été examinées au MEB-FEG, sur des coupes longitudinales d'éprouvettes rompues (Figure III-47).

Ces micrographies mettent en évidence des mécanismes similaires : sur ces deux micrographies, une bande de cisaillement est observée, l'amplitude du cisaillement étant très importante dans les deux cas compte tenu du décalage observé au niveau des précipités  $\gamma'$ .

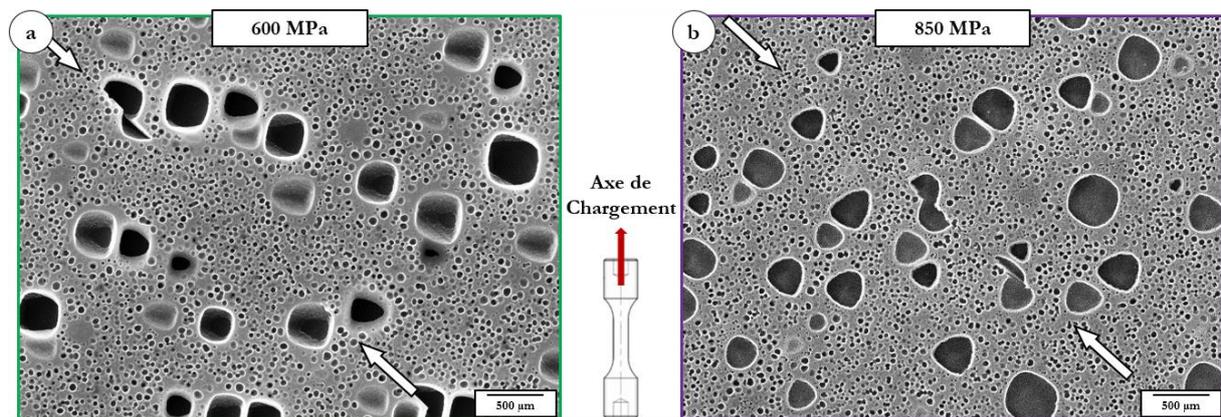


Figure III-47 : Observations MEB-FEG de coupes longitudinales d'éprouvettes GG testées en fluage à (a) 700°C / 600 MPa et (b) 700°C / 850 MPa

Dans ces deux configurations, le cisaillement des précipités  $\gamma'$  semble donc être un mode de déformation prédominant.

### **III.2.4.1.b. Observations MET comparatives de micromécanismes de déformation – Microstructure GG**

Des observations MET ont été réalisées sur des lames prélevées dans des éprouvettes issues d'essais de fluage interrompus effectués dans cette étude, et dont les conditions sont précisées dans le Tableau III-1 ci-après. Il est rappelé ici que l'interruption, puis le refroidissement, de ces essais de fluage ont été réalisés sous charge, de manière à conserver les structures de déformation développées pendant ces essais.

Les essais de fluage effectués à 700°C, sous des contraintes appliquées de 850 MPa et 600 MPa ont été interrompus à des niveaux de déformation respectivement de 0,23 % et 0,15 %. Nous ferons l'hypothèse que ces niveaux sont suffisamment faibles et suffisamment proches l'un de l'autre pour pouvoir considérer que les processus de déformation développés correspondent dans les deux cas aux premiers stades de la plasticité.

Ces observations ont ensuite été réalisées par Winnie Vultos [Vultos, 2018], Florence Pettinari-Sturmel, Muriel Hantcherli et Joël Douin au CEMES (Centre d'Élaboration des Matériaux et d'Études Structurales) de Toulouse.

Tableau III-1 : Conditions des essais de fluage interrompus pour observations MET

Microstructure	Température [°C]	Contrainte [MPa]	Durée d'essai [h]	Déformation [%]
GG	700	850	5,5	0,23
		600	87	0,15

• Structures de déformation au cœur des grains

Les premières observations MET réalisées sur ces échantillons ont été effectuées au cœur des grains (Figure III-49, Figure III-50). Ces clichés mettent en évidence une variété de mécanismes de déformation, allant du contournement d'Orowan jusqu'au cisaillement de précipités  $\gamma'$  par des paires de dislocations parfaites de matrice  $a/2\langle 110 \rangle$ .

Ces mécanismes de déformation sont tout à fait similaires sur les échantillons flués à 850 MPa et à 600 MPa (Figure III-49 et Figure III-50).

On retrouve par ailleurs sur ces deux échantillons des mécanismes de cisaillement plus complexes (Figure III-51), impliquant la création d'une paroi d'antiphase (APB) par le passage d'une dislocation parfaite de matrice  $a/2\langle 110 \rangle$  dans un précipité. Cette dislocation est amenée à se dissocier en deux partielles de Shockley  $a/6\langle 112 \rangle$ , séparées par une faute complexe, dite faute d'empilement de super-réseau extrinsèque ou intrinsèque (Figure III-48) (SESF ou SISF pour Superlattice Extinsic Stacking Fault ou Superlattice Intrinsic Stacking Fault). Ce mécanisme a été mis en évidence et explicité par Condat et al. à la fin des années 1980 (Figure III-48) [Condat, 1987], [Décamps, 1991], [Décamps, 1994].

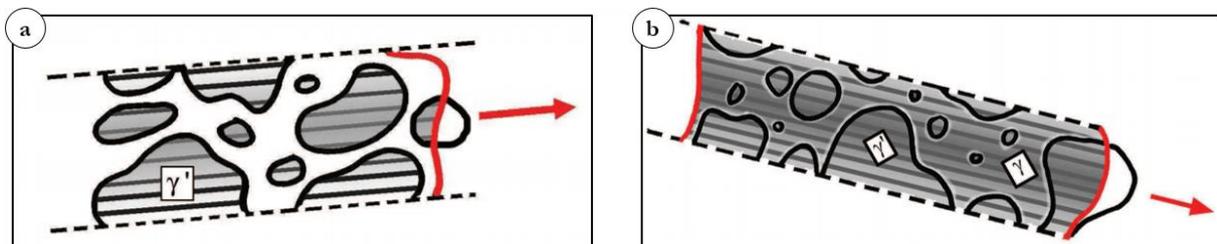


Figure III-48 : Schémas de principe de mécanismes de cisaillement complexes [Billot, 2010]  
(a) Mécanisme de Condat et Décamps [Condat, 1987], [Décamps, 1991], [Décamps, 1994]  
(b) Mécanismes de Décamps et Raujol [Décamps, 2004]

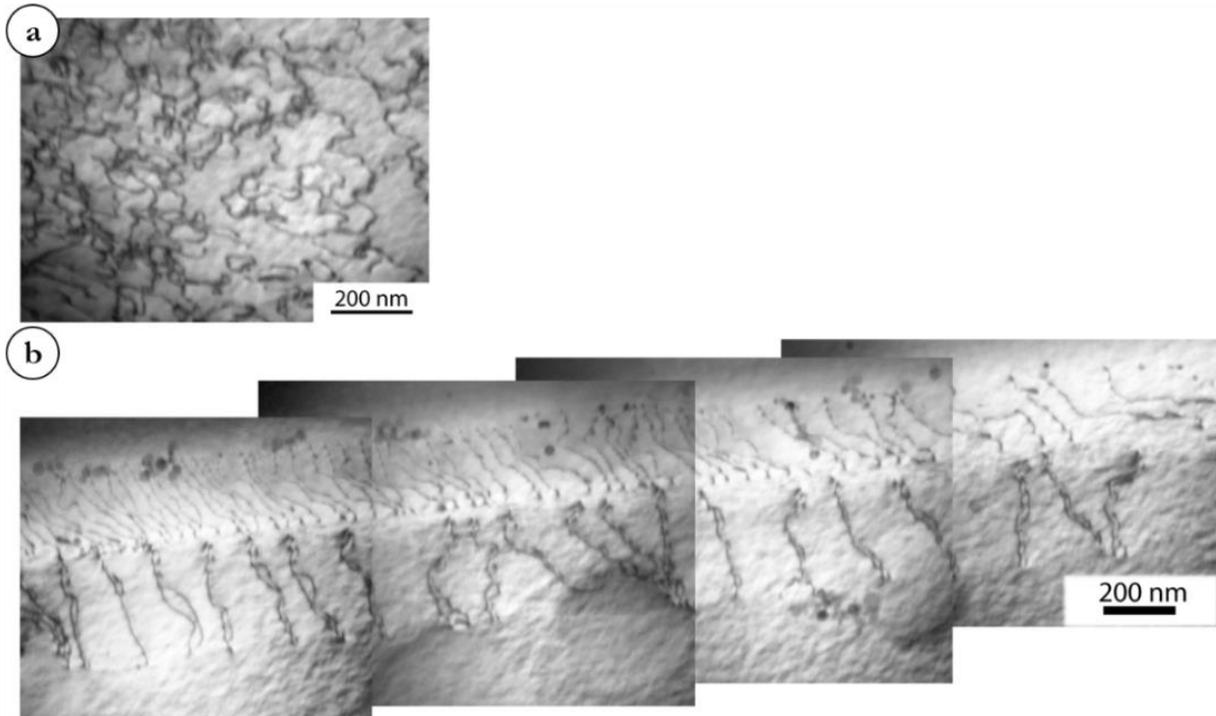


Figure III-49 : Observations MET réalisées sur un échantillon prélevé dans une éprouvette GG testée en fluage à 700°C / 600 MPa – Essai interrompu à 0,15 % de déformation

- (a) Boucles d'Orowan
- (b) Cisaillement par paires de dislocations

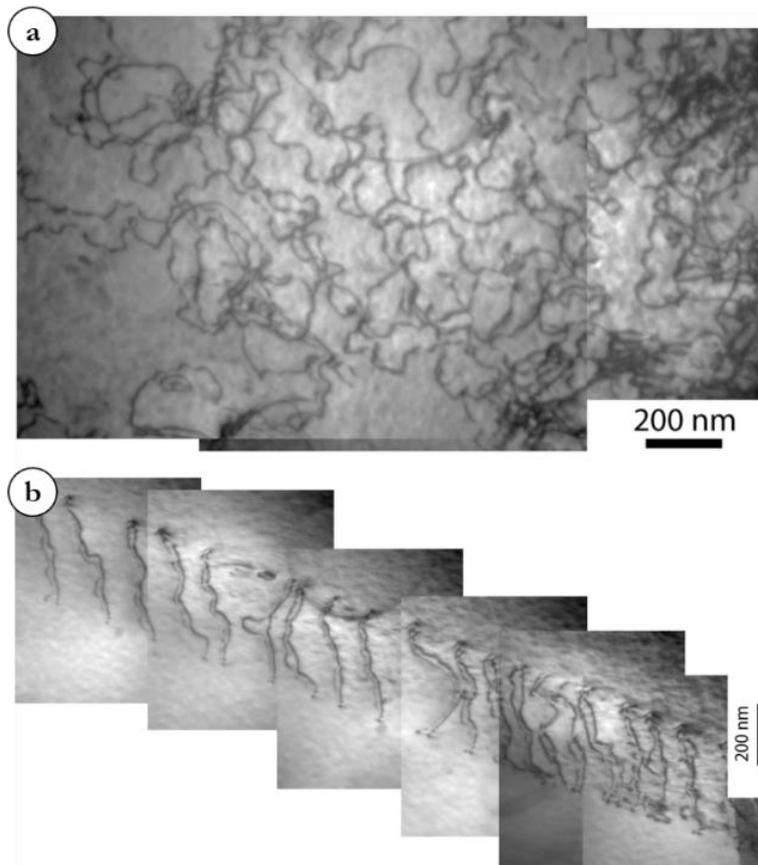
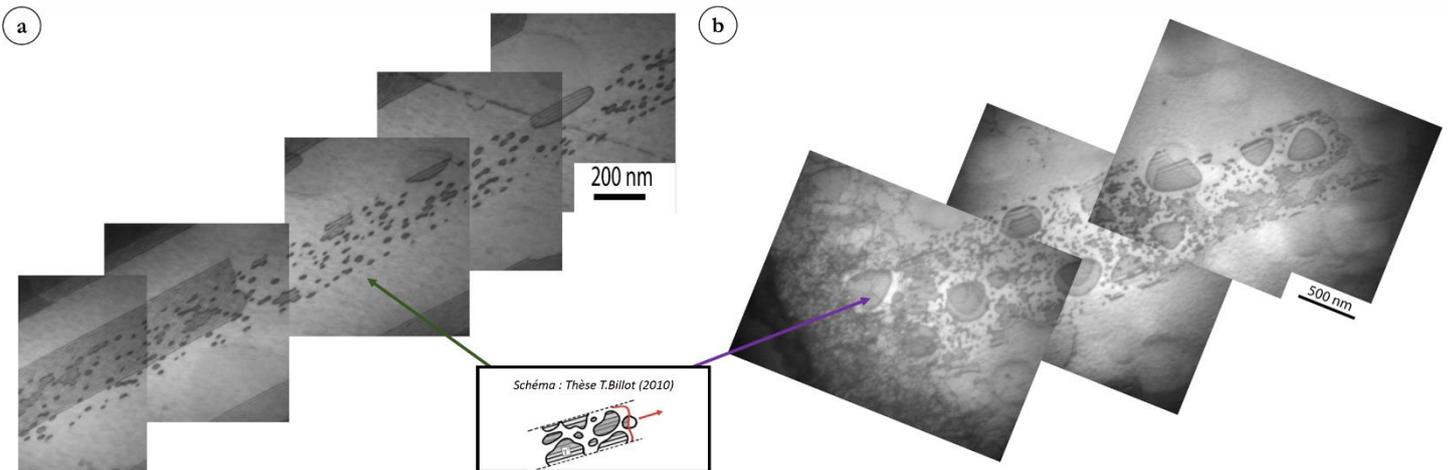


Figure III-50 : Observations MET des mécanismes de déformation au cœur des grains dans l'échantillon GG testé en fluage à 700°C / 850 MPa – Essai interrompu à 0,23 % de déformation

- (a) Contournement d'Orowan
- (b) Cisaillement par paires de dislocations couplées



**Figure III-51 : Observations MET des mécanismes de déformation au cœur des grains dans les échantillons GG testés en fluage à (a) 700°C / 850 MPa et (b) 700°C / 600 MPa – Observation de mécanismes de cisaillement complexes de Condat et Décamps**

L'observation des micromécanismes de déformation au cœur des grains, au MET, à l'échelle des dislocations, montre là encore de grandes similitudes entre les échantillons flués à 600 MPa et à 850 MPa. Il n'est pas possible à ce stade de déterminer la raison du changement de comportement observé macroscopiquement.

Il est alors intéressant de se focaliser sur ces micromécanismes de déformation au voisinage des joints de grains, où des mécanismes différents de ce qui est observé au cœur des grains pourraient être activés.

- **Structures de déformation dans le voisinage des joints de grains**

Les micromécanismes de déformation observés aux joints de grains des deux échantillons flués à 600 MPa et 850 MPa sont présentés respectivement dans les Figure III-52 Figure III-53.

Ces observations mettent en évidence des mécanismes proches de ce qui a été observé à cœur de grain (contournement et/ou cisaillement).

En revanche, de très nombreuses bandes de cisaillement, provenant toutes du joint de grains, sont également observées. Dans le cas de l'échantillon flué à basse contrainte (600 MPa, Figure III-52), un seul système de glissement est activé (matérialisé par la flèche rouge sur la micrographie), tandis que plusieurs systèmes sont activés dans le cas de l'échantillon flué à 850 MPa (Figure III-53).

Cette différence entre les deux échantillons peut contribuer à fournir une explication sur le changement de comportement observé lorsque la contrainte appliquée diminue.

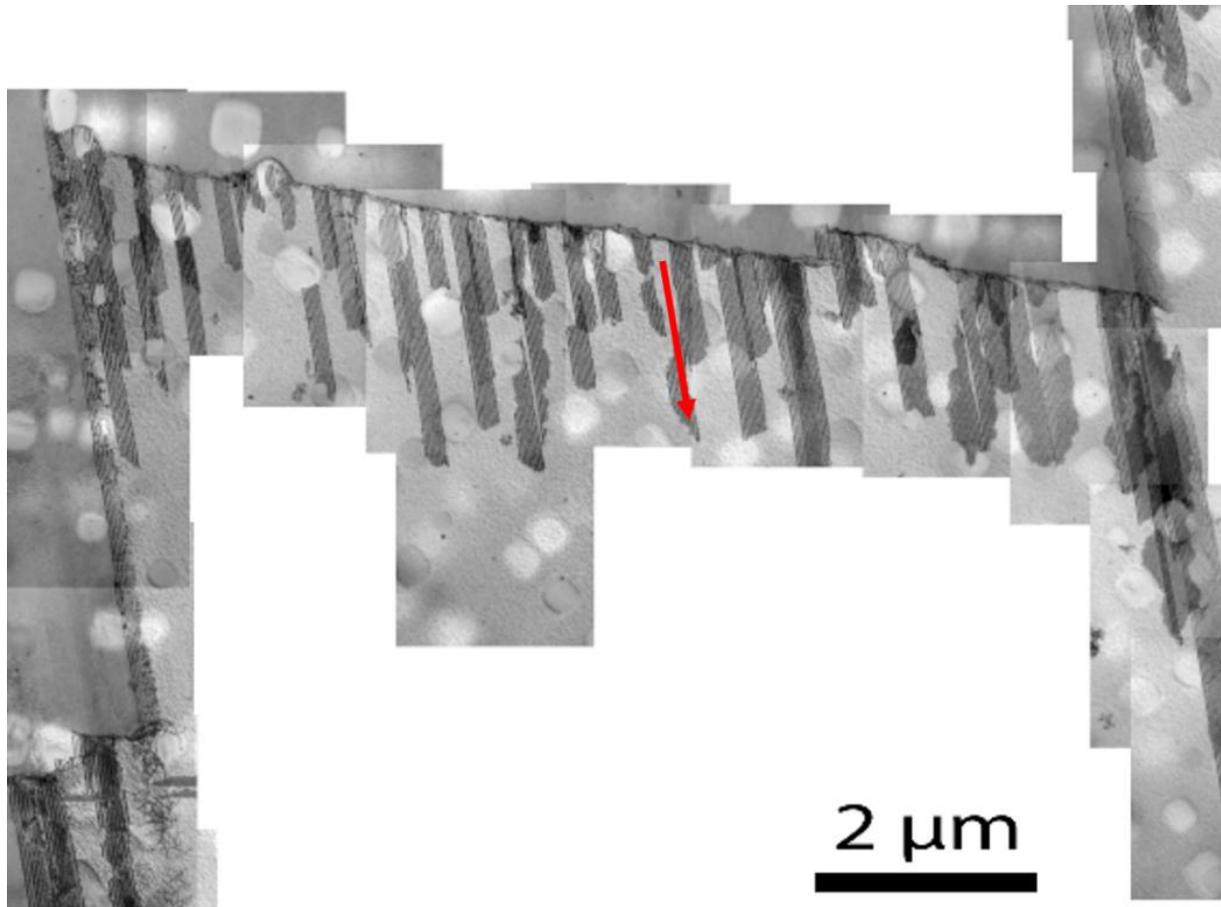
Lorsque la contrainte appliquée est suffisamment faible, la plasticité est localisée selon un seul système de glissement par grain, et ce, dans un nombre de grains plastifiés relativement faible. Cette localisation de la déformation entraîne une augmentation des contraintes locales, au niveau de bandes de glissement, à l'intersection entre bandes de glissements et joints de grains ou entre deux

bandes de glissement. Lorsque la plasticité s'est suffisamment développée, l'augmentation de ces contraintes locales est telle que l'amorçage de fissure apparaît, soit sur ces bandes de glissement, soit sur des joints de grains les interceptant.

En revanche, lorsque la contrainte appliquée augmente, et dépasse un seuil, de nombreux systèmes de glissement sont activés contribuant à un plus fort durcissement. La fraction de grains plastifiés est également plus élevée. La déformation, et donc les contraintes locales, sont réparties de manière plus homogène dans l'échantillon testé en fluage.

Il conviendrait évidemment de multiplier de telles analyses sur différents joints de grains.

Ces premières observations et hypothèses sont confrontées à l'étude des différences de mécanismes d'endommagement, présentée dans le paragraphe suivant.



**Figure III-52 : Observations MET des mécanismes de déformation au niveau des joints de grains dans l'échantillon GG testé en fluage à 700°C / 600 MPa – Système de glissement activé mis en évidence par la flèche rouge**

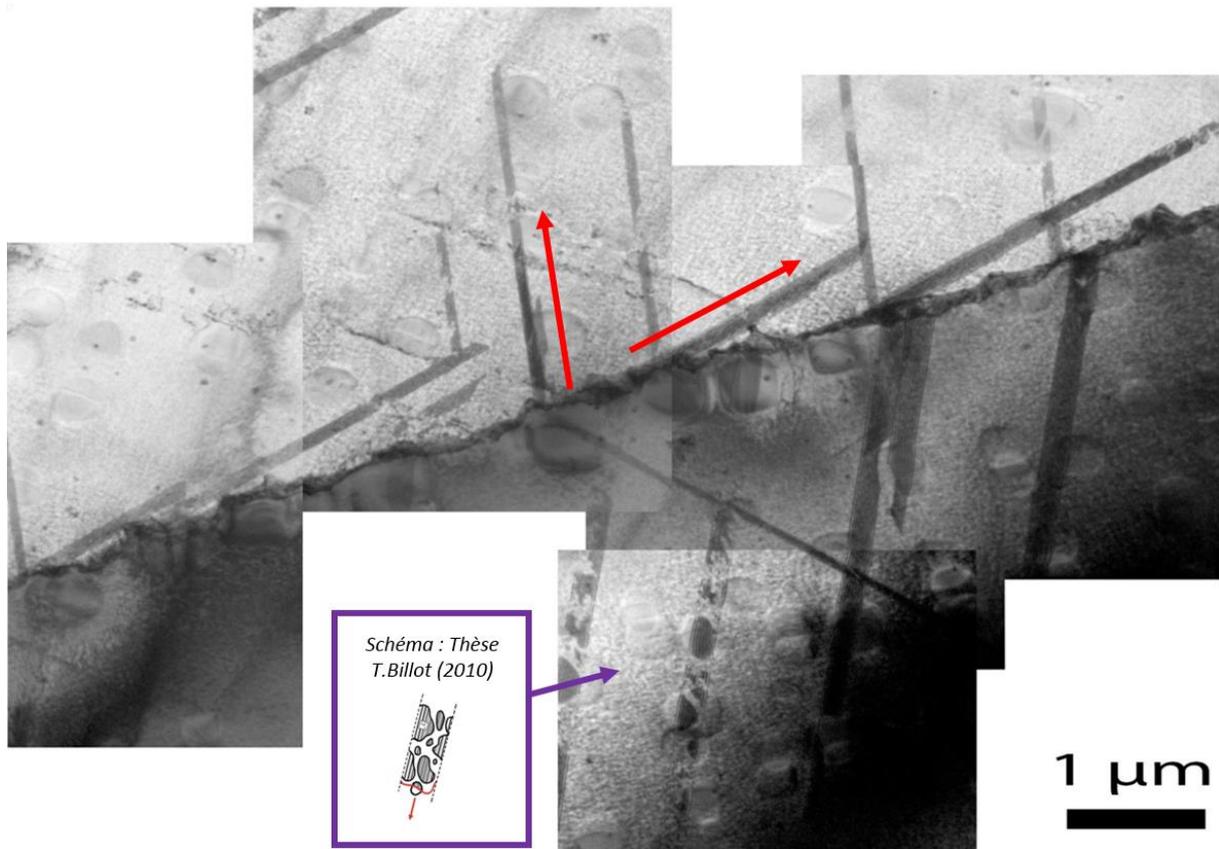


Figure III-53 : Observations MET des mécanismes de déformation au niveau des joints de grains dans l'échantillon GG testé en fluage à 700°C / 850 MPa – Systèmes de glissement activés mis en évidence par les flèches rouges

#### **III.2.4.1.c. Observations MEB comparatives des mécanismes d'endommagement – Microstructure GG**

Une fois les différences de micromécanismes de déformation déterminées entre les échantillons testés en fluage à 700°C à 600 MPa et ceux testés à 850 MPa, il convient de vérifier si ces différences entraînent des changements de mécanismes d'endommagement. Pour cela, les faciès de rupture des éprouvettes testées en fluage à 700°C / 600 MPa et 700°C / 850 MPa ont été examinés (Figure III-54).

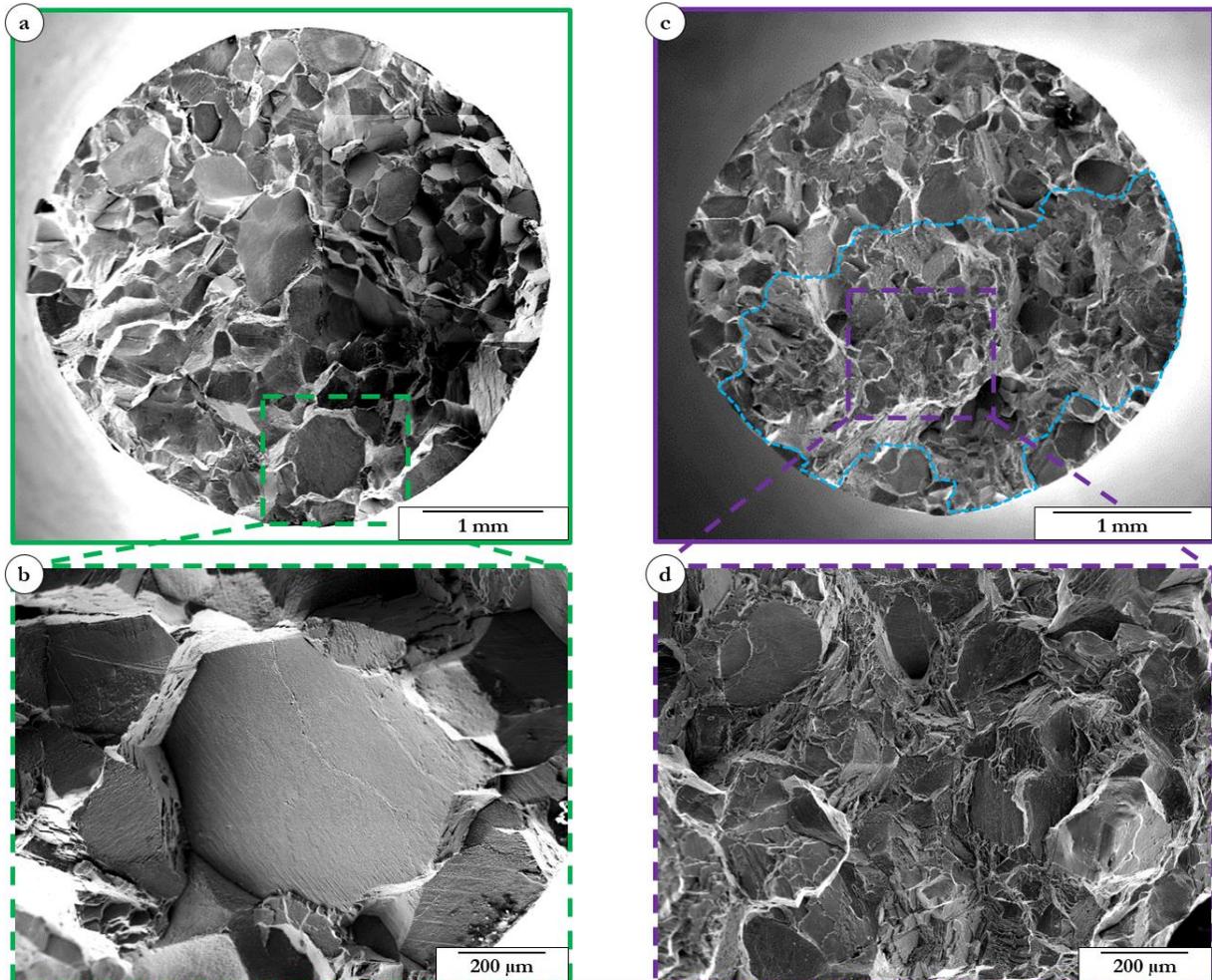
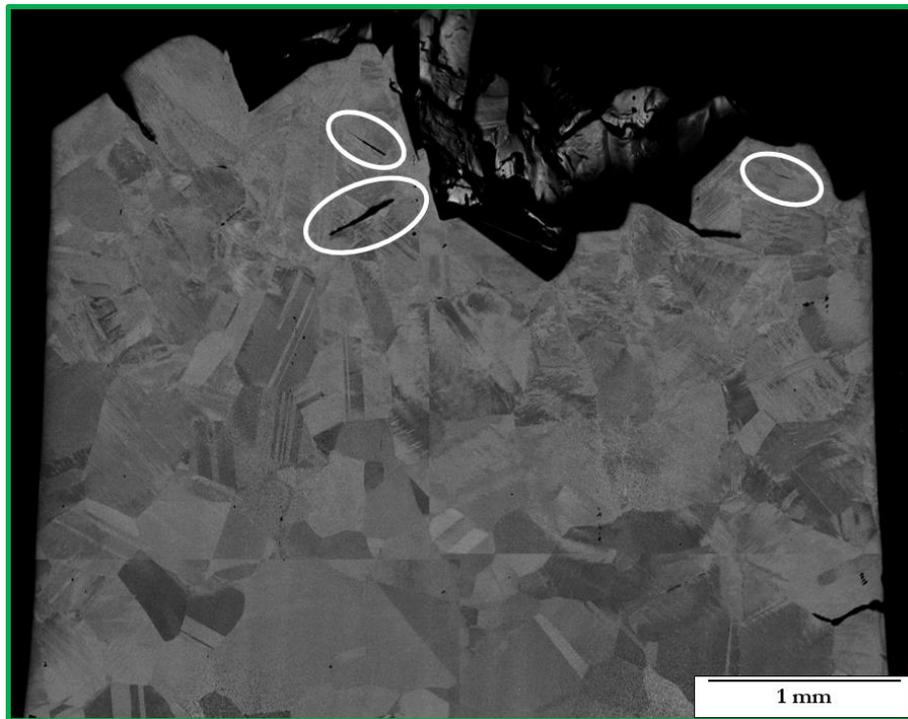


Figure III-54 : Faciès de rupture des éprouvettes GG testées en fluage à 700°C à 600 MPa (a)(b) et 850 MPa (c)(d) (la zone de propagation « transgranulaire / multi-plans de glissement » étant mise en évidence par les pointillés bleus)

Le faciès de rupture de l'éprouvette testée à 700°C / 600 MPa présente à la fois des zones de propagation intergranulaire et de propagation « transgranulaire », représentée par les facettes lisses sur les Figure III-54.a. et Figure III-54.b. Ces facettes lisses correspondent en effet soit à un joint de macle (on parlera alors de propagation transgranulaire en considérant que les macles sont à part entière des constituants internes aux grains), soit à une fissure s'étant propagée suivant une bande de glissement, traversant tout le grain. L'amorçage de fissure suivant des joints de macles ou le long de bandes de glissement traversant tout le grain est confirmé par l'observation d'une coupe de l'éprouvette testée à 700°C / 600 MPa (Figure III-55), sur laquelle trois amorçages de fissures de ce type ont été mis en évidence (cercles blancs).

À plus forte contrainte (700°C / 850 MPa) (Figure III-54.c. et Figure III-54.d.), le faciès est également mixte avec des zones intergranulaires et transgranulaires. Cependant, l'analyse de la zone de propagation transgranulaire indique que cette propagation n'est plus continue à travers le grain entier, comme à 600 MPa. Dans ce cas, dans les zones de propagation transgranulaire, la fissure suit un chemin plus chaotique, qui n'est plus seulement confiné à un seul plan de glissement.

Ces deux configurations seront donc désignées par la suite comme : « transgranulaire / facettée » et « transgranulaire / multi-plans de glissement ».



**Figure III-55 : Coupe longitudinale d'une éprouvette GG testée en fluage à 700°C / 600 MPa – Amorçage de fissures sur joints de macles ou sur bande de glissement traversant tout le grain mis en évidence par les cercles blancs**

Ces différences entre ces deux faciès peuvent être reliées aux observations MET précédemment exposées (III.2.4.1.b). En effet, il a été établi que dans le cas des faibles contraintes appliquées, la déformation plastique est répartie de manière plus hétérogène que dans le cas des fortes contraintes : lorsque la contrainte appliquée est suffisamment faible, la déformation plastique se concentre dans un seul système de glissement par grain, dans seulement quelques grains. Cette configuration de confinement de la plasticité engendre des contraintes locales suffisamment élevées pour entraîner l'amorçage de fissures sur bandes de glissement. Les facettes lisses observées sur la Figure III-54.a. seraient donc la trace macroscopique de l'activité de glissement localisée à l'échelle des dislocations : les plans de glissement étant coplanaires aux joints de macles, l'amorçage de fissure peut également se produire sur ces derniers, ou a minima sur des plans de glissements proches et parallèles aux joints de macles.

La zone de propagation « transgranulaire / multi-plans de glissement » (matérialisée en pointillés bleus sur la Figure III-54.c.), est présente sur la plupart des faciès d'éprouvettes GG testées à 700°C. L'analyse de la fraction surfacique occupée par cette zone en fonction de la contrainte appliquée est présentée en Figure III-56. La contrainte à laquelle le changement de mécanismes de déformation étudié apparaît est matérialisée sur ce graphique par la droite jaune.

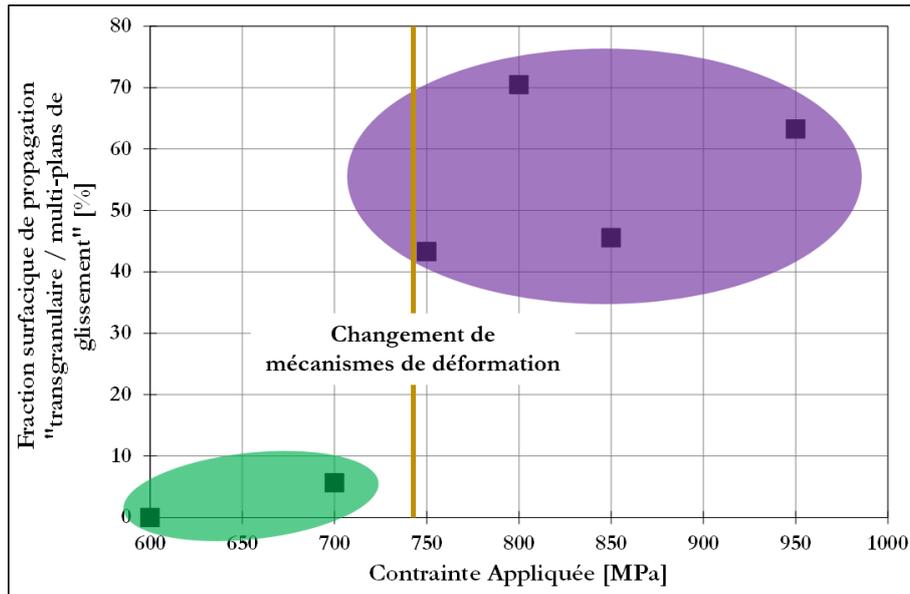


Figure III-56 : Évolution de la fraction surfacique de propagation « transgranulaire / multi-plans de glissement » sur les faciès de rupture d'éprouvettes GG testées en fluage à 700°C

Ce graphique met une nouvelle fois en évidence ce changement de mécanismes de déformation, à travers un nouveau paramètre : dans le cas des faibles contraintes appliquées ( $\sigma \leq 700$  MPa), la fraction surfacique représentée par une zone de propagation « transgranulaire / multi-plans de glissement » est très faible, ou inexistante. Lorsque la contrainte appliquée dépasse 750 MPa, cette fraction surfacique augmente sensiblement.

#### III.2.4.1.d. Discussion – Synthèse

Les observations combinées des mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations, puis des mécanismes d'endommagement à l'échelle macroscopique conduisent à une piste d'explication du changement de mode de déformation et de propagation de fissure constaté lorsque la contrainte appliquée varie.

Ce changement peut être relié aux mécanismes de déformation précédemment explicités de la manière suivante :

- Lorsque  $\sigma \geq 750$  MPa, les observations MET indiquent que plusieurs systèmes de glissement par grains plastifiés sont activés. La contrainte élevée implique qu'une fraction relativement élevée de grains sera plastifiée. Dans ce cas, la déformation est répartie de manière relativement homogène dans le volume sollicité. L'amorçage de fissure intervient de manière intergranulaire, en raison d'incompatibilités de déformation, soit entre deux bandes de glissement, soit entre une bande de glissement et un joint de grains, ou encore en raison de l'oxydation qui assiste l'endommagement intergranulaire. Les nombreux systèmes de glissement activés facilitent la propagation de la fissure critique, qui suit préférentiellement ces chemins. Celle-ci a alors la possibilité de changer de système de

glissement pour se propager, conduisant à une propagation suivant plusieurs orientations au sein d'un même grain. Ce type de propagation a été appelé précédemment « transgranulaire / multi-plans de glissement ». Le chemin de propagation est alors constitué d'un enchainement de bandes de glissement et de joints de grains (Figure III-57.b).

- Lorsque  $\sigma \leq 700$  MPa, il a été vu que la déformation plastique se développe par glissement simple. De plus, à l'inverse du cas des contraintes élevées, la déformation n'est pas homogène au sein du volume considéré : seuls quelques grains sont plastifiés. Si l'amorçage de fissure se fait probablement suivant les mêmes mécanismes que précédemment, la propagation est modifiée : ici, la fissure suit les quelques bandes de glissement traversant le grain entier, du fait du faible nombre de systèmes de glissement activés par grains et préférentiellement le long des joints de macles (Figure III-57.a. et Figure III-55). C'est ce type de propagation qui a été appelé « transgranulaire / facettée ».

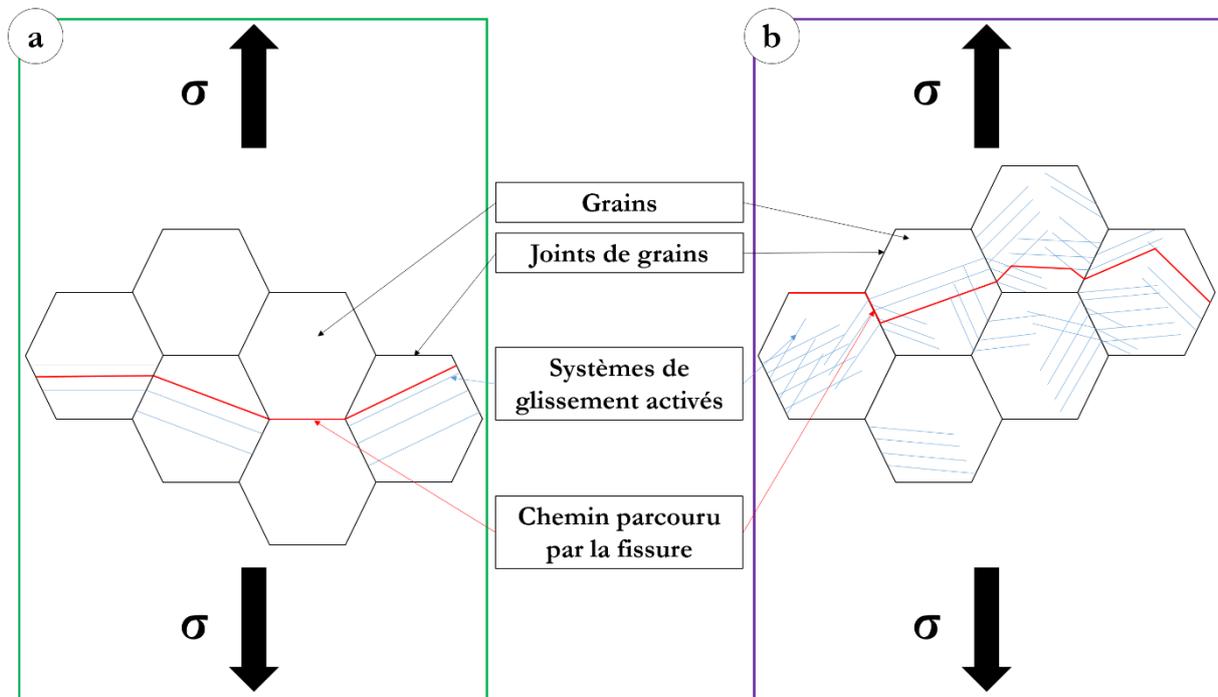


Figure III-57 : Schéma représentant la propagation d'une fissure lors d'essais de fluage à 700°C sur la microstructure GG

- (a) Cas des faibles contraintes appliquées ( $\sigma \leq 700$  MPa)
- (b) Cas des fortes contraintes appliquées ( $\sigma \geq 750$  MPa)

Pour finir, aucune observation MET des échantillons GF testés en fluage à 700°C n'a été réalisée. De plus, l'observation et l'analyse des faciès de rupture d'éprouvettes GF sont rendues compliquées par la fine taille de grains. Cependant, il est possible de proposer un scénario étendu à cette microstructure. En effet, la cartographie EBSD réalisée sur la microstructure GF a prouvé que cette microstructure était non texturée (Chap.II2.2.1). Ainsi, il est possible d'affirmer que la fraction de grains plastifiés est sensiblement la même, pour un même niveau de contrainte appliquée, que dans un échantillon GG [Larrouy, 2015]. De ce fait, le raisonnement précédent concernant le

changement de mécanismes de déformation en fonction de la contrainte appliquée peut s'appliquer directement à la microstructure GF. Cette hypothèse reste cependant à démontrer. En effet, dans une microstructure à grains fins, les bandes de glissement vont assurer moins de plasticité que dans une microstructure à gros grains (la longueur d'une bande de glissement dans une microstructure à grains fins est plus faible). La concentration de contrainte évoquée précédemment, créée par une bande de glissement sur un joint de grains, sera alors plus faible que dans le cas de la microstructure à gros grains.

Enfin, lorsque la contrainte appliquée est suffisamment faible, les durées à rupture des éprouvettes GG sont supérieures à celles des éprouvettes GF (Figure III-33.a.). Dans ce domaine de contraintes, les temps d'essais sont plus longs ( $> 100$  h), les phénomènes d'endommagement liés à l'oxydation vont donc avoir plus de temps pour produire leurs effets. Dans ce contexte, une microstructure à gros grains, présentant une densité de joints de grains plus faible, sera avantagée par rapport à une microstructure à grains fins. Ces phénomènes liés à l'oxydation seront détaillés dans le Chapitre IV.

#### **III2.4.2. Influence de la taille de grains sur les propriétés en fluage en fonction de la température et de la contrainte**

Il vient d'être montré que l'influence de la taille de grains sur la résistance en fluage de l'AD730™ est très dépendante de la température.

Dans le domaine des hautes températures et faibles contraintes appliquées, de bonnes propriétés seront obtenues avec une grande taille de grains, en raison de l'activation de mécanismes de déformation liés à la diffusion, ainsi que de l'importance des phénomènes d'endommagement assistés par l'oxydation. Une microstructure à grains fins est en effet dans ces conditions beaucoup moins performante qu'une microstructure à gros grains, du fait de la plus grande densité de joints de grains, entraînant des modes de déformation diffusifs aux joints de grains qui accélèrent fortement les vitesses de déformation et l'oxydation.

Les essais de fluage à 850°C suggèrent que les joints de grains participent de manière non négligeable aux propriétés en fluage de l'alliage (les propriétés de la microstructure SX-GG ne sont pas meilleures que celles de la microstructure GG).

Les phénomènes diffusifs sont donc en compétition avec les mécanismes dislocationnels à 850°C. L'importance de ces mécanismes dislocationnels grandit lorsque la température d'essai diminue, pour finalement devenir le mécanisme contrôlant les propriétés de fluage à l'ordre 1 à 700°C.

À cette température, dans le domaine des contraintes élevées ( $\sigma \geq 750$  MPa), l'influence de la taille de grains est limitée pour les microstructures polycristallines. Cependant, la présence de joints de

grains reste un paramètre capital, ceux-ci agissant comme barrières au mouvement des dislocations, participant ainsi grandement au durcissement.

L'influence de la taille de grains sur les propriétés en fluage de l'AD730™ est donc délicate à appréhender, car celle-ci dépend de la température d'essai, mais aussi d'autres paramètres microstructuraux, qui peuvent devenir prépondérants en fonction des mécanismes de déformation mis en jeu.

La Partie III3 ci-après a pour vocation d'étudier un autre de ces paramètres microstructuraux (la taille des précipités  $\gamma$ ) indépendamment de la taille de grains et de la présence de joints de grains.

## Partie III3. Étude de l'influence de la taille de la précipitation $\gamma'$

L'étude de l'impact de la taille des précipités  $\gamma'$  s'est appuyée sur l'utilisation des monograins d'AD730™, sur lesquels ont été effectués des traitements thermiques de mise en solution identiques, suivis de refroidissement à vitesses contrôlées, conduisant à l'obtention de tailles de précipités  $\gamma'$  différentes. Cette taille de précipités  $\gamma'$  est alors le seul paramètre microstructural variant d'un essai à l'autre (voir II3.2.4.b. pour plus de précisions, et Tableau II-5 pour les caractéristiques microstructurales).

Les essais de fluage présentés dans la Partie III2 ont montré que la taille de grains n'est pas le seul paramètre contrôlant les propriétés en fluage, et ce de manière plus marquée à 700°C. C'est la raison pour laquelle la température choisie pour les essais sur les monograins présentant des tailles de précipités  $\gamma'$  différentes est 700°C.

### III3.1. Essais de traction monotone à 700°C

Pour interpréter les résultats de fluage, connaître la limite d'élasticité des trois microstructures SX-40, SX-100 et SX-300 est nécessaire.

Un essai de traction monotone a donc été effectué à 700°C sur chacune de ces microstructures, à la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = 5.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Les courbes de ces essais de traction sont présentées sur la Figure III-58 ci-dessous, et le Tableau III-2 résume les données extraites de ces essais.

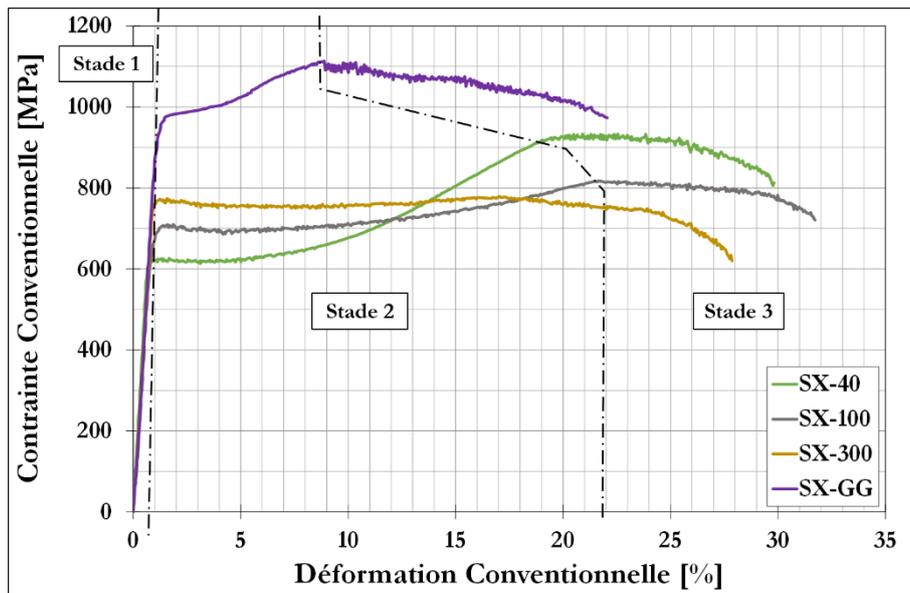


Figure III-58 : Courbes des essais de traction sur monograins d'AD730™ à 700°C et  $\dot{\epsilon} = 5.10^{-3} \text{ s}^{-1}$

**Tableau III-2 : Caractéristiques en traction des éprouvettes d'AD730™ monogranulaires – 700°C –  $\dot{\epsilon} = 5.10^{-3} \text{ s}^{-1}$**

Microstructure	E [GPa]	Rm Conventiionnelle [MPa]	Rp0,2 [MPa]	A% (Rupture)
<b>SX-40</b>	95	933	619	29,8
<b>SX-100</b>	86	817	661	31,7
<b>SX-300</b>	85	779	768	27,9
<b>SX-GG</b>	93	1114	941	22,1

Pour comparaison, les résultats de l'essai de traction effectué sur la microstructure SX-GG ont été ajoutés sur la Figure III-58 et le Tableau III-2.

**N.B.** Pour rappel, le traitement thermique associé à la microstructure SX-GG est le suivant :  $1120^{\circ}\text{C}/2\text{h}/(\text{Ref } 70^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}) + 1080^{\circ}\text{C}/4\text{h}/(\text{Ref } 300^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}) + 800^{\circ}\text{C}/4\text{h}/\text{Air} + 760^{\circ}\text{C}/16\text{h}/\text{Air}$  (Figure II-24)

La première observation liée à ces résultats est la très nette influence de la précipitation  $\gamma'$  sur les propriétés en traction monotone : la limite d'élasticité Rp0,2 passe de 768 MPa pour SX-300 à 619 MPa pour SX-40. À fraction volumique de phase  $\gamma'$  constante, une fine taille de précipités  $\gamma'$  conduit donc à un niveau plus élevé de propriétés. En revanche, cet ordre est inversé pour la contrainte maximale Rm : la contrainte maximale conventionnelle passe de 779 MPa pour la microstructure SX-300 à 933 MPa pour la microstructure SX-40 (x 1,2). Le potentiel d'écouissage est donc plus élevé lorsque les précipités  $\gamma'$  sont les plus grossiers.

L'allure des courbes de traction est également impactée par la taille de précipités  $\gamma'$ .

La courbe de l'essai réalisé sur l'éprouvette SX-300 est relativement classique, composée d'une partie élastique, suivie d'un plateau où la contrainte augmente légèrement, puis d'un adoucissement lié à l'endommagement se développant dans l'éprouvette, jusqu'à la rupture finale. De plus, le phénomène de Portevin-Le Chatelier (ou PLC) est observé sur cet essai.

Pour le cas des microstructures SX-40 et SX-100 (et SX-GG), 3 stades sont détectés : une première partie élastique, suivie d'un plateau, où un phénomène PLC est observé, et où la contrainte augmente (augmentation de plus de 300 MPa pour SX-40). Le dernier stade est constitué d'un dernier plateau menant à la rupture finale. L'amplitude de l'augmentation de contrainte dans le « Stade 2 » pour la microstructure SX-100 est plus faible que pour la microstructure SX-40 (~ 100 MPa).

Parmi les trois microstructures monogranulaires présentant des tailles de précipités  $\gamma'$  contrôlées, seule SX-300 possède une limite d'élasticité Rp0,2 supérieure aux contraintes de fluage appliquées (700 et 750 MPa). Ces valeurs de limites d'élasticité sont des facteurs importants à prendre en

compte lors de l'analyse des différences de comportement observées entre ces trois microstructures.

Il convient de noter que les courbes présentées ici sont en contraintes conventionnelles (et non en contraintes « vraies », comme dans l'Annexe B par exemple). La forme des faciès de rupture (Figure III-59) est en effet ovale, et non pas cylindrique. Représenter les courbes de traction en contraintes et déformation « vraies », qui prennent en compte la réduction de section homothétique associée à l'allongement de l'éprouvette, ne serait donc pas correct dans ce cas.

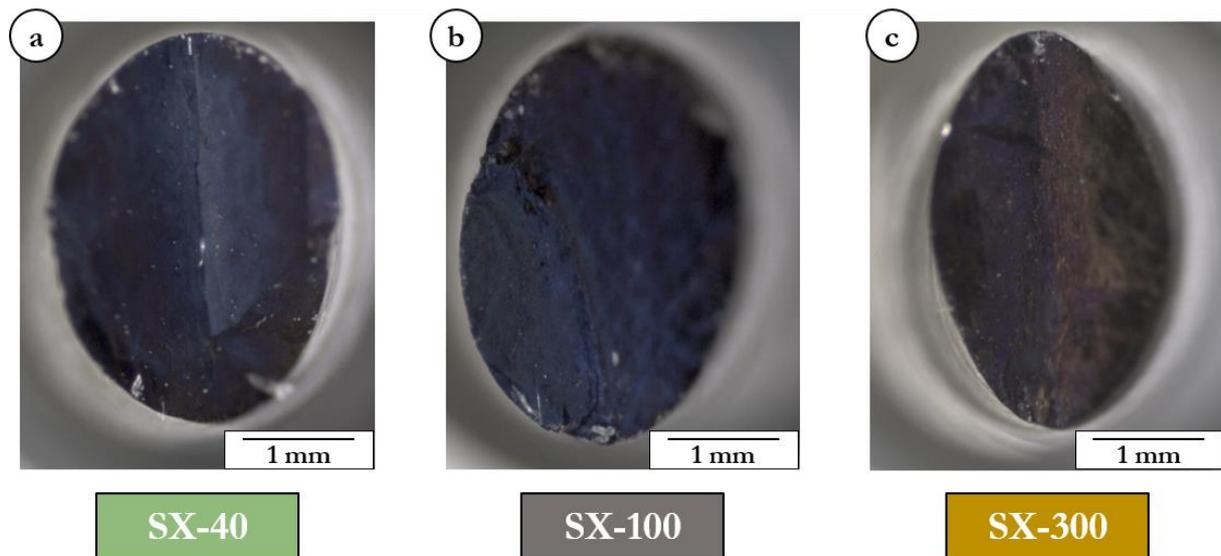


Figure III-59 : Faciès de rupture des éprouvettes monogranulaires testées en traction monotone à 700°C et  $\dot{\epsilon} = 5.10^{-3} \text{ s}^{-1}$  observés à la loupe binoculaire

La dissymétrie prononcée observée sur ces faciès de rupture peut être associée au mode de déformation se produisant lors de ces essais : une déformation pilotée par du glissement simple conduit en effet à ce type de faciès.

### III3.2. Résultats de fluage

En raison du nombre d'éprouvettes disponibles limité, seulement deux contraintes ont été testées : 700 MPa et 750 MPa. Ces contraintes ont également été choisies dans un domaine où la taille des précipités  $\gamma'$  est supposée avoir un effet important sur les propriétés en fluage.

Les résultats de ces essais sont présentés ci-dessous (Figure III-60).

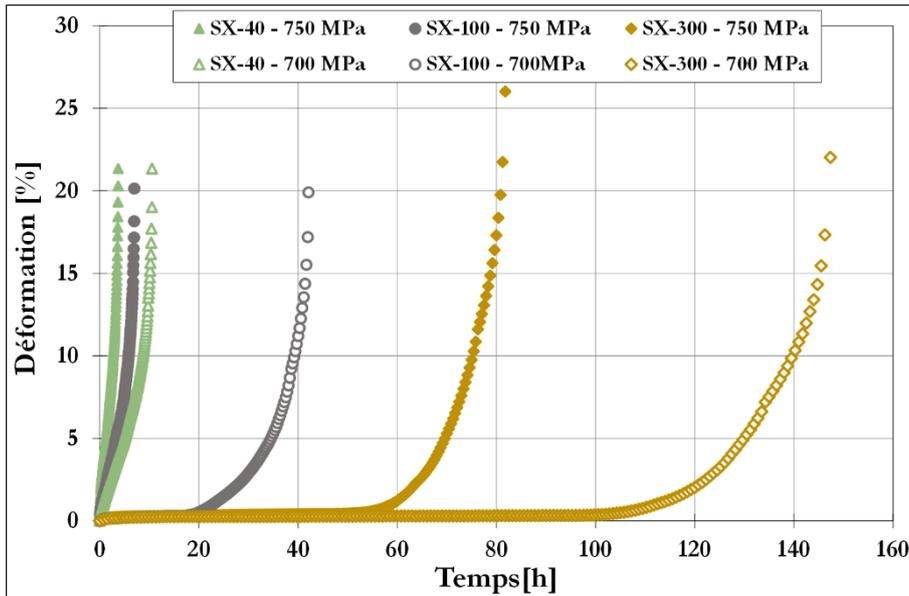


Figure III-60 : Courbes de fluage à 700°C (700 et 750 MPa) – Monograins présentant des tailles de précipités  $\gamma'$  différentes

Ce graphique révèle explicitement le fort impact, dans ces conditions, de la taille des précipités  $\gamma'$  sur les durées à rupture en fluage. Pour la condition 700°C / 700 MPa, la durée de vie passe de 11 h pour la microstructure composée des précipités  $\gamma'$  les plus grossiers (SX-40) à 147 h pour celle composée des précipités  $\gamma'$  les plus fins (SX-300), soit un temps à rupture multiplié par un facteur proche de 14.

Les allongements à rupture sont en revanche relativement proches entre ces différentes microstructures, correspondant à des allongements classiques pour des monograins testés en fluage à cette température.

Les courbes de la Figure III-61.a. montrent que dans la condition 700°C / 750 MPa, les microstructures SX-40 et SX-100 présentent des comportements relativement proches, avec cependant un endommagement apparaissant plus tardivement pour SX-100 par rapport à SX-40. La microstructure SX-300 affiche un comportement sensiblement différent, avec un fluage secondaire où la déformation évolue très peu, puis un fluage tertiaire tardif entraînant une rapide augmentation de la déformation conduisant à la rupture finale.

Les microstructures SX-40 et SX-300 présentent le même type de comportement pour les deux contraintes comme le montrent les courbes rationalisées par le temps à rupture (Figure III-61). En revanche, le comportement de SX-100 est sensible au niveau de contrainte : à fort niveau il se rapproche du comportement de SX-40, à faible niveau de SX-300 avec un long stade secondaire suivi d'un rapide tertiaire. L'endommagement à 700 MPa apparaît plus tôt dans l'essai chez SX-100 que chez SX-300.

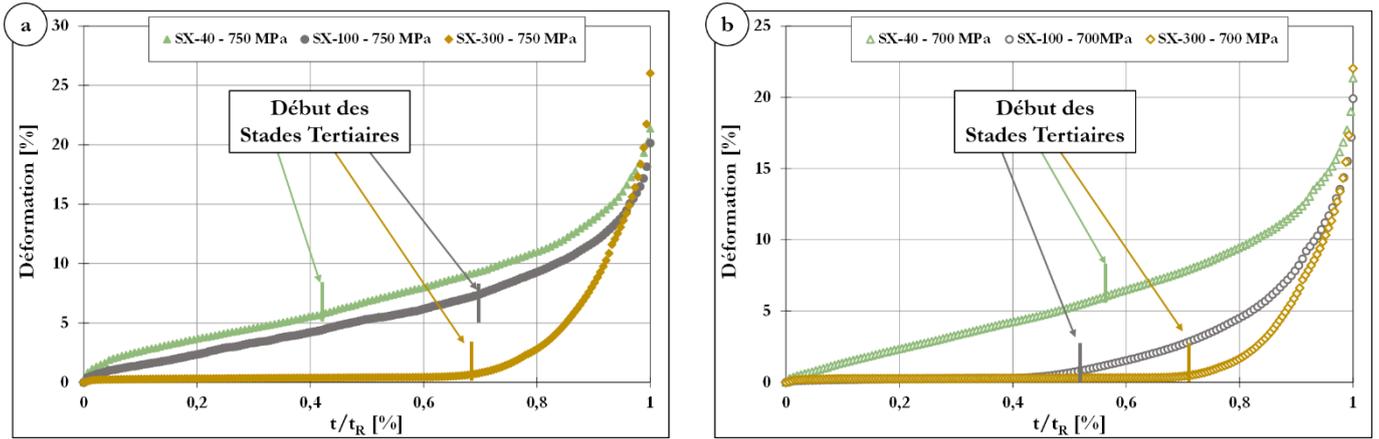


Figure III-61 : Déformation en fluage à 700°C en fonction du temps rationalisé au temps à rupture – (a) 750 MPa ; (b) 700 MPa

Ce positionnement intermédiaire de SX-100 lorsque la contrainte appliquée diminue s'exprime aussi sur les temps à rupture. À 750 MPa, le temps à rupture de SX-100 est du même ordre de grandeur que SX-40 (2 fois supérieur), tandis qu'il est 4 fois supérieur à 700 MPa. De la même façon, le rapport des temps à rupture de SX-300 sur celui de SX-100 passe de 12 à 750 MPa à seulement 3 à 700 MPa.

Une autre manière de mettre en évidence le changement de comportement de la microstructure SX-100 en fonction de la contrainte appliquée est de représenter la constante de Monkman-Grant (voir III.1.2.1.a) en fonction de la contrainte appliquée (Figure III-62).

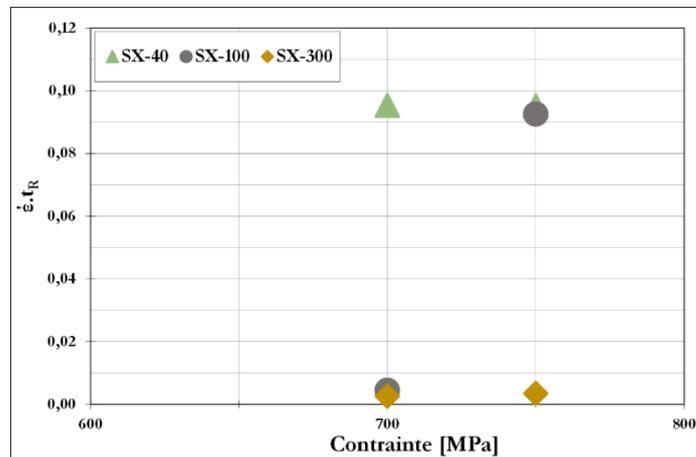


Figure III-62 : Représentation de la constante de Monkman-Grant (Vitesse de déformation \* Temps à rupture) en fonction de la contrainte appliquée

Le modèle de Monkman-Grant stipule que la vitesse de déformation de fluage multipliée au temps à rupture est une constante dans une plage de contrainte et température donnée si les mécanismes mis en jeu sont inchangés. La Figure III-62 suggère donc que les deux microstructures SX-40 et SX-300 présentent des comportements bien distincts, et invariant sur la plage de contrainte testée, tandis que les mécanismes mis en jeu pour la microstructure SX-100 sont proches de ceux de la microstructure SX-300 à faible contrainte et proches de ceux de SX-40 à forte contrainte.

### III3.3. Analyses

#### III3.3.1. Mécanismes de déformation de fluage

##### III3.3.1.a. Courbes vitesses de déformation en fonction de la déformation

L'analyse des vitesses de déformation de fluage met en évidence plusieurs points (Figure III-63 et Figure III-64).

Le premier est la grande différence de comportement entre les microstructures SX-40 et SX-300 : sur les courbes de la Figure III-63, quelle que soit la contrainte appliquée, les éprouvettes SX-300 présentent un fort durcissement en début d'essai (très forte diminution de la vitesse de déformation jusqu'à environ 0,3% de déformation). Ce fort durcissement peut être associé aux grandes vitesses de refroidissement qui conduisent à une structure de précipitation plus éloignée de l'équilibre thermodynamique, et donc plus propice à un complément de précipitation (durcissant) pendant l'essai, en particulier au début de celui-ci.

Les courbes associées à la microstructure SX-40 ne montrent, en revanche, qu'une diminution faible de la vitesse de déformation en début d'essai.

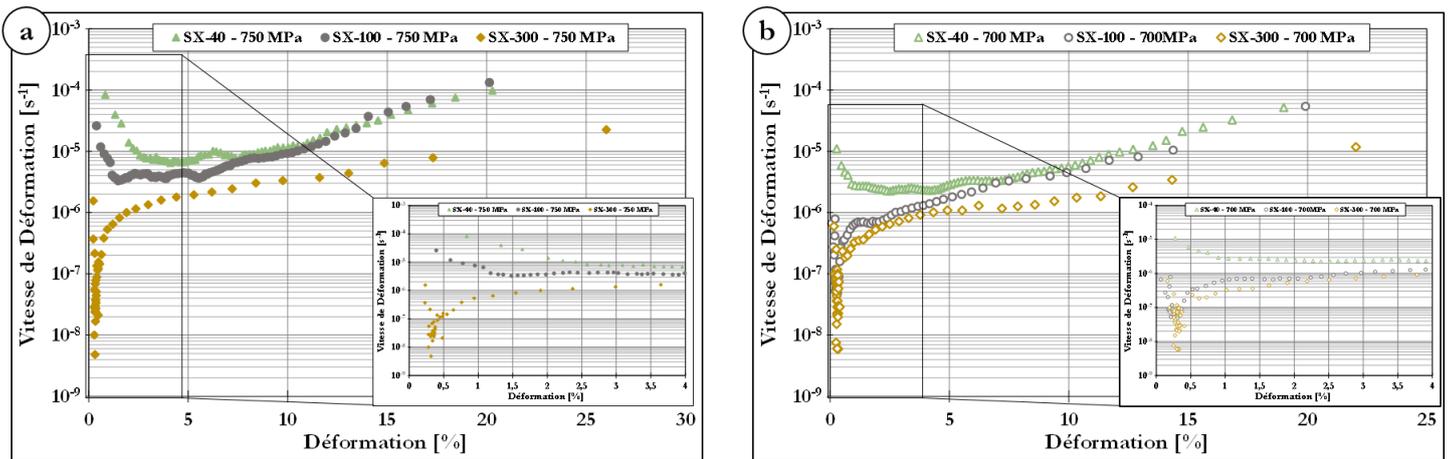


Figure III-63 : Courbes vitesses de déformation en fonction de la déformation pour les essais de fluage à 700°C sur les monograins présentant différentes tailles de précipités  $\gamma'$  - (a) 750 MPa ; (b) 700 MPa

Le second point vient confirmer ce qui a été déduit directement des courbes classiques de fluage (Figure III-60 et Figure III-61). Les microstructures SX-40 et SX-300 ont des comportements très différents pour les deux niveaux de contrainte testés alors que la microstructure SX-100 passe d'un comportement similaire à celui de SX-40 à forte contrainte et à SX-300 à faible contrainte. La Figure III-64 condense ces informations dans un graphe vitesse minimale de fluage / vitesse de refroidissement.

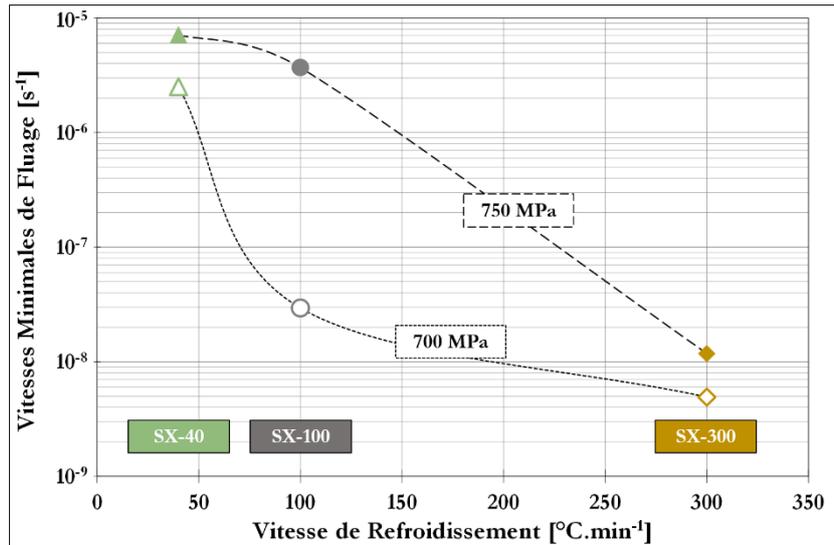


Figure III-64 : Vitesses minimales de fluage en fonction de la vitesse de refroidissement post-mise en solution

### III.3.1.b. Observations de coupes longitudinales au MEB-FEG

Les bandes de cisaillement sont très présentes sur les clichés MEB-FEG réalisés sur les coupes des éprouvettes testées en fluage à 700°C / 700 MPa (Figure III-65). Cependant, on remarque une importante diminution du nombre de bandes de cisaillement avec la diminution de la taille de précipités  $\gamma'$ .

Cet aspect a été quantifié à partir des images prises au MEB-FEG. Le nombre de bandes comptées a été rationalisé par la surface observée (Figure III-66). Encore une fois, si le comportement (densité moyenne de bandes de cisaillement) varie peu en fonction de la contrainte appliquée pour les microstructures SX-40 et SX-300, la microstructure SX-100 semble être plus sensible à la variation de la contrainte appliquée (Figure III-67) : la quantité de bandes de cisaillement relevée est beaucoup plus faible sur l'éprouvette testée à 700 MPa par rapport à celle relevée sur l'éprouvette testée à 750 MPa.

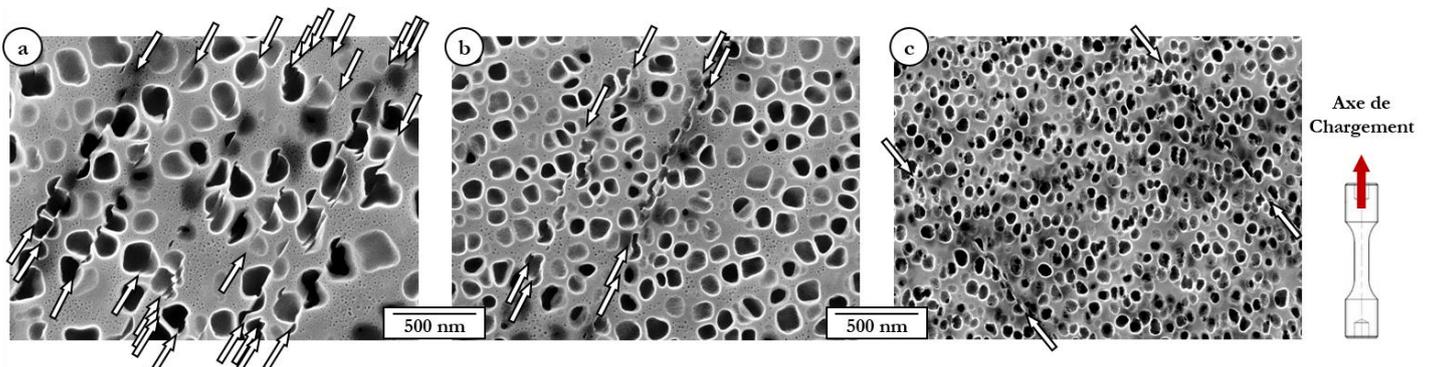


Figure III-65 : Coupes longitudinales des éprouvettes monogranulaires présentant différentes tailles de  $\gamma'$  testées en fluage à 700°C / 700 MPa – (a) SX-40 ; (b) SX-100 ; (c) SX-300

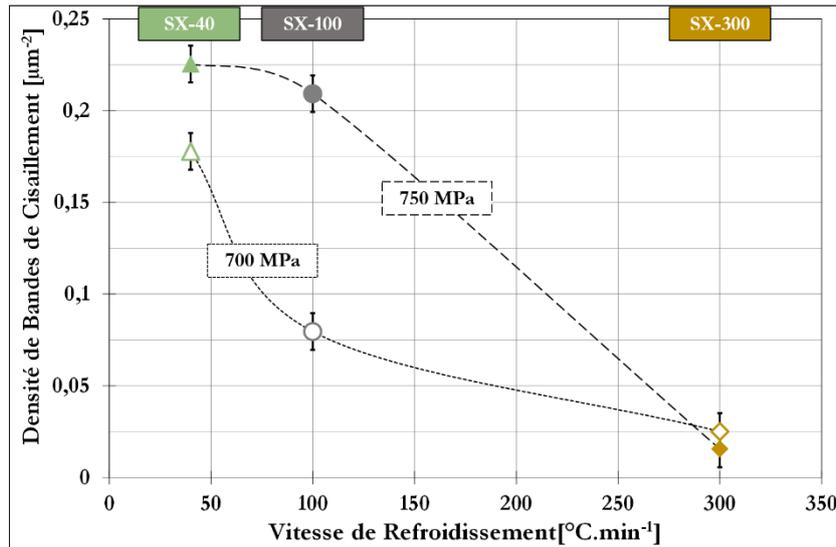


Figure III-66 : Densité de bandes de cisaillement observées au MEB-FEG sur les coupes d'échantillons monogranulaires testés en fluage à 700°C

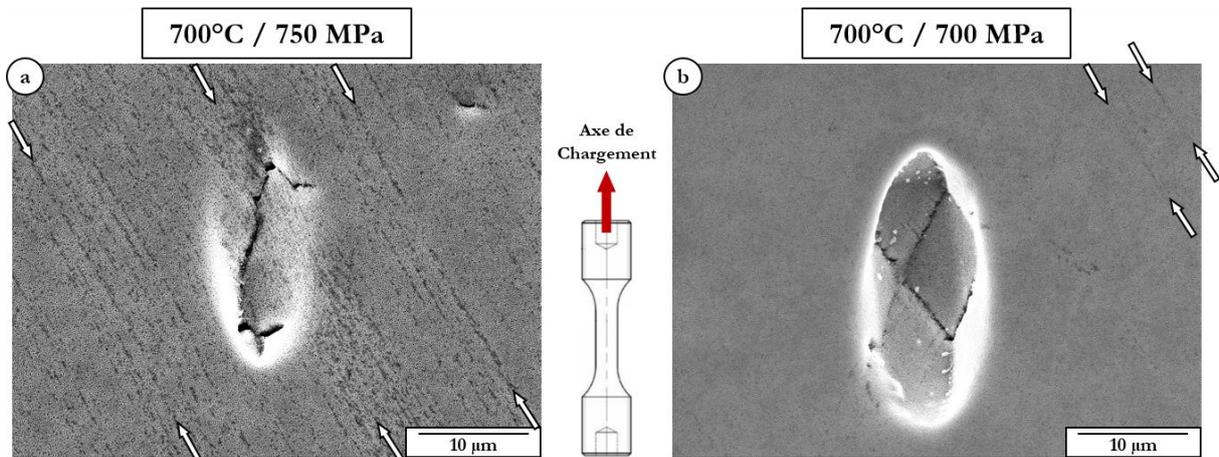


Figure III-67 : Observations au MEB-FEG de coupes longitudinales des deux éprouvettes monogranulaires SX-100 testées en fluage à (a) 700°C / 750 MPa et (b) 700°C / 700 MPa – Observations réalisées à iso-distance de la zone de rupture ( $\sim 1$  mm) – Bandes de cisaillement mises en évidence par les flèches blanches

Ce changement suit une nouvelle fois la tendance dégagée précédemment : dans le cas des fortes contraintes appliquées, la microstructure SX-100 présente un comportement proche de celui de la microstructure SX-40 (grand nombre de bandes de cisaillement), alors que les mécanismes de déformation observés sur l'éprouvette SX-100 testée à 700 MPa se rapprochent de ceux observés sur les éprouvettes SX-300.

Notons ici que quelle que soit la microstructure testée ou la contrainte appliquée, le type de glissement observé au MEB-FEG sur les coupes d'éprouvettes rompues est exclusivement du glissement simple.

Les essais de traction effectués sur ces microstructures indiquent que les limites d'élasticité sont très différentes d'une microstructure à l'autre. Il convient donc d'examiner les éléments présentés

précédemment en fonction de la contrainte de fluage appliquée rationalisée par la limite d'élasticité associée à chacune des microstructures (Figure III-68).

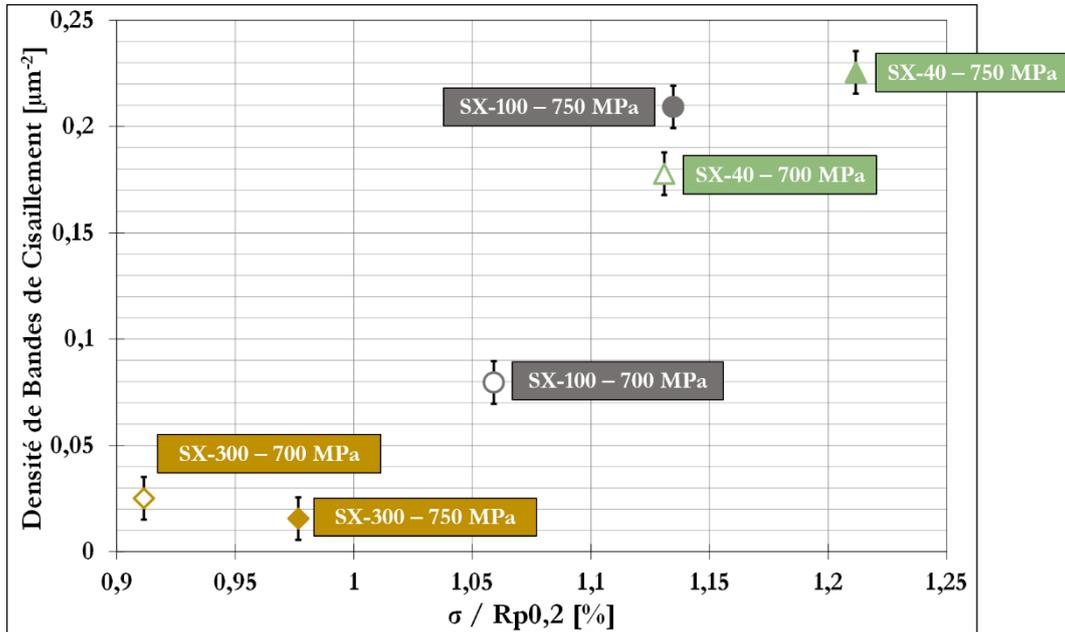


Figure III-68 : Densité de bandes de cisaillement observées au MEB-FEG sur les coupes d'échantillons monogranulaires testés en fluage à 700°C en fonction de la contrainte appliquée rationalisée par la limite d'élasticité

Cette figure montre l'existence d'une relation entre la densité de bandes de cisaillement mesurée et le ratio «  $\sigma / R_{p0,2}$  » : on constate une forte augmentation de cette grandeur lorsque le ratio dépasse la valeur 1.

Dans le cas de la microstructure SX-100, la valeur de la limite d'élasticité est inférieure à la contrainte appliquée pour les deux essais. Une forte augmentation de la densité de bandes est cependant constatée entre l'éprouvette testée à 700 MPa et celle à 750 MPa. Le rapport entre la contrainte appliquée et la limite d'élasticité ne peut donc pas à lui seul expliquer les variations observées sur cette microstructure.

### III3.3.2. Mécanismes d'endommagement

Les mécanismes d'endommagement n'ont été analysés que par l'observation des coupes longitudinales de ces éprouvettes. L'observation de faciès de rupture est en effet rendue difficile de par le caractère souvent très planaire et par la très forte inclinaison des faciès de rupture (Figure III-69).

Sur chacune des coupes présentées dans la Figure III-69, au moins une partie du faciès correspond à une propagation de fissure qui peut être caractérisée de « cristallographique » : la propagation de fissure se fait dans ce cas suivant une bande de glissement. Les portions de faciès correspondant à une propagation de fissure de ce type sont matérialisées sur la Figure III-69 par les segments bleus.

Une nouvelle fois, une grande différence entre microstructures SX-40 et SX-300 est mise en évidence par l'observation de ces coupes. Dans le premier cas, le faciès est exclusivement cristallographique, et est caractéristique d'un glissement simple (un seul système de glissement). L'angle entre le faciès de rupture et la direction de chargement est d'environ  $45^\circ$  (les éprouvettes étant déformées, la direction de chargement est considérée ici comme étant parallèle aux dendrites, visibles sur les images de la Figure III-69). En ce qui concerne la microstructure SX-300, les portions de faciès associées à une propagation cristallographique sont nettement moins grandes. Une partie de la propagation de fissure se fait soit en mode I, soit suivant une multitude de plans de glissement.

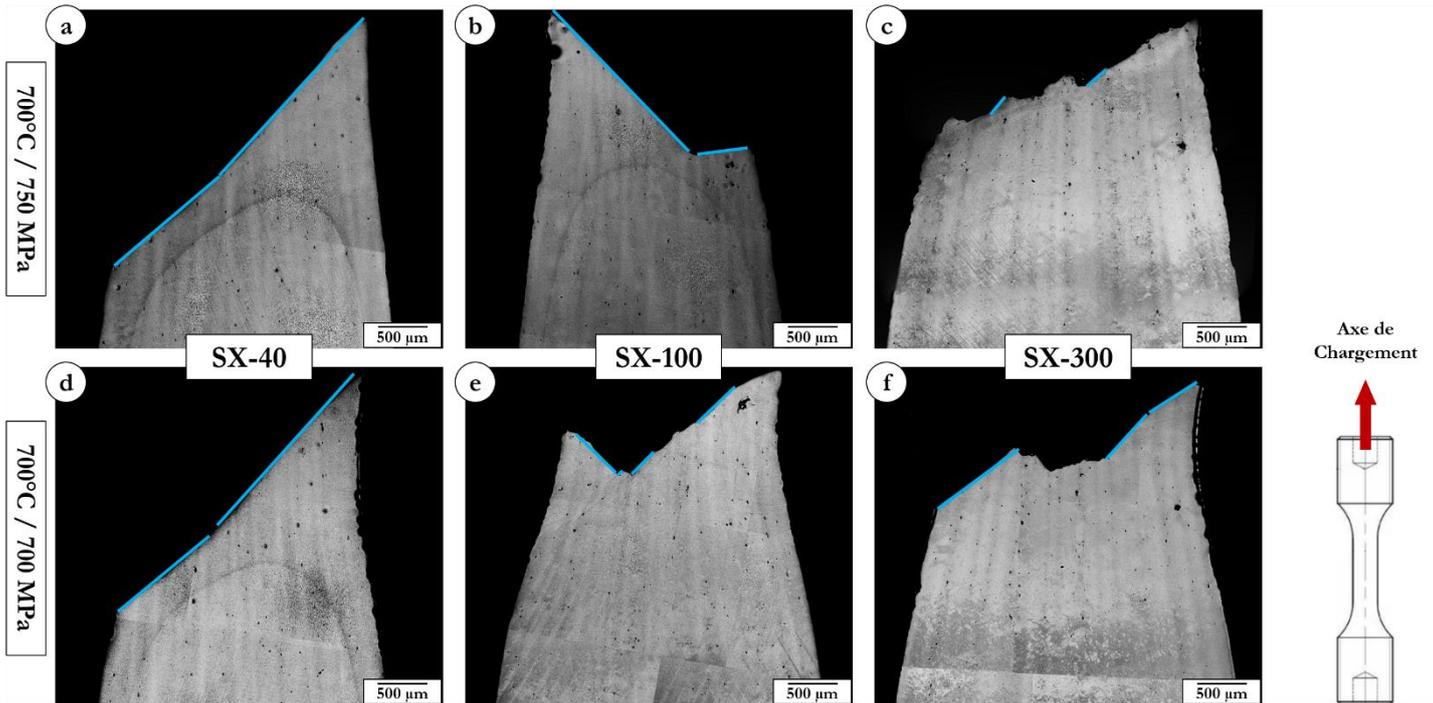


Figure III-69 : Observations au MEB-FEG de scans réalisés en mode électrons rétrodiffusés des coupes longitudinales des éprouvettes monogranulaires testées en fluage à  $700^\circ\text{C}$  – (a)(d) SX-40 ; (b)(e) SX-100 ; (c)(f) SX-300 – (a)(b)(c)  $700^\circ\text{C}$  / 750 MPa ; (d)(e)(f)  $700^\circ\text{C}$  / 700 MPa – Les portions de faciès correspondant à une propagation de fissure suivant un plan de glissement sont mis en évidence par les segments bleus

Les cas des éprouvettes SX-100 doivent une nouvelle fois être traités différemment : le faciès de l'éprouvette SX-100 testée à 750 MPa est de type « cristallographique », avec, à la différence des faciès des éprouvettes SX-40, une propagation de fissures suivant au moins deux systèmes de glissement (mis en évidence par les deux pentes sur le faciès Figure III-69.b.).

En revanche, le faciès de l'éprouvette SX-100 testée à plus faible contrainte (700 MPa) est plus complexe : il semble que la propagation de la fissure finale ait suivi quelques systèmes de glissement, puis se soit propagée en mode I ou suivant de multiples systèmes de glissement.

### III.3.4. Discussion

#### III.3.4.1. Calcul des contraintes critiques théoriques de franchissement des précipités $\gamma'$

Il a été établi précédemment que les mécanismes de déformation en fluage à 700°C sont principalement contrôlés par le mouvement des dislocations. Ce mouvement est dépendant de leur capacité à franchir les précipités  $\gamma'$  : les dislocations peuvent soit contourner les précipités  $\gamma'$ , lorsque le diamètre de ceux-ci est suffisamment grand (mécanisme d'Orowan), ou les cisailier, par paires de dislocations faiblement et/ou fortement couplées. Si ces trois types de mécanismes sont probablement actifs dans chacune des microstructures testées, celui qui pilote majoritairement la déformation reste à déterminer.

Les résistances théoriques à la déformation par contournement d'Orowan et par cisaillement ont alors été calculées pour chacune des trois microstructures monogranulaires SX-40, SX-100 et SX-300. Les contributions relatives de ces deux modes de franchissement de précipités peuvent ainsi être évaluées.

La résistance à la déformation par contournement d'Orowan est donnée par la « Contrainte d'Orowan », définie par la relation (Équation III-8) [Reppich, 1993], [Steuer, 2014], [Galindo-Nava, 2015] :

$$\tau_{\text{Orowan}} = w_s \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{\mu b}{L_s} \quad \text{Équation III-8}$$

Où  $\mu$  est le module de cisaillement (égal à 76,3 GPa à 700°C [Deviaux, 2014a]),  $b$  la norme du vecteur de Burgers associés aux systèmes de glissement octaédriques ( $b = 0,245 \text{ nm}$  [Deviaux, 2014a]),  $L_s$  est la distance inter-précipités  $\gamma'$  secondaires, et  $w_s$  est la fraction numérique en précipités  $\gamma'$  secondaires.

La contrainte de cisaillement a été calculée suivant le modèle unifié présenté par Galindo-Nava et al. [Galindo-Nava, 2015]. Ce modèle permet notamment la prise en compte de microstructures de précipitations multimodales dans le calcul de ces contraintes critiques. Le détail des hypothèses de ce modèle est présenté dans l'Annexe E. La contrainte résolue critique de cisaillement est alors donnée par l'Équation III-9 :

$$\tau_p = \frac{\gamma_{\text{APB}}}{2b} \left( w_s \frac{l_1^s}{\Lambda_1^s + 2r_s} + w_t \frac{l_1^t}{\Lambda_1^t + 2r_t} \right) \quad \text{Équation III-9}$$

Où  $\tau_p$  est la contrainte résolue critique de cisaillement,  $\gamma_{\text{APB}}$  est l'énergie de paroi d'antiphase,  $b$  est la norme du vecteur de Burgers ( $b = 0,245 \text{ nm}$  [Deviaux, 2014a]),  $w_i$ ,  $l_1^i$ ,  $\Lambda_1^i$  et sont respectivement la fraction numérique en particules  $i$ ,  $l_1^i$  la longueur du segment de la dislocation de tête active dans le cisaillement d'une particule  $i$ ,  $\Lambda_1^i$  la longueur effective de la dislocation de tête active dans le cisaillement de la particule  $i$ , et  $r_i$  est le rayon moyen de la particule  $i$  ( $i = s$  ou  $t$ , pour les précipités  $\gamma'$  secondaires et les précipités  $\gamma'$  tertiaires).

Ces contraintes critiques résolues ont été reportées dans le graphique de la Figure III-70, en fonction de la taille moyenne des  $\gamma'_{II}$  des trois microstructures SX-40, SX-100 et SX-300. Les contraintes de cission résolue  $\tau_c$  pour les systèmes de glissement octaédriques pour chacune des contraintes macroscopiques testées (700 et 750 MPa) ont également été représentées sur ce graphique (le facteur de Schmid associé à ces systèmes lorsque le monograin est sollicité dans la direction  $\langle 001 \rangle$  est 0,408 [Steuer, 2014]).

Il est important de noter que ces valeurs, notamment la valeur de la contrainte critique de franchissement par cisaillement, sont très dépendantes de grandeurs telles que l'énergie de paroi d'antiphase  $\gamma_{APB}$  ou encore de la fraction volumique de précipités  $\gamma'_{III}$ , qui sont difficiles d'accès. Ces calculs ont donc été réalisés à partir d'estimations de ces grandeurs, et ne reflètent pas nécessairement les valeurs expérimentales exactes. Cependant, la comparaison qualitative entre les trois microstructures reste intéressante.

La contrainte d'Orowan calculée pour la microstructure SX-40 est largement inférieure aux cissions résolues pour les deux contraintes macroscopiques de fluage testées. De même, la contrainte d'Orowan associée à la microstructure SX-300 est largement supérieure aux cissions résolues des deux essais de fluage.

Ces calculs fournissent une explication concernant les comportements très différents entre les microstructures SX-40 et SX-300, précédemment évoqués. En effet, ce graphique suggère que la contrainte nécessaire à l'activation des mécanismes de contournement pour la microstructure SX-40 est inférieure à celle de franchissements par cisaillement. C'est donc a priori le mécanisme de contournement qui pilote la déformation de fluage pour cette microstructure, dans ces conditions.

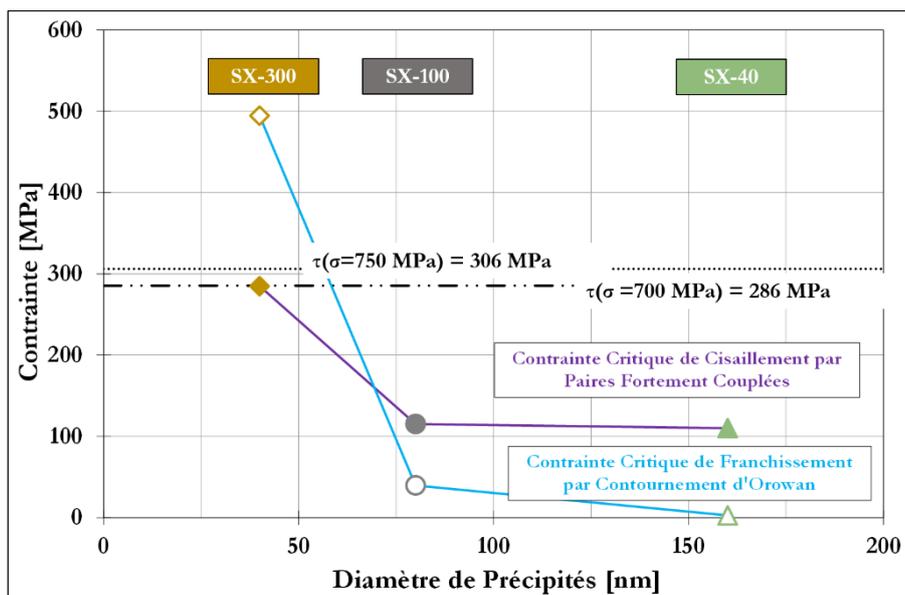


Figure III-70 : Contrainte critiques de franchissement en fonction de la taille des précipités  $\gamma'_{II}$  – Les contraintes de cissions résolues sont mises en évidence par les droites horizontales en pointillés

Cependant, les contraintes critiques calculées sont faibles (franchissement par cisaillement et contournement), et toutes les deux inférieures aux cissions résolues correspondant aux deux contraintes testées. Les deux mécanismes pourraient donc être simultanément actifs lorsque cette microstructure est sollicitée en fluage à 700°C, dans le domaine de contraintes 700-750 MPa. Ceci est cohérent par exemple avec la très forte densité de bandes de cisaillement relevées sur les coupes longitudinales des éprouvettes SX-40 après essais. En ce qui concerne la microstructure SX-300, présentant les précipités  $\gamma''$  les plus fins, le contournement d'Orowan semble impossible dans ces conditions, la contrainte d'Orowan calculée étant très nettement supérieure aux cissions résolues correspondant aux deux essais effectués. La déformation serait donc dans ce cas pilotée par le cisaillement uniquement. Cette différence de mécanismes de franchissement des précipités  $\gamma'$  entre les microstructures SX-40 (contournement) et SX-300 (cisaillement) contribuerait à expliquer les vitesses de déformation nettement plus élevées relevées pour la microstructure SX-40 par rapport à la microstructure SX-300. En effet, la déformation élémentaire engendrée par le passage d'une dislocation est directement liée à la norme du vecteur de Burgers associé à cette dislocation. Le contournement fait intervenir des dislocations parfaites de matrice  $a/2\langle 110 \rangle$ , dont le module est égal à  $b \sim 0,254$  nm [Locq, 2004], tandis que le cisaillement fait intervenir des partielles de Shockley de type  $a/6\langle 112 \rangle$ , dont le module est égal à  $b \sim 0,146$  nm [Locq, 2004]. La déformation induite par le passage d'une dislocation par contournement est donc plus importante que celle induite par le passage d'une dislocation par cisaillement.

Enfin, ces calculs suggèrent que, quelle que soit la contrainte de fluage appliquée, la déformation de fluage de la microstructure SX-100 serait contrôlée par les mécanismes de contournement (mais que les mécanismes de cisaillement pourraient eux-aussi être activés, comme pour la microstructure SX-40). Ces calculs ne permettent donc pas de conclure sur le changement de mécanismes observés sur cette microstructure, lorsque la contrainte appliquée passe de 750 MPa à 700 MPa.

Il est cependant possible de supposer que le changement de comportement observé précédemment pour la microstructure SX-100 lorsque la contrainte varie correspond à une transition de mécanisme limitant le franchissement des précipités par les dislocations. Les résultats précédemment exposés suggèrent qu'une contrainte appliquée de 750 MPa entraîne un comportement de la microstructure SX-100 similaire à celui de la microstructure SX-40, tandis qu'une contrainte plus faible conduit à un rapprochement entre les comportements des microstructures SX-100 et SX-300. À partir de ces constats, il est possible de postuler que dans le cas des fortes contraintes appliquées, le contournement d'Orowan pilote la déformation de la microstructure SX-100, alors que le cisaillement contrôle la déformation de fluage à plus faible

contrainte appliquée. Des observations des micro-mécanismes de déformation au MET seraient nécessaires pour confirmer ou infirmer cette hypothèse.

#### **III3.4.2. Retour sur les mécanismes d'endommagement**

Le caractère cristallographique des faciès de rupture des éprouvettes monogranulaires testées en fluage à 700°C a été établi précédemment (III3.3.2).

Ces faciès indiquent de plus que dans le cas de la microstructure SX-40, la propagation de la fissure fatale se fait suivant une bande de glissement traversant toute l'éprouvette (une seule direction de rupture), tandis que les chemins suivis par les fissures fatales dans le cas des éprouvettes SX-300 sont beaucoup plus tortueux. Ceci suggère que ces fissures ont suivis une multiplicité de plans de glissement.

Ces observations peuvent être reliées à la précipitation  $\gamma'$  associée à chaque microstructure. La microstructure SX-40 est en effet composée de précipités  $\gamma'$  secondaires grossiers (160 nm), et de quelques précipités  $\gamma'$  tertiaires présents dans les couloirs de matrice. Dans ce cas, lors de la déformation plastique de fluage, les dislocations peuvent traverser relativement facilement l'ensemble de l'éprouvette par cisaillement et/ou contournement des précipités  $\gamma'$  (ce qui est confirmé par les calculs exposés dans le paragraphe précédent). Les précipités  $\gamma'$  secondaires présents dans la microstructure SX-300 sont beaucoup plus fins, et les couloirs de matrice plus étroits (40 nm et 32 nm pour la taille moyenne des précipités  $\gamma'_{II}$  et la taille des couloirs de matrice respectivement). Le libre parcours moyen des dislocations est dans ce cas plus faible. Celles-ci ne peuvent pas traverser l'intégralité de l'éprouvette sans changer de système de glissement. La multiplicité des systèmes de glissement suivis par les dislocations est matérialisée sur les faciès des éprouvettes SX-300 par une apparence plus « rugueuse » du faciès. Ce faciès semble de plus perpendiculaire à la direction de chargement (comparativement aux faciès des éprouvettes SX-40, inclinés à  $\sim 45^\circ$ ).

## Partie III4. Synthèse

Les résultats présentés dans les Partie III2 et Partie III3 suggèrent qu'il existe une température de transition où le paramètre contrôlant les propriétés en fluage à l'ordre 1 passe de la taille de grains à la taille des précipités  $\gamma'$ . Cette transition, ainsi que l'influence relative de ces deux paramètres microstructuraux sur les propriétés en fluage de l'alliage vont être examinées dans les paragraphes suivants.

### III4.1. Contributions relatives de la taille de grains et de la taille des précipités $\gamma'$ sur les propriétés en fluage

#### III4.1.1. Contributions relatives de la taille de grains et de la taille des précipités $\gamma'$ sur les propriétés en fluage à 700°C

L'ensemble des essais de fluage réalisés à 700°C sur les six microstructures de l'étude aident à connaître le ou les paramètres contrôlant les propriétés en fluage dans ces conditions.

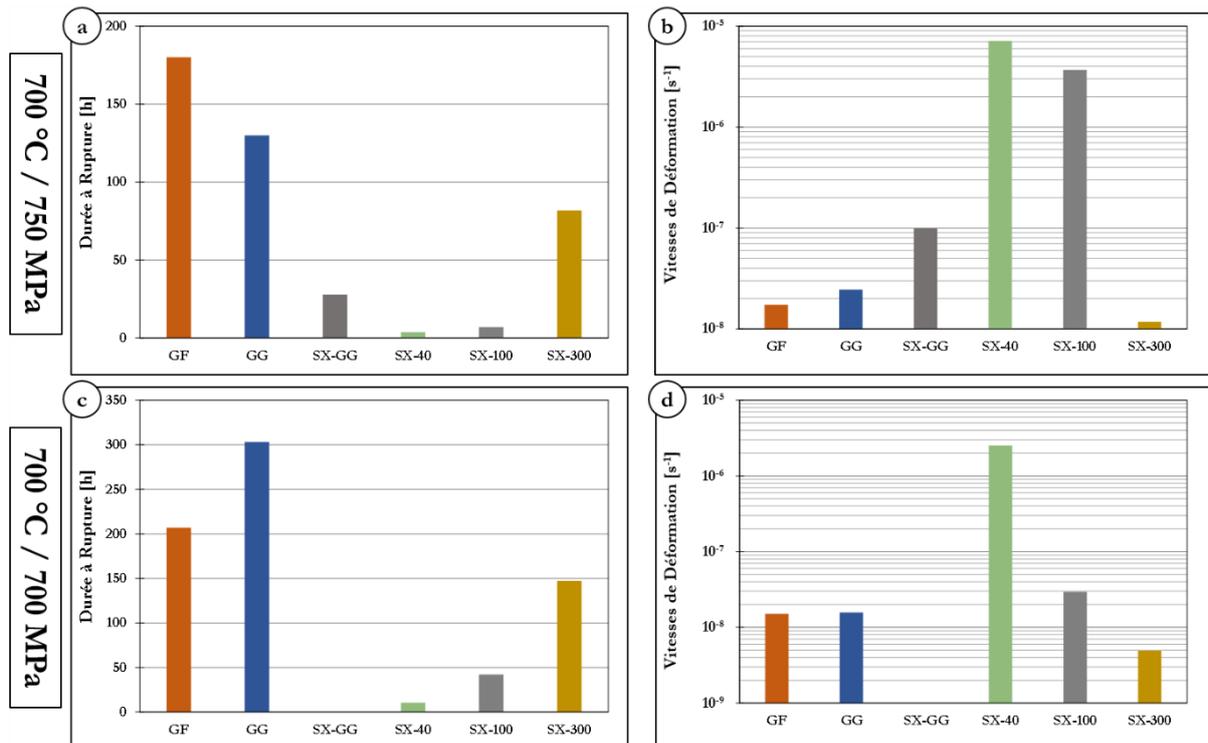


Figure III-71 : Influence de la taille de grains et des précipités  $\gamma'$  sur les propriétés en fluage à 700°C

- (a) Durée à rupture – 700°C / 750 MPa
- (b) Vitesses minimales de fluage – 700°C / 750 MPa
- (c) Durée à rupture – 700°C / 700 MPa
- (d) Vitesses minimales de fluage – 700°C / 700 MPa

Les graphiques de la Figure III-71 confirment la relativement faible influence de la taille de grains dans les microstructures polycristallines dans ces conditions (durées à rupture et vitesses minimales de fluage proches entre GG et GF). Ces graphiques démontrent également la très forte influence de la taille des précipités  $\gamma'$  (comparaison des microstructures SX-40, SX-100 et SX-300).

- Dans ce domaine « température/contrainte », les mécanismes de déformation sont contrôlés par le mouvement des dislocations ;
- Le mode de franchissement des précipités  $\gamma'$  par ces dislocations dépend à la fois de la taille des précipités et de la distance qui les sépare : des précipités  $\gamma'$  fins impliqueront un processus de cisaillement des précipités ce qui contribue à diminuer les vitesses de déformation, et à améliorer le comportement global de l'alliage en fluage ;
- La densité de joints de grains est un autre paramètre important : les joints de grains participent en effet au blocage du mouvement des dislocations, et apportent ainsi un durcissement ;
- Ce durcissement est principalement remarqué au début des essais de fluage (stade primaire), mais diminue également les vitesses de déformation moyennes pendant l'essai ;
- L'absence de joints de grains (monograins) conduit au développement de la plasticité dans tout le volume sollicité ;
- Le dernier paramètre évoqué pour expliquer les moins bonnes performances de microstructures monogranulaires par rapport aux microstructures polycristallines est l'impact des « multi-orientations cristallines » : certaines orientations cristallines fluent moins rapidement que la direction  $\langle 001 \rangle$  ; un effet de « moyennage » des différentes orientations cristallines dans le cas de polycristaux pourrait contribuer aux meilleures propriétés de fluage constatées.

#### **III4.1.2. Contributions relatives de la taille de grains et de la taille des précipités $\gamma'$ sur les propriétés en fluage en fonction de la température**

L'influence de ces deux paramètres microstructuraux sur les propriétés en fluage de l'AD730<sup>TM</sup> est donc complexe.

- À 700°C la taille des précipités  $\gamma'$  est le paramètre contrôlant les propriétés en fluage ;
- Les résultats des essais de fluage à 850°C et 900°C indiquent cependant que l'augmentation de la température d'essai donne davantage d'importance à la taille de grains ; Plus spécifiquement, la densité de joints de grains est le paramètre clé ;
- Lorsque la taille de grains est suffisamment faible (essais de fluage sur microstructure GF à 850°C), la diffusion aux joints de grains accélère fortement les vitesses de déformation ;
- L'oxydation intergranulaire, observée notamment sur la microstructure GG, accélère l'endommagement (comparativement à une microstructure monogranulaire) ;

- À cette température, les joints de grains restent néanmoins indispensables au durcissement de l'alliage. La fraction volumique de précipités  $\gamma'$  ( $\sim 35\%$  à  $850^\circ\text{C}$ ) est en effet insuffisante pour bloquer efficacement le mouvement des dislocations en l'absence de joints de grains ;
- Enfin, ces températures plus élevées ( $850^\circ\text{C}$  et plus) conduisent à une coalescence importante de la microstructure de précipitation (voir III.2.3). Ainsi, la taille initiale des précipités  $\gamma'$  aurait peu d'importance dans ces conditions
- En revanche, c'est la fraction volumique de précipités  $\gamma'$  intragranulaires qui est le paramètre essentiel : pour une taille de précipités  $\gamma'$  donnée, plus la fraction volumique est élevée, plus la distance inter-précipités est faible ;
- Une fois encore, plus que la taille initiale de ces précipités  $\gamma'$ , c'est la distance inter-précipités pendant l'essai qui gouverne les propriétés en fluage.

### III.4.1.3. Synthèse

L'objectif de ce chapitre était de déterminer l'influence de plusieurs paramètres microstructuraux sur le comportement en fluage de l'AD730<sup>TM</sup>. Différentes températures d'essais ont été considérées ( $700^\circ\text{C}$ ,  $850^\circ\text{C}$  et  $900^\circ\text{C}$ ) et plusieurs niveaux de contraintes. La Figure III-72 représente les vitesses minimales de fluage en fonction de la contrainte appliquée pour l'ensemble des essais de fluage réalisés au cours de cette étude.

Trois zones sont mises en évidence sur ce diagramme.

La première (Zone 01) correspond aux essais réalisés à hautes températures ( $900^\circ\text{C}$  et  $850^\circ\text{C}$ ), et basses contraintes ( $\sigma \leq 350 \text{ MPa}$ ). Dans ce domaine, les mécanismes de diffusion aux joints de grains conduisent à ce que la taille de grains soit le paramètre contrôlant les propriétés de fluage à l'ordre 1.

Cependant, un seuil peut être identifié autour de la taille de grains de la microstructure GG ( $\sim 300 \mu\text{m}$ ). Lorsque cette valeur seuil est dépassée, une compétition entre les mécanismes de durcissement apportés par les joints de grains (ceux-ci participent au blocage des dislocations), et d'endommagement par oxydation intergranulaire s'installe. Dans le cas de notre microstructure monogranulaire SX-GG, cette absence de durcissement n'est pas compensée par les précipités  $\gamma'$  en raison de la faible fraction volumique de ces précipités.

Dans ce cas, la durée de l'essai (donc indirectement la contrainte appliquée) détermine quel sera le mécanisme prédominant : lorsque l'essai est suffisamment court, l'environnement n'a pas le temps d'endommager suffisamment une microstructure polycristalline, qui se déforme moins rapidement qu'une microstructure monogranulaire. La microstructure monogranulaire aura alors tendance à rompre avant la microstructure polycristalline, en raison de l'augmentation de contrainte (striction) liée à l'allongement très important des éprouvettes monogranulaires. Lorsque la durée d'essai

augmente, la microstructure polycristalline GG, malgré le fait qu'elle se déforme moins rapidement, s'endommagera notamment par oxydation (et finira par rompre) plus rapidement qu'une microstructure monogranulaire.

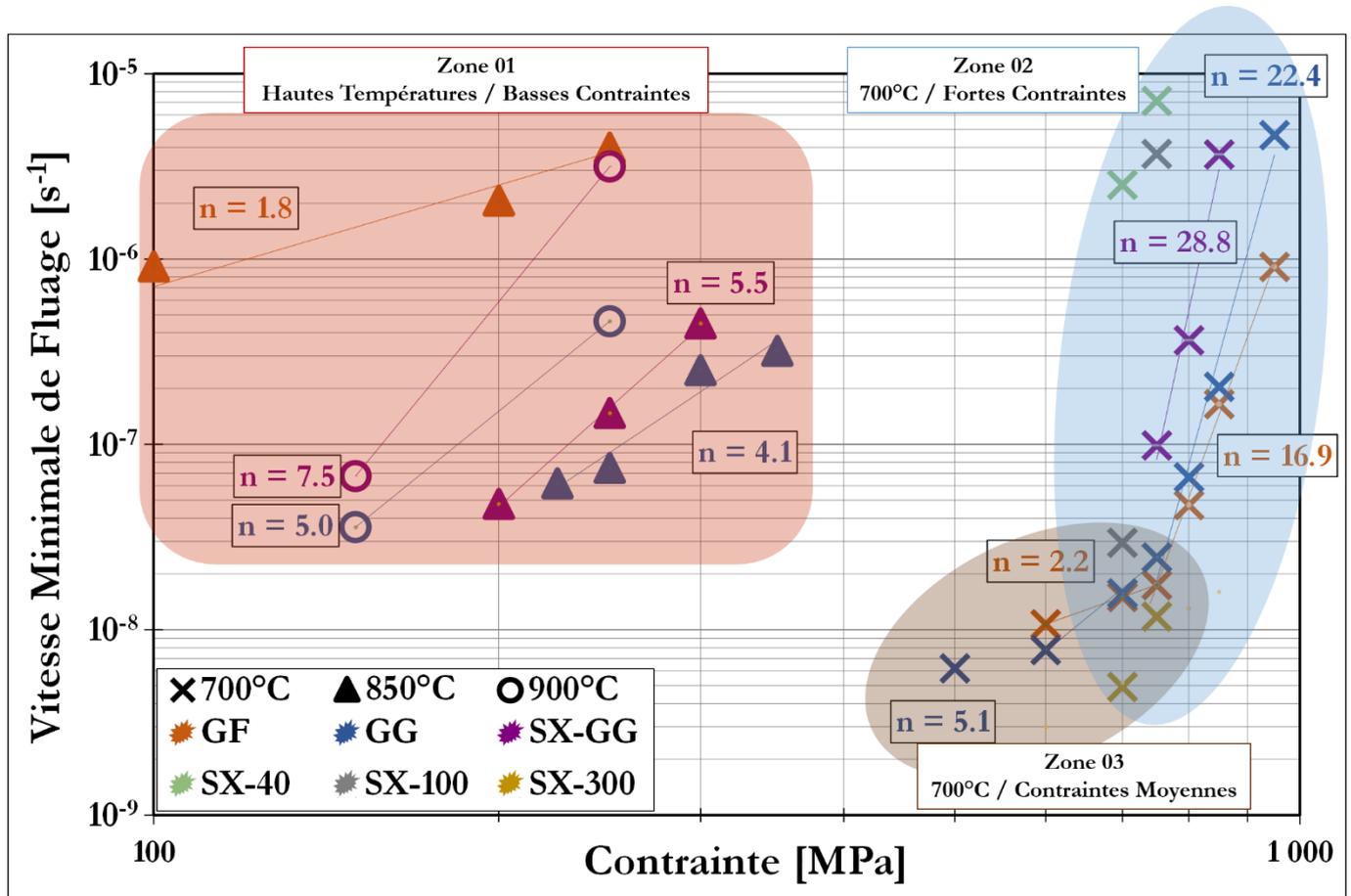


Figure III-72 : Vitesses minimales de fluage en fonction de la contrainte appliquée pour l'ensemble des essais de fluages de l'étude

Les deux zones suivantes (Zone 02 et Zone 03) correspondent aux essais effectués à 700°C. Dans ces conditions, les mécanismes mis en jeu sont très différents : la taille de grains n'a plus d'impact sur les propriétés pour les microstructures polycristallines. C'est la taille et la distribution des précipités  $\gamma'$  qui deviennent contrôlantes, comme l'illustre la très grande disparité de propriétés entre les microstructures SX-40, SX-100 et SX-300. Cependant, les joints de grains conservent une certaine importance en entraînant notamment un durcissement.

Néanmoins, une microstructure de précipitation suffisamment fine (comme c'est le cas dans la microstructure SX-300) peut conduire à un blocage efficace du mouvement des dislocations (en les contraignant à cisailer les précipités au lieu de les contourner). Des propriétés proches (voire meilleures) que celles obtenues sur des polycristaux sont alors obtenues même en l'absence de joints de grains (Figure III-72).

Ce type de microstructure, correspondant à une précipitation très fine, présente en revanche l'inconvénient de diminuer drastiquement la ductilité [Devaux, 2014b], [Collins, 2014], rendant difficile l'utilisation de celle-ci dans un cadre industriel.

La diminution de la contrainte appliquée à 700°C (Zone 03) a pour effet de changer les mécanismes de déformation et d'endommagement des deux microstructures polycristallines GG et GF (changement opéré autour de 750 MPa) : suite à la diminution de la contrainte, la plasticité ne se répartit plus de manière homogène. Cette localisation de la déformation plastique modifie en particulier le mécanisme de propagation de fissure, qui n'a d'autre option que de suivre les quelques systèmes de glissement activés. De plus, l'augmentation des durées d'essais liée à la diminution de la contrainte appliquée renforce l'influence de l'environnement, mise en évidence par les performances de la microstructure GF inférieures à la microstructure GG dans ces conditions. L'impact de l'environnement sur les propriétés de l'alliage, notamment en fluage, est l'objet du chapitre suivant (Chapitre IV).



# **- Chapitre IV -**

## **Influence des effets d'environnement sur les propriétés de l'alliage**

Dans ce chapitre, l'impact de l'environnement sur les propriétés de l'alliage est étudié. Pour cela, différentes analyses ont été réalisées, de manière à caractériser finement les oxydes se formant dans l'AD730™, puis à connaître leur impact sur ses propriétés mécaniques.

Dans un premier temps, quelques notions bibliographiques sur l'oxydation des superalliages sont proposées, puis une caractérisation des oxydes formés dans l'alliage de l'étude est présentée. Les deux parties suivantes sont dédiées à l'étude de l'influence de l'oxydation, sur les propriétés en traction, puis sur les propriétés en fluage. Un lien avec les résultats de fluage du chapitre précédent est enfin proposé.

<b>- Chapitre IV - Influence des effets d'environnement sur les propriétés de l'alliage .....</b>	<b>171</b>
<b>Partie IV1. Éléments bibliographiques sur l'oxydation des superalliages...</b>	<b>173</b>
IV1.1. Généralités sur les cinétiques d'oxydation.....	173
IV1.2. Nature de l'oxydation de superalliages .....	173
IV1.2.1. Oxydation en conditions statiques.....	173
IV1.2.2. Oxydation sous chargement mécanique.....	175
<b>Partie IV2. Caractérisation des oxydes .....</b>	<b>177</b>
IV2.1. Cinétiques d'oxydation.....	177
IV2.2. Nature des oxydes formés dans l'AD730™ .....	178
IV2.3. Synthèse.....	183
<b>Partie IV3. Influence sur les propriétés mécaniques.....</b>	<b>185</b>
IV3.1. Influence de la vitesse de sollicitation sur les propriétés en traction.....	185
IV3.1.1. Présentation des résultats.....	185
IV3.1.2. Discussion .....	188
IV3.2. Influence de l'environnement sur les propriétés en fluage.....	189
IV3.2.1. Essais de fluage à 850°C .....	189
IV3.2.2. Essais de fluage à 700°C .....	190
IV3.3. Analyses.....	191
IV3.3.1. Impact de l'environnement sur les propriétés en fluage à 850°C.....	191
IV3.3.2. Impact de l'environnement sur les propriétés en fluage à 700°C.....	195
IV3.4. Influences relatives de l'environnement et de la taille de grains sur les propriétés à 700°C .....	198

## Partie IV1. Éléments bibliographiques sur l'oxydation des superalliages

Cette première partie est consacrée à la description succincte des notions élémentaires nécessaires pour aborder les mécanismes (cinétique et nature) d'oxydation des superalliages du même type que celui de l'étude.

### IV1.1. Généralités sur les cinétiques d'oxydation

Les principaux mécanismes associés à l'oxydation des métaux sont liés à la diffusion de cations ou d'électrons de la couche de métal jusqu'à la surface libre, à travers la couche d'oxyde en formation, et d'anions et de lacunes depuis la surface libre jusqu'au métal. L'un des modèles les plus répandus pour la description de ces mécanismes est la théorie de Wagner [Wagner, 1933], [Wagner, 1952], [Birks, 2006]. Cette théorie repose sur plusieurs hypothèses, dont les principales sont les suivantes :

- La couche d'oxyde est parfaitement compacte et adhérente au substrat ;
- Le paramètre contrôlant la vitesse du processus est la diffusion des ions ou des électrons à travers la couche d'oxyde ;
- L'équilibre thermodynamique est établi aux interfaces Air / Oxyde et Oxyde / Métal, et localement dans la couche d'oxyde.

Dans ces conditions, la croissance d'une couche d'oxyde est régie par une loi parabolique, qui peut être écrite sous la forme suivante :

$$\Delta m^2 = k_p t \quad \text{Équation IV-1}$$

Où  $\Delta m$  représente la prise de masse surfacique d'un échantillon à l'instant  $t$  et  $k_p$  la constante parabolique.

Cette description largement employée pour les métaux au sens large convient également pour la description de l'oxydation des superalliages base nickel comme en attestent les références ci-après [Smialek, 1987], [Reed, 2006], [Wlodek, 1964a], [Wlodek, 1964b], [Wasielowski, 1967], [Rhee, 1970].

### IV1.2. Nature de l'oxydation de superalliages

#### IV1.2.1. Oxydation en conditions statiques

De nombreuses études sur l'oxydation des superalliages base nickel sont disponibles dans la littérature [Smialek, 1987], [Chateau, 1999], [Birks, 2006], [Giggins, 1969]. Les travaux de Chateau et al. sur l'oxydation de PU720Li permettent de décrire en première approche les

mécanismes d'oxydation se développant dans l'alliage de cette étude (l'AD730™), compte-tenu de la similarité de composition chimique de ces deux alliages rappelée dans le Tableau IV-1 ci-après.

**Tableau IV-1 : Compositions chimiques (en pourcentage massique) des superalliages AD730™ et U720Li**

Éléments	Ni	Fe	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	B	C	Zr	Si
AD730™	Base	4	8,5	15,7	3,1	2,7	2,25	3,4	1,1	0,01	0,015	0,03	-
U720Li	Base	0,10	14,66	15,95	2,99	1,15	2,58	5,08	-	0,022	0,011	-	0,03

Dans leurs travaux, Chateau et al. décrivent deux types d'oxydation dans l'U720Li : l'oxydation externe, correspondant à l'oxydation à l'interface air/oxyde, et l'oxydation interne à l'interface oxyde/métal.

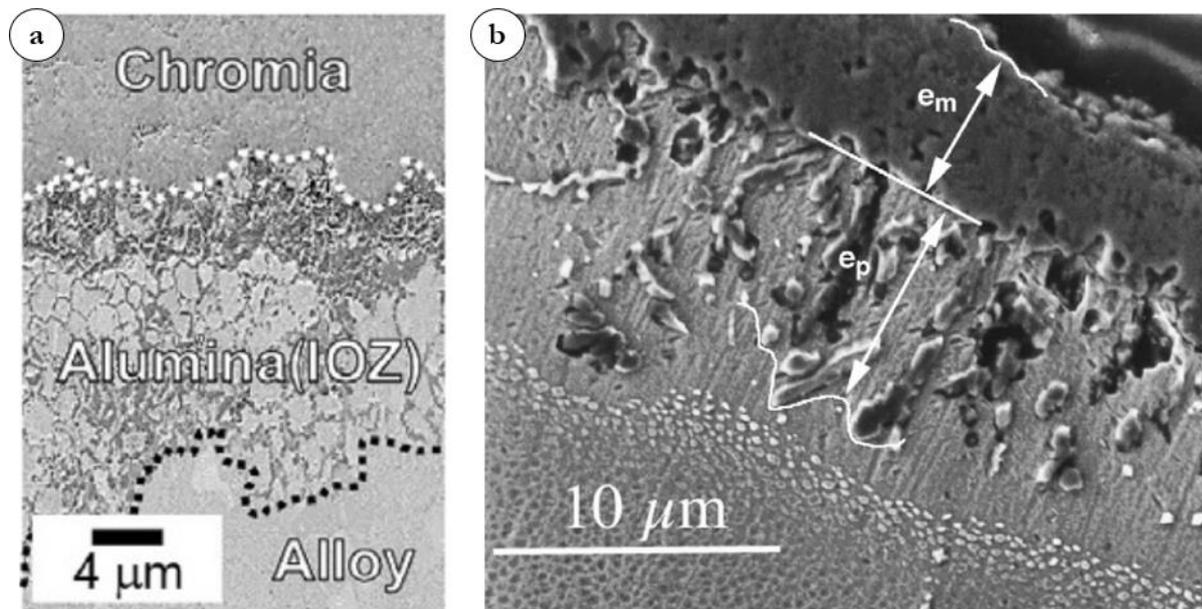


Figure IV-1 : Illustration des différentes couches d'oxydes retrouvées dans des superalliages base nickel  
(a) U720Li exposé à 800°C pendant 50h à l'air [Németh, 2017]  
(b) U720Li exposé à 850°C pendant 296°C à l'air [Chateau, 1999], [Chateau, 2010]

En surface, de fines couches de NiO et/ou de CoO se forment très rapidement (Figure IV-2.a.). Sous cette couche, la pression partielle en oxygène diminue, de telle sorte que de nouveaux oxydes peuvent se former. Il y a alors germination concomitante de TiO<sub>2</sub> et Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sous la forme d'une couche mixte, jusqu'à l'établissement d'une sous-couche de Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et la mise en place d'un régime d'oxydation parabolique (Figure IV-2.b.-c.). Au niveau de l'interface « métal/oxyde », un appauvrissement de la matrice en éléments Cr apparaît (par diffusion des cations Cr<sup>3+</sup> dans le métal). Parallèlement, la diffusion des éléments O est permise par la perméabilité de la couche externe de NiO. Cette diffusion est suffisante pour provoquer la formation d'un oxyde interne d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, sous forme d'aiguilles (ou « peg ») au sein d'une couche de métal non oxydée dans un premier temps. Une couche continue d'alumine finit par se former (accompagnée d'aiguilles). Le

métal au voisinage de cette couche est dépourvu de précipités  $\gamma'$  en raison de la migration des éléments Al,  $\gamma'$ -gènes, du métal vers l'oxyde (Figure IV-2.c.-d.).

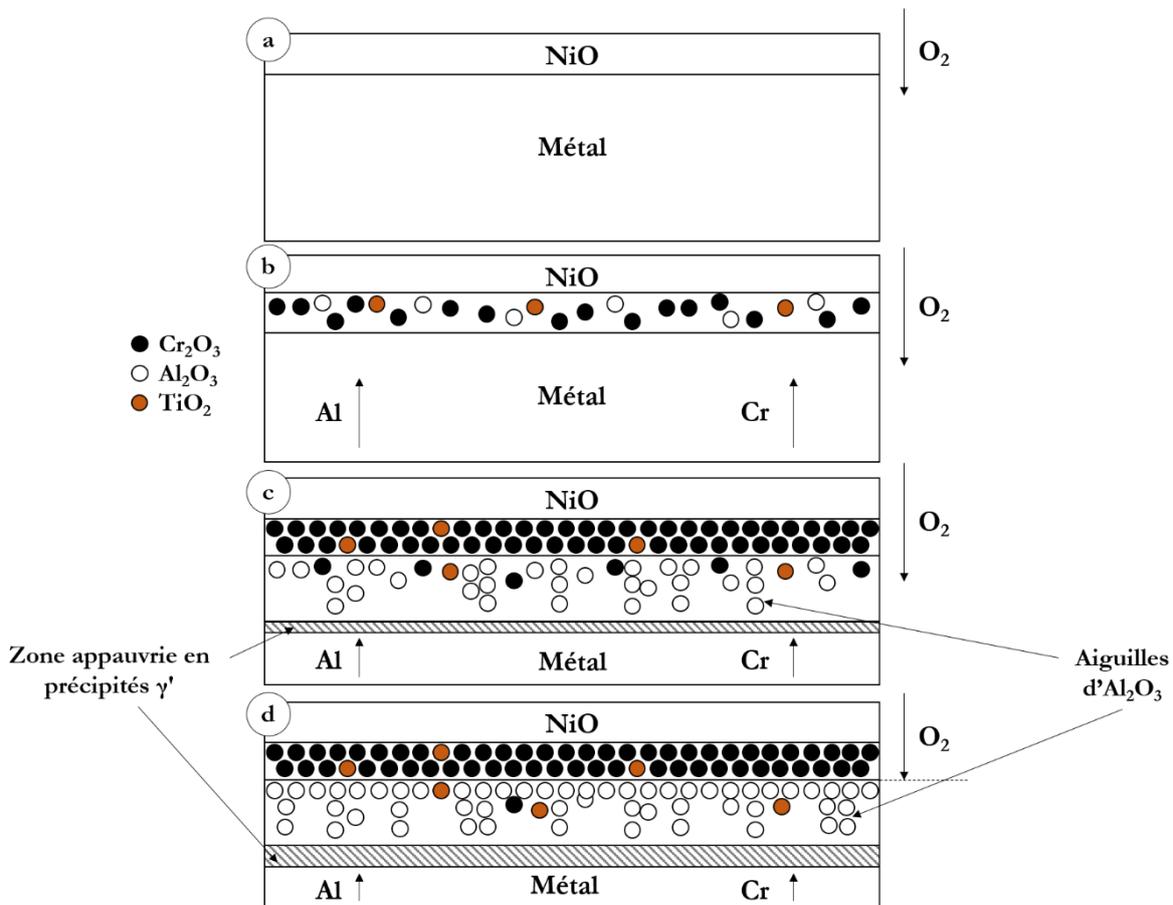


Figure IV-2 : Représentation schématique du processus d'oxydation dans les superalliages base nickel de composition proche de celle de l'alliage de l'étude (adapté de [Giggins, 1971])

#### IV1.2.2. Oxydation sous chargement mécanique

Les joints de grains sont souvent considérés comme les points faibles d'un alliage, notamment en fluage où ceux-ci contribuent au développement de l'endommagement. Cet endommagement est de plus assisté par l'oxydation, qui se développe préférentiellement aux joints de grains.

Deux approches sont identifiées dans la littérature pour décrire les phénomènes de fragilisation causée par l'oxydation : la « fragilisation » dynamique (« dynamic embrittlement ») et l'accélération sous charge de la cinétique d'oxydation intergranulaire (= SAGBO : « Stress Assisted Grain Boundary Oxidation ») [Woodford, 2006].

La première approche stipule que la décohésion au niveau des joints de grains (puis la fissuration sous charge) est causée par la diffusion d'éléments fragilisant en amont de la fissure, dans le joint de grains [Liu, 1987], [Pfaendtner, 2001], [Krupp, 2004], [Kane, 2009]. Dans ce cas, la contrainte appliquée fournit la force motrice suffisante à la diffusion de ces éléments fragilisant (Oxygène principalement, mais aussi d'autres éléments, comme le Soufre par exemple [Krupp, 2004]).

La seconde approche suppose que l'endommagement causé par l'environnement consiste en l'oxydation de la pointe de fissure, puis à la fissuration des oxydes formés [McMahon, 1970], [McMahon, 1974], [Chateau, 1999], [Kitaguchi, 2013], [Viskari, 2013], [Evans, 2013], [Li, 2015]. Ici, la contrainte appliquée assiste l'accommodation de l'expansion volumique liée au développement des oxydes en pointe de fissure.

Chateau et al. ont notamment montré que l'application d'une contrainte de fluage à 850°C entraîne une accélération de l'oxydation intergranulaire (Figure IV-3) : la profondeur de pénétration de l'oxydation au niveau des joints de grains croît avec l'augmentation de la contrainte appliquée.

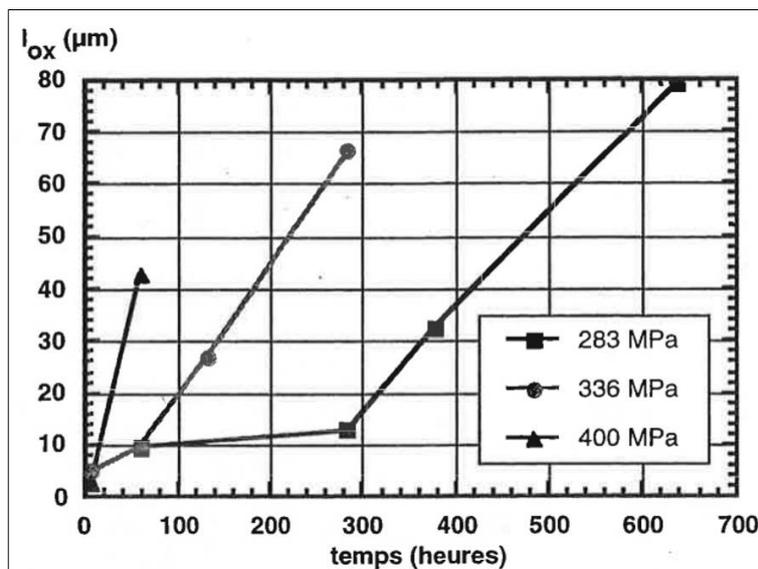


Figure IV-3 : Évolution de la profondeur de pénétration de l'oxydation intergranulaire en fonction du temps, mesurées pour 3 niveaux de sollicitation de fluage à 850°C sur de l'U720 [Chateau, 1999]

Dans tous les cas, la présence d'oxygène, d'une contrainte mécanique et de températures suffisamment élevées sont les trois prérequis pour l'apparition de ce type de phénomènes.

*N.B. Les éléments présentés ici sur les cinétiques et les natures des oxydes formés classiquement dans les superalliages base nickel sont vrais pour des états polis, et ne présentant a priori pas de contraintes résiduelles (état correspondant aux éprouvettes utilisées et testées lors de cette étude). Une rugosité surfacique ainsi que des contraintes résiduelles peuvent en effet affecter à la fois les cinétiques et les natures des oxydes formés.*

## Partie IV2. Caractérisation des oxydes

### IV2.1. Cinétiques d'oxydation

Des essais d'ATG (ou Analyses Thermogravimétrique, voir Chap.II1.1.7.), ont été effectués à l'Institut Pprime par Élodie Drouelle [Drouelle, 2017].

Ces essais ont été réalisés sur les deux microstructures polycristallines de l'étude, GG et GF, aux températures correspondant aux essais de fluage (700°C, 850°C et 900°C), pendant une durée de 100 h, dans un environnement constitué d'un air sec reconstitué. Les courbes de prise de masse surfacique en fonction du temps sont présentées sur la Figure IV-4 ci-dessous.

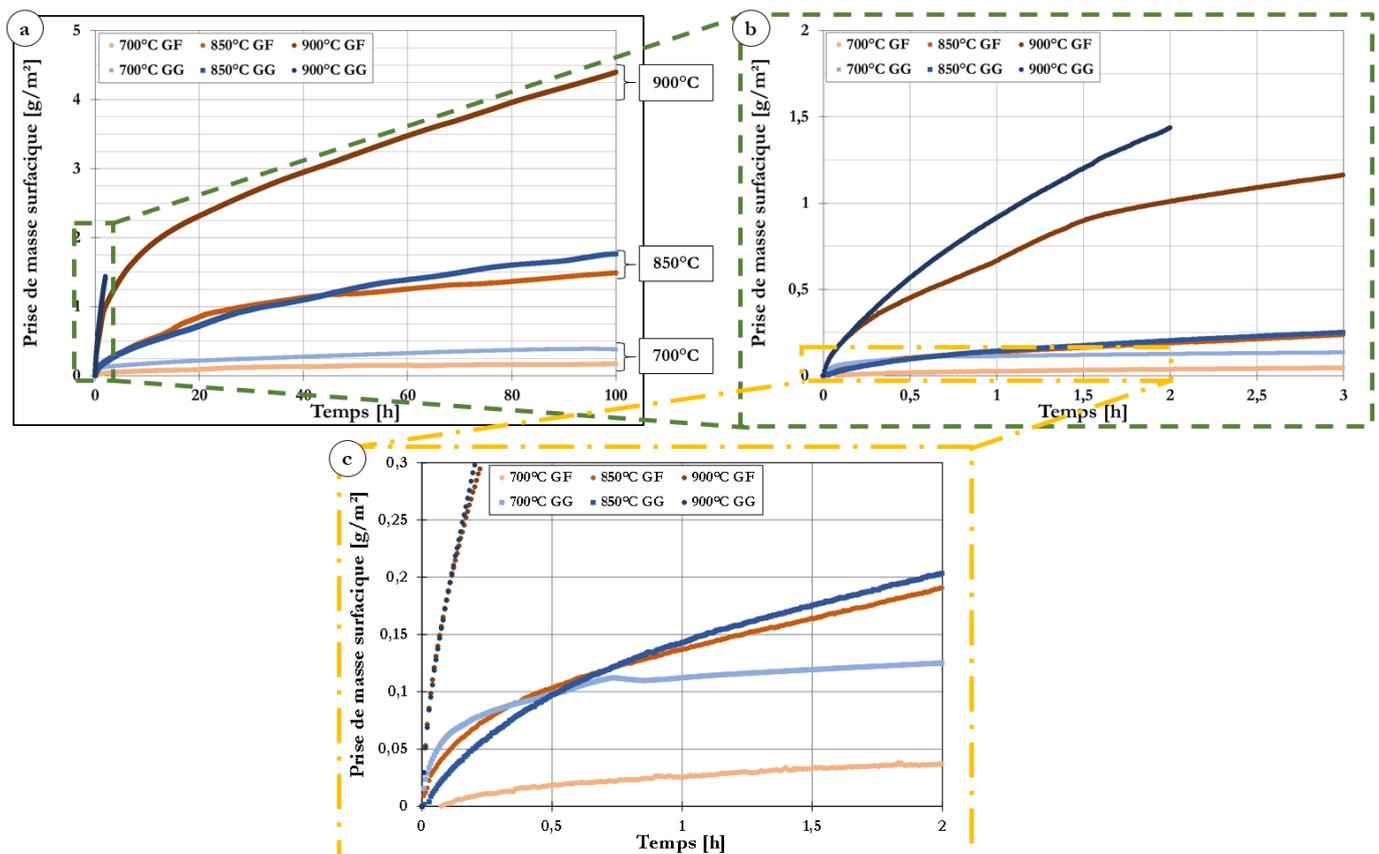


Figure IV-4 : Courbes de prise de masse en fonction du temps pendant un essai d'ATG – Microstructures GG et GF - 700°C, 850°C et 900°C

Les cinétiques d'oxydation correspondant aux essais réalisés à 700°C et 850°C sur les microstructures GG et GF, et à 900°C sur GF peuvent être assimilées à des cinétiques paraboliques. Les constantes paraboliques correspondant à chacun de ces 6 essais sont regroupées dans le Tableau IV-2 ci-après.

Un problème lors de l'essai réalisé sur GG à 900°C ne permet d'afficher seulement les 2 premières heures.

On constate que pour une température donnée, la microstructure GG présente toujours des cinétiques d'oxydation plus rapides que la microstructure GF (ces différences de cinétiques sont visibles sur les courbes de la Figure IV-4 et sur les valeurs de  $k_p$  consignées dans le Tableau IV-2). À 700°C, un régime quasi-stationnaire est obtenu assez rapidement pour les deux microstructures, tandis que la prise de masse augmente toujours après 100 h d'essai à 850°C et 900°C.

**Tableau IV-2 : Constantes paraboliques associées à chacun des essais d'ATG –  $T^\circ \in [700-900]^\circ\text{C}$**

$k_p$ [ $\text{kg}^2\text{m}^{-4}\text{s}^{-1}$ ]	900°C	850°C	700°C
<b>GF</b>	$4,9.10^{-11}$	$5,8.10^{-12}$	$7,6.10^{-14}$
<b>GG</b>	$1,9.10^{-10}$	$9,0.10^{-12}$	$4,1.10^{-13}$

## IV2.2. Nature des oxydes formés dans l'AD730™

Les échantillons issus des essais d'ATG présentés précédemment ont par la suite été coupés puis analysés par EDS, dans le but de caractériser la nature des oxydes formés pendant ces essais (la cinétique peut cependant être différente lors des essais de fluage en raison de l'effet « accélérateur » de l'application d'une contrainte (IV1.2.2) (Figure IV-5, Figure IV-7 et Figure IV-10). À partir de ces analyses, les oxydes formés lors d'essais de fluage et observés sur les coupes longitudinales d'éprouvettes rompues peuvent être déduits. Les spectres issus de ces analyses sont exposés dans l'Annexe F, seule la nature des oxydes et leur localisation sur les coupes étant présentées ici.

Le premier constat issu de ces analyses est que la nature des oxydes formés est la même sur les microstructures GF et GG, les épaisseurs affectées par chaque oxyde étant également du même ordre de grandeur.

Les échantillons testés à 900°C présentent trois types d'oxydes (Figure IV-5) : une première couche surfacique de 1 à 4  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, riche en élément Chrome, probablement composée de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , qui recouvre une couche riche en Aluminium (probablement  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), d'épaisseur variable comprise entre 2 et 8  $\mu\text{m}$ . Dans ces deux couches se trouvent quelques oxydes discrets riches en Titane ( $\text{TiO}_2$ ). L'épaisseur globale affectée par l'oxydation comprend ces deux couches, auxquelles est ajoutée une dernière zone appauvrie en précipités  $\gamma'$ . Cette couche appauvrie se forme à proximité de la couche d'alumine, vers laquelle ont diffusé les éléments Al,  $\gamma'$ -gènes. Cette couche appauvrie est notamment visible sur l'échantillon GG testé à 900°C (Figure IV-5.b.)

La cartographie EDS réalisée sur l'échantillon GG testé à 900°C (Figure IV-6) indique que cette couche appauvrie en précipités est composée également d'oxydes de Titane ( $\text{TiO}_2$ ). Ces trois couches sont bien visibles notamment sur la Figure IV-6.e.

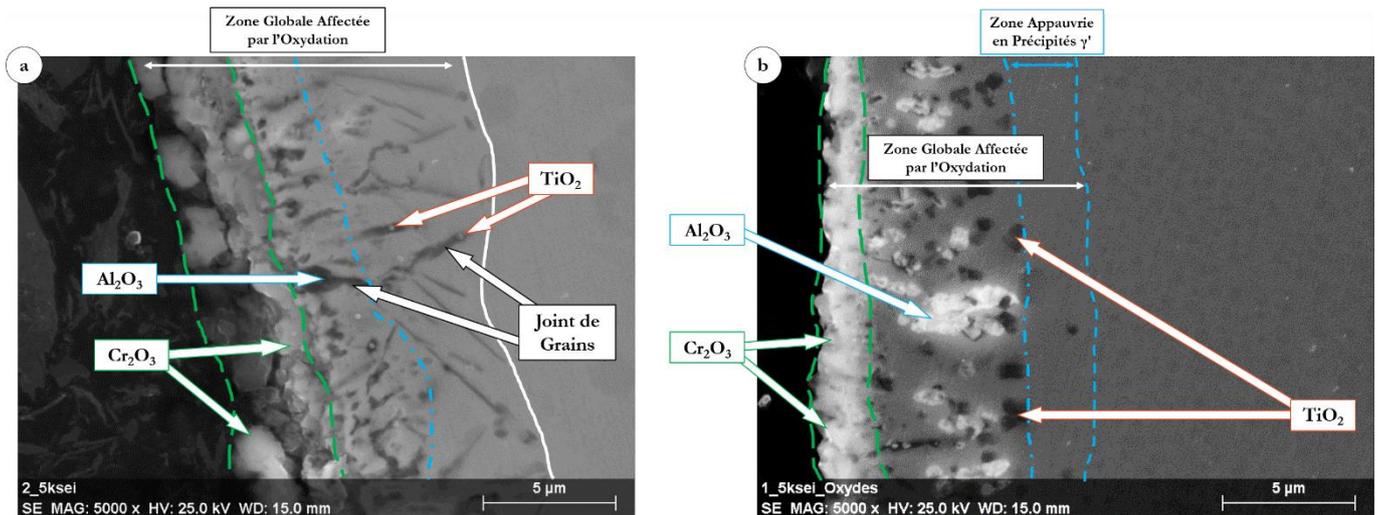


Figure IV-5 : Coupes d'échantillons testés en ATG à 900°C pendant 100 h ; (a) GF ; (b) GG

*N.B. : Ces observations ont été effectuées sur des échantillons non attaqués, c'est pourquoi les précipités  $\gamma'$  sont difficilement visibles sur ces micrographies.*

La superposition des informations concernant le Ni et le Cr en Figure IV-6.g. et Figure IV-6.h. permet d'identifier une dernière couche située à l'interface Air / Oxyde entre l'oxyde  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  et l'air. Cet oxyde est riche en Ni, et correspondrait à un oxyde type NiO. La formation d'une telle couche est en accord avec la thermodynamique, ainsi qu'avec différentes études présentes dans la littérature ([Giggins, 1969], [Chen, 1997], [Kitaguchi, 2013]).

Enfin, cette cartographie, ainsi que l'image de la Figure IV-5.a., permettent de déterminer la nature des oxydes dans les joints de grains. Au niveau de la couche de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , aucune oxydation préférentielle aux joints de grains n'est détectée. En revanche, il semble que les oxydes d'Aluminium  $\text{Al}_2\text{O}_3$  se forment préférentiellement au niveau des joints de grains dans la couche interne d'oxyde. Ceci est mieux mis en évidence sur l'échantillon GF oxydé à 850°C (Figure IV-7.a.).

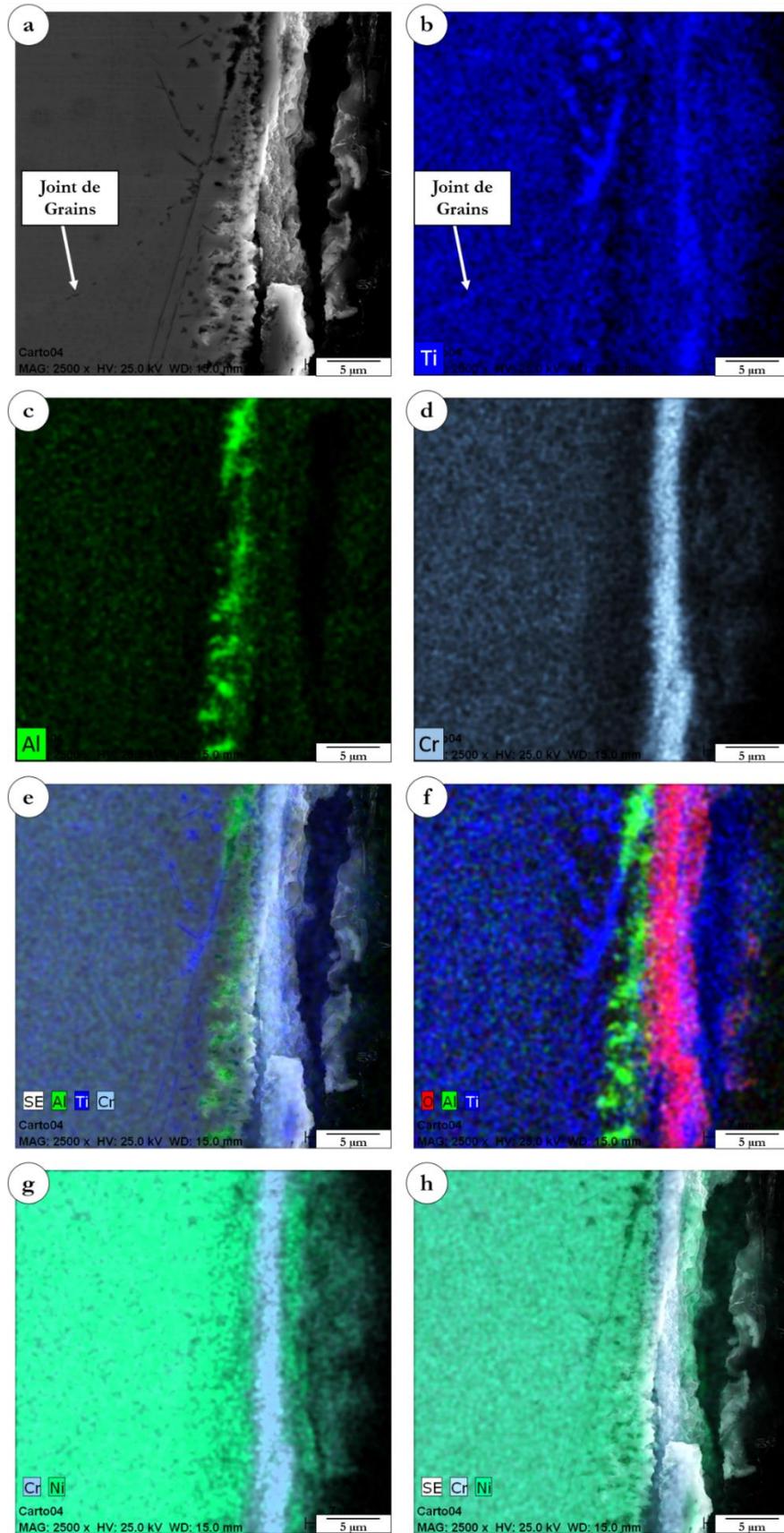


Figure IV-6 : Coupes d'échantillons GG testés en ATG à 900°C pendant 100 h – Cartographie EDS ; (a) Image en électrons secondaires ; (b)(c)(d) Cartographies en éléments Ti, Al et Cr respectivement ; (e) Superposition des cartographies en électrons secondaires, en éléments Al, Ti et Cr ; (f) Superposition des cartographies en éléments O, Al et Ti ; (g) Superposition des cartographies en éléments Cr et Ni ; (h) Superposition des cartographies en électrons secondaires, en éléments Cr et Ni

Les échantillons testés à 850°C sont eux aussi recouverts de deux couches d'oxydes (Figure IV-7 et Figure IV-8) : le  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  à l'interface Air / Échantillon, recouvrant une couche d'alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Là encore, quelques oxydes  $\text{TiO}_2$ , dispersés dans l'une ou l'autre de ces couches, ont été observés. En revanche, les couches d'oxydes sont moins épaisses à cette température : la couche de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  présente une épaisseur comprise entre 1 et 2  $\mu\text{m}$ , et celle d'alumine une épaisseur d'environ 1 à 3  $\mu\text{m}$ . La présence d'une zone appauvrie en précipités  $\gamma'$  n'est pas observable sur ces micrographies. Cependant, en se basant sur les observations de coupes longitudinales d'éprouvettes testées en fluage à cette température (Figure IV-21 et Figure III-17), il est possible de la mettre en évidence et d'en évaluer l'épaisseur à moins d'1  $\mu\text{m}$ .

Il est également noté sur la Figure IV-7.a que de l'oxyde d'Aluminium  $\text{Al}_2\text{O}_3$  s'est formé préférentiellement aux joints de grains.

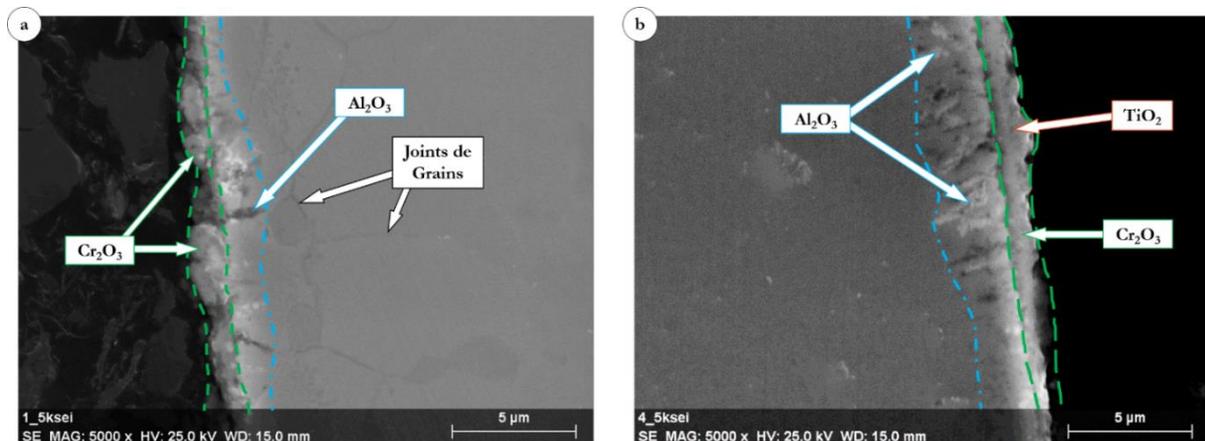


Figure IV-7 : Coupes d'échantillons testés en ATG à 850°C pendant 100 h ; (a) GF ; (b) GG

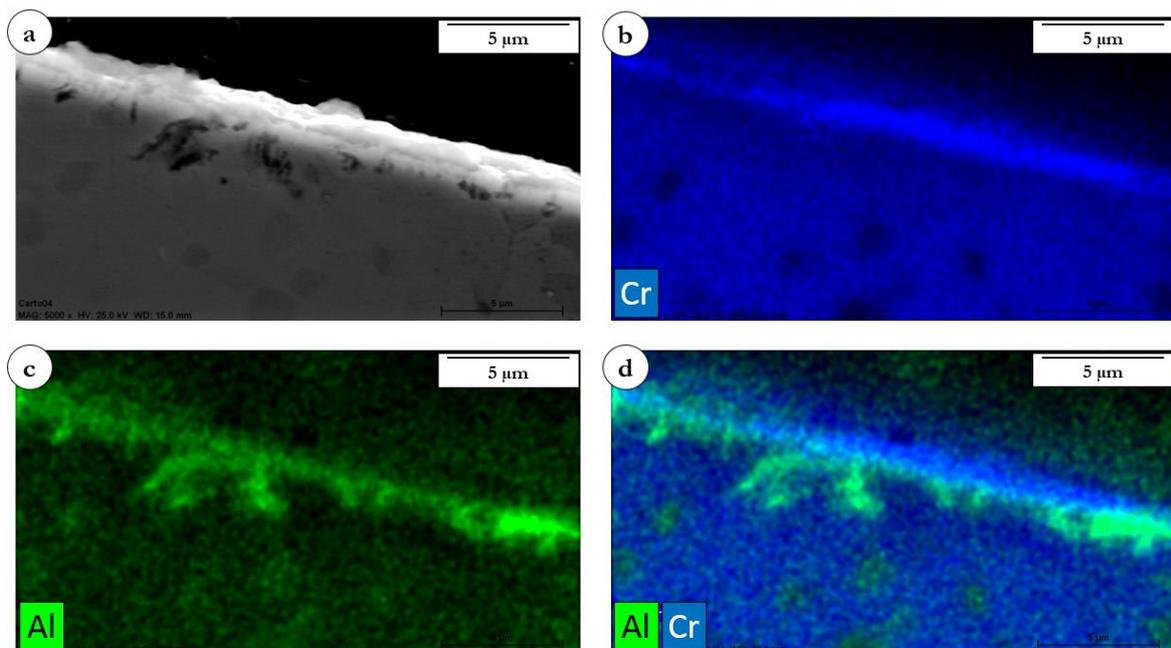


Figure IV-8 : Coupes d'échantillons GF testés en ATG à 850°C pendant 100 h – Cartographie EDS ; (a) Image en électrons secondaires ; (b)(c) Cartographies en éléments Cr et Al respectivement ; (d) Superposition des cartographies en éléments Al et Cr

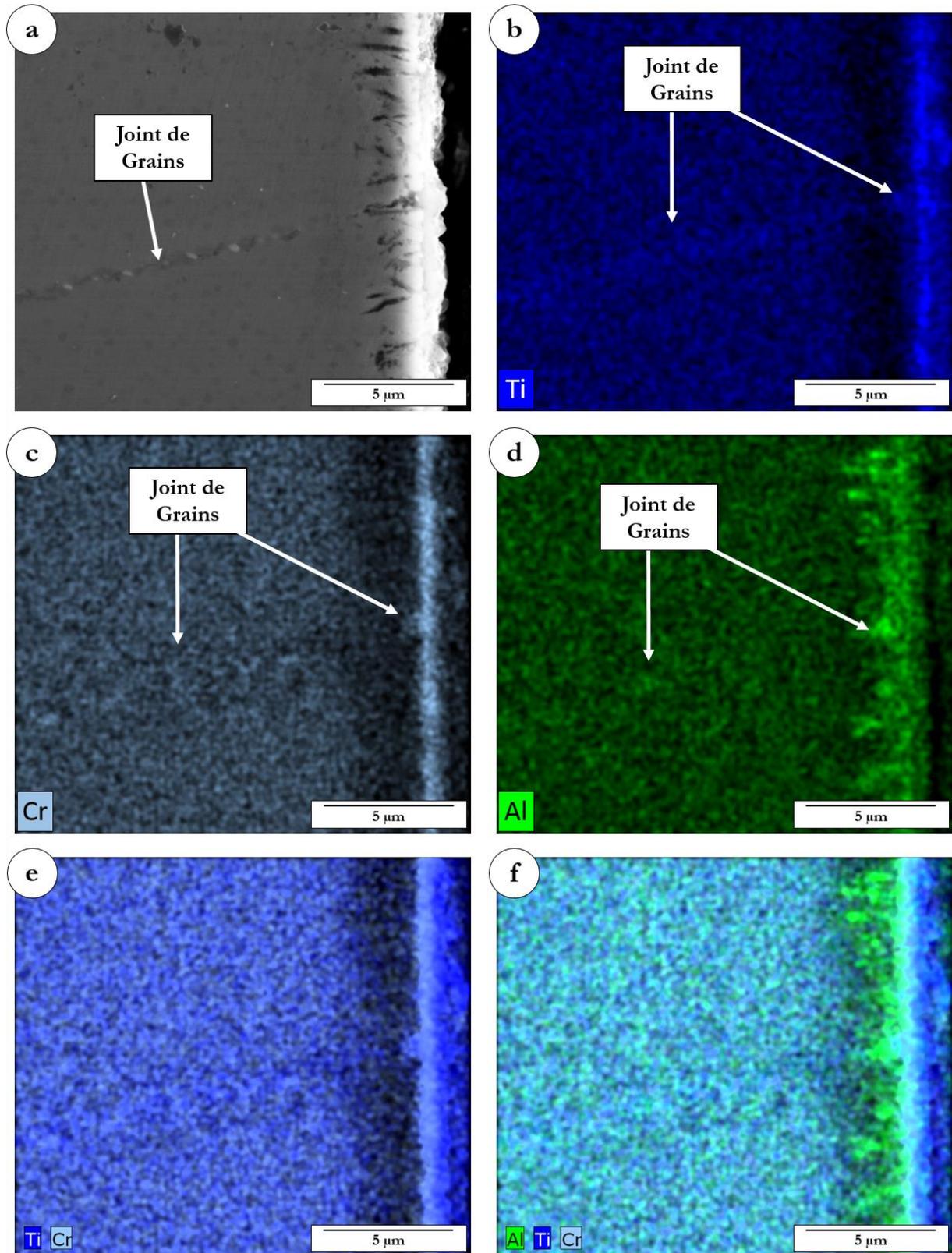


Figure IV-9 : Coupes d'échantillons GG testés en ATG à 850°C pendant 100 h – Cartographie EDS ; (a) Image en électrons secondaires ; (b)(c)(d) Cartographies en éléments Ti, Cr et Al respectivement ; (e) Superposition des cartographies en éléments Ti et Cr ; (f) Superposition des cartographies en éléments Al, Ti et Cr

La cartographie EDS réalisée au niveau d'un joint de grains sur la microstructure GG testée à 850°C donne plus d'information sur l'oxydation des joints de grains (Figure IV-9). Même si les contrastes

sont difficiles à mettre en valeur, ces cartographies tendent à montrer un enrichissement en éléments Cr, Al et Ti à la jonction entre le joint de grains et la surface libre. Ceci confirme l'hypothèse d'une oxydation préférentielle au niveau des joints de grains en raison de processus de diffusion facilité.

Enfin, la nature des oxydes formés à 700°C est plus simple (Figure IV-10) : les échantillons testés à cette température sont recouverts d'une seule couche d'oxyde riche en Cr ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) allant de 0,1 à 0,5  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Quelques rares oxydes  $\text{TiO}_2$  sont également retrouvés sur ces échantillons.

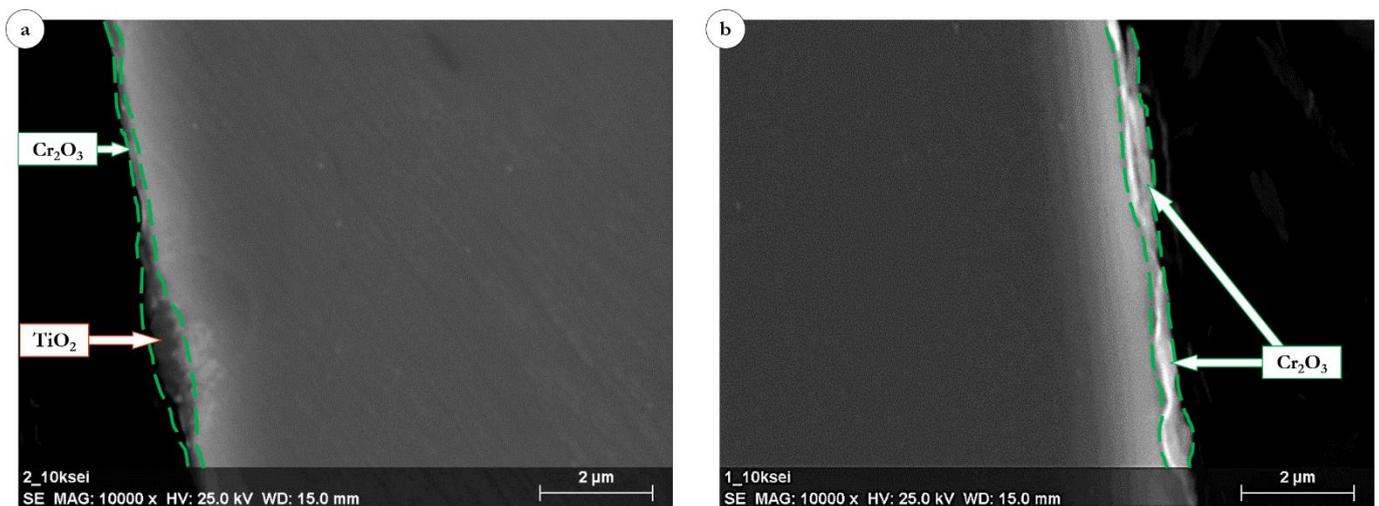


Figure IV-10 : Coupes d'échantillons testés en ATG à 700°C pendant 100 h ; (a) GF ; (b) GG

### IV2.3. Synthèse

La connaissance de la nature des oxydes formés lors d'essais d'ATG à 700°C, 850°C et 900°C permet d'interpréter les courbes de prise de masse associées.

Il a été établi que quelle que soit la température testée, la cinétique d'oxydation de la microstructure GF est plus lente que celle de la microstructure GG. Ceci pourrait s'expliquer par la différence de densité de joints de grains entre les deux microstructures. En effet, la littérature (IV1.2) montre que la formation de la couche de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  est privilégiée au niveau des joints de grains. La diminution de la pression partielle d'oxygène au voisinage du système  $\{\text{Cr}_2\text{O}_3 / \text{Métal}\}$  favorise le développement de la couche d'oxyde d'Aluminium (alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), sous forme d'aiguilles et principalement au niveau des joints de grains dans un premier temps. Cette couche devient continue par la suite. La littérature indique également qu'une couche d'alumine, lorsque celle-ci se trouve sous sa forme allotropique  $\alpha$  ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), peut être protectrice [Smialek, 1987], [Birks, 2006]. Les cinétiques d'oxydation plus lentes retrouvées sur la microstructure GF seraient donc causées par une formation plus rapide de cette couche de  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , elle-même provoquée par la formation rapide de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  favorisée par la plus grande densité de joints de grains (Figure IV-11).

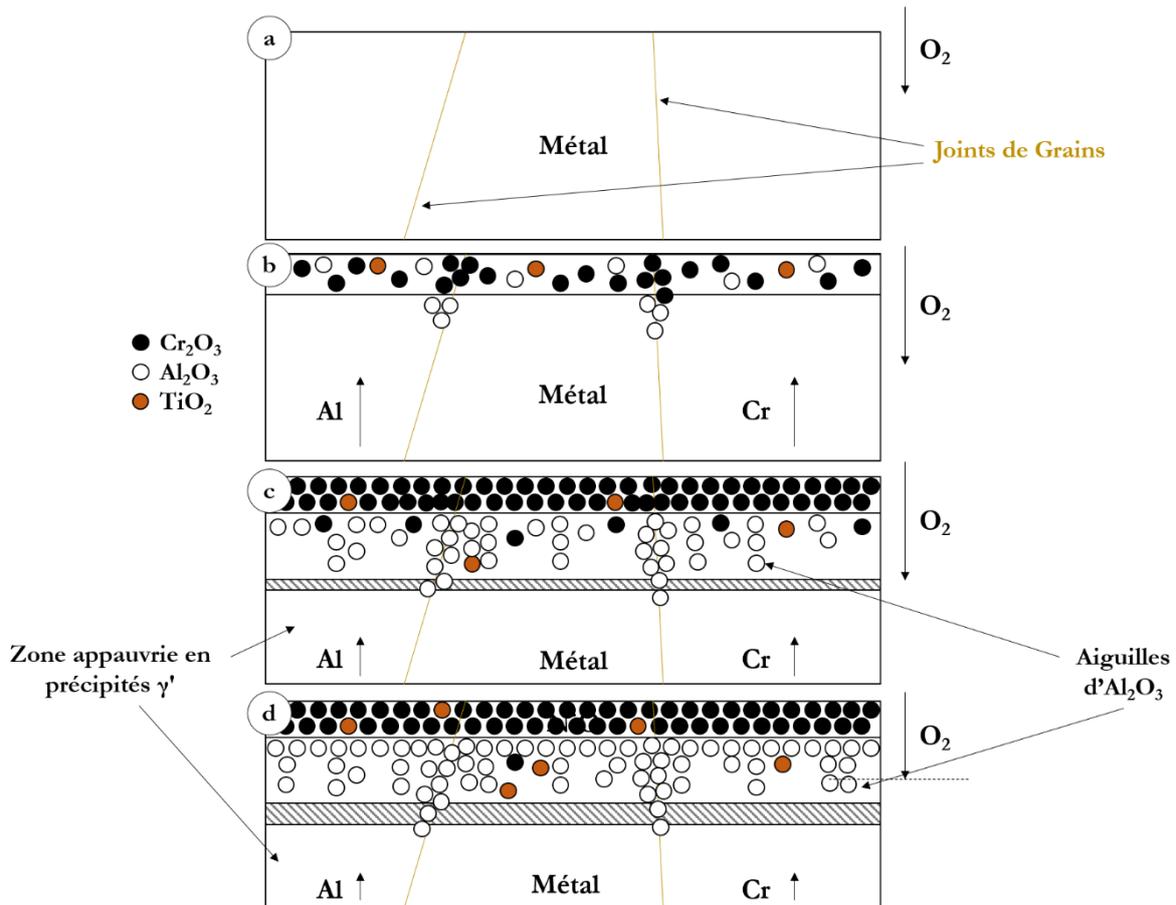


Figure IV-11 : Représentation schématique du processus d'oxydation dans l'AD730™ en présence de joints de grains

À 700°C, la présence d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  n'a pas pu être mise en évidence dans nos conditions de caractérisation. La thermodynamique prédit cependant la formation de cet oxyde aux trois températures testées [Chen, 1997]. De plus, les cinétiques d'oxydation associées à la microstructure GF sont meilleures que celles associées à la microstructure GG à 700°C également.

La présence d'une couche d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  protectrice est donc probable, et pourrait expliquer ces propriétés aux trois températures testées.

Les caractérisations effectuées dans cette étude ne permettent cependant pas de savoir si la protection de la couche de  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  provient de sa capacité à limiter la diffusion de l'oxygène depuis l'extérieur vers le métal, ou celle des cations du métal vers la couche externe.

## Partie IV3. Influence sur les propriétés mécaniques

### IV3.1. Influence de la vitesse de sollicitation sur les propriétés en traction

L'influence de l'environnement sur les propriétés mécaniques a en premier lieu été étudiée à travers différents essais de traction effectués à 3 vitesses de sollicitations différentes, à 700°C. Plusieurs études ont en effet précédemment montré que l'utilisation de ce type d'approche permet de caractériser la tendance d'un alliage à s'endommager par fragilisation intergranulaire contrôlée par l'environnement [Gabb, 2014], [Andrieu, 2015], [Németh, 2017].

#### IV3.1.1. Présentation des résultats

Les essais de traction sur les microstructures GF et GG ont été effectués à 700°C, aux vitesses de déformation suivantes :  $\dot{\epsilon} = 5.10^{-3}$  ;  $10^{-4}$  ; et  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Les courbes « Contrainte Vraie / Déformation Vraie » de ces essais sont présentées dans la Figure IV-12 ci-dessous. Les données extraites de ces essais sont regroupées dans le Tableau IV-3 ci-après.

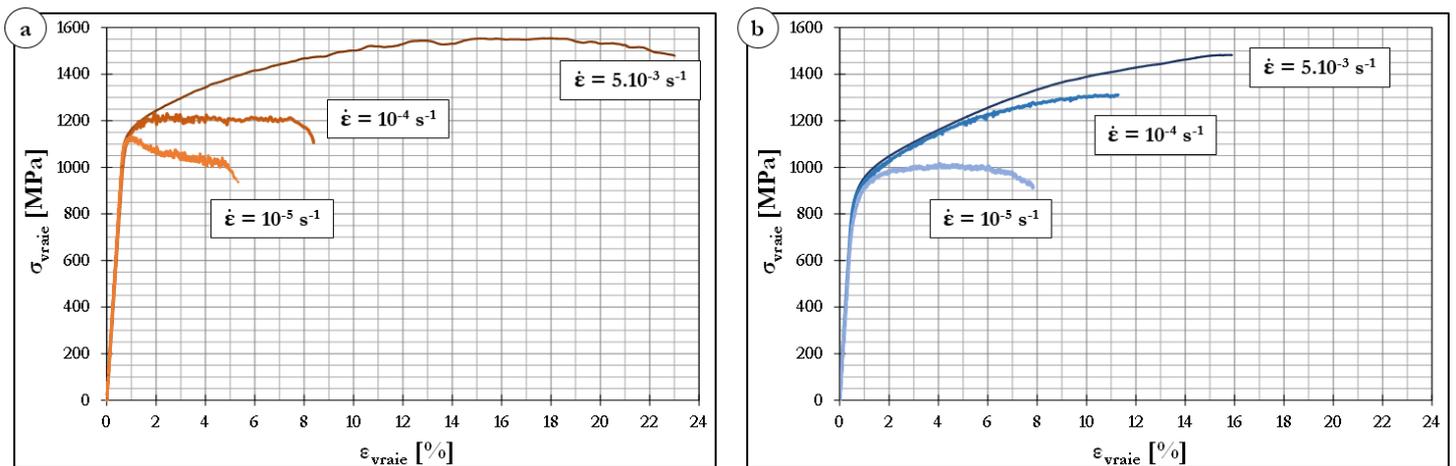


Figure IV-12 : Courbes de traction des essais effectués à différentes vitesses de sollicitation sur les microstructures GF (a) et GG (b)

Tableau IV-3 : Caractéristiques en traction des microstructures GF et GG en fonction de la vitesse de sollicitation

	Vitesse [s <sup>-1</sup> ]	E [GPa]	Rm Vraie [MPa]	Rm Conv [MPa]	Rp0.2 [MPa]	A% [%]	Z% [%]
GF	5.10 <sup>-3</sup>	169	1554	1367	1123	23,0	14,3
	10 <sup>-4</sup>	158	1234	1210	1104	8,4	6,8
	10 <sup>-5</sup>	168	1132	1121	1102	5,3	4,5
GG	5.10 <sup>-3</sup>	168	1483	1274	886	16,5	5,3
	10 <sup>-4</sup>	166	1313	1184	863	11,3	6,3
	10 <sup>-5</sup>	159	1018	978	823	7,8	4,7

Trois remarques peuvent être faites au regard de ces courbes. Premièrement, il est noté que la vitesse de sollicitation a peu d'influence sur le module d'Young, ce qui n'est pas surprenant, aucun

effet viscoplastique prononcé n'étant connu pour cette classe de matériaux. En revanche, la limite d'élasticité et la contrainte maximale de traction sont nettement influencées par ce paramètre : plus la vitesse de déformation est élevée, plus ces deux grandeurs seront élevées. Ce résultat est cohérent avec le fait que l'alliage présente effectivement un comportement viscoplastique à 700°C (Chap.III.2).

Enfin, la dernière remarque importante tirée de ces premiers essais concerne l'évolution de l'allongement à rupture avec la vitesse de sollicitation : plus la vitesse de sollicitation est faible, plus l'allongement à rupture est faible.

La représentation de la Figure IV-13 permet de mieux visualiser l'évolution de cet allongement à rupture en fonction de la vitesse de déformation, et également de la microstructure testée.

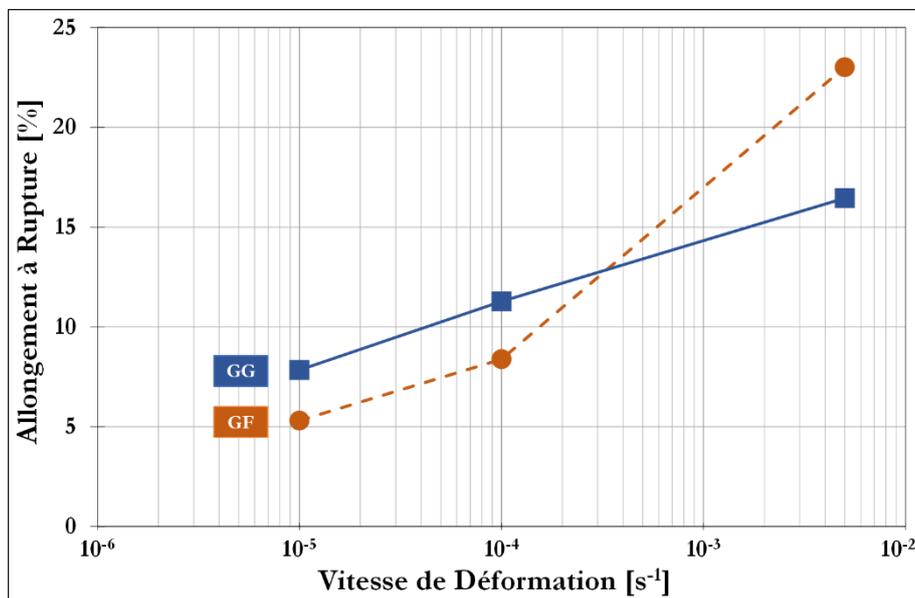


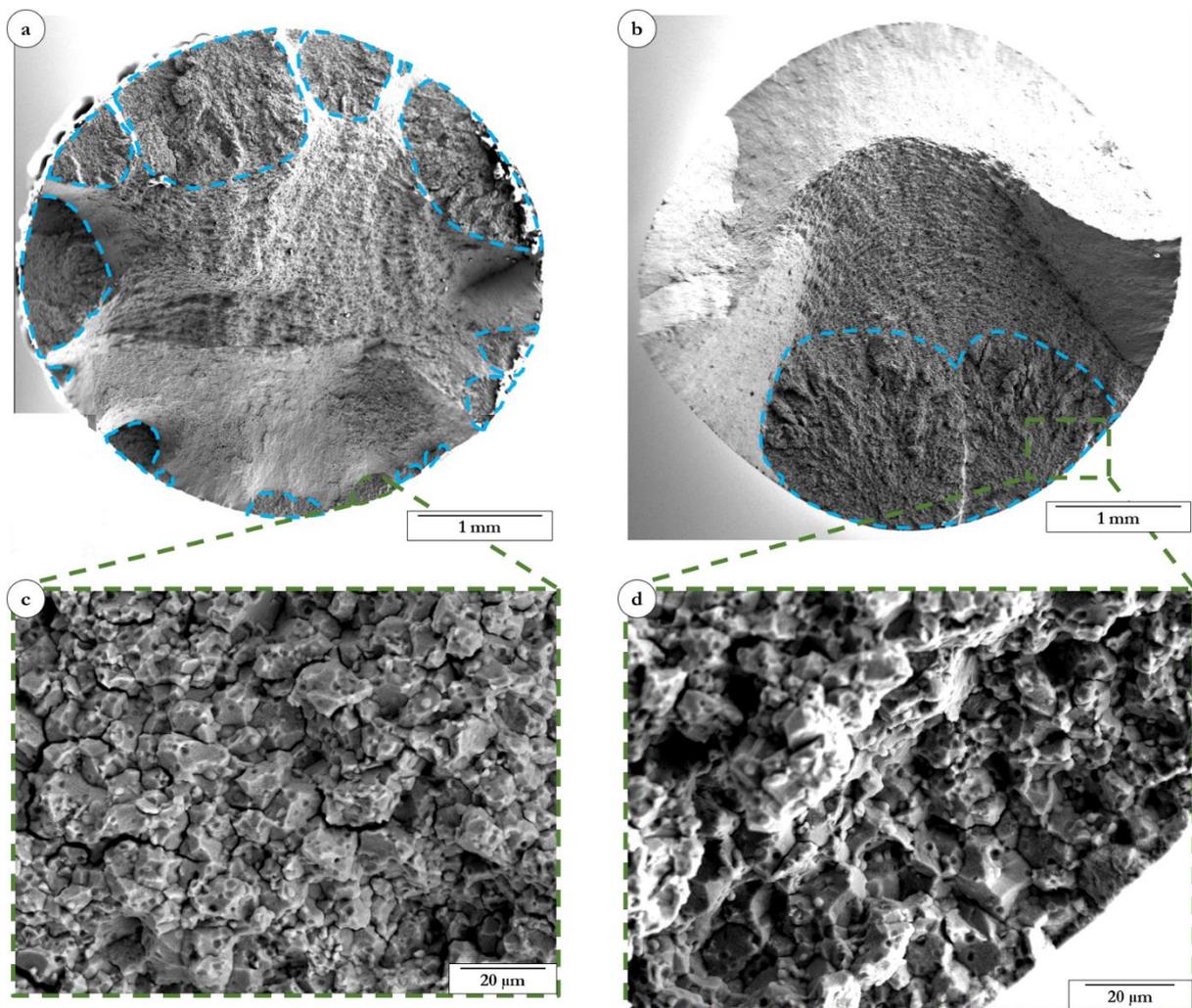
Figure IV-13 : Allongement à rupture en fonction de la vitesse de déformation lors des essais de traction à 700°C sur les microstructures GG et GF

Si l'allongement à rupture de la microstructure GF testée en traction sous une vitesse de déformation élevée ( $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ ) est supérieur à celui de la microstructure GG testée dans les mêmes conditions, les courbes se croisent lorsque la vitesse de déformation diminue, et l'allongement à rupture de la microstructure GG devient plus important dans le cas de vitesses de déformation inférieures ou égales à  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} s^{-1}$ . Ce croisement des courbes nécessite cependant la réalisation d'essais complémentaires de manière à confirmer la reproductibilité de cette tendance. Dans tous les cas, pour les deux microstructures, l'allongement à rupture sera significativement plus important pour les plus grandes vitesses de déformation.

L'observation des faciès de rupture permet de proposer quelques éléments pour analyser ces résultats. Sur les faciès de rupture des éprouvettes GF, les effets de la vitesse de sollicitation lors

d'essais de traction monotone à 700°C sont directement observables (Figure IV-14). Les zones d'amorces de fissures se distinguent aisément des zones associées à la propagation de fissures (puis à la rupture finale). Les zones d'amorçages sont intergranulaires, et démarrent systématiquement à partir de la surface : pointillés bleus sur les Figure IV-14.a et Figure IV-14.b. Le reste du faciès correspond à la rupture finale de l'éprouvette.

La fraction surfacique occupée par ces zones d'amorçage sur les faciès évolue avec la vitesse de sollicitation : lorsque cette dernière est élevée, un multi-amorçage surfacique est relevé. Au contraire, une diminution de la vitesse de déformation s'accompagne d'un nombre d'amorces restreint, mais d'une surface correspondant à l'amorçage et aux premiers stades de propagation plus importante. Ces quelques fissures sont profondes, et suggèrent que l'environnement a eu plus de temps pour agir.



**Figure IV-14 : Faciès de rupture des éprouvettes GF testées en traction à 700°C à (a)(c)  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et (b)(d)  $\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  – Les zones d'amorçage intergranulaire sont mises en évidence par les pointillés bleus**

Dans le cas de la microstructure GG, des observations similaires peuvent être faites (Figure IV-15). Dans ce cas aussi, la vitesse de déformation influe directement sur les modes d'amorçage et de

propagation de fissure. Lorsque la vitesse de sollicitation est élevée ( $\dot{\epsilon} = 5.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ), le faciès est presque exclusivement transgranulaire. Une diminution de la vitesse de sollicitation ( $\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) entraîne l'apparition de nombreuses zones d'amorçage intergranulaire sur le faciès (pointillés bleus sur la Figure IV-15).

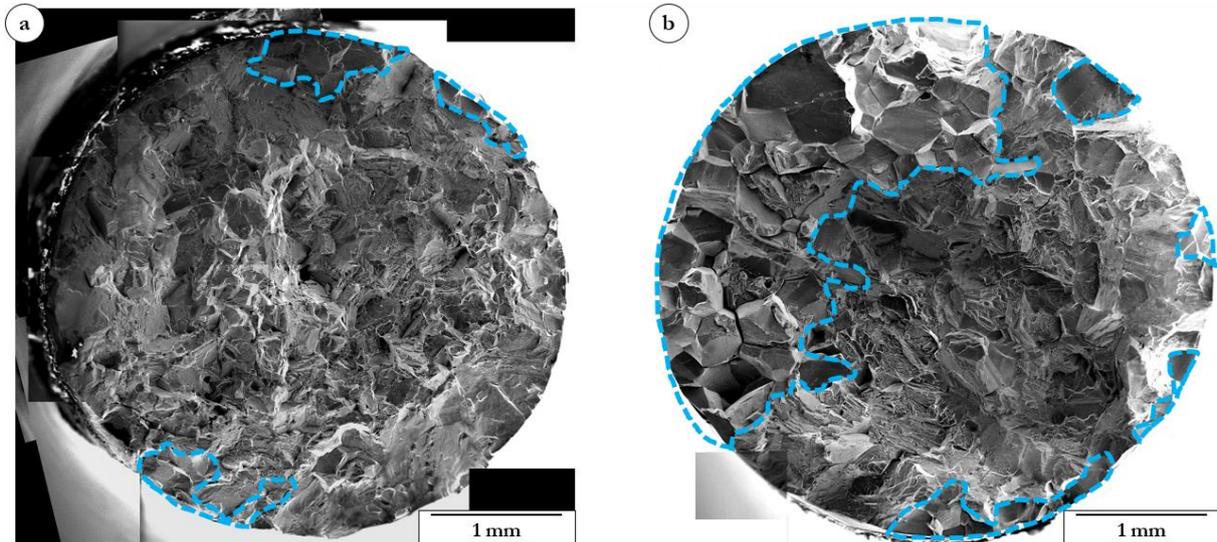


Figure IV-15 : Faciès de traction des éprouvettes GG testées en traction à 700°C à (a)  $\dot{\epsilon} = 5.10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et (b)  $\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  – Les zones d'amorçage intergranulaire sont mises en évidence par les pointillés bleus

### IV3.1.2. Discussion

Différents auteurs ont montré pour plusieurs superalliages coulés/forgés (U720, Inconel 718) et issus de la métallurgie des poudres (RR1000) que la température d'essai utilisée ici (700°C) correspond à un domaine où la ductilité chute lors de sollicitations de type traction monotone [Rezende, 2015], [Németh, 2016], [Németh, 2017]. On parle de « trou » de ductilité de cette classe d'alliages au voisinage de 700°C. Németh et al. suggèrent que dans ce domaine, les mécanismes de déformation sont contrôlés par du glissement intergranulaire, qui est accommodé par la déformation plastique. Il y a alors une accumulation de bandes de glissement au niveau des joints de grains. Dans ces conditions, les processus de diffusion, déjà plus rapides aux joints de grains que dans le volume, sont accélérés par l'empilement de dislocations. L'oxydation y est donc plus rapide, et fragilise donc alors rapidement les joints de grains.

Ces éléments, associés aux observations des faciès de rupture précédemment exposées, indiquent donc que la chute de ductilité observée lorsque la vitesse de sollicitation diminue est en partie liée aux effets de l'environnement. La diminution de la vitesse de sollicitation laisse en effet plus de temps à l'oxydation d'agir. Ce processus est assisté par la contrainte appliquée, et se localise préférentiellement au niveau des joints de grains, ce qui conduit à les « fragiliser ». Les modes d'endommagement subissent donc une transition transgranulaire/ductile vers un mode intergranulaire/fragile lorsque la vitesse de sollicitation diminue.

Enfin, la Figure IV-13, représentant l'allongement à rupture en fonction de la vitesse de sollicitation, montre que l'allongement à rupture est plus grand pour la microstructure GF que GG dans le cas de vitesses de sollicitations rapide, mais devient plus faible lorsque cette vitesse diminue. Si la reproductibilité de cette tendance nécessite d'être confirmée, celle-ci confirme cependant les hypothèses précédentes, et suggère de plus, d'après les travaux de Gabb et al. [Gabb, 2014], que la microstructure GF est plus sensible à l'endommagement assisté par l'oxydation que la microstructure GG.

Les conclusions précédentes spécifient que les vitesses de sollicitation faibles correspondent aux modes d'endommagement intergranulaires. Dans ces conditions, plus la densité de joints de grains est élevée, plus l'endommagement pourra se développer dans l'éprouvette. La ductilité d'une microstructure à grains fins est donc plus impactée par les changements de vitesses de sollicitation qu'une microstructure à gros grains.

L'autre point séparant les microstructures à grains fins des microstructures à gros grains est la présence de  $\gamma'$  primaires au niveau des joints de grains. Des études récentes ([Laurence, 2016], [Németh, 2017]) indiquent que ces précipités participent à l'endommagement, en rejetant certains éléments (Chrome par exemple) dans la matrice, et/ou en faisant office de sites de nucléation de certains oxydes, tels que les NiO. La présence de ces précipités  $\gamma'$  primaires dans les microstructures à grains fins favorise donc la formation d'oxydes intergranulaires, et donc la fissuration intergranulaire assistée par l'environnement, ce qui contribue à diminuer plus fortement la ductilité des éprouvettes testées, comparativement à des échantillons traités supersolvus (GG).

### **IV3.2. Influence de l'environnement sur les propriétés en fluage**

Des essais de fluage sous vide ont été menés à 850°C et 700°C, sur les microstructures GG et GF. Les résultats sont comparés dans ce paragraphe aux essais réalisés sous air à contraintes équivalentes.

#### **IV3.2.1. Essais de fluage à 850°C**

Les premiers essais de fluage sous vide ont été effectués à 850°C. Comme il a été précisé précédemment, cette température est très élevée pour un alliage comme l'AD730™. Une forte influence de l'oxydation associée à une importante évolution de la microstructure est donc attendue. Deux essais sous vide à 100 MPa et 200 MPa ont été réalisés sur la microstructure GF, et un essai à 300 MPa sur la microstructure GG. Les courbes « Déformation en fonction du temps » de ces essais sont présentées sur la Figure IV-16.

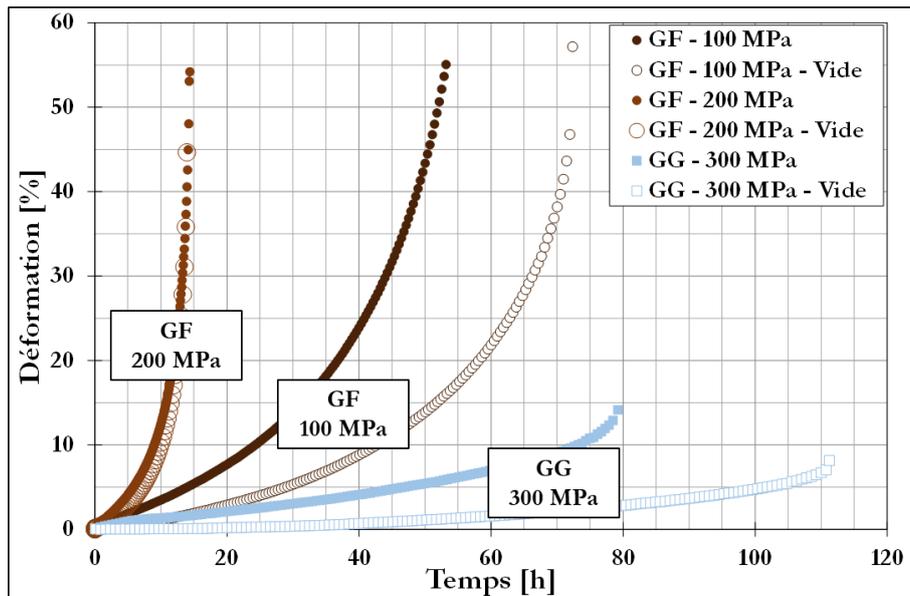


Figure IV-16 : Courbes de fluage sous air et sous vide à 850°C sur les microstructures GG et GF

Les essais réalisés à 100 MPa sur la microstructure GF et 300 MPa sur la microstructure GG montrent une forte influence de l'environnement sur les propriétés en fluage de l'alliage : la durée à rupture est sensiblement améliorée dans les deux cas (d'un facteur 1,3 à 1,4). Dans ce cas, la taille de grains n'a, a priori, pas d'influence sur l'importance de l'environnement sur les durées à rupture (ratio temps à rupture vide / air similaire).

Les résultats de l'essai de fluage sous vide à 850°C / 200 MPa sur la microstructure GF ne présentent en revanche aucune amélioration par rapport au même essai réalisé sous air (mêmes durées à rupture, et vitesses de déformation proches). Dans ce cas, les mécanismes diffusionnels contrôlant la déformation de fluage de la microstructure GF à 850°C (Chap.III) ont probablement une cinétique plus rapide que celle de l'oxydation.

### IV3.2.2. Essais de fluage à 700°C

Cinq essais de fluage sous vide ont été effectués à 700°C, trois sur la microstructure GF (Figure IV-17) (à 600 MPa (interrompu en raison de la très grande durée de l'essai, non représenté sur la Figure IV-17), 700 MPa et 800 MPa) et deux sur la microstructure GG (à 700 MPa et 750 MPa, ce dernier n'étant pas représenté sur la Figure IV-17 en raison de problèmes d'acquisition lors de l'essai).

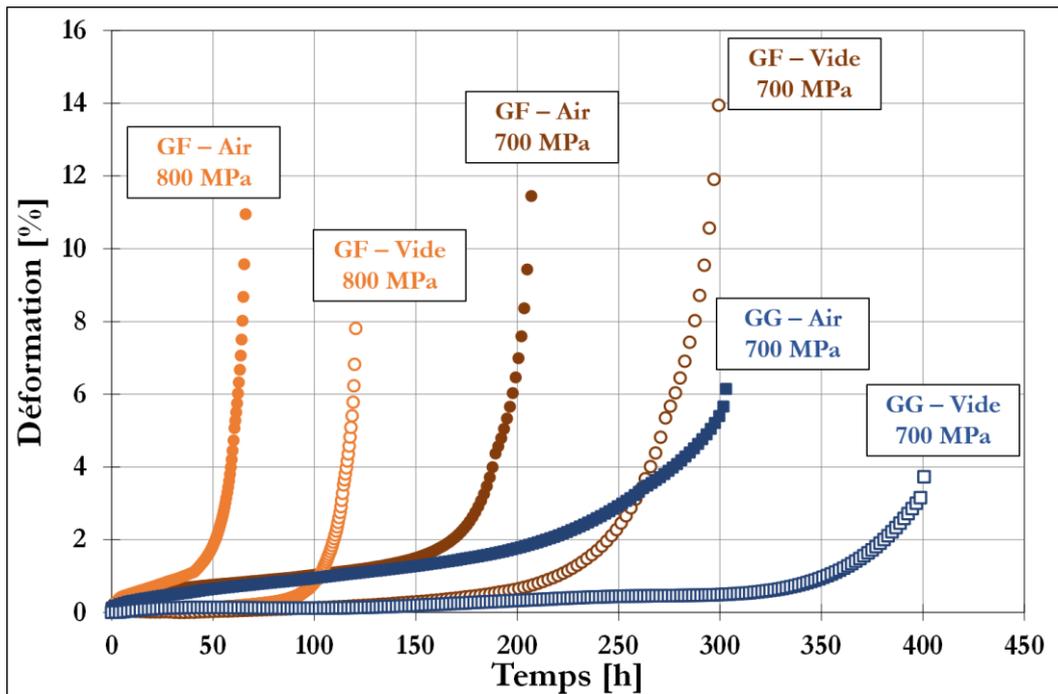


Figure IV-17 : Courbes de fluage des essais sous air et sous vides réalisés à 700°C sur la microstructure GF et GG

L'influence de l'environnement sur les durées à rupture en fluage à 700°C semble être sensiblement la même qu'à 850°C, avec une augmentation d'un facteur environ 1,3 à 2,5 sur le temps à rupture entre l'air et le vide.

### IV3.3. Analyses

#### IV3.3.1. Impact de l'environnement sur les propriétés en fluage à 850°C

##### IV3.3.1.a. Étude du comportement mécanique

La Figure IV-18, représentant les vitesses minimales de fluage en fonction de la contrainte appliquée, indique que l'influence de l'environnement sur les propriétés en fluage du matériau ne se limite pas aux seules durées à rupture, mais affecte également le comportement. Les vitesses de déformation sont en effet plus faibles pour les essais sous vide que pour ceux réalisés sous air : la vitesse minimale associée à l'essai sur GG à 300 MPa est 30 fois inférieure sous vide que sous air, tandis que les vitesses minimales relevées pour les essais sur GF sous environ 2 à 3 fois plus faibles sous vide que sous air.

L'influence de l'environnement sur le comportement de l'alliage est donc plus grande pour une microstructure à gros grains que pour une microstructure à grains fins. Ces premiers résultats sont en adéquation avec les résultats observés précédemment sur les mécanismes de déformation de ces microstructures en fluage à 850°C : dans le cas de la microstructure GF, les mécanismes diffusionnels, en particulier au niveau des joints de grains, contrôlent la déformation de fluage, entraînant de la cavitation interne. Ces phénomènes sont rapides, et l'endommagement qui leur est

associé se développe également très rapidement. L'environnement n'a donc, dans ce cas, pas suffisamment de temps pour produire des effets très significatifs.

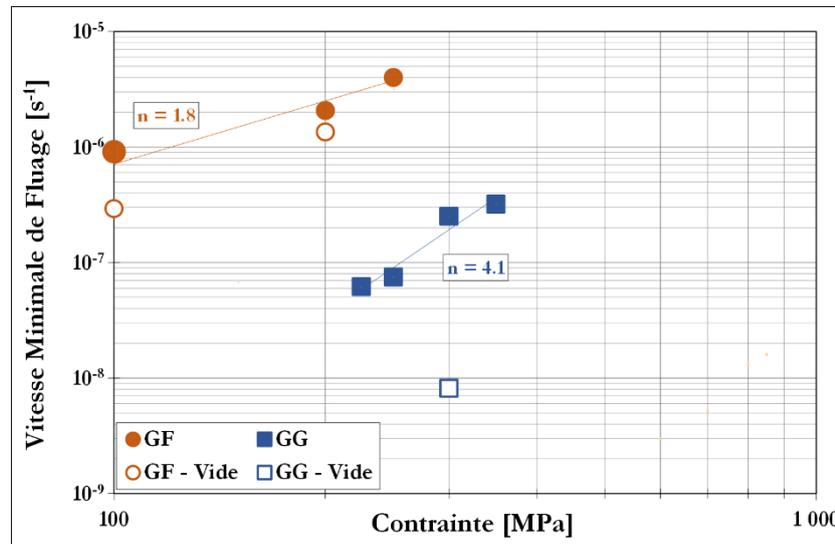


Figure IV-18 : Vitesses minimale de fluage en fonction de la contrainte appliquée pour les essais réalisés à 850°C sur les microstructures GF et GG sous air et sous vide

En revanche, lorsque les grains sont plus gros (cas de la microstructure GG), la déformation de fluage est contrôlée par des mécanismes alliant mouvement des dislocations et phénomènes de diffusion, et l'endommagement est fortement accéléré par l'oxydation intergranulaire. Il est alors logique de retrouver une forte influence de celui-ci lors de la comparaison des essais sous air et sous vide sur cette microstructure.

#### IV3.3.1.b. Étude des mécanismes d'endommagement

De la même manière que pour les mécanismes de déformation, les mécanismes d'endommagement des éprouvettes testées sous vide ont été comparés à ceux observés sur les éprouvettes testées sous air, dans le but de différencier les processus d'endommagement liés à l'oxydation de ceux liés à l'endommagement de fluage pur.

- **Cas de la microstructure GG**

Les faciès de rupture des éprouvettes GG testées à 850°C sous air et sous vide (Figure IV-19) présentent tous deux des morphologies similaires : la rupture est exclusivement intergranulaire dans les deux cas.

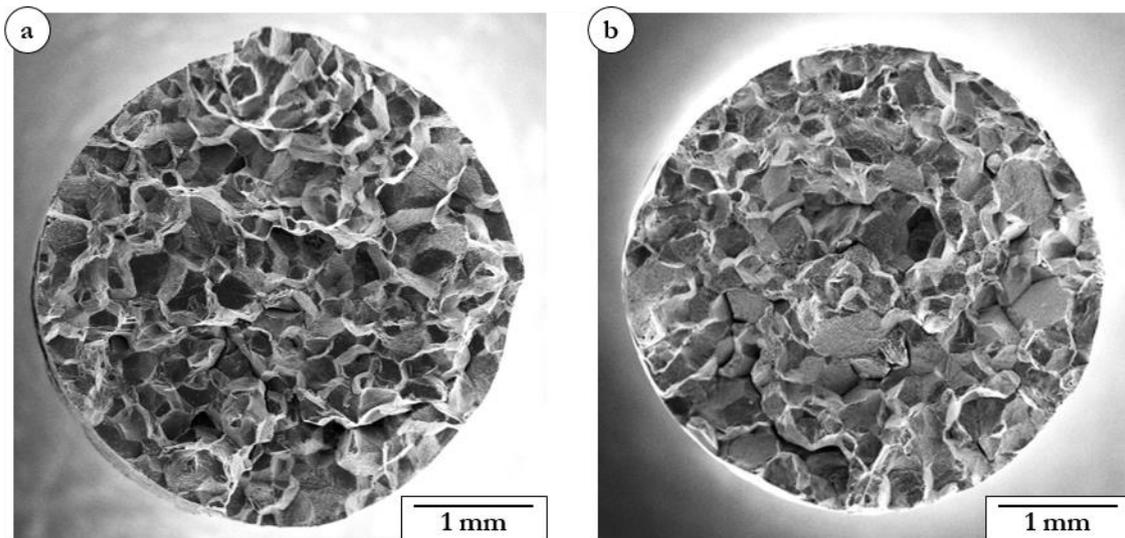


Figure IV-19 : Comparaison des faciès de rupture des éprouvettes GG testées en fluage à 850°C / 300 MPa sous air (a) et sous vide (b)

Ces résultats sont confirmés par l'observation des coupes des éprouvettes testées en fluage à 850°C / 300 MPa (Figure IV-20 et Figure IV-21). L'éprouvette testée sous air présente un très grand nombre de fissures secondaires (cercles bleus sur la Figure IV-20.b), toutes intergranulaires, et débouchantes. Ces fissures sont profondes (Figure IV-21.b), allant jusqu'à 100  $\mu\text{m}$  de la surface de l'éprouvette. Les fissures secondaires relevées sur l'éprouvette testée sous vide (Figure IV-20.a) sont également toutes intergranulaires, mais sont nettement plus rares que sur l'éprouvette testée sous air. De plus, la profondeur de ces fissures dans l'éprouvette est relativement limitée (quelques dizaines de  $\mu\text{m}$ ).

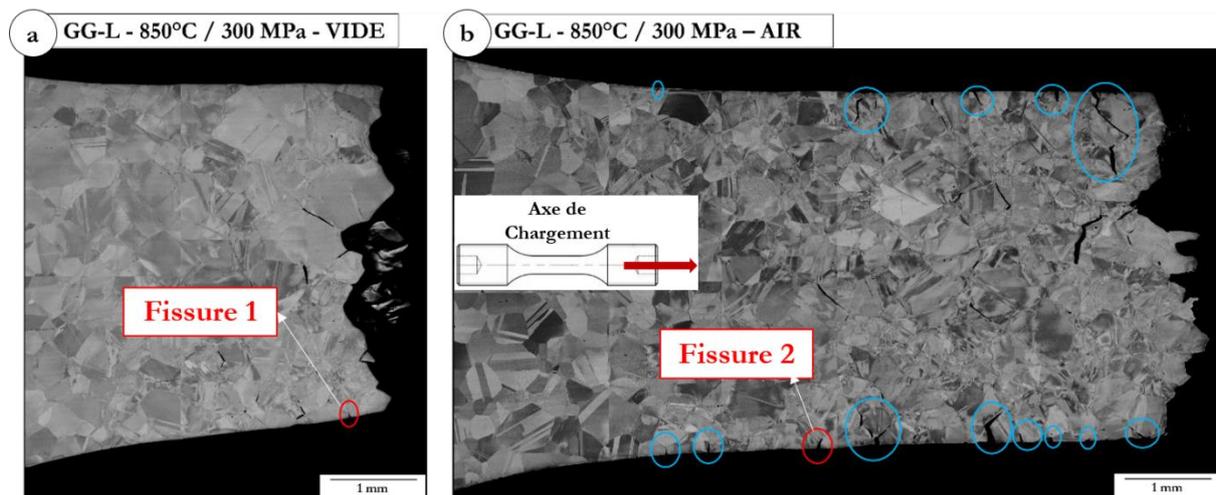


Figure IV-20 : Coupes longitudinales d'éprouvettes testées en fluage à 850°C / 300 MPa sous (a) Vide et (b) Air

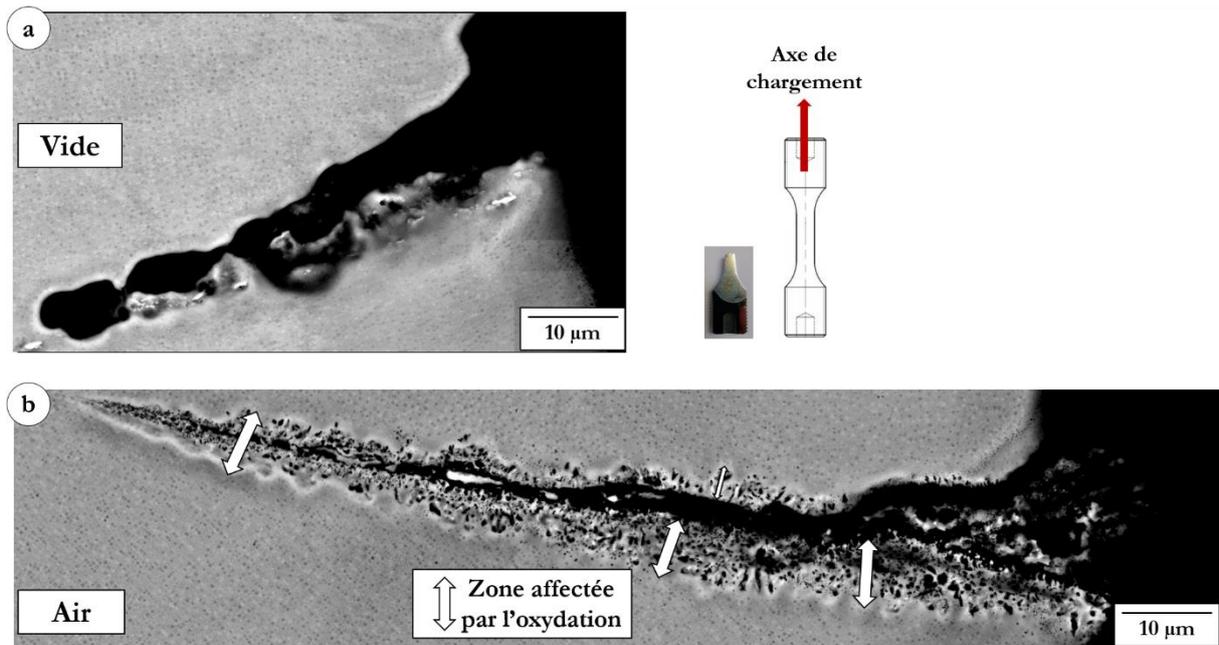


Figure IV-21 : Coupes longitudinales d'éprouvettes testées en fluage à 850°C / 300 MPa sous (a) Vide et (b) Air – Zoom sur les Fissures 1 (a) et 2 (b) de la Figure IV-20

Ces observations montrent donc que l'environnement n'a qu'un effet accélérateur de la fissuration intergranulaire. En effet, les mécanismes de déformation mis en jeu lors de sollicitation de fluage à 850°C sur la microstructure GG sont une combinaison de mécanismes diffusionnels (glissement intergranulaire) et de mécanismes liés au mouvement des dislocations (Chap. III). Ce type de mécanismes entraîne un empilement de dislocations au niveau des joints de grains, ce qui conduit à créer des incompatibilités de déformation localisées aux joints de grains. L'amorçage de fissure est donc intergranulaire, avec ou sans assistance de l'oxydation.

- **Cas de la microstructure GF**

Les faciès des éprouvettes GF testées en fluage à 850°C à 250 MPa (sous air) et 200 MPa (sous vide) sont présentés sur la Figure IV-22. Dans les deux cas, les faciès présentent de nombreuses cupules, indiquant une rupture ductile sous air et sous vide. Les mécanismes de diffusion aux joints de grains contrôlent la déformation de fluage à cette température, sur cette microstructure (Chap.III). Ces mécanismes sont indépendants de l'environnement, et possèdent une cinétique plus rapide que celle de l'oxydation. Ces observations sont en accord avec ce qui a été montré précédemment sur les vitesses de déformation, qui ne sont également pas (ou peu) impactées par l'oxydation.

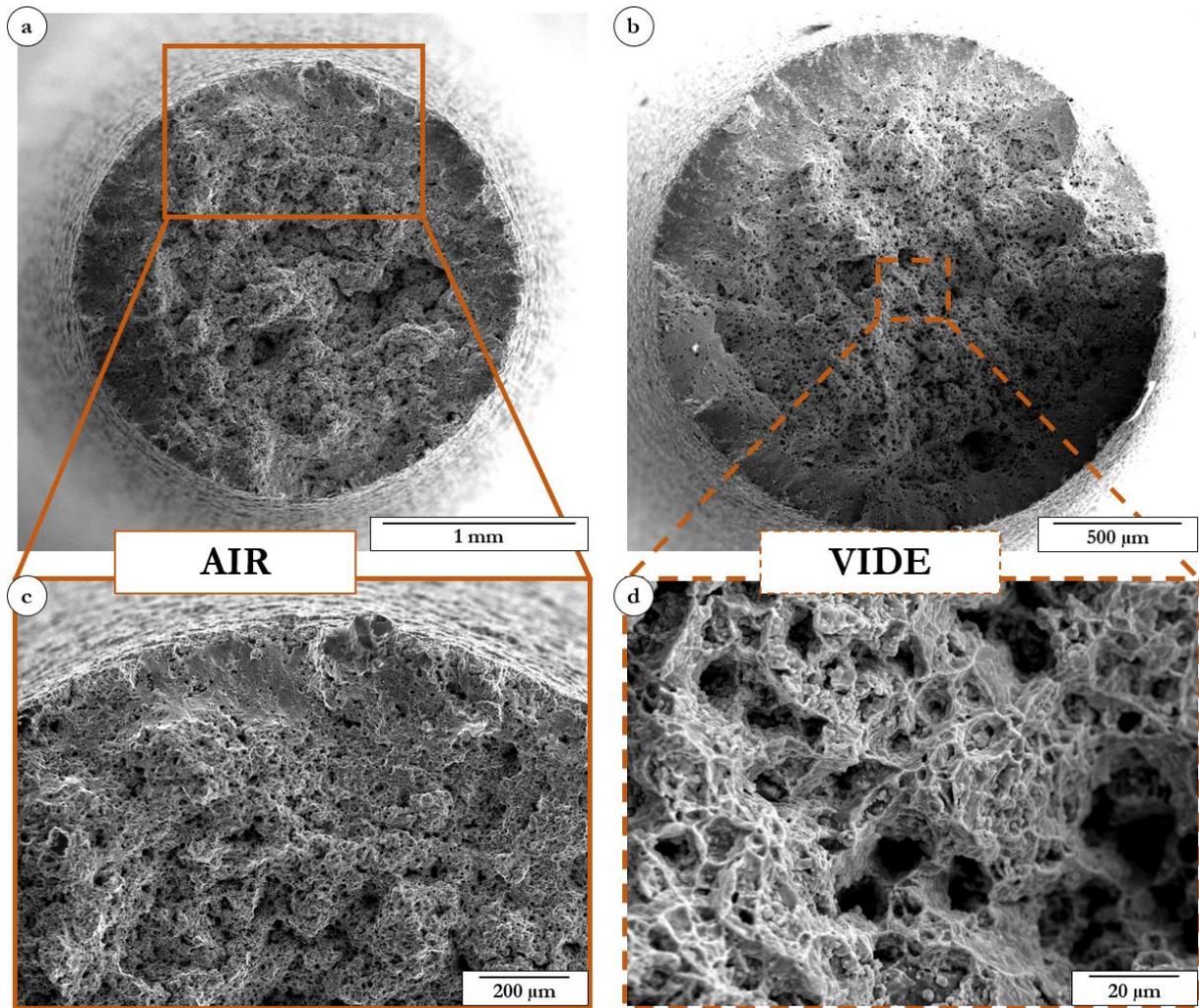


Figure IV-22 : Comparaison des faciès de rupture des éprouvettes GF testées en fluage à 850°C  
(a) (c) Sous air, à 250 MPa  
(b) (d) Sous vide, à 200 MPa

### IV3.3.2. Impact de l'environnement sur les propriétés en fluage à 700°C

#### IV3.3.2.a. Étude des mécanismes de déformation

Lorsque la température d'essai diminue à 700°C, les différences de comportement Air / Vide sont aussi prononcées pour la microstructure GF que pour la microstructure GG (Figure IV-23). Les vitesses minimales relevées lors des essais sous vide sont inférieures à celles relevées sous air (environ 5 à 10 fois plus faibles en fonction de la contrainte appliquée).

L'influence de l'environnement sur le comportement de l'alliage soumis à une sollicitation de fluage est donc confirmée à 700°C. Cet effet de l'environnement se manifeste de plus dès les premiers stades de l'essai, comme l'attestent les courbes de la Figure IV-23, où les vitesses minimales sont systématiquement atteintes pour des taux de déformation plus faibles pour les essais sous vide que pour les essais sous air.

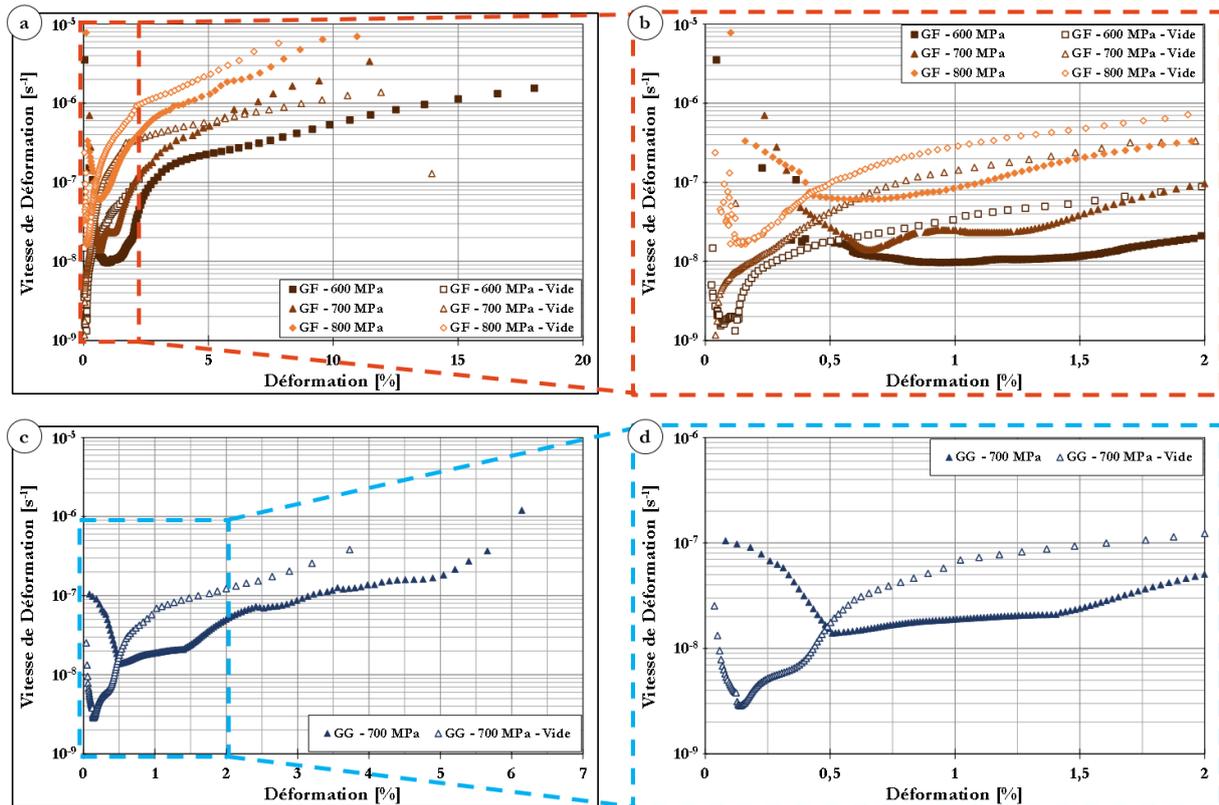


Figure IV-23 : Comparaison de courbes représentant les vitesses de déformation de fluage en fonction de la déformation pour les essais réalisés à 700°C sous air et sous vide sur la microstructure GF (a)(b) et GG (c)(d)

### IV.3.3.2.b. Étude des mécanismes d'endommagement

L'impact de l'oxydation sur les mécanismes d'endommagement est difficilement visible sur les faciès de rupture des éprouvettes GG testées en fluage à 700°C / 700 MPa (Figure IV-24). Sur ces deux faciès de rupture, deux zones sont distinguées : une zone d'amorçage et de propagation intergranulaire représentant la plus grande partie du faciès, puis une zone de rupture transgranulaire. L'importance de ces zones l'une par rapport à l'autre est sensiblement la même sur les faciès issus des essais sous air ou sous vide.

Une nouvelle fois, sur la microstructure GG, l'oxydation semble n'avoir qu'un effet accélérateur de l'endommagement, sans en changer la nature.

En revanche, l'influence de l'environnement sur l'endommagement des éprouvettes GF est très bien mise en évidence par l'observation des faciès de rupture (Figure IV-25). L'origine de la fissure fatale sur le faciès de l'éprouvette testée sous vide est difficile à identifier. Il est cependant très clair qu'il s'agit d'un amorçage interne (Figure IV-25.b et Figure IV-25.d). En revanche, l'endommagement des éprouvettes testées sous air est systématiquement surfacique, et les premiers stades de propagation sont mixtes inter/transgranulaires (Figure IV-25.a et Figure IV-25.c).

L'environnement modifie donc manifestement les mécanismes d'amorçage de fissures, ainsi que les mécanismes de propagation de fissures dans les éprouvettes GF, à 700°C.

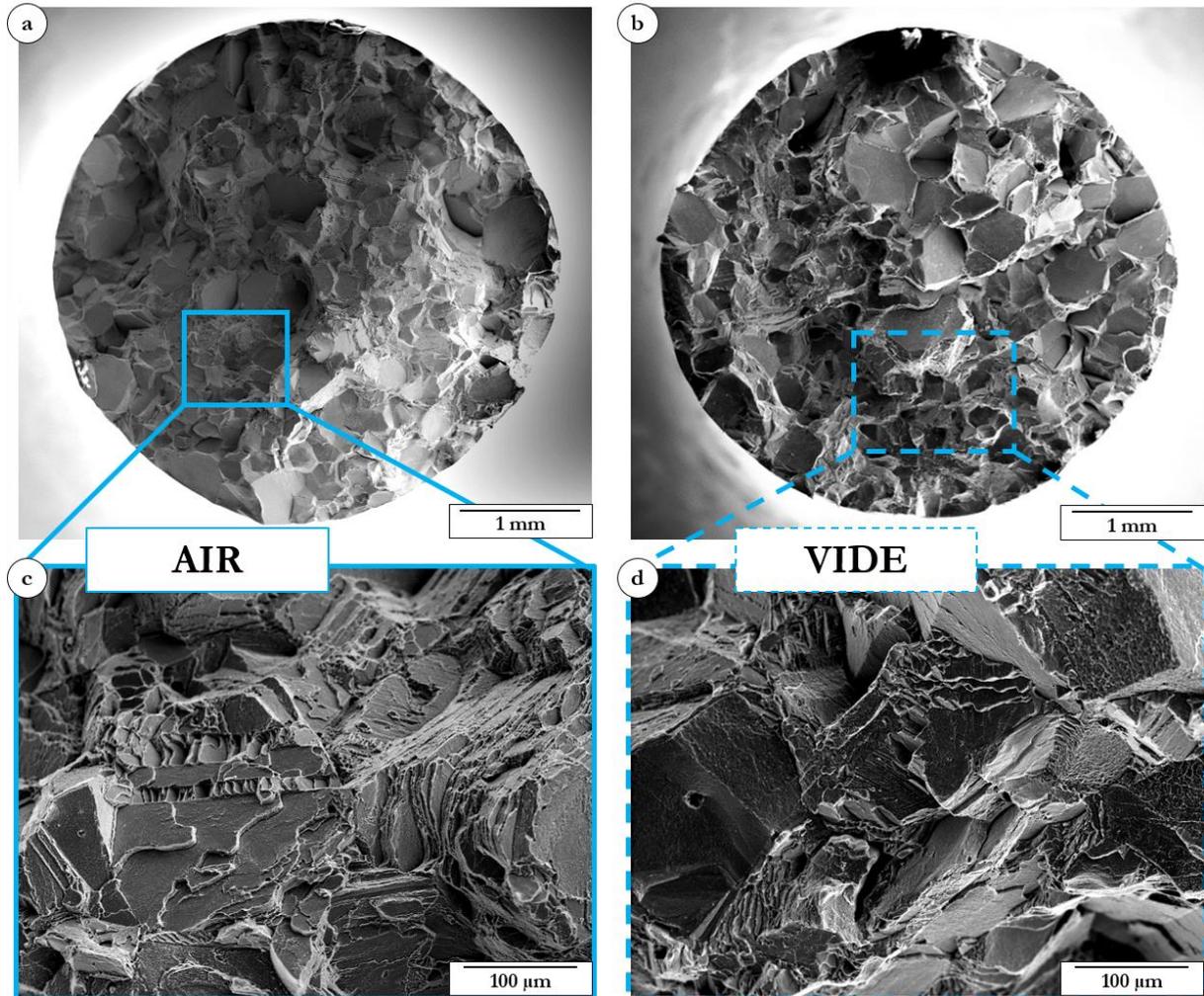


Figure IV-24 : Comparaison des faciès de rupture des éprouvettes GG testées en fluage à 700°C / 700 MPa  
(a) (c) Essai sous air  
(b) (d) Essai sous vide

L'impact de l'oxydation sur les premiers stades d'endommagement a été démontré précédemment (Chap. III.2.3.3.b). L'observation du fût d'une éprouvette GF testée en fluage à 700°C / 700 MPa jusqu'à un taux de déformation plastique d'environ 0,5% révèle en effet un endommagement localisé exclusivement aux joints de grains et aux interfaces «  $\gamma'$  / Joints de grains » (Figure III-44). On note de plus que ce type d'endommagement correspond à l'oxydation privilégiée des précipités  $\gamma'$  mentionnée dans la partie précédente (IV.3.1.2).

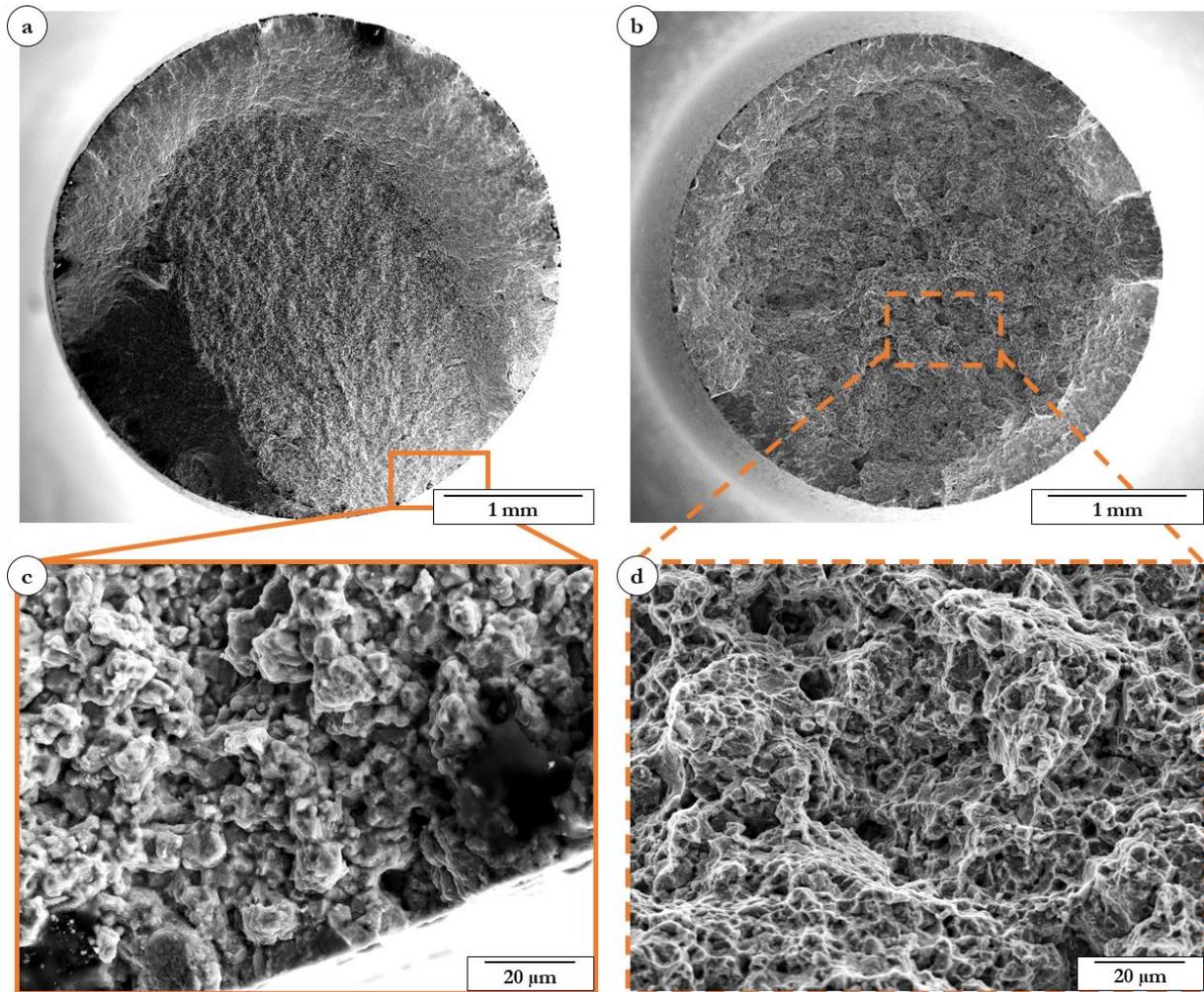


Figure IV-25 : Comparaison des faciès de rupture des éprouvettes GF testées en fluage à 700°C / 700 MPa  
(a) (c) Essai sous air  
(b) (d) Essai sous vide

#### IV3.4. Influences relatives de l'environnement et de la taille de grains sur les propriétés à 700°C

Dans le chapitre précédent (Chap. III), il a été établi que sous air et à une température de 700°C, la taille des précipités  $\gamma'$  est le paramètre microstructural pilotant au premier ordre les propriétés de fluage, la taille de grains n'ayant qu'une influence secondaire. Ainsi, les microstructures GG et GF présentent à 700°C des propriétés en fluage proches, pour une large gamme de contraintes.

Les essais de fluage sous vide ont confirmé la similarité des microstructures GG et GF (durée à rupture et vitesse de déformation : Figure IV-26) dans leur propriétés en fluage. La taille de grains ne semble donc pas être un paramètre contrôlant les propriétés de fluage à l'ordre 1 sous vide non plus.

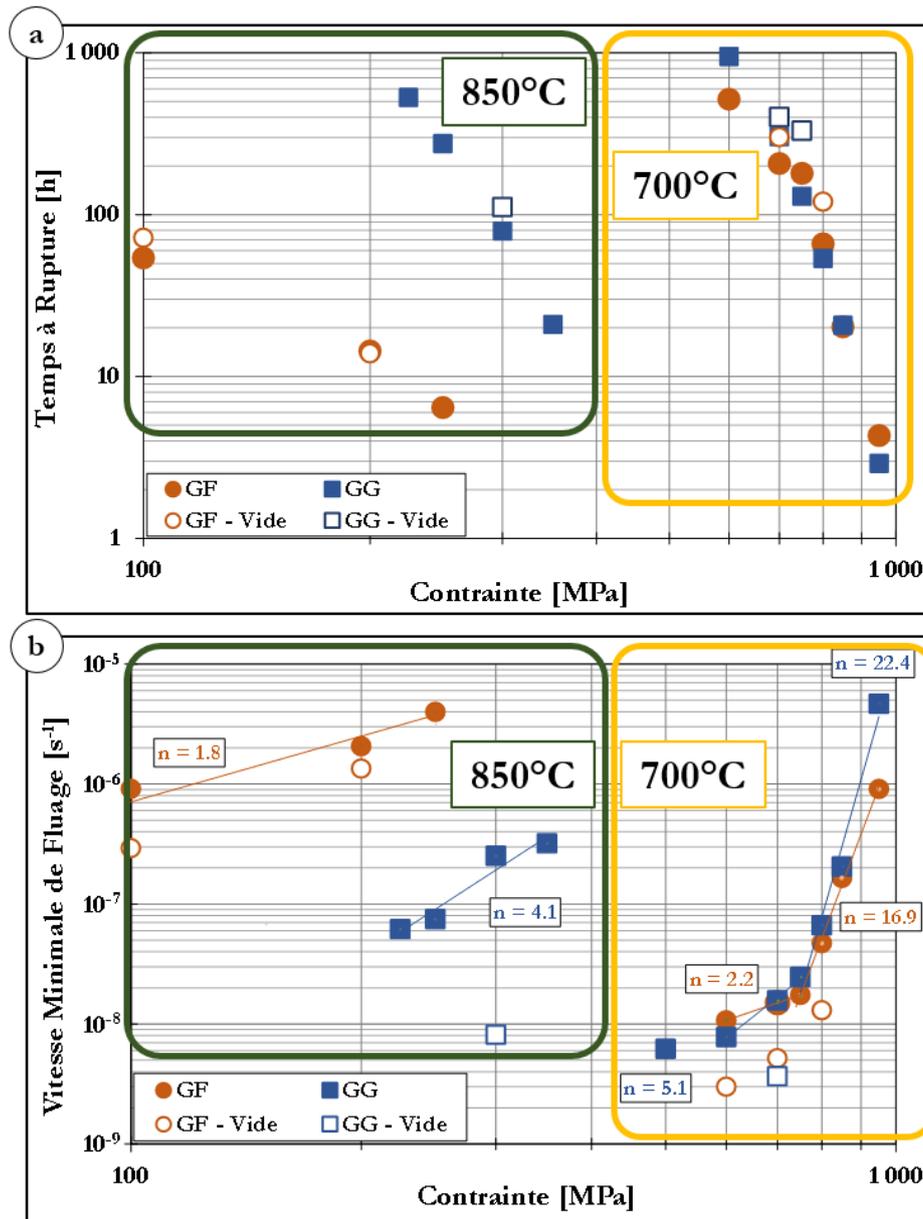


Figure IV-26 : Synthèse des résultats de fluage sur les microstructures GG et GF sous air et sous vide  
(a) Temps à rupture en fonction de la contrainte  
(b) Vitesses minimales de fluage en fonction de la contrainte

Cependant, la taille de grains paraît être un paramètre de première importance vis-à-vis de la capacité d'une microstructure à résister aux effets d'environnement. Les essais de traction effectués à plusieurs vitesses de sollicitation (IV3.1) suggèrent en effet que la microstructure GF est plus sensible à l'endommagement assisté par l'environnement que la microstructure GG.

Ces résultats, associés aux analyses précédentes sur les mécanismes de déformation et d'endommagement mis en jeu lors d'essais de fluage (sous air et sous vide), indiquent que lorsque les effets d'environnement sont plus importants, c'est-à-dire lorsque les durées d'essais sont plus longues (et donc les contraintes appliquées plus faibles) (Zone 03 sur la Figure III-72), la microstructure GG présentera de meilleures propriétés de fluage que la microstructure GF.

Dans les conditions de contraintes appliquées « moyennes » ( $\sigma < 750$  MPa), l'endommagement de la microstructure GF sera accéléré par rapport à celui de la microstructure GG à travers plusieurs mécanismes concomitants :

- Le premier mécanisme, détaillé précédemment (IV3.1.2), consiste en l'oxydation privilégiée des précipités  $\gamma'_1$ , qui agissent soit comme site de germination de certains oxydes, soit rejettent dans la matrice des éléments chimiques tels que le Chrome. Ces deux phénomènes participent à l'oxydation et à l'endommagement privilégié des interfaces «  $\gamma'_1$  / Joints de grains ».
- De plus, il a été montré dans le Chap.III que dans le cas de faibles contraintes appliquées en fluage à 700°C, la déformation plastique est répartie de manière hétérogène, et se localise le long de quelques systèmes de glissement, et pour les deux microstructures GG et GF. Dans ce cas, les empilements de dislocations au niveau des joints de grains favorisent la diffusion de certains éléments chimiques, accélérant l'oxydation (puis l'endommagement) aux joints de grains.

L'impact de l'environnement au sens de l'oxydation sur certaines propriétés de l'AD730<sup>TM</sup> a été évalué dans ce chapitre.

Les essais d'ATG associés à des analyses EDS ont permis la caractérisation (nature et cinétique) des oxydes formés dans cet alliage, en fonction de la taille de grains. En particulier, des cinétiques d'oxydation plus faible pour la microstructure GF ont été détectées (par rapport à la microstructure GG). Ce phénomène est attribué à la formation d'une couche de  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , protectrice, préférentiellement aux joints de grains. Une microstructure à grains fins, possédant donc une grande densité de joints de grains, formerait donc plus rapidement une couche protectrice.

Les essais de traction réalisés à plusieurs vitesses de sollicitation ont mis en évidence la sensibilité plus importante de la microstructure GF à la fragilisation assistée par l'environnement. Les analyses des éprouvettes testées indiquent que la forte densité de joints de grains ainsi que la présence de précipités  $\gamma_1$  (qui s'oxydent de manière privilégiée) aux joints de grains en sont la cause.

Enfin, l'étude des vitesses de déformation lors d'essais de fluage sous vide comparées à celles mesurées lors d'essais sous air, suggère qu'il existe un couplage avec l'environnement dès les premiers stades des essais. Ceci se matérialise in fine par des durées à rupture allongées sous vide, d'un facteur 1,5 environ dans les conditions d'essais utilisées au cours de cette étude.



# - Chapitre V -

## Fatigue – Temps de Maintien

Les différents moteurs utilisant dans leur conception des superalliages (turboréacteurs, turbomachines...) sont nécessairement composés de pièces tournantes, qui subissent des chargements cycliques pendant leur utilisation. Ces moteurs fonctionnent de plus à des températures élevées, ajoutant ainsi à la fatigue des problématiques d'endommagement dépendant du temps (fluage) [Floreen, 1987], [Pineau, 2009]. Ces deux types de sollicitations sont souvent combinés. Il convient alors d'étudier le couplage entre fatigue et fluage de manière détaillée, sous la forme d'essais de fatigue – temps de maintien par exemple.

C'est l'objet de ce chapitre, dans lequel quelques notions bibliographiques sur la fatigue et sur la fatigue avec temps de maintien sont tout d'abord rappelées. Puis, l'influence du temps de maintien à contrainte maximale, et de manière plus poussée, l'influence de la contrainte maximale appliquée sont analysées. Enfin, un parallèle avec les résultats établis pour d'autres alliages du même type que l'AD730™ est proposé.

<b>- Chapitre V - Fatigue – Temps de Maintien.....</b>	<b>203</b>
<b>Partie V1. Éléments bibliographiques .....</b>	<b>205</b>
V1.1. Fatigue pure .....	205
V1.2. Fatigue – temps de maintien des superalliages base nickel .....	206
V1.2.1. Évolution du comportement en fonction des paramètres de chargement.....	207
V1.2.2. Influence de paramètres microstructuraux sur les propriétés en fatigue – temps de maintien .....	210
V1.2.3. Synthèse .....	211
<b>Partie V2. Influence du temps de maintien à contrainte maximale appliquée .....</b>	<b>212</b>
V2.1. Présentation des essais de fatigue pure .....	212
V2.2. Présentation des résultats de fatigue – temps de maintien .....	214
<b>Partie V3. Influence de la contrainte maximale appliquée .....</b>	<b>225</b>
V3.1. Présentation des résultats.....	225
V3.2. Analyses des boucles d’hystérésis.....	229
V3.2.1. Cas « classique » .....	229
V3.2.2. Cas où DDV(Fatigue – temps de maintien) > DDV(Fluage).....	231
V3.3. Étude de ce phénomène.....	233
V3.3.1. Mécanismes de déformation .....	234
V3.3.2. Mécanismes d’endommagement.....	235
V3.3.3. Discussion : Pourquoi ce phénomène n’apparaît qu’à $\sigma_{\max} = 850$ MPa ?.....	237
V3.3.4. Étude du cas : $\sigma_{\max} = 950$ MPa et $\Delta t \leq 10$ s pour la microstructure GF.....	241
<b>Partie V4. Comparaison aux autres alliages .....</b>	<b>243</b>

## **Partie V1. Éléments bibliographiques**

La fatigue des matériaux de structure, et notamment des superalliages, ainsi que le fluage de ces matériaux, ont été largement étudiés dans la littérature. Cependant, peu d'études sont encore consacrées à l'étude de la combinaison de ces deux sollicitations. Dans cette partie, quelques notions de base sur la fatigue pure sont exposées, puis une revue des études sur la fatigue avec temps de maintien de ces alliages est proposée.

### **V1.1. Fatigue pure**

Les pièces utilisées dans les turbomachines sont soumises à des sollicitations cycliques, c'est pourquoi connaître les propriétés (comportement et durabilité) en fatigue des matériaux utilisés est indispensable.

La tenue en fatigue est classiquement étudiée à l'aide de deux types d'essais : les essais en contrainte imposée, et ceux en déformation imposée.

Dans le cas d'essais en contrainte imposée, la durabilité s'exprime notamment grâce aux courbes de Wöhler, ou courbes S-N (Stress – Number of cycles) (Figure V-1) qui reportent l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles à rupture.

Trois domaines de la fatigue sont généralement définis :

Le domaine I correspond à la fatigue oligocyclique, ou LCF (Low Cycle Fatigue). Les contraintes appliquées y sont élevées (proches ou supérieures à la limite d'élasticité), et la rupture intervient rapidement. Les déformations à rupture sont généralement importantes. Les boucles d'hystérésis dans ce domaine sont ouvertes (Figure V-2).

Le domaine II est celui de l'endurance limitée, où la contrainte appliquée est nettement inférieure à la limite d'élasticité macroscopique du matériau. Les durées de vie sont alors comprises entre  $10^4$  et  $10^6$  cycles.

Le dernier domaine (III) correspond à la fatigue à grand nombre de cycles et très grand nombre de cycles (HCF et VHCF pour High Cycle Fatigue et Very High Cycle Fatigue). Les contraintes appliquées sont faibles, et les durées de vie dépassent  $10^7$  cycles.

Les boucles d'hystérésis correspondent à la représentation d'un cycle dans un graphique Contrainte – Déformation (dit S-S, pour Stress-Strain). L'étude de ces boucles permet l'analyse du comportement du matériau lors de sollicitations cycliques.

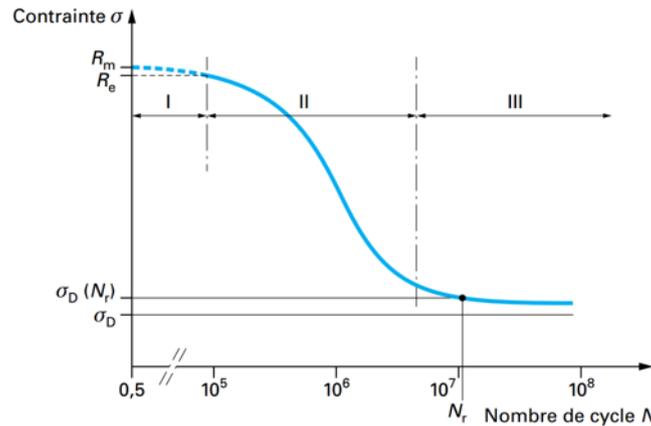


Figure V-1 : Schéma d'une courbe de Wöhler [Rabbe, 2000]

La Figure V-2 présente quelques types de boucles typiques de comportements particuliers, rencontrés lors de sollicitations à contrainte imposée, tels que l'adaptation élastique (Figure V-2.a.) (la structure retrouve un comportement purement élastique après un certain nombre de cycles), l'accommodation plastique (Figure V-2.b.) (stabilisation de la boucle d'hystérésis après quelques cycles), ou encore l'effet Rochet (Figure V-2.c.) (augmentation progressive de la déformation plastique à chaque cycle, même en régime stabilisé).

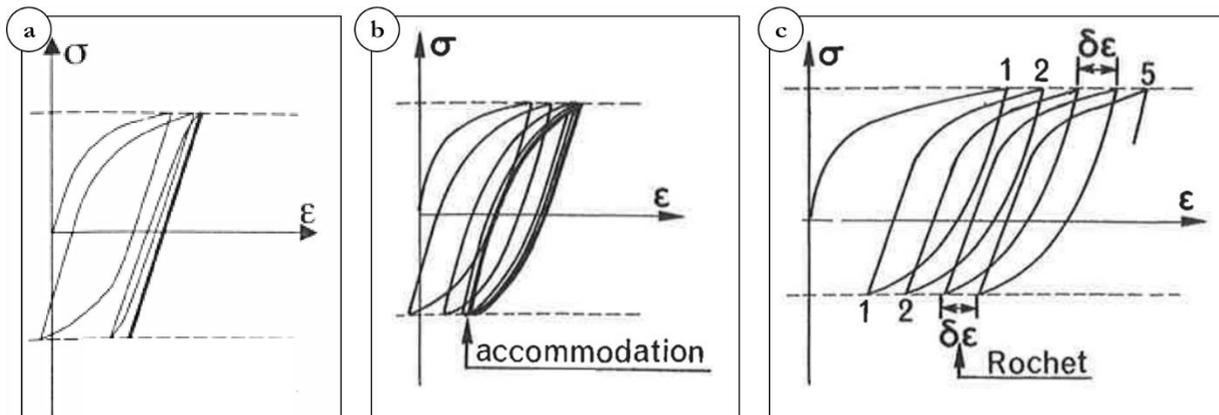


Figure V-2 : Boucles d'hystérésis typiques rencontrées en fatigue à contrainte imposée [Lemaitre, 2004]

- (a) Adaptation élastique
- (b) Accommodation plastique
- (c) Effet Rochet

## V1.2. Fatigue – temps de maintien des superalliages base nickel

Les études réalisées sur la fatigue pure ne permettent pas de rendre compte du couplage entre fatigue et fluage, rencontré par les pièces en service lors des cycles d'utilisation (décollage, vol, atterrissage).

Dans les années 2000, Hu et al. [Hu, 2009] et Flageolet et al. [Flageolet, 2005] ont réalisé trois types d'essais : des essais de pré-fatigue pure suivis d'un essai de fluage pur, des essais de pré-fluage pur suivis d'un essai de fatigue pure et enfin des essais de fatigue avec l'introduction d'un temps de maintien à charge maximale. Ces études ont mis en évidence le fait que la durée de vie en fatigue – temps de maintien ne peut pas être simplement prédite par un cumul linéaire de dommage de

fatigue et de fluage, en raison d'un fort couplage entre fatigue et fluage (et également oxydation dans le cas d'essais mécaniques réalisés sous air). La nécessité d'utiliser des cycles de chargement plus complexes que les signaux triangulaires (ou sinusoïdaux) de fatigue pure pour rendre compte des conditions d'utilisation est ainsi confirmée.

Ce type de sollicitation a été étudié pour différents superalliages base nickel, élaborés par la voie classique coulé/forgé (Waspalloy [Hyde, 1997], EI698VD [Zrník, 2001], U720Li [Billot, 2010], GH4133B [Hu, 2009], GH720Li [Hu, 2016] ou encore René 65 [Laurence, 2016]) ou par métallurgie des poudres (N18 [Flageolet, 2005]).

### **V1.2.1. Évolution du comportement en fonction des paramètres de chargement**

Dans tous les cas, l'introduction d'un temps de maintien à contrainte maximale entraîne une diminution du nombre de cycles à rupture par rapport à un essai de fatigue pure réalisé à contrainte maximale appliquée identique. Cette diminution est attribuée à une apparition précoce de l'endommagement par des processus de fluage (cavitation aux joints de grains en particulier). De plus, l'augmentation du temps de maintien à contrainte maximale conduit également à une réduction du nombre de cycles à rupture.

La majorité de ces études indique que la durée de vie en fatigue – temps de maintien (on parlera plus précisément par la suite de temps cumulé à contrainte maximale) est inférieure au temps à rupture en fluage à contrainte équivalente.

Ainsi, la durabilité en fatigue – temps de maintien est bornée d'un côté par le nombre de cycles à rupture obtenu en fatigue pure et de l'autre par le temps à rupture obtenu en fluage pur.

Ces différentes études suggèrent par ailleurs que pour une température donnée, et une contrainte maximale appliquée fixée, il existe une valeur de temps de maintien ( $\Delta t$ ) pour laquelle le comportement du matériau subit une transition entre un comportement type fatigue pure à un comportement type fluage pur. Cette transition se situe généralement entre  $\Delta t = 10$  s et  $\Delta t = 50$  s [Flageolet, 2005], [Billot, 2010], [Laurence, 2016]. Cependant, l'étude de Hu et al. [Hu, 2016] menée sur le GH720Li indique que cette transition apparaît pour un temps de maintien à contrainte maximale compris entre 3 min et 12 min.

Ce changement de comportement s'observe particulièrement bien sur les faciès de rupture des éprouvettes testées ; les rivières et stries caractéristiques de faciès d'éprouvettes testées en fatigue pure sont observées dans le cas des temps de maintien les plus courts (Figure V-3.a.-b.). De la même manière, les faciès d'éprouvettes testées en fatigue avec des temps de maintien longs présentent des caractéristiques proches des faciès de rupture de fluage pur (Figure V-3.c.-d.).

Les courbes « Déformation en fonction du temps » sont également des marqueurs de cette transition de comportement. Les courbes correspondant aux temps de maintien les plus courts

présentent les mêmes allures que des courbes de fatigue pure (déformation qui évolue peu pendant la majeure partie de l'essai, avant la rupture soudaine de l'éprouvette) (Figure V-4). Les courbes de fatigue temps de maintien avec des temps de maintien longs sont au contraire proches de courbes de fluage classiques, avec a minima le stade « secondaire » suivi du « tertiaire » (le stage primaire n'est cependant pas toujours retrouvé sur les courbes de fatigue – temps de maintien) (Figure V-4).

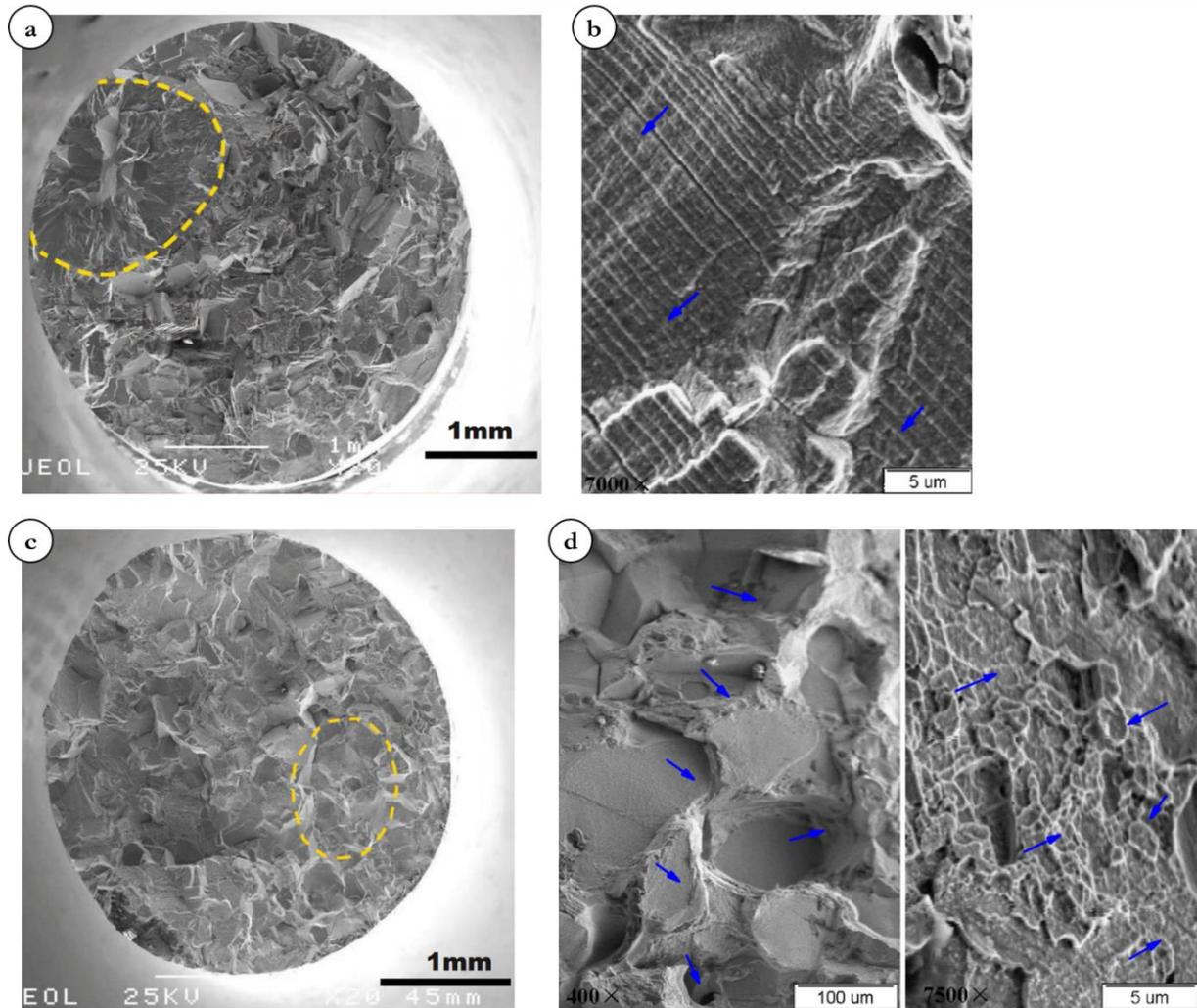


Figure V-3 : Faciès de rupture d'éprouvettes testées en fatigue – temps de maintien  
(a)(c) U720Li « Homogène » [Billot, 2010] – 700°C –  $\sigma_{\max} = 800$  MPa –  $R_{\sigma} = 0,05$  –  $\Delta t = 3$  s (b) et  $\Delta t = 50$  s (c)  
(b)(d) GH4133B [Hu, 2009] – 600°C –  $\sigma_{\max} = 916$  MPa –  $R_{\sigma} = 0,1$  –  $\Delta t = 30$  s (b) et  $\Delta t = 1800$  s (d)

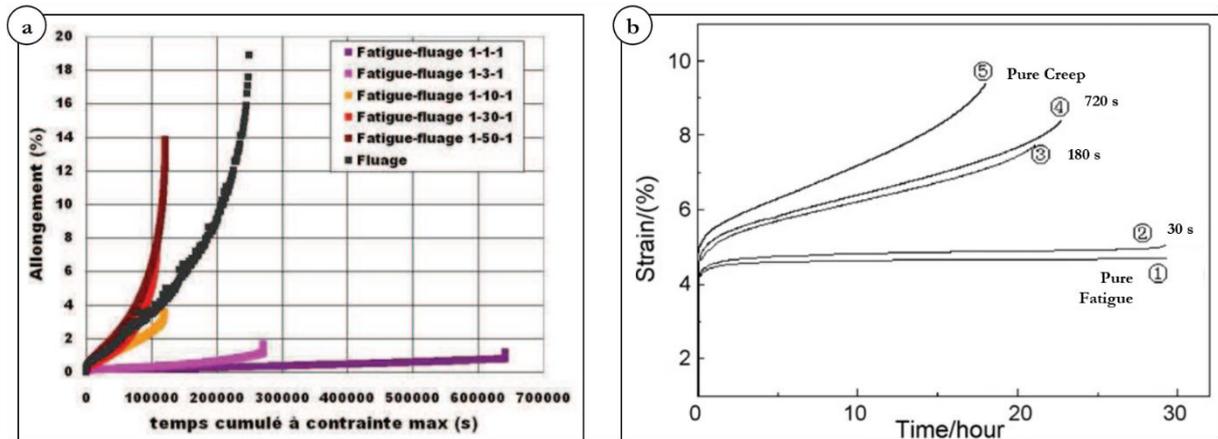


Figure V-4 : Courbes de fatigue – temps de maintien pour différentes valeur de temps de maintien  
 (a) U720Li « Hétérogène » [Billot, 2010] – 700°C –  $\sigma_{\max} = 800 \text{ MPa}$  –  $R_{\sigma} = 0,05$   
 (b) GH4133B (Adapté de [Hu, 2009]) – 600°C –  $\sigma_{\max} = 916 \text{ MPa}$  –  $R_{\sigma} = 0,1$

Cependant, il existe certains cas où le temps cumulé à contrainte maximale n'est pas borné par le temps à rupture en fluage pur. Hyde et al. [Hyde, 1997], Zrník et al. [Zrník, 2001] et Hu et al. [Hu, 2016] ont en effet mis en évidence que l'introduction de phases de décharge pouvait contribuer à augmenter la durée à rupture par rapport au fluage pur (Figure V-5.b.-d.-f.).

Zrník et al. attribuent cette augmentation du temps cumulé à contrainte maximale par rapport au fluage pur à des processus de stockage puis de restauration d'énergie anélastique au cours des phases de décharge. La durée du temps de maintien aurait dans ce cas une influence sur la quantité de cette énergie stockée.

Dans leur étude, Hyde et al. ont également mis en évidence une augmentation de la durée à rupture dans un essai de fatigue – temps de maintien par rapport à l'essai de fluage pur à contrainte équivalente. Les auteurs estiment dans ce cas que les phases de décharge entraînent un « effet curatif » causé par une « plasticité inverse » (elle-même entraînée par des processus de restauration se produisant pendant la phase de décharge) apparaissant dans les zones de concentrations de contraintes. Il faut noter que cet ensemble de résultats correspond à des temps de charge et décharge importants en comparaison des cycles appliqués dans les études conduisant à un effet négatif du couplage fatigue-fluage.

Les travaux de Hu et al. ne s'attachaient pas à expliquer ce phénomène, l'objectif étant de développer un modèle probabiliste de prédiction de la durée de vie en fatigue – temps de maintien, en fonction de la valeur de temps de maintien appliqué notamment, permettant de rendre compte de la dispersion inhérente à ce type d'essais.

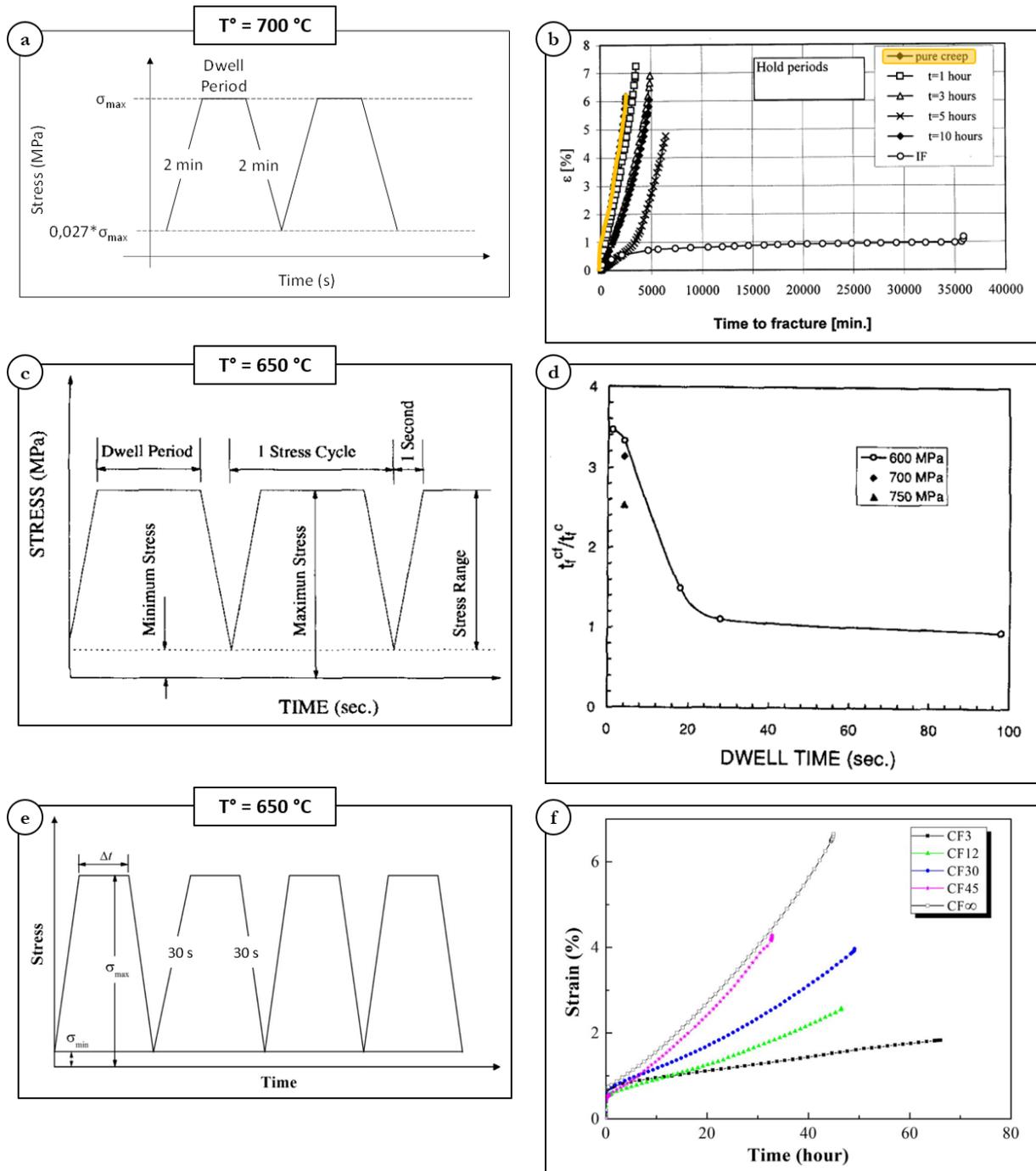


Figure V-5 : Cycles appliqués en fatigue – temps de maintien dans les études de (a) Zrník et al. [Zrník, 2001] ( $R_\sigma = 0,027 - \Delta t \in [3 - 600]$  min) et (c) Hyde et al. [Hyde, 1997] ( $R_\sigma = 0,1 - \Delta t \in [1 - 98]$  s) et (e) Hu et al. [Hu, 2016] ( $R_\sigma = 0,1 - \Delta t \in [3 - 45]$  min); (b) Courbes de fatigue – temps de maintien pour l’EI698VD [Zrník, 2001] ; (d) Rapports des temps cumulés à contraintes maximales sur les temps à rupture obtenus en fluage pur à contrainte équivalent [Hyde, 1997] ; (f) Courbes de fatigue – temps de maintien pour le GH720Li [Hu, 2016]

### V1.2.2. Influence de paramètres microstructuraux sur les propriétés en fatigue – temps de maintien

Déterminer l’influence de paramètres microstructuraux sur les propriétés en fatigue – temps de maintien est complexe, en raison du couplage entre les processus caractéristiques de la fatigue pure et ceux du fluage pur. Ainsi, de manière globale, deux cas sont identifiés dans la littérature : les cas

des faibles temps de maintien, où le comportement est dominé par la fatigue, et les cas des longs temps de maintien, où le comportement est de type fluage pur. L'influence des paramètres microstructuraux sera alors soit proche de celle retrouvée sur les propriétés en fatigue pure (Chap. I2.1.1.) dans le cas des temps de maintien courts, et proche de celle identifiée en fluage pur (Chap. I2.1.2. et Chap.III1.3.) dans le cas des longs temps de maintien.

### **V1.2.3. Synthèse**

L'ensemble de ces études a permis de clairement mettre en évidence le couplage existant entre la fatigue et le fluage, et la nécessité de réaliser des essais mécaniques avec des cycles trapézoïdaux, qui permettent de mieux rendre compte des cycles que voient les pièces en service.

La plupart de ces études se sont attaché à étudier l'influence de la variation du temps de maintien sur la réponse du matériau testé, à une contrainte maximale appliquée donnée et une température fixe. Cet angle de recherche a en particulier fait ressortir une transition de mécanismes de comportement et d'endommagement en fonction du temps de maintien. Pour les temps de maintien courts, ceux-ci seront proches d'une sollicitation cyclique pure, tandis que les temps de maintien longs entraîneront des comportements et mécanismes d'endommagement du même type que ceux retrouvés en fluage pur. La valeur de temps de maintien correspondant à cette transition est variable, en fonction des conditions d'essais utilisées ainsi que du matériau testé.

***N.B. Les essais de fatigue – temps de maintien, en particulier dans le cas de longs temps de maintien (supérieurs à la transition mentionnée précédemment), peuvent être appelés essais de « fluage cyclé ». Dans ce cas, l'essai est considéré comme un essai de fluage pur dans lequel des phases de décharge sont introduites de manière régulière.***

Cependant, peu d'études ont cherché à faire varier la contrainte maximale appliquée. Il semble par exemple important de savoir si cette transition de comportement est la même quelle que soit la contrainte appliquée. De la même façon, connaître l'importance de la valeur de la contrainte maximale appliquée, pour un temps de maintien fixé, sur le comportement global du matériau est indispensable pour comprendre en détail comment les interactions fatigue/fluage fonctionnent lors de ce type de sollicitation. Notre étude sur le comportement en fatigue – temps de maintien de l'AD730™ s'est principalement focalisée sur ces aspects.

## Partie V2. Influence du temps de maintien à contrainte maximale appliquée

Le premier paramètre expérimental étudié en fatigue – temps de maintien est la durée de ce temps de maintien. La réponse de chacune des deux microstructures testées sera donc analysée en fonction de l'évolution du temps de maintien.

Quelques essais de fatigue pure en contrainte imposée (considérés comme des essais de fatigue – temps de maintien avec un temps de maintien infiniment court) ont premièrement été effectués. Ceux-ci seront présentés dans un premier temps, suivis des essais de fatigue – temps de maintien.

### V2.1. Présentation des essais de fatigue pure

Sept essais de fatigue pure ont été conduits sur les deux microstructures polycristallines GG et GF. Ces essais ont été menés à 700°C, en contrainte imposée avec un rapport de charge positif  $R_r = 0,05$ , d'une fréquence  $f = 0,5$  Hz. Le signal est triangulaire, comme exposé dans la Figure II-11.

Les résultats de ces essais sont présentés dans la Figure V-6 ci-après.

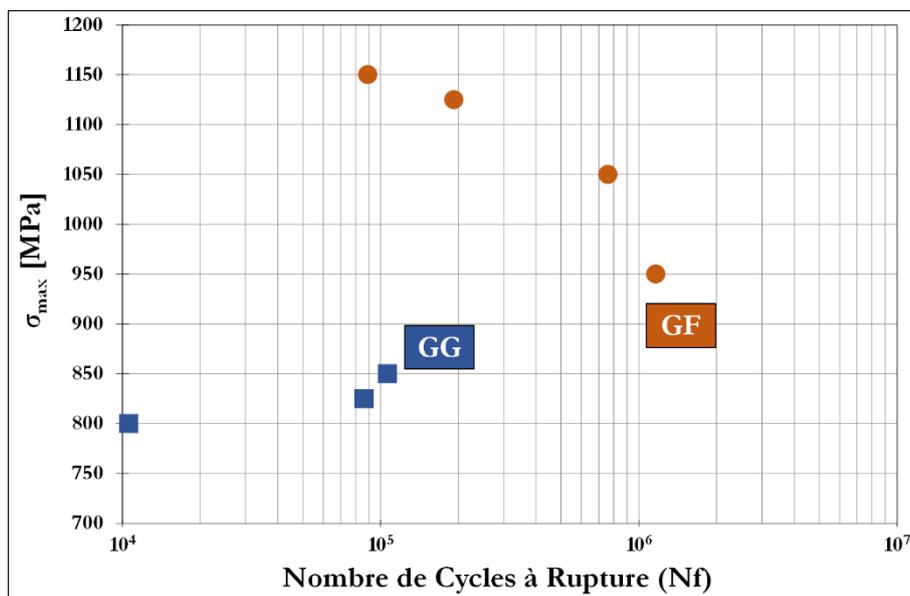


Figure V-6 : Contrainte maximale appliquée en fonction du nombre de cycles à rupture pour les essais de fatigue pure réalisés sur les microstructures GG et GF – 700°C ;  $R_r = 0,05$  ;  $f = 0,5$  Hz

Ce graphique met tout d'abord en évidence les meilleures propriétés en fatigue pure de la microstructure GF par rapport à la microstructure GG. Ce résultat tout à fait attendu peut directement être relié aux limites d'élasticité (définies à 0,2% de déformation plastique, à 700°C) (Annexe B) de ces deux microstructures ( $R_{p0,2}(GF) = 1110$  MPa ;  $R_{p0,2}(GG) = 886$  MPa lorsque

$\dot{\epsilon} = 5.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) : plus la limite d'élasticité est élevée, meilleures sont les propriétés en fatigue pure (Chap.I2.1.1.).

D'autre part, les résultats associés à la microstructure GG sont très dispersés. Cette dispersion s'explique par la nature des sites d'amorçage de fissures associée à ces conditions de cyclage (Figure V-7). La fatigue pure permet en effet de sonder les défauts d'une microstructure. Dans le cas d'une microstructure à gros grains dans l'AD730™, les plus gros « défauts » susceptibles de déclencher l'amorçage de fissure sont des grains de taille supérieure à la moyenne. La fissure s'amorce dans ce cas sur un des joints de ce grain, ou souvent sur un joint de macle traversant [Miao, 2009], [Larrouy, 2014]. Par exemple, le site d'amorçage de fissure sur le faciès de rupture présenté sur la Figure V-7 correspond à un ou des joints de macles associés à un amas de trois grains de taille supérieure à la moyenne (de l'ordre de 300  $\mu\text{m}$  dans la microstructure GG). De plus, ces sites d'amorçage sont situés en interne.

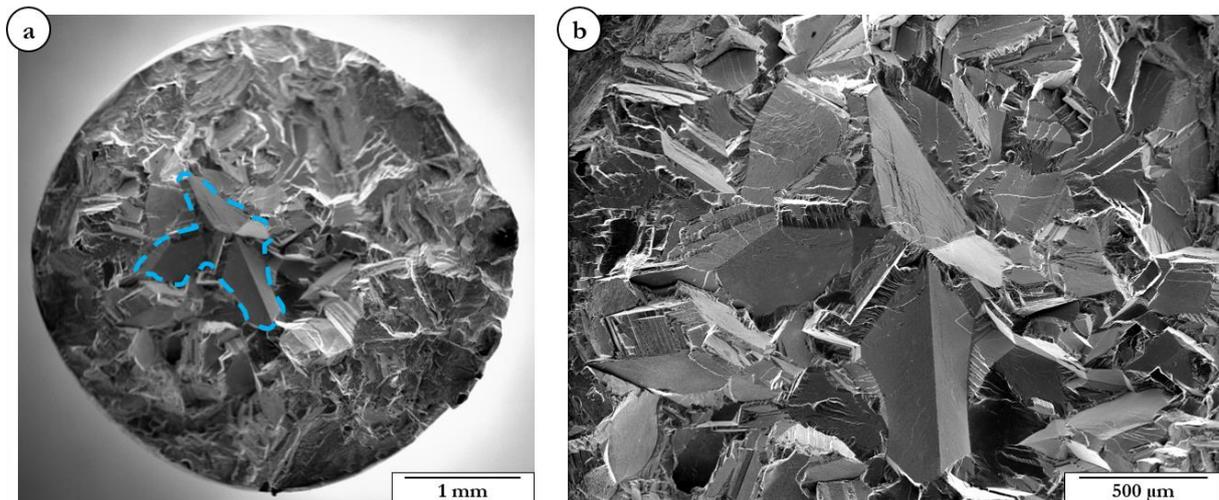


Figure V-7 : Faciès de rupture de l'éprouvette GG testée en fatigue pure – 700°C ;  $R_\sigma = 0,05$  ;  $f = 0,5 \text{ Hz}$  ;  $\sigma_{\max} = 825 \text{ MPa}$

Le faciès de rupture d'une éprouvette GF testée en fatigue pure ( $\sigma_{\max} = 1125 \text{ MPa}$ ) est exposé en Figure V-8.

Le site d'amorçage est mis en évidence sur la Figure V-8 par les pointillés orange, tandis que les premiers stades de propagation sont matérialisés par les pointillés bleus. Les facettes observées sur la Figure V-8.b., ainsi que les quelques traces de précipités  $\gamma'$  primaires, permettent de dire que l'amorçage de fissures et les premiers stades de propagation sont mixtes trans/intergranulaires. Le même type de faciès est observé pour l'ensemble des éprouvettes GF testées en fatigue pure.

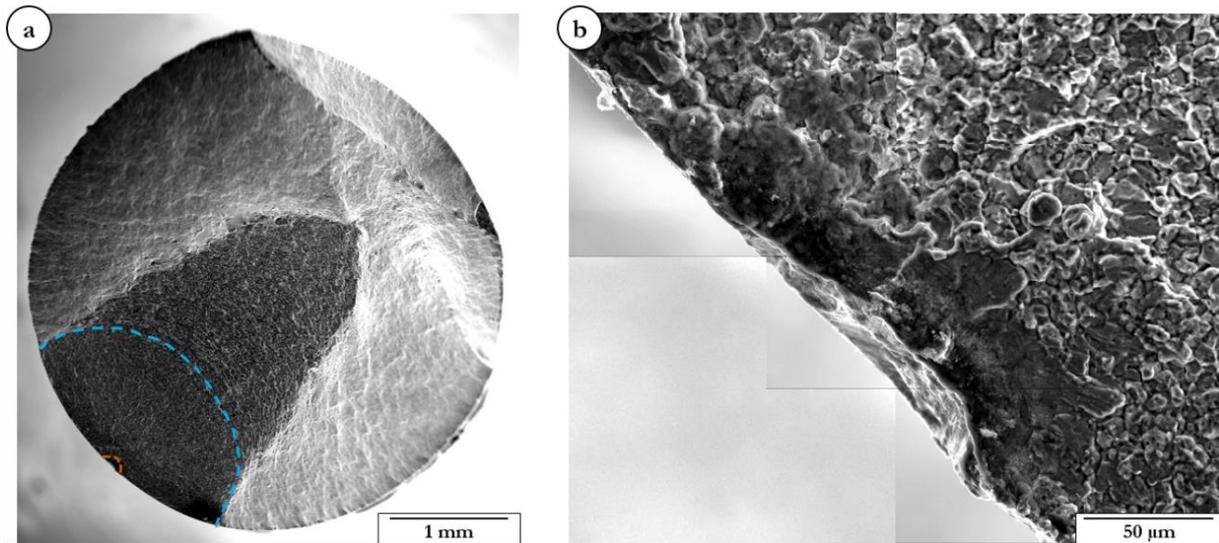


Figure V-8 : Faciès de rupture de l'éprouvette GF testée en fatigue pure – 700°C ;  $R_\sigma = 0,05$  ;  $f = 0,5$  Hz ;  $\sigma_{\max} = 1125$  MPa

La nature de la zone d'amorçage est difficile à identifier sur le faciès de la Figure V-8.b. Cependant, les précédentes études sur des alliages proches de l'AD730™, dans des versions grains fins [Billot, 2010], [Laurence, 2016] indiquent que les interfaces « précipités  $\gamma'$  primaires / joints de grains » constituent les sites d'amorçage privilégiés en fatigue pure. Dans l'AD730™, ces zones ont déjà été reconnues comme étant à l'origine de l'amorçage de fissures en fluage pur, en raison notamment de l'oxydation privilégiée qui se produit sur ces sites (Chap.III et Chap. IV). Nous considérerons que dans ce cas aussi, les amorces de fissures se situent au niveau de ces interfaces.

La nature des sites d'amorçages pour les microstructures GG et GF est importante : dans le cas de la microstructure GG, l'amorçage intervient de manière interne. Au contraire, l'amorçage de la fissure fatale sur les éprouvettes GF se fait systématiquement à la surface. Ce point permet d'expliquer les différences en termes de dispersion observées pour les microstructures GG et GF : l'amorçage de fissure à cœur pour la microstructure GG contribue en effet à une dispersion importante de la durée de vie.

## V2.2. Présentation des résultats de fatigue – temps de maintien

La première manière d'exposer les résultats des essais de fatigue – temps de maintien est de représenter le nombre de cycles à rupture en fonction du temps de maintien appliqué, pour chacune des contraintes maximales appliquées et sur les deux microstructures testées (Figure V-9).

Cette représentation permet de comparer directement les résultats de fatigue – temps de maintien à ceux de fatigue pure (temps de maintien infiniment court).

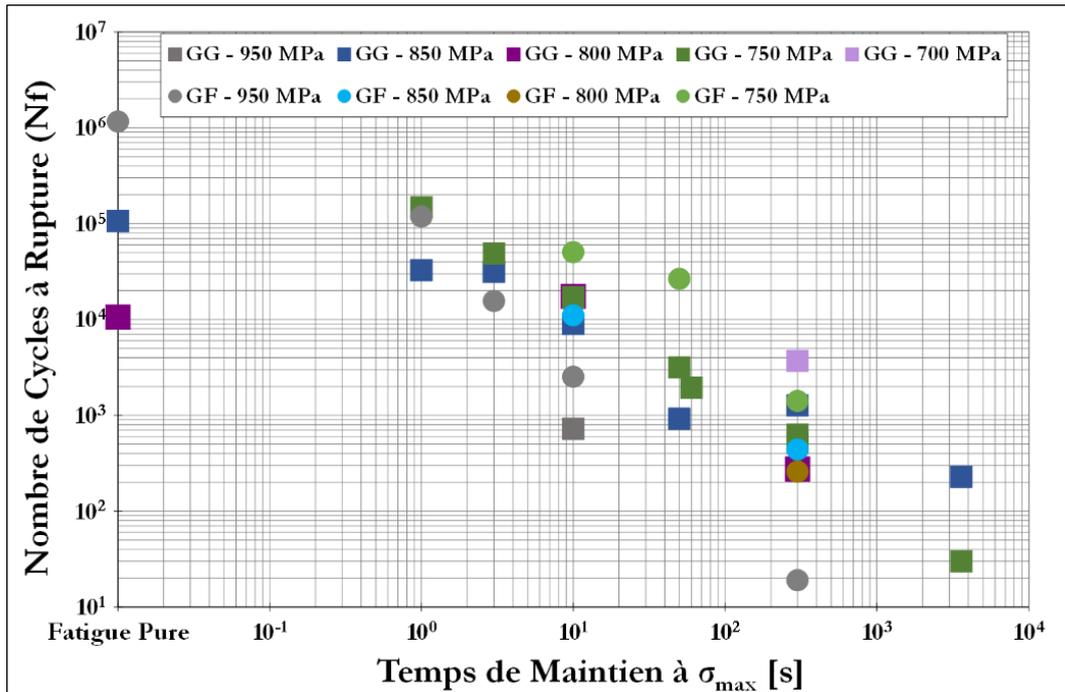


Figure V-9 : Nombre de cycles à rupture en fonction du temps de maintien – 700°C ;  $R_r = 0,05$

La principale conclusion tirée de ce diagramme est la diminution du nombre de cycles à rupture par rapport à la fatigue pure, dès l'introduction d'un temps de maintien à contrainte maximale, aussi petit soit-il ( $\Delta t = 1$  s). De plus, plus le temps de maintien est long, plus le nombre de cycles à rupture est faible. Ces résultats sont en accord avec les précédentes études sur les interactions fatigue/fluage dans les superalliages [Flageolet, 2005], [Zrník, 2001], [Billot, 2010], [Laurence, 2016].

Une manière différente de représenter les résultats de fatigue – temps de maintien en termes de durabilité est de tracer les courbes de temps cumulé à contrainte maximale en fonction du temps de maintien. De cette manière, les propriétés en fatigue – temps de maintien sont comparées à celle de fluage pur.

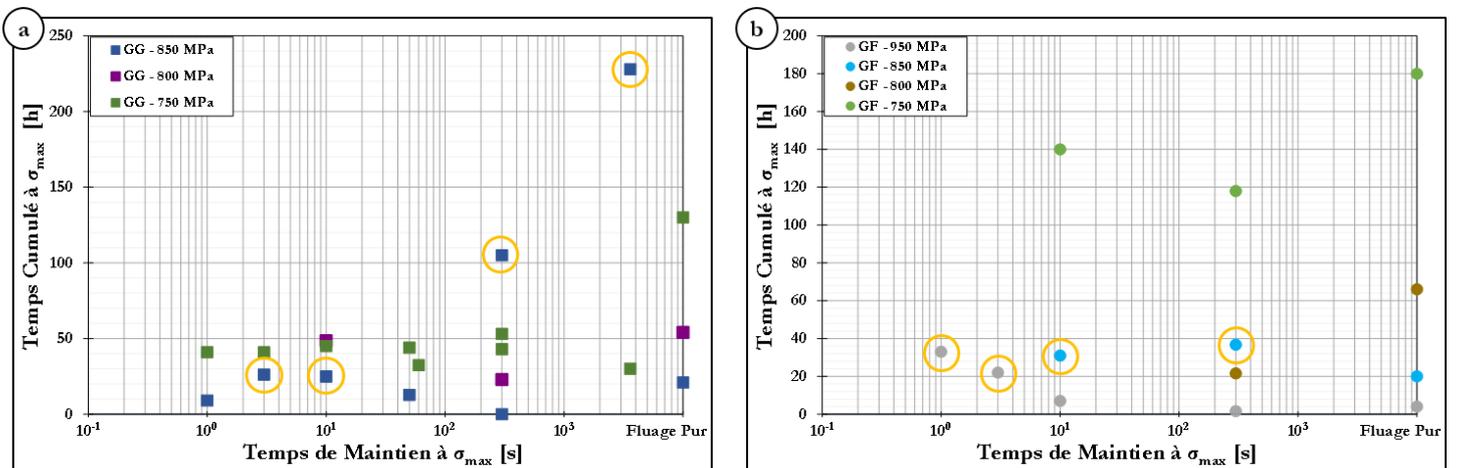


Figure V-10 : Temps cumulés à contrainte maximale à rupture en fonction du temps de maintien – Microstructure GG (a) et GF (b)

Dans la majorité des cas, le temps cumulé à contrainte maximale est borné par la durée de vie en fluage pur. Cependant, il existe quelques points singuliers, pour lesquels le temps cumulé à contrainte maximale en fatigue – temps de maintien est supérieur à la durée de vie en fluage à contrainte équivalente. Ces points ont été mis en évidence sur les graphiques de la Figure V-10 par les cercles jaunes. Ceux-ci seront étudiés en détails dans la partie suivante (Partie V3).

De manière à analyser l'influence du temps de maintien à une contrainte maximale appliquée sur le comportement mécanique tout au long de la durée de vie, il est possible de tracer les courbes « Déformation plastique cumulée en fonction du temps cumulé à contrainte maximale ». Pour la microstructure GG, les conditions de chargement pour lesquelles un maximum de valeurs de temps de maintien a été balayé sont  $\sigma_{\max} = 750$  MPa et  $\sigma_{\max} = 850$  MPa. La Figure V-11 présente les résultats des essais pour  $\sigma_{\max} = 750$  MPa.

**Remarque 1 :** Sur cette figure, comme sur chacune des figures représentant des courbes de fatigue – temps de maintien, l'essai de fluage pur réalisé à la contrainte égale à la contrainte maximale appliquée de fatigue – temps de maintien sera représenté par une ligne continue et/ou pointillée. Celui-ci est alors considéré comme un essai de fatigue – temps de maintien avec un temps de maintien infiniment long.

**Remarque 2 :** La déformation représentée dans toutes ces figures correspond à la déformation maximale relevée à chacun des cycles enregistrés.

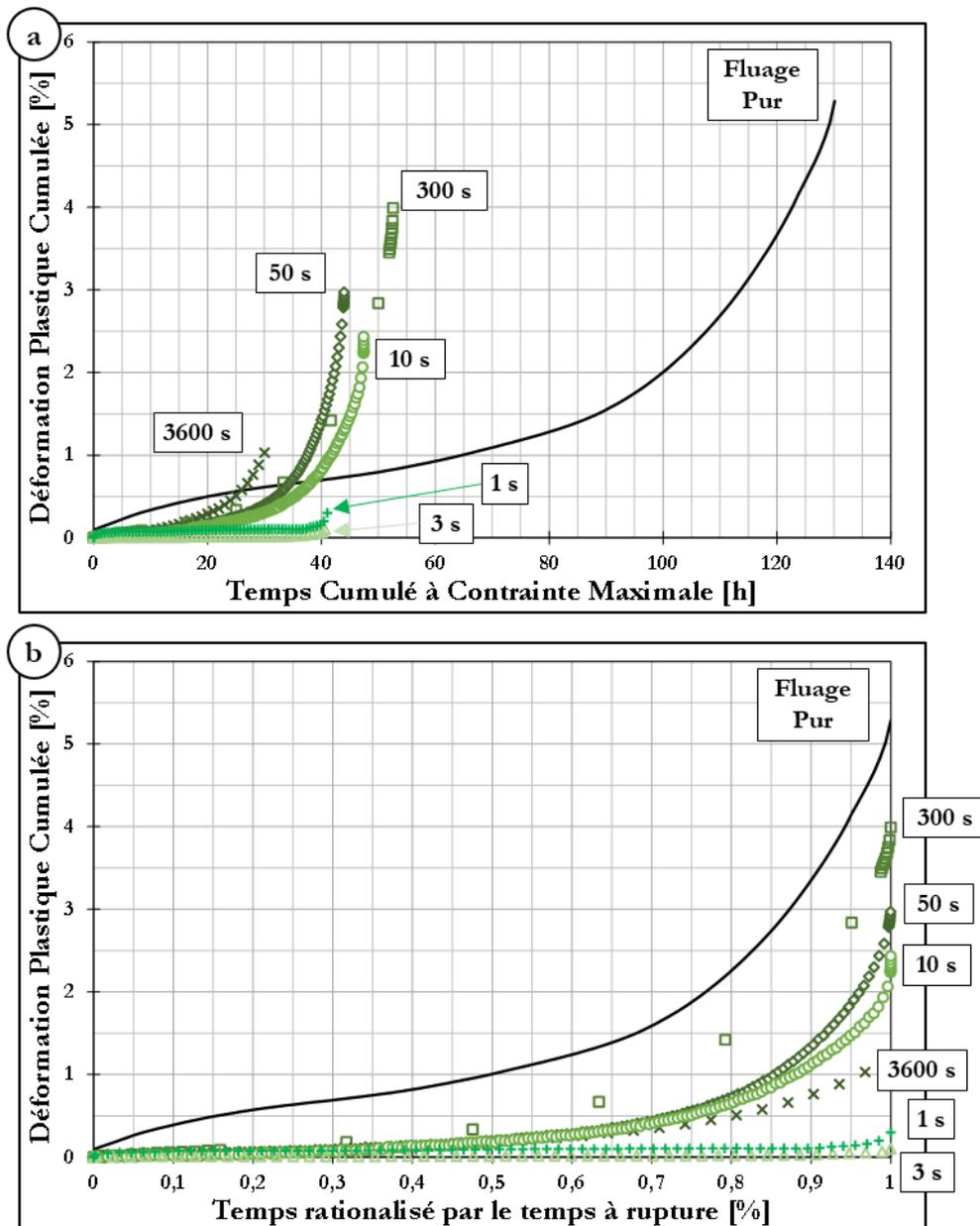


Figure V-11 : Courbes des essais de fatigue – temps de maintien ; Microstructure GG ; 700°C ;  $R_\sigma = 0,05$  ;  $\sigma_{\max} = 750 \text{ MPa}$

Sur la Figure V-11, deux types de courbes se distinguent. Lorsque le temps de maintien est court ( $\Delta t \leq 3 \text{ s}$ ), l'allure des courbes de fatigue – temps de maintien est très proche d'une courbe de fatigue pure, avec une déformation qui évolue très peu pendant 90% de la durée de vie, puis une augmentation rapide de celle-ci en toute fin d'essai associée au développement de la fissure principale.

Lorsque le temps de maintien est plus long ( $\Delta t > 10 \text{ s}$ ), les courbes présentent une allure plus proche de ce qui caractérise le fluage pur, avec une déformation qui augmente de manière continue pendant l'essai. On ne retrouve cependant pas toujours le stade primaire des essais de fluage pur « classiques ».

Sur la Figure V-11.b., l'allure de la courbe correspondant à l'essai réalisé à  $\Delta t = 10$  s est « intermédiaire » : une forte augmentation de la déformation est observée dans les derniers stades de l'essai, mais l'évolution de la déformation est plus continue que pour les temps de maintien plus courts.

**Remarque :** Cette absence de stade primaire pourrait être attribuée au moyen de chauffage équipant la machine d'essai (four à lampe), qui introduit un léger gradient thermique pouvant être à l'origine d'un allongement amoindri.

L'étude des vitesses de déformation en fonction de la déformation rend également compte de cette transition de comportement en fonction du temps de maintien (Figure V-12).

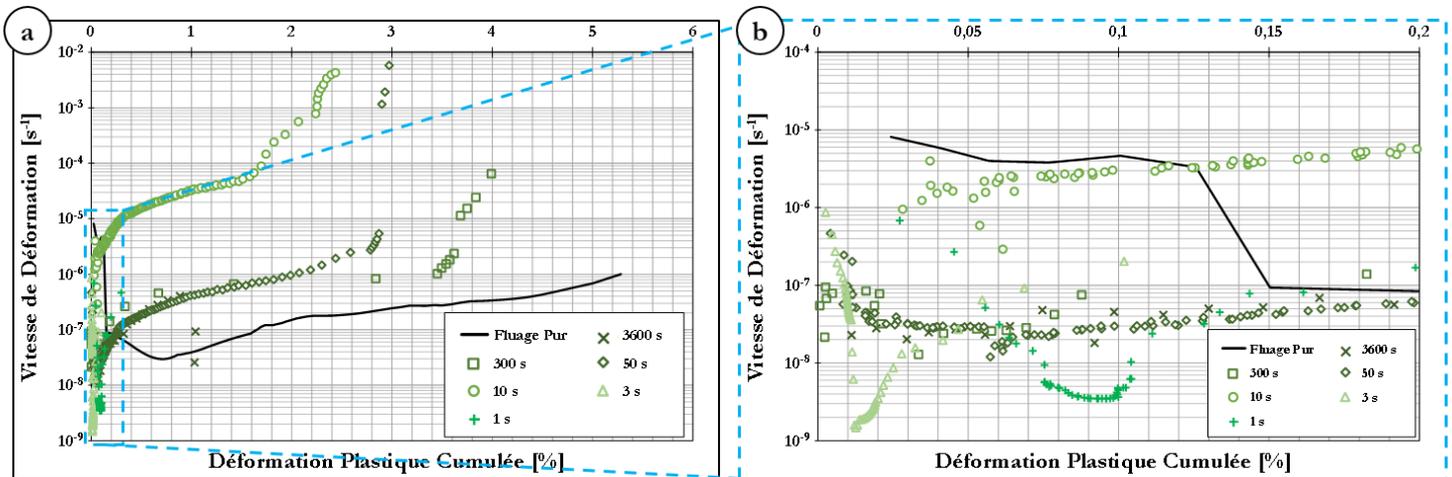


Figure V-12 : Vitesses de déformation en fonction de la déformation plastique pour les essais de fatigue – temps de maintien ; Microstructure GG ; 700°C ;  $R_\sigma = 0,05$  ;  $\sigma_{\max} = 750$  MPa

Sur les courbes de la Figure V-12, les vitesses de déformation relevées pour les temps de maintien les plus courts ( $\Delta t = 1$  s et  $\Delta t = 3$  s) sont faibles ( $\dot{\epsilon}_{\min} = 10^{-9}$  s $^{-1}$  à  $10^{-8}$  s $^{-1}$  environ) comparativement aux vitesses de déformation correspondant aux plus longs temps de maintien.

L'observation des faciès de rupture des éprouvettes testées dans ces conditions indique de plus que le changement de comportement se traduit également par un changement de mode d'endommagement (Figure V-13). En effet, l'endommagement des éprouvettes testées à faibles temps de maintien ( $\Delta t \leq 10$  s) est localisé sur des facettes cristallographiques débouchantes (probablement joints de macles). Les premiers stades de propagation de fissure autour de ce site d'amorçage (délimités par les contours violets pointillés sur les Figure V-13.a. et Figure V-13.c.) sont caractérisés par la présence de rivières de fatigue, typiques de ce qui est observé pour une sollicitation cyclique pure. Lorsque le temps de maintien est plus long ( $\Delta t \geq 300$  s) (Figure V-7.e.-f.-g.-h.), l'endommagement est caractéristique d'une sollicitation de fluage pur : sur ce type de faciès, aucune zone ne peut être déterminée comme étant l'amorçage de la fissure fatale,

l'endommagement étant volumique. De la même façon, aucune strie ni rivièrè, caractéristiques d'une sollicitation cyclique, n'a été observée sur ces faciès.

Cette transition de mécanisme d'endommagement en fonction du temps de maintien est observée sur la microstructure GG, mais aussi sur la microstructure GF, comme l'illustre la Figure V-14, représentant les courbes des essais de fatigue – temps de maintien effectués à  $\sigma_{\max} = 950$  MPa sur GF. Ces courbes montrent la différence de comportement entre les essais réalisés à grands temps de maintien ( $\Delta t > 300$  s) et à courts temps de maintien ( $\Delta t \leq 10$  s). Dans le cas des longs temps de maintien, la déformation augmente de manière continue tout au long de l'essai, et les vitesses de déformation sont élevées (du même ordre de grandeur que celles associées à l'essai de fluage pur). En revanche, pour les temps de maintien plus faibles la déformation augmente relativement peu pendant une grande partie de l'essai (80 % de l'essai, Figure V-14.b.), pour finalement augmenter rapidement en fin d'essai. De plus, ces essais sont caractérisés par des vitesses de déformation plus lentes (Figure V-14.c. et Figure V-14.d.). La Figure V-14.b. qui reporte les courbes rationalisées par le temps à rupture illustre particulièrement bien cette transition. À noter que pour cette microstructure et ces conditions d'essais, la transition de comportement de la fatigue dominante au fluage dominant correspondrait plutôt à un temps de maintien de  $\Delta t = 3$  s.

***N.B. Pour des raisons de simplicité, le « temps cumulé à contrainte maximale » pourra être dénoté « Durée de vie » (ou DDV), ou «  $t_R$  » dans la suite du manuscrit.***

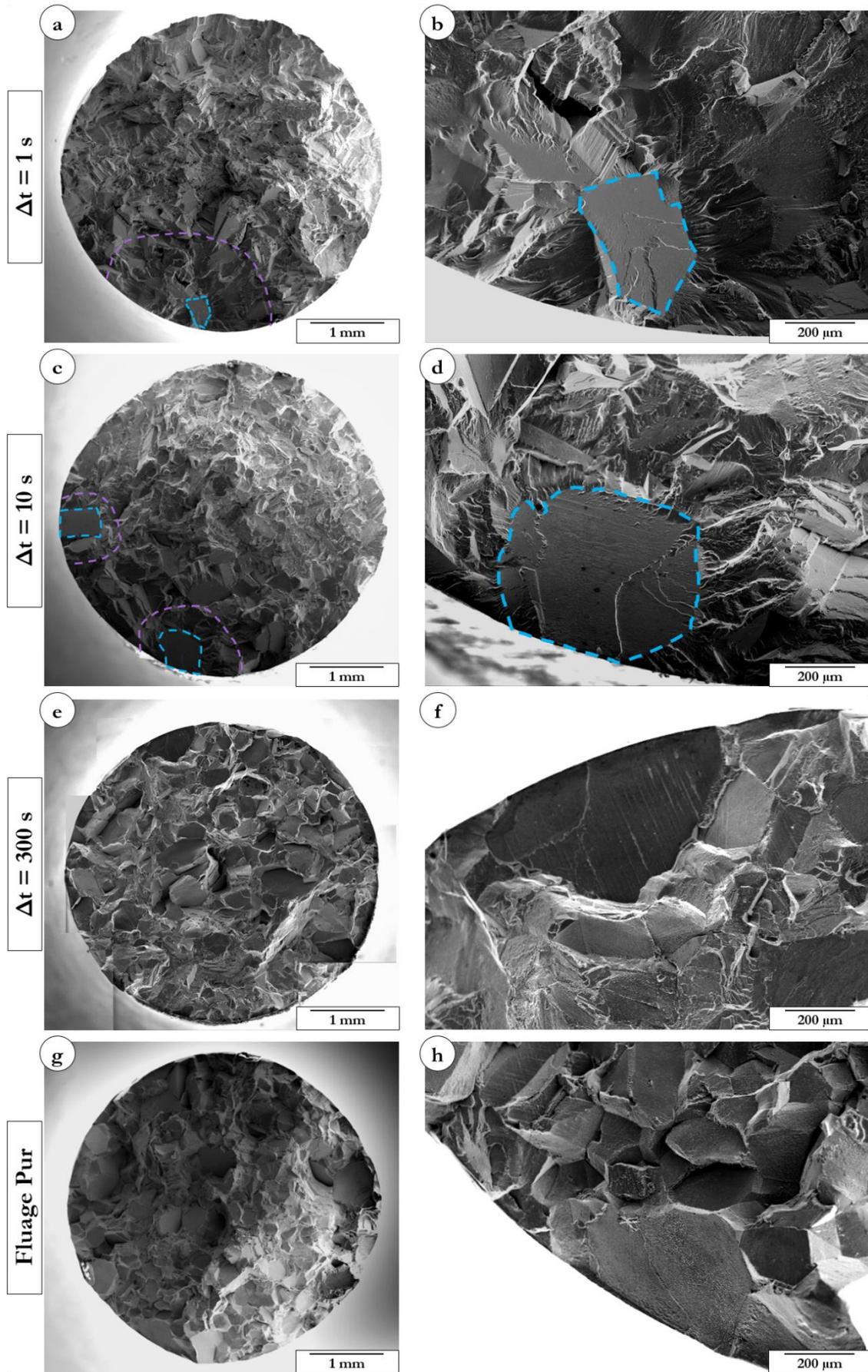


Figure V-13 : Faciès de rupture des éprouvettes GG testées en fatigue – temps de maintien ; 700°C ;  $R_\sigma = 0,05$  ;  $\sigma_{max} = 750$  MPa

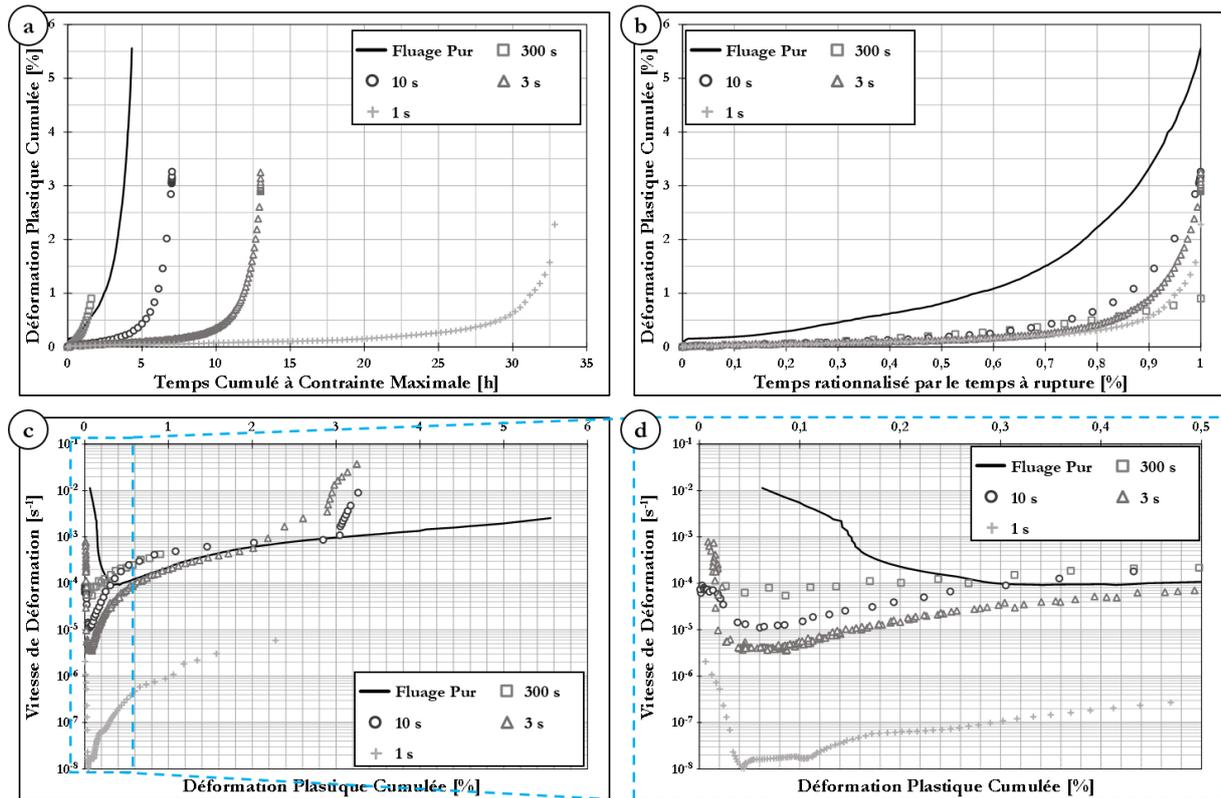


Figure V-14 : Courbes des essais de fatigue – temps de maintien ; Microstructure GF ; 700°C ;  $R_\sigma = 0,05$  ;  $\sigma_{\max} = 950 \text{ MPa}$

Les faciès de rupture des éprouvettes GF testées à 950 MPa de contrainte maximale sont présentés sur la Figure V-15. Pour tous les temps de maintien testés, le faciès se décompose en trois zones : la première zone (matérialisée par les pointillés bleus sur la Figure V-15) correspond à l’amorçage de fissure, et aux premiers stades de propagation. Là encore, il est difficile de déterminer la nature exacte du site d’amorçage par la seule observation des faciès de rupture. L’observation des fûts des éprouvettes rompues (Figure V-16) permet de compléter ces analyses, et indique que l’amorçage de fissure est intergranulaire, probablement assisté par l’oxydation aux joints de grains (Figure V-16.a.), avec un processus d’endommagement initial préférentiellement situé aux interfaces « précipités  $\gamma'_1$  / joints de grains » (Figure V-16.c.), comme cela a déjà pu être observé dans la littérature ([Billot, 2010], [Laurence, 2016]).

**Remarque :** Les observations de fûts d’éprouvettes testées mécaniquement en température sous air sont délicates en raison de la couche d’oxyde les recouvrant. Il est ainsi difficile de réaliser ces observations à fort grandissement.

La seconde zone rend compte de la propagation de fissure (pointillés violets sur la Figure V-15). La dernière zone correspond enfin à la rupture finale. Quelle que soit la valeur de temps de maintien appliquée, les premiers stades de propagation sont mixtes inter/transgranulaires : les traces de précipités  $\gamma'_1$  sont en effet visibles sur les Figure V-15.b, d, f et h (indiquées par les flèches bleues),

justifient de la partie intergranulaire de la propagation ; cependant, des facettes sont également observées, suggérant une partie transgranulaire de ces premiers stades de propagation. La transition de comportement entre fatigue et fluage n'est donc pas détectable par l'observation seule des faciès de rupture pour la microstructure GF.

**Synthèse :**

Une transition de comportement a été relevée en fonction de la durée du temps de maintien appliquée, pour les deux microstructures testées. Cette transition se situe autour de  $\Delta t = 10$  s pour la microstructure GG, et de  $\Delta t = 3$  s pour la microstructure GF. Lorsque le temps de maintien est inférieur à cette valeur, le comportement et l'endommagement sont de type fatigue. L'allongement du temps de maintien au-delà de cette valeur conduit au contraire à un comportement et à un endommagement plutôt de type fluage.

Il convient de noter que quelle que soit la microstructure testée, la contrainte maximale appliquée, ou bien encore le temps de maintien appliqué, les vitesses de déformation des essais de fatigue – temps de maintien sont systématiquement inférieures aux vitesses de déformation des essais de fluage pur associés.

Lors d'un essai de fatigue – temps de maintien, le couplage entre les mécanismes de fatigue et de fluage entraînent en effet un ralentissement des processus de déformation viscoplastiques (les processus de fluage pur ont moins de temps pour se développer). Les phases de décharge peuvent de plus mener à des phénomènes de restauration. Ces deux effets combinés conduisent donc à des vitesses de déformation plus faibles en fatigue – temps de maintien qu'en fluage pur.

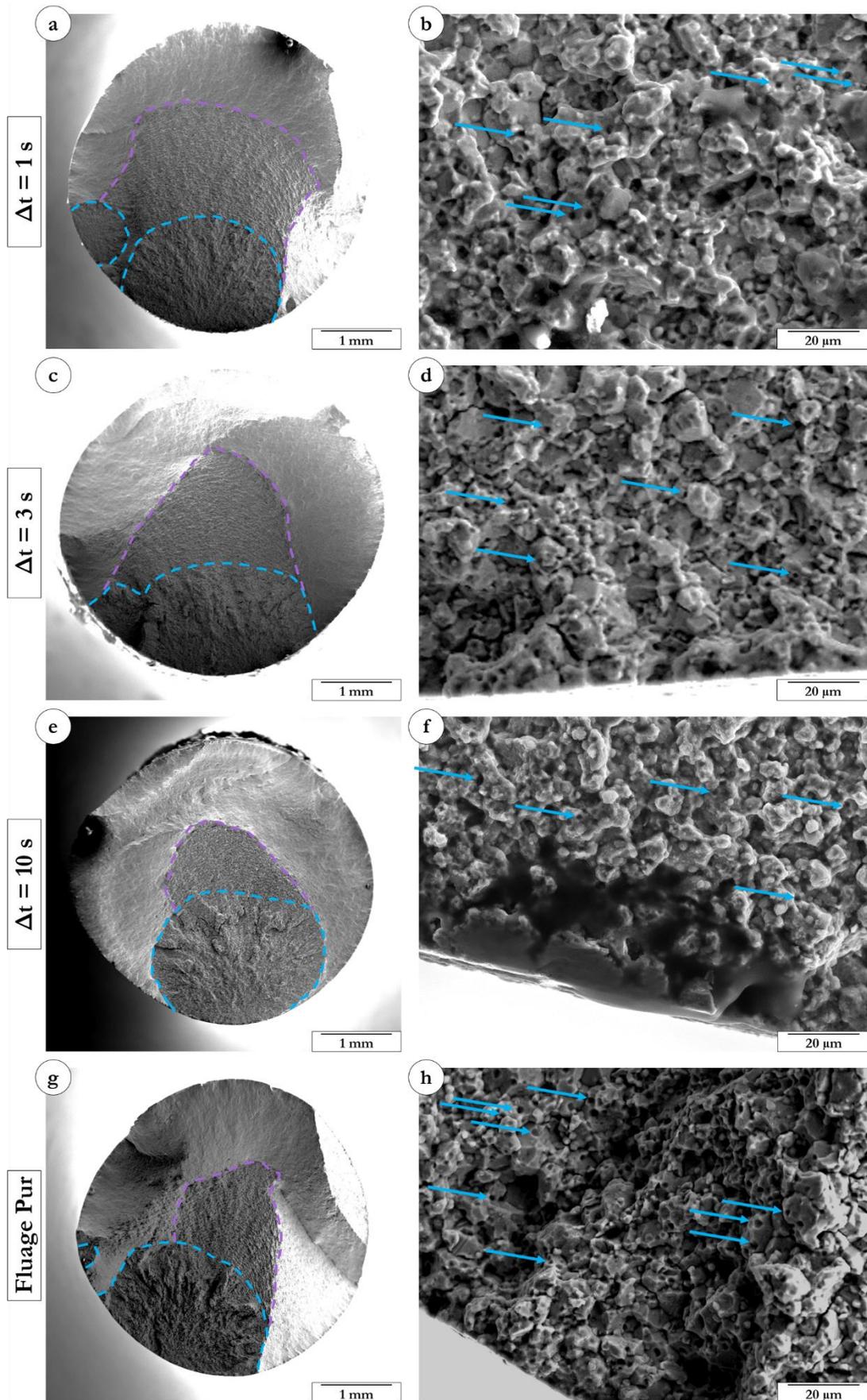


Figure V-15 : Faciès de rupture des éprouvettes GF testées en fatigue – temps de maintien ; 700°C ;  $R_\sigma = 0,05$  ;  $\sigma_{\max} = 950$  MPa ; (b)(d)(f)(h) Zooms sur les zones d'amorçage ; Quelques traces de la présence de précipités  $\gamma'$  primaires sont mises en évidence par les flèches bleues

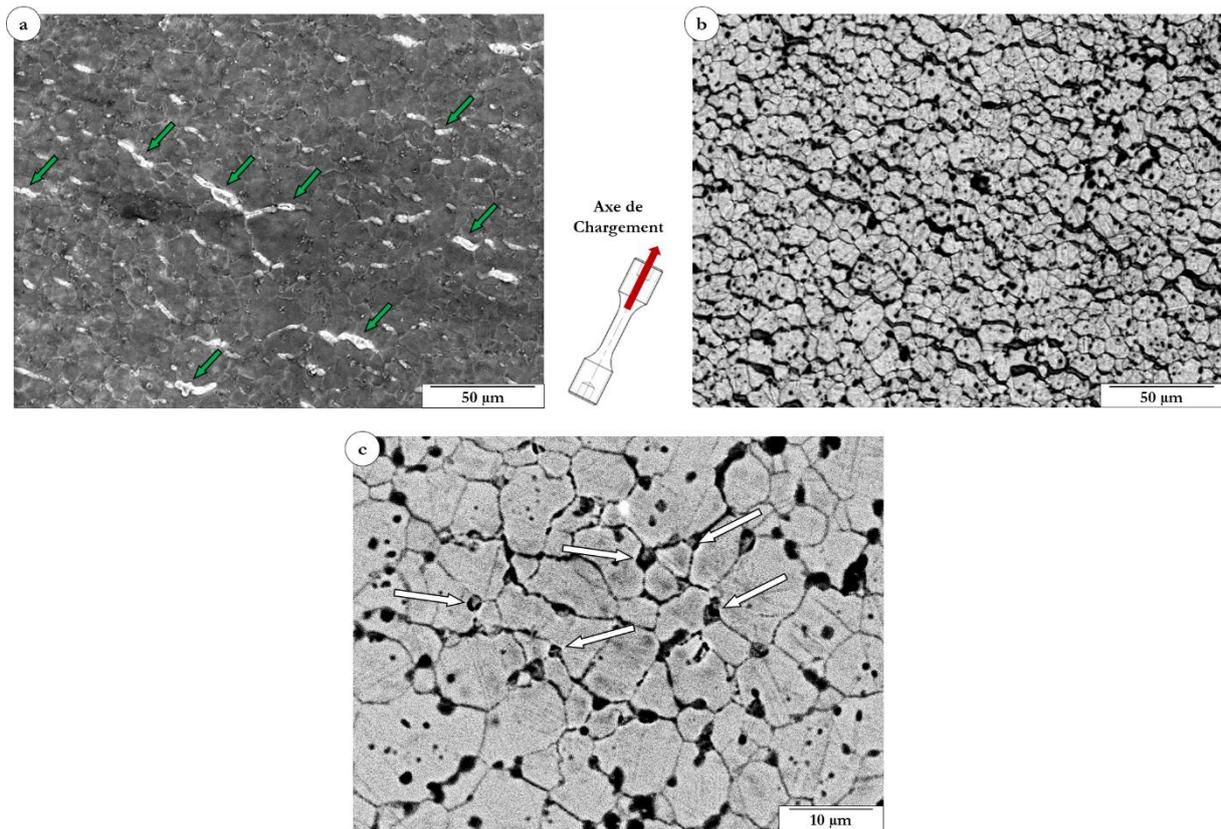


Figure V-16 : Observation MEB des fûts d'éprouvettes GF testées en fatigue – temps de maintien; 700°C ;  $R_\sigma = 0,05$  ;  $\sigma_{\max} = 850$  MPa ;  $\Delta t = 300$  s ; Les flèches vertes pointent l'oxydation aux joints de grains (a) et les blanches indiquent l'endommagement aux interfaces précipités  $\gamma'_1$  / joints de grains

(a) (b) Essai mené à rupture

(c) Essai interrompu à 0,7 % de déformation plastique cumulée

## Partie V3. Influence de la contrainte maximale appliquée

Le second paramètre expérimental analysé pour les sollicitations de fatigue – temps de maintien est la valeur de la contrainte maximale appliquée. L'étude de la variation de comportement des deux microstructures testées en fonction de ce paramètre est proposée dans cette partie.

### V3.1. Présentation des résultats

De manière à étudier l'impact de la variation de la contrainte maximale appliquée sur le comportement de chaque microstructure, les courbes de fatigue – temps de maintien à temps de maintien fixe pour différentes valeurs de contraintes maximales sont représentées.

La première valeur de temps de maintien exposée est  $\Delta t = 10$  s (Figure V-17). Cette valeur correspond à un temps de maintien transitoire, autour duquel, dans ces conditions d'essais, le comportement des superalliages a classiquement tendance à passer d'un comportement proche fatigue à un comportement proche fluage (voir V1.2) [Flageolet, 2005], [Billot, 2010], [Laurence, 2016].

Lorsque les courbes associées à la microstructure GG sont analysées (Figure V-17.a.), il apparaît que, pour la majorité des contraintes appliquées ( $\sigma_{\max} = 750$  MPa, 800 MPa, 950 MPa), l'essai de fatigue – temps de maintien présente des temps cumulés à contrainte maximale inférieurs à la durée de vie de l'essai de fluage pur. Cependant, lorsque  $\sigma_{\max} = 850$  MPa, le temps cumulé à contrainte maximale de l'essai de fatigue – temps de maintien est plus grand que l'essai de fluage pur qui y est associé. Ce phénomène est très surprenant, et était inattendu au début de cette campagne d'essai.

D'autre part, l'étude des courbes correspondant à la microstructure GF indique que ce bénéfice (en termes de temps cumulé à contrainte maximale) d'essais de fatigue – temps de maintien par rapport au fluage pur est vérifié aussi, pour les contraintes  $\sigma_{\max} = 950$  MPa et 850 MPa.

Ces résultats suggèrent que la réponse du matériau au couplage fatigue/fluage est plus complexe que ce que nous envisagions et qu'elle dépend de la contrainte maximale appliquée.

Les courbes de fatigue – temps de maintien ont ensuite été tracées pour les essais effectuées à  $\Delta t = 300$  s. Dans ces conditions, le phénomène exposé précédemment semble exacerbé. Par exemple, pour  $\sigma_{\max} = 850$  MPa pour la microstructure GG (Figure V-18.a.), la durée à rupture en fluage est de 21 h, tandis que le temps cumulé à contrainte maximale à l'issue de l'essai de fatigue – temps de maintien à la même contrainte est de 106 h (soit  $\sim 5$  fois plus long). De la même manière, pour la microstructure GF et  $\sigma_{\max} = 850$  MPa (Figure V-18.b.), une augmentation de la durée à rupture de l'essai de fatigue – temps de maintien par rapport au fluage pur d'un facteur 1,8 est relevée. Pour les autres contraintes, et pour les deux microstructures, les essais de

fatigue – temps de maintien présentent des durées à rupture inférieures à celles correspondant aux essais de fluage pur.

Le changement de comportement du matériau en fonction de la contrainte maximale appliquée lors de sollicitations de fatigue – temps de maintien est donc confirmé.

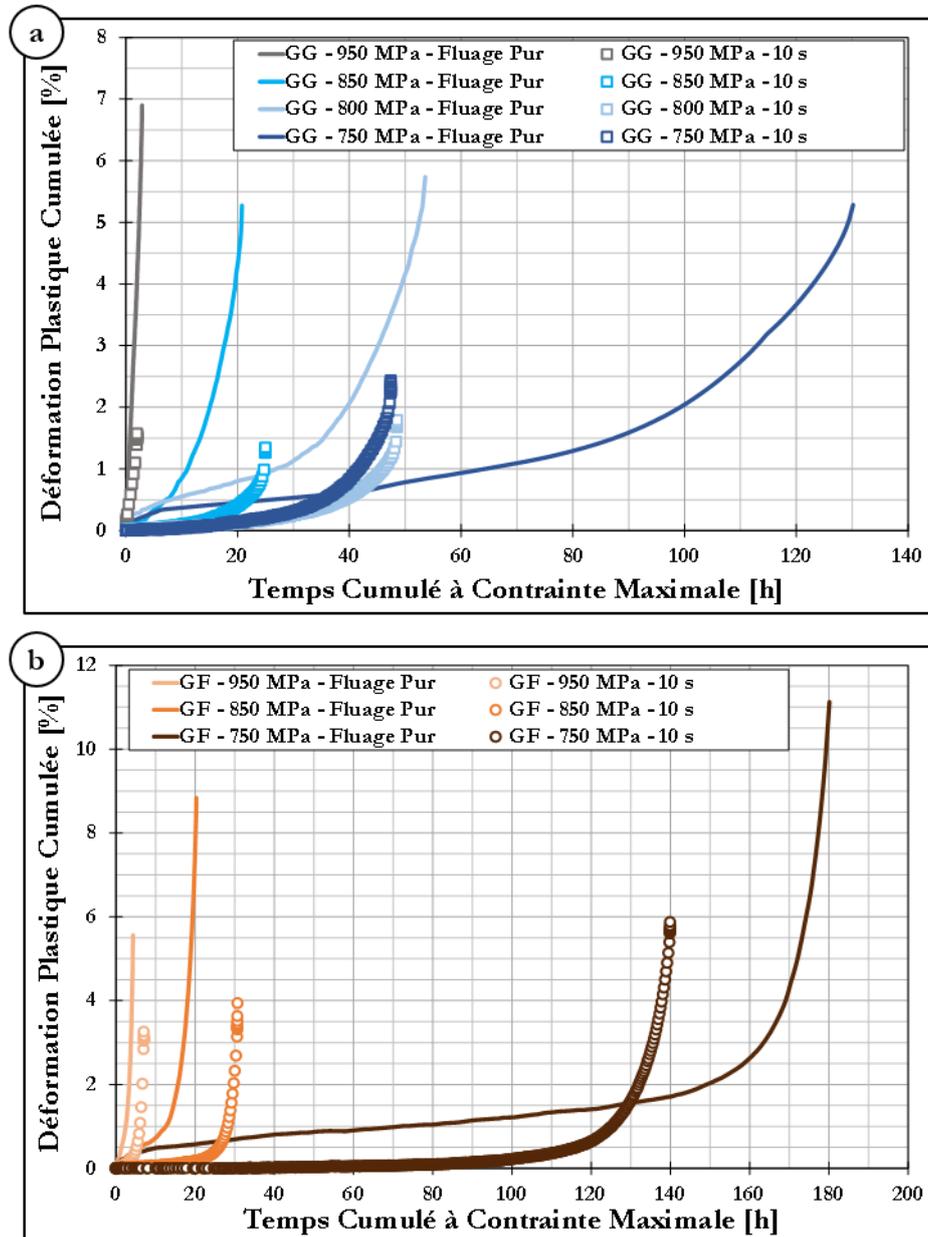


Figure V-17 : Courbes de fatigue – temps de maintien des essais réalisés à  $\Delta t = 10$  s ;  $700^{\circ}\text{C}$  ;  $R_{\sigma} = 0,05$  – Microstructures GG (a) et GF (b)

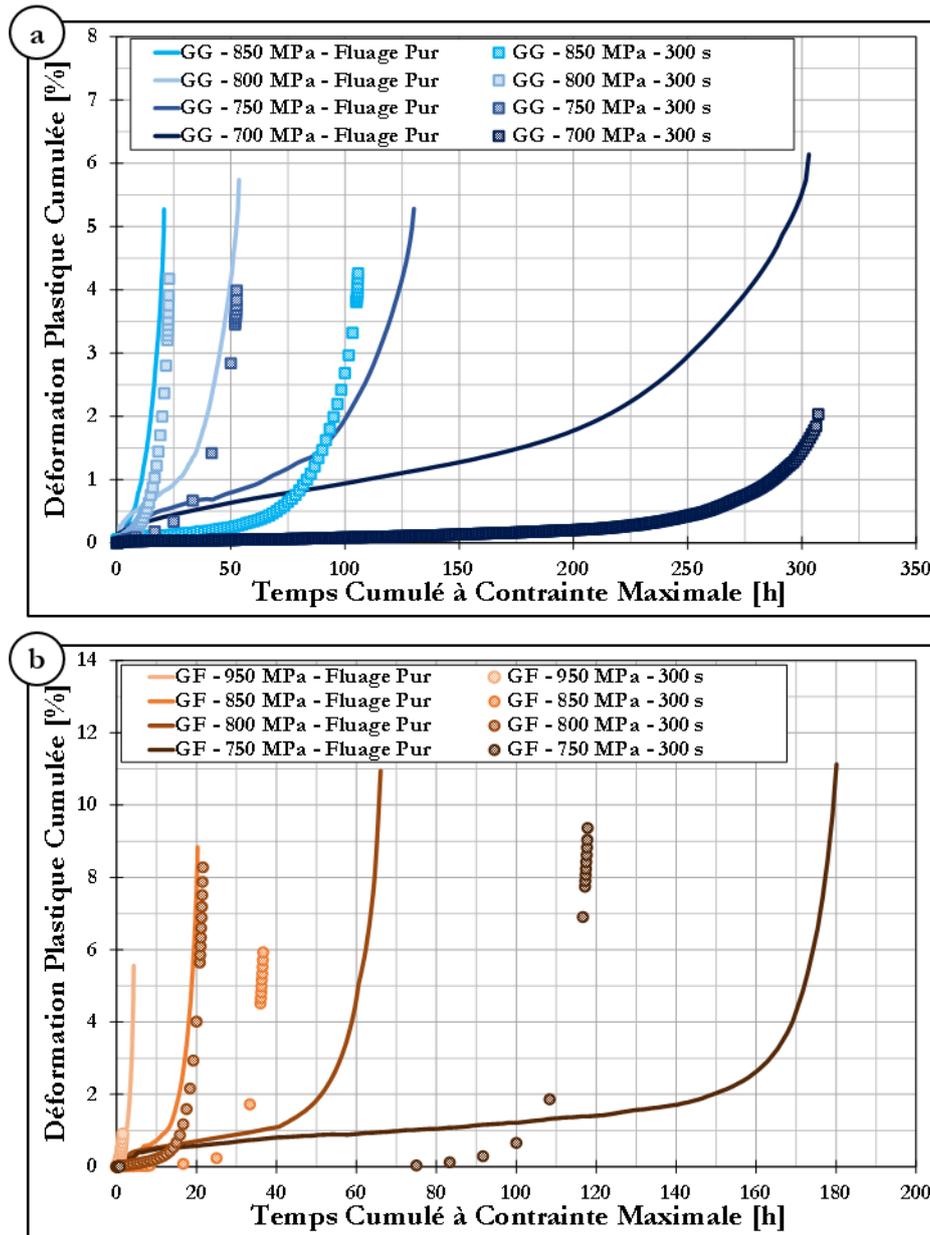


Figure V-18 : Courbes de fatigue – temps de maintien des essais réalisés à  $\Delta t = 300$  s ;  $700^{\circ}\text{C}$  ;  $R_{\sigma} = 0,05$  – Microstructures GG (a) et GF (b)

Il est alors possible d'établir une plage de contrainte, dans laquelle les essais de fatigue – temps de maintien conduisent à des temps cumulés à contrainte maximale supérieurs aux durées de vie en fluage pur, dans l'intervalle de temps de maintien considéré (10 s – 300 s). Cette plage de contrainte est comprise entre  $\sigma_{\text{max}} = 850$  MPa et  $\sigma_{\text{max}} = 950$  MPa (inclusive ou non en fonction du temps de maintien et de la microstructure considérés).

L'analyse des courbes « Vitesses de déformation en fonction de la déformation » des essais effectués à  $\Delta t = 300$  s (Figure V-19) mène aux mêmes conclusions que celles exposées dans la partie précédente (V2.2) : les vitesses de déformation macroscopiques sont systématiquement plus faibles pour les essais de fatigue – temps de maintien par rapport à celles de fluage pur.

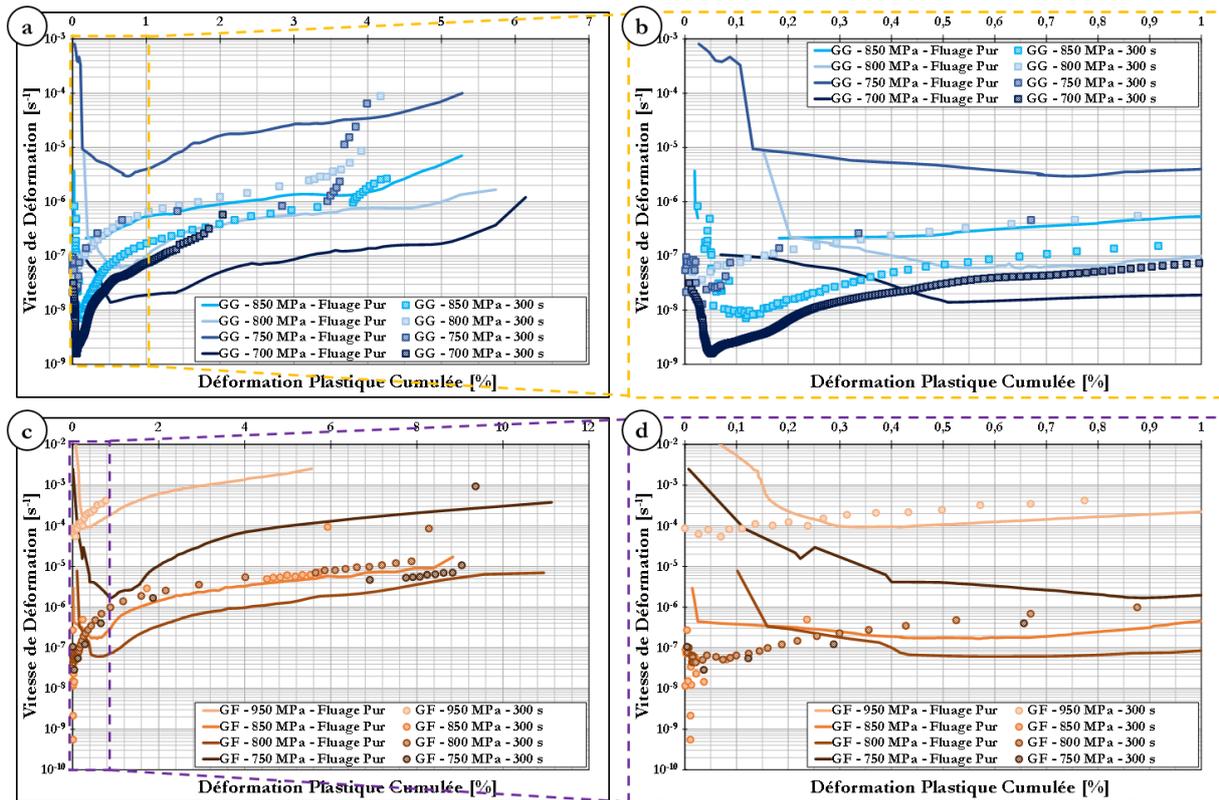


Figure V-19 : Vitesses de déformation en fonction de la déformation pour les essais de fatigue – temps de maintien réalisés à  $\Delta t = 300$  s ;  $700^{\circ}\text{C}$  ;  $R_{\sigma} = 0,05$

(a) (b) Microstructure GG  
(c) (d) Microstructure GF

Ces courbes permettent cependant de mettre en évidence un élément important : les vitesses de déformation des essais de fatigue – temps de maintien à  $\sigma_{\max} = 850$  MPa sont très faibles, voire inférieures aux vitesses de déformation des essais effectués à contraintes maximales appliquées plus faibles.

Ce point est plus visible encore sur la Figure V-20 suivante, présentant les vitesses minimales de déformation en fonction de la contrainte appliquée. Il est clair sur ce graphique que les vitesses minimales de déformation correspondant aux essais de fatigue – temps de maintien effectués à  $\sigma_{\max} = 850$  MPa sont très faibles, et sortent de la tendance relevée pour la plupart des essais pour les deux microstructures GG et GF.

Ainsi, les grandes durées de vie observées sur les deux microstructures testées, lorsque la contrainte maximale appliquée est de  $\sigma_{\max} = 850$  MPa, sont associées à des vitesses de déformation macroscopique particulièrement faibles. Cet effet va naturellement dans le sens d'un ralentissement de l'endommagement dans les éprouvettes testées et donc d'une durabilité accrue.

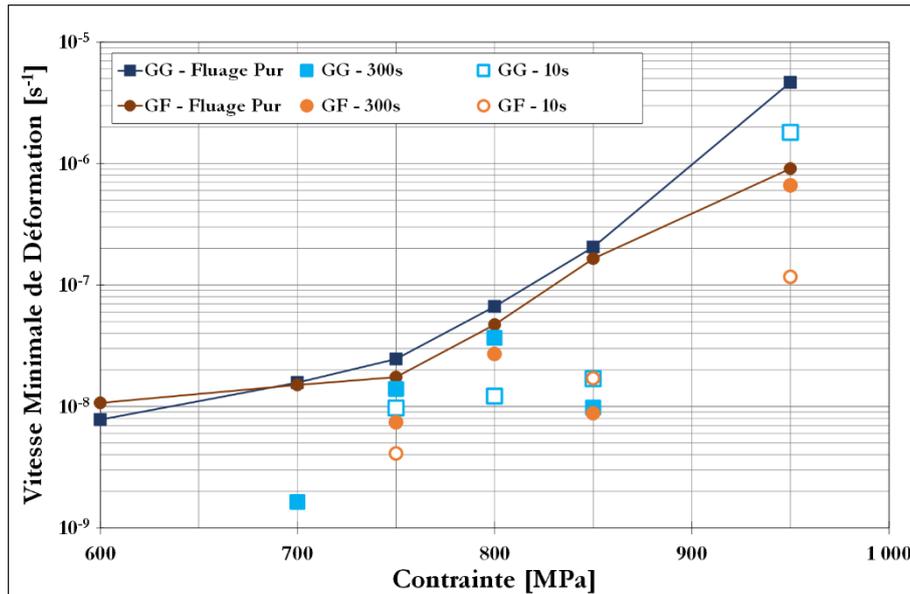


Figure V-20 : Vitesses minimales de déformation en fonction de la contrainte maximale appliquée en fatigue – temps de maintien

Les paragraphes suivants concernent l'origine de ce ralentissement de la vitesse de déformation, à travers l'analyse détaillée des données issues de ces essais, puis de l'étude des mécanismes de déformation et d'endommagement rencontrés en fonction de la contrainte appliquée.

## V3.2. Analyses des boucles d'hystérésis

### V3.2.1. Cas « classique »

Pour commencer, les boucles d'hystérésis d'essais « classiques » de fatigue – temps de maintien, c'est-à-dire d'essais pour lesquels le temps cumulé à contrainte maximale est inférieur au temps à rupture de fluage pur ont été analysées.

Par exemple, la Figure V-21 présente quelques boucles de l'essai réalisé sur la microstructure GG dans les conditions suivantes : 700°C,  $R_\sigma = 0,05$ ,  $\sigma_{\max} = 750$  MPa,  $\Delta t = 300$  s.

La boucle correspondant au premier cycle de chargement est « ouverte ». Cette ouverture plastique constitue alors une grande partie de l'allongement total de l'éprouvette. Les boucles suivantes sont quasiment fermées pendant une grande partie de l'essai. En fin d'essai (~ à partir du Cycle 400 dans ce cas), les boucles se ré-ouvrent, et les modules de chargement tendent à diminuer. Ces deux événements correspondent à l'amorçage et la propagation de fissures macroscopiques dans l'éprouvette testée. De plus, les phases de montée en charge, comme de décharge, présentent un comportement parfaitement élastique (matérialisé ici par les droites rouges sur la Figure V-21.b.). Ce comportement parfaitement élastique est constant jusqu'en fin d'essai (cycle  $N_f - 1$ ).

Ce type d'évolution est constaté pour la majorité des essais de fatigue – temps de maintien réalisés au cours de cette étude, pour les microstructures GG et GF.

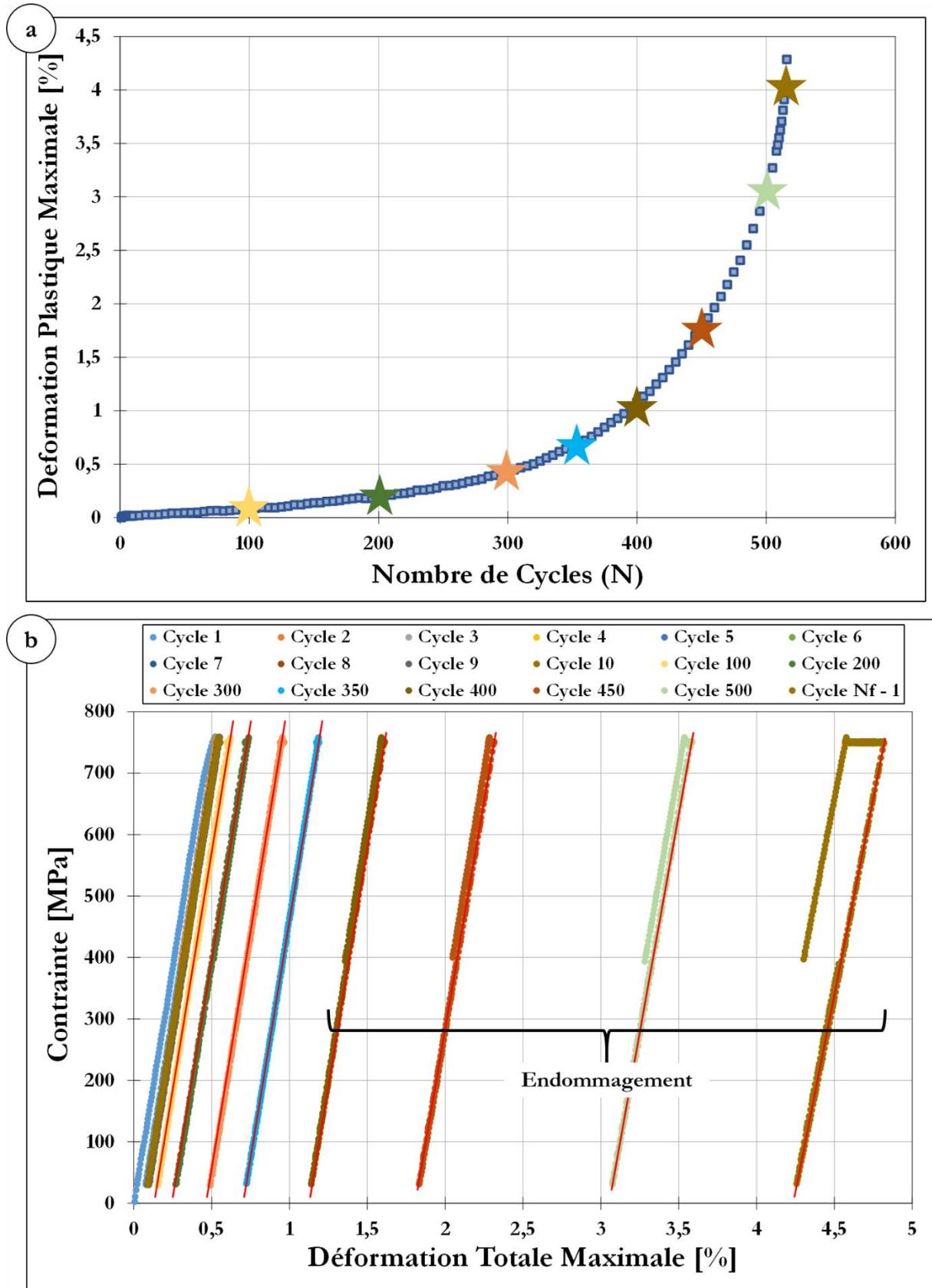


Figure V-21 : Données extraites de l'essai de fatigue - temps de maintien effectué sur la microstructure GG ; 700°C ;  $R_\sigma = 0.05$  ;  $\sigma_{\max} = 750$  MPa ;  $\Delta t = 300$  s

- (a) Déformation plastique maximale en fonction du nombre de cycles
- (b) Boucles d'hystérésis de quelques cycles au cours de l'essai

### V3.2.2. Cas où DDV(Fatigue – temps de maintien) > DDV(Fluage)

Toutefois, il existe quelques cas où le comportement diffère de celui exposé précédemment. Ces cas coïncident avec les essais où les vitesses de déformation sont étonnamment faibles, et les temps cumulés à contraintes maximales supérieurs à la durée à rupture en fluage pur (cas où  $\sigma_{\max} = 850 \text{ MPa}$  pour des temps de maintien **supérieurs à 10 s**).

En raison des limites du logiciel d'acquisition en termes de quantité de donnée acquises, seule une sélection de boucles d'hystérésis par essai de fatigue – temps de maintien a été enregistrée pour la majorité des essais réalisés pendant l'étude. Des essais interrompus ont été effectués de manière à pouvoir enregistrer suffisamment de boucles, avec un nombre de points par boucle suffisamment élevé pour pouvoir caractériser finement le comportement mécanique au sens de l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation à chaque cycle.

La Figure V-22 représente les boucles d'hystérésis de quelques cycles au cours d'un essai effectué sur la microstructure GF dans les conditions suivantes :  $700^\circ\text{C}$  ;  $R_\sigma = 0,05$  ;  $\sigma_{\max} = 850 \text{ MPa}$  et  $\Delta t = 300 \text{ s}$ . Pour cette condition, le temps cumulé à contrainte maximale de l'essai de fatigue – temps de maintien est plus grand que le temps à rupture en fluage pur.

Les cycles issus de cet essai révèlent un comportement très particulier. Si la phase de montée en charge reste parfaitement élastique comme dans le cas précédent, la phase de décharge présente une allure différente. Il semble que la fin de la phase de décharge ne soit plus parfaitement élastique, comme le montrent les droites rouges sur la Figure V-22.b. Un changement de pente est alors identifié en fin de décharge.

Ce phénomène de faible ampleur à chaque cycle semble être du même type que l'effet Bauschinger constaté lors d'essais de fatigue pure effectué en contrôle de déformation avec un rapport de charge  $R_\epsilon = -1$ . Une fois le comportement cyclique stabilisé, la limite d'élasticité en compression est alors plus faible que celle en traction.

Dans les conditions de cette étude, le rapport de charge reste strictement positif pendant toute la durée de l'essai. Nous parlerons alors par la suite d'un **effet type Bauschinger** provoquant cette augmentation de la durée de vie en fatigue – temps de maintien par rapport au fluage pur.

Pour plus de clarté, deux schémas sont présentés sur la Figure V-23.

La plastification « négative » se produisant en fin de décharge conduit à une diminution de la déformation globale apparente, et ainsi diminue la vitesse de déformation globale. La structure sollicitée se déformant moins vite va avoir tendance à s'endommager plus tardivement.

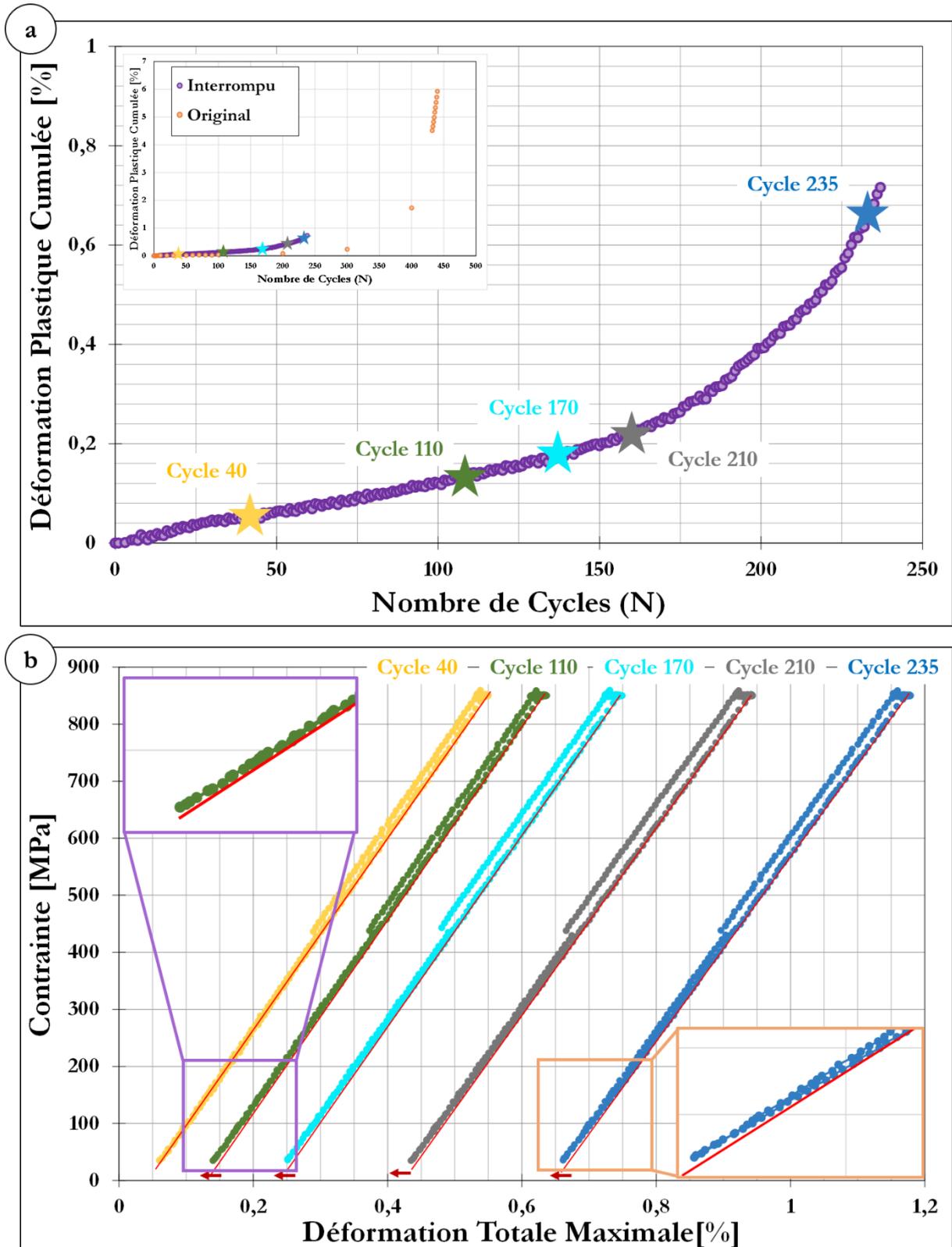


Figure V-22 : Données extraites de l'essai de fatigue - temps de maintien effectué sur la microstructure GF ; 700°C ;  $R_\sigma = 0.05$  ;  $\sigma_{max} = 850$  MPa ;  $\Delta t = 300$  s

- (a) Déformation plastique maximale en fonction du nombre de cycles
- (b) Boucles d'hystérésis de quelques cycles au cours de l'essai

De plus, ce phénomène peut également être la trace de mécanismes de restauration qui permettent eux aussi d'augmenter la durée de vie par rapport à un essai de fluage pur. Ce sont en effet des phénomènes de restauration, accompagnés de mécanismes de stockage d'énergie inélastique pendant les temps de maintien à contrainte maximale, qui sont généralement mis en avant dans la littérature pour expliquer un allongement de la durée à rupture en fatigue – temps de maintien par rapport au fluage pur [Hyde, 1997], [Zrník, 2001]. Cependant, ni les origines, ni les conséquences directes de ce type de mécanisme sur la forme des boucles d'hystérésis, n'ont été étudiées.

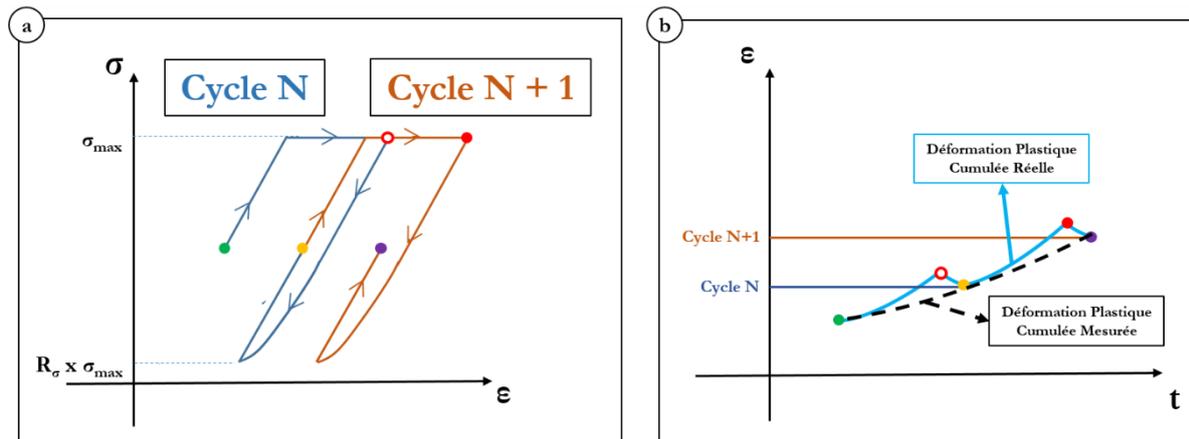


Figure V-23 : (a) Variation de la contrainte maximale en fonction de la déformation pour deux cycles consécutifs lors d'un essai de fatigue – temps de maintien dans les conditions favorisant le phénomène exposé précédemment ; (b) Évolution de la déformation en fonction du temps lors de ces deux mêmes cycles. Il y a correspondance entre les points de la figure (a) et de la figure (b) en fonction de la couleur et de la forme

### Conclusions / Synthèses :

Un phénomène singulier a donc été mis en évidence lors des essais de fatigue – temps de maintien. Dans certaines conditions spécifiques ( $\sigma_{max} = 850$  MPa et  $\Delta t \geq 10$  s), la durée de vie en fatigue – temps de maintien dépasse celle de l'essai de fluage à contrainte équivalente. Cet effet positif est relié à l'apparition d'un effet de type Bauschinger lors des phases de décharges, effet qui conduit à une diminution de la déformation plastique apparente à chaque cycle. La vitesse de déformation globale est alors diminuée elle aussi, ce qui explique pourquoi l'endommagement se manifeste plus tardivement.

### V3.3. Étude de ce phénomène

Dans le but d'étudier le phénomène exposé dans la partie précédente, des analyses des mécanismes de déformation et d'endommagement ont été effectuées. Des comparaisons entre les cas où ce phénomène apparait et où il est absent peuvent alors être réalisées.

### V3.3.1. Mécanismes de déformation

Les mécanismes de déformation n'ont été étudiés qu'au MEB-FEG, sur des coupes longitudinales d'éprouvettes testées en fatigue – temps de maintien. Des images obtenues sur les coupes d'éprouvettes GG testées en fatigue – temps de maintien à 700°C avec un temps de maintien de  $\Delta t = 300$  s ( $R_\sigma = 0,05$ ) à  $\sigma_{\max} = 750$  MPa et  $\sigma_{\max} = 850$  MPa sont exposées respectivement dans les Figure V-24.a.-b. et Figure V-24.c.-d.

L'analyse de ces images indique que les mécanismes de déformation observables au MEB-FEG sont similaires entre ces deux éprouvettes : des bandes de cisaillement (où le cisaillement des précipités  $\gamma'$  est très prononcé) sont visibles sur ces deux coupes. De plus, quelques traces d'endommagement précoce, aux interfaces bandes de glissement / joints de grains ou bande de glissement / bandes de glissement, sont mises en évidence sur les images des Figure V-24.b et Figure V-24.c par des cercles blancs. Les mécanismes d'endommagement sont ainsi probablement directement liés aux mécanismes de déformation, et ce quelle que soit la contrainte maximale appliquée.

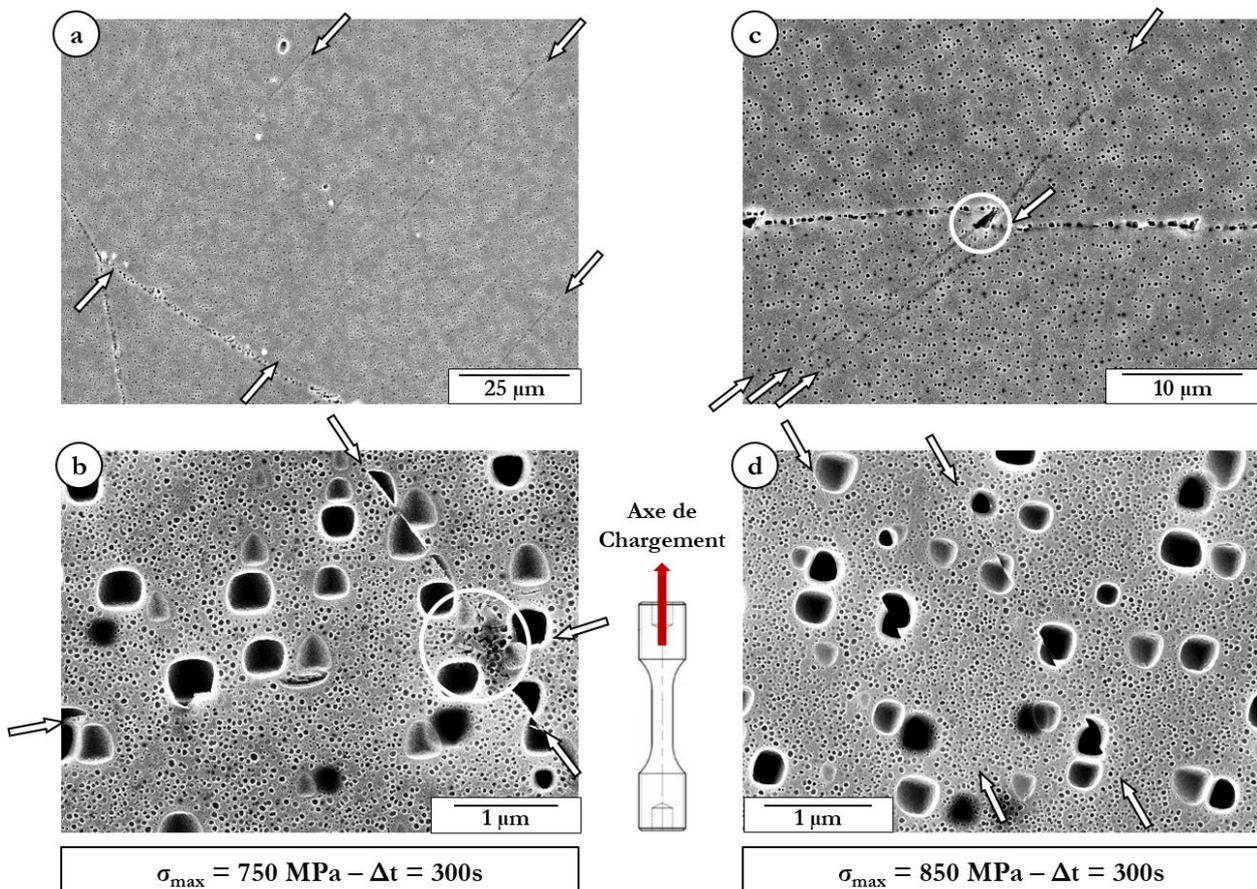


Figure V-24 : Coupes longitudinales d'éprouvettes GG rompues testées en fatigue – temps de maintien ; 700°C ;  $R_\sigma = 0,05$  ;  $\Delta t = 300$  s ; Les flèches blanches mettent en évidence les traces des bandes de cisaillement ; Les cercles blancs indiquent des zones d'endommagement très localisé

- (a) (b)  $\sigma_{\max} = 750$  MPa  
(c) (d)  $\sigma_{\max} = 850$  MPa

L'explication des comportements singuliers mis en évidence dans le paragraphe précédent ne peut donc s'expliquer directement au travers d'une différence de mécanismes de déformation et/ou d'endommagement qui serait décelable à partir d'observations réalisées au MEB-FEG.

### V3.3.2. Mécanismes d'endommagement

#### V3.3.2.a. Microstructure GG

Les faciès de rupture de ces deux mêmes éprouvettes ont ensuite été observés (Figure V-25).

Ces deux faciès sont relativement semblables. Dans les deux cas, on distingue une partie intergranulaire/transgranulaire très plane (facettes cristallographiques) (délimitée par les pointillés bleus) et une partie transgranulaire.

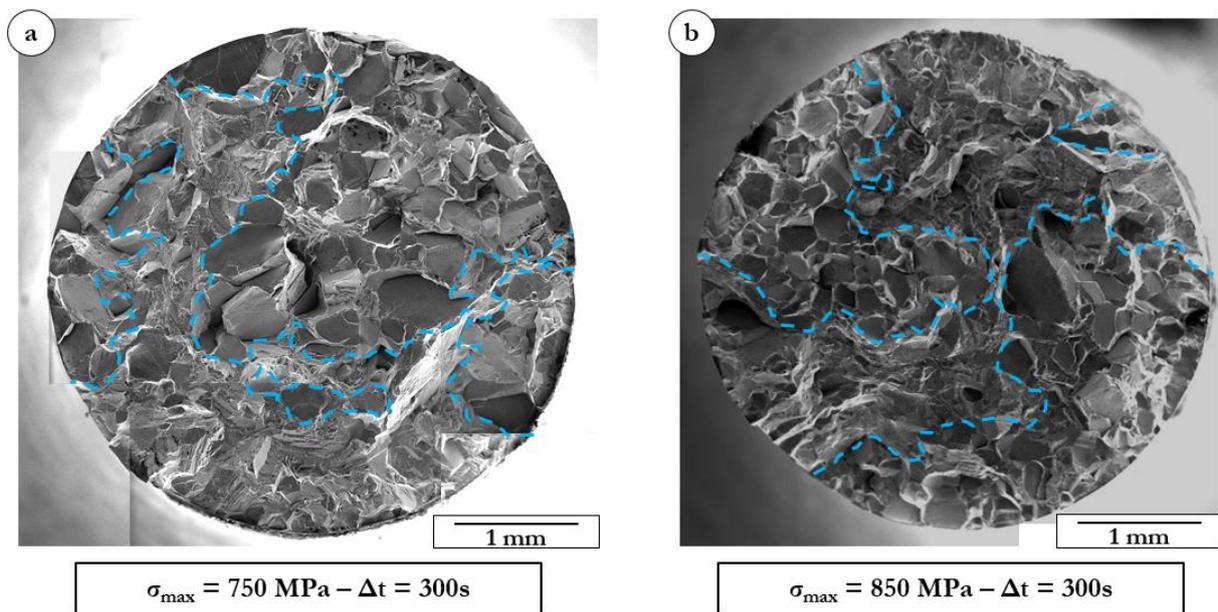


Figure V-25 : Faciès de rupture des éprouvettes GG testées en fatigue – temps de maintien ; 700°C ;  $R_{\sigma} = 0,05$  ;  $\Delta t = 300 \text{ s}$  ; Les pointillés bleus délimitent la partie intergranulaire/transgranulaire plane de la partie transgranulaire des faciès

(a)  $\sigma_{\max} = 750 \text{ MPa}$

(b)  $\sigma_{\max} = 850 \text{ MPa}$

Les facettes cristallographiques sont cependant plus nombreuses sur le faciès de l'éprouvette testée à  $\sigma_{\max} = 750 \text{ MPa}$ . L'observation à faible grandissement et en électrons rétrodiffusés au MEB des coupes longitudinales d'éprouvettes rompues (Figure V-26) confirme ce dernier point.

Les amorces de fissures intergranulaires ont été mises en évidence par les ellipses blanches sur ces clichés, tandis que les amorces de fissures sur joints de macles (ou sur bandes de glissement) sont matérialisées par les ellipses bleues.

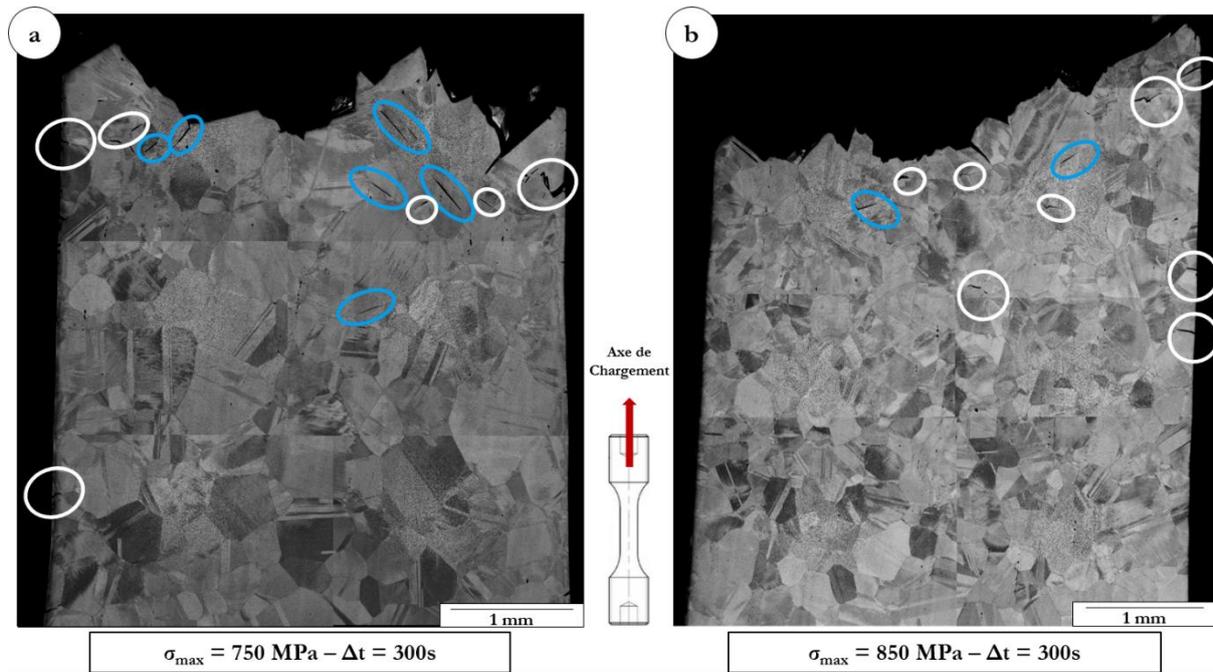


Figure V-26 : Coupes longitudinales des éprouvettes GG testées en fatigue – temps de maintien ; 700°C ;  $R_{\sigma} = 0,05$  ;  $\Delta t = 300 \text{ s}$  (en blanc sont mises en évidence les amorces de fissures intergranulaire, en bleu les amorces sur joints de macles (ou bandes de glissement))

- (a)  $\sigma_{\max} = 750 \text{ MPa}$   
(b)  $\sigma_{\max} = 850 \text{ MPa}$

La différence majeure entre l'éprouvette GG testée à  $\sigma_{\max} = 750 \text{ MPa}$  et celle testée à  $\sigma_{\max} = 850 \text{ MPa}$  est le nombre d'amorces de fissures sur joints de macles : sur la coupe longitudinale de l'éprouvette testée à  $\sigma_{\max} = 750 \text{ MPa}$ , 6 amorces de ce type sont dénombrées, contre seulement 2 sur l'éprouvette testée à  $\sigma_{\max} = 850 \text{ MPa}$ . Il semble donc que les mécanismes d'endommagement soient en partie différents en fonction de la contrainte maximale appliquée.

L'étude de Billot et al. [Billot, 2010] sur l'U720Li mentionne également ce type d'endommagement lors d'essais de fatigue – temps de maintien et le relie à un certain taux de déformation plastique cumulée minimal. Dans notre cas, les deux éprouvettes testées ont atteint des niveaux de déformation plastique cumulée à rupture équivalents (4,0 et 4,2 % pour les éprouvettes testées respectivement à  $\sigma_{\max} = 750 \text{ MPa}$  et  $\sigma_{\max} = 850 \text{ MPa}$ ). Cette condition seule ne permet donc pas d'expliquer pourquoi ce type d'endommagement apparaît de manière privilégiée à faible contrainte maximale appliquée. Ce point sera discuté ultérieurement (V3.3.3).

### V3.3.2.b. Microstructure GF

Les faciès de rupture des éprouvettes GF testées à 700°C,  $R_{\sigma} = 0,05$ ,  $\Delta t = 300 \text{ s}$  à  $\sigma_{\max} = 750 \text{ MPa}$  et  $\sigma_{\max} = 850 \text{ MPa}$  sont présentés respectivement dans les Figures V-27.a.-b. et Figures V-27.c.-d. Ces deux faciès sont très semblables, et tous deux composés de 3 zones distinctes : la première (délimitée par les pointillés oranges) correspond à l'amorçage de fissure (Figure V-27.b. et Figure V-27.d.). En se basant sur les observations précédentes (Figure V-16, V2.2), il est possible

d'affirmer que l'amorçage de fissure dans ce cas se fait aussi de manière privilégiée aux joints de grains ainsi qu'aux interfaces « précipités  $\gamma'_1$  / joints de grains ».

La seconde zone, délimitée par les pointillés bleus, coïncide avec les premiers stades de propagation de la (ou les) fissure(s). Enfin, la dernière zone matérialisée par les pointillés violets correspond à la propagation finale de la fissure, avant la ruine de l'éprouvette.

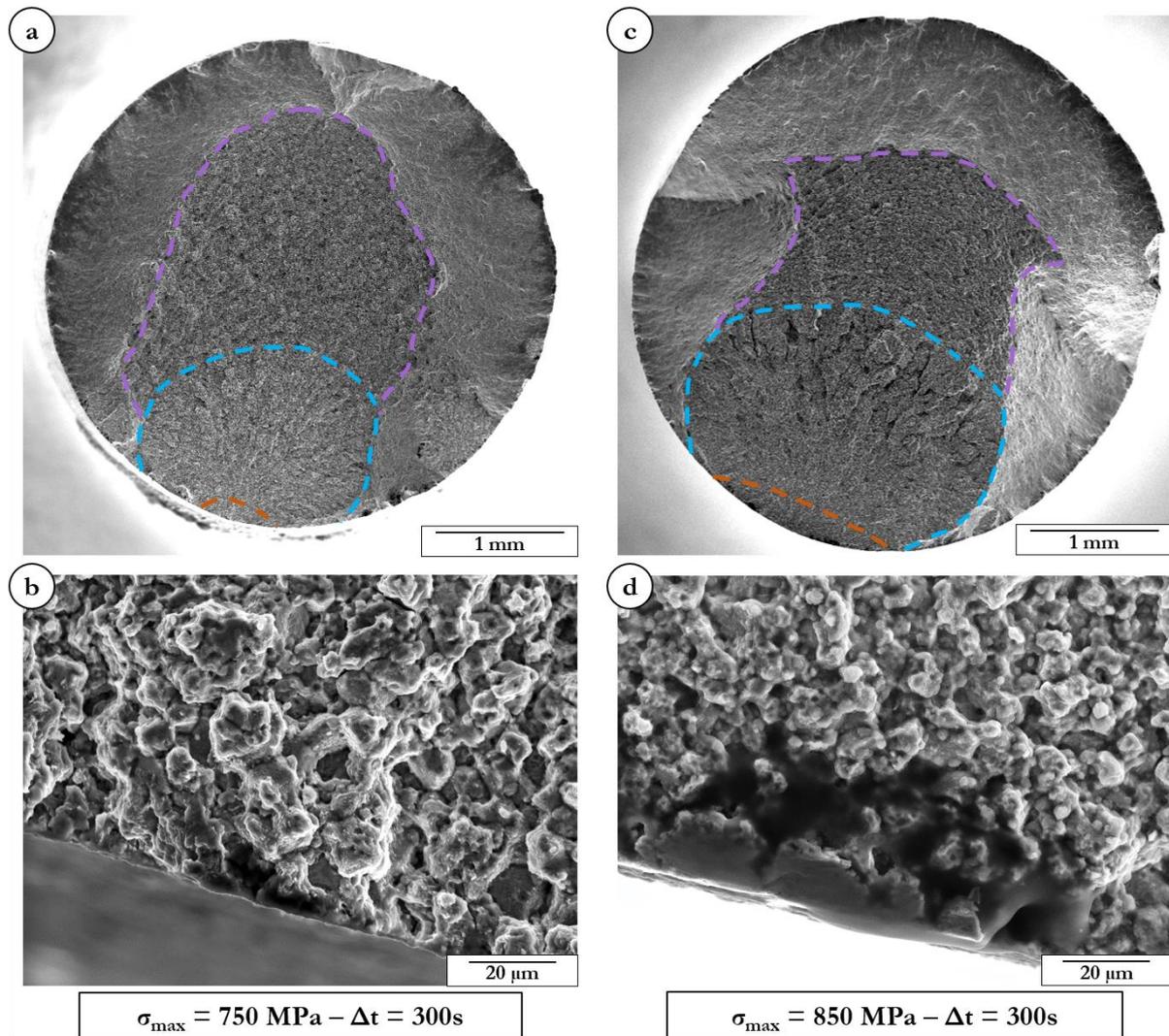


Figure V-27 : Faciès de rupture des éprouvettes GF testées en fatigue – temps de maintien ; 700°C ;

$R_\sigma = 0,05 ; \Delta t = 300 \text{ s}$

(a)  $\sigma_{\max} = 750 \text{ MPa}$

(b)  $\sigma_{\max} = 850 \text{ MPa}$

### V3.3.3. Discussion : Pourquoi ce phénomène n'apparaît qu'à $\sigma_{\max} = 850 \text{ MPa}$ ?

Les deux paragraphes suivants visent à éclaircir l'origine de ces effets particuliers à 850 MPa.

Le premier concerne les propriétés en fluage pur de l'alliage dans des conditions équivalentes (températures et contraintes). Le second porte sur le rôle des phases de décharge sur une structure sollicitée en fluage pur.

### **V3.3.3.a. Rappel fluage**

Il a été établi précédemment que le comportement en fatigue – temps de maintien est dépendant de la durée de ce temps de maintien. Lorsque celui-ci est suffisamment grand, le comportement est proche de celui caractérisant le fluage pur. Les essais de fatigue – temps de maintien peuvent alors être considérés comme des essais de fluage pur, dans lesquels des phases de décharge ont été introduites.

Les propriétés en fluage pur de l'alliage ont été détaillées dans le Chapitre III. En particulier, un changement de mécanisme de déformation a été mis en évidence pour les deux microstructures GG et GF à 700°C, en fonction de la contrainte appliquée. Ce changement de comportement, qui se produit autour de 750 MPa, a été attribué à la répartition de la déformation plastique au sein de l'éprouvette testée, qui entraîne un changement de mécanisme d'endommagement (Figure III-59). Dans le cas de contraintes appliquées inférieures à 750 MPa, les systèmes de glissement activés sont peu nombreux, le cisaillement crée alors des zones de confinement de la déformation, ce qui augmente fortement les contraintes locales. L'endommagement dans ces conditions est alors plus rapide.

De plus, lorsque la contrainte est supérieure à 750 MPa, les mécanismes de déformation en fluage sont de type dislocations (coefficients de Norton  $n_{GF} = 17$  et  $n_{GG} = 22$ ), tandis que pour les contraintes inférieures, le fluage est mixte dislocations / diffusion ( $n_{GF} = 2$  et  $n_{GG} = 5$ ).

### **V3.3.3.b. Rôle des phases de décharge**

Le premier paramètre à l'étude est le comportement du matériau en fluage pur, et l'influence de celui-ci sur les propriétés en fatigue – temps de maintien.

Dans le cas des fortes contraintes maximales appliquées ( $\sigma_{max} = 850$  MPa), le fluage pour les microstructures GG et GF est de type dislocations. Ce type de fluage met en jeu des mécanismes de restauration, notamment par montée de dislocations.

Dans ce contexte, les phases de décharge qui opèrent pendant un essai de fatigue – temps de maintien peuvent augmenter l'importance des mécanismes de restauration, ce qui contribue dans ce cas à l'allongement de la durée de vie de la structure sollicitée.

De plus, lorsque la contrainte est suffisamment élevée en fluage pur, la déformation plastique est répartie de manière homogène dans la structure, avec plusieurs systèmes de glissement activés dans de nombreux grains. Au contraire, dans le cas de contraintes appliquées plus faibles, un seul système de glissement est généralement activé par grain, dans seulement quelques grains. La déformation plastique est alors confinée au niveau de quelques bandes de glissement qui peuvent agir comme sites d'amorçage de fissures lors de sollicitations cycliques (matérialisés par des amorçages sur joints de macle par exemple, comme l'illustre la Figure V-26.a.). Ainsi la localisation de la déformation

plastique contribue à abaisser les propriétés de l'alliage en fatigue – temps de maintien par rapport au fluage pur. Ce mécanisme concorde avec certaines observations faites sur le N18 sollicité en fatigue – temps de maintien [Flageolet, 2005].

Le deuxième élément à prendre en compte est l'effet de « type Bauschinger » explicité par le schéma de la Figure V-23. On ne parle pas ici d'effet Bauschinger classique car l'écroûissage cinématique y menant habituellement met en jeu des phases de compression (lors d'essais de fatigue à rapport de charge négatif par exemple). Dans cette étude, le rapport de charge reste strictement positif tout au long de l'essai, il n'y a donc pas de phase de compression à proprement parler. En revanche, contrairement aux essais de fatigue pure, les éprouvettes subissent ici un temps de maintien à contrainte maximale pendant les essais. Il semblerait donc que dans ce cas précis, la surface de charge initiale subisse une translation de son centre (écrouissage cinématique) jusqu'à devenir entièrement positive dans la direction de chargement (Figure V-28) en raison de ces temps de maintien. Dans ces conditions, lors des phases de décharge, la contrainte diminue suffisamment pour plastifier en compression la microstructure sollicitée.

Pour la microstructure GG, les conditions où un essai de fatigue – temps de maintien dure plus longtemps qu'un essai de fluage pur correspondant à  $\sigma_{\max} = 850$  MPa (avec  $\Delta t \geq 10$  s). Cette contrainte est inférieure à la limite d'élasticité ( $R_{p0,2}(GG) = 886$  MPa à  $\dot{\epsilon} = 5.10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (vitesse de sollicitation proche de ce que voit la microstructure en fatigue – temps de maintien). Cependant, cette limite d'élasticité est définie à 0,2 % de plasticité. La limite d'élasticité définie à 0,02 % de plasticité est :  $R_{p0,02}(GG) = 780$  MPa. Ainsi, même si macroscopiquement, l'ensemble reste globalement élastique, la plasticité se développe à chaque cycle à l'échelle microscopique dans la structure sollicitée. Celle-ci se développe d'autant plus que le temps de maintien est long.

Dans ce contexte, au bout de quelques cycles de fatigue – temps de maintien, l'écroûissage cumulé conduit à ce que la surface de plasticité passe dans le domaine des contraintes positives. Les phases de décharges ne sont alors plus entièrement élastiques.

En plus de l'écroûissage cinématique « classique » (translation de la surface seuil de plasticité), il est possible que des effets de « vieillissement » (évolution à cœur sans endommagement) de la microstructure participent également à ce phénomène : c'est ce qui a été observé pour des essais de fatigue LCF en déformation imposée sur de l'AD730<sup>TM</sup> (Figure V-29) [Serrano Munoz, 2016]. Dans ce cas, la structure de précipitation subit un léger grossissement pendant l'essai, en raison notamment de la température appliquée. Ce vieillissement de la microstructure se traduit en particulier dans ce cas par une réduction du rayon de la surface seuil de plasticité ( $R_n$  sur la Figure V-28).

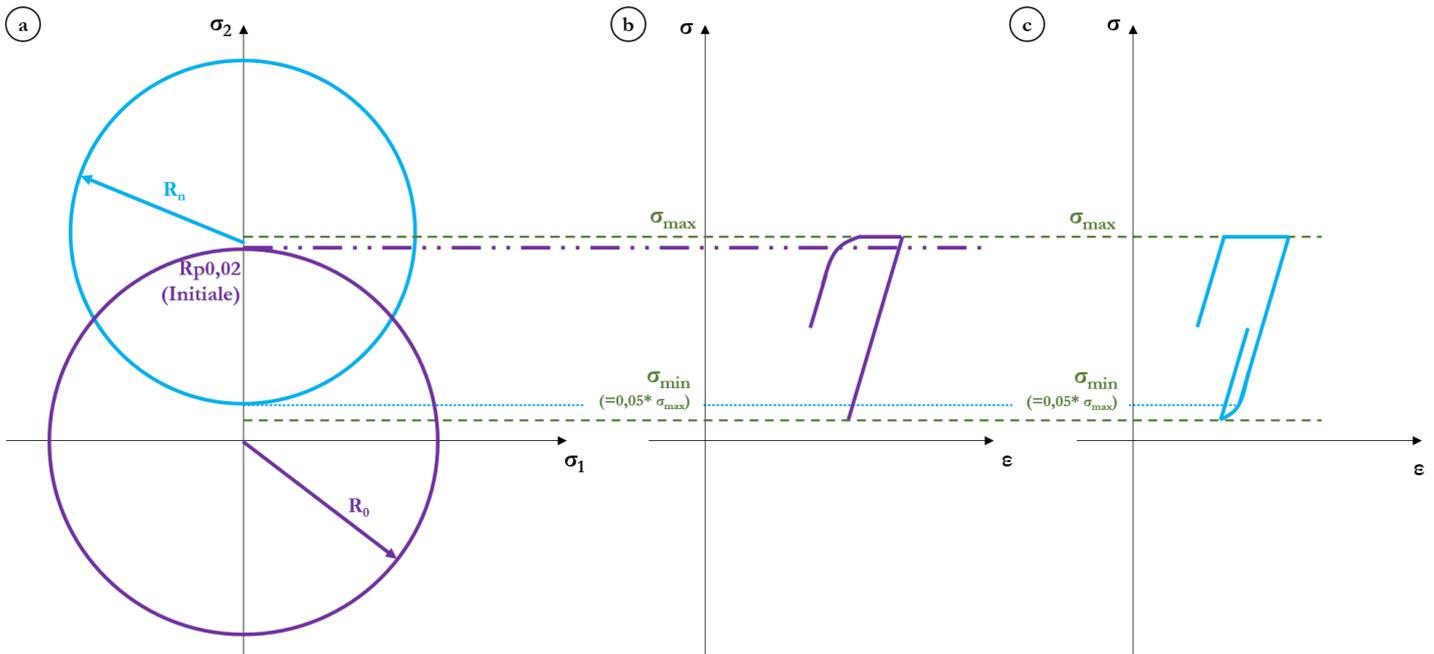


Figure V-28 : Illustration de l'écrouissage cinématique opérant lors des essais de fatigue – temps de maintien  
(a) Surface de plasticité dans le cas initial (violet) et au milieu de l'essai (bleu) ( $R_n < R_0$ )  
(b) Premier cycle de l'essai  
(c) Cycle aléatoire au milieu de l'essai, lorsque l'effet type Bauschinger se produit

Le phénomène type Bauschinger n'a pas été détecté dans le cas des temps de maintien courts ( $\Delta t < 10$  s). L'hypothèse sera faite par la suite que le déplacement de la surface de plasticité a pour origine en grande partie les effets induits par le temps de maintien si celui-ci est suffisant ( $\Delta t > 10$  s).

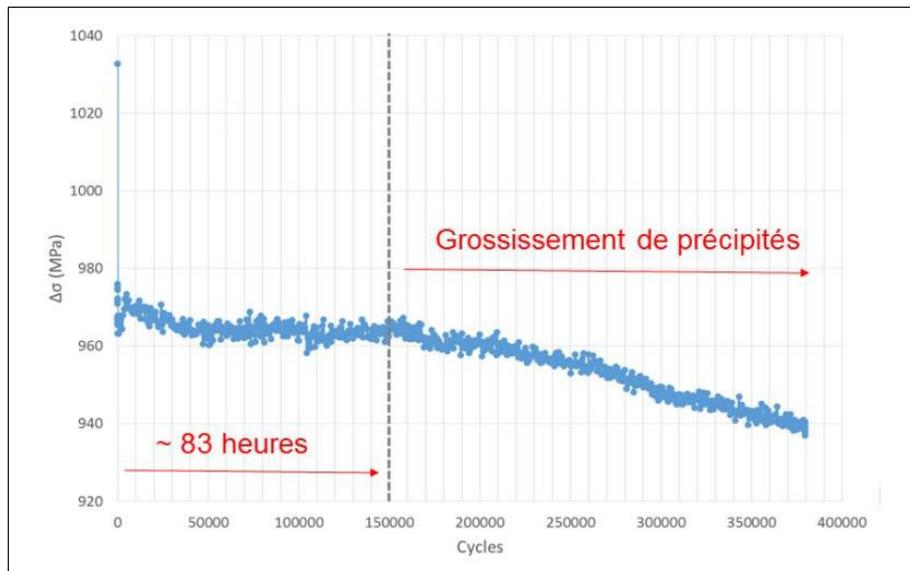


Figure V-29 : Évolution de l'amplitude de contrainte pendant le cyclage d'une éprouvette en AD730™ sollicitée en fatigue LCF à  $T = 700^\circ\text{C}$  -  $f = 0,5$  Hz -  $\Delta\epsilon\epsilon = 0,67$  % ; Mise en évidence de l'impact du vieillissement de la microstructure [Serrano Munoz, 2016]

#### **V3.3.4. Étude du cas : $\sigma_{\max} = 950$ MPa et $\Delta t \leq 10$ s pour la microstructure GF**

Les temps cumulés à contraintes maximales relevés pour la microstructure GF lorsque  $\sigma_{\max} = 950$  MPa sont plus élevés que la durée à rupture en fluage à 950 MPa, et ce lorsque le temps de maintien est faible ( $\Delta t \leq 10$  s) (Figure V-10.b).

Cependant, le phénomène type Bauschinger exposé précédemment n'a pas été relevé dans ces conditions (Figure V-30) (ces résultats ont été obtenus au début de l'étude, lorsque l'acquisition n'était pas faite pour acquérir des boucles très détaillées ; le nombre de points par boucle est donc relativement limité ce qui en limite l'exploitation).

L'allongement de la durée de vie par rapport au fluage pur lors d'essais de fatigue – temps de maintien ne peut donc pas entièrement être attribué à ce phénomène.

Une contrainte appliquée de 950 MPa pour ce type d'alliages est très élevée à 700°C, en particulier en fluage (et donc par extension en fatigue – temps de maintien avec  $\Delta t \geq 300$  s). La durabilité en fluage et en fatigue – temps de maintien à  $\Delta t = 300$  s est donc logiquement très faible.

En revanche, en fatigue pure, une contrainte appliquée de 950 MPa est relativement faible ( $\sigma_{\max} / R_{p0,2} = 0,85$ ) : si l'on considère le début de courbe de Wöhler tracée en Figure V-6, cette contrainte correspond au domaine de l'endurance limitée.

Cette valeur de contrainte correspond donc à un domaine où les propriétés en fluage sont très faibles et où les propriétés en fatigue pure restent relativement élevées.

Ceci pourrait expliquer pourquoi dans ces conditions, les essais à temps de maintien courts (donc proches de la fatigue pure) présentent des temps cumulés à contraintes maximales plus élevés que les essais à temps de maintien longs (proches du fluage pur).

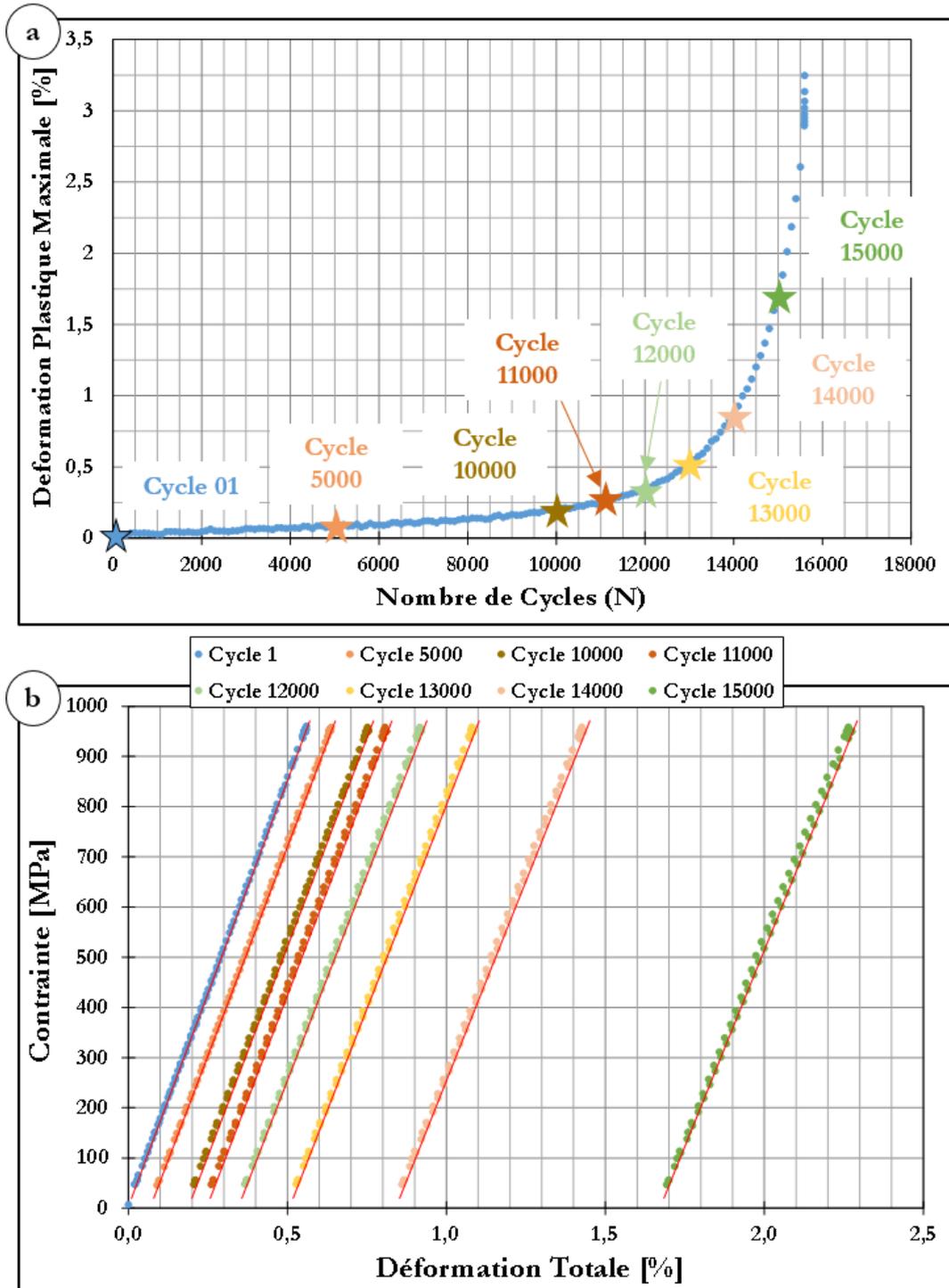


Figure V-30 : Données extraites de l'essai de fatigue – temps de maintien effectué sur la microstructure GF ; 700°C ;  $R_\sigma = 0.05$  ;  $\sigma_{max} = 950$  MPa ;  $\Delta t = 3$  s

- (a) Déformation plastique maximale en fonction du nombre de cycles
- (b) Boucles d'hystérésis de quelques cycles au cours de l'essai

## Partie V4. Comparaison aux autres alliages

Les propriétés en fatigue – temps de maintien de plusieurs superalliages base nickel forgés (U720Li [Billot, 2010], René 65 [Laurence, 2016], AD730™) et issus de la métallurgie des poudres (N18 [Flageolet, 2005]) ont été étudiées en détail ces 10 dernières années notamment à l’Institut Pprime. Il est donc possible de faire un bilan des propriétés en fatigue – temps de maintien communes à tous ces alliages, pour mettre en évidence d’éventuelles tendances.

En ce sens, les nombres de cycles à rupture en fonction du temps de maintien pour les 4 alliages mentionnés ci-dessus ont été tracés sur la Figure V-31.

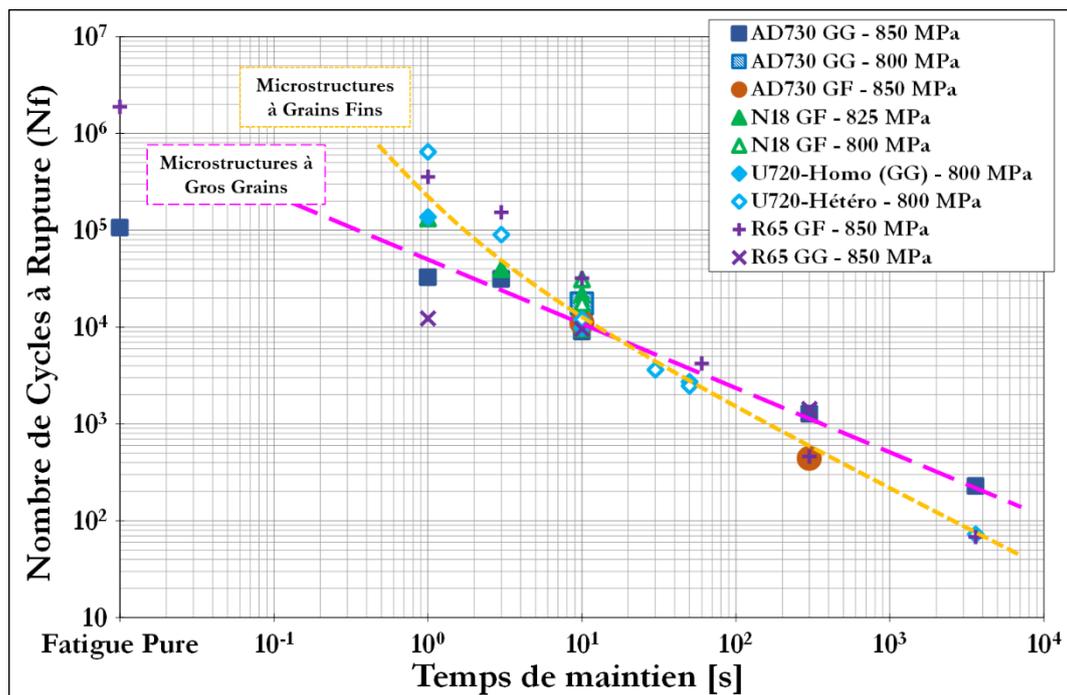


Figure V-31 : Nombre de cycles à rupture en fonction du temps de maintien appliqué en fatigue – temps de maintien pour 4 superalliages base nickel polycristallins –  $\sigma_{\max} \in [800 ; 850 \text{ MPa}]$  ;  $700^\circ\text{C}$  ;  $R_\sigma = 0,05$

Il est intéressant de constater sur ce graphique que pour les temps de maintien courts ( $< 10 \text{ s}$ ) comme pour les temps longs ( $> 50 \text{ s}$ ), les résultats obtenus pour les différents alliages testés divergent significativement (la figure est reportée en échelle bi-logarithmique). Dans le cas des temps de maintien courts où les mécanismes de déformation et d’endommagement sont de type fatigue pure, les microstructures ayant des grains fins sont sans surprise les plus performantes. Au contraire, les microstructures à gros grains sont favorisées dans les cas des longs temps de maintien où les processus sont plutôt de type fluage pur.

En revanche, lorsque le temps de maintien vaut  $\Delta t = 10 \text{ s}$  et autour de cette valeur, les nombres de cycles à rupture des 4 alliages testés sont étonnamment proches les uns des autres dans la gamme de contraintes testées. Cette valeur de temps de maintien apparaît pour tous ces alliages comme étant la valeur de transition entre un comportement de type fluage et un comportement de type

fatigue. Dans ces conditions, ni la limite d'élasticité ni la taille de grains ne sont les paramètres déterminant les propriétés en fatigue – temps de maintien à l'ordre 1.

L'analyse détaillée de ce résultat nécessiterait la réalisation d'essais supplémentaires, notamment pour des microstructures plus proches les unes des autres (même taille de grains par exemple).

Une méthode pour pouvoir comparer proprement les propriétés en fatigue – temps de maintien de ces alliages, en s'affranchissant de leurs différences, est de rationaliser la contrainte maximale appliquée par une de leurs propriétés intrinsèques.

Les propriétés en traction monotone à 700°C de ces différents superalliages sont présentées dans le Tableau V-1 ci-dessous.

**Tableau V-1 : Caractéristiques en traction à 700°C des 4 superalliages polycristallins –  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$**

Matériau	Rp0,2 [MPa]	Rm [MPa]	Contrainte d'écrouissage $\sigma_e$ [MPa]	Références
AD730 GF	1088	1210	122	-
AD730 GG	863	1184	321	-
U720 Homogène (GG)	935	1160	225	[Billot, 2010]
U720Li Hétérogène	925	1180	255	[Billot, 2010]
René 65 GF	1125	1193	67	[Laurence, 2016]
René 65 Vieilli (800°C / 500h)	995	1019	24	[Laurence, 2016]
N18 GF (Standard) ( $\dot{\epsilon} = 4,9 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ )	963	1170	207	[Flageolet, 2005]
N18 Vieilli (800°C / 300h) ( $\dot{\epsilon} = 4,9 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ )	938	1155	217	[Flageolet, 2005]

À partir de ces données, le même type de graphique que celui de la Figure V-31 peut être tracé. Par exemple, la contrainte maximale appliquée est rationalisée par la limite d'élasticité conventionnelle (R1 défini ci-dessous) (Figure V-32) :

$$R1 = \sigma_{\max} / R_{p0,2} \quad \text{Équation V-1}$$

Cette représentation rend mieux compte des propriétés intrinsèques de chaque alliage en fatigue pure, et permet une meilleure comparaison de ces 4 alliages en fatigue – temps de maintien.

Les graphiques de la Figure V-32 conduisent à un resserrement significatif des données à rupture entre alliages. Il est en effet possible de comparer l'AD730 GG testé à  $\sigma_{\max} = 750 \text{ MPa}$  avec l'U720Li – Homogène testé à  $\sigma_{\max} = 800 \text{ MPa}$  ou encore le N18 GF à  $\sigma_{\max} = 825 \text{ MPa}$  (Figure V-32.a.). Les nombres de cycles à rupture de ces alliages dans ces conditions sont alors très proches. Cependant, les propriétés en fatigue – temps de maintien du René 65 Vieilli et celles de l'AD730 GG à ratio R1 équivalents sont bien en-dessous de celles des autres alliages présentés sur le graphique de la Figure V-32.a., en particulier lorsque le temps de maintien augmente ( $\Delta t \geq 10 \text{ s}$ ).

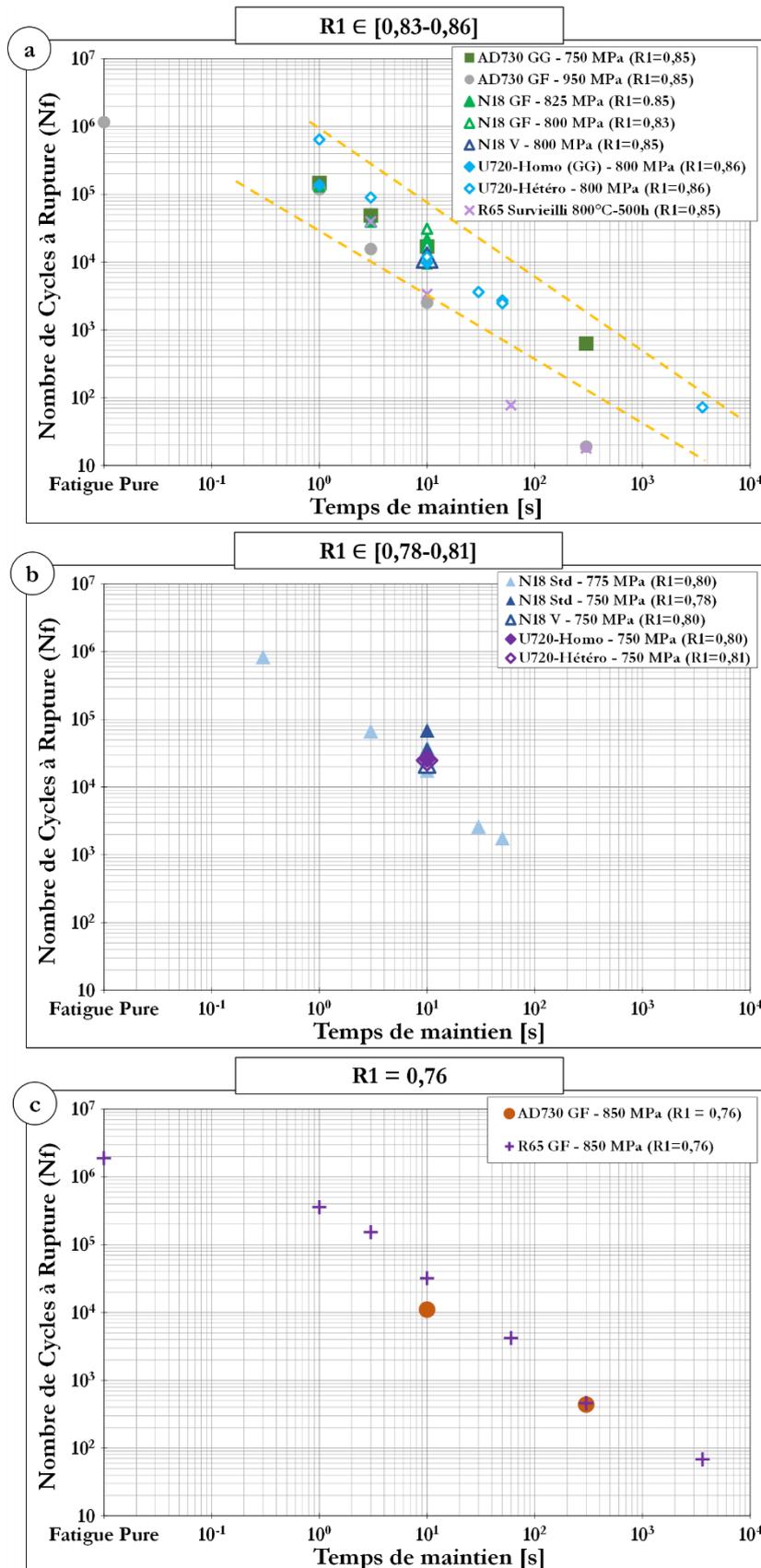


Figure V-32 : Nombre de cycles à rupture en fonction du temps de maintien appliqué en fatigue – temps de maintien pour 4 superalliages base nickel polycristallins

- (a) R1 ∈ [0,85-0,86]
- (b) R1 ∈ [0,78-0,81]
- (c) R1 = 0,76

Il semble donc que lorsque le temps de maintien est suffisamment élevé, les propriétés viscoplastiques des alliages deviennent prépondérantes par rapport aux propriétés purement élastiques. Il ne paraît alors pas pertinent de rationaliser les contraintes maximales appliquées par la limite d'élasticité.

La contrainte d'écroûissage, définie comme la différence entre la contrainte maximale en traction ( $R_m$ ) et la limite d'élasticité ( $R_{p0,2}$ ), peut être un paramètre permettant de prendre en compte les propriétés viscoplastiques des alliages étudiés. Cette valeur est en effet un bon marqueur de la viscoplasticité d'un alliage, comme l'illustre sa forte dépendance à la vitesse de sollicitation (contrairement à la limite d'élasticité conventionnelle) (Figure IV-10 et Tableau IV-3).

En rationalisant la contrainte maximale appliquée par ce paramètre (rapport  $R_2$ ), des comparaisons des alliages dans les cas des longs temps de maintien peuvent alors être faites (Figure V-33).

$$R_2 = \sigma_{\max} / \sigma_e$$

Équation V-2

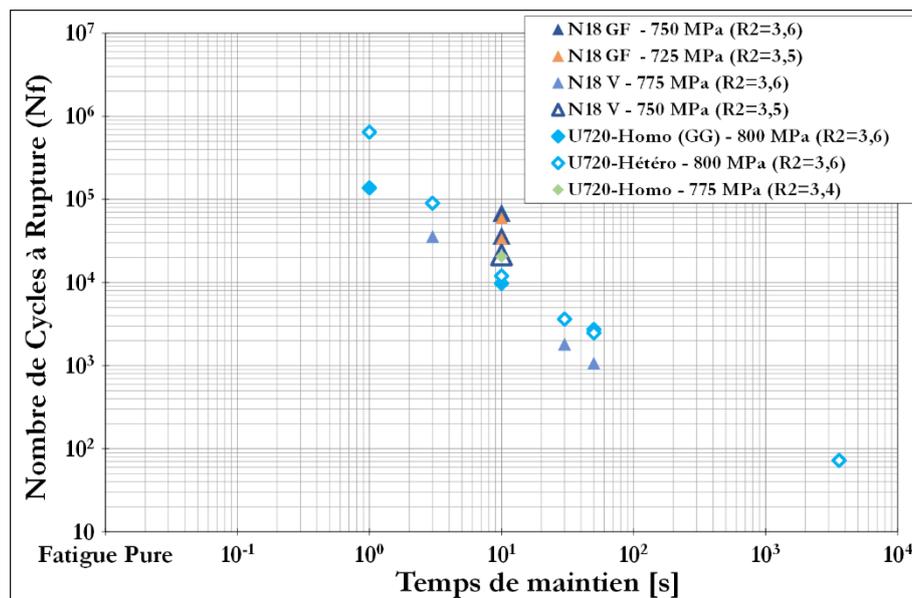


Figure V-33 : Nombre de cycles à rupture en fonction du temps de maintien appliqué en fatigue – temps de maintien pour 2 superalliages base nickel polycristallins –  $R_2 \in [3,4-3,6]$

Les valeurs de contraintes d'écroûissage des différents alliages testées étant très variées, très peu de valeurs de ratio  $R_2$  communes à plusieurs alliages ont été trouvées. Pour cette raison, aucune valeur de ratio  $R_2$  associée à l'AD730<sup>TM</sup> n'est proche de celles des autres alliages présentés dans ce paragraphe. Cependant, le tracé des résultats de fatigue – temps de maintien avec une valeur de  $R_2$  dans le domaine [3,4 - 3,6] présenté sur la Figure V-33 met en évidence une grande similitude des propriétés entre les deux alliages N18 et U720Li, selon ce critère.

Ce ratio semble donc être pertinent pour comparer différents alliages dans le cas d'essais de fatigue – temps de maintien à longs temps de maintien.

Les propriétés en fatigue – temps de maintien de l'AD730™ GG et GF ont été évaluées dans ce chapitre. Les points essentiels mis en évidence sont repris ci-après :

- Comme pour de nombreux superalliages base nickel sollicités en fatigue – temps de maintien, une transition de comportement (de la fatigue dominante au fluage dominant) est observée pour l'AD730™ en fonction du temps de maintien appliqué (entre  $\Delta t = 10$  s et  $\Delta t = 50$  s), pour les deux microstructures testées.
- L'étude de l'influence de la contrainte maximale appliquée ( $\Delta t \geq 10$  s) a permis de mettre en évidence deux comportements distincts :
  - (1)  $\sigma_{\max} \leq 800$  MPa : La durée de vie en fluage est supérieure au temps cumulé à contrainte maximale en fatigue – temps de maintien (cas généralement retrouvé dans la littérature)
  - (2)  $\sigma_{\max} = 850$  MPa : Pour les 2 microstructures GG et GF, le temps cumulé à contrainte maximale est supérieur à la durée à rupture en fluage pur. Cette augmentation de la durée à rupture s'accompagne de vitesses de déformation en fatigue – temps de maintien très faibles.
- Un mécanisme de type Bauschinger a été mis en évidence dans le cas (2), expliquant en partie ce phénomène.
- Ce mécanisme est lié à une modification de la surface seuil de plasticité lors des temps de maintien, qui passe entièrement dans le domaine des contraintes positives dans la direction de sollicitation (phénomène cinématique).
- Des mécanismes de restauration durant les phases de décharges sont également susceptibles de jouer un rôle prépondérant.
- Une comparaison des propriétés en fatigue – temps de maintien de l'AD730™ avec d'autres superalliages révèle quelques points d'intérêts :
  - (1) Les temps de maintien courts favorisent les microstructures à grains fins (microstructures les plus performantes en fatigue pure)
  - (2) Les microstructures à gros grains (performantes en fluage pur) présentent les meilleures propriétés dans le cas des temps de maintien longs
  - (3) Rationnaliser la contrainte maximale appliquée par la limite d'élasticité des matériaux testés semble être une approche satisfaisante pour pouvoir comparer différents matériaux en fatigue – temps de maintien, en particulier pour les temps de maintien les plus courts
  - (4) De manière surprenante, les propriétés des différents alliages comparés sont très proches lorsque  $\Delta t = 10$  s (dans l'intervalle de contraintes appliquées considéré).



**- Conclusions Générales et  
Perspectives -**



L'AD730™ est un nouveau superalliage développé notamment pour la conception et la fabrication de disques de turbines aéronautiques ou terrestres de nouvelle génération. Le dimensionnement de telles pièces est complexe, celles-ci subissant différents types de sollicitations en fonction de la zone considérée. L'alésage du disque est en effet sollicité en traction et en fatigue, à des températures modérées, tandis que la jante est soumise à des sollicitations où les processus de plasticité dépendante du temps interviennent, en raison des températures élevées. Certaines zones du disque sont enfin soumises à une combinaison mêlant sollicitations cycliques et statiques.

Il est donc indispensable de connaître les propriétés mécaniques en température de l'alliage envisagé, notamment dans le domaine où les phénomènes viscoplastiques entrent en jeu. Pour cela, il est nécessaire de caractériser l'influence de chacun des paramètres microstructuraux de l'alliage en fonction du type de sollicitation et du domaine de températures/contraintes considéré. L'objectif central de cette étude est alors de pouvoir déterminer pour chaque ensemble {Type de sollicitation / Température / Contrainte / Environnement} le paramètre microstructural qui gouverne les propriétés mécaniques.

Pour cela, six microstructures ont été élaborées, de manière à pouvoir étudier l'influence de plusieurs paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques de manière la plus indépendante possible. Cette approche s'est notamment appuyée sur l'utilisation de monograins d'AD730™ qui permettent l'analyse de l'effet de la taille et de la distribution des précipités  $\gamma'$  sur les propriétés mécaniques. En outre la comparaison des processus opérant sur les états monogranulaires et polycristallins permet une meilleure évaluation du rôle des joints de grains. Toutes ces microstructures ont été élaborées, contrôlées et validées par l'application systématique d'un protocole expérimental associant une préparation métallographique la plus reproductible possible à une analyse d'images quantitative permettant l'établissement aux échelles pertinentes des distributions spatiale et en taille des précipités.

Les résultats issus de ces travaux sont synthétisés ici autour de deux axes, correspondant aux deux types de sollicitations de l'étude :

- L'influence de différents paramètres (microstructuraux et environnementaux) sur les propriétés en fluage de l'alliage, dans une large gamme de températures et de contraintes ;
- L'influence des paramètres expérimentaux (microstructure, contrainte, temps de maintien) sur les propriétés en fatigue avec temps de maintien.

En fluage pur, trois domaines ont été déterminés, en fonction de la température et de la contrainte appliquées.

Pour les hautes températures ( $T \geq 850^\circ\text{C}$ ), et des niveaux bas de contraintes ( $\sigma \leq 350 \text{ MPa}$ ), la taille de grains joue un rôle prépondérant sur les propriétés en fluage. Plus précisément, une grande

densité de joints de grains (c'est-à-dire une faible taille de grains) favorise les processus de fluage diffusion, et conduit à des propriétés en fluage très faibles.

Une taille de grains seuil a été mise en évidence, au-delà de laquelle on assiste, dans ces conditions, à une compétition entre mécanismes de durcissement apportés par les joints de grains et par la fraction volumique de phase  $\gamma'$  et processus d'endommagement intergranulaire assistés par l'oxydation. Les essais réalisés sous vide à 850°C montrent en effet que l'amorçage de fissure sous air est fortement facilité par l'oxydation intergranulaire.

À 700°C, pour de forts niveaux de contraintes, la comparaison des résultats de fluage pour les microstructures GG et GF indique que la taille de grains n'est plus le facteur pilotant les propriétés. Les essais réalisés sur les microstructures monogranulaires SX-40, SX-100 et SX-300 prouvent que dans les conditions testées (cas des fortes contraintes appliquées :  $\sigma \geq 700$  MPa), la taille et la distribution des précipités  $\gamma'$  (et donc *in fine* les largeurs de couloirs matricielles) contrôlent les mécanismes de déformation de fluage. Cependant, là encore, les joints de grains conservent un rôle important en participant au durcissement, en particulier en début d'essai de fluage, avec comme conséquences une diminution des vitesses de déformation.

Le dernier domaine correspond à une température de 700°C et des contraintes appliquées intermédiaires ( $\sigma \leq 750$  MPa). En-dessous d'une contrainte seuil, un changement de mécanisme de déformation apparaît pour les deux microstructures polycristallines GG et GF. Lors d'essais de fluage à contraintes intermédiaires, la déformation est toujours pilotée (au moins en partie) par le mouvement des dislocations. Cependant, durant le stade secondaire, le nombre de grains plastifiés est faible, comme l'est le nombre de systèmes de glissement activés par grain. La déformation plastique globale n'est alors assurée que par un petit nombre de bandes de glissement.

Dans ces conditions, l'amorçage et la propagation des fissures se fait majoritairement suivant des plans de glissement, donnant lieu à des faciès de rupture très facettés.

De plus, les contraintes appliquées plus faibles dans ce domaine conduisent à des temps à rupture allongés. L'oxydation, dont les effets ont été mis en évidence par des essais de fluage sous vide associés à des caractérisations fines des oxydes formés, a dans ces conditions plus de temps pour affecter la durabilité en fluage. L'oxydation change notamment les mécanismes d'amorçage de fissures (microstructure GF en particulier). L'environnement semble également jouer un rôle dans le comportement de l'alliage : les vitesses de déformation sont effectivement plus faibles pour les essais sous vide par rapport aux essais réalisés sous air, et ce dès le début des essais.

Toute l'étude des propriétés en fluage de l'AD730™ était également nécessaire pour aborder ses propriétés en fatigue avec temps de maintien, qui peut également être vue comme du fluage cyclé.

La première partie des travaux sur le comportement de l'AD730™ pour ce type de sollicitations concerne l'influence de la variation du temps de maintien à contrainte maximale. Une confirmation des tendances révélées dans les précédentes études sur la fatigue – temps de maintien des superalliages base nickel est tout d'abord relevée : il existe une valeur seuil de temps de maintien (comprise entre 3 s et 10 s) pour laquelle une transition de comportement et de mécanismes d'endommagement est observée, pour les deux microstructures GG et GF, de type fatigue pure pour les faibles temps de maintien, à type fluage pur pour les longs temps de maintien.

Le second volet porte sur l'influence de la contrainte maximale appliquée pour un temps de maintien fixé. Ces essais ont montré que dans la plupart des cas, la durée de vie en fatigue – temps de maintien est bornée d'un côté par le nombre de cycles à rupture obtenu en fatigue pure, et de l'autre par le temps à rupture correspondant au fluage pur. Cependant, il existe à 700°C une fenêtre paramétrique, entre  $\sigma_{\max} = 850$  MPa et  $\sigma_{\max} = 950$  MPa, pour laquelle le temps cumulé à contrainte maximale en fatigue – temps de maintien dépasse largement le temps à rupture en fluage pur.

Cette augmentation de la durée de vie est attribuée à une diminution des vitesses de déformation dans ces conditions spécifiques. Ce phénomène serait lié à une translation de la surface seuil de plasticité vers les contraintes positives (dans la direction de sollicitation), associée à un « effet type Bauschinger » (déformation plastique « négative ») en fin de phases de décharge. Cet effet type Bauschinger est à l'origine d'une diminution de la déformation globale apparente, et donc des vitesses de déformation.

La raison pour laquelle ce phénomène semble cantonné à une fenêtre de contraintes relativement étroite vient probablement des mécanismes de déformation œuvrant dans la partie « fluage » du chargement : à 850 MPa, le fluage est de type « fluage-dislocations » (pour les deux microstructures). Ce type de comportement met en jeu des phénomènes de restauration par montée de dislocations. Dans ces conditions, les phases de décharges sont susceptibles d'entraîner de la restauration plus efficace.

Pour des contraintes maximales appliquées plus élevées ( $\sigma_{\max} \geq 950$  MPa) correspondant à un domaine où les propriétés en fluage sont très faibles, les propriétés en fatigue – temps de maintien (en particulier lorsque le temps de maintien est supérieur à 10 s) sont également très faibles. L'effet type Bauschinger évoqué précédemment n'a pas le temps de se mettre en place dans ce cas.

Enfin, deux critères ont été choisis pour pouvoir comparer les propriétés en fatigue – temps de maintien de plusieurs superalliages, qui ne présentent pas nécessairement des microstructures équivalentes. Ainsi, en fonction de la durée du temps de maintien, il est possible de rationaliser la contrainte maximale appliquée par la limite d'élasticité des alliages, ou par leur contrainte d'écrouissage (dépendante de la vitesse de sollicitation).

Pour compléter cette étude, plusieurs pistes sont envisagées.

La première consisterait à réaliser des analyses en microscopie en transmission *in-situ*, de manière à caractériser en détail :

- Les mécanismes mis en jeu à l'échelle des dislocations en fluage pur, pour chacune des microstructures de l'étude
- Le changement de comportement observé en fluage pur, pour les deux microstructures polycristallines GG et GF
- Le mécanisme de blocage des dislocations par les joints de grains (à 700°C en particulier)
- Les mécanismes de restauration mis en jeu lors des phases de décharge en fatigue – temps de maintien, en fonction de la contrainte maximale appliquée.

Une analyse plus fine des mécanismes d'endommagement assistés par l'oxydation (en particulier, l'amorçage de fissures assisté par l'oxydation sur la microstructure GF) permettrait de mieux appréhender comment l'environnement influence les propriétés mécaniques de l'alliage.

En fatigue – temps de maintien, il conviendrait de réaliser des essais à rapports de charge supérieurs, de manière à se décaler par rapport aux conditions d'apparition de l'effet type Bauschinger explicité.

Le déplacement de la surface seuil de plasticité pourrait être mis en évidence et quantifié par exemple par la réalisation d'un essai de fatigue – temps de maintien interrompu, suivi d'un essai de traction monotone en température. La limite d'élasticité devrait alors dans ce cas être bien supérieure à celle mesurée sans pré-déformation.

La dispersion des résultats de fatigue pure, mise en évidence dans cette étude lors de quelques essais effectués, nécessiterait d'être analysée. En particulier, la détermination de la cause microstructurale de cette dispersion, ainsi qu'une caractérisation du comportement de l'alliage en fatigue pure, sont importantes.

Dans le cadre d'une utilisation de l'alliage dans des pièces tournantes, il serait intéressant de préciser la manière dont les fissures se propagent dans un tel alliage. Une étude détaillée de la fissuration à chaud de l'AD730™ est donc utile. De même, analyser le sur-vieillessement thermique de l'alliage est également un point d'intérêt, de manière à reproduire et caractériser les conditions vécues par une pièce en service.

Pour finir, l'AD730™ est envisagé pour être utilisé dans une version « duale » (voir I3.4.). Dans ce contexte, savoir quel paramètre microstructural gouverne quelle propriété mécanique est essentiel. Il conviendrait donc de poursuivre ces caractérisations, dans une version de l'alliage présentant un gradient de microstructure.

**- Références  
Bibliographiques -**



- [**Andrieu et al., 2015**] E. Andrieu, B. Max, B. Viguier  
"Oxidation Assisted Intergranular Cracking in Alloy 718 : Effects of Strain Rate and Temperature",  
AerospaceLab, (9), 1–7, (2015)
- [**Bain et al., 1988**] K.R. Bain, M.L. Gambone, J.M. Hyzak, M.C. Thomas  
"Development of Damage Tolerant Microstructures in UDIMET 720",  
Superalloys 1988, TMS: Warrendale, PA, USA, 13–22, (1988)
- [**Baudin, 2010**] T. Baudin  
"Analyse EBSD Principe et cartographies d'orientations",  
Techniques de l'ingénieur, 33(0), 1–17, (2010)
- [**Beardmore et al., 1969**] P. Beardmore, R.G. Davies, T.L. Johnston  
"On The Temperature Dependence of the Flow Stress of Nickel-Base Alloys",  
Transactions of The Metallurgical Society of AIME, 245, 1537–1545, (1969)
- [**Bensch et al., 2012**] M. Bensch, A. Sato, N. Warnken, E. Affeldt, R.C. Reed, U. Glatzel  
"Modeling of the Influence of Oxidation on Thin-Walled Specimens of Single Crystal Superalloys",  
Superalloys 2012, TMS: Warrendale, PA, USA, 331–340, (2012)
- [**Betteridge et al., 1987**] W. Betteridge, S.W.K. Shaw  
"Development of superalloys",  
Materials Science and Technology, 3(9), 682–694, (1987)
- [**Bhowal et al., 1990**] P.R. Bhowal, E.F. Wright, E.L. Raymond  
"Effects of Cooling Rate and  $\gamma'$  Morphology on Creep and Stress-Rupture Properties of a Powder Metallurgy Superalloy",  
Metallurgical Transactions A, 21(June), 1709–1717, (1990)
- [**Billot, 2010**] T. Billot  
"Comportement et endommagement en fatigue et fatigue-fluage à haute température de différents états microstructuraux du superalliage base-nickel Udimet 720",  
Thèse de doctorat - École Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Poitiers, France, (2010)
- [**Birks et al., 2006**] N. Birks, G.H. Meier, F.S. Pettit  
"Introduction to the high-temperature oxidation of metals",  
Cambridge University Press, (2006)
- [**Brooks et al., 1988**] J.W. Brooks, P.J. Bridges  
"Metallurgical Stability of Inconel 718",  
Superalloys 1988, TMS: Warrendale, PA, USA, 33–42, (1988)
- [**Brundidge et al., 2012**] C.L. Brundidge, D. Van Drasek, B. Wang, T.M. Pollock  
"Structure refinement by a liquid metal cooling solidification process for single-crystal nickel-base superalloys",  
Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, 43(3), 965–976, (2012)
- [**Cadel et al., 2002**] E. Cadel, D. Lemarchand, S. Chambrelaud, D. Blavette  
"Atom probe tomography investigation of the microstructure of superalloys N18",  
Acta Materialia, 50(5), 957–966, (2002)
- [**Cao et al., 2004**] W.-D. Cao, R.L. Kennedy  
"Role of Chemistry in 718-Alloys - ALLVAC 718Plus Alloy Development",  
Superalloys 2004, 91–99, (2004)

- [**Caron et al., 1983**] P. Caron, T. Khan  
"Improvement of Creep strength in a nickel-base single-crystal superalloy by heat treatment",  
Materials Science and Engineering, 61(2), 173–184, (1983)
- [**Caron et al., 1988**] P. Caron, Y. Ohta, Y.G. Nakagawa, T. Khan  
"Creep deformation anisotropy in single crystal superalloys",  
Superalloys 1988, TMS: Warrendale, PA, USA, 215–224, (1988)
- [**Chateau, 1999**] E. Chateau  
"Comportement et endommagement en fluage à haute température du superalliage forgé à base  
de nickel Udimet 720",  
Thèse de doctorat - École Nationale Supérieure des Mines de Paris, France, (1999)
- [**Chateau et al., 2010**] E. Chateau, L. Rémy  
"Oxidation-assisted creep damage in a wrought nickel-based superalloy: Experiments and  
modelling",  
Materials Science and Engineering A, Elsevier B.V., 527(7–8), 1655–1664, (2010)
- [**Chen et al., 1997**] J.H. Chen, P.M. Rogers, J.A. Little  
"Oxidation behavior of several chromia-forming commercial nickel-base superalloys",  
Oxidation of Metals, 47, 381–410, (1997)
- [**Chevenard, 1930**] P. Chevenard  
"Procédé de traitement thermique des alliages à haute teneur en nickel et en chrome (additions  
d'aluminium, de cuivre et de silicium)",  
Brevet FR698724, 8(2), (1930)
- [**Collins et al., 2013**] D.M. Collins, B.D. Conduit, H.J. Stone, M.C. Hardy, G.J. Conduit, R.J.  
Mitchell  
"Grain growth behaviour during near- $\gamma'$  solvus thermal exposures in a polycrystalline nickel-base  
superalloy",  
Acta Materialia, 61(9), 3378–3391, (2013)
- [**Collins et al., 2014**] D.M. Collins, H.J. Stone  
"A modelling approach to yield strength optimisation in a nickel-base superalloy",  
International Journal of Plasticity, Elsevier Ltd, 54, 96–112, (2014)
- [**Condat et al., 1987**] M. Condat, B. Décamps  
"Shearing of  $\gamma'$  precipitates by single  $a/2 \langle 110 \rangle$  matrix dislocations in a  $\gamma/\gamma'$  Ni-based  
superalloy",  
Scripta Metallurgica, 21(5), 607–612, (1987)
- [**Cormier et al., 2009**] J. Cormier, P. Villechaise, X. Milhet  
" $\Gamma'$ -phase morphology of Ni-based single crystal superalloys as an indicator of the stress  
concentration in the vicinity of pores",  
Materials Science and Engineering A, 501(1–2), 61–69, (2009)
- [**Crozet et al., 2016**] C. Crozet, A. Devaux, R. Forestier, S. Charmond, M. Hueller, D. Helm, W.  
Buchmann  
"Effect of ingot size on microstructure and properties of the new advanced AD730 superalloy",  
Superalloys 2016, (2016)
- [**Cui et al., 2009**] C.Y. Cui, Y.F. Gu, D.H. Ping, H. Harada  
"Microstructural Evolution and Mechanical Properties of a Ni-Based Superalloy, TMW-4",  
Metallurgical and Materials Transactions A, 40(2), 282–291, (2009)
- [**Cui et al., 2006**] C.Y. Cui, Y.F. Gu, H. Harada, D.H. Ping, A. Sato  
"Phase stability and yield stress of Ni-base superalloys containing high Co and Ti",

Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, 37(11), 3183–3190, (2006)

**[Décamps et al., 2004]** B. Décamps, S. Raujol, A. Coujou, F. Pettinari-Sturmel, N. Clément, D. Locq, P. Caron

"On the shearing mechanism of  $\gamma'$  precipitates by a single  $a/6 \langle 112 \rangle$  Shockley partial in Ni-based superalloys",

Philosophical Magazine, 84(1), 91–107, (2004)

**[Décamps et al., 1991]** B. Décamps, A.J. Morton, M. Condat

"On the mechanism of shear of  $\gamma'$  precipitates by single  $(a/2)\langle 110 \rangle$  dissociated matrix dislocations in Ni-based superalloys",

Philosophical Magazine A, 64(3), 641–668, (1991)

**[Décamps et al., 1994]** B. Décamps, J.M. Pénisson, M. Condat, L. Guétaz, A.J. Morton

"High resolution imaging of shearing configurations of  $\gamma'$  precipitates in Ni-based superalloys",  
Scripta Metallurgica et Materiala, 30(11), 1425–1430, (1994)

**[Decker et al., 1958]** R. Decker, J. Rowe, J. Freeman

"Boron and Zirconium from Crucible Refractories in a Complex Heat-Resistant Alloy",  
US Government Printing Office, (1958)

**[Devaux et al., 2014b]** A. Devaux, L. Berglin, L. Thébaud, R. Delattre, C. Crozet, O. Nodin

"Mechanical properties and development of supersolvus heat treated new nickel base superalloy AD730™",

MATEC Web of Conferences, EDP Sciences, 14, 1004, (2014)

**[Devaux et al., 2010]** A. Devaux, E. Georges, P. Héritier

"Properties of New C&W Superalloys for High Temperature Disk Applications",

7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, TMS: Warrendale, PA, USA, 223–235, (2010)

**[Devaux et al., 2011]** A. Devaux, E. Georges, P. Héritier

"Development of New C&W Superalloys for High Temperature Disk Applications",

Advanced Materials Research, TMS: Warrendale, PA, USA, 278, 405–410, (2011)

**[Devaux et al., 2014a]** A. Devaux, A. Helstroffer, J. Cormier, P. Villechaise, J. Douin, M. Hantcherli, F. Pettinari-Sturmel

"Effect of Aging Heat-Treatment on Mechanical Properties of AD730™ Superalloy",

8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, TMS: Warrendale, PA, USA, 521–535, (2014)

**[Devaux et al., 2008]** A. Devaux, L. Nazé, R. Molins, A. Pineau, A. Organista, J.Y. Guédou, J.F. Uginet, P. Héritier

"Gamma double prime precipitation kinetic in Alloy 718",

Materials Science and Engineering: A, 486(1–2), 117–122, (2008)

**[Devaux et al., 2012]** A. Devaux, B. Picqué, M. Gervais, E. Georges, T. Poulain, P. Héritier

"AD730™ - A New Nickel-Based Superalloy for High Temperature Engine Rotative Parts",  
Superalloys 2012, TMS: Warrendale, PA, USA, 911–919, (2012)

**[Draper et al., 1989]** S. Draper, D. Hull, R. Dreshfield

"Observations of directional gamma prime coarsening during engine operation",

Metallurgical Transactions A, 20(4), 683–688, (1989)

**[Drouelle, 2017]** E. Drouelle

"Relations microstructure, propriétés mécaniques et résistance à l'oxydation de la phase MAX Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>",

Thèse de doctorat - Université de Poitiers, Poitiers, France, (2017)

[**Dubiez-Le Goff, 2003**] S. Dubiez-Le Goff

"Comportement et Endommagement d'un Superalliage Elaboré par Compression Isostatique à Chaud",

Thèse de doctorat - École Nationale Supérieure des Mines de Paris, France, (2003)

[**Ducrocq et al., 1988**] C. Ducrocq, A. Lasalmonie, Y. Honnorat

"N 18, A New Damage Tolerant PM Superalloy for High Temperature Turbine Discs",  
Superalloys 1988, TMS: Warrendale, PA, USA, 63–72, (1988)

[**Duhl et al., 1971**] D.N. Duhl, C.P. Sullivan

"Some effects of hafnium additions on the mechanical properties of a columnar-grained nickel-base superalloy",

JOM, 23(7), 38–40, (1971)

[**Durand-Charre, 1997**] M. Durand-Charre

"The Microstructure of Superalloys",

Gordon and Breach Science Publishers, (1997)

[**Dye et al., 2004**] D. Dye, K. Conlon, R. Reed

"Characterization and modeling of quenching-induced residual stresses in the nickel-based superalloy IN718",

Metallurgical and Materials Transactions A, 35(6), 1703–1713, (2004)

[**Evans et al., 2013**] H.E. Evans, H.Y. Li, P. Bowen

"A mechanism for stress-aided grain boundary oxidation ahead of cracks",

Scripta Materialia, 69(2), 179–182, (2013)

[**Flageolet, 2005**] B. Flageolet

"Effet du vieillissement du superalliage base nickel N18 pour disques de turbines sur sa durabilité en fatigue et en fatigue-fluage à 700 °C",

Thèse de doctorat - École Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Poitiers, France, (2005)

[**Flageolet et al., 2005**] B. Flageolet, M. Jouiad, P. Villechaise, J. Mendez

"On the role of  $\gamma$  particles within  $\gamma'$  precipitates on damage accumulation in the P/M nickel-base superalloy N18",

Materials Science and Engineering A, 399(1–2), 199–205, (2005)

[**Floreen, 1987**] S. Floreen

"Mechanical Behavior",

In Superalloys II, 9Wiley, New York, 293-326, (1987)

[**Foss et al., 2013**] B.J. Foss, S. Gray, M.C. Hardy, S. Stekovic, D.S. McPhail, B.A. Shollock

"Analysis of shot-peening and residual stress relaxation in the nickel-based superalloy RR1000",  
Acta Materialia, 61(7), 2548–2559, (2013)

[**Furrer et al., 1999**] D.U. Furrer, H.J. Fecht

" $\Gamma'$  Formation in Superalloys U720Li",

Scripta Materialia, 40(11), 1215–1220, (1999)

[**Furrer et al., 2000**] D.U. Furrer, H.J. Fecht

"Microstructure and Mechanical Property Development in Superalloy U720LI",

Superalloys 2000, TMS: Warrendale, PA, USA, 415–424, (2000)

[**Gabb et al., 2011**] T.P. Gabb, P.T. Kantzos, J. Telesman, J. Gayda, C.K. Sudbrack, B. Palsa

"Fatigue resistance of the grain size transition zone in a dual microstructure superalloy disk",  
International Journal of Fatigue, Elsevier Ltd, 33(3), 414–426, (2011)

- [**Gabb et al., 2014**] T. Gabb, J. Telesman, A. Banik, E. Mcdevitt  
"Use of slow strain rate tensile testing to assess the ability of several superalloys to resist environmentally assisted intergranular cracking",  
8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, TMS: Warrendale, PA, USA, 639–654, (2014)
- [**Galindo-Nava et al., 2015**] E.I. Galindo-Nava, L.D. Connor, C.M.F. Rae  
"On the prediction of the yield stress of unimodal and multimodal  $\gamma'$  Nickel-base superalloys",  
Acta Materialia, Acta Materialia Inc., 98, 377–390, (2015)
- [**Garosshen et al., 1987**] T.J. Garosshen, T.D. Tillman, G.P. McCarthy  
"Effects of B, C, and Zr on the Structure and Properties of a P/M Nickel Base Superalloy",  
Metallurgical Transactions A, 18A(January), 69–77, (1987)
- [**Gayda et al., 2004**] J. Gayda, T.P. Gabb, P.T. Kantzos  
"The effect of dual microstructure heat treatment on an advanced nickel-base disk alloy",  
Superalloys 2004, TMS: Warrendale, PA, USA, 323–329, (2004)
- [**Gayda et al., 1983**] J. Gayda, R. Miner  
"Fatigue crack initiation and propagation in several nickel-base superalloys at 650 C",  
International Journal of Fatigue, 5(3), 135–143, (1983)
- [**Gayda, 2001**] J. Gayda  
"Dual Microstructure Heat Treatment of a Nickel-Base Disk Alloy",  
NASA/TM-2001-211168, (November), (2001)
- [**Giggins et al., 1971**] C.S. Giggins, F.S. Pettit  
"Oxidation of Ni-Cr-Al Alloys Between 1000° and 1200°C",  
Journal of The Electrochemical Society, 118(11), 1782, (1971)
- [**Giggins et al., 1969**] C.S. Giggins, F.S. Pettit  
"Oxidation of Ni-Cr-Al Alloys Between 1000 C and 1200 C",  
Transactions of The Metallurgical Society of AIME, 254, 2495–2507, (1969)
- [**Guillaume, 1922**] M. Guillaume  
"Propulseur Par Réaction Sur L'Air",  
Brevet FR534801, 6(4), (1922)
- [**Hall, 1970**] E.O. Hall  
"Yield point phenomena in metals and alloys",  
Springer Science & Business Media, (1970)
- [**Hans et al.**] S. Hans, H. Poisson, V. Weber, A. Jardy  
"Procédés de refusion VAR et ESR",  
Rapport Interne - Aubert&Duval,
- [**Hardy et al., 2004**] M.C. Hardy, B. Zirbel, G. Shen, R. Shankar  
"Developing damage tolerance and creep resistance in a high strength nickel alloy for disc applications",  
Superalloys 2004, 83–90, (2004)
- [**Helstroffer, 2011**] A. Helstroffer  
"Optimisation du traitement thermique de vieillissement d'un superalliage base nickel pour disques de turbines aéronautiques",  
Stage de Master - ENSMA/Aubert&Duval, (2011)
- [**Hong et al., 2009**] H.U. Hong, I.S. Kim, B.G. Choi, M.Y. Kim, C.Y. Jo  
"The effect of grain boundary serration on creep resistance in a wrought nickel-based superalloy",  
Materials Science and Engineering: A, 517(1–2), 125–131, (2009)

- [**Hu et al., 2016**] D. Hu, Q. Ma, L. Shang, Y. Gao, R. Wang  
"Creep-fatigue behavior of turbine disc of superalloy GH720Li at 650°C and probabilistic creep-fatigue modeling",  
Materials Science and Engineering: A, 670, 17–25, (2016)
- [**Hu et al., 2009**] D. Hu, R. Wang  
"Experimental study on creep-fatigue interaction behavior of GH4133B superalloy",  
Materials Science and Engineering A, 515(1–2), 183–189, (2009)
- [**Huther et al., 1978**] W. Huther, B. Reppich  
"Interaction of Dislocations with Coherent, Strain-Free Ordered Particles",  
Zeitschrift für Metallkunde, 69(10), 628–634, (1978)
- [**Hyde et al., 1997**] T.H. Hyde, L. Xia, A.A. Becker, W. Sun  
"Fatigue, Creep And Creep/Fatigue Behaviour of a Nickel Base Superalloy at 700°C",  
Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 20(9), 1295–1303, (1997)
- [**Jackson et al., 1999**] M.P. Jackson, R.C. Reed  
"Heat treatment of UDIMET 720Li: the effect of microstructure on properties",  
Materials Science and Engineering: A, 259(1), 85–97, (1999)
- [**Jain et al., 2000**] S.K. Jain, B. a Ewing, C. a Yin  
"The Development of Improved Performance PM Udimet 720 Turbine Disks",  
Superalloys 2000, 785–794, (2000)
- [**Jena et al., 1984**] A.K. Jena, M.C. Chaturvedi  
"Review The role of alloying elements in the design of nickel-base superalloys",  
Journal of Materials Science, 19, 3121–3139, (1984)
- [**Jones et al., 1996**] J. Jones, D.J.C. Mackay  
"Neural network modelling of the mechanical properties of nickel base superalloys",  
Superalloys 1996, 417–424, (1996)
- [**Jouiad et al., 2016**] M. Jouiad, E. Marin, R.S. Devarapalli, J. Cormier, F. Ravaux, C. Le Gall, J.M. Franchet  
"Microstructure and mechanical properties evolutions of alloy 718 during isothermal and thermal cycling over-aging",  
Materials and Design, Elsevier Ltd, 102, 284–296, (2016)
- [**Takehi, 1999**] K. Takehi  
"Influence of secondary precipitates and crystallographic orientation on the strength of single crystals of a Ni-based superalloy",  
Metallurgical and Materials Transactions A, 30(May), 1249–1259, (1999)
- [**Kane et al., 2009**] W.M. Kane, C.J. McMahon  
"Part II. Effects of grain-boundary structure on the path of cracking in polycrystals",  
Materials Science and Engineering A, 507(1–2), 61–65, (2009)
- [**Kanter, 1938**] J.J. Kanter  
"The problem of the temperature coefficient of tensile creep rate",  
Trans. AIME, 131, 385–418, (1938)
- [**Kennedy, 2005**] R.L. Kennedy  
"Allvac® 718Plus™, Superalloy for the Next Forty Years",  
Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives, 1–14, (2005)
- [**Kitaguchi et al., 2013**] H.S. Kitaguchi, H.Y. Li, H.E. Evans, R.G. Ding, I.P. Jones, G. Baxter, P. Bowen  
"Oxidation ahead of a crack tip in an advanced Ni-based superalloy",

Acta Materialia, 61(6), 1968–1981, (2013)

**[Klarstrom et al., 1984]** D. Klarstrom, H. Tawancy, M. Rothman  
"Structure/Property Relationships in Solid-Solution Strengthened Superalloys",  
Superalloys 1984, TMS: Warrendale, PA, USA, 553–562, (1984)

**[Kontis et al., 2016]** P. Kontis, H. a. Mohd Yusof, K.L. Moore, C.R.M. Grovenor, R.C. Reed  
"On the effect of boron on the mechanical properties of a new polycrystalline superalloy",  
Acta Materialia, Elsevier Ltd, 103, 688–699, (2016)

**[Kontis et al., 2014]** P. Kontis, H.A.M. Yusof, K.L. Moore, C.R.M. Grovenor, R.C. Reed  
"On the effect of boron on the mechanical properties of a new polycrystalline superalloy",  
MATEC Web of Conferences, EDP Sciences, Vol. 14, 17003, (2014)

**[Krueger et al., 1992]** D.D. Krueger, R.D. Kissinger, R.G. Menzies  
"Development and Introduction of a Damage Tolerant High Temperature Nickel-Base Disk  
Alloy, Rene88DT",  
Superalloys 1992, 277–286, (1992)

**[Krupp et al., 2004]** U. Krupp, W.M. Kane, C. Laird, C.J. McMahon  
"Brittle intergranular fracture of a Ni-base superalloy at high temperatures by dynamic  
embrittlement",  
Materials Science and Engineering A, 387–389(1–2 SPEC. ISS.), 409–413, (2004)

**[Larrouy, 2014]** B. Larrouy  
"Mécanismes de déformation et d’amorçage de fissures dans l’Udimet™ 720Li en relation avec  
les paramètres microstructuraux",  
Thèse de doctorat - École Nationale Supérieure de Mécanique et d’Aérotechnique, Poitiers,  
France, (2014)

**[Larrouy et al., 2015]** B. Larrouy, P. Villechaise, J. Cormier, O. Berteaux  
"Grain boundary–slip bands interactions: Impact on the fatigue crack initiation in a  
polycrystalline forged Ni-based superalloy",  
Acta Materialia, Acta Materialia Inc., 99, 325–336, (2015)

**[Larson et al., 1952]** F.R. Larson, J. Miller  
"A time-temperature relationship for rupture and creep stresses",  
Trans. ASME, 74, 765–775, (1952)

**[Larson et al., 1977]** J.M. Larson, S. Floreen  
"Metallurgical Factors Affecting the Crack Growth Resistance of a Superalloy",  
Metallurgical Transactions A, 8A(1), 51–55, (1977)

**[Lasalmonie et al., 1986]** A. Lasalmonie, J.L. Strudel  
"Influence of grain size on the mechanical behaviour of some high strength materials",  
Journal of Materials Science, 21(6), 1837–1852, (1986)

**[Laurence, 2016]** A. Laurence  
"Impact du sur-vieillessement métallurgique sur le comportement et la durabilité du superalliage  
base nickel René 65",  
Thèse de doctorat - École Nationale Supérieure de Mécanique et d’Aérotechnique, Poitiers,  
France, (2016)

**[Laurence et al., 2014]** A. Laurence, J. Cormier, P. Villechaise, T. Billot, F. Pettinari-sturmel, M.  
Hantcherli, F. Momprou  
"Impact of the solution cooling rate and of thermal aging on the creep properties of the new cast  
& wrought René 65 Ni-based superalloy",  
8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, TMS: Warrendale, PA, USA,

333–348, (2014)

[**Lemaitre et al., 2004**] J. Lemaitre, J. Chaboche  
"Mécanique des matériaux solides - 2eme édition",  
Dunod, (2004)

[**Li et al., 2015**] H.Y. Li, J.F. Sun, M.C. Hardy, H.E. Evans, S.J. Williams, T.J.A. Doel, P. Bowen  
"Effects of microstructure on high temperature dwell fatigue crack growth in a coarse grain PM  
nickel based superalloy",  
Acta Materialia, 90, 355–369, (2015)

[**Liu et al., 1987**] C.T. Liu, C.L. White  
"Dynamic embrittlement of boron-doped Ni<sub>3</sub>Al alloys at 600°C",  
Acta Metallurgica, 35(3), 643–649, (1987)

[**Locq, 2014**] D. Locq  
"Etude du superalliage C&W A&D AD730",  
Rapport Interne - ONERA, (2014)

[**Locq, 2015**] D. Locq  
"Etude du superalliage C&W A&D AD730 - Résultats complémentaires avril 2015",  
Rapport Interne - ONERA, (2015)

[**Locq et al., 2004**] D. Locq, P. Caron, S. Raujol, F. Pettinari-Sturmel, A. Coujou, N. Clément  
"On the Role of Tertiary  $\gamma'$  Precipitates in the Creep Behaviour at 700 °C of a PM Disk  
Superalloy",  
Superalloys 2004, TMS: Warrendale, PA, USA, 179–187, (2004)

[**Locq et al., 2000**] D. Locq, M. Marty, P. Caron  
"Optimisation of the mechanical Properties of a New PM Superalloy for Disk Applications",  
Superalloys 2000, TMS: Warrendale, PA, USA, 395–403, (2000)

[**Loomis et al., 1972**] W.T. Loomis, J.W. Freeman, D.L. Sponseller  
"The influence of molybdenum on the  $\gamma'$  phase in experimental nickel-base superalloys",  
Metallurgical Transactions, 3(4), 989–1000, (1972)

[**Mao et al., 2002**] J. Mao, K.M. Chang, W. Yang, D.U. Furrer, K. Ray, S.P. Vaze  
"Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy Rene88DT",  
Materials Science and Engineering A, 332(1–2), 318–329, (2002)

[**Masoumi et al., 2016a**] F. Masoumi, M. Jahazi, D. Shahriari, J. Cormier  
"Coarsening and dissolution of  $\gamma'$  precipitates during solution treatment of AD730<sup>TM</sup> Ni-based  
superalloy: Mechanisms and kinetics models",  
Journal of Alloys and Compounds, 658, 981–995, (2016)

[**Masoumi et al., 2016b**] F. Masoumi, D. Shahriari, M. Jahazi, J. Cormier, A. Devaux  
"Kinetics and Mechanisms of  $\gamma'$  Re-precipitation in a Ni-based Superalloy",  
Scientific Reports, 6, 28650, (2016)

[**Maurer et al., 1980**] G.E. Maurer, L.A. Jackman, J.A. Domingue  
"Role of Cobalt in Waspaloy",  
Superalloys 1980 (Fourth International Symposium), TMS: Warrendale, PA, USA, (1), 43–52,  
(1980)

[**McMahon, 1974**] C.J. McMahon  
"On the mechanism of premature in-service failure nickel-base superalloy gas turbine blades",  
Materials Science and Engineering, 13(3), 295–297, (1974)

[**McMahon et al., 1970**] C.J. McMahon, L.F. Coffin  
"Mechanisms of Damage and Fracture in of a Cast Nickel-Based Superalloy",

- Metallurgical Transactions, 1(December), 3443–3450, (1970)
- [Merica, 1926]** P.D. Merica  
"Nickel Alloys and Method of Making the Same",  
US Patent 1,572,744, (1926)
- [Miao et al., 2009]** J. Miao, T.M. Pollock, J. Wayne Jones  
"Crystallographic fatigue crack initiation in nickel-based superalloy René 88DT at elevated temperature",  
Acta Materialia, Acta Materialia Inc., 57(20), 5964–5974, (2009)
- [Miller et al., 2007]** M.K. Miller, S.S. Babu, J.M. Vitek  
"Stability of  $\gamma'$  precipitates in a PWA1480 alloy",  
Intermetallics, 15(5–6), 757–766, (2007)
- [Mitchell et al., 2008]** R.J. Mitchell, J.A. Lemsky, R. Ramanathan, H.Y. Li, K.M. Perkins, L.D. Connor  
"Process Development & Microstructure & Mechanical Property Evaluation of a Dual Microstructure Heat Treated Advanced Nickel Disc Alloy",  
Superalloys 2008 (Eleventh International Symposium), TMS: Warrendale, PA, USA, (Figure 1), 347–356, (2008)
- [Monkman et al., 1956]** F.C. Monkman, F.J. Grant  
"An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep-rupture tests",  
Proc. ASTM, 56, 593–620, (1956)
- [Morinaga et al., 1984]** M. Morinaga, N. Yukawa, H. Adachi, H. Ezaki  
"New Phacom and its Applications to Alloy Design",  
Superalloys 1984 (Fifth International Symposium), 523–532, (1984)
- [Murakumo et al., 2004]** T. Murakumo, T. Kobayashi, Y. Koizumi, H. Harada  
"Creep behaviour of Ni-base single-crystal superalloys with various  $\gamma'$  volume fraction",  
Acta Materialia, 52(12), 3737–3744, (2004)
- [Nabarro, 1997]** F.R.N. Nabarro  
"Fifty-year study of the Peierls-Nabarro stress",  
Materials Science and Engineering: A, 234–236, 67–76, (1997)
- [Nabarro et al., 1995]** F. Nabarro, H. de Villiers  
"The Physics of Creep",  
Taylor & Francis, London, (1995)
- [Nagasaka et al., 1993]** Y. Nagasaka, J.K. Brimacombe, E.B. Hawbolt, I. V Samarasekera, B. Hernandez-Morales, S.E. Chidiac  
"Mathematical Model of Phase Transformations and Elasto- Plastic Stress in the Water Spray Quenching of Steel Bars I",  
Metall. Trans. A, 24(April), 795–802, (1993)
- [National Aeronautics and Space Association, 2010]** National Aeronautics and Space Association  
"Measurement Uncertainty Analysis Principles and Methods",  
NASA Measurement Quality Assurance Handbook, (July), 1–275, (2010)
- [Németh et al., 2017]** A.A.N. Németh, D.J. Crudden, D.E.J. Armstrong, D.M. Collins, K. Li, A.J. Wilkinson, C.R.M. Grovenor, R.C. Reed  
"Environmentally-assisted grain boundary attack as a mechanism of embrittlement in a nickel-based superalloy",  
Acta Materialia, 126, 361–371, (2017)

- [**Németh et al., 2016**] A.A.N. Németh, D.J. Crudden, D.M. Collins, D.E.J. Armstrong, R.C. Reed  
"Novel techniques to assess environmentally-assisted cracking in a Nickel-based superalloy",  
Superalloys 2016 TMS, 801–810, (2016)
- [**Ning et al., 2013**] Y. Ning, Z. Yao, H. Guo, M.W. Fu  
"Structural-gradient-materials produced by gradient temperature heat treatment for dual-property turbine disc",  
Journal of Alloys and Compounds, 557, 27–33, (2013)
- [**Norton, 1929**] F.H. Norton  
"The Creep of Steel at High Temperatures",  
McGraw-Hill Book Company, Incorporated, (1929)
- [**Ohain, 1952**] H.J. V Ohain  
"Strahltriebwerk, insbesondere für Luftfahrzeuge",  
Brevet DE767258C, (1952)
- [**Ostwald, 1901**] W. Ostwald  
"Analytische Chemie",  
Enlelmann, Leipzig, Z. Phys. Chem, 37, 385, (1901)
- [**Pang et al., 2007**] H.T. Pang, P.A.S. Reed  
"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, 448(1–2), 67–79, (2007)
- [**Paulonis et al., 2001**] D.F. Paulonis, J.J. Schirra  
"Alloy 718 at Pratt & Whitney—Historical Perspective and Future Challenges",  
Superalloys, 718(625,706), 13–23, (2001)
- [**Pfaendtner et al., 2001**] J.A. Pfaendtner, J.J. McMahon  
"Oxygen-induced intergranular cracking of a Ni-base alloy at elevated temperatures - An example of dynamic embrittlement",  
Acta Materialia, 49(16), 3369–3377, (2001)
- [**Pineau et al., 2009**] A. Pineau, S.D. Antolovich  
"High temperature fatigue of nickel-base superalloys – A review with special emphasis on deformation modes and oxidation",  
Engineering Failure Analysis, Elsevier Ltd, 16(8), 2668–2697, (2009)
- [**Pollock et al., 1994**] T.M. Pollock, A.S. Argon  
"Directional coarsening in nickel-base single crystals with high volume fractions of coherent precipitates",  
Acta Metallurgica Et Materialia, 42(6), 1859–1874, (1994)
- [**Pollock et al., 2006**] T.M. Pollock, S. Tin  
"Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties",  
Journal of Propulsion and Power, 22(2), 361–374, (2006)
- [**Porter et al., 1981**] A. Porter, B. Ralph  
"The recrystallization of nickel-base superalloys",  
Journal of Materials Science, 16(3), 707–713, (1981)
- [**Poulain, 2011**] T. Poulain  
"Liens entre microstructure, traitements thermiques et caractéristiques mécaniques pour un nouveau superalliage base nickel",

Stage de Master - Aubert&Duval, (2011)

**[Rabbe et al., 2000]** P. Rabbe, H.-P. Lieurade, A. Galtier

"Essais de fatigue Partie I",

Techniques de l'Ingénieur, M4170, 1–21, (2000)

**[Rae et al., 2001]** C.M.F. Rae, R.C. Reed

"The precipitation of topologically close-packed phases in rhenium-containing superalloys",

Acta Materialia, 49(19), 4113–4125, (2001)

**[Raujol, 2004]** S. Raujol

"Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disques de turbine",

Thèse de Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse (France), (2004)

**[Raujol et al., 2004]** S. Raujol, F. Pettinari, D. Locq, P. Caron, A. Coujou, N. Clément

"Creep straining micro-mechanisms in a powder-metallurgical nickel-based superalloy",

Materials Science and Engineering A, 387–389(1–2 SPEC. ISS.), 678–682, (2004)

**[Reed, 2006]** R.C. Reed

"The Superalloys: Fundamentals and Applications",

Cambridge University Press, (2006)

**[Reed et al., 1999]** R.C. Reed, N. Matan, D.C. Cox, M.A. Rist, C.M.F. Rae

"Creep of CMSX-4 Superalloy Single Crystals : Effects of Rafting At High Temperature",

Acta Materialia, 47(12), 3367–3381, (1999)

**[Reppich, 1982]** B. Reppich

"Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in  $\gamma'$  precipitating Ni-base alloys—I. Theoretical concept",

Acta Metallurgica, 30(1), 87–94, (1982)

**[Reppich, 1993]** B. Reppich

"Particle Strengthening",

Materials Science and Technology, 7Wiley - VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, (1993)

**[Rezende et al., 2015]** M.C. Rezende, L.S. Araujo, S.B. Gabriel, J. Dille, L.H. de Almeida

"Oxidation assisted intergranular cracking under loading at dynamic strain aging temperatures in Inconel 718 superalloy",

Journal of Alloys and Compounds, 643, S256–S259, (2015)

**[Rhee et al., 1970]** S.K. Rhee, A.R. Spencer

"Oxidation of commercial high-temperature alloys",

Metallurgical Transactions, 1(7), 2021–2022, (1970)

**[Ricks et al., 1983]** R.A.A. Ricks, A.J.J. Porter, R.C.C. Ecob

"The growth of  $\gamma'$  precipitates in nickel-base superalloys",

Acta Metallurgica, 31(1), 43–53, (1983)

**[Sabol et al., 1969]** G.P. Sabol, R. Stickler

"Microstructure of Nickel-Based Superalloys",

Physica Status Solidi (b), 35(1), 11–52, (1969)

**[Saint-Antonin, 1995]** F. Saint-Antonin

"Essais de fluage",

Techniques de l'Ingenieur, (0), 1–14, (1995)

**[Schafrik et al., 2001]** R.E. Schafrik, D.D. Ward, J.R. Groh

"Application of Alloy 718 in GE Aircraft Engines: Past, Present and Next Five Years",

Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives (2001), 1–11, (2001)

[**Sczerzenie et al., 1984**] F. Sczerzenie, G. Maurer  
"Development of Udiemet 720 for High Strength Disk Applications",  
Superalloys 1984, TMS: Warrendale, PA, USA, 573–580, (1984)

[**Serrano Munoz, 2016**] A. Serrano Munoz  
"Caractérisation des propriétés mécaniques à chaud de disques de turbines aéronautiques en superalliage base nickel avec gradient de microstructure",  
Stage de Master - ENSMA/Aubert&Duval, (2016)

[**Simonetti et al., 1998**] M. Simonetti, P. Caron  
"Role and behaviour of  $\mu$  phase during deformation of a nickel-based single crystal superalloy",  
Materials Science and Engineering: A, 254(1–2), 1–12, (1998)

[**Sims, 1984**] C.T. Sims  
"A History of Superalloy Metallurgy for Superalloy Metallurgists",  
Superalloys 1984, TMS: Warrendale, PA, USA, 399–419, (1984)

[**Smialek et al., 1987**] J.L. Smialek, G.H. Meier  
"High-Temperature Oxidation",  
In Superalloys II, 11Wiley, New York, 293-326, (1987)

[**Smith, 1948**] C. Smith  
"Introduction to grains, phases, and interfaces - an interpretation of microstructure",  
Trans. AIME, 175, 15–51, (1948)

[**Soula, 2010**] A. Soula  
"Etude de la déformation intergranulaire au cours du fluage à haute température d'un superalliage à base de nickel polycristallin",  
Thèse de Institut National Polytechnique de Grenoble, France, (2010)

[**Steuer et al., 2014**] S. Steuer, Z. Hervier, S. Thabart, C. Castaing, T.M. Pollock, J. Cormier  
"Creep behavior under isothermal and non-isothermal conditions of AM3 single crystal superalloy for different solutioning cooling rates",  
Materials Science and Engineering A, Elsevier, 601, 145–152, (2014)

[**Stinville et al., 2015**] J.C. Stinville, K. Gallup, T.M. Pollock  
"Transverse Creep of Nickel-Base Superalloy Bicrystals",  
Metallurgical and Materials Transactions A, 46(6), 2516–2529, (2015)

[**Sugui et al., 2010**] T. Sugui, W. Minggang, L. Tang, Q. Benjiang, X. Jun  
"Influence of TCP phase and its morphology on creep properties of single crystal nickel-based superalloys",  
Materials Science and Engineering A, Elsevier B.V., 527(21–22), 5444–5451, (2010)

[**Taboada Michel et al., 2016**] H. Taboada Michel, L. Sasaki, G. Effgen Santos, J. Cormier, C. Dumont, P. Villechaise, P. Bocher, D. Texier, E. Georges, F. Bridier, F. Hamon, A. Devaux  
"Mechanical Properties of Cast & Wrought Hybrid Disks",  
Superalloys 2016, TMS: Warrendale, PA, USA, 539–548, (2016)

[**Takahashi et al., 2002**] O. Takahashi, Y. Terada, M. Takeyama, T. Matsuo  
"Creep characteristics and internal stress in  $\gamma$ -TiAl",  
Materials Science and Engineering A, 329–331, 835–839, (2002)

[**Tanaka et al., 1988**] M. Tanaka, O. Miyagawa, T. Sakaki, H. Iizuka, F. Ashihara, D. Fujishiro  
"Creep Rupture Strength And Grain-Boundary Sliding In Austenitic 21Cr-4Ni-9Mn Steels With Serrated Grain Boundaries",  
Journal of Materials Science, 23, 621–628, (1988)

- [**Thibault et al., 2013**] K. Thibault, D. Locq, P. Caron, D. Boivin, Y. Renollet, Y. Bréchet  
"Influence of microstructure on local intra- and intergranular deformations during creep of a nickel-based superalloy at 700°C",  
Materials Science and Engineering A, Elsevier, 588, 14–21, (2013)
- [**Tien et al., 1971**] J.K. Tien, S.M. Copley  
"The effect of uniaxial stress on the periodic morphology of coherent gamma prime precipitates in nickel-base superalloy crystals",  
Metallurgical Transactions, 2(1), 215–219, (1971)
- [**Tien et al., 1972**] J.K. Tien, R.P. Gamble  
"Effects of stress coarsening on coherent particle strengthening",  
Metallurgical Transactions, 3(August), 2157–2162, (1972)
- [**Torster et al., 1997**] F. Torster, G. Baumeister, J. Albrecht, G. Lütjering, D. Helm, M. a. Daeubler  
"Influence of grain size and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of the nickel-base superalloy U 720 LI",  
Materials Science and Engineering: A, 234–236, 189–192, (1997)
- [**Versnyder et al., 1970**] F.I. Versnyder, M.E. Shank  
"The development of columnar grain and single crystal high temperature materials through directional solidification",  
Materials Science and Engineering, 6(4), 213–247, (1970)
- [**Viskari et al., 2013**] L. Viskari, M. Hörnqvist, K.L. Moore, Y. Cao, K. Stiller  
"Intergranular crack tip oxidation in a Ni-base superalloy",  
Acta Materialia, 61(10), 3630–3639, (2013)
- [**Vultos, 2018**] W. Vultos  
"Influence de la microstructure sur le comportement en fatigue-fluage du superalliage polycristallin AD730",  
Thèse de doctorat - Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse - CEMES (France) (Soutenance prévue en 2018), (2018)
- [**Wagner, 1952**] C. Wagner  
"Theoretical analysis of the diffusion processes determining the oxidation rate of alloys",  
Journal of the Electrochemical Society, (1952)
- [**Wagner, 1933**] C. Wagner  
"Beitrag zur theorie des anlaufvorgangs",  
Zeitschrift für Physikalische Chemie B, 21, 25–41, (1933)
- [**Wasielowski, 1967**] G.E. Wasielewski  
"Nickel-Base Superalloy Oxidation",  
General Electric Co, (1967)
- [**Webster et al., 2001**] G.A. Webster, A.N. Ezeilo  
"Residual stress distributions and their influence on fatigue lifetimes",  
International Journal of Fatigue, 23(0), 375–383, (2001)
- [**Whittle, 1931**] F. Whittle  
"Improvements relating to the Propulsion of Aircraft and Other Vehicles",  
Brevet GB347206, (1931)
- [**Wilkinson et al., 2012**] A.J. Wilkinson, T.B. Britton  
"Strains, planes, and EBSD in materials science",  
Materials Today, 15(9), 366–376, (2012)

- [Wirth et al., 2014] E. Wirth, F. Guitteny, C. Mathonat  
"Thermogravimétrie",  
Techniques de l'ingénieur, P1260v3, (2014)
- [Wisniewski et al., 2009] A. Wisniewski, J. Beddoes  
"Influence of grain-boundary morphology on creep of a wrought Ni-base superalloy",  
Materials Science and Engineering: A, 510–511, 266–272, (2009)
- [Wlodek, 1964] S.T. Wlodek  
"The Oxidation of Hastelloy Alloy X",  
The Metallurgical Society of AIME, 230(1), 177–185, (1964)
- [Wlodek, 1964] S.T. Wlodek  
"The Oxidation of René 41 and Udimet 700",  
The Metallurgical Society of AIME, 230(5), 1078–1090, (1964)
- [Wlodek et al., 1996] S.T. Wlodek, M. Kelly, D.A. Alden  
"The structure of Rene 88DT",  
Superalloys 1996, 129–136, (1996)
- [Woodford, 2006] D.A. Woodford  
"Gas phase embrittlement and time dependent cracking of nickel based superalloys",  
Energy Materials, 1(1), 59–79, (2006)
- [Xie et al., 2008] G. Xie, J. Zhang, L.H. Lou  
"Effect of heat treatment atmosphere on surface recrystallization of a directionally solidified Ni-base superalloy",  
Scripta Materialia, 59(8), 858–861, (2008)
- [Xu et al., 2012] Y. Xu, L. Zhang, J. Li, X. Xiao, X. Cao, G. Jia, Z. Shen  
"Relationship between Ti/Al ratio and stress-rupture properties in nickel-based superalloy",  
Materials Science and Engineering A, Elsevier B.V., 544, 48–53, (2012)
- [Yan et al., 2008] B.C. Yan, J. Zhang, L.H. Lou  
"Effect of boron additions on the microstructure and transverse properties of a directionally solidified superalloy",  
Materials Science and Engineering A, 474(1–2), 39–47, (2008)
- [Zhong et al., 2011] Z. Zhong, Y. Gu, Y. Yuan, T. Osada, C. Cui, T. Yokokawa, T. Tetsui, H. Harada  
"Effect of Solution Temperature on the Microstructure and Mechanical Properties of a Newly Developed Superalloy TMW-4M3",  
Metallurgical and Materials Transactions A, 43(3), 1017–1025, (2011)
- [Zhong et al., 2012] Z. Zhong, Y. Gu, Y. Yuan, T. Yokokawa, H. Harada  
"Mechanical properties and fracture modes of an advanced Ni–Co-base disk superalloy at elevated temperatures",  
Materials Characterization, Elsevier Inc., 67, 101–111, (2012)
- [Zrník et al., 2001] J. Zrník, J. Semeňák, V. Vrchovinský, P. Wangyao  
"Influence of hold period on creep – fatigue deformation behaviour of nickel base superalloy",  
Materials Science and Engineering A, 319(321), 637–642, (2001)

**- Annexes -**



## - Annexe A - Étude des incertitudes de mesure dans l'analyse d'images par Visilog 6.9®

Les incertitudes associées aux mesures de tailles de précipités et de distances inter-précipités réalisées à l'aide du logiciel Visilog 6.9® dépendent de nombreux facteurs, dont les principaux sont listés ci-dessous :

- Qualité de la préparation de l'échantillon analysé
- Qualité de l'image prise au MEB (netteté, contraste)
- Qualité du seuillage (et donc qualité des étapes de préparation au seuillage)
- Nombre de pixels contenus dans une particule
- Nombre total de particules analysées

La prise en compte de tous ces paramètres dans une optique de calcul d'incertitude est complexe. En particulier, la qualité de la préparation de l'échantillon analysé, ainsi que la qualité de l'image prise au MEB sont des facteurs fortement dépendant de l'utilisateur. Il apparaît cependant que l'erreur liée à ces deux étapes est négligeable devant celle provenant du seuillage lors de l'analyse d'images (Figure A-1).

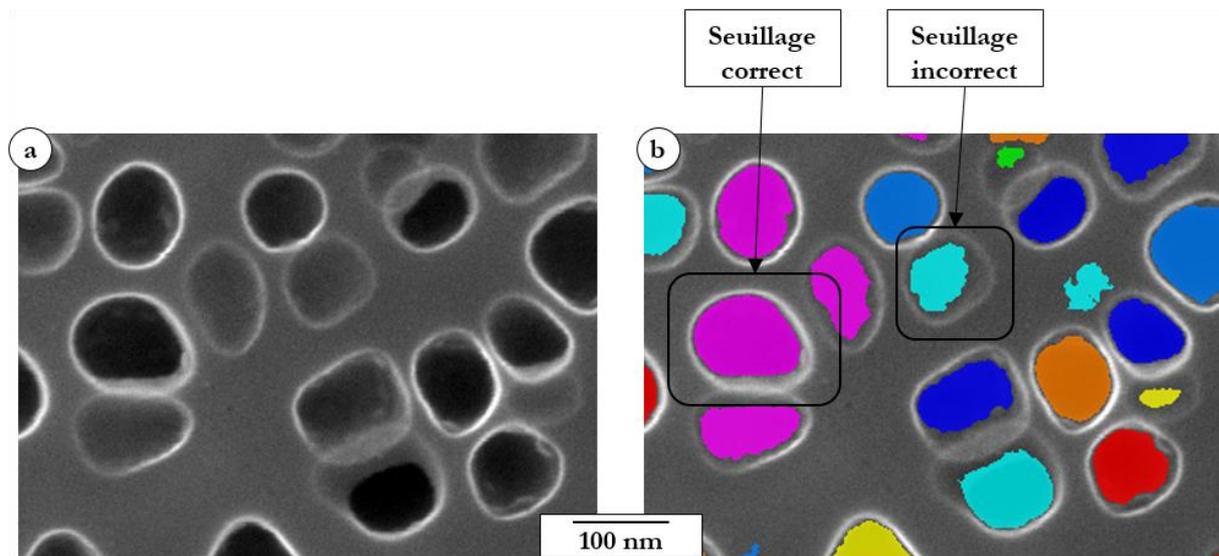


Figure A-1 : Illustration de l'incertitude de mesure liée au seuillage des particules (ici précipités  $\gamma'$ )  
(a) Observation MEB (en électrons secondaires) de la précipitation de la microstructure SX-100  
(b) Seuillage issu du protocole d'analyse d'image via Visilog 6.9

Il est possible d'évaluer une incertitude moyenne et maximale sur l'analyse de la taille d'une particule. La principale étape entraînant l'erreur de mesure provient du seuillage. Cette erreur dépend de la qualité de celui-ci (et donc de la qualité de l'image initiale, puis des traitements successifs de cette image), ainsi que de la taille en pixels des particules analysées sur cette image.

Plus ce nombre de pixels est grand, plus la résolution de la mesure sera grande, et plus l'incertitude liée à cette mesure sera faible. Dans le cas le plus sensible de notre étude (plus petit nombre de pixels par particules (cas des microstructures à précipitation très fine)), le nombre moyen de pixels par particule est compris entre 15 et 20.

Ensuite, comme la Figure A-1 l'illustre, sur une même image, certains précipités pourront être très bien seuillés, et d'autres moins bien. Si l'on se place dans le cas le plus extrême (précipité mal seuillé mis en évidence sur la Figure A-1.b.), il est possible de considérer que l'erreur de mesure va jusqu'à environ 30%. En moyenne cependant, il sera considéré que cette erreur est limitée à moins de 10%.

Ce type d'incertitude de mesure est de type aléatoire.

L'analyse de la taille des précipités  $\gamma'$  est faite, dans notre étude, sur un grand nombre de particules (entre 5000 et 20000), ce qui permet de « gommer » par statistique ces incertitudes. Les distributions en tailles (et en distances inter-précipités) sont caractérisées par une loi Log-Normale (dont les paramètres sont identifiés ici à l'aide du logiciel Origin 9.1®), définie de la manière suivante :

$$f(A, W, x_c) = y_0 + \frac{A}{pW\sqrt{2\pi}} \exp\left(\frac{-\ln\left(\frac{p}{x_c}\right)^2}{2W^2}\right) \quad \text{Équation A-3}$$

*Avec  $y_0$  un offset,  $A$  l'aire de la distribution,  $W$  l'écart-type,  $x_c$  le diamètre moyen des précipités, et  $p$  le pas de la distribution.*

Ce type de distribution entraîne une incertitude liée à la dispersion des résultats. Celle-ci est caractérisée par l'écart-type. Lors des analyses d'images conduisant aux distributions en taille de précipités  $\gamma'$  présentées dans le Chapitre II, cet écart-type calculé  $W$  est compris entre 0,143 et 0,351.

L'incertitude de mesure d'une distribution statistique est donnée par la racine carrée de la variance. Dans le cas d'une loi log-normale, d'après [National Aeronautics and Space Association, 2010], l'incertitude de mesure est donnée par l'Équation A-4 suivante :

$$u = |m - q|e^{W^2/2}\sqrt{e^{W^2} - 1} \quad \text{Équation A-4}$$

*Où  $u$  correspond à l'incertitude liée à la distribution log-normale,  $m$  est la valeur médiane de la distribution (Équation A-3),  $q$  est la valeur limite basse.*

$$m = q(1 - e^{W^2}) \quad \text{Équation A-5}$$

Le Tableau A-2 ci-après présente les valeurs utiles au calcul de cette incertitude pour les distributions en tailles et en distances inter-précipités pour les 6 microstructures de l'étude.

Tableau A-2 : Données utiles au calcul d'incertitudes de mesures par analyses d'images liées à la dispersion des résultats pour chacune des microstructures de l'étude

	GF			GG			SX-GG		
	Tailles de Précipités $\gamma'$		Distances Inter-Précipités	Tailles de Précipités $\gamma'$		Distances Inter-Précipités	Tailles de Précipités $\gamma'$		Distances Inter-Précipités
	$\gamma'_{\text{I}}$	$\gamma'_{\text{II}}$		$\gamma'_{\text{II}}$	$\gamma'_{\text{II}}$		$\gamma'_{\text{II}}$	$\gamma'_{\text{III}}$	
Taille moyenne mesurée [nm] ( $\mu\text{m}$ pour les $\gamma'_{\text{I}}$ )	1	40	40	300	35	35	300	35	35
Nombre de pixels par particules	15	15	-	20-30	10-15	-	30-35	15-25	-
W (Écart-Type)	0,666	0,194	0,445	0,218	0,391	0,488	0,221	0,202	0,463
q (Limite basse)	0,1	24	10	140	6	5	140	20	6
m (Médiane)	0,0558238	0,92047688	2,189928683	6,81399165	0,9911179	1,344459501	7,0074731	0,8329585	1,434478745
Incertitude de mesure [nm] ( $\mu\text{m}$ pour les $\gamma'_{\text{I}}$ )	0,1453318	4,973129	6,29820414	33,16835498	3,0671241	3,70591797	33,702475	4,3391843	4,046425927
Incertitude de mesure liée à la dispersion [%]	14,53%	12,43%	15,75%	11,06%	8,76%	10,59%	11,23%	12,40%	11,56%

	SX-40			SX-100			SX-300	
	Tailles de Précipités $\gamma'$		Distances Inter-Précipités	Tailles de Précipités $\gamma'$		Distance	Tailles de Précipités $\gamma'$	Distances Inter-Précipités
	$\gamma'_{\text{II}}$	$\gamma'_{\text{III}}$		$\gamma'_{\text{II}}$	$\gamma'_{\text{III}}$			
Taille moyenne mesurée [nm] ( $\mu\text{m}$ pour les $\gamma'_{\text{I}}$ )	160	7	45	80	6	35	35	30
Nombre de pixels par particules	70-100	5	-	40		-	15-20	-
W (Écart-Type)	0,143	0,539	0,500	0,202	0,487	0,506	0,210	0,486
q (Limite basse)	100	2	10	40	2	15	16	6
m (Médiane)	2,0659513	0,6742479	2,840254167	1,665916902	0,5353107	4,376988478	0,721389734	1,598535028
Incertitude de mesure [nm] ( $\mu\text{m}$ pour les $\gamma'_{\text{I}}$ )	14,821132	1,79548714	7,754236338	8,678368575	1,4767934	11,89668231	3,629723557	4,413718519
Incertitude de mesure liée à la dispersion [%]	9,26%	25,65%	17,23%	10,85%	24,61%	33,99%	10,37%	14,71%

## - Annexe B -

# Caractéristiques mécaniques en traction monotone des microstructures de l'étude

La réalisation d'essais de traction monotone était nécessaire en particulier pour connaître la limite d'élasticité des microstructures testées et ainsi aider à sélectionner les niveaux de chargement appliqués en fluage, fatigue et fatigue-temps de maintien.

La vitesse de déformation pour ces essais a été choisie à  $\dot{\epsilon} = 5.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , cette vitesse de déformation correspondant approximativement à la vitesse de montée en charge lors des différents cycles de fatigue et fatigue-temps de maintien (essais réalisés à contrainte imposée, avec un temps de montée fixe et égal à 1 s, détaillés dans le Chapitre V).

La Figure B-1 présente les courbes rationnelles correspondant aux essais de traction réalisés sur les microstructures GG et GF à température ambiante (Figure B-1.a.) et GG, GF, SX-GG, SX-40, SX-100 et SX-300 à 700°C (Figure B-1.b.). Les données extraites de ces essais sont présentées dans le Tableau B-1.

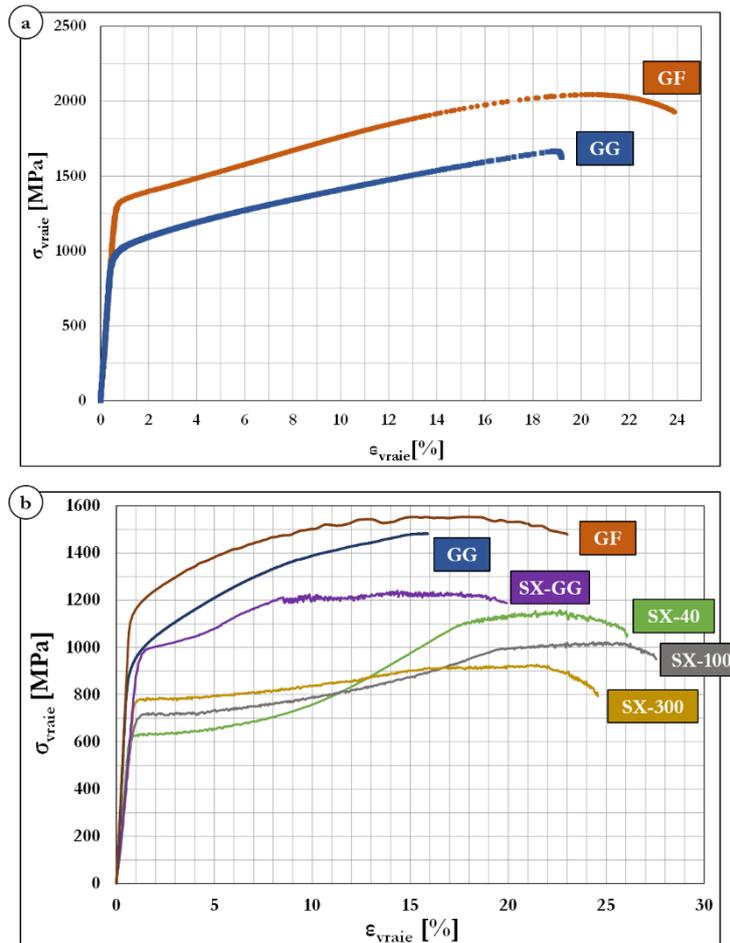


Figure B-2 : Courbes rationnelles des essais de tractions à  $\dot{\epsilon} = 5.10^{-3} \text{ s}^{-1}$

(a)  $T = 20^\circ\text{C}$

(b)  $T = 700^\circ\text{C}$

- Annexe B -

*Caractéristiques mécaniques en traction monotone des microstructures de l'étude*

Tableau B-1 : Caractéristiques en traction à 20°C, 650°C et 700°C –  $\dot{\epsilon} = 5.10^{-3} \text{ s}^{-1}$

Microstructure	E [GPa]			Rm Conventiennelle [MPa]			Rm Rationnelle [MPa]			Rp0.2 [MPa]			A% (Rupture)		
	20°C	650°C	700°C	20°C	650°C	700°C	20°C	650°C	700°C	20°C	650°C	700°C	20°C	650°C	700°C
<b>Grains Fins</b>	218	179	169	1687	1469	1367	2044	1737	1554	1344	1175	1123	23,9	21,8	23,0
<b>Gros Grains</b>	223	-	168	1319	-	1274	1665	-	1483	964	-	886	19,2	-	16,4
<b>SX-GG</b>	-	-	93	-	-	1114	-	-	1241	-	-	941	-	-	22,1
<b>SX-40</b>	-	-	95	-	-	933	-	-	1158	-	-	619	-	-	29,8
<b>SX-100</b>	-	-	86	-	-	817	-	-	1022	-	-	661	-	-	31,7
<b>SX-300</b>	-	-	85	-	-	779	-	-	928	-	-	768	-	-	27,9

## - Annexe C - Synthèse des résultats de fluage

Les résultats des essais de fluage sont présentés dans les Chapitres III et IV de ce manuscrit. Les principales données extraites de ces essais (Durée à rupture (DDV), la vitesse minimale de fluage ( $\dot{\epsilon}_{\min}$ ), l'allongement à rupture (A%) ainsi que le paramètre de Larson-Miller correspondant (PLM)) sont précisées dans le Tableau C-1 ci-dessous.

Le diagramme de Larson-Miller (Contrainte en fonction du PLM) associé à l'ensemble des essais de fluage de l'étude est présenté en Figure C-1.

**Tableau C-1 : Caractéristique en fluage de l'AD730™ sous ses différentes microstructures – T ∈ [700-900]°C**

Microstructure	Température [°C]	Contrainte [MPa]	DDV [h]	$\dot{\epsilon}_{\min}$ [s <sup>-1</sup> ]	A% [%]	PLM	
AD730 GF	700°C	600	517	1,0.10 <sup>-8</sup>	18,1	22,1	
		600 (Vide - Interrompu)	-	3,0.10 <sup>-9</sup>	-	-	
		700	207	1,5.10 <sup>-8</sup>	11,4	21,7	
		700 (Vide)	301	5,2.10 <sup>-9</sup>	16,9	21,9	
		750	180	1,7.10 <sup>-8</sup>	11,1	21,6	
		800	66,1	4,7.10 <sup>-8</sup>	10,9	21,2	
		800 (Vide)	120	1,3.10 <sup>-8</sup>	7,5	21,5	
		850	20,3	1,6.10 <sup>-7</sup>	8,8	20,7	
		850 (Vide)	223	1,6.10 <sup>-8</sup>	9,0	21,7	
		950	4,3	9,1.10 <sup>-7</sup>	5,6	20,1	
AD730 GG	700°C	500	-	6,2.10 <sup>-9</sup>	-	-	
		600	949	7,8.10 <sup>-9</sup>	5,4	22,4	
		700	303	1,6.10 <sup>-8</sup>	6,1	21,9	
		700 (Vide)	401	3,7.10 <sup>-9</sup>	3,7	22,0	
		750	130	2,5.10 <sup>-8</sup>	5,3	21,5	
		750 (Vide)	330	3,6.10 <sup>-9</sup>	3,3	21,9	
		800	53,6	6,6.10 <sup>-8</sup>	5,7	21,1	
		850	20,8	2,0.10 <sup>-7</sup>	5,3	20,7	
AD730 SX	770°C	SX-GG	750	27,8	9,9.10 <sup>-8</sup>	16,4	20,9
			800	9,3	3,6.10 <sup>-7</sup>	20,8	20,4
			850	6,5	3,7.10 <sup>-6</sup>	28,5	20,3
		SX-40	700	10,5	2,5.10 <sup>-6</sup>	20,4	20,5
			750	3,7	7,1.10 <sup>-6</sup>	21,3	20,0
		SX-100	700	42,1	2,9.10 <sup>-8</sup>	19,9	21,0
			750	7,0	3,7.10 <sup>-6</sup>	20,1	20,3
		SX-300	700	147	4,9.10 <sup>-9</sup>	22,0	21,6
			750	81,8	1,2.10 <sup>-8</sup>	26,0	21,3
		AD730 GF	770°C	540	7,8	1,3.10 <sup>-6</sup>	28,3
AD730 GG	540	44,5		1,6.10 <sup>-7</sup>	6,7	22,6	

- Annexe C -  
Synthèse des résultats de fluage

Microstructure	Température [°C]	Contrainte [MPa]	DDV [h]	$\dot{\epsilon}_{\min}$ [s <sup>-1</sup> ]	A% [%]	PLM
AD730 GF	850°C	50	360	$1,8 \cdot 10^{-7}$	87	25,3
		100	54	$9,1 \cdot 10^{-7}$	55	24,4
		100 (Vide)	72	$2,9 \cdot 10^{-7}$	57	24,5
		200	14,4	$2,1 \cdot 10^{-6}$	54	23,8
		200 (Vide)	13,9	$1,3 \cdot 10^{-6}$	45	23,7
		250	6,4	$4,0 \cdot 10^{-6}$	54	23,4
AD730 GG	850°C	225	530	$6,2 \cdot 10^{-8}$	25	25,5
		250	275	$7,5 \cdot 10^{-8}$	15,5	25,2
		300	79,2	$2,5 \cdot 10^{-7}$	14,1	24,6
		300 (Vide)	111	$8,1 \cdot 10^{-9}$	8,2	24,8
		350	21	$3,2 \cdot 10^{-7}$	6,1	23,9
SX-GG	850°C	300	55,6	$4,5 \cdot 10^{-7}$	35,6	24,4
		250	238	$1,5 \cdot 10^{-7}$	39,0	25,1
		225	204	$1,4 \cdot 10^{-7}$	35,4	25,1
		200	799	$4,8 \cdot 10^{-8}$	34,9	25,7
AD730 GG	900°C	150	250	$3,6 \cdot 10^{-8}$	10,7	26,3
		250	16,1	$4,6 \cdot 10^{-7}$	9,2	24,9
SX-GG	900°C	150	651	$6,7 \cdot 10^{-8}$	34,2	26,8
		250	10,6	$3,2 \cdot 10^{-6}$	35,0	24,7

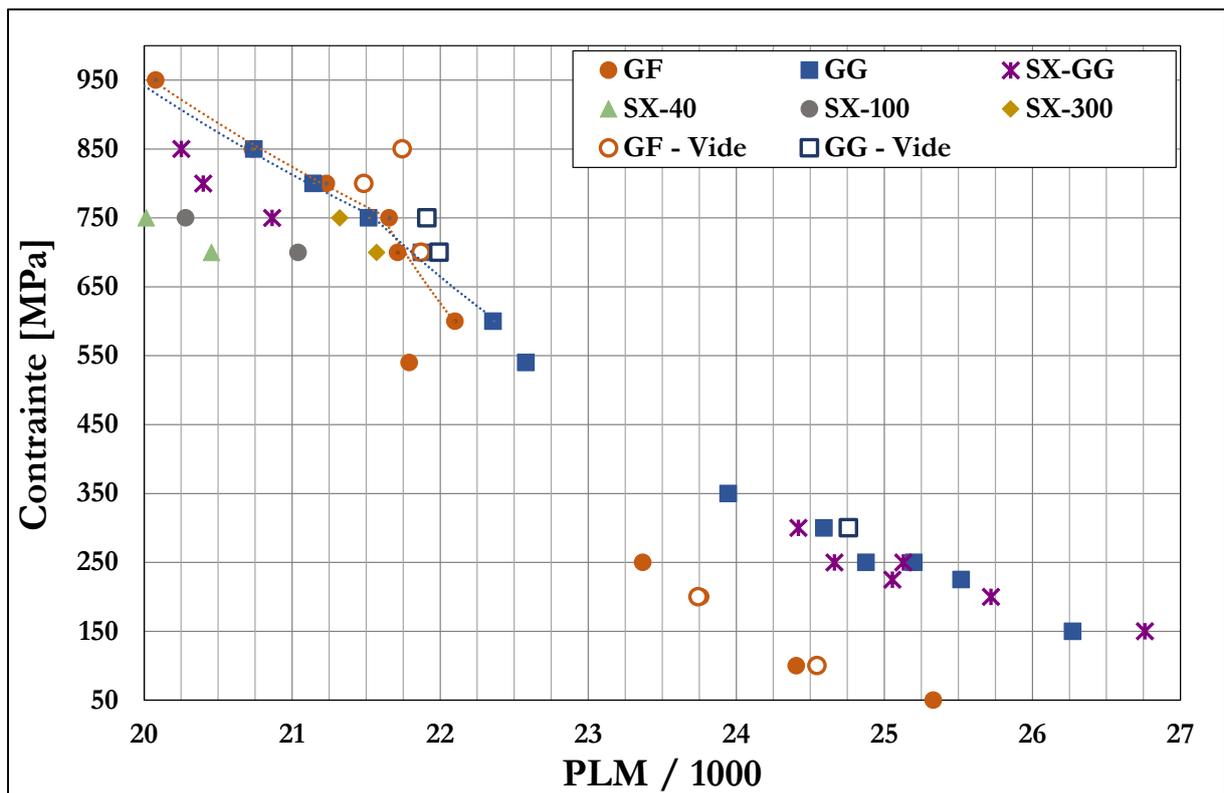


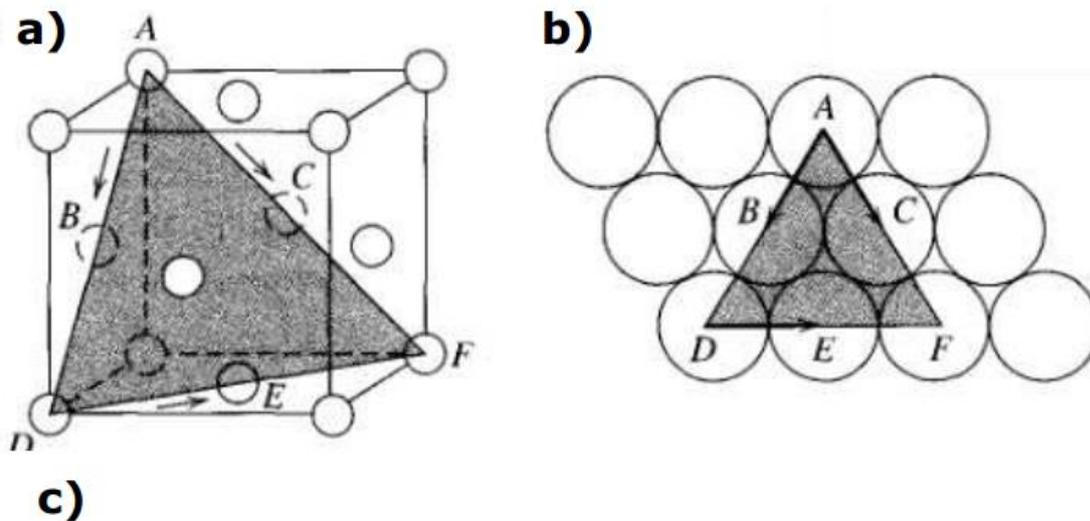
Figure C-1 : Contrainte appliquée en fonction du paramètre de Larson – Miller correspondant à l'ensemble des essais de fluage réalisés durant cette étude

## - Annexe D - Systèmes de glissement

Le mouvement des dislocations lors de la déformation plastique s'effectue classiquement, dans les structures CFC, au sein des plans cristallographiques denses. Ce sont les plans pour lesquels l'énergie nécessaire au mouvement des dislocations est la plus faible [Nabarro, 1997]. La direction choisie par la dislocation pour se propager dans le plan est également liée à des critères énergétiques. Ces directions correspondent, pour des dislocations parfaites, aux vecteurs de Burgers les plus courts (directions les plus denses).

Le système de glissement est alors caractérisé par deux composantes : la famille de plans cristallins  $\{h,k,l\}$  et les directions de glissement  $\langle u,v,w \rangle$ .

Dans les matériaux CFC, il existe 12 systèmes de glissement possibles, correspondant à une association des plans les plus denses (type  $\{111\}$ ), et des directions de glissement (de type  $\langle 110 \rangle$ ) (Figure D-1).



Directions possibles de glissement (famille $\langle 110 \rangle$ )						Plans possibles de glissement (famille $\{111\}$ )		Systèmes de glissement possibles (combinaison $\{111\}\langle 110 \rangle$ )		
1	2	3	4	5	6	A	$(\bar{1}11)$	A2	A3	A6
						B	$(111)$	B2	B4	B5
						C	$(\bar{1}\bar{1}1)$	C1	C3	C5
						D	$(1\bar{1}1)$	D1	D4	D6
[011]	$[\bar{0}\bar{1}1]$	[101]	$[\bar{1}01]$	$[\bar{1}10]$	[110]					

Figure D-1 : Représentation des 3 directions de glissement possibles pour un plan donné dans le cas d'un matériau CFC (a) et (b), et des 12 systèmes de glissement possibles dans la notation de Schmid et Boas (c) [Larrouy, 2014]

Lors d'une sollicitation uniaxiale, le premier système à s'activer est celui pour lequel la contrainte de cisaillement  $\tau$ , définie dans l'Équation D-1 est la plus élevée :

$$\tau = \frac{F}{A} \cos \Phi \cos \alpha \quad \text{Équation D-1}$$

Où  $F$  est la charge axiale de traction,  $A$  est la section de l'éprouvette monocristalline,  $\Phi$  l'angle entre la normale au plan de glissement  $\vec{n}_{PG}$  et la direction de traction,  $\alpha$  l'angle entre la direction de glissement  $\vec{DG}$  et l'axe de sollicitation (Figure D-3.a.).

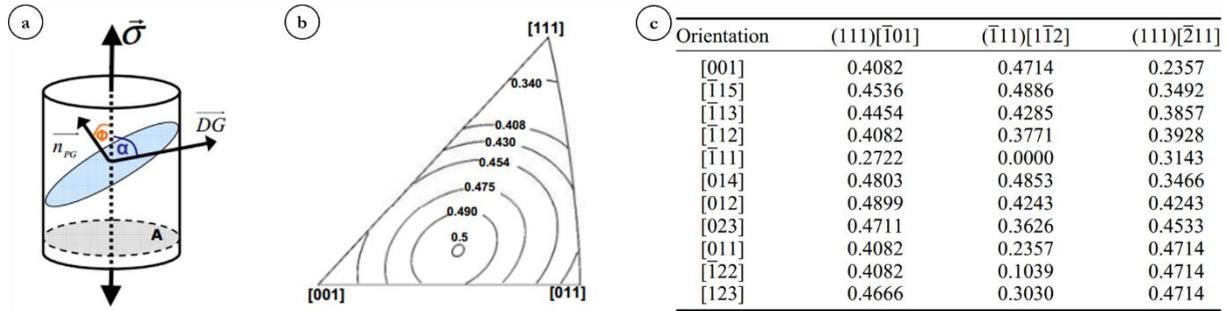


Figure D-3 : (a) Représentation des angles liés au calcul du facteur de Schmid [Larrouy, 2014] ;  
(b) Superposition des courbes d'iso facteur de Schmid dans le triangle standard (pour un matériau CFC) ;  
(c) Systèmes de glissement possédant les plus grand facteur de Schmid en fonction de l'orientation du monocristal CFC sollicité, et leurs facteurs de Schmid associés [Kakehi, 1999]

Le produit  $\cos \Phi \cos \alpha$  est appelé « facteur de Schmid ». Sa valeur est comprise entre 0 et 0,5. Pour une charge appliquée donnée, l'activation d'un système de glissement est donc directement liée à la valeur de son facteur de Schmid.

Les Figures D-2.b. et D-2.c. présentent différentes valeurs de facteurs de Schmid en fonction des orientations sollicitées.

En particulier, pour une orientation  $\langle 001 \rangle$  (qui est l'orientation suivant laquelle les monograins de l'études ont été coulés, puis sollicités en fluage pur), les systèmes de glissement possédant les plus grands facteurs de Schmid sont les systèmes  $\{111\} \langle \bar{1}01 \rangle$  (facteur de Schmid d'une valeur de 0,41) et  $\{\bar{1}11\} \langle 1\bar{1}2 \rangle$  (facteur de Schmid d'une valeur de 0,47).

Dans le cas particulier d'une sollicitation uniaxiale d'un monocristal dans sa direction  $\langle 001 \rangle$ , si la rupture est cristallographique (rupture suivant un plan de glissement), il est alors possible de remonter au plan de glissement activé en mesurant (sur le faciès de rupture ou sur une coupe longitudinale) l'angle qu'il fait avec la direction de chargement. La Figure D-4 illustre le calcul de l'angle entre le système de glissement activé et la direction de sollicitation dans ces conditions.

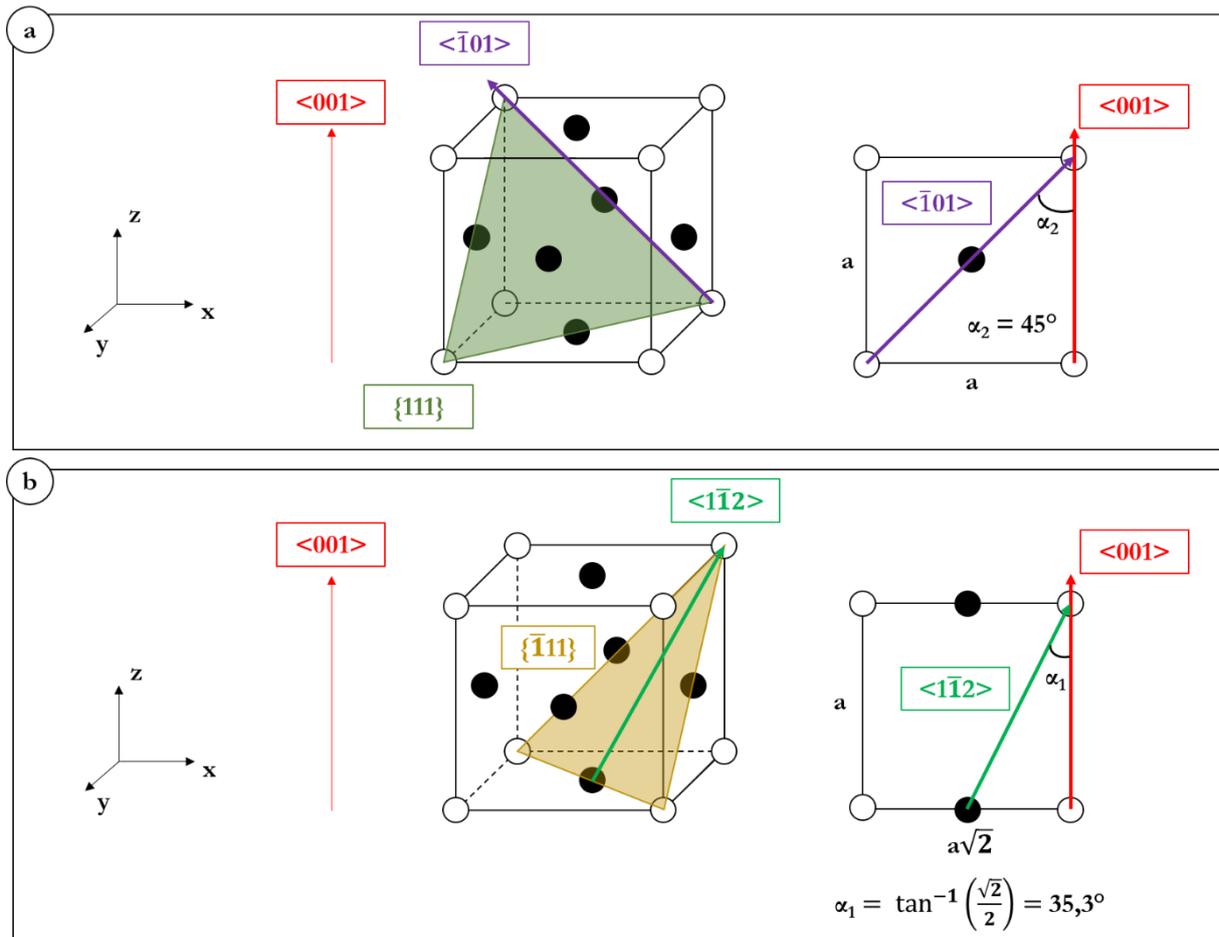


Figure D-4 : Illustration des systèmes de glissement possédant les plus grands facteurs de Schmid lors de la sollicitation uniaxiale dans la direction  $\langle 001 \rangle$  d'un monocristal orienté  $\langle 001 \rangle$

(a) Système  $\{111\}\langle \bar{1}01 \rangle$  (Facteur de Schmid = 0,41); Trace macroscopique :  $\alpha_2 = 45^\circ$

(b) Système  $\{111\}\langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$  (Facteur de Schmid = 0,47) ; Trace macroscopique :  $\alpha_1 = 35,3^\circ$

## - Annexe E -

# Calcul des contraintes critiques de franchissement

Nomenclature	
$i$	$i = p, s, t$ pour précipités $\gamma'$ primaires, secondaires, tertiaires
$\tau_p^{Weak}$	Contrainte critique de franchissement par cisaillement par paires de dislocations faiblement couplées
$\tau_p^{Strong}$	Contrainte critique de franchissement par cisaillement par paires de dislocations fortement couplées
$\gamma_{APB}$	Énergie de paroi d'antiphase
$b$	Norme du vecteur de Burgers
$r$	Rayon moyen des précipités (population monomodale)
$r_i$	Rayon moyen des précipités de type $i$
$r_m$	Rayon des précipités entraînant la contrainte maximale en cisaillement
$r_{Oro}$	Rayon critique des précipités entraînant la transition entre mécanismes de contournement et de cisaillement
$f$	Fraction volumique totale en $\gamma'$
$f_i$	Fraction volumique de précipités $\gamma'$ de type $i$
$w_i$	Fraction numérique de précipités $\gamma'$ de type $i$
$T_{ten}$	Tension de la ligne de dislocation
$l_1, l_2$	Longueur du segment de la dislocation de tête (1) et de queue (2) active dans le cisaillement
$l_1^i$	Longueur du segment de la dislocation de tête active dans le cisaillement de la particule $i$
$L$	Distance interparticulaire moyenne
$L^i$	Distance moyenne entre particules de type $i$
$\lambda_1$	Espacement de « Friedel », correspondant à la distance moyenne entre deux obstacles intervenant dans la courbure d'une dislocation, lors du cisaillement de cet obstacle
$\Lambda_1, \Lambda_2$	Longueur effective du segment de la dislocation de tête (1) et de queue (2) active dans le cisaillement
$\Lambda_1^i$	Longueur effective du segment de la dislocation de tête le cisaillement de la particule $i$
$p_i$	Distribution en taille des précipités $\gamma'$ de type $i$
$T$	Température

Le calcul des contraintes critiques de franchissement des précipités  $\gamma'$  par des dislocations a été effectué dans cette étude en se basant sur le « modèle unifié », présenté par Galindo-Nava [Galindo-Nava, 2015]. Celui-ci présente l'avantage de prendre en compte un état de précipitation multimodale dans le calcul de ces contraintes.

Ce modèle repose sur plusieurs hypothèses, qui sont présentées dans cette annexe.

Galindo-Nava et al. partent du fait qu'il existe trois modes de franchissement des précipités  $\gamma'$  par les dislocations : franchissement par contournement d'Orowan, par cisaillement par paires de dislocations faiblement couplées et par cisaillement par paires de dislocations fortement couplées. Le mécanisme de franchissement dépend alors de la contrainte critique résolue appliquée sur le plan de glissement considéré, de la taille et la distribution des précipités  $\gamma'$ , et des distances inter-précipités  $\gamma'$ .

En se basant sur les travaux de Reppich [Reppich, 1982], [Reppich, 1993], il est possible de trouver des formulations pour les contraintes de franchissement par cisaillement par paires faiblement couplées (Équation E-1), et fortement couplées (Équation E-2).

$$\tau_p^{Weak} = \frac{\gamma_{APB}}{2b} \left( \left( \frac{6\gamma_{APB} f}{2\pi T_{ten}} \right)^{1/2} - f \right) \quad \text{Équation E-1}$$

$$\tau_p^{Strong} = \frac{\gamma_{APB} l_1}{2bL} = \sqrt{\frac{3}{2}} \left( \frac{\mu b}{\pi^{3/2}} \right) \frac{f^{1/2}}{r} \sqrt{\frac{2\pi\gamma_{APB} r}{\mu b^2} - 1} \quad \text{Équation E-2}$$

Dans le modèle « unifié » introduit par Galindo-Nava et al., un rayon critique  $r_m$  est déterminé, correspondant au rayon associé à la résistance maximale du matériau (limite entre cisaillement par paires de dislocations faiblement couplées et fortement couplées). Ce rayon critique est défini par l'Équation E-3 :

$$r_m = \frac{\mu b^2}{2\gamma_{APB}} \quad \text{Équation E-3}$$

Dans ce cas, si  $r < r_m$ , alors le cisaillement s'effectuera par paires de dislocations faiblement couplées, et si  $r > r_m$ , les paires de dislocations seront fortement couplées.

D'après ces auteurs, la configuration initiale de dislocations cisillant des précipités par paires faiblement couplées ne permet pas de rendre compte de la contrainte critique de cisaillement maximale (transition entre cisaillement par paires faiblement et fortement couplées).

Une nouvelle configuration a alors été introduite, présentée dans la Figure E-1.

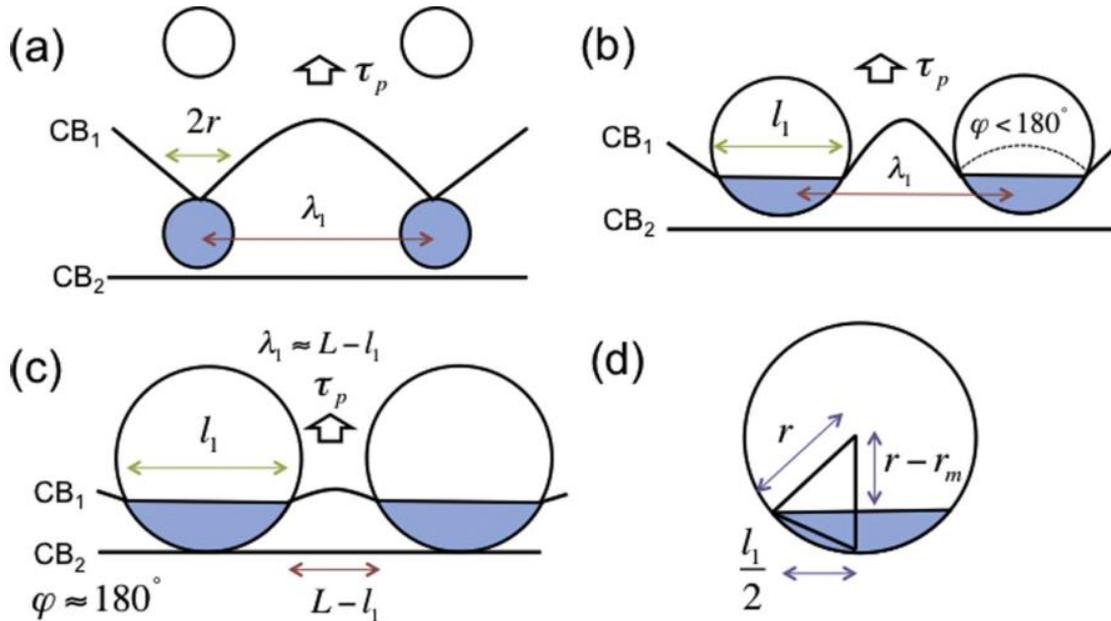


Figure E-1 : Schéma illustrant la configuration modifiée pour les dislocations dans le cas de cisaillement de précipités [Galindo-Nava, 2015]

- (a) Par paires faiblement couplées
- (b) Par paires moyennement couplées
- (c) Par paires fortement couplées
- (d) Représentation schématique de la configuration géométrique entre  $r$ ,  $l_1$  et  $r_m$  dans le cas d'un cisaillement partiel

$$l_1 = \begin{cases} 2r & \text{Si } r < r_m \text{ (Paires faiblement couplées)} \\ 2(r^2 - (r - r_m)^2)^{1/2} & \text{Si } r \geq r_m \text{ (Paires fortement couplées)} \end{cases} \quad \text{Équation E-4}$$

Avec cette nouvelle longueur  $l_1$ , une transition entre les mécanismes de cisaillement par paires faiblement couplées et par paires fortement couplées est possible.

De manière à obtenir les plus hauts niveaux de contraintes critiques au niveau de la transition de régime, la longueur de la dislocation  $CB_1$  sur la Figure E-1 est remplacée arbitrairement par les auteurs par  $\lambda_1$ , qui représente la longueur de segment de dislocation entre deux précipités. Cette valeur est définie par l'Équation E-5 :

$$\lambda_1 = \left( \frac{T_{ten}}{\gamma_{APB} r} \right)^{1/2} L \quad \text{Équation E-5}$$

La distance « unifiée » entre obstacles intervenant dans le franchissement de dislocations par cisaillement peut être alors écrite de la manière suivante :

$$\Lambda_1^i = \max(\lambda_1, L - l_1) \quad \text{Équation E-6}$$

La contrainte critique de franchissement par cisaillement est alors définie suivant l'Équation E-7 :

$$\tau_p = \frac{\gamma_{APB} l_1}{2b(\Lambda_1 + 2r)} \quad \text{Équation E-7}$$

Ces équations sont définies dans le cas de structures de précipitation monomodales. Pour prendre en compte des structures multimodales, les auteurs proposent d'intégrer ces équations sur l'ensemble des tailles de précipités rencontrées.

Une première hypothèse est faite : la distribution en taille de précipités peut être simplement représentée par deux ou trois tailles (précipités  $\gamma'$  primaires, secondaires tertiaires) de la manière suivante :

$$p_i = \delta(r - r_i) \quad \text{Équation E-8}$$

La seconde hypothèse est que  $r_s < r_{oro}$  et  $r_p > r_{oro}$ . Ces hypothèses sont adaptées dans le cas de notre étude.

Enfin, la fraction numérique de précipités est introduite :

$$w_i = \frac{\frac{f_i}{r_i^2}}{\frac{f_p}{r_p^2} + \frac{f_s}{r_s^2} + \frac{f_t}{r_t^2}} \quad \text{Équation E-9}$$

À partir de ces hypothèses, il est enfin possible d'écrire les contraintes de franchissement par cisaillement  $\tau_p$ , et par contournement d'Orowan  $\tau_{oro}$ , comme suit :

$$\tau_p = \frac{\gamma_{APB}}{2b} \left( w_s \frac{l_1^s}{\Lambda_1^s + 2r_s} + w_t \frac{l_1^t}{\Lambda_1^t + 2r_t} \right) \quad \text{Équation E-10}$$

$$\tau_{Oro} = w_s \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{\mu b}{L^s} \quad (\text{[Steuer, 2014]}) \quad \text{Équation E-11}$$

Dans notre étude, les microstructures investiguées (SX-40, SX-100 et SX-300) ne présentent pas de précipités  $\gamma'$  primaires. Les contributions associées à ces précipités ont donc été supprimées.

Les valeurs utilisées pour calculer les contraintes critiques de franchissement présentées dans le Chapitre III (Figure III-70) sont précisées dans le Tableau E-1 suivant.

Tableau E-1 : Valeurs utilisées dans le calcul des contraintes critiques présenté dans le Chapitre III

		SX-40	SX-100	SX-300
Rayon moyen des précipités $\gamma'$	$r_s$ [nm]	80	40	20
	$r_t$ [nm]	4	4	-
Distances interparticulaires	$L^s$ [nm]	85	55	32
	$L_t$ [nm]	20	26	-
Fraction surfacique de précipités $\gamma'$ $f_i$	$f_s$ [%]	0,3	0,32	0,28
	$f_t$ [%]	0,05	0,02	-
Énergie de paroi d'antiphase $\gamma_{APB}$ [J.m <sup>-2</sup> ]			0,26479	
Norme du vecteur de Burgers [nm] [Devaux, 2014a]			0,254	
Module de cisaillement [GPa] [Devaux, 2014a]			76,3	

L'énergie de paroi d'antiphase a été calculée à l'aide d'une formule dépendante de la température (Équation E-12), introduite par Galindo-Nava et al. en utilisant la méthode CALPHAD, puis corrigée par les valeurs d'énergie de paroi d'antiphase mesurées par Jackson et al. sur l'U720Li [Jackson, 1999].

$$\gamma_{APB} = 0,3 - 0,000007T - 0,00000003T^2 \quad \text{Équation E-12}$$

(T en Kelvin)

## - Annexe F - Présentation des spectres EDS

Les spectres types associés aux trois types d'oxydes relevés sur les échantillons d'AD730™ sont présentés ici.

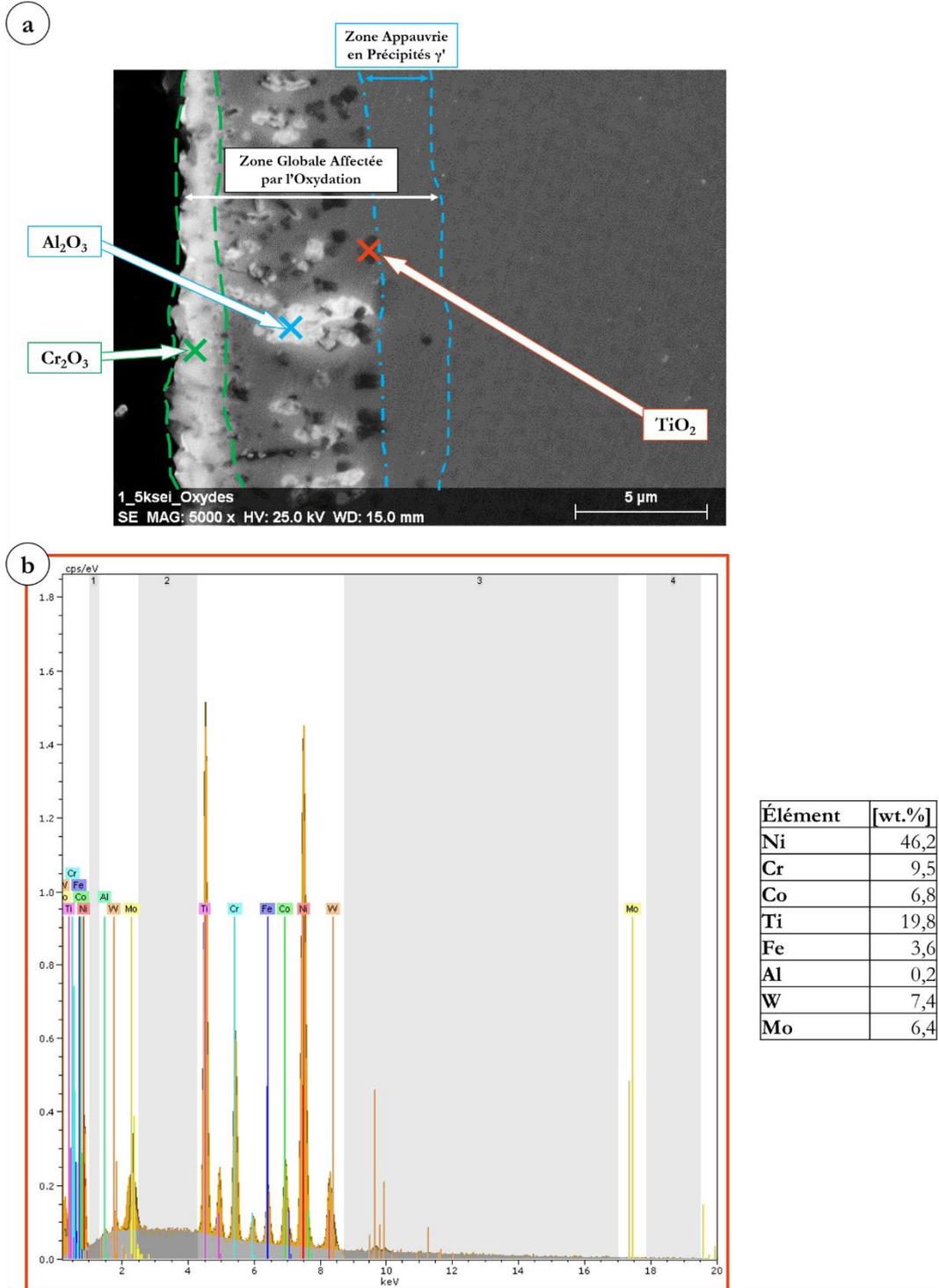


Figure F-1 : Spectres EDS des 3 oxydes retrouvés et quantifiés dans l'AD730™ – Échantillon GG oxydé à 900°C pendant 100 h

- (a) Observation MEB des couches d'oxydes surfaciques  
(b) Spectre EDS d'un oxyde de Titane (probablement TiO<sub>2</sub>)

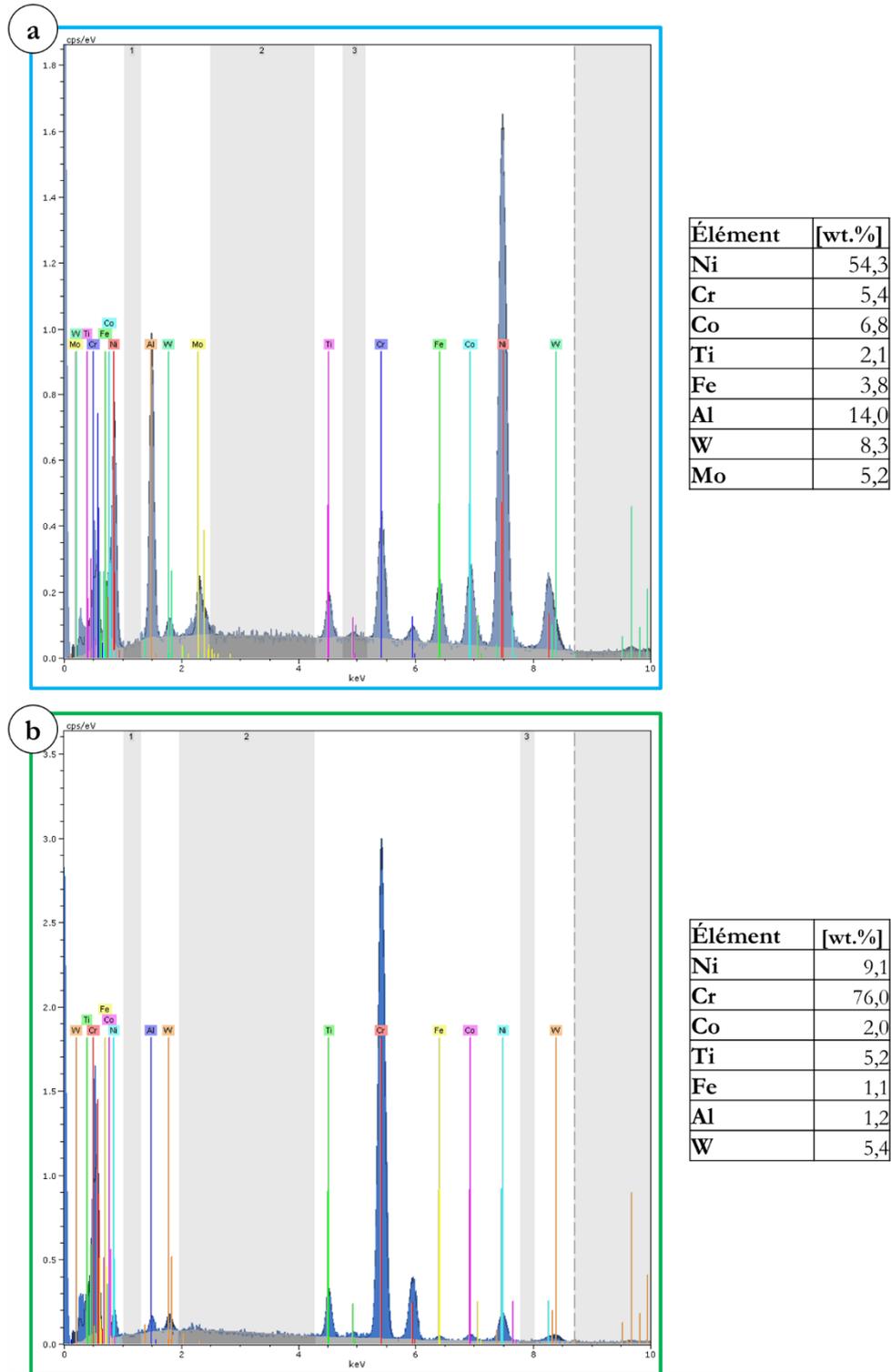


Figure F-2 : Spectres EDS de 2 oxydes retrouvés et quantifiés dans l'AD730™ – Échantillon GG oxydé à 900°C pendant 100 h (voir Figure F-1.a.)

- (a) Spectre EDS d'un oxyde d'Aluminium (probablement Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)  
 (b) Spectre EDS d'un oxyde de Chrome (probablement Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

Le dernier oxyde susceptible de se former dans l'AD730™ est du NiO. Cet oxyde est difficile à quantifier à l'EDS, et n'a donc pas été détecté à l'aide de ce moyen de caractérisation. Cependant, la thermodynamique prédit sa présence dans ce type d'alliage, l'hypothèse de la présence d'une fine couche de NiO est donc faite dans ce manuscrit.

## - Annexe G - Fatigue – temps de maintien Résultats complémentaires

Les résultats des essais de fatigue – temps de maintien sont présentés dans le Chapitre V de ce manuscrit. Les principales données extraites de ces essais (Nombre de cycles à rupture Nf, temps cumulé à contrainte maximale Tcum, la vitesse minimale de déformation ( $\dot{\epsilon}_{\min}$ ) ainsi que l'allongement à rupture (A%) sont précisées dans le Tableau G-1 ci-dessous.

**Tableau G-1 : Caractéristiques en fatigue – temps de maintien des microstructures GG et GF de l'AD730™**

Microstructure	$\sigma_{\max}$ [MPa]	$\Delta t$ [s]	Nf	Tcum	$\dot{\epsilon}_{\min}$ [s <sup>-1</sup> ]	A%
AD730 GG	950	10	721	2,0	1,8.10 <sup>-6</sup>	1,6
		Fluage Pur	1	2,9	4,7.10 <sup>-6</sup>	6,9
	850	Fatigue Pure	106168	-	-	1,2
		1	32634	9,1	1,5.10 <sup>-8</sup>	1,0
		3	31403	26,2	2,8.10 <sup>-9</sup>	0,5
		10	8992	25,0	1,7.10 <sup>-8</sup>	1,3
		50	919	12,8	1,2.10 <sup>-7</sup>	4,7
		300	1269	105	9,8.10 <sup>-9</sup>	4,2
		3600	228	228	4,8.10 <sup>-9</sup>	4,1
		Fluage Pur	1	21,0	2,1.10 <sup>-7</sup>	5,3
	800	Fatigue Pure	10582	-	-	0,92
		10	17472	48,5	1,2.10 <sup>-8</sup>	1,8
		300	275	22,9	3,7.10 <sup>-5</sup>	4,2
		Fluage Pur	1	54,0	6,6.10 <sup>-8</sup>	5,7
	750	1	148001	41,0	-	-
		3	48747	41,0	-	-
		10	17067	45,0	9,7.10 <sup>-9</sup>	2,4
		50	3166	44,0	1,8.10 <sup>-8</sup>	3,0
		60	1943	32,4	-	2,9
		300	631	53,0	1,4.10 <sup>-8</sup>	4
3600		30	30,0	2,5.10 <sup>-8</sup>	1,0	
Fluage Pur		1	130	2,5.10 <sup>-8</sup>	3,7	
700	300	3690	307	1,6.10 <sup>-9</sup>	2,2	
	Fluage Pur	1	305	1,6.10 <sup>-8</sup>	6,1	
AD730 GF	1050	Fatigue Pure	759166	-	-	2,0
	1070	10	600	2,0	1,3.10 <sup>-6</sup>	3,4
	950	Fatigue Pure	1162720	-	-	-
		1	118313	33,0	1,8.10 <sup>-8</sup>	2,1
		3	15600	22,0	4,1.10 <sup>-8</sup>	3,2
		10	2528	7,0	1,2.10 <sup>-7</sup>	3,3
		300	19	1,6	6,6.10 <sup>-7</sup>	0,9
		Fluage Pur	1	4,0	9,1.10 <sup>-7</sup>	5,9
	850	10	11037	31,0	1,7.10 <sup>-8</sup>	3,9
		300	440	36,7	8,8.10 <sup>-9</sup>	5,9
		Fluage Pur	1	20,0	1,6.10 <sup>-7</sup>	8,8
	800	300	259	21,6	2,7.10 <sup>-8</sup>	8,3
		Fluage Pur	1	66,0	4,7.10 <sup>-8</sup>	10,9
	750	10	50350	140	4,1.10 <sup>-9</sup>	7,9
		50	26567	369	4,6.10 <sup>-10</sup>	5,7
		300	1414	118	7,4.10 <sup>-9</sup>	9,4
		Fluage Pur	1	180	1,7.10 <sup>-8</sup>	11,4

- Annexe G -  
Fatigue – temps de maintien  
Résultats complémentaires

Pour des raisons de place dans le corps du manuscrit, certaines courbes n'ont pas été présentées dans le Chapitre V. Celles-ci sont proposées ci-après.

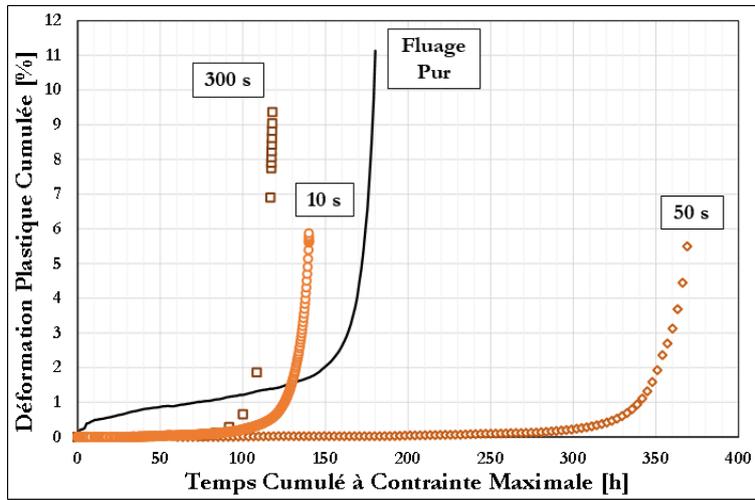


Figure G-1 : Courbes des essais de fatigue – temps de maintien ; Microstructure GF ; 700°C ;  $R_\sigma = 0,05$  ;  $\sigma_{\max} = 750$  MPa

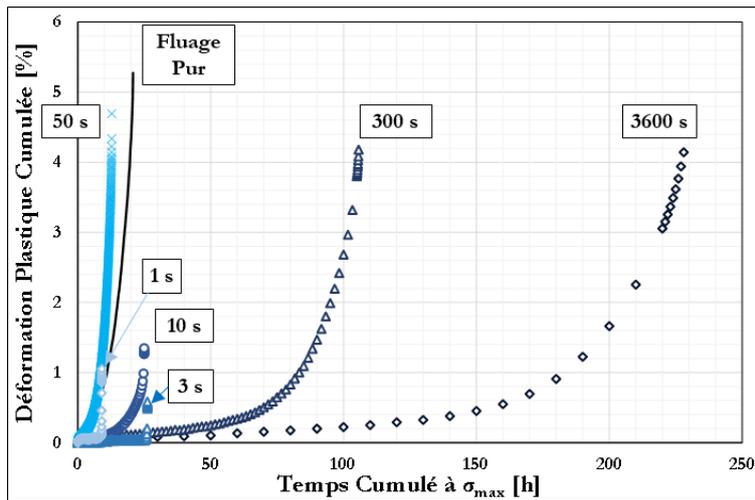


Figure G-2 : Courbes des essais de fatigue – temps de maintien ; Microstructure GG ; 700°C ;  $R_\sigma = 0,05$  ;  $\sigma_{\max} = 850$  MPa

- Annexe G -  
 Fatigue – temps de maintien  
 Résultats complémentaires

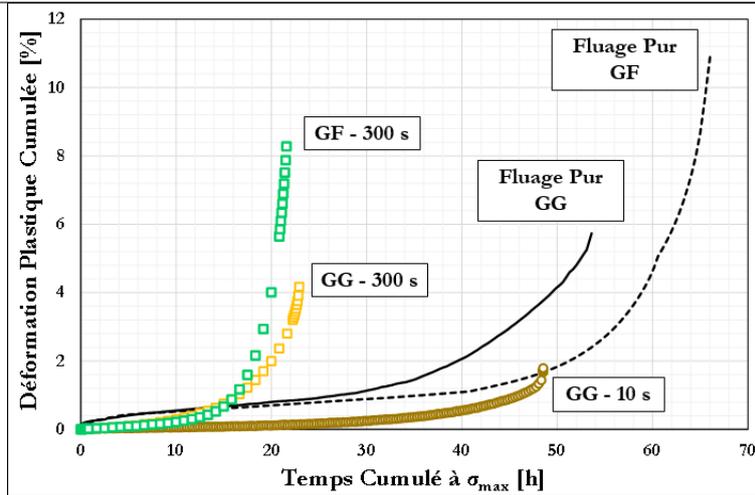


Figure G-3 : Courbes des essais de fatigue – temps de maintien ; Microstructure GG ; 700°C ;  $R_\sigma = 0,05$  ;  $\sigma_{max} = 800$  MPa

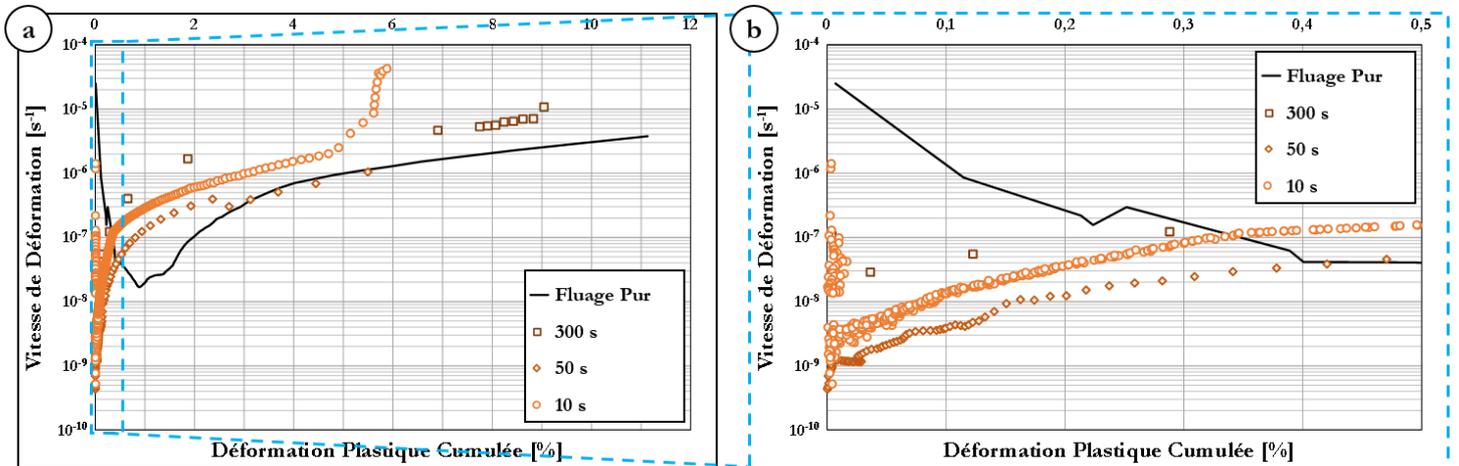


Figure G-4 : Vitesse de déformation en fonction de la déformation plastique ; Microstructure GF ; 700°C ;  $R_\sigma = 0,05$  ;  $\sigma_{max} = 750$  MPa

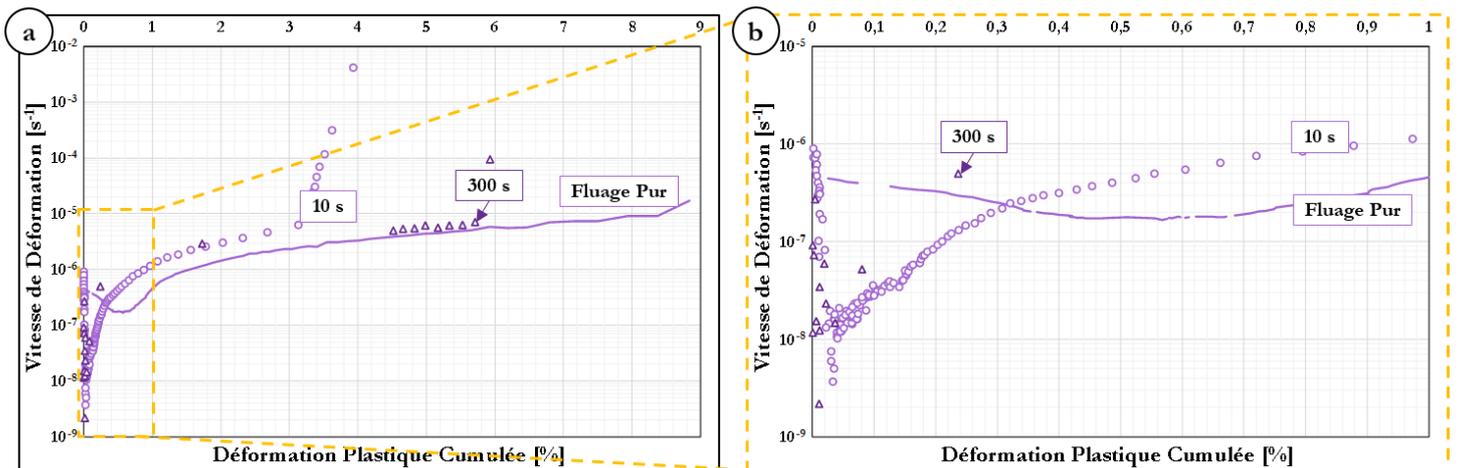


Figure G-5 : Vitesse de déformation en fonction de la déformation plastique ; Microstructure GF ; 700°C ;  $R_\sigma = 0,05$  ;  $\sigma_{max} = 850$  MPa

- Annexe G -  
 Fatigue – temps de maintien  
 Résultats complémentaires

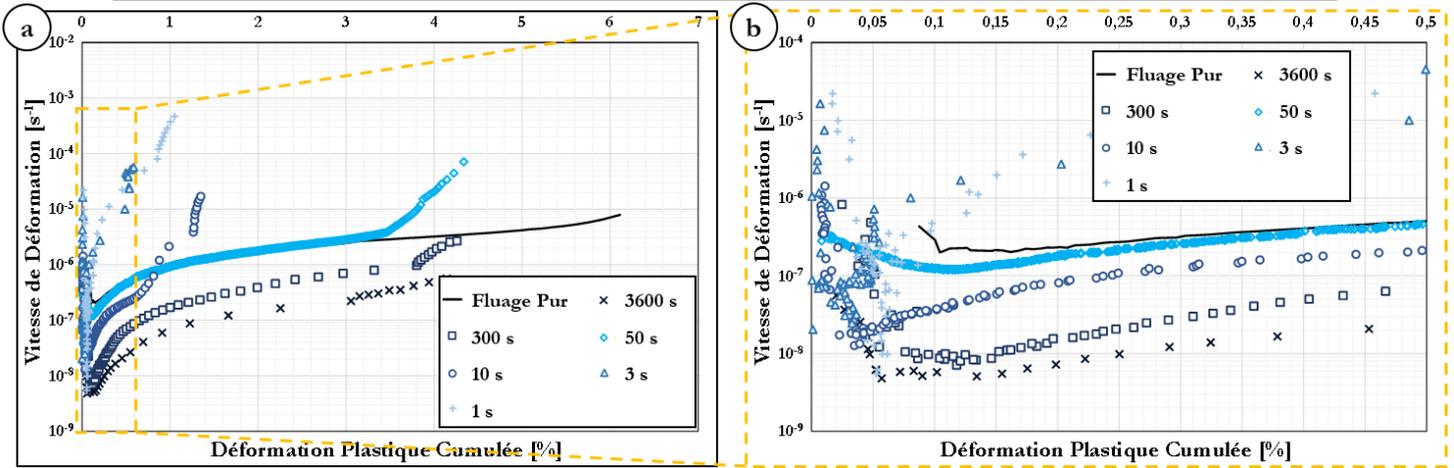


Figure G-6 : Vitesse de déformation en fonction de la déformation plastique ; Microstructure GG ; 700°C ;  
 $R_\sigma = 0,05$  ;  $\sigma_{\max} = 850$  MPa

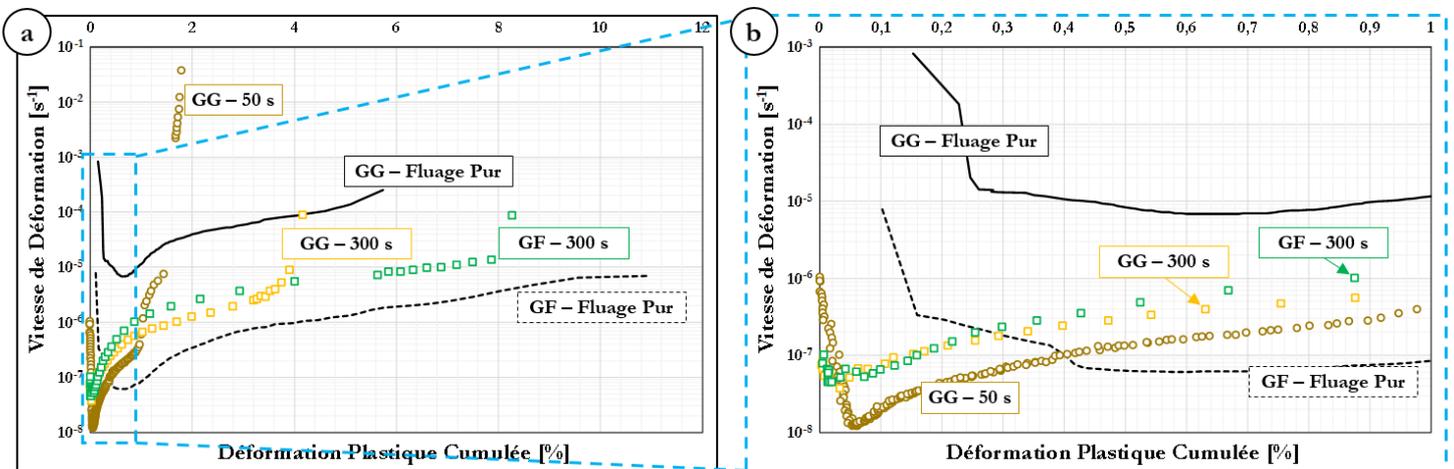


Figure G-7 : Vitesse de déformation en fonction de la déformation plastique ; Microstructures GF et GF ;  
 700°C ;  $R_\sigma = 0,05$  ;  $\sigma_{\max} = 800$  MPa



## **Études des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel AD730™**

Compte tenu de l'évolution des températures d'entrée de turbines, le principal enjeu pour les métallurgistes est d'élaborer des alliages capables de présenter d'excellentes propriétés mécaniques à des températures de plus en plus élevées. Dans ce contexte, connaître les relations entre les différents paramètres microstructuraux et les propriétés mécaniques à haute température (700°C et plus) est capital.

La durabilité en fluage et en fatigue-temps de maintien ainsi que les processus d'endommagement de l'alliage AD730™, un nouveau superalliage pour disques de turbines, ont été analysés. Plusieurs paramètres ont été étudiés, qu'ils soient microstructuraux (joints de grains, taille de grains, taille et distribution des précipités  $\gamma'$ ), ou expérimentaux (température, environnement, contrainte appliquée, temps de maintien). L'utilisation de monograins de composition chimique identique à l'alliage de l'étude a permis de mettre en évidence le fait qu'une microstructure monogranulaire ne présente pas nécessairement de meilleures propriétés en fluage qu'une microstructure polycristalline. Ceci est attribué au rôle durcissant des joints de grains. Il a de plus été montré qu'à 700°C, la taille et la distribution des précipités  $\gamma'$  est le paramètre microstructural pilotant les propriétés viscoplastiques à l'ordre 1.

En fatigue avec temps de maintien, un comportement original a été observé pour les longs temps de maintien en fonction de la contrainte appliquée. Ce phénomène est attribué à un effet « type Bauschinger » apparaissant lors des phases de décharges.

### **Relationships between microstructural parameters and mechanical properties of a new nickel based superalloy AD730™**

In view of the turbine entry temperature evolution, the main challenge for metallurgists is to elaborate new alloys able to withstand higher temperatures while keeping great mechanical properties. Therefore, knowing the relationships between microstructural parameters and mechanical properties at high temperatures (700°C and more) is mandatory.

The creep and dwell-fatigue durability as well as the damage mechanisms of AD730™, a new nickel base superalloy developed for turbine disks, have been analyzed. Several microstructural parameters were studied (grain boundaries, grain size, size and distribution of  $\gamma'$  precipitates) as well as experimental parameters (temperature, environment, applied stress or dwell period). By using single crystalline specimens having the same chemical composition of the studied alloy, it has been shown unambiguously that single crystalline microstructures do not necessarily present better creep properties compared to polycrystalline ones. This result is supposed to be caused by a grain boundary strengthening mechanism. Moreover, in creep at 700°C, it has been shown that the main viscoplasticity controlling parameters are the size and distribution of  $\gamma'$  precipitates.

An unexpected dwell-fatigue behavior has been observed for long hold times and in a specific applied stress window. This phenomena is attributed to a "Bauschinger type" effect, occurring during unloading phases.

#### **Mots-clés :**

Superalliage base nickel ;  
Hautes températures  
Fluage ;  
Fatigue – temps de maintien ;  
Joints de grains ;  
Oxydation

#### **Keywords:**

Ni-based superalloys;  
High temperatures;  
Creep;  
Dwell-fatigue;  
Grain boundaries;  
Oxidation