

Analyse des processus d'endommagement aux joints de grains dans les superalliages base Nickel

François Bourdin

► To cite this version:

François Bourdin. Analyse des processus d'endommagement aux joints de grains dans les superalliages base Nickel. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique - Poitiers, 2020. Français. NNT : 2020ESMA0013 . tel-03079088

HAL Id: tel-03079088 https://theses.hal.science/tel-03079088

Submitted on 17 Dec 2020

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 SUPERIEURE 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 :

François BOURDIN

Analyse des processus d'endommagement aux joints de grains dans

les superalliages base Nickel

Directeur de thèse : Patrick VILLECHAISE

Co-encadrant : Jonathan CORMIER

Soutenue le 25 Septembre 2020

Devant la Commission d'Examen

JURY

PRESIDENT :	
O. CASTELNAU	Directeur de recherche CNRS, ENSAM, PIMM, Paris
RAPPORTEURS :	
V. AUBIN	Professeure des universités, Centrale Supélec, MSSMat, Paris
E. CHARKALUK	Directeur de recherche CNRS, Ecole Polytechnique, LMS, Paris
MEMBRES DU JURY :	
M. PIELLARD	Docteur, Ingénieur SAFRAN TECH, SAFRAN SA, Paris
V. VALLE	Professeur des universités, Université de Poitiers, Institut P', Poitiers
P. VILLECHAISE	Directeur de recherche CNRS, ISAE-ENSMA, Institut P', Poitiers
J. CORMIER	Maître de conférence, ISAE-ENSMA, Institut P', Poitiers

Remerciements

Ces travaux ont été financés par la chaire ANR - SAFRAN OPALE puis prolongés de 3 mois par l'ENSMA. A ce titre, je tiens tout d'abord à les remercier pour leur soutien financier.

Je remercie sincèrement les membres de mon jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon sujet, la richesse et la qualité de la discussion que nous avons pu avoir : Olivier Castelnau (PIMM - ENSAM) pour avoir accepté de présider ce jury, et mes rapporteurs, Véronique Aubin (MSSMat - Centrale Supélec) et Éric Charkaluk (LMS - Polytechnique), pour le temps qu'ils ont consacré à la lecture et l'évaluation minutieuse de ce long manuscrit. Mention spéciale pour la patience et la compréhension dont l'ensemble du jury a fait preuve étant donné les circonstances exceptionnelles de pandémie mondiale qui ont repoussé une première soutenance en présentiel. Ensuite je tiens à remercier particulièrement Michael Piellard (SA-FRANTECH) d'avoir participé à ce jury, mais au-delà de cette participation je tiens à te remercier pour ta personnalité toujours positive, ta générosité et tes conseils. Michael, grâce à toi j'ai pu visiter et découvrir l'impressionnante presse de 65 kT d'Issoire mais aussi gouter son St Nectaire ! Encore un grand merci à toi !

Cette thèse a largement bénéficié de l'environnement riche qu'offre la chaire OPALE. Ainsi je souhaite remercier tous ses membres pour les discussions scientifiques et industrielles : Jean-Yves Guédou (SAFRAN AE), Jean-Michel Franchet (SAFRANTECH), Anne-Laure Rouffié (SAFRANTECH), Julien Thébault (SAFRAN AE), Aurélie Soula (SAFRAN Nacelle), Nathalie Bozzolo (CEMEF) et Marc Bernacki (CEMEF).

Ce projet de thèse n'aurait pas pu voir le jour sans mes encadrants, Pat et Jo, qui m'ont accueilli et confié cette aventure dans le monde des joints de grains et bandes de glissement. Je vous remercie pour m'avoir initié à votre passion de la métallurgie et m'avoir fait confiance à certains moments délicats de l'aventure. Patrick, je te remercie pour m'avoir formé à la technique EBSD, les longues discussions pas toujours scientifiques en fin de journée mais aussi les matchs de badminton. Jonathan, tu as toujours été disponible et un véritable moteur pendant cette aventure, en essayant de tirer le meilleur de moi-même. Même si cela n'a pas toujours été simple entre nous, je tiens à te remercier pour avoir partagé ton expertise impressionnante des superalliages mais aussi pour tes conseils avisés et ta sincérité. Deux personnes ne figurent pas officiellement dans mon encadrement mais elles ont joué un rôle majeur dans ces travaux : Valéry Valle (PPRIME - Université de Poitiers), qui m'a ouvert sa porte et m'a permis d'apprendre énormément sur la DIC, et Jean-Charles Stinville (UCSB), pour sa disponibilité et les discussions passionnantes que nous avons pu avoir autour de la HR-DIC. Merci, ce fut un grand plaisir de travailler avec vous !

Une thèse c'est le fruit d'un travail collaboratif, c'est pourquoi je tiens à exprimer toute ma gratitude envers l'ensemble du personnel de l'axe ENDO qui a apporté sa pierre à l'édifice. Je commencerais par le secrétariat de l'axe ENDO : Éliane, Brigitte et Karine qui sont les premiers visages que tout jeune doctorant découvre en arrivant dans l'équipe. Merci pour votre bonne humeur et votre générosité ! Ensuite je remercie sincèrement les techniciens de l'atelier d'usinage qui réalisent un travail de grande qualité sur les éprouvettes et montages qui sont le prérequis à tout résultat expérimental : Laurent, Jacques, Lucas, Théo et Nicolas. Enfin je remercie toute l'équipe technique du laboratoire qui au-delà de leur mission de formation et d'entretien du parc de machines, contribuent fortement à cette ambiance chaleureuse et humaine : Denis, Guillaume, Florence, Florent, Damien, Mickael, Médéric, Anne-Laure, Maxime, Marc, Gérald et Cédric. Mention particulière au trio Florence, Florent et Guillaume pour votre aide dans le montage de mes manips « exotiques ». Florence merci pour le rôle si particulier que tu endosses aux yeux des jeunes galériens (stagiaires, thésards et post-docs) pour qui tu as toujours porté un soutien moral et un investissement sans faille. Travailler avec vous a été un vrai bonheur, je vous souhaite le meilleur pour la suite !

Cette aventure n'aurait pas été aussi douce et agréable sans ces moments de respirations avec mes compagnons de thèse autour d'un jeu, d'un repas, d'un Moe's, d'un Kaârf, d'un Bad, d'une Bromance, d'une sortie dans le Gers, de séances de sport le mardi midi, de McDo et d'Asia very illegal ... Je me rends compte de la chance que j'ai eue en bénéficiant de cette vie de laboratoire très active. Cette observation sonne d'autant plus vraie en cette période de confinement...

Je commencerais ce paragraphe par des remerciements chaleureux à mes camarades Sudistes de la chaire OPALE : Anthony, Julien, Alexis, Romane, Malik, Inès. Vous avez beaucoup contribué à la bonne ambiance de ce groupe. Cela a toujours été un plaisir de vous voir et je souhaite que cela continu ! ©

Ensuite je tiens à remercier mes camarades de PPRIME, en commençant par la team ATEM 2016 : Vincent, Aurélien, Émeline, Marina, Ravi, Tomoki, Anani et Julius. J'ai partagé de bons moments avec vous en organisant des activités diverses et variées... notamment la préparation d'un méchoui de bon matin [©]

Je remercie l'ensemble des doctorants et post-docs que j'ai eu la chance de côtoyer pendant cette longue aventure en débutant par celles et ceux qui m'ont accueilli au sein du labo : Andréa, Aude, Gaëlle petite graine de violence du Chnord, Amélie P., Camille, Nathan, Alice en tant que coach sportif mais aussi #ouaiennn hann trop vénère, Layla l'imitateur fou du labo avec qui j'ai eu de nombreux fous rires #Les Français veulent savoir ! , Julien Twist Genée fidèle compagnon de série GoT, Julien S., Antonio et Federico pour leur chaleur italienne. Puis les nouveaux et nouvelles qui ont embarqué au cours de l'aventure : Lucille avec ta fraicheur et bonne humeur explosive et contagieuse (A+ dans le bus !), Cyril compagnon de polissage de µ-éprouvette (jusqu'à pas d'heure) et de jeux de sociétés #Broforce, Paulito, Marco, Maria Carolina, Caroline, Romain (encore merci de m'avoir ramené après une panne sèche de batterie un soir devant le labo...), Sarah, Clément ... Sans oublier les post-docs de chocs : Maxime et son pistolet de pâte d'empreinte dentaire infernal avec qui j'ai partagé de longues discussions autour d'une bière, d'une frite ou d'un jeux, l'optimisme et impressionnante culture sportive de Blanche, et la gentillesse d'Arantxa.

Samuel alias Mr Titane je ne savais pas où te mettre donc j'ai décidé de te glisser ici. Je tiens à te remercier pour tes qualités humaines et les nombreuses fois où tu m'as hébergé pour une répétition ou un passage à Chassou. À charge de revanche ©!

Je termine par mes co-bureaux du B001, ma deuxième famille. Merci à mes aînés pour mon in-

tégration : Benjamin l'homme qui ne laisse jamais tomber son short, Bibé et sa mauvaise foi ^(G), Thibal, Amélicorne, Loulou qui m'a passé le flambeau de l'AD730 et de l'ATEM, Élodie et Sélim pour leur bienveillance. Merci à mes camarades de promo et aux nouvelles générations : Ahmad, Marina et Flavio pour leur générosité et nos échanges culinaires, Ravi et sa coupe de cheveux de l'espace, Bob Razowski pour ton altruisme et ta passion de l'Eurovision, Mahak, Giugiu avec qui j'ai eu l'honneur et le plaisir d'animer le Late Late LAte Night Show et sa rubrique « Crogiolo della culture », Satoshi et ses discussions passionnées autour de l'aéronautique, et Adèle pour son amour des animaux. Merci à vous tous et à bientôt !

Petit clin d'œil à mes colocataires Pictaves de la Bloss'Loc, à mes amis ensmatiques de la première heure ainsi qu'à mes amis de La Rochelle qui ont partagé de près ou de loin ma condition de thésard : Vladimir, Paul, Charlène, Anaëlle, Héloïse, Tom, Coline, Valentine et les Biatches de Paris (Cossal, Hugo, Max, Thibault, Adrien, Louise, Dorian ...). Vous avez été un véritable ballon d'air frais pour sortir la tête du guidon de la thèse. Mention toute particulière à mes colocs qui ont fortement contribué à égayer ma vie en dehors du labo entre parties de jeux de sociétés, BBQ, films et séries, sans oublier les petites terreurs qui sont arrivées sur la fin : Pitchoune le lapin bélier et Guizmo le chat 🗟 !

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

Mes derniers remerciements vont à ma famille, et en particulier à mes parents pour leur soutien inconditionnel tout au long de cette aventure. Si je suis arrivé là, c'est en grande partie grâce à vous. J'adresse une pensée très particulière à mes grands-parents, qui ne sont plus là, mais sans qui je ne serais pas la personne que je suis devenue aujourd'hui. J'espère que vous êtes fières de moi.

Table des matières

Remerciements	i
Table des matières	v
Liste des symboles	xi
Introduction générale	1

Pa	Partie I : Bibliographie			5
1	Les superalliages base nickel γ/γ' polycristallins pour disque de turbine			7
	1.1	Comp	osition chimique	9
	1.2	Phases	s en présence	9
	1.3	Sollici	tations vues en service	12
2	Les	mécan	ismes de déformation en fluage	13
	2.1	Propri	étés macroscopiques et endommagements caractéristiques en fluage	13
		2.1.1	Généralités et résultats de la littérature	13
		2.1.2	Influence des paramètres microstructuraux et de sollicitations	16
	2.2	Mécan	ismes de déformation intragranulaires	24
		2.2.1	Le contournement	24
		2.2.2	Le cisaillement	25
		2.2.3	Transition entre contournement et cisaillement	26
		2.2.4	Relation entre ces mécanismes de déformation et les propriétés macroscopiques	
			de l'alliage	27
	2.3	Mécan	ismes de déformation intergranulaire	28
		2.3.1	Comportement des joints de grains	29
		2.3.2	Le glissement intergranulaire à haute température	29
		2.3.3	Influence des paramètres microstructuraux et de sollicitations	31
	2.4	L'endo	ommagement aux joints de grains	37
		2.4.1	Entre $20^{\circ}C$ et $500^{\circ}C$	38
		2.4.2	Pour les hautes températures $\geq 700^{\circ}C$	38

	Poin	ıts clés	41
3	Тес	hniques de mesure qualitative et quantitative des mécanismes de déformation	
	inte	er/intragranulaires	43
	3.1	Rayures et micro-grilles	43
	3.2	Corrélation d'images numériques (DIC)	47
	3.3	EBSD-HR	52
	3.4	Récapitulatif des performances de chaque technique d'investigation	55
	Poin	ıts clés	56
Pa	artie	II : Matériaux et techniques expérimentales	57
4	Mat	tériaux de l'étude	59
	4.1	Présentation des microstructures académiques de l'AD730	59
		4.1.1 Présentation de l'AD730	59
		4.1.2 Microstructure modèle à très gros grains (TGG)	60
		4.1.3 Microstructure modèle à gros grains (GG)	64
	4.2	Présentation du René 88DT	67
	4.3	Présentation du Mar-M200 + Hf colonnaire	69
5	Тес	hniques expérimentales	73
	5.1	Géométries des éprouvettes et préparation	73
	5.2	Machines d'essais mécaniques	75
		5.2.1 Machines d'essais de traction sous air	75
		5.2.2 Machines d'essais de fluage sous air et sous vide	77
	5.3	Techniques d'investigations	78
		5.3.1 Microscopie optique	80
		5.3.2 Microscopie électronique à balayage	81
		5.3.3 EBSD	83
		5.3.4 Traitement d'images et analyse quantitative des microstructures	84
6	Un	nouvel outil métrologique : la Heaviside-DIC	85
	6.1	Cahier des charges et contraintes de l'étude	85
		6.1.1 Les échelles et résolutions visées	85
		6.1.2 L'environnement haute température	86
	6.2	Présentation de la Heaviside-DIC	87
		6.2.1 Limites de la DIC classique	87
		6.2.2 Enrichissement de la fonction de forme	89
		6.2.3 Comparaison de la H-DIC à la DIC classique	91
	6.3	Développement et validation de la H-DIC pour quantifier la plasticité intragranulaire .	95
		6.3.1 Extension de l'outil à l'identification de systèmes de glissement	95

109

	6.3.2	Validation des mesures locales par AFM	97
6.4	Incertit	tudes de mesure et limites de la H-DIC	98
6.5	Synthè	se:	102
6.6	Dévelo	ppement d'une texture stable à haute température	103
	6.6.1	Quelles sont les caractéristiques d'une bonne texture pour réaliser de la DIC HR?	103
	6.6.2	Recherche d'un matériau stable à haute température sous air	104
	6.6.3	Optimisation de la méthode de dépôt	105
	6.6.4	Texture naturelle utilisée pour l'essai à haute température sous vide	106

Partie III : Étude qualitative de la répartition de déformation inter/intragranulaire

7 Analyse mécanique de la répartition de déformation			écanique de la répartition de déformation	111
	7.1	Choix	des conditions expérimentales	111
	7.2	Démar	che expérimentale	111
	7.3	Compo	ortement macroscopique	113
	7.4	Cartog	raphies des champs de déformation et observations au MEB	115
		7.4.1	Résultats sur la microstructure GG	115
		7.4.2	Résultats sur la microstructure TGG	130
		7.4.3	Résultats des essais de fluage in-situ à 700°C / 700 MPa	141
Q	Sun	thàca a	t discussion	1/6
0	Syn	these e		145
	Poin	ts clés .		151

Partie IV : Étude mécanique et quantitative de la répartition de déformation inter/intragranulaire en fluage à 700°C / 700 MPa 153

9	9 Démarche expérimentale			
	9.1	Protocole d'essais de fluage multi-interrompus sous vide	155	
	9.2	Couplage EBSD / H-DIC à 2 échelles	156	
10	Ana	lyse mécanique de la répartition de déformation	163	
	10.1	Comportement macroscopique et mesures de champs	163	
	10.2	Répartition de déformation inter/intragranulaire	168	
11	Ana	lyse quantitative du glissement inter/intragranulaire	173	
	11.1	Cartographies des glissements 2D intergranulaires et intragranulaires sur la partie utile .	174	
	11.2	Couplage des cartographies de glissement inter/intragranulaire avec l'EBSD	177	
	11.3	Étude des systèmes de glissement et du contraste de module d'élasticité	180	

	11.4	Analyse	e locale des champs issus du MEB	186
		11.4.1	Comparaison de zones analysées dans les 2 matériaux	186
		11.4.2	Étude d'un endommagement intergranulaire	192
		11.4.3	Analyse EBSD post-essais	193
12	Synt	:hèse e	t discussion	199
	12.1	Identifi	ication d'une configuration néfaste en fluage sous vide à 700°C / 700 MPa	199
		12.1.1	Les joints de macles cohérents $\Sigma 3$	199
		12.1.2	Pourquoi la littérature ne s'accorde pas sur le caractère néfaste des joints de macle	
			cohérent dans ce domaine de sollicitation?	200
		12.1.3	Pourquoi le glissement y est plus intense et pourquoi se manifeste t-il en premier	
			sur joint de macles?	202
		12.1.4	Est-ce un cas isolé et propre à ce domaine de sollicitations?	203
	12.2	Influen	ce de la taille de grains et de la précipitation	205
	12.3	Quelqu	les pistes pour éviter ce type d'endommagement	206
	12.4	Effet in	nportant de l'anisotropie cristallographique dans le DS200	208
	12.5	Limitat	ions de cette analyse	208
	Point	ts clés .		212
Со	nclus	ions et	perspectives	213

Aı	Annexes 2			
Α	Notions et définitions sur les joints de grains			
	A.1	Terminologie des Joints de grains	221	
	A.2	Les joints de grains et la plasticité cristalline	224	
В	Mes	ure de l'orientation cristalline avec l'EBSD	227	
	B.1	Principe de fonctionnement	227	
	B.2	Identification des systèmes de glissement activés	228	
С	Le c	ovariogramme, outil d'évaluation de la texture de l'image	231	
	C.1	Définition du covariogramme	231	
	C.2	Propriétés du covariogramme	232	
D	Prot	tocoles d'essais	235	
	D.1	Protocole d'essai de la partie III	235	
	D.2	Protocole d'essai de la partie IV	236	
Ε	Prot	tocole d'alignement et de recollement d'images	239	
	E.1	Alignement d'images	239	

	E.2	Recollement d'images et incertitudes	242
F	Pré-	traitement et Post-traitement des données de corrélation d'images	249
	F.1	Filtrage du bruit sur le champ de déplacement avec filtre médian	249
	F.2	Calcul des déformations et comparaison avec d'autres mesures	250
G	Cart	ographies de H-DIC	255
	G.1	Fluage ex-situ multi-interrompus sous vide à 700°C / 700 MPa	255
	G.2	Traction <i>in-situ</i> à Tamb sur René 88DT	261
	G.3	Traction <i>in-situ</i> à Tamb sur AD730	264
Bił	oliogr	aphie	265
Та	Table des figures		
Lis	Liste des tableaux 2		

Liste des symboles

- ACARE Advisory Counsil for Aviation Research and innovation in Europe
- AFM Atomique Force Micoscope / Miscroscope à Force Atomique
- APB Anti Phase Boundary / Paroi d'antiphase
- BSE Back-Scattered Electrons
- CEMEF CEntre de Mise En Forme des matériaux
- CFC Cubique Faces Centrées
- CIN / DIC Corrélation d'Images Numériques / Digital Image Correlation
- CSL Coincident Site Lattice / Sites de coïncidence
- EBSD Electron BackScatter Diffraction / Technique de diffraction d'électrons rétrodiffusés
- EBSD-HR EBSD à Haute Résolution angulaire / High angular Resolution EBSD
- FIB Focus Ion Beam / Sonde ionique focalisée
- H-DIC Heaviside Digital Image Correlation / Corrélation d'images numériques enrichie avec fonction de Heaviside
- HAGB High Angle Grain Boundaries / Joints de grains généraux ou de forte désorientations
- IPF Inverse Pole Figure / Figure de Pôle Inverse
- LVDT Linear Variable Displacement Transducer
- MEB / SEM Microscope Electronique à Balayage / Scanning Electron Microscope
- MO Optical Microscope / Microscope Optique
- SE Secondary Electrons
- SF Stacking Fault / Faute d'empilement
- TCP Topologically Closed Packed
- TET Turbine entry Temperature / Température d'entrée de la Tuyère
- TTh Heat Treatment / Traitement Thermique
- X-FEM eXtented Finite Element Modelling / Modélisation par éléments finis enrichis

Introduction générale

Cadre général et objectifs

Les superalliages base nickel sont caractérisés par de très bonnes propriétés mécaniques alliées à une très grande résistance à la corrosion et à l'oxydation à haute température. Ils sont notamment utilisés dans des pièces critiques fonctionnant dans des environnements sévères telles que les turbines Haute Pression des moteurs d'avions et d'hélicoptères ainsi que les turbines à gaz de production d'énergie. La figure 0.0.1 montre les plages de températures que subissent les différentes parties d'un moteur d'avion avec, pour les parties chaudes, l'utilisation de superalliages base nickel et base cobalt. Le fonctionnement thermodynamique d'une turbomachine type moteur d'avion peut être modélisé par un cycle de Brayton (figure 0.0.1) dont la formule met en évidence qu'un accroissement de la température des gaz à l'entrée de la turbine, T_3 (TET), entraîne une augmentation du rendement théorique.



Fig. 0.0.1 - Utilisation des superalliages dans une turbomachine aéronautique et cycle de Brayton.

Ceci explique la quête perpétuelle d'alliages garantissant une fiabilité et des propriétés mécaniques

élevées pour des domaines de température de plus en plus hautes le tout combiné à des considérations environnementales plus exigeantes en Europe (Programmes Clean Sky 2 et ACARE figure 0.0.2) . Deux des principaux objectifs des motoristes sont alors d'atteindre une température d'utilisation des disques de turbine supérieure à 700°C et un accroissement de leur durée de vie afin de réduire les coûts d'exploitation. Dans ce cadre, les limites des superalliages utilisés actuellement sont souvent atteintes. Les marges de progression via la conception de nouvelles nuances étant très réduites [Reed 06], l'optimisation des propriétés des meilleurs superalliages constitue alors la voie de progrès.



Fig. 0.0.2 – (a) La diminution de la consommation des moteurs d'avion depuis 1955 conjugués aux objectifs environnementaux fixés dans le programme européen ACARE pour 2020 (b) implique une augmentation de la TET (c).

Pour y parvenir, plusieurs approches sont possibles. La voie chimique, consistant à faire varier les compositions d'alliages, a déjà été largement explorée. Une autre approche consiste à identifier les paramètres microstructuraux favorisant le ou les mécanismes d'endommagement qui prédominent dans la gamme de contraintes et températures de fonctionnement du moteur et de les optimiser via le contrôle de la microstructure issue de la mise en forme. C'est cette seconde approche qui a été adoptée au sein de la chaire OPALE. De nombreuses études [Larrouy 15a, Billot 10, Soula 09, Terzi 06, Raujol 04, Thibault 12] sur les superalliages polycristallins s'accordent à montrer que les joints de grains constituent des points faibles dans ces alliages sur une large gamme de températures et de contraintes, et ce aussi bien sous air que sous vide.

L'objet de cette thèse est l'étude des processus de déformation et d'endommagement intragranulaires et intergranulaires prépondérants entre 20 et 700°C afin de mieux comprendre la transition entre déformation et endommagement au niveau des joints de grains en relation avec les différents paramètres microstructuraux (précipitation, taille de grains et nature des joints de grains). A l'échelle des grains, la déformation plastique intragranulaire est localisée sur des bandes de glissement qui forment des marches au niveau de la surface. En fonction des conditions de sollicitation et de la microstructure, les joints de grains peuvent glisser, transmettre ou accumuler de la déformation et s'oxyder. Pour accéder à des mesures quantitatives de ces phénomènes, il est nécessaire de surmonter les limitations techniques actuelles qui ne permettent pas de quantifier les champs mécaniques discontinus inter et intragranulaires. Afin d'y parvenir, un nouvel outil de mesure de champs sans contact, la Heaviside-DIC [Valle 15], a été utilisé et adapté pour les besoins de l'étude. Enfin, pour identifier des configurations microstructurales néfastes, ces mesures de champs ont été enrichies avec une analyse EBSD qui permet de rendre compte des états cristallographiques locaux (désorientation intergranulaire, nature des joints de grains ...).

Organisation du manuscrit de thèse

Ce manuscrit de thèse s'articule autour de 4 parties :

- 1. Une première partie bibliographique permet d'introduire les superalliages base nickel polycristallins pour disque de turbine en se focalisant sur les alliages durcis par précipitation γ/γ' . Après un bref rappel des conditions de fonctionnement d'un turboréacteur, les principales propriétés et endommagements macroscopiques sont présentés ainsi que les mécanismes et processus de déformation intergranulaire et intragranulaire opérants dans ces conditions. Cette partie permet de mettre en exergue le besoin d'évaluer la contribution de ces mécanismes dans la déformation totale et donc de mettre en place des outils de mesure des champs mécaniques adaptés aux échelles pertinentes. Puis un comparatif de plusieurs techniques de mesure de champs de déplacements couplées à différents outils d'investigation permet d'apprécier les avantages et inconvénients de chacune des techniques envisagées.
- 2. La deuxième partie présente les matériaux et les différentes microstructures de l'étude ainsi que les techniques expérimentales utilisées. Les contraintes de l'étude sont détaillés avant de présenter une méthode originale de mesure de champs discontinus : la Heaviside-DIC. Une démonstration de la validité des mesures obtenues par cet outil pour étudier la plasticité dans les matériaux cristallins est proposée avec une synthèse de ses limites et avantages. Le développement d'un mouchetis stable à haute température clôture cette partie II.
- 3. Une première approche dite « qualitative » vise à déterminer un domaine de sollicitations de forte activités plastique des joints de grains. La méthodologie ainsi que les résultats de cette campagne expérimentale sont détaillés et discutés dans la partie III.
- 4. La dernière partie est consacrée à l'analyse quantitative de la répartition de déformation à l'échelle du grain et de l'agrégat de grains. La partie IV présente les résultats de cette analyse couplés aux données cristallographiques issues de l'EBSD afin d'identifier les paramètres importants qui influent sur la contribution des joints de grains dans la déformation. Une discussion des résultats et un scénario sur l'endommagement de certains joints de grains concluent cette partie.

Contributions



Fig. 0.0.3 – Chaire ANR-SAFRAN OPALE

Cette étude a été réalisée au sein de l'Institut Pprime. Elle s'inscrit dans la chaire industrielle OPALE, financée par le groupe SAFRAN et l'ANR (0.0.3). Elle réunit les expertises complémentaires du CEMEF sur l'aspect microstructure en lien avec le procédé de mise en forme, et de l'Institut Pprime sur l'aspect microstructure en lien avec les propriétés mécaniques dans les conditions d'usage.



Fig. 0.0.4 - Collaboration avec GE Global Research, l'Université de Santa Barbara et l'Université de Poitiers

Une partie des résultats présentés dans ce manuscrit sont le fruit d'une collaboration avec l'Université de Californie Santa Barbara et GE Global Research (0.0.4).

Partie I : Bibliographie

Dans cette partie bibliographique, les superalliages à base de nickel polycristallins coulés-forgés pour disques de turbines sont présentés ainsi que les sollicitations vues en service. Le second chapitre introduit d'abord les liens entre les paramètres microstructuraux, les propriétés macroscopiques et les différentes sollicitations puis à une échelle plus fine les mécanismes de déformation impliqués en différenciant leurs caractères intragranulaires et/ou intergranulaires. Ce chapitre s'attache plus particulièrement à identifier les différents paramètres influant sur le glissement intergranulaire et l'endommagement aux joints de grains.

L'analyse de l'endommagement aux joints de grains à différentes températures, milieux et sollicitations requiert la mise en place de techniques spécifiques. Cette partie se termine donc par une revue des techniques expérimentales existantes pour mettre en évidence et quantifier la répartition de déformation inter/intragranulaire.

Chapitre 1

Les superalliages base nickel γ/γ' polycristallins pour disque de turbine

Depuis les années 1950, la croissance continue de l'industrie aéronautique a entraîné dans son sillage le développement d'une famille d'alliages spécifiques appelés superalliages. Ils ont la particularité de conserver de très bonnes propriétés mécaniques à des températures proches de leur point de fusion ainsi qu'une grande résistance à l'oxydation. Dans cette grande famille, on peut distinguer des sous-familles selon :

- le procédé de mise en forme : alliages de fonderie, alliages corroyés ;
- le mécanisme de durcissement principal : alliages durcis par solution solide ou par précipitation, voir même par dispersoïdes d'oxydes;
- l'élément de base de l'alliage : alliages base nickel, alliages base cobalt et alliages base fer-nickel.

La figure 1.0.1 rend compte de l'augmentation de la tenue en température des superalliages avec l'amélioration de leur chimie, qui tend vers une complexité croissante, et la mise au point de nouveaux procédés d'élaboration notamment en fonderie. Deux sous-familles sont représentées avec en bleu les alliages corroyés, utilisés dans la fabrication des disques de turbine, et en orange les alliages de fonderie, utilisés dans la fabrication des aubes de turbine monocristallines et colonnaires. Parmi les nuances de superalliages corroyés, on distingue les alliages durcis par précipitation de la phase γ' , appelés γ/γ' dans lesquels on retrouve notamment l'AD730, l'Udimet 720 Li, le René 88DT et le 718Plus, et les superalliages durcis par précipitation de la phase γ'' , appelés γ/γ'' dont le plus répandu est l'Inconel 718. Ce dernier est relativement simple à mettre en forme et possède un très bon rapport performance / coût jusqu'à une température de 650°C, au delà de laquelle les propriétés mécaniques se dégradent fortement.

Il existe deux procédés pour obtenir un disque de turbine : la voie « coulée-forgée » et la voie par métallurgie des poudres (MdP). Les composants obtenus par la voie « coulée-forgée », bien moins onéreux, peuvent présenter des textures morphologiques (fibrage), cristallographiques et des hétérogénéités chimiques et de taille de grains (dispersion importante de taille de grains) qui sont néfastes pour les propriétés mécaniques. Cependant, les progrès dans la maîtrise de ce procédé d'élaboration et de mise en forme permettent de mieux contrôler et limiter ces effets qui ne seront pas étudiés dans ce travail. Le second procédé introduit une étape supplémentaire de transformation des lingots en poudres qui permet l'utilisation de nuances fortement alliés chimiquement, à forte teneur en phase durcissante $\gamma'(> 45\%)$



Fig. 1.0.1 – Amélioration des tenues en température via le développement de nouvelles compositions chimiques et de nouveaux procédés de fabrication depuis 1940 [Reed 06, Guédou 15]

tout en limitant les ségrégations chimiques. Il offre ainsi des propriétés mécaniques plus homogènes et meilleures [Reed 06].

Dans la suite, on se restreindra à l'étude des superalliages base nickel polycristallins coulés-forgés γ/γ' .

1.1 Composition chimique

Les superalliages base nickel γ/γ' sont des alliages complexes qui comportent de nombreux éléments d'addition comme on peut le voir dans la figure 1.1.1. Chacun de ces éléments d'addition joue un rôle particulier en améliorant certaines propriétés de l'alliage. Certains de ces éléments peuvent entraîner en parallèle des effets indésirables ou un coût prohibitif pour l'industriel. Le choix du nickel comme élément de base est motivé par les raisons suivantes [Reed 06, Guédou 15] :

- Très bonne stabilité métallurgique qui limite la diffusion des éléments chimiques
- Bonne résistance mécanique alliée à une bonne ductilité qui facilite sa mise en forme
- Très bonne stabilité cristallographique qui permet de garder sa structure Cubique à Faces Centrées (CFC) de l'ambiante jusqu'à sa température de fusion
- Meilleur compromis performance / densité / prix que le Cobalt

Un tableau récapitulatif des effets de l'ajout d'éléments d'addition extrait des travaux de Thébaud [Thébaud 17] est donné 1.1.1. Il permet de se rendre compte que les éléments Carbone, Bore, Zircone, Hafnium, Molybdène, Tungstène et Chrome se retrouvent aux joints de grains en contribuant à la formation de nouvelles phases (carbures, borures, TCP). Pour les éléments responsables de la formation des précipités durcissants γ' on retrouve principalement l'Aluminium, le Titane et le Niobium mais aussi le Tantale. Le ratio (Ti+Nb)/Al est souvent utilisé pour trouver le meilleur compromis entre fraction volumique de précipités γ' , principaux acteurs du durcissement, et trop grande teneur en Aluminium entraînant la formation de phases indésirables telles que les phases TCP.

1.2 Phases en présence

Les superalliages présentent une microstructure métallurgique riche et variée, comportant plusieurs phases dont la taille, la répartition ainsi que la morphologie vont conditionner les propriétés mécaniques de l'alliage.

La matrice γ austénitique possède une structure cristallographique Cubique à Faces Centrées (CFC) désordonnée (1.2.1). Ses 12 systèmes de glissement octaédriques {111}<110> lui confèrent une très bonne ductilité sur une large gamme de température. Elle est principalement composée de Nickel et d'autres éléments en solution solide qui occupent les sites interstitiels octaédriques (Co, O, N) ou se substituent à des atomes de Ni dans la maille (Fe, Cr, Mo, Nb). Les atomes en solution solide vont participer dans une moindre mesure au durcissement de la matrice en freinant les dislocations.



Tab. 1.1.1 – Effets et répartitions des principaux éléments d'addition que l'on retrouve dans les superalliages base nickel, tableau inspiré de Thébaud [Reed 06, Thébaud 17, Kontis 16, Kontis 18, Laurence 16, Pollock 06].



Fig. 1.2.1 – Mailles cristallographiques de la matrice γ et des précipités γ' .

• Les précipités γ' , de composition chimique Ni₃(Ti, Al, Ta), possèdent une structure cubique simple de type L1₂ ordonnée et sont cohérents avec la matrice γ (1.2.1). Cette forte cohérence, due à un faible écart paramétrique, est à l'origine de leur bonne stabilité en température. Ces précipités sont les principaux acteurs du durcissement en jouant le rôle d'obstacles aux mouvements des dislocations. Une augmentation de la fraction volumique de précipités γ' permet d'augmenter sensiblement les propriétés mécaniques à chaud. Cependant, elle s'accompagne d'une augmentation importante de la limite d'élasticité qui rend sa mise en forme difficile. On distingue trois populations de précipités γ' suivant leur taille et l'ordre de leur apparition au cours du traitement thermique mais aussi selon leur localisation. Les précipités primaires intergranulaires exercent une force d'ancrage sur les joints de grains et jouent un rôle limité sur le durcissement alors que les précipités intragranulaires jouent l'essentiel du durcissement de l'alliage. Les différentes populations de précipités que l'on trouve sont illustrées sur la figure 1.2.2.



Fig. 1.2.2 – Les différentes populations de précipités γ' que l'on trouve dans un superalliage base nickel [Jackson 99]

D'autres phases intermétalliques telles que les carbures, borures, nitrures et TCP peuvent coexister au sein du matériau. Les carbures, borures et nitrures précipitent aux joints de grains et permettent de les renforcer à haute température. Ils freinent le déplacement des joints de grains par effet d'ancrage mécanique et augmentent leur ductilité à haute température notamment pour les borures [Kontis 16, Stinville 15b]. Cependant ils peuvent aussi jouer un rôle négatif en constituant des zones privilégiées d'amorces de fissures [Texier 16, Rae 01]. Les phases TCP (σ, μ et phase de Laves) sont des phases indésirables qui précipitent au sein de la matrice suite à l'élaboration ou à un survieillissement de l'alliage [Laurence 16, Reed 06]. Elles sont dites « topologiquement compactes » car elles présentent des empilements atomiques denses selon certaines directions contrairement aux phases géométriquement compactes comme les précipités γ' qui présentent des empilements

atomiques denses dans toutes les directions. Ce sont des phases fragiles à température ambiante qui consomment et piègent des éléments γ' -gènes ainsi que les éléments en solution solide. Ainsi leur apparition entraîne souvent un adoucissement et une diminution importante de la durabilité de l'alliage [Rae 01, Reed 06, Simonetti 98].

1.3 Sollicitations vues en service



Fig. 1.3.1 - Sollicitations vues en service.

Comme on peut le voir sur la figure 1.3.1, les disques de turbines sont des pièces situées après la chambre de combustion. En fonction de la phase de vol (phase de décollage, croisière, approche et atterrissage), ils subissent des sollicitations thermo-mécaniques très variées alliant hautes températures, contraintes multi-axiales liées à la force centrifuge et vibrations. Plus précisément, pour une phase de croisière, la partie située près de l'arbre moteur (l'alésage) voit des températures modérées de l'ordre de 200 à 400°C et subit des sollicitations bi-axiale (radiales et tangentielles) alors que la partie située au niveau de la couronne (la jante) voit des températures de l'ordre de 650 à 700°C et subit des sollicitations principalement tangentielles et de fatigue-fretting au niveau de la liaison avec les aubes. A cela il faut rajouter les effets de l'environnement dans lequel évoluent les disques. Ce milieu, constitué des produits issus de la combustion du kérosène avec l'air est particulièrement oxydant et peut engendrer des problèmes de corrosion et d'oxydation. Enfin, au cours de sa durée de vie, le disque va subir du cyclage thermique pendant les différentes phases de vol (décollage / croisière / atterrissage) qui est susceptible d'accélérer son vieillissement et d'altérer ses propriétés mécaniques [Laurence 16].

Dans la suite du manuscrit nous allons nous concentrer sur la sollicitation principale au niveau de la jante du disque de turbine à savoir le fluage à des températures de l'ordre de 700°C. Il est intéressant de noter que le cahier des charges d'un disque de turbine fonctionnant à ces températures, impose que la déformation plastique ne dépasse pas 0.5 %.

Chapitre 2

Les mécanismes de déformation en fluage

L'accroissement des températures d'utilisation au niveau de la jante des disques de turbines couplé à des maintiens en charge et température lors des phases de croisière impliquent une augmentation des phénomènes liés au fluage qui doivent être pris en compte dans le dimensionnement de la pièce. Un état de l'art sur l'aptitude à se déformer de ces alliages en service est proposé afin d'identifier les paramètres microstructuraux à considérer. Les notions de base d'un essai de fluage sont brièvement rappelées. Après avoir proposé les outils d'analyse et quelques résultats généraux sur le comportement macroscopique des superalliages base nickel en fluage, ce chapitre s'attache à faire une synthèse bibliographique partielle des mécanismes élémentaires de déformation impliqués. On distinguera les mécanismes de déformation à l'œuvre au sein des grains, appelés mécanismes intragranulaires, des mécanismes de déformation aux joints de grains, appelés mécanismes intergranulaires.

Il s'agira surtout de se focaliser sur le rôle clef des joints de grains dans la déformation et l'endommagement en fluage. Celui-ci peut être néfaste mais aussi positif suivant le domaine de sollicitations pour une microstructure donnée.

2.1 Propriétés macroscopiques et endommagements caractéristiques en fluage

2.1.1 Généralités et résultats de la littérature

Notions de base sur un essai de fluage

Un essai de fluage isotherme consiste à maintenir une éprouvette à température et charge constantes et permet d'étudier l'évolution de la déformation plastique au cours du temps, qui est d'autant plus importante que la température est élevée. Typiquement dans le cas des superalliages employés au niveau des disques de turbine la température de fonctionnement est de l'ordre de $0.5T_f$.

Sur une courbe de fluage on peut généralement distinguer trois stades d'évolution de la déformation (2.1.1) :

• Le stade primaire, aussi appelé transitoire, pendant lequel la vitesse de déformation diminue avec le temps, ce qui correspond à un durcissement du matériau.



- **Fig. 2.1.1** Courbes de fluage $\varepsilon = f(t)$ en trait plein illustrant les 3 stades de la déformation et en trait pointillé la courbe de vitesse associée $\dot{\varepsilon} = f(t)$, illustration tirée des travaux de Dubiez Le Goff [Dubiez-Le Goff 03]
 - Le stade secondaire, ou stationnaire, se caractérise par une vitesse de déformation minimale constante. Au cours de cette phase, un équilibre dynamique s'installe entre les phénomènes de durcissement et ceux de restauration à l'échelle des dislocations.
 - Le stade tertiaire où la vitesse de déformation croit jusqu'à rupture de l'éprouvette. Des phénomènes de cavitation interne et d'endommagement en surface se développent et mènent à la création de fissures. Ces dernières vont diminuer la surface portante de l'éprouvette entraînant la rupture par augmentation de la contrainte vraie.

Il est usuel de représenter les courbes de fluage en déformation vraie, prenant en compte la variation de la section portante

$$\varepsilon_{vraie} = 100 \cdot \ln\left(1 + \frac{\Delta L}{L_0}\right)$$

Les paramètres importants que l'on extrait de ce type d'essai sont les suivants :

- La durée de vie
- La vitesse minimale de déformation en fluage calculée via la loi de Norton :

$$\dot{\varepsilon}_{min} = \alpha \left(\frac{\sigma}{\lambda}\right)^n$$

Avec σ la contrainte appliquée, α et λ des paramètres matériaux dépendant de la température, et l'exposant n comme indicateur du mécanisme à l'œuvre au cours du fluage [Nabarro 95].

• La ductilité à rupture

Dans la littérature, il est courant de représenter dans un graphique bi-logarithmique la vitesse minimale de fluage en fonction de la contrainte : il s'agit d'un diagramme de Norton. Il permet de clairement mettre en évidence les changements de pente associés à l'exposant n appelé coefficient de Norton. Un diagramme de Norton sur le superalliage **AD730** est illustré sur la figure 2.1.5.

Les mécanismes de déformation en fluage :

Il est communément admis qu'il existe deux principaux types de mécanismes de déformation en fluage :

- Le fluage **dislocations** ou fluage loi puissance qui est un processus à courte distance impliquant le déplacement des dislocations. Il correspond à un exposant *n* supérieur à 6, donc à des vitesses minimales de fluage très importantes.
 - \Rightarrow Domaine de prédominance : forte contrainte et $T > 0.5T_f$ (pour le nickel pur [Frost 82])
- Le fluage diffusion qui est un processus purement diffusionnel à longue distance impliquant le déplacement d'atomes et de lacunes au niveau des joints de grains et/ou dans le volume. Il correspond à un exposant n proche de 1, donc à des vitesses minimales de fluage très faibles.

Dans ce mécanisme la déformation est assurée par diffusion d'atomes et de lacunes ce qui entraîne un changement de morphologie du grain et souvent une ségrégation chimique au niveau du joint de grains. On distingue deux modèles de fluage diffusion :

 Fluage intergranulaire de Coble : dans ce mécanisme la vitesse de fluage est contrôlée par un flux de lacunes intergranulaire qui opère des faces en traction vers les faces en compression (figure 2.1.2 (b)).

Domaine de prédominance : contrainte plus faible et $0.4T_f < T < 0.8T_f$ (pour le nickel pur [Frost 82])

 Fluage transgranulaire de Nabarro-Herring ou fluage diffusion en volume : dans ce mécanisme de diffusion, la vitesse de fluage est contrôlée par un flux de lacunes intragranulaire qui opère des faces en traction vers les faces en compression (figure 2.1.2 (a)).

Domaine de prédominance : contrainte plus faible et $0.8T_f < T < 1T_f$ (pour le nickel pur [Frost 82]).



Fig. 2.1.2 – Schéma des mécanismes de diffusion transgranulaire de Nabarro-Herring (a) et intergranulaire de Coble (b) tiré des travaux de K. Thibault [Thibault 12]. Les couleurs bleu et rouge représentent respectivement l'état initial et l'état après déformation. Les flèches pleines, correspondent aux flux d'atomes et les flèches en pointillées représentent les flux de lacunes.

Ces types de mécanismes sont fonctions de la contrainte, de la température et de la taille de grains. On peut représenter leur domaine de prédominance sur une carte d'Ashby pour un matériau et une taille de grains considérés ([Frost 82]). Deux exemples sur le superalliage **Mar-M200** sont donnés figure 2.1.3. Sur ces cartes, les domaines de prédominance de chaque mécanisme sont tracés en fonction de la contrainte et de la température (axes normalisés : (contrainte de cisaillement σ_s/μ module de cisaillement) et (température T/T_m température de fusion)). Une augmentation de la taille de grains entraîne une augmentation importante du domaine de fluage-diffusion au détriment du fluage dislocation symbolisé par une flèche rouge sur la figure 2.1.3. Souvent les domaines d'utilisation de ces alliages impliquent des vitesses minimales de fluage avec des exposants n compris entre 1 et 6 correspondant ainsi à une combinaison des deux mécanismes.



Fig. 2.1.3 – Cartes d'Ashby du superalliage Mar-M200 pour deux tailles de grains (100 μm et 1 cm) avec en rouge, le domaine de fonctionnement d'une turbine [Frost 82].

L'endommagement en fluage :

Il y a trois types d'endommagement observés en fluage [Billot 10, Mataveli Suave 16, McLean 00, Dennison 78, Chen 93, Nabarro 95] :

- Oxydation des joints de grains sous air à haute température
- · Cavitation et/ou nucléation de lacunes aux joints de grains
- Amorce de fissures sur les pores pour les alliages de fonderie

On remarque que pour ces trois types d'endommagement en fluage, deux impliquent les joints de grains. Ces derniers constituent donc des points faibles structurels sous cette sollicitation mécanique. La figure 2.1.4 illustre l'abattement de la résistance en fluage pour les alliages polycristallins et colonnaires. C'est donc un des facteurs limitant la durée de vie des alliages polycristallins en fluage et c'est la raison principale pour laquelle ont été développés les alliages monocristallins dans les années 1970 [Versnyder 70].

2.1.2 Influence des paramètres microstructuraux et de sollicitations

Les propriétés macroscopiques dépendent de plusieurs paramètres dont la microstructure et les conditions d'essais. Ces deux types de paramètres sont étroitement liés rendant l'analyse de leurs effets



Fig. 2.1.4 - Amélioration de la tenue en fluage en supprimant les joints de grains [Caron 03].

sur les propriétés macroscopiques difficile. Un des moyens de décorréler les effets de la microstructure est de réaliser des essais dans les mêmes conditions de sollicitation sur des microstructures modèles en faisant varier un seul paramètre comme la taille de grains ou la précipitation. C'est l'approche qui a été adoptée dans les études de Thébaud sur l'**AD730** et Mataveli Suave sur le **Mar-M200 + Hf** [Mataveli Suave 16, Thébaud 15] dont les résultats sont présentés ici.

Influence de la densité de joints de grains et de la précipitation

La littérature s'accorde pour dire que la taille des grains est un paramètre de premier ordre qui gouverne les propriétés en fluage. De manière générale, l'accroissement de la taille de grains s'accompagne d'une augmentation de la résistance en fluage. En effet, plus la taille de grains est grande, plus la fraction de joints de grains est faible, diminuant ainsi le nombre de sites privilégiés d'endommagement.

Les travaux de Thébaud et al. sur l'**AD730** permettent de nuancer cette « règle ». La ligne du bas de la figure (2.1.6) montre les trois microstructures modèles qui ont été conçues afin d'étudier l'influence de la taille de grains en gardant la même précipitation (taille, fraction volumique) : gros grains notée **GG** (de taille moyenne 350 μ m), grains fins notée **GF** (de taille moyenne 10 μ m) et monogranulaire notée **SX-GG**. La ligne du haut de la figure (2.1.6) montre les images de trois microstructures monogranulaires avec trois tailles de précipitation différentes : précipitation grossière **SX-40**, précipitation moyenne **SX-100** et précipitation fine **SX-300**.

Les vitesses de fluage sous air pour les différentes microstructures modèles de la figure (2.1.5) mettent en évidence trois domaines :

 un domaine haute température / basse contrainte correspondant à un domaine de prédominance des mécanismes diffusionnels pour les microstructures GG, GF et SX-GG. Dans ce domaine, Thébaud retrouve effectivement une influence forte de la taille de grains sur les propriétés en fluage.



Fig. 2.1.5 – Diagramme de Norton sous air obtenues par Thébaud pour différents paramètres microstructuraux et de sollicitations dans l'**AD730** [Thébaud 17].



Fig. 2.1.6 – Microstructures étudiées par Thébaud [Thébaud 17].

Le **SX-GG** présente une durée de vie nettement plus importante mais flue plus rapidement que la microstructure **GG** (figure 2.1.7). Cet abattement de la durée de vie est étroitement lié à l'oxydation des joints de grains à ce niveau de température et la vitesse de fluage plus lente de la microstructure polycristalline met en évidence un rôle de durcissement des joints de grains dans la déformation. Ce domaine de sollicitation est le siège d'une forte compétition entre l'endommagement des joints de grains par oxydation et leur effet durcissant.

- un domaine de transition de mécanismes autour de 700°C marqué par une rupture de pente.
 - pour les fortes contraintes supérieures à 750 MPa, une prédominance des mécanismes dislocationnels pour les microstructures GF, GG et SX-GG est observée. Dans ce domaine, l'effet de la taille de grains sur les propriétés en fluage est peu marqué. En effet le comportement du GF et du GG sont très proches comme le montre les courbes de fluages à 700°C / 800 MPa (figure (2.1.7) (a)). Étonnamment, le SX-GG présente des propriétés bien inférieures aux autres microstructures GF et GG. Enfin la figure (a) (2.1.7) montre l'effet durcissant des joints de grains dans le stade primaire du fluage.

Étant donné que la taille de grains a peu d'influence sur les propriétés en fluage dans ce domaine de sollicitations, Thébaud et al. se sont intéressés à évaluer l'influence de la précipitation aux travers d'essais sur des monograins avec différentes tailles de précipités. La figure (2.1.7) (b) met en avant un très fort effet de la précipitation sur la résistance en fluage. Une précipitation fine accroit fortement la résistance en fluage et contribue au durcissement de l'alliage dans le stade primaire.

pour les contraintes inférieures à 750 MPa, un coefficient de Norton très faible associé à du fluage diffusion pour le GF ou une combinaison de fluage dislocations / diffusion pour le GG est constaté. On retrouve un effet de la taille de grains qui tend à augmenter avec la diminution de la contrainte comme le montre la figure (2.1.7) (a).

Ce domaine de transition est marqué par une forte compétition entre l'effet de la taille de grains et de la précipitation intragranulaire. La taille de grains jouerait un rôle de premier ordre à faible contrainte et la précipitation deviendrait le paramètre d'ordre 1 au delà de 750 MPa.

Il y a donc autour de 700°C et 750 MPa une compétition entre des mécanismes de déformation intragranulaires, étroitement liés à la précipitation, et des mécanismes de déformation et/ou d'endommagement intergranulaires, étroitement liés à la densité de joints de grains. Le mécanisme prépondérant contrôlerait ainsi les propriétés de l'alliage en fluage. Ces résultats sont en accord avec les observations de Locq et al. [Locq 00] et il est intéressant de remarquer que la même rupture de pente est observée par Soula et Thibault sur le superalliage NR6 [Soula 08, Thibault 12].

Influence de l'orientation des grains

Mataveli Suave et Mishra ont pu mettre en évidence l'effet de l'orientation des grains sur les propriétés en fluage à l'aide d'une microstructure obtenue par solidification directionnelle [Mataveli Suave 16, Mishra 95]. Cette microstructure a la particularité de posséder une texture cristallographique très marquée selon l'axe de croissance des grains <001> et des orientations aléatoires dans le sens transverse. Par des


prélèvements adaptés, elle permet donc d'étudier le comportement polycristallin selon le sens transverse en s'affranchissant des effets de volume. Les images (a) et (c) de la figure (2.1.8) montrent l'effet de l'orientation cristallographique sur les propriétés en fluage sur deux superalliages base nickel monogranulaire. D'après Caron et Mackay, pour une précipitation γ' de taille supérieure à 0,3 µm, plus l'axe de sollicitation se rapproche de l'axe cristallographique <001>, plus la durée de vie en fluage est importante et la vitesse de déformation diminue [Caron 88, Mackay 82]. A l'inverse lorsque celle-ci se rapproche de l'orientation <101> l'abattement sur la durée de vie est très important et la vitesse augmente quel que soit la taille de précipitation. Pour une précipitation γ' de taille inférieure à 0,3 µm, c'est l'orientation <111> qui possède la meilleure durée de vie mais une ductilité très faible. Historiquement, c'est la raison pour laquelle les aubes de turbines sont fabriquées par solidification le long de l'axe <001>[Versnyder 70].

Dans la version polycristalline du **Mar-M200 + Hf** sollicitée selon l'axe transverse, cette différence de comportement d'une orientation cristallographique à une autre engendre de fortes contraintes intergranulaires. Les courbes de la figure (2.1.8) (b) et (d) montrent d'une part, que dans le domaine de fluage dislocationnel les configurations présentant le plus fort contraste de comportement tel que le couple <001>/<101> sont sources d'endommagement, et d'autre part, qu'avec l'augmentation de la température l'anisotropie de comportement diminue, laissant l'oxydation des joints de grains prendre le dessus [Sass 96, Caron 88].Les travaux de Stinville et al. [Stinville 15b] montrent que le blocage de la rotation cristallographique par les grains voisins réduit fortement la durée de vie. Ces résultats sont à relier aux explications de Mackay sur les faibles durée de vie observées pour les orientations proches de <101> en fluage traction à 774°C / 724 MPa [Mackay 82]. Il est montré que cette faible durée de vie est étroitement corrélée avec la rotation nécessaire pour déclencher du glissement multiple. Plus les orientations sont proches de <101>, plus elles nécessitent de fortes rotations pour atteindre la frontière [001]-[111] du triangle standard, plus leur durée de vie est faible.

Autour de 700°C et 750 MPa, en plus d'une forte compétition entre des mécanismes de déformation intragranulaires et des mécanismes de déformation et/ou d'endommagement intergranulaires, il est nécessaire de prendre en compte un effet important de l'anisotropie élastique.

Influence de l'environnement

Thébaud et al. ont aussi étudié l'effet de l'oxydation sur le comportement macroscopique de l'alliage pour les microstructures **GG** et **GF** à 700°C et 850°C et pour différentes contraintes. Ils observent :

- 1. une diminution de la durée de vie d'un facteur 1,5 sous air
- 2. une augmentation de la vitesse de fluage sous air
- 3. un endommagement intergranulaire sous air et sous vide

Le changement d'environnement ne change pas l'influence des paramètres microstructuraux montrés précédemment. Cependant, la microstructure **GF** présente une cinétique d'endommagement plus rapide que la microstructure **GG** lors d'essais prolongés sous air. Ce résultat est associé au fait que les joints de grains constituent des puits de diffusion qui favorisent l'endommagement intergranulaire.



23

2.2 Mécanismes de déformation intragranulaires



Fig. 2.2.1 - Représentation d'un plan dense (111) en jaune et de ses directions denses dans une structure CFC.

La déformation plastique à l'échelle des grains est due au déplacement de défauts comme les dislocations dans les plans denses et selon les directions de forte densité atomique. La matrice γ possède une structure cristallographique CFC ce qui implique que les dislocations parfaites glissent le long des plans {111} et selon les directions <110> qui sont représentées sur la figure 2.2.1. L'association d'un plan et d'une direction dense constitue un système de glissement. Le tableau 2.2.1 donne en détail les 12 systèmes de glissement que l'on rencontrent dans les cristaux CFC avec les notations de Schmid et Boas. Les vecteurs de burgers associés aux dislocations parfaites sont de type a/2 <110>.

Plans de	(111)		(111)			(111)			(111)			
glissement	(111)			(111)			(111)			(111)		
Direction de	[011]	[101]	[110]	[011]	[101]	[110]	[011]	[101]	[110]	[011]	[101]	[110]
glissement		[101]	[110]	[011]	[101]	[110]		[101]	[110]		[101]	[110]
Systèmes de	42	A 2	A.C.	PO	P 4	DE	C1	C2	C 5	D1	D4	D(
glissement	AZ	A3	A0	102	D4	50	CI	0.5	0.5	DI	D4	D0

Tab. 2.2.1 – Systèmes de glissement octaédriques dans les structures CFC avec la notation de Schmid et Boas : chaque plan {111} est indexé par une lettre et chaque direction <110> par un chiffre.

Dans le cas des superalliages durcis par précipitation, l'interaction des dislocations avec ces précipités joue un rôle fondamental sur les propriétés macroscopiques de l'alliage. On peut distinguer deux grands modes de franchissement de ces obstacles : le contournement et le cisaillement. Le mécanisme de franchissement de ces obstacles va dépendre des conditions de sollicitation (température, contrainte) et de la distribution spatiale et de taille de la précipitation. Dans cette section, chaque mécanisme sera présenté de manière générale sans détailler les modèles théoriques associés.

2.2.1 Le contournement

Le contournement d'Orowan implique une dislocation parfaite de matrice. Celle-ci va se courber pour franchir un précipité γ' et laisser une boucle dite boucle d'Orowan. Ce mécanisme est étroitement lié à la taille et à la distribution spatiale des précipités. En général ce mécanisme est favorisé lorsque la distribution de γ'_{III} est remise en solution dans les couloirs inter-précipités entre les γ'_{II} . Ce mécanisme a été observé dans le **NR3** et **NR6**, l'**Udimet 720 Li** et le **René 88 DT** [Thibault 12, Soula 08, Billot 10, Unocic 08b, Raujol 04].

A haute température ($T > 0.5T_f$), une dislocation parfaite peut quitter son plan de glissement pour glisser dans un autre plan. Ce mécanisme, appelé glissement dévié, concerne uniquement la partie vis des dislocations. La partie coin des dislocations peut également se déplacer par montée. Ces deux mécanismes sont thermiquement activés et ont été observés à des températures supérieures à 760°C dans le **René 88 DT** [Unocic 08b].

2.2.2 Le cisaillement

La littérature reporte plusieurs mécanismes de cisaillement des précipités. Le plus connu est le cisaillement par une dislocation parfaite de matrice a/2 < 110 > qui pénètre dans un précipité γ' ordonné. Le passage de la dislocation va créer une paroi d'antiphase (ou «APB » : Anti Phase Boundary) associée à un changement d'ordre au sein du précipité. Puis, le passage d'une seconde dislocation de matrice ayant le même vecteur de Burgers permet de rétablir l'ordre atomique au sein du précipité. Dans ce mode de cisaillement, les dislocations peuvent s'appairer pour former une superdislocation. On distingue deux types de superdislocations :

- Les superdislocations fortement couplées qui correspondent au passage successif de deux dislocations dans le précipité
- Les superdislocations faiblement couplées qui correspondent au passage simultané de deux dislocations dans le précipité

Ce mécanisme est généralement observé pour des contraintes élevées et des températures inférieures à 700°C [Unocic 08b].

Les superalliages base nickel possèdent une très faible énergie de faute d'empilement ce qui entraîne une dissociation des dislocations parfaites de matrice en dislocations partielles de Shockley a/6 <112> à haute température [Detrois 16, Smith 16, Unocic 08a, Raujol 04, Viswanathan 05a]. Le cisaillement par des partielles de Shockley a/6 <112> entraîne un défaut d'empilement appelé «SF » (Stacking Fault). L'association de 2 partielles de Shockley de même direction conduit à une superpartielle de Shockley de vecteur de Burgers de type a/3<112>. Les mécanismes de cisaillement avec création de fautes d'empilement couramment observés sont les suivants :

- Le mécanisme de cisaillement de Condat et Décamps qui affecte uniquement les précipités. Il a été observé dans le NR3, le NR6 et l'Udimet 720 [Billot 10, Raujol 04, Soula 08, Thibault 12]. D'après Raujol, ce mécanisme succède au mécanisme de Décamps et Raujol lors du vieillissement de la microstructure à cause notamment de l'élargissement de couloirs inter-précipités.
- Le mécanisme de cisaillement de Décamps et Raujol affecte à la fois les précipités et la matrice. Il a été observé dans le NR3, le NR6 et l'Udimet 720 [Billot 10, Raujol 04, Soula 08, Thibault 12].
- Dans les métaux et alliages, le maclage est généralement observé sous faible température et fortes vitesses de déformation. Il a cependant été observé à haute température et faible vitesse de déformation dans les superalliages base nickel [Kakehi 99]. Le micromaclage a été principalement étu-

dié par Viswanathan et Unocic et observé dans un polycristal de **René 88 DT** [Viswanathan 05b, Viswanathan 05a, Unocic 08b] mais aussi plus récemment par Barba et al. dans le mono-cristal **MD2** [Barba 17].

2.2.3 Transition entre contournement et cisaillement

Le durcissement maximal est obtenu lors de la transition entre les mécanismes de cisaillement par paires de dislocations faiblement couplées et fortement couplées. Cette transition correspond à une taille optimale des précipités tertiaires. La figure 2.2.2 regroupe les différents mécanismes discutés dans les paragraphes précédents : cisaillement par paires de dislocations faiblement couplées (courbe 1) ou fortement couplées (courbe 2), et contournement d'Orowan (courbe 3). Le mécanisme de franchissement des précipités qui se met en place est celui qui nécessite la plus faible contrainte locale.



Fig. 2.2.2 – Domaine de prédominance des mécanismes de cisaillement et de contournement en fonction de la taille des précipités [Nembach 85].

Une carte du domaine des mécanismes intragranulaires en fonction des conditions de sollicitation a été réalisée par Smith et al. et complétée par Barba et al. (figure 2.2.3). Elle permet de résumer les tendances générales observées sur les superalliages base nickel à savoir :

- A forte température et faible contrainte, les mécanismes de contournement sont privilégiés car la précipitation fine tend à se remettre en solution
- A faible température et forte contrainte, les mécanismes de cisaillement par des dislocations parfaites de matrice sont privilégiés
- Dans la zone intermédiaire de température et contrainte, les dislocations parfaites ont tendance à se dissocier et d'autres mécanismes de cisaillement impliquant la création de fautes d'empilement

se mettent en place.



Fig. 2.2.3 – Domaine de prédominance des mécanismes de cisaillement et de contournement en fonction des sollicitations, schéma de Barba et al. basé sur les travaux de Smith et al. [Barba 17, Smith 16].

2.2.4 Relation entre ces mécanismes de déformation et les propriétés macroscopiques de l'alliage

De manière générale on peut relier ces mécanismes à certaines propriétés macroscopiques de l'alliage :

- Les mécanismes de contournement ou de montée des dislocations à haute température sont associés à un adoucissement du matériau, donc à une vitesse de fluage élevée. A l'échelle des grains ils se manifestent par une déformation homogène.
- Les mécanismes de cisaillement sont associés à un durcissement de l'alliage, donc à une vitesse de fluage plus lente. A l'échelle des grains ils se manifestent par une déformation très hétérogène localisée au niveau des bandes de glissement.



Fig. 2.2.4 – Courbes de fluage $\varepsilon = f(\frac{t}{t_R})$ en (a) et microstructures associées en (b) issues des travaux de Billot sur de l'**Udimet 720 Li** [Billot 10, Villechaise 12].

L'étude de Billot est particulièrement adaptée pour illustrer le lien entre ces mécanismes et le comportement macroscopique de l'alliage. Dans cette étude, la microstructure «duplex / hétérogène » associant gros grains et chapelets de petits grains se déforme nettement plus rapidement que la microstructure «homogène » gros grains, les durées de vie étant similaires (figure 2.2.4). La première piste de recherche s'est tournée vers l'étude des mécanismes intragranulaires dans les deux microstructures. Dans les deux cas ce sont les mêmes mécanismes qui sont observés au MET. La transition cisaillement / contournement est cependant retardée dans la microstructure «duplex » à cause d'une précipitation légèrement différente. Or ce retard devrait induire une déformation plus rapide de la microstructure homogène par rapport à la microstructure hétérogène. C'est le contraire qui est observé. Les mécanismes intragranulaires ne permettent donc pas d'expliquer ce comportement. Il a été mis en évidence dans la suite de cette étude que la vitesse de déformation plus importante de la microstructure «duplex » est due à la contribution de la déformation intergranulaire, inexistante pour la microstructure homogène [Billot 10]. L'étude des mécanismes intergranulaires est abordée dans la section suivante.

2.3 Mécanismes de déformation intergranulaire

Après avoir présenté les différents mécanismes intragranulaires à l'origine du durcissement par précipitation, cette section va s'attacher à décrire les mécanismes intergranulaires. Il est important de noter que l'état des connaissances dans le domaine des mécanismes intergranulaires n'est pas aussi avancé que dans le domaine des mécanismes intragranulaires et que certaines notions présentées dans la suite font encore l'objet de débats. Cela concerne notamment les mécanismes de relaxation de contraintes et le rôle ambivalent des joints de macle [Bieler 09, Bieler 14, Priester 11, Lu 16, Stinville 16a, Miao 09].

Les superalliages base nickel sont des matériaux qui possèdent une anisotropie élastique assez importante (coefficient d'anisotropie de Zener de 2.44 à température ambiante) ce qui implique que le module de Young varie beaucoup en fonction de l'orientation cristallographique. Typiquement, pour le superalliage monogranulaire AM1, Mazot mesure un module de Young de 317 GPa selon la direction <111> et 129 GPa selon la direction <100> [Mazot 92]. Ceci indique que les joints de grains peuvent être le sièges de forts contrastes de déformation élastique.

Comme pour les précipités, les joints de grains sont des acteurs du durcissement de l'alliage (loi de Hall-Petch). A l'échelle des dislocations, ce durcissement se traduit aussi par l'interaction de dislocations avec les joints de grains. Les mécanismes de franchissement de ces obstacles vont dépendre des conditions de sollicitation (température, contrainte), des caractéristiques du joint de grains mais aussi des mécanismes intragranulaires actifs de part et d'autre du joint de grains. Les définitions et notions de base sur les mécanismes élémentaires d'interaction entre dislocations et joints de grains sont données dans l'annexe A.

Dans cette section, l'accent sera mis sur les mécanismes de relaxation ou d'accommodation des contraintes induites par l'accumulation de dislocations au niveau des joints de grains dont le glissement intergranulaire fait partie.

2.3.1 Comportement des joints de grains

Au cours de la déformation plastique des polycristaux, la relaxation des contraintes au niveau d'un joint de grains est nécessaire pour que l'écoulement plastique ne s'accumule pas au joint de grains et finisse par entraîner sa rupture. Souvent, elle requière une activation thermique et implique plusieurs mécanismes qui interviennent simultanément et difficiles à décorréler. Ces mécanismes de relaxation sont, de plus, étroitement liés au type de joints de grains. On peut en distinguer deux grandes catégories [Priester 06, Priester 11] :

- Les mécanismes se déroulant au sein du joint de grains : décomposition et absorption des dislocations de matrice en dislocations intrinsèques, mouvement des dislocations (glissiles et sessiles) au sein du joint de grains (détaillés dans l'annexe A).
- Les mécanismes impliquant les joints de grains et les grains illustrés sur la figure (2.3.1) : émission de dislocations d'un grain à l'autre, rotation des grains adjacents par activation de systèmes de glissement, migration du joint de grains, créations de lacunes aux points triples, glissement intergranulaire.

2.3.2 Le glissement intergranulaire à haute température

Le glissement intergranulaire est un mécanisme de déformation qui permet de relaxer les contraintes intergranulaires via le déplacement relatif de deux grains au niveau de leur joint commun ou dans l'environnement proche de ce joint. Il nécessite d'être accommodé par d'autres mécanismes intragranulaires,



Fig. 2.3.1 – Schéma des mécanismes d'accommodation des contraintes intergranulaires impliquant les joints de grains et les grains voisins [Priester 11].

diffusionnels, élastiques voire par nucléation de lacunes ou cavités. A l'échelle des dislocations, le glissement intergranulaire est produit par le déplacement des dislocations sessiles et glissiles.

On distingue deux principaux mécanismes [Langdon 06, Sheikh-Ali 01] :

- le glissement Rachinger observé à basse ou moyenne température dans le domaine du fluage dislocation. Celui-ci implique une accommodation de la déformation plastique intragranulaire. Dans ce cas, les grains changent peu de forme. La littérature rapporte que l'amplitude du glissement Rachinger est nettement plus importante que pour le glissement Lifschitz [Sheikh-Ali 99, Sheikh-Ali 01, Valiev 91].
- le glissement Lifschitz observé exclusivement à très haute température dans le domaine du fluage diffusion de Nabarro-Herring ou Coble. Dans ce cas, les grains changent de forme et subissent un allongement proportionnel à l'allongement macroscopique. Il est aussi appelé glissement pur car produit uniquement par le mouvement des dislocations intrinsèques.

Le mécanisme d'accommodation élastique est extrêmement faible. Par conséquent il est peu probable qu'il joue un rôle important dans le glissement intergranulaire dans les conditions de sollicitations prévues dans notre étude. De plus, il est très difficile à quantifier. D'après les études de Soula, Carter et Thibault, le glissement intergranulaire généralement observé dans les conditions de sollicitations de notre étude est du glissement Rachinger [Soula 08, Thibault 12, Carter 12a]. Le glissement intergranulaire peut être caractérisé par un vecteur \vec{S} et ses trois composantes u, v et w illustrés sur la figure 2.3.2.



Fig. 2.3.2 – Schéma du glissement intergranulaire caractérisé par le vecteur glissement \vec{S} et trois composantes u,v et w [Stevens 66, Langdon 70].

On caractérise la contribution globale du glissement intergranulaire à l'amplitude de la déformation totale d'un polycristal par le rapport ξ :

$$\xi = \frac{\varepsilon_{GBS}}{\varepsilon_t}$$

Avec ε_{GBS} la somme des déformations au niveau des joints et ε_t la déformation totale

2.3.3 Influence des paramètres microstructuraux et de sollicitations

Il a été montré dans la section (2.2) que les mécanismes intragranulaires dépendent étroitement des conditions de sollicitations et de la microstructure. Il en est de même pour les mécanismes intergranulaires. Il existe très peu d'études se focalisant sur le glissement intergranulairedes superalliages à haute température [Soula 08, Thibault 12, Carter 12a]. Les résultats de ces études en fluage sont regroupés ici et les caractéristiques des microstructures associées sont rassemblées dans le tableau 2.3.1. Dans un premier temps l'influence des paramètres de sollicitation est présentée, puis l'influence des différents paramètres microstructuraux est abordée.

référence	matériau	microstructure	taille de grains (µm)	γ'_{II}	γ'_{III}	
Soula	NR6	standard	26	225 nm	10-40 nm	
Carter	René-104	standard	20 ± 12.5	$114\pm82~\mathrm{nm}$		
	P opó 104	IdC dontalás	18 ± 18 5	$60 \pm 50 \text{ sm}$	$3.2 \pm 2 \mu m^2$ intergranulaire	
	Kelle-104	Juo denteles	18 ± 10.5	09 ± 00 mm	$1 \pm 1.2 \mu m^2$ intragranulaire	
Thibault	NR6	standard	26	170 nm	< 50 nm	
	NIDA	IdC dontalás	25	200 - 2000 nm intragranulaires	< 100 nm	
	INKO	JuG denteles	23	$1-4\mu m$ intergranulaires		
	NR6	Sur-vieillie	28	185 nm	dissous	
	NR6	Gros Grains	50	165 nm	< 50 nm	

Tab. 2.3.1 – Récapitulatif des microstructures des travaux de Soula, Carter et Thibault [Soula 08, Thibault 12, Carter 12a].

Influence de la température et de la contrainte

L'étude de Soula a permis de mettre en évidence des relations entre les conditions de sollicitation et la contribution du glissement intergranulaire dans la déformation totale pour une microstructure de référence (figure (2.3.3)) :

- l'augmentation de la température à contrainte constante induit une diminution de la contribution du glissement intergranulaire à la déformation plastique totale
- l'augmentation de la contrainte à température fixée entraîne une diminution de la contribution du glissement intergranulaire à la déformation plastique totale

D'après la figure 2.1.5, la vitesse minimale de fluage suit une tendance inverse. Ainsi, la contribution du glissement intergranulaire dans la déformation plastique totale est étroitement liée à la vitesse minimale de fluage. Lorsque cette dernière est faible, la contribution du glissement intergranulaire augmente.



Fig. 2.3.3 – Influence des conditions de sollicitation sur la contribution du glissement intergranulaire [Soula 09, Soula 08].

Influence de la précipitation

L'influence de la précipitation a été étudiée par Thibault en réalisant des essais de fluage entre microstructures standard et vieillie, avec et sans précipités γ'_{III} [Thibault 13]. La dissolution des précipités γ'_{III} a entraîné :

- Un contournement généralisé des précipités secondaires donc une déformation intragranulaire facilitée et homogène (illustrée sur la figure 2.3.3). Au niveau macroscopique cela se traduit par une vitesse minimale de fluage très élevée et une durée de vie en fluage diminuée.
- Ce mécanisme de contournement est associé à de faibles concentrations de contraintes aux joints de grains et donc à une diminution de l'amplitude et de la contribution du glissement intergranulaire à la déformation macroscopique (illustrée sur la figure 2.3.4).

Dans le cadre de l'étude de Billot [Billot 10], le glissement intergranulaire a été observé uniquement sur une microstructure «duplex» présentant une densité de joints de grains importante. En observant la précipitation au niveau des joints de grains Billot met en évidence que la microstructure «duplex» présente des zones de déplétion en γ'_{II} . A l'inverse la microstructure «homogène» présente une population multimodale de précipités, avec de gros γ'_{II} entourés de fins précipités γ'_{III} , suggérant que cette précipitation au niveau des joints de grains permettrait d'inhiber le glissement intergranulaire.

Influence du joint de grains

Différentes caractéristiques du joint de grains ont été étudiées telles que la désorientation entre grains contigüs, sa longueur, son orientation par rapport à l'axe de sollicitation et sa morphologie.

 D'après la figure (2.3.5), les joints généraux (HAB Σ ≥ 29) à forte désorientation, sont plus enclins à glisser que les joints spéciaux (3 ≤ Σ ≤ 29) dont les macles Σ = 3



33



- L'orientation du joint de grains par rapport à l'axe de sollicitation ainsi que sa longueur semble avoir un effet négligeable sur le glissement intergranulaire
- Comme on peut le voir sur la figure (2.3.5), l'influence de la désorientation du joint de grains tend à diminuer avec l'augmentation de la température et de la contrainte
- D'après les travaux de Thibault et de Carter, l'introduction de joints de grains dentelés améliore sensiblement la résistance au glissement intergranulaire [Thibault 13, Carter 12a]. Deux effets sont à l'origine de ce résultat :
 - D'une part l'introduction de joints de grains dentelés se fait au détriment d'une précipitation multimodale fine au niveau du joint de grains. En général on obtient une précipitation grossière qui favorise le mécanisme de contournement et donc diminue la concentration de contrainte locale rendant la zone intergranulaire plus ductile [Wisniewski 09]
 - D'autre part la morphologie dentelée oppose une meilleure résistance mécanique au glissement intergranulaire que la morphologie lisse

On peut voir sur la figure 2.3.5 que ces deux effets combinés permettent de diminuer globalement l'amplitude du glissement intergranulaire mais aussi d'homogénéiser la déformation à l'échelle de l'agrégat.

Influence de la taille de grains

Thibault a étudié l'influence d'une augmentation de la taille de grains en gardant la même précipitation. Il fait les observations suivantes :

- En comparaison à la microstructure standard, les mêmes mécanismes de déformation intragranulaires ont lieu, à savoir un cisaillement privilégié des précipités qui se traduit par une déformation intragranulaire hétérogène illustrée sur la figure 2.3.6.
- Localisation de la déformation aux joints de grains retardée à cause de la grande taille de grains.
- La fraction de joints de grains est moins importante d'où une contribution du glissement intergranulaire globale plus faible illustrée sur la figure 2.3.4.

Influence de la déformation intragranulaire

Lorsque le mécanisme de cisaillement des précipités opère à l'intérieur des grains, la déformation résultante est localisée au niveau de bandes de glissement et se distribue de manière très hétérogène dans le grain. L'interaction de ces bandes de glissement avec les joints de grains donne lieu à des concentrations de contraintes élevées sur une large gamme de température comme l'illustre la figure 2.3.6. D'après la littérature, la haute température combinée à de fortes contraintes locales favorisent l'absorption des dislocations de matrice au niveau des joints de grains généraux en fournissant l'énergie nécessaire à leur dissociation [Priester 11]. De plus, les contraintes liées aux incompatibilités de déformation entre grains voisins aideraient à la mise en mouvement des dislocations intergranulaires. Ces modèles physiques vont dans le sens des observations de Soula et Thibault, qui mettent en évidence que ces interactions favorisent le glissement intergranulaire [Soula 08, Thibault 12].



Fig. 2.3.6 – Localisation de déformation importante à l'intersection d'une bande de glissement avec un joint de grains dans le superalliage NR6 en fluage sous vide à 750°C, 525 MPa (a) [Soula 08]. Cartographies des déformations intragranulaire dans le superalliage NR6 en fluage sous vide à 700°C, 700 MPa pour les différentes microstructures étudiées par Thibault : standard (b), sur-vieillie (c), à joints de grains dentelés (d) et à gros grains (e) [Thibault 12].

Cependant Carter ne met pas en évidence de corrélation entre la localisation de la déformation au niveau des joints de grains et le glissement intergranulaire [Carter 14, Carter 12c]. La raison pourrait se trouver au niveau des techniques employées et de la mise en œuvre des essais de fluage *in-situ* de Carter. En effet, à la différence de Thibault et Soula, Carter utilise la technique de corrélation d'images numériques (CIN) pour évaluer les champs de déformation intragranulaire et la méthode de micro-grilles pour évaluer le glissement intergranulaire uniquement. De plus elle emploie cette technique de mesure de champs de manière *in-situ* dans des conditions particulièrement difficiles à maîtriser dans un MEB sous vide à 700°C sous une charge de 1100 MPa. Les conditions d'essai sont telles que la vitesse de fluage est très rapide. L'éprouvette est chargée progressivement puis maintenue en charge sur de courtes durées (10-30 min). Afin de pouvoir acquérir une image, l'éprouvette est partiellement déchargée. Elle est ensuite rechargée et l'opération est répétée pour différentes durées de maintien en charge dans la limite de quelques heures. Il en résulte des cartes de déformation très bruitées donc difficiles à corréler avec la carte de joints de grains

(figure 3.2.2 (a)) et des conditions de fluage très éloignées des conditions de sollicitations explorées dans les études de Soula et Thibault donc difficilement comparables.

Il est important de rappeler que ces résultats sont basés sur des analyses 2D et ne prennent pas en comptent les effets de la microstructure dans le volume notamment du plan du joint de grains. Toutefois, Gates et al. ont montré que le phénomène de glissement intergranulaire observé en surface est représentatif du phénomène en volume en polissant la surface et en réitérant l'essai de fluage [Gates 74]. L'une des approches permettant d'accéder à ce type d'information est la méthode d'ablation progressive par FIB et reconstruction d'un volume 3D à partir des cartes 2D. En utilisant cette technique, Carter a mis en évidence que la configuration locale 3D peut aussi avoir un impact sur la capacité de glissement ou d'accumulation de déformation présente une configuration locale avec une densité importante de joints de macles. Or ces derniers sont connus pour accumuler de la déformation car dans ce cas particulier, le mécanisme d'absorption des dislocations est difficile et incomplet. A l'inverse le joint de grains général qui a glissé ne présente pas de macles à proximité.

2.4 L'endommagement aux joints de grains

Dans la partie précédente, dédiée aux propriétés macroscopiques des superalliages en fluage à haute température il a été montré que dans toutes les conditions de sollicitations (air / vide) et pour différentes microstructures (gros grains, grains fins ou duplex), l'endommagement se produisait systématiquement aux joints de grains et que ces derniers constituent l'un des points faibles des superalliages polycristallins [Villechaise 12, Thébaud 15, Thébaud 18, Larrouy 15a, Billot 10, Németh 17, Mataveli Suave 16, Thibault 12, Soula 09]. En fonction des conditions de sollicitation et de la microstructure les joints de grains peuvent glisser, transmettre ou accumuler de la déformation plastique. Or, l'endommagement est étroitement lié à ces différences de comportement du joint de grains.

Comment détecter les premiers stades de l'endommagement?

- A l'échelle de l'agrégat de grains : la répartition spatiale de la déformation permet de mettre en évidence des points «chauds» où l'écoulement plastique est difficile et peut être source d'endommagement [Abuzaid 12, Abuzaid 16].
- A l'échelle du glissement intra et intergranulaire : la localisation de la déformation sur un élément microstructural tel que les joints de grains, les précipités ou composés intermétalliques, favorise souvent l'amorce de fissure [Stinville 16b, Stinville 16a, Zhang 15, Texier 16, Zhang 14]. Cet endommagement est étroitement lié à des à l'interaction des dislocations qui s'accumulent sur l'interface (joints de grains, précipité ou carbures/matrice), entrainant ainsi une augmentation des contraintes locales qu'il est nécessaire de relaxer.

Dans la suite, on se propose de lister les endommagements intergranulaires observés dans les superalliages en fonction de la température.

2.4.1 Entre $20^{\circ}C$ et $500^{\circ}C$

Larrouy a mis en évidence dans des superalliages durcis par précipitation que la source de l'endommagement en fatigue et traction monotone est la transmission difficile de bandes de glissement au niveau de certains joints de grains entraînant la création de «micro-volumes» qui génèrent de fortes contraintes locales [Larrouy 15b]. A terme, l'accumulation de ces contraintes évolue vers un amorçage de fissure qui permet de les relaxer brutalement. Un scénario typique de déformation et d'endommagement aux joints de grains est donné figure 2.4.1. L'étude de Larrouy a permis de mieux comprendre les relations entre les conditions de sollicitation et la microstructure sur l'apparition de ces micro-volumes. Ces derniers sont étroitement liés :

- à une microstructure durcie par précipitation qui favorise la localisation de la déformation sous la forme de bandes de glissement intense. Cependant l'influence de la précipitation (taille, distribution) nécessiterait une étude approfondie permettant d'évaluer par exemple l'influence d'une précipitation grossière, pouvant diminuer l'effet de localisation de la déformation, sur l'intensité et l'apparition des micro-volumes
- 2. à l'énergie de faute d'empilement (SFE) : une faible SFE favorise des mécanismes de glissement planaire et la concentration de contrainte à la tête de la bande de glissement
- 3. à la configuration cristallographique locale qui va gouverner la transmission favorable ou non du glissement au travers du joint de grains. L'angle de twist défini entre les plans de glissement de part et d'autre du joint de grains permet de caractériser la transmission du glissement au travers d'un joint de grains. Il a été montré qu'un angle supérieur à 55°, est nécessaire pour former des micro-volumes.
- 4. à la température : au delà de 500-550°C les micro-volumes sont beaucoup moins fréquents. La raison invoquée est l'activation du mécanisme de glissement dévié aidée par la diffusion.

Larrouy montre que ce mécanisme de formation des micro-volumes favorise l'accommodation élastique des incompatibilités de déformation. La relaxation brutale des contraintes locales par la création d'une fissure au joint de grains efface les rotations locales du cristal.

La mise en évidence de ce phénomène clef dans la compréhension de la transition déformationendommagement a été rendu possiblegrâce à des techniques d'analyse locale telle que l'EBSD-HR mais aussi parce que ces analyses ont été menées dans les premiers stades de la déformation plastique ($\varepsilon_p < 1\%$) relevant typiquement du domaine d'amplitude associée à la fatigue. Au delà de ces amplitudes, l'hyper localisation de la déformation dans les micro-volumes s'homogénéise tout le long des joints de grains.

2.4.2 Pour les hautes températures $\geq 700^{\circ}C$

En augmentant la température, l'endommagement couramment observé sur les superalliages polycristallins en fluage est la nucléation et la cavitation de lacunes ainsi que la fragilisation des joints de grains par l'oxydation [Mataveli Suave 16, Thébaud 17, Németh 17, Krupp 16]. Or en parallèle le mécanisme de glissement intergranulaire est activé. Ainsi la coexistence de ce mode de déformation et de cet endommagement au niveau des joints de grains incite à étudier leur interaction dans les premiers stades de la déformation afin de mieux comprendre la transition déformation-endommagement.



Fig. 2.4.1 – Récapitulatif des mécanismes de déformation et d'endommagement des joints de grains en traction de l'ambiante jusqu'à 500-550°C [Larrouy 15b, Villechaise 12].

Cependant, aucune étude comparable à celle de Larrouy et Villechaise n'a été réalisée à haute température. L'une des raisons est la difficulté de mettre en place les outils d'analyses adaptés aux échelles locales pertinentes et aux contraintes de la haute température. De plus la technique de micro-extensométrie utilisée par Soula, Thibault et Carter ne permettent pas de mesurer des déformations et du glissement intergranulaire lorsque le taux de déformation macroscopique est inférieur à 1 %, avec de plus la contrainte de devoir réaliser les mesures sous-vide secondaire. Si le niveau de déformation local n'est pas suffisant les bandes de glissement intragranulaires et le glissement intergranulaire n'entraînent pas systématiquement des décalages mesurables au niveau des barreaux d'une microgrille.



Fig. 2.4.2 – Schémas illustrant les interactions entre glissement intergranulaire et endommagement observés dans la littérature sur d'autres matériaux : (a) [Gifkins 56] (b) [Yoo 83] (c) [Nychka 04].

En s'inspirant des études réalisés sur d'autres matériaux, différentes pistes de mécanismes d'endommagement assistés par le glissement intergranulaire peuvent être envisagées [Lenci 09, Biscondi 82, Valiev 91, Doquet 16] :

- L'interaction de bandes de glissement avec le joint de grains favoriserait le glissement intergranulaire et pourrait engendrer des lacunes qui, en coalesçant, forment une amorce de fissure (figure (a) 2.4.3)
- Le glissement intergranulaire de deux joints de grains inclinés, serait propice à la formation de cavités au niveau d'un point triple (figure (b) 2.4.3)
- L'interaction du glissement intergranulaire avec la couche d'oxyde protectrice sous air serait un mécanisme favorisant la pénétration de l'oxygène dans le joint de grains (figure (c) 2.4.3)

Points clés



mecanismes dependants de la microstructure ! (precipitation morphologie et nature des joints de grains)

Fig. 2.4.3 – Les différents types d'endommagement intergranulaires rencontrés dans les superalliages base nickel en fonction de la température.

En résumé :

- Les joints de grains jouent un rôle fondamental dans la déformation en fluage dans le domaine de sollicitations que subit la jante d'un disque de turbine. Ils sont sources d'endommagement mais aussi de durcissement du matériau.
- □ A 700°C, il y a une forte compétition entre les mécanismes de déformations intragranulaires et intergranulaires ainsi qu'un effet important de l'anisotropie élastique
- L'étude des interactions entre localisation de la déformation intra/intergranulaire et de leur accommodation à haute température permettrait de mieux comprendre la transition déformationendommagement
- Aucune étude sur l'endommagement à haute température sous faible déformation plastique (< 1%) n'a été réalisée. Cela résulte probablement de limitations atteintes pour la technique de micro-extensométrie employée par Soula, Thibault et Carter pour ces taux de déformation plastique pourtant rencontrés en service.

Ce chapitre consacré aux mécanismes de déformation en fluage haute température permet de mettre en évidence la complexité de la déformation à l'échelle de l'agrégat de grains et à l'intérieur des grains dans les superalliages base nickel polycristallin. Les mécanismes impliqués sont étroitement liés aux conditions de sollicitation et à la microstructure. La compréhension fine des modes opératoires de ces mécanismes en fonction des paramètres microstructuraux est nécessaire afin d'être force de proposition pour l'optimisation des propriétés macroscopiques des superalliages polycristallins. Cette étude bibliographique des mécanismes intragranulaires et intergranulaires permet de mettre en avant certaines tendances générales. Cependant, les moyens d'analyse employés ne permettent pas de quantifier précisément et avec une résolution spatiale suffisante la contribution de ces mécanismes dans les premiers stades de l'endommagement. Cette barrière technique est un frein à la compréhension d'autres phénomènes aux joints de grains comme la relaxation des contraintes et la localisation de la déformation. La mise en place d'une métrologie adaptée constitue un challenge technique étant donné les contraintes de haute température, d'échelles et de résolutions spatiales visées. L'objet du chapitre 3 est consacré à une revue des techniques utilisées pour étudier les mécanismes de déformation inter/intragranulaire.

Chapitre 3

Techniques de mesure qualitative et quantitative des mécanismes de déformation inter/intragranulaires

Un état de l'art des principales techniques de mesure utilisées pour étudier les mécanismes de déformation inter/intragranulaire à l'échelle de l'agrégat de grains et au sein des grains est proposé. Il rappelle brièvement leur principe, leurs avantages et inconvénients, ainsi que quelques exemples d'applications sur les joints de grains. Il est montré que les techniques de mesures de champs ont connu un fort développement pour accéder à des échelles toujours plus fines et atteindre des niveaux de déformation toujours plus petits. Néanmoins, ce développement s'est parfois mené sans s'attacher à décrire les phénomènes physiques sous-jacents. A l'échelle du grain et du joint de grains, les phénomènes de glissement intergranulaire et intragranulaire sont par nature discrets et/ou discontinus. Ils sont caractérisés par un vecteur glissement tridimensionnel illustré sur la figure 3.1.1 (a).

3.1 Rayures et micro-grilles

Historiquement, les premières études sur le glissement intergranulaire employaient un marquage de la surface via la réalisation d'un réseau de rayures [Gifkins 66, Langdon 70, Stevens 66, Gates 74] et consistaient à mesurer les écarts engendrés par le glissement parallèlement et perpendiculairement à l'axe de sollicitation, illustrés par les composantes u et w sur le schéma de la figure 3.1.1 (b). Cette méthode a été appliquée à l'étude du glissement intergranulaire dans des bicristaux et tricristaux de métaux purs [Bell 62, Stevens 66, Halliday 69]. Puis elle a été utilisée sur des polycristaux de Cuivre et d'acier 316L pour montrer que le glissement intergranulaire observé sur la surface du matériau est le même qu'en volume [Gates 74] (figure 3.1.1 (c)). Elle est encore utilisée pour mettre en évidence de manière qualitative le phénomène notamment dans le cas de microstructures fines dans le superalliage **Udimet 720 Li** (figure 3.1.1 (d)) et plus récemment dans du cuivre [Billot 10, Sandström 16]. De nouvelles techniques de marquages très fins, notamment le microgravage au FIB, rend possible la mise en évidence du glissement à des échelles beaucoup plus fines [Masuda 17]. Cependant, cette technique est uniquement dédiée à la quantification ponctuel du glissement et ne permet pas d'accéder au champs de déformation de part et

d'autre de l'interface.

Mise au point dans les années 1980 [GN-MEBA 04, Mussot 85, Pond 78, Dennison 78, Carbonneau 97, Blanchard 91], la technique de micro-grilles consiste à déposer à la surface d'un échantillon un quadrillage puis d'appairer les nœuds de la grille entre l'image dans l'état de référence et l'image dans l'état déformé à l'aide d'algorithmes de traitement d'images. On obtient ainsi le champ de déplacement de manière répétable à l'échelle microscopique et avec une résolution identique selon les 2 directions orthogonales de la grille. Cette technique de micro-extensométrie a été couramment utilisée pour évaluer le champs de déformation intragranulaire mais aussi le glissement intergranulaire dans les superalliages [Soula 08, Thibault 12, Carter 12a]. Elle a été adaptée à la haute température, via l'utilisation de grilles constituées d'HfO₂ de 320 μm x 320 μm et d'un pas de 5 μm . La figure 3.1.2 illustre quelques applications avec la mise en évidence du glissement intergranulaire par rupture des barreaux des micro-grilles (images a [Dennison 78], b [Mussot 83], d [Carter 12b]) mais aussi l'accès au champ de déformation intragranulaire (c [Soula 08]). En couplant l'analyse de micro-grille avec une mesure de hauteur, il est possible de remonter aux trois composantes du glissement (e [Doquet 16]).



Fig. 3.1.1 – Schéma représentant les différentes composantes du glissement intergranulaire tiré de la review de Langdon [Langdon 06](a). Exemples de glissement intergranulaire mis en évidence à l'aide de rayures longitudinales [Gates 74](c), [Billot 10](d) et composantes du glissement mesurable via cette méthode : u et w.

Avantages :

- Les micro-grilles permettent d'accéder au champ de déplacement 2D et de mesurer le glissement aux interfaces
- Résolution spatiale fonction du pas de la grille ou du réseau de rayures
- Permet de calculer les deux composantes planes du glissement intergranulaire
- Mise en place rapide et simple pour les rayures

Inconvénients :

- Méthodes de dépôt par lithographie ou de gravure à l'échelle microscopique longues et complexes qui limitent la taille du champs analysé [Moulart 07, Martinez-Gil 05]
- Pré-contrainte de la surface avec le matériau de la grille ou écrouissage résiduel modifiant le comportement de la surface
- Résolution en déplacement intragranulaire de 2 pixels, résolution en déplacement intergranulaire de 4 pixels et résolution en déformation de 0.3 % obtenus dans l'étude de Soula et Thibault [Soula 10, Thibault 12]
- Résolution spatiale inférieure à l'utilisation d'un marquage aléatoire



Fig. 3.1.2 – Glissement intergranulaire mis en évidence par rupture de continuité des barreaux des micro-grilles (a [Dennison 78], b [Mussot 83], d [Carter 12b]). Cartographie de déformation intragranulaire obtenue dans le superalliage NR6 après fluage à 525 MPa, 750°C et $\varepsilon_t = 1.7\%$ (c [Soula 08]). Mesure des trois composantes du glissement par AFM et micro-grille (e [Doquet 16]).

3.2 Corrélation d'images numériques (DIC)

La corrélation d'images numériques est une méthode de mesure de champs sans contact qui est basée sur l'analyse d'images numériques [Sutton 09, Reu 12, Pan 09]. Elle consiste à mettre en correspondance deux images numériques de l'objet observé à deux états distincts de sa déformation : un état de référence et un état déformé. L'objectif est de déterminer la transformation mécanique à partir de l'évolution d'un motif aléatoire, aussi appelé texture de surface¹, qui sera porteur de l'information en déplacement 3.2.1. L'image de l'état de référence est découpée en sous domaines appelés fenêtre de corrélation (subsets). Puis l'algorithme de corrélation va identifier ces subsets dans l'image de l'état déformé en approchant la transformation mécanique localement par une fonction appelée fonction de forme. En minimisant ou maximisant un critère de corrélation, on obtient un vecteur déplacement au centre de chaque subset.



BUT : déterminer la transformation Φ connaissant f et g

Fig. 3.2.1 - Principe de la corrélation d'images numériques (DIC) [Sutton 09, Reu 12, Pan 09]

^{1.} texture de surface obtenue soit par usinage, polissage ou attaque de la surface soit par dépôt d'un mouchetis. Par abus de langage le terme mouchetis désigne aussi la texture de surface alors qu'originellement, il correspond au motif aléatoire généré par l'illumination d'une surface par un Laser.

Avantages :

- Champs de déplacement 2D, 2.5D via la stéréo-corrélation et 3D volumique via l'utilisation d'un tomographe
- Pas de pré-contrainte ni d'altération de la surface dans le cadre d'une texture naturelle
- Résolution en déplacement subpixel typiquement 1/10 px
- Possibilité de faire des mesures de phénomènes dynamiques sous réserve d'un moyen d'acquisition adapté (caméra rapide)
- Flexible et facile à mettre en œuvre sur différents moyens d'observation
 - Résolution spatiale étroitement liée à la résolution du support numérique d'enregistrement et de l'instrument d'observation
 - Large domaine de résolution et d'échelles balayées
- Technique en plein essor qui connait un fort développement de la communauté d'utilisateurs (OPENDIC [Vanderesse 13], NCorr [Blaber 15], YaDICS [Seghir 14], Correli [Hild 06], VIC3D [Sutton 09] ...)

Inconvénients :

- Traitement complexe des données
- Méthode d'application de mouchetis complexe à maîtriser aux petites échelles (micro et nanométrique)
- Impossibilité de mesurer le glissement intergranulaire avec un code de DIC classique à cause de l'hypothèse de continuité du champs de déplacement recherché [Carter 12a, Réthoré 08].

La DIC est la technique de mesure de champs la plus utilisée aujourd'hui et ce dans des conditions d'essais très variées allant de l'analyse de déformation de pièces de très grandes tailles aussi bien à chaud qu'à l'ambiante, jusqu'à l'analyse de phénomènes submicrométriques sous vide à très haute fréquence d'acquisition [Sutton 09]. Elle nécessite peu de matériel et l'amélioration perpétuelle des performances de calcul et des capteurs numériques entraîne, par effet de levier, une hausse des performances de la DIC. Des exemples d'applications à la transmission de la plasticité au niveau des joints de grains ou à la fissuration sont illustrés sur les figures 3.2.2 et 3.2.3. Les images (a) [Carter 12b] et (b) [Stinville 15c] de la figure 3.2.2 montrent les champs de déformation obtenus dans le cadre d'un essai de traction respectivement à chaud et à l'ambiante sur des superalliages base nickel. Dans le premier cas, le champs de déformation est très diffus alors que le second cas présente des localisations de fortes intensités coïncidents avec des joints de grains et des bandes de glissement intragranulaires. La différence majeure entre ces résultats est liée à la nature des sollicitations mais aussi à une utilisation des paramètres de DIC très distincte. La même observation peut être faite sur les exemples (c) et (d) de la figure 3.2.2 : ce dernier exemple montre des localisations extrêmement intenses dont certaines correspondent à des fissures intergranulaires. D'apparence simple à mettre en place, cette technique de mesures de champ requiert une très bonne connaissance des différents paramètres et de leurs influences si l'expérimentateur souhaite atteindre les meilleures performances ainsi que des résultats fiables.

Cette description générale du principe de la méthode de DIC est loin d'être exhaustive et ne permet pas d'apprécier d'une part la difficulté à choisir le bon jeu de paramètres et d'autre part la spécificité de certains algorithmes qui permettent de dépasser ces limites d'utilisation. A ce titre on peut citer la mesure d'un champ de déplacements discontinus via l'ajout d'éléments enrichis (X-FEM) dans la méthode globale proposée par Réthoré et al. [Réthoré 08, Réthoré 07] et plus récemment dans la méthode locale [Valle 15, Poissant 10]. L'exemple (d) de la figure 3.2.3 illustre le suivi de la propagation d'une fissure dans un os à l'aide d'un code de corrélation prenant en compte les discontinuités de champ. Sur la même figure, les exemples (a) et (b) présentent les résultats issus d'un code conventionnel et permettent d'apprécier la localisation nettement plus précise de la fissure.



Fig. 3.2.2 - Exemples d'applications de la DIC sous MEB à l'étude de la transmission de la plasticité au niveau des joints de grains. Champs de déformation obtenu en traction in-situ à haute température (a [Carter 12b]) et à température ambiante (b [Stinville 15c]) dans des superalliages base nickel montrant une localisation de la déformation près de certains joints de grains. Champs de déformation en compression près d'un point triple dans de la Halite (c [Bourcier 13]) et en traction au niveau de joints de grains présentant de forte incompatibilités géométriques dans du Magnésium (d [Orozco-Caballero 17]).



Fig. 3.2.3 – Exemples d'applications de la DIC en optique à l'étude de la transmission de la plasticité au niveau des joints de grains et de la fissuration. Champs de déformation obtenu *in-situ* à haute température en (a [Casperson 14]) et *ex-situ* à température ambiante (b [Carroll 13]) dans des superalliages base nickel en fatigue. Transmission et blocage de la déformation au travers de certains joints de grains en fatigue dans un superalliage base nickel (c [Abuzaid 16]). Application d'une technique corrélation d'images permettant de mesurer l'ouverture de fissure lors de sa propagation dans un os (d [Bokam 20]).

3.3 EBSD-HR

Développé en 2004 par l'équipe de Wilkinson, l'EBSD à Haute Résolution angulaire (EBSD-HR) est une méthode de mesure de champs par diffraction des électrons qui permet de quantifier les champs de contraintes et de déformations locaux [Wilkinson 05, Britton 13, Schwartz 09, Plancher 16, Wilkinson 14]. Dans le cadre de l'EBSD, un faisceau incident d'électrons balaye la surface de l'échantillon cristallin et produit une figure de diffraction caractéristique de la maille cristallographique, appelée diagramme de Kikuchi (figure A 3.3.1). Lorsque la maille subit une transformation, cela va se traduire par un changement de forme et le déplacement des bandes de Kikuchi. Cependant une transformation purement déviatorique, correspondant aux termes diagonaux du tenseur des déformations, n'entraîne pas de modification des clichés de Kikuchi et n'est donc pas directement quantifiable.

La technique est basée sur la comparaison de ces diagrammes de Kikuchi entre une zone non déformée, dite de référence, et une zone déformée dans le même grain (3.3.1). Après l'analyse des clichés par corrélation d'images, on obtient une matrice de distorsion à partir de laquelle on peut extraire le déplacement de corps rigide ainsi que le tenseur complet des composantes de la déformation locale avec une résolution de l'ordre de 10⁻⁴ (figure B 3.3.1).

Le lecteur trouvera en annexes B une description du fonctionnement de l'EBSD conventionnel.



Fig. 3.3.1 – Schéma du principe de la formation des clichés de diffraction dans la technique EBSD (A) et procédure de traitement de ces clichés via le logiciel CrossCourt (B) [Britton 13].



Fig. 3.3.2 - Résolution spatiale anisotrope en EBSD-HR [Plancher 15].

Avantages :

- Accès à l'ensemble des composantes du tenseur des déformations et des contraintes sous l'hypothèse de contraintes planes
- Permet la mesure de champs de déformation élastique
- Aucun marquage de la surface nécessaire
- Hautes performances métrologiques :
 - Résolution angulaire de l'ordre de 1/100^{éme} ° comparé à 0.5 ° en EBSD conventionnel
 - Résolution en déformation jusqu'à 10⁻⁴
 - Résolution spatiale anisotrope et étroitement liée aux paramètres d'acquisition possibles sur le MEB. Plancher et al. ont pu obtenir une résolution spatiale de 90 nm suivant y et de 30 nm suivant x dans un MEB FEG à 20 keV [Plancher 15] (figure 3.3.2).

Inconvénients :

- Préparation de surface longue et délicate pour obtenir des clichés de diffraction de bonne qualité
- Précision théorique très élevée mais limitée en pratique par plusieurs facteurs dont :
 - la dérive de faisceau dans un MEB
 - l'état de surface de l'échantillon
- Limitée à des déformations plastiques macroscopiques faibles (ε_p < 1%) car une trop grande densité de dislocations détériore la qualité des clichés de Kikuchi et donc la mesure. Maurice montre que la méthode s'avère particulièrement fiable sur des matériaux déformés dans le domaine élastique [Molodov 13].
- Acquisition des clichés de Kikuchi en haute qualité et post-traitement des données très couteux en temps et en mémoire : 1 cliché de diffraction = 1 point de mesure ≃ 1 à 10 Mo
- Méthode de mesure relative à un point du cristal choisi comme zone de référence, si possible non déformée.



Fig. 3.3.3 – Applications de l'EBSD-HR à l'étude de la transmission de la plasticité au niveau des joints de grains dans un superalliage (a) [Villechaise 12] et un alliage de titane (b) [Guo 14]. (c) Étude de la croissance de macles dans un alliage de titane [Guo 17].

Dans le domaine des matériaux métalliques, la technique a été employée pour étudier les mécanismes de transmission de la déformation aux joints de grains qui requiert une grande résolution [Villechaise 12, Larrouy 15b, Guo 14, Guo 17, Abdolvand 16, Zhang 15, Zhang 16]. La figure 3.3.3 illustre quelques applications dans ce domaine :

- les images (a) et (b) montrent un cas de transmission difficile de la déformation au joint de grains dans un superalliage base nickel et un alliage de titane. Grâce à l'EBSD-HR il est montré que ce phénomène est associé à des contraintes locales très élevées en aval d'un empilement de dislocations sur un joint de grain.
- l'image (c) illustre la croissance d'une macle dans un grain dans un alliage de titane. Ici la technique a permis de mettre en évidence que le changement d'état de contrainte local rend favorable la croissance par épaississement de la macle.

L'EBSD-HR se prête particulièrement bien à l'étude des phénomènes localisés et apporte des informations difficilement accessibles telles que l'état de contrainte local. Sous certaines hypothèses, il est même possible de quantifier la densité de dislocations géométriquement nécessaires, appelées GND et illustrées sur la figure 3.3.3 (c). Ainsi, cette technique est complémentaire des méthodes décrites précédemment. Cependant, elle reste très délicate à mettre en place et ne permet d'analyser raisonnablement que de petites zones.

3.4 Récapitulatif des performances de chaque technique d'investigation



Fig. 3.4.1 – Résolution en déformation en fonction de l'échelle pour différentes méthodes de mesure de champs, image tirée du chapitre 17 [Schwartz 09]

A la lumière des avantages et inconvénients de chacune des techniques décrites, la technique de DIC se distingue des autres par sa grande flexibilité (mesure haute fréquence, à haute température, de champs de déplacement discontinus ...), facilité d'adaptation à différents moyens d'investigations lui permettant de balayer de larges domaines de résolution en déformation et d'échelles spatiales sans altérer ou précontraindre la surface du matériau. La classification des techniques de mesures de champs proposée par Wilkinson [Schwartz 09] sur la figure 3.4.1 souligne aussi la complémentarité de l'EBSD-HR et de la DIC. L'EBSD-HR permet d'explorer des échelles plus petites et d'accéder à l'état de contrainte local.

Cependant, à l'heure actuelle aucune application de la DIC à la mesure du glissement intergranulaire n'a abouti [Carter 12a, Di Gioacchino 15, Réthoré 08]. Les raisons et la solution proposée à ce problème sont détaillés dans le troisième chapitre de la partie II 6.

Points clés

En résumé :

- Historiquement la mise en évidence du glissement intergranulaire s'est faite à l'aide de rayures en surface
- □ A ce jour seule la méthode de micro-grilles a été utilisée pour quantifier simultanément le glissement intergranulaire et la déformation intragranulaire de manière *ex-situ* dans le cadre d'essais de fluage de longue durée à haute température.
- La DIC est la technique qui a été retenue pour les raisons suivantes :
 - mise en œuvre moins lourde que la technique de micro-extensométrie de Soula [Soula 10]
 - grande adaptabilité avec des moyens d'investigations très différents : optique et MEB
 - balayage de larges domaines de résolution en déformation et d'échelles spatiales
 - possibilité de quantifier la déformation intragranulaire et le glissement intergranulaire sous réserve d'adapter la fonction de forme
- L'EBSD-HR est une méthode complémentaire de la DIC en apportant une information sur l'état de déformation et de contrainte local.

Partie II : Matériaux et techniques expérimentales

Afin d'étudier l'influence de différents paramètres microstructuraux sur les propriétés macroscopiques, plusieurs microstructures "académiques" ont été réalisées et plusieurs matériaux ont été testés. La première partie de ce chapitre propose une description détaillée de ces microstructures et matériaux.

Les techniques et moyens expérimentaux utilisés au cours de cette étude sont présentés dans un second temps. L'accent sera mis sur les techniques autour de la préparation d'échantillons et d'acquisition d'images dans le but de réaliser des analyses par corrélation d'images numériques (DIC).

Le dernier chapitre de cette partie est consacré à la mise en œuvre d'un nouvel outil métrologique adapté à la quantification physique de la déformation intragranulaire et intergranulaire : la Heaviside-DIC. La validation de cette approche, le développement d'un mouchetis stable à haute température ainsi que la discussion autour des incertitudes y sont abordés.
Chapitre 4

Matériaux de l'étude

Plusieurs superalliages ont été testés au cours de cette étude :

- L'AD730 est le matériau principal de cette étude qui s'inscrit dans la continuité des travaux de Louis Thébaud [Thébaud 17]. Deux microstructures ont été réalisées afin d'étudier l'influence de la taille de grains sur la répartition de la déformation intra/intergranulaire.
- Le **René 88DT** est un matériau étudié à l'Université de Santa Barbara qui a servi à valider la métrologie mise en place.
- Le Mar-M200 + Hf a été choisi car il ne présente pas de joints de macles et il offre la possibilité via des prélèvements adaptés, d'étudier l'influence de l'orientation cristallographique sur la répartition de la déformation intra/intergranulaire. De plus il permet de s'affranchir des effets des grains dans le volume contrairement aux microstructures de l'AD730 et du René 88DT.

Un marque page résumant les différentes microstructures est proposé au lecteur avec un accent mis sur la répartition des joints de grains classés en trois catégories détaillées en annexes A.

4.1 Présentation des microstructures académiques de l'AD730

4.1.1 Présentation de l'AD730

L'AD730 est un superalliage γ/γ' élaboré par la voie coulée-forgé, développé par Aubert & Duval. Il a été conçu dans la perspective d'atteindre des propriétés mécaniques proches de celles de l'Udimet 720 Li avec un coût plus faible et une meilleure forgeabilité.

Toutes les éprouvettes d'**AD730** usinées pour cette thèse proviennent de la même coulée industrielle élaborée par Aubert & Duval (Les Ancizes) puis forgée par Safran (Gennevilliers) pour donner un disque de turbine brut de forge d'un diamètre de 420 mm (figure 4.1.1 (b)). Pour des raisons évidentes de confidentialité, la gamme de forge du disque n'est pas détaillée dans le manuscrit. La composition chimique de cette coulée est donnée dans le tableau 4.1.1. Il est intéressant de souligner la grande quantité de Fer contenu dans cet alliage en compariason du **René 88DT** et au **Mar-M200 + Hf** ce qui contribue au moindre coût de production. L'AD730 présente une fraction volumique de précipités γ' de 38 % à l'équilibre à température ambiante ainsi qu'une température de solvus de la phase γ' autour de 1100°C permettant d'assurer un large domaine de forgeabilité [Devaux 14a].

Éléments	Ni	С	Cr	Mo	W	Al	Со	Ti	Nb	Fe	В	Zr
Wt. %	Base	< 0.02	16.0	3.0	2.7	2.3	8.5	3.5	1.1	4.0	0.01	0.03

Tab. 4.1.1 – Composition chimique (en % massique) de l'AD730.

La figure 4.1.1 montre le demi-disque brut de forge dans lequel ont été prélevés des blocs au niveau des zones correspondant à la jante du disque de turbine. De ces blocs ont été extraites deux types d'ébauches :

- des ébauches cylindriques de diamètre 6,7 mm et de longueur 45 mm
- des sous blocs parallélépipédiques de dimensions 35 x 45 x 11 mm



Fig. 4.1.1 – Plans de prélèvement dans le demi-disque (b) de blocs (a) et (c) et extraction des ébauches des microéprouvettes (d) et éprouvettes de fluage (e).

Ces ébauches sont ensuite traitées thermiquement pour obtenir les différentes microstructures modèles de l'étude qui sont présentées dans la suite. L'objectif est de pouvoir étudier l'influence de la taille de grains sur la répartition de la déformation intra/intergranulaire tout en conservant le même état de précipitation.

4.1.2 Microstructure modèle à très gros grains (TGG)

A partir des travaux de Helstroffer, Poulain et Thébaud, une microstructure à très gros grains avec une précipitation fine notée **TGG** a été réalisée afin de faciliter l'étude de la contribution des joints de grains dans la déformation ainsi que la mise en œuvre de la métrologie «haute température» [Helstroffer 11, Devaux 14b, Poulain 11, Thébaud 15]. Le traitement thermique associé à cette microstructure est donné sur la figure 4.1.2. Il commence par une étape de mise en solution supersolvus à 1160°C/2h afin de dissoudre entièrement les précipités γ' responsables de l'ancrage des joints de grains. Cette première étape permet de faire croitre les grains. Une seconde mise en solution subsolvus de 4h à 1080°C est ensuite pratiquée pour introduire des précipités grossiers cuboïdaux. Dans le but d'obtenir un état de précipitation proche de la microstructure **GG**, les mêmes paramètres de revenus ont été choisis (température et durée du maintien, vitesse de trempe). La précipitation obtenue intragranulaire et intergranulaire est illustrée sur la figure 4.1.2 et présente les caractéristiques suivantes :

- le diamètre équivalent des précipités γ' secondaires est compris entre 200 et 300 nm
- le diamètre équivalent moyen des précipités γ' tertiaires est d'environ 40 nm.

L'analyse EBSD de cette microstructure **TGG** est illustrée sur la figure 4.1.3. Elle permet de caractériser précisément la distribution de tailles de grains (fraction surfacique en fonction du diamètre équivalent) ainsi que la répartition spatiale des orientations cristallographiques codées par rapport à la normale à la surface (notée ND). Cette cartographie, réalisée sur une surface de 12 mm x 3.6 mm, donne un diamètre équivalent moyen ¹ de 608 µm en incluant les macles pour un nombre de grains considérés de 362. Elle permet de calculer un indice de la texture cristallographique qui est égal ici à 2.5 correspondant à un matériau très faiblement texturé (un matériau parfaitement non texturé possède un indice de texture de 1).

L'analyse EBSD permet de caractériser les joints de grains notamment par leur désorientation et de les classer. Le choix de 3 groupes distincts de désorientations est détaillé en annexes A. La cartographie et la distribution de ces types de joints de grains sont illustrés sur la figure 4.1.4. Il en ressort que cette microstructure est principalement constituée de joints de grains généraux (60 %), notés **HAGB**, avec une désorientation comprise entre $]15^{\circ} - 180^{\circ}]$ sans relation de coïncidence, et de **macles** Σ 3 cohérentes et incohérentes (38 %).



Fig. 4.1.2 – Traitement thermique et précipitation associée intragranulaire et intergranulaire de la microstructure très gros grains **TGG**.

^{1.} Le diamètre équivalent d'un grain correspond au diamètre du cercle dont l'aire est égale à l'aire du grain. Le diamètre équivalent moyen correspond à la moyenne des diamètres équivalent des grains pondérée par leur surface. Cette moyenne permet de mieux rendre compte des très gros grains situés en queue de distribution. Pour information la moyenne arithmétique est de 279 μm avec un écart-type de 223 μm.



Fig. 4.1.3 – Cartographie des orientations cristallographiques suivant la normale à la surface, figures de pôles associées aux familles de plans {001}, {101}, {111} et {112}, et distribution de la taille de grains de la microstructure très gros grains **TGG**.



Fig. 4.1.4 – Cartographie des joints de grains et distribution des désorientations de joints de grains de la microstructure très gros grains **TGG**.

4.1.3 Microstructure modèle à gros grains (GG)

La microstructure gros grains avec une précipitation fine notée **GG** a été développée à l'ONERA afin de proposer une microstructure résistante en fluage haute température. Le traitement thermique associé à cette microstructure ainsi que la précipitation obtenue sont donnés sur la figure 4.1.5. L'état de précipitation se caractérise de la manière suivante :

- le diamètre équivalent des précipités γ' secondaires est compris entre 300 et 400 nm
- le diamètre équivalent moyen des précipités γ' tertiaires est d'environ 35 nm.

L'analyse EBSD de cette microstructure **GG** est illustrée sur la figure 4.1.6. Cette cartographie, réalisée sur une surface de 12.25 mm x 3.6 mm, conduit à un diamètre équivalent moyen de 300 μ m en incluant les macles pour un nombre de grains considérés de 1788. Elle permet de calculer un indice de la texture cristallographique qui est égal ici à 1.5 correspondant à un matériau très faiblement texturé.

La cartographie et la distribution des désorientations des joints de grains sont illustrés sur la figure 4.1.7. Ils mettent en évidence une plus forte proportion de joints de **macles** Σ 3 (54 %) par rapport aux joint de grains généraux (44 %). Cette fraction plus importante de joints de **macles** pour un traitement thermique à une température de mise en solution plus faible est en accord avec les études d'ingénierie de joints de grains sur les superalliages [Tézenas Du Montcel 12].

Cette microstructure **GG** possède une précipitation très proche de la précipitation de la microstructure **TGG**. La distribution des désorientations des joints de grains diffère légèrement.



Fig. 4.1.5 - Traitement thermique et distribution de la précipitation de la microstructure gros grains GG.



Fig. 4.1.6 – Cartographie des orientations cristallographiques suivant la normale à la surface, figures de pôles associées aux familles de plans {001}, {101}, {111} et {112}, et distribution de la taille de grains de la microstructure gros grains **GG**.



Fig. 4.1.7 – Cartographie des joints de grains et distribution des désorientations de joints de grains de la microstructure à gros grains **GG**.

4.2 Présentation du René 88DT

Le **René 88DT** est un superalliage γ/γ' élaboré par la voie métallurgie des poudres et développé par GE Aircraft Engines en vue d'améliorer les performances en tolérance aux dommages (Damage Tolerant) des disques de turbine [Krueger 92]. La composition chimique nominale est donnée dans le tableau 4.2.1. Le **René 88DT** présente une fraction massique de précipités γ' d'environ 42.5 % ainsi qu'une température de solvus de la phase γ' autour de 1130°C [Wlodek 96].

Éléments	Ni	С	Cr	Mo	W	Al	Со	Ti	Nb	В
Wt. %	Base	0.03	16.0	4.0	4.0	2.1	13.0	3.7	0.7	0.015

Tab. 4.2.1 - Composition chimique (en % massique) du René 88DT.

Le traitement thermique associé à la microstructure étudiée ainsi que la précipitation obtenue sont donnés sur la figure 4.2.1. La précipitation bimodale présente les caractéristiques suivantes :

- le diamètre équivalent des précipités γ' secondaires est compris entre 100 et 200 nm
- le diamètre équivalent moyen des précipités γ' tertiaires est d'environ 5 nm.

Les résultats de l'analyse EBSD, effectuée par l'équipe de l'Université de Santa Barbara, sont illustrés sur la figure 4.2.2. La cartographie, réalisée sur une surface de 1.61 mm x 0.77 mm, donne un diamètre équivalent moyen de 20.3 µm en incluant les macles pour un nombre de grains considérés de 13426. L'indice de la texture cristallographique est égal à 1.2 correspondant à un matériau très faiblement texturé.

La cartographie et la distribution des désorientations joints de grains sont illustrés sur la figure 4.2.3. Comme l'**AD730**, ce matériau présente une forte fraction linéique de joints **macles** Σ 3 (53 %) par rapport aux joint de grains généraux (46 %).

Les versions monogranulaire et oligocristalline du **René 88DT** ont été obtenues après un traitement thermique sous vide de 24h à 1150°C suivi d'un refroidissement lent aboutissant à une précipitation grossière mono-modale de l'ordre de la centaine de nanomètres. Ces échantillons ont été réalisés afin de simplifier la validation des mesures par Heaviside-DIC.



Fig. 4.2.1 – Traitement thermique standard et précipitation associée du René 88DT. Micrographie issue de [Miao 10].



Fig. 4.2.2 – Cartographie des orientations cristallographiques suivant la normale à la surface, figures de pôles associées aux familles de plans {001}, {101}, {111} et {112}, et distribution de la taille de grains du René 88DT.



Fig. 4.2.3 – Cartographie des joints de grains et distribution des désorientations de joints de grains dans le **René** 88DT.

4.3 Présentation du Mar-M200 + Hf colonnaire

Le **Mar-M200 + Hf** colonnaire est un superalliage de fonderie obtenue par solidification dirigée. Il est principalement utilisé pour les aubes de turbines terrestres et aéronautiques à haute température [Mataveli Suave 16]. La composition chimique de la coulée est donnée dans le tableau 4.3.1.

Éléments	Ni	С	Cr	Hf	W	Al	Со	Ti	Nb	Fe	В	Zr
Wt. %	Base	0.13	8.6	1.58	11.8	4.9	9.5	1.87	0.86	0.02	0.015	0.01

Tab. 4.3.1 - Composition chimique (en % massique) du Mar-M200 + Hf.

L'éprouvette a été prélevée dans la partie très gros grains (diamètre équivalent moyen de 1.9 mm) d'une plaque fournie par Safran Aircraft Engine qui a subi le traitement thermique indiqué sur la figure 4.3.1. Ce traitement thermique vise à remettre en solution la phase eutectique, à diminuer la ségrégation héritée de la structure dendritique et à optimiser la morphologie et la taille des précipités γ' ($\approx 350 - 400$ nm) illustrés sur la figure 4.3.1. De plus, ce superalliage a la particularité de posséder beaucoup de carbures, borures, et eutectiques. La particularité de ce matériau polycristallin est de présenter une forte fraction volumique de précipités $\gamma' \approx 70\%$ similaire à celle des alliages pour applications monogranulaires et aubages chauds. Il se caractérise par une forte texture suivant la direction cristallographique <001> de croissance des grains avec des orientations aléatoires dans le sens transverse illustrées sur la figure 4.3.2. Cette illustration montre les figures de pôles des familles de plans {100}, {110}, {111} et {112} et met en évidence un indice de texture très élevé de 17.4. On peut remarquer une déviation de l'ordre de 23° entre la normale à la surface d'observation et l'axe de solidification.

Suivant l'axe de solidification, le comportement du **Mar-M200 + Hf** se rapproche fortement du comportement de la version monogranulaire proche de la direction <001>. À l'inverse, selon l'axe transverse, il est caractéristique du comportement d'un polycristal avec une distribution d'orientations situées au niveau de la frontière [001]-[101] du triangle standard codé selon l'axe de sollicitation TD.

Sur la figure 4.3.3, il est montré que le Mar M200 + Hf ne possède aucun joint de macle mais une forte fraction linéique de joints de grains généraux dentelés ($\approx 80\%$), formés lors de la solidification.



Fig. 4.3.1 - Traitement thermique et précipitation associée d'une plaque de Mar-M200 + Hf ([Mataveli Suave 16]).



Fig. 4.3.2 – Cartographie des orientations cristallographiques suivant la direction de solidification (ND/DS) et de sollicitation (TD), figures de pôles associées aux familles de plans {001}, {101}, {111} et {112} dans le Mar-M200 + Hf.



Fig. 4.3.3 – Carte de désorientations des joints de grains avec la distribution associée ainsi que la distribution de taille de grains.

Chapitre 5

Techniques expérimentales

5.1 Géométries des éprouvettes et préparation

En fonction du type de sollicitation et de la machine employée, deux géométries d'éprouvette ont été utilisées au cours de cette étude. Ces deux géométries ont été choisies afin de satisfaire la contrainte de surface d'analyse plane pour réaliser les mesures de champs par DIC ainsi que la caractérisation des orientations cristallographiques via EBSD.



Fig. 5.1.1 – (a) Schéma des micro-éprouvettes utilisées pour les essais de traction monotone. (b) Schéma des éprouvettes à méplat utilisées pour les essais de fluage. (Dimensions en mm)

- La première géométrie, présentée sur la figure 5.1.1 (a), correspond à une micro-éprouvette qui est utilisée pour les essais de traction. Celles-ci sont polies au papier SiC jusqu'au grade 4000 sur plateau tournant, puis un polissage de finition au spray diamanté 3 et 1 μm est effectué. Enfin un polissage électrolytique est réalisé afin de supprimer la fine couche écrouie par le polissage mécanique et de révéler le squelette granulaire. Celui-ci est réalisé avec une solution électrolytique A3 (méthanol, 2-butoxyéthanol+acideperchlorique) sous une tension de 45 V imposée pendant 4 s à une température d'environ 6 8°C (solution A3 conservée au réfrigérateur). Ces paramètres permettent de limiter le relief tout en enlevant la couche superficielle écrouie.
- La seconde géométrie, présentée sur la figure 5.1.1 (b), correspond aux éprouvettes dédiées aux essais de fluage traction isotherme conduits sous air et sous vide. Celles-ci sont polies au papier SiC

jusqu'au grade 4000 puis via un polissage électrolytique pendant 8 s. Ces paramètres ont été choisis dans le soucis d'enlever la couche de matière écrouie au papier SiC grade 4000 pour obtenir des clichés de diffraction de bonne qualité. Ils induisent cependant un relief beaucoup plus important que le jeu de paramètres précédents.

La figure 5.1.2 illustre l'état de surface à l'issue de cette préparation pour les microstructures **GG** et **TGG** en microscopie optique (champ sombre) et électronique (en mode BSE et SE). Il est observé que les précipités γ' ainsi que les phases intermétalliques ressortent en relief vis à vis de la matrice.



Fig. 5.1.2 – État de surface à l'issue du polissage électrolytique : sur TGG en microscopie optique champ sombre au grossissement x5 (a), sous MEB en mode d'imagerie BSE au grossissement x5000 (b), et sur GG sous MEB en mode d'imagerie SE au grossissement x1000 (c).

5.2 Machines d'essais mécaniques

5.2.1 Machines d'essais de traction sous air

Fig. 5.2.1 – Machine électromécanique Instron 1362 (a) pour les essais de traction à température ambiante et Instron 8862 (b) pour les essais de traction en température.

Les essais de traction sous air ont été réalisés sur deux machines électromécaniques Instron illustrées sur la figure 5.2.1. Les deux machines sont équipées d'un montage spécifique à goupilles pour la géométrie des micro-éprouvettes. L'Instron 1362 a servi à faire les essais de traction à température ambiante alors que les essais en température ont été effectués sur l'Instron 8862, équipée d'un four à lampes avec 4 lampes d'une puissance unitaire de 2000 W.

Essais à température ambiante sur la machine Instron 1362

Les essais de traction effectués sur cette machine sont pilotés manuellement en déplacement vérin avec un suivi de l'allongement de la micro-éprouvette à l'aide d'un extensomètre à couteaux base 8,78 mm. Les couteaux sont positionnés sur la tranche de la micro-éprouvette et maintenus en contact avec des élastiques afin d'éviter qu'ils glissent lors de l'essai. L'ensemble du dispositif est illustré sur la figure 5.2.2 (a). L'acquisition de l'allongement est réalisée à l'aide d'une table traçante. La transition élastoplatiquede la courbe de traction est repéré par contrôle visuel pour calculer un critère d'arrêt correspondant à une déformation plastique de 1%. Ce protocole particulier a été vérifié et validé par comparaison des valeurs de déformation plastique mesurées *in-situ* par l'extensomètre avec les mesures *ex-situ* obtenues au microscope optique sur la même base de mesure.

Essais à haute température sur la machine Instron 8862

Les essais de traction effectués sur cette machine sont pilotés en position vérin avec un suivi de la déformation à l'aide d'un dispositif de suivi de marqueurs développé au sein du laboratoire. Les marqueurs «haute température» ont été réalisés à l'aide d'une colle à base d'Alumine, Resbond 908, qui conserve un contraste blanc à haute température sur de longues durées. La particularité de cette machine est de disposer d'un four à lampes avec une fenêtre en façade permettant de filmer la surface de l'éprouvette.



Fig. 5.2.2 – Dispositif expérimental pour les essais de traction à température ambiante (a) et pour les essais de traction en température (b).

L'ensemble du dispositif est illustré sur la figure 5.2.2 (b). Le contrôle d'asservissement et l'acquisition de la déformation totale sont réalisés sur le logiciel « Instron Wavematrix ». La transition élastoplastique de la courbe de traction est repéré par contrôle visuel pour déterminer un critère d'arrêt correspondant à une déformation plastique de 1%. Dans le cadre de ces essais en température, la mesure des températures a été réalisée de manière déportée. Plus précisément, des calibrations en température ont été effectuées sur une éprouvette similaire avec le même état de surface et munie d'un thermocouple de type K¹ soudé par point au milieu de la surface utile.

Les conditions d'essais de traction sont résumées dans le tableau 5.2.1.

Température (°C)	20	500	700
Vitesse de déformation (s ⁻¹)	manuelle	10 ⁻⁴	10 ⁻⁴

Tab. 5.2.1 - Conditions d'essais en traction

^{1.} un thermocouple de type K est composé du couple Chromel / Alumel et permet une utilisation en continue jusqu'à 1100°C avec une précision de $\pm 2.8^{\circ}C$ à 700°C ainsi qu'une bonne résistance à l'oxydation.



5.2.2 Machines d'essais de fluage sous air et sous vide

Fig. 5.2.3 – Banc d'essai de fluage sous air Setra 39 équipée d'un four à lampes en (a), et en cours de fonctionnement avec un microscope longue distance QUESTAR FR-1 MK III en (b). Machine hydraulique Instron 1271 équipée d'une enceinte sous vide (P<10⁻⁷mbar) et d'un four à lampes utilisée pour les essais de fluage sous vide.

Essais sous air sur banc de fluage Setra 39

Les essais de fluage sous air ont été réalisés sur une machine conventionnelle Setra 39 équipée d'un four à lampes avec 4 lampes d'une puissance unitaire de 2000 W piloté par une régulation Eurotherm. L'allongement de l'éprouvette est mesurée par un extensomètre LVDT et est acquis via le logiciel LABTECHTM. Le chargement de l'éprouvette se fait en deux étapes : dans un premier temps une charge, préalablement calculée en fonction de la contrainte visée, est placée sur le bras de levier bloqué par un vérin hydraulique, puis, après 3h de stabilisation thermique de la ligne, l'acquisition est lancée et le vérin est débloqué permettant l'application progressive de la charge. Le four dispose d'une fenêtre en façade permettant de filmer la partie utile de l'éprouvette. Un capteur permet de détecter la rupture de l'éprouvette et d'arrêter automatiquement le four. L'avantage d'un tel dispositif est d'éviter l'exposition prolongée des faciès de rupture à haute température et ainsi de repérer les zones d'amorçage plus oxydées que le reste du faciès. Son principal inconvénient est sa très grande réactivité qui conduit à un gradient thermique nettement plus fort et une stabilité thermique temporelle moins bonne que dans le cas d'un four à résistances. Dans ces travaux, la régulation se fait sur un thermocouple S² soudé par point au centre de la surface

^{2.} un thermocouple de type S est composé du couple Platine-10% Rhodium / Platine. Il permet une utilisation en continue jusqu'à 1550°C et dispose d'une très bonne précision de ± 1.75 °C à 700°C ainsi qu'une résistance élevée à la corrosion

opposée à la surface d'analyse. Une partie des essais a été interrompu à une valeur cible de déformation plastique. La procédure d'interruption commence par une coupure du four tout en maintenant en charge l'éprouvette jusqu'à refroidissement à température ambiante. Cela permet de préserver les structures de déformation et d'endommagement développées au cours de l'essai.

Des tentatives de mettre en place une mesure de champs de déplacement *in-situ* à haute température sur ce banc de fluage ont permis d'apprécier toutes les difficultés et obstacles à surmonter avant de faire une mesure valide dans le domaine des faibles niveaux de déformation ($\leq 1\%$). Le dispositif est illustré sur la figure 5.2.3 (b). Il a été mis en évidence que les mesures par corrélation d'images étaient très affectées par les perturbations du changement d'indice de l'air à cause du gradient de température entre la surface de l'éprouvette et le microscope longue distance. Il en résulte des distorsions très importantes des images qui sont mesurées par la DIC et ainsi des évaluations de déformation fausses. Cette observation est appuyée par de récents travaux de Jones conduits à plus basse température [Jones 17]. Le principal obstacle identifié est la difficulté de séparer la déformation d'origine mécanique de la déformation de l'image due aux perturbations thermiques. Néanmoins, les images obtenues permettent de retracer la chronologie des évènements et enrichissent les résultats obtenus *ex-situ*.

Essais sous vide sur machine hydraulique Instron 1271

L'essai de fluage sous vide a été réalisé sur machine hydraulique Instron 1271 équipée d'un four à lampes pouvant atteindre une température maximale de 1250°C. L'enceinte sous vide permet d'atteindre un vide secondaire de l'ordre de 10⁻⁷mbar à 700°C. Le contrôle d'asservissement et l'acquisition de la position vérin sont réalisés sur le logiciel « Instron Wavematrix ». L'éprouvette est préchargée à une valeur de 200 N afin de rattraper tous les jeux mécaniques puis le vide est réalisésur un temps minimal d'une journée. La montée en température est effectuée la nuit, pour que le niveau de vide et la température soient stables avant de lancer l'essai le lendemain. La méthode d'essai implique un chargement de l'éprouvette effectué à une vitesse de 100 N/s pour être proche des conditions de chargement sous air.

5.3 Techniques d'investigations

Au cours de cette étude, différents moyens d'observation ont été utilisés afin de balayer un large domaine de résolution spatiale, allant du nanomètre au millimètre. Ce choix est justifié dans le chapitre qui suit 6.1. Les équipements utilisés sont illustrés sur la figure 5.3.1.

et à l'oxydation.



Fig. 5.3.1 – Microscope électronique à balayage à émission de champ JEOL 7000F (FEG) (a) et conventionnel JEOL 6100 (b). Microscope optique conventionnel ZEISS (c) et longue distance QUESTAR FR-1 MK III (d).

La figure 5.3.2 rappel les domaines de résolution spatiales couvert par ces différents types de microscopie que l'on retrouve couramment pour étudier les microstructures.



Fig. 5.3.2 - Comparatif des résolutions spatiales de plusieurs types de microscopes [Roblin 98, Moulart 07].

Les principes de fonctionnement de ces différentes outils d'investigation ne seront pas abordés dans cette partie. Les différents types de contraste et paramètres à optimiser afin de réaliser de la DIC à haute résolution sont cependant abordés. L'un des points clefs et difficile dans la DIC est la maîtrise de la création d'une texture ³ fine dans l'image qui sert de transport de l'information de déplacement. La finesse de cette texture est étroitement reliée à la capacité à capturer de petits déplacements, donc à la résolution de la DIC. Dans cette étude, la texture la plus fine sera donc recherchée pour capturer les champs de déplacement locaux au niveau des joints de grains et du grain.

^{3.} dans le traitement d'image numérique, la texture d'une image désigne l'arrangement spatial des couleurs ou des intensités de niveau de gris. L'analyse de la texture d'une image consiste à étudier les caractéristiques de cette texture à savoir : densité, direction, fréquence, uniformité etc ...

Cette texture peut être formée via le dépôt d'un mouchetis, aussi appelé «speckle», ou via la modification du contraste généré par le microscope permettant d'accentuer cette texture ou de révéler une texture naturelle. C'est ce dernier point qui sera présenté plus en détail dans la suite, le dépôt et la création de mouchetis étant développés dans la partie 6.6.

5.3.1 Microscopie optique

La microscopie optique employée conduit à trois modes de contrastes permettant de révéler certaines caractéristiques microstructurales telles que l'orientation des grains, les joints de grains voire même les précipités sous réserve d'une préparation de la surface adaptée. La préparation décrite dans la section 5.1, laisse un léger relief au niveau des joints de grains et des précipités γ' secondaires (200-400 nm). La figure 5.3.3 illustre les différents modes de contraste qui sont décrits ensuite :



Fig. 5.3.3 – Différents types de contrastes au microscope optique sur un échantillon GG avec la préparation décrite dans 5.1 au grossissement x8 en champ clair (a), en C-DIC (b) et en champ sombre (c).

- contraste en champs clair (a) : contraste classique obtenu par éclairage en incidence normale. Il procure un faible contraste sur les petits objets qui apparaissent en noir. Il est difficile d'augmenter ce contraste à cause de la trop grande quantité de lumière réfléchie par la surface. Ce n'est donc pas un type de contraste adapté pour révéler la texture naturelle fine du matériau.
- contraste interférentiel différentiel circulaire (C-DIC), aussi appelé contraste interférentiel de Nomarski (b) [Danz 04] : il permet de mettre en évidence un contraste lié au relief sur la surface (rayures, bandes de glissement, joints de grains).
- contraste en champs sombre (c) : il filtre la lumière réfléchie par la matrice et permet ainsi d'augmenter considérablement le contraste des petits objets qui apparaissent en clair. Ce mode de contraste permet de révéler les précipités γ' secondaires et procure ainsi une texture naturelle très fine, homogène et dense donc idéale pour réaliser de la DIC haute résolution.

Les principaux inconvénients de la microscopie optique sont sa limite en résolution spatiale et sa faible profondeur de champs en comparaison à la microscopie électronique. La limite de résolution d'un microscope est donné par la formule de Rayleigh :

$$d_{limit} = \frac{1.22 \times \lambda}{2 \times NA}$$

avec λ la longueur d'onde et NA l'ouverture numérique de l'objectif.

Compte tenu du phénomène de diffraction de la lumière et de la gamme de longueur d'onde associée à la lumière blanche, la limite conventionnelle de la microscopie photonique est de 0,2 µm. De plus, afin de limiter au maximum les problèmes de distorsion spatiale, les objectifs utilisés pour la DIC sont des Zeiss EC EpiPlan Neofluar qui disposent d'une correction de planéité complète.

5.3.2 Microscopie électronique à balayage

Le microscope à balayage électronique (MEB) permet de dépasser cette limite en diminuant la longueur d'onde des électrons qui est d'autant plus petite que la tension d'accélération des électrons est grande. A l'aide de différents détecteurs, la microscopie électronique permet de générer trois modes de contrastes permettant de révéler des caractéristiques microstructurales telles que l'orientation des grains, la topographie de surface et la composition chimique sous réserve d'une préparation de la surface adaptée. La figure 5.3.3 illustre les différents modes de contraste sur une surface préparée selon le protocole précédent en vue d'une batterie de tests sur la création d'un réseau de rayures :



Fig. 5.3.4 – Différents types de contrastes au MEB sur un échantillon GG avec la préparation décrite dans 5.1 avec test de rayures au grossissement x500 en SE (a), en BSE mode composition chimique (b) et mode topographique (c) à 20 KeV, Wd = 15 mm et même taille de sonde.

- contraste en électrons secondaire ou SE (a) : obtenus à l'aide d'un détecteur Everhart Thornley, les électrons secondaire permettent de mettre en évidence un contraste topographique avec une meilleure résolution comparée aux électrons rétrodiffusés car réémis depuis une faible profondeur (≃10 nm) et d'une zone de réémission à poire plus grande que la sonde électronique. Dans l'exemple proposé en figure 5.3.4, l'image permet de mettre en évidence que les rayures fines introduites sont très bien définies de même que la précipitation des particules intermétalliques aux joints de grains.
- contraste en électrons rétrodiffusés ou BSE : les électrons rétrodiffusés sont réémis depuis une plus grande profondeur (~100 nm) générant ainsi des images de moins bonne résolution à paramètres d'acquisition fixés et sur une zone de réémission d'environ une décade supérieure en taille à la sonde.
 - en mode composition chimique (b) : contraste chimique basé sur la différence de numéro atomique. Les éléments lourds à fort numéro atomique apparaissent en blanc alors que les éléments légers apparaissent en noir. En l'absence de variation importante de composition chimique, un contraste d'origine cristallographique apparait permettant de distinguer aisément

les différents grains et joints. Ici les joints de grains sont clairement distinguables avec ce contraste.

• en mode topographie (c) : contraste topographique beaucoup moins résolu qu'en imagerie SE. L'image est très lisse, seul les reliefs très importants ressortent nettement.

L'association du MEB avec la DIC permet d'analyser voire de quantifier des phénomènes associés à la déformation des matériaux. Soit à l'échelle du grains [Lagattu 06] soit plus récemment à l'échelle submicrométrique des bandes de glissement et des joints de grains [Di Gioacchino 13, Stinville 15a, Stinville 15c, Echlin 16, Orozco-Caballero 17]. Une fois le contraste maîtrisé il est nécessaire de passer du temps à trouver le bon jeu de paramètres d'acquisitions. Cette partie est fondamentale pour réaliser une mesure de champs précise à haute résolution (DIC HR). En effet, les principaux inconvénients de la microscopie électronique sont les problèmes de dérive temporelle, de distorsion spatiale et de qualité du balayage. Ces problèmes ont fait l'objet de plusieurs études récentes qui ont débouché sur les solutions suivantes [Sutton 07b, Sutton 07a, Kammers 13, Stinville 15a, Mello 17a, Lenthe 18] :

- Dérive temporelle : correspond au déplacement de l'image au cours de l'acquisition. Elle est d'autant plus visible que le grossissement est important ou que l'échantillon a du mal à évacuer les électrons. Pour y remédier il est de première importance de s'assurer du bon contact électrique entre l'échantillon et la platine, puis de diminuer la tension d'accélération afin d'éviter tout effet de charge.
- **Distorsion spatiale :** correspond à une déformation de l'image, typiquement dans un MEB l'image est distordue à ces 4 extrémités. Ce phénomène est d'autant plus important que le grossissement est faible.
- <u>Balayage</u>: l'image est obtenue par balayage de la surface de l'échantillon. Dans ce cadre, il est montré qu'un balayage lent avec un temps de pause par pixel (dwell time) d'au moins 10 µs, l'intégration de plusieurs images consécutives ainsi que l'augmentation de la taille de sonde permettent d'améliorer sensiblement la qualité de l'image obtenue au final. Cependant, sous réserve d'un mouchetis fin, la DIC à haute résolution spatiale laisse apparaitre des lignes verticales et horizontales sur les cartes de déplacements. Ces lignes ont notamment pour origine un temps de latence du dispositif de balayage entre l'acquisition et le positionnement effectif du faisceau sur l'échantillon. Ce phénomène peut être limité en abaissant la tension d'accélération et en utilisant le détecteur d'électrons secondaires [Lenthe 18].

L'influence de différents paramètres d'acquisition sur la qualité des images et de la corrélation est illustrée sur la figure 5.3.5. En suivant ces recommandations, différentes conditions ont été testées et ont permis de fixer les paramètres d'acquisition de l'étude pour faire de la DIC HR. L'acquisition des images a été réalisée sur MEB-FEG JEOL 7000F pour un grossissement de x800 sous une tension d'accélération de 5 kV et distance de travail comprise entre 8 et 10 mm, avec un courant d'émission compris entre 0.9 et 1.2 nA. Le balayage est contrôlé par un boitier externe Scandium avec un dwell time de $20 \mu s$ et une définition d'image de 4096 x 3072 px². De plus il offre la possibilité de faire des acquisitions de grilles d'images et ainsi générer une image résultante de très haute définition.



Fig. 5.3.5 – Décalage en pixel en fonction du temps pour différentes tension d'accélération (a) et différents détecteurs (c). Écart-type de déformation en fonction de la taille de sonde et du diaphragme (b), et en fonction du temps de pause par pixel et du nombre d'images intégrées (d) [Mello 17a, Lenthe 18]. Plus le décalage diminue rapidement plus le système est réactif et permet l'acquisition d'images uniformes, plus l'écart-type de déformation est faible meilleur est le rapport signal sur bruit.

5.3.3 EBSD

La technique d'analyse EBSD constitue un outil essentiel dans cette étude car elle permet d'accéder aux configurations cristallographiques locales (orientations cristallographiques des grains et désorientations des joints de grains) mais aussi à l'échelle de la distribution des grains (distribution spatiale de la texture d'orientation des grains et joints de grains). Le principe de fonctionnement de cet outil est rappelé en annexe B. Le laboratoire dispose de deux dispositifs EBSD EDAXTM : l'un équipant un MEB conventionnel JEOL 6100 avec un capteur CCD de petite taille (640 x 480 px) permettant de maximiser la vitesse d'indexation et réaliser de grandes cartographies. L'autre équipant un MEB-FEG JEOL 7000F avec un capteur CCD de grande taille (1600 x 1200 px) très sensible pour des acquisitions de diagrammes de Kikuchi de haute qualité nécessaire pour réaliser ensuite des analyses EBSD-HR.

La préparation décrite précédemment en 5.1 permet d'obtenir un état de surface sans écrouissage résiduel ce qui est recherché pour réaliser de bonnes acquisitions EBSD. Un montage spécifique a été développé pour les géométries des éprouvettes de fluage (figure 5.3.6). Les acquisitions ont été réalisées sous une tension d'accélération de 25 kV, à une distance de travail de 15 mm et un courant de sonde compris entre 0.1 et 2 nA via le logiciel d'acquisition OIM DCTM V6.1.3. Le post-traitement des données a été effectué sur le logiciel commercial OIM analysis et la toolbox open source MatlabTM MTEX [Bachmann 10].



Fig. 5.3.6 – Support pour les éprouvettes de fluage à méplat dans sa configuration pour une acquisition EBSD à gauche et en dehors du microscope à droite.

5.3.4 Traitement d'images et analyse quantitative des microstructures

Caractérisation de la précipitation

Chacune des microstructures a été contrôlée à l'issue de son traitement thermique par prélèvement d'une tranche sur les ébauches cylindriques et parallélépipédiques. La préparation décrite précédemment en 5.1 suivie d'une attaque chimique à «l'eau régale», composée de $2/3HCL + 1/3HNO_3$, permet de révéler les précipités γ' . Les images présentées en figures 4.1.2 et 4.1.5 illustrent l'état de surface après attaque chimique ; les précipités apparaissent en noir sur fond gris.

La précipitation a été caractérisée par traitement d'images numériques à l'aide d'une macro codée dans le logiciel Visilog 6.9TM. Le détail des opérations de cette macro (binarisation, érosion, squeletisation ...) ainsi que les incertitudes de mesure sont détaillées dans les travaux de Larrouy, Laurence et Thébaud [Larrouy 15a, Laurence 16, Thébaud 17].

Cet outil permet de quantifier les distributions de taille des différentes classes de précipités (primaires, secondaires, tertiaires), leur fraction surfacique ainsi que la largeur de couloir inter-précipités.

Autres utilisations du traitement d'images numériques

L'évaluation de la qualité des textures ou mouchetis pour réaliser la DIC utilise le covariogramme codé par Valéry Valle à l'institut Pprime, au Département de Génie Mécanique et Systèmes Complexes au sein de l'université de Poitiers. Il permet de caractériser une distribution spatiale de grains (taille, périodicité, anisotropie, homogénéité) suivant les deux directions horizontale et verticale. Le recollement d'images subpixel a été réalisée à l'aide du plugin Grid Collection stitching de ImageJ / FIJI [Preibisch 09, Schindelin 12] et les faciès de rupture ont été recollés sur Hugin Panorama Photo Stitcher. L'alignement des cartographies EBSD acquises à 70° de tilt avec les images SE et optiques acquises en incidence normale a été réalisé par une transformation homographique à l'aide d'un script codé en Python utilisant le package Scikit Image [Van der Walt 14]. Le post-traitement des données issues du logiciel de H-DIC XCorrelTM est réalisé via des macros sur ImageJ/FIJI. Les différents protocoles et outils sont décrits en annexes (C, E, F).

Chapitre 6

Un nouvel outil métrologique : la Heaviside-DIC

Ce chapitre commence par définir le besoin métrologique de cette étude ainsi que les vocabulaires et notions employées dans la suite de ce manuscrit. Les contraintes de l'étude sont ensuite détaillées en mettant l'accent sur la nécessité de surmonter les limitations techniques actuelles de la corrélation d'images numériques (DIC) pour quantifier les phénomènes physiques discontinus tels que le glissement inter et intragranulaires. Une nouvelle approche de mesure de champs discontinus, la Heaviside-DIC [Valle 15], est présentée puis comparée aux approches de DIC conventionnelles. La mise en place de ce nouvel outil ainsi que son extension à l'étude de la plasticité dans les matériaux polycristallins est proposée puis validée avant d'en expliquer les limites. Ce chapitre se termine sur la mise au point d'un mouchetis stable pendant de longues durées à haute température (700°C) et adapté pour faire de la H-DIC à haute résolution spatiale.

6.1 Cahier des charges et contraintes de l'étude

6.1.1 Les échelles et résolutions visées

L'objet de cette étude est la compréhension des modes de déformation et d'endommagement au niveau des joints de grains. Cela implique donc des phénomènes physiques qui prennent place à différentes échelles, allant du nanomètre pour les mécanismes intergranulaire, jusqu'au millimètre pour les incompatibilités de déformation au sein d'un agrégat de grains. Finalement, le domaine spatial de l'étude, surligné en rouge sur la figure 6.1.1, est à cheval entre une description de type mécanique des milieux continus pour des échelles supérieures au micromètre et une description discrète de type dynamique des dislocations ou dynamique moléculaire pour les échelles plus fines. Dans la suite du manuscrit, on distinguera l'approche mécanique basée sur la quantification de la plasticité au travers de la déformation irréversible de l'approche quantitative basée sur la mesure discrète du glissement généré par le passage des dislocations. À l'issue du chapitre bibliographique 2, il a été mis en évidence que les incompatibilités de déformation (interaction bande de glissement/joint de grains, glissement intergranulaire) étaient source d'endommagement aux joints de grains pour des déformations plastiques macroscopiques bien inférieures à 1%. D'autres part, il a été montré que pour investiguer ces phénomènes, l'outil de mesure doit satisfaire les contraintes suivantes :

- résolution spatiale très élevée (≤100 nm) afin de réaliser des mesures denses et proches des bandes de glissement et des joints de grains
- 2. résolution de la mesure de déplacement très élevée (≈10 nm) pour être capable de détecter les premiers stades de déformation plastique et d'endommagement
- 3. mesure de champs de déplacements discontinus



Fig. 6.1.1 – Illustration des différentes échelles d'analyse pertinentes allant du nanomètre au millimètre avec les éléments microstructuraux que l'on peut observer : dislocations, précipités, joints de grains, grains et agrégat de grains [Villechaise 12, Larrouy 15b]. Le domaine d'échelles spatiales pertinentes est souligné en rouge dans un graphique représentant les domaines des différentes descriptions du comportement d'un cristal ainsi que les échelles balayées par plusieurs moyens d'investigation (a) [Fivel 04].

6.1.2 L'environnement haute température

Dans le cadre de ce travail, les phénomènes d'incompatibilités de déformation sont étudiés en fonction de la température et potentiellement pour de longues durées (notamment en fluage). Cependant un environnement haute température pose certains problèmes :

• l'oxydation du matériau sous air entraîne un changement des contrastes optiques et la croissance d'une couche en surface masquant le marquage en surface,

- le changement d'indice de réfraction de l'air perturbe le chemin optique qui est à l'origine de déformations de l'image acquise,
- · le rayonnement du matériau rend difficile les réglages du dispositif de mesure optique

Différentes approches pour la réalisation des essais mécaniques sont possibles avec chacune leurs avantages et inconvénients :

- In-situ sous microscope (optique / MEB) : accès à la déformation totale
 - avantages : pas de problème de recalage lié au démontage/remontage de l'éprouvette, suivi chronologique des phénomènes
 - inconvénients : compromis à faire entre taille de champ et résolution spatiale, acquisition instable liée aux problèmes de haute température listés ci-dessus
- Ex-situ sous microscope (optique / MEB) : accès à la déformation plastique
 - avantages : haute résolution spatiale sur un grand champ via recollement d'images, acquisition simple à température ambiante
 - inconvénients : analyse après interruption, obligation d'arrêter l'essai pour réaliser une mesure, problème de recalage lié au démontage/remontage des échantillons

Au cours de ce travail, les tentatives de réaliser de la DIC *in-situ* via un microscope longue distance à haute température n'ont pas abouti ni donné des perspectives d'améliorations intéressantes étant donné les contraintes décrites ci-dessus. C'est pourquoi l'approche *ex-situ* a été adoptée pour les essais à haute température.

6.2 Présentation de la Heaviside-DIC

6.2.1 Limites de la DIC classique

Le principe de la corrélation d'image numérique classique (DIC) a été décrit dans la partie 3.2 et est rappelé sur la figure 6.2.1. L'objet de cette section est de revenir en détail sur l'hypothèse forte autour de la fonction de forme et ses conséquences en présence d'un champ cinématique discontinu. Les logiciels de DIC classiques s'appuient sur des fonctions de forme continues prenant en compte le déplacement de corps rigide ainsi que le premier gradient du déplacement : il s'agit donc d'une mesure de déplacement dans le cadre d'une description mécanique des milieux continus.

Cependant cette approche s'est révélée incapable de mesurer les hétérogénéités de déformation locale à l'échelle des joints de grains et des grains contrairement à la méthode de micro-grilles mise en place par Soula [Soula 10] et utilisée dans les travaux de Thibault et Carter [Thibault 12, Carter 12c]. La méthode de calcul du glissement intergranulaire de Soula, ne fait pas d'hypothèse sur la forme mathématique du champ cinématique mesuré contrairement à la DIC classique. De plus, une étude plus récente portant sur la déformation dans les polycristaux via la méthode de DIC classique globale remet en cause l'hypothèse de continuité de la cinématique aux interfaces [Guery 14]. Il y est montré qu'un dédoublement des nœuds au niveau des joints de grains met en évidence des sauts de déplacement orientés suivant la même direction notamment au niveau des joints de macle. La figure 6.2.2 montre des exemples de phénomènes physiques de déformation et d'endommagement qui ont lieu aux échelles inter et intragranulaire :



BUT : déterminer la transformation Φ connaissant *f* et *g*

Fig. 6.2.1 – Schéma synoptique rappelant le fonctionnement de la DIC classique qui nécessite de faire une hypothèse sur la forme du champ cinématique [Sutton 09, Reu 12, Pan 09].

- à basse température (<750°C dans les superalliages), la déformation plastique a pour origine le déplacement de dislocations selon des plans et directions cristallographiques denses. À l'échelle du grain cette irréversibilité plastique se manifeste par l'apparition de bandes de glissement et de marches en surface qui sont illustrées sur les exemples (a), (b), (c) et (d) de la figure 6.2.2. Les deux derniers étant des exemples de bandes de glissement persistantes (Persitant Slip Band) qui apparaissent en fatigue avec dans l'exemple (c), le début d'une fissure située au pied de la PSB.
- au niveau des joints, la déformation intergranulaire se manifeste sous forme de plis, de glissement voire même d'ouverture lorsqu'il y a un début d'endommagement (exemple (a) de la figure 6.2.2). L'exemple (b) montre un endommagement intergranulaire sous forme de déchirement induit par la non transmission d'une bande de glissement.

Ainsi aux échelles du grain et du joint de grains, les phénomènes physiques de déformation et d'endommagement sont par nature discrets et/ou discontinus.

Néanmoins il est possible de contourner ce problème en jouant sur la taille de discrétisation du champ. En effet dans la littérature il est commun de voir des études à ces échelles avec de fortes localisations de déformation correspondant aux bandes de glissement ou à de l'endommagement [Abuzaid 16, Birosca 14, Orozco-Caballero 17, Carter 14, Chen 16, Guery 16, Lunt 18, Stinville 15a]. Pour y parvenir ces études utilisent des tailles de fenêtres, appelées «subsets», très petites afin de se rapprocher au plus près de la discontinuité et éviter l'effet de lissage de la fonction de forme illustré sur la figure 6.2.3. Cependant, cela se fait au détriment de la résolution en déplacement car diminuer la taille de fenêtre augmente le



Fig. 6.2.2 – Illustration de différents phénomènes physiques discontinus : glissement inter/intragranulaire et endommagement en fluage haute température sous vide (a) [Soula 09], endommagement et glissement intragranulaire en traction (b) [Larrouy 15b], bandes de glissement persistantes (PSB) en fatigue dans le cuivre (c) [Ma 89] et l'acier inoxydable (d) [Villechaise 02].

bruit et favorise la perte de corrélation. De plus cette approche contraint l'expérimentateur à réaliser des textures d'images les plus fines possibles. Ainsi, dans le cadre de la DIC classique, il est impossible de réaliser une mesure de champs avec une haute résolution spatiale pour localiser les phénomènes discontinus et avec une haute résolution en déplacement [Wittevrongel 15]. La section suivante s'attache à présenter les différentes solutions à ce problème proposées dans la littérature et la solution retenue.

6.2.2 Enrichissement de la fonction de forme

Dans la littérature, il existe plusieurs solutions pour résoudre ce problème de fonction de forme continue. Par exemple, Réthoré et al. propose l'ajout d'éléments finis enrichis proches de la discontinuité (eXtended DIC) dans la méthode de DIC globale [Réthoré 08, Réthoré 07]. Plus récemment dans la méthode locale, Poissant met en avant une méthode de découpage des fenêtres (subset-splitting) tandis que Valle enrichit la fonction de forme avec des fonctions de Heaviside [Poissant 10, Valle 15]. Ces approches ont pour origine la mécanique de la rupture, dans laquelle il est de premier intérêt de localiser la fissure et d'accéder à la mesure de déplacement de part et d'autre afin de définir des critères de propagation et/ou d'amorçage de fissures.

La solution utilisée dans cette étude est la Heaviside-DIC implémentée dans le logiciel XCorrelTM développé par Valéry Valle au sein de l'axe PEM de l'institut Pprime. L'originalité de cette approche est d'enrichir la fonction de forme de la DIC classique avec l'ajout d'un saut de déplacement et d'une fonction de Heaviside et de réaliser l'optimisation en considérant simultanément les deux domaines séparés par la discontinuité. Contrairement à l'approche subset-splitting, les deux domaines de part et d'autre de la



Fig. 6.2.3 – Effet de la taille de fenêtre et du pas d'échantillonnage sur les résultats en déformation [Stinville 15a]. Compromis nécessaire entre résolution spatiale permettant de mettre en évidence les phénomènes de localisation et résolution en déplacement.



Fig. 6.2.4 – Ajout d'un saut dans la fonction de forme et d'une fonction de Heaviside permettant de localiser la discontinuité (r^*, θ^*) et d'accéder à la valeur de saut de déplacement (d_x, d_y) [Valle 15, Bourdin 18].

discontinuité, représentés sur la figure 6.2.4, contribuent au coefficient de corrélation de la fenêtre. Elle fournie une solution unique au problème de discontinuité sans présupposer sa localisation contrairement aux approches subset-splitting et eXtended DIC [Poissant 10, Réthoré 07]. La fonction de forme enrichie, dans laquelle X est la position de la fenêtre dans l'image de référence, $X - X_0$ la position du pixel dans la fenêtre et U les composantes du vecteur de déplacement, peut localiser une discontinuité au sein d'une fenêtre à l'aide des coordonnées polaires $(r^*, \theta^{* 1})$ et déterminer les sauts de déplacement (d_x, d_y) . Si ces derniers sont nuls, il n'y a pas de discontinuités et les résultats sont les mêmes que dans le cadre de la DIC classique. Finalement la fonction de Heaviside joue le rôle de fonction indicatrice pour différencier les deux côtés de la discontinuité. Pour une description plus exhaustive de la technique le lecteur est invité à lire l'article correspondant [Valle 15].

6.2.3 Comparaison de la H-DIC à la DIC classique

Les essais de validation ont été effectués par Jean-Charles Stinville à l'Université de Californie Santa Barbara et le post-traitement des données a été réalisé au sein de l'institut Pprime sur une machine équipée de 4 cartes graphiques Titan X Pascal pour exécuter le code de corrélation XCorrelTM parallélisé sur CUDA. Le détail des conditions d'essai, de la préparation de la surface et du protocole expérimental sont décrits dans l'article de Stinville et al. [Stinville 15a]. La figure 6.2.5 illustre le dispositif expérimental

^{1.} les quantités scalaires mesurées au niveau des fenêtres de corrélation de H-DIC sont notées avec une étoile : r^*, θ^*, γ^* pour les différencier des quantités moyennes issues par exemple d'un profil sur la grille de résultats.



Fig. 6.2.5 – Illustration du dispositif expérimental (a), de la machine de traction *in-situ* (b) et de la géométrie des éprouvettes (c). Les images MEB acquises avec un grossissement de x1500 avec en encart la cartographie EBSD associée. Les carrés noirs et rouges représentent les fenêtre de 32 px (665 nm) et 90 px (1869 nm) utilisés pour l'échantillon polycristallin et monocristallin respectivement (d) [Bourdin 18]. Le covariogramme et la grille de mesure associés à l'échantillon polycristallin sont exposés à droite.

de traction *in-situ*, la géométrie des éprouvettes, la texture de la surface ² et la précipitation γ' du **René** 88DT, à partir desquels les tests comparatifs entre la DIC et la H-DIC ont été effectués. Pour les textures des échantillons polycristallins et monocristallins, le covariogramme indique respectivement une taille de grains ³ de l'ordre de 3 px et 7 px. Les tailles de fenêtre ont été choisies en fonction du nombre de grains en suivant les recommandations de Schreier et al [Sutton 09]. Les résultats montrés dans la suite ont été obtenus suivant une grille régulière de points de mesure avec un pas ⁴ de 2 px (41,6 nm) illustrée sur la figure 6.2.5. Enfin une seule discontinuité est considérée dans la fonction de forme.

L'échantillon polycristallin a été déformé en traction *in-situ* jusqu'à 1% de déformation totale. Il présente des bandes de glissement caractéristiques de la déformation plastique. La figure 6.2.6 montre les résultats bruts de champs de déplacement issus d'un algorithme de DIC classique et de H-DIC. Deux profils sont tracés perpendiculairement aux bandes de glissement pour comparer les résultats obtenus via les deux algorithmes, en présence de discontinuités. Le profile 2 présente le déplacement U ainsi que la déformation associée au sens de Tresca⁵.

En faisant varier la taille de fenêtre de 15 px (312 nm), 31 px (645 nm) et 45 px (936 nm) on retrouve cet effet de lissage de la DIC classique évoquée dans le paragraphe 6.2.1. L'augmentation de la taille de fenêtre est associée à l'augmentation de la zone affectée par cet effet de lissage et se traduit par des pentes plus douces sur les profils donc des déformations calculées plus faibles. À l'inverse, la diminution de la taille de fenêtre entraîne une meilleure localisation de la discontinuité et une déformation beaucoup plus importante. Cependant, elle s'accompagne d'une perte importante de corrélation autour de la discontinuité. On peut remarquer que cette perte de corrélation a lieu pour une taille de fenêtre de 312 nm et une amplitude de saut de 200 nm. Cela suggère que des sauts d'amplitudes plus importantes nécessiteraient des fenêtres plus grandes pour éviter la perte de corrélation.

La cartographie et les profils de la figure 6.2.6 montrent que la H-DIC capture effectivement les sauts de déplacement sans perte majeure de corrélation. Le profile 1 montre que pour deux tailles de fenêtre (32 et 64 px) les résultats convergent vers la même solution contrairement à la DIC classique. Il montre aussi que les résultats de DIC et de H-DIC convergent quelle que soit la taille de fenêtre lorsque l'on s'éloigne de la discontinuité.

Ainsi en présence d'une discontinuité, le niveau de déformation mesuré par DIC classique est étroitement lié à la taille de fenêtre contrairement à la H-DIC, ce qui pose un problème de fiabilité de ces mesures. En outre, le profile 2 met en évidence des niveaux de déformation de l'ordre de 40 % pour la H-DIC ce qui est physiquement peu crédible.

$$\varepsilon_{Tresca} = \sqrt{\left(\frac{\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}}{2}\right)^2 + \varepsilon_{xy}^2}$$

^{2.} correspondant à la répartition spatiale de niveaux de gris

^{3.} correspondants aux pics d'intensité de niveaux de gris

^{4.} on note que le pas de la grille de mesure, ou chevauchement des fenêtres, n'influence pas la qualité des résultats. Certes un fort chevauchement engendre des temps de calcul longs mais ne change pas les résultats bruts. Il s'agit d'un paramètre d'échantillonnage permettant de décrire plus ou moins finement le domaine de mesure.

^{5.} la déformation équivalente de Tresca, aussi appelée cisaillement effectif, correspond au rayon du cercle de Mohr. Il est utilisé ici comme un indicateur mécanique indépendant de l'orientation et est donné par la formule suivante :


6.3 Développement et validation de la H-DIC pour quantifier la plasticité intragranulaire

6.3.1 Extension de l'outil à l'identification de systèmes de glissement

La section précédente soulève un problème majeur sur la mesure de la plasticité au niveau des bandes de glissement. En effet, elle met en évidence que l'on atteint ici la limite de validité de la mécanique des milieux continus représentée sur la figure 6.1.1. Cette dernière est adaptée pour décrire le comportement plastique des grains et des agrégats de grains mais n'est plus applicable à l'échelle intragranulaire et intergranulaire à cause de la nature discrète (nombre fini de dislocations) et discontinue (sauts de déplacement) des phénomènes physiques. En adressant une solution au problème de discontinuité du champ de déplacement, la H-DIC permet de dépasser le cadre de la mécanique des milieux continus et d'envisager l'étude de ces phénomènes.

Pour y arriver, il est nécessaire de définir une nouvelle métrique permettant de caractériser la plasticité induite par les bandes de glissement. Afin de simplifier cette analyse et validation, un essai de traction *in-situ* sur une éprouvette monogranulaire à température ambiante a été réalisé jusqu'à 2,5 % de déformation plastique macroscopique. Sous ces conditions et pour cet alliage, un seul système de glissement activé est observé, permettant ainsi d'éviter les effets des grains voisins. Ainsi une bande de glissement qui apparaît sur la surface libre de l'échantillon sous la forme d'une marche, correspond au glissement d'un plan suivant le vecteur de Burgers. La figure 6.3.1 illustre une bande de glissement issue de cet essai accompagné d'un schéma permettant de définir la métrique utilisée dans la suite :

- l'angle θ correspond à la trace du plan de glissement sur la surface.
- le vecteur des «Burgers cumulés », symbolisé en rouge sur la figure 6.3.1, représente la somme des vecteurs de Burgers associés aux dislocations du système activé
- la projection du vecteur des «Burgers cumulés» dans le plan de l'échantillon est notée t a pour composantes : le glissement planaire, orthogonal à la bande de glissement, et le cisaillement planaire, le long de la bande de glissement.
- l'angle γ correspond à l'inclinaison entre les 2 composantes du vecteur τ. Il caractérise ainsi la direction du glissement dans le plan de l'échantillon.

La figure 6.3.1 (c) montre le vecteur $\overrightarrow{\tau}$ défini en coordonnées polaires avec sa norme $\|\overrightarrow{\tau}\|$ et l'angle γ . Le code couleur périodique associé à l'angle γ permet de rendre compte du rapport entre les composantes de glissement planaire sur le cisaillement planaire. Toutes les dislocations qui se déplacent sur le même système de glissement possèdent le même vecteur de Burgers, donc le même angle γ . Ce vecteur $\overrightarrow{\tau}$ est accessible pour chaque fenêtre dans les paramètres de sortie de la H-DIC. En effet la fonction de forme permet d'accéder directement à la trace θ^* et à la position r^* du plan et aux composantes du vecteur $\overrightarrow{\tau}$ exprimées dans le repère de l'image (en rouge sur la figure 6.3.1 (b)) à savoir d_x , d_y . En projetant ces composantes dans le repère de la bande (en vert sur la figure 6.3.1 (b)) on accède aux glissement et cisaillement planaire au niveau de la bande et on en déduit l'angle γ^* .





Fig. 6.3.1 – (a) Image MEB illustrant une bande de glissement dans un monocristal déformé plastiquement à 2.5 %. (b) Schéma d'une marche générée par une bande de glissement avec définition des différents repères et des composantes du vecteur $\vec{\tau}$ des Burgers cumulés dans le plan de l'échantillon : le glissement planaire, orthogonal à la bande de glissement, et le cisaillement planaire, le long de la bande de glissement. La trace du plan de glissement est repérée par l'angle θ et l'angle γ correspond à l'inclinaison entre la bande de glissement et le vecteur $\vec{\tau}$. Le code couleur périodique est utilisé pour les deux angles. (c) Tracé du vecteur $\vec{\tau}$ avec sa norme et son orientation à partir des données de H-DIC.

6.3.2 Validation des mesures locales par AFM

Pour valider l'évaluation quantitative de la plasticité par la méthode H-DIC, une comparaison avec des mesures directes à haute résolution des hauteurs de marche par AFM a été effectuée par Jean-Charles Stinville à l'Université de Californie Santa Barbara. Le microscope à force atomique AFM, dont le principe est schématisé sur la figure 6.3.2 (c), consiste à balayer la surface de l'échantillon avec une pointe très fine, positionnée à l'extrémité libre d'un micro-levier flexible réfléchissant, qui permet d'enregistrer la topographie de surface. Il permet d'atteindre une résolution en Z de l'ordre du nanomètre.



Fig. 6.3.2 – Zones scannées par AFM sur le monocristal avec en (a) la bande de glissement S1 et en (b) les bandes de glissement S2, S3 et S4. Schéma de principe du fonctionnement d'un AFM (c) [Moulart 07]. Comparaison des mesures directes par AFM et des mesures de hauteur de marche calculées par H-DIC (d). Cartographies de hauteur autour des bandes de glissement S1 (e) et S3 (f) [Bourdin 18].

La seule connaissance du vecteur $\overrightarrow{\tau}$ n'est pas suffisante pour calculer une hauteur de marche. Il est nécessaire de connaître l'orientation du cristal par rapport au repère de l'image (en rouge sur la figure 6.3.1 (b)). À partir de cette orientation on peut calculer le facteur de Schmid des 12 systèmes de glissement et comparer les traces des plans de glissement à fort facteur de Schmid avec les traces expérimentales obtenues par H-DIC ou mesurée sur l'image MEB. Cela permet d'identifier le système de glissement effectif et donc d'accéder aux composantes 3D du vecteur de Burgers unitaire du système par rapport au repère de l'image. Le protocole d'identification des systèmes de glissement et le calcul des facteurs de Schmid est détaillé en annexe B. A partir des composantes 2D du vecteur des Burgers cumulés $\overrightarrow{\tau}$, qui est colinéaire au vecteur de Burgers unitaire, on peut remonter à la composante hors plan du vecteur des

Burgers cumulés à partir de l'équation suivante :

$$\overrightarrow{Burgers_{unitaire}}(x_u, y_u, z_u) = \frac{\overrightarrow{Burgers_{cumulés}}(x_c, y_c, z_c)}{\left\|\overrightarrow{Burgers_{cumulés}}(x_c, y_c, z_c)\right\|}$$
$$\Rightarrow z_c = \sqrt{\frac{z_u^2 \times (x_c^2 + y_c^2)}{1 - z_u^2}}$$

Avec $\overrightarrow{\tau}(x_c, y_c)$ et z_c la hauteur de marche

Les figures 6.3.2 (a) et (b) montrent deux zones issues de l'essai de traction *in-situ* sur le monocristal avec en encart les cartographies EBSD associées codées suivant l'axe de sollicitation horizontale. Les deux zones présentent 4 bandes de glissement notées S1, S2, S3 et S4 avec la même trace. Les bandes S1, S2 et S4 traversent complètement la zone imagée alors que la bande S3 émerge en surface. Les cartes de topographie de surface correspondant aux bandes S1 et S3 sont affichées sur les figures 6.3.2 (e) et (f) respectivement. Les traces des plans de glissement calculées à partir de l'orientation du cristal sont affichées dans l'encart de la figure 6.3.2 (b). La comparaison des traces théoriques avec les traces de la H-DIC permet d'identifier le plan A ($\overline{111}$). L'analyse des facteurs de Schmid conduit à proposer le système de glissement A3 [101] avec une valeur de 0.39 comme le plus probable. Ce résultat est conforté par la comparaison des angles γ calculés à partir des données EBSD et ceux issus de la H-DIC qui retombent sur le même système A3 (tableau 6.4.3). L'ajout d'un critère angulaire à l'analyse des traces permet ainsi de discriminer plus facilement les systèmes de glissement. Connaissant le système de glissement, il est désormais possible de calculer la hauteur de marche à l'aide de la formule ci-dessus. La comparaison des mesures de hauteur par AFM et calculées à partir des données de H-DIC a été réalisée sur les bandes de glissement S1 et S3 de hauteur différentes (figure 6.3.2 (d)). Le graphique met en évidence une très bonne corrélation entre les deux techniques même dans le cas de la bande émergente S3 dont la hauteur est limitée à quelques dizaines de nanomètres.

6.4 Incertitudes de mesure et limites de la H-DIC

Cette approche permet de mesurer des discontinuités planes au sein de la fenêtre de corrélation avec un seuil de détection compris entre 0,2 et 0,5 px. La description des interfaces de discontinuités curvilignes est donc d'autant moins précise que la taille de fenêtre est grande.

Dans le cas de plusieurs discontinuités au sein de la fenêtre de corrélation et en activant une seule fonction de Heaviside, deux cas de figures peuvent conduire à des résultats erronés :

- lorsque le centre de la fenêtre de corrélation coïncide avec l'intersection des deux discontinuités
- · lorsque deux discontinuités sont parallèles au sein de la fenêtre

Ces problèmes représentent un très faible nombre de cas. C'est pourquoi les calculs de corrélation effectués par H-DIC dans cette thèse ont tous été réalisés en activant une seule fonction de Heaviside. L'enrichissement de la fonction de forme entraîne une augmentation du temps de calcul. La comparaison des temps de calculs pour les mêmes paramètres sur la même machine de calcul est donnée dans le tableau 6.4.1.



Algorithme	DIC classique		Heaviside-DIC	
Fonction de forme	1 ^{er} gradient		1 ^{er} gradient	
Taille de fenêtre (px)	32	64	32	64
Durée (h : min : sec)	00:03:40	00:14:35	00:12:40	01:03:50

Tab. 6.4.1 – Comparaison des temps de calculs entre DIC classique et H-DIC pour les mêmes paramètres et exécutés sur un PC disposant de 4 GPUs Titan X Pascal.

Incertitudes de mesure sous Microscope optique et MEB

Comme pour la DIC classique, la H-DIC est sensible aux conditions d'acquisition et est soumise à l'hypothèse de conservation des niveaux de gris. Ainsi une trop grande variation de niveau de gris au cours de l'essai entraînera une perte de corrélation. La nouvelle difficulté introduite par la H-DIC est de conserver un bon contraste de la texture malgré l'apparition de discontinuités (fissures, bandes de glissement) qui s'accompagnent souvent de pixels saturés.

Fiabilité de la mesure et de l'identification de système de glissement au cours de la déformation

La figure 6.4.1 illustre les résultats d'un essai de traction réalisé sur un échantillon de **René 88DT**. Le suivi de déformation concerne 2 grains dont les cartographies EBSD associées sont reportées sur la figure. La H-DIC a été effectuée à différents niveaux de déformation plastique macroscopique après décharges : 0.86 % et 1.5 %. 3 bandes de glissement notées S5, S6 et S7 sont analysées au travers des quantités θ , γ et la composante de cisaillement planaire. Les profils montrent la répétabilité et la fiabilité de la mesure des angles θ et γ ainsi que du cisaillement planaire. L'augmentation du niveau de déformation plastique ne perturbe pas l'analyse. Bien au contraire la précision de la mesure angulaire γ tend à s'améliorer.

Comparaison entre mesure théorique et H-DIC

Les mesures moyennes des angles θ et γ sur les bandes de glissement analysées ainsi que leurs écartstypes sont donnés dans les tableaux 6.4.2 et 6.4.3. Ces tableaux regroupent aussi les calculs des angles θ et γ à partir des données EBSD ainsi que la mesure de la trace θ sur les images MEB. Les valeurs moyennes obtenues par H-DIC sont en bon accord avec les mesures MEB et les calculs EBSD. Néanmoins elles sont affectées d'un écart-type de l'ordre de plusieurs degrés. Certains de ces écart-types élevés sont liés à une erreur systématique associée au balayage du MEB. En effet sur les cartographies de déplacement 6.2.4 et angulaire 6.3.1, des structures périodiques suivant la direction de balayage sont visibles. En outre les écarts entre les mesures d'angles sur images MEB et les angles calculés à partir des données EBSD peuvent venir d'une erreur de recalage des données. En effet, les acquisitions MEB et EBSD sont réalisées dans des conditions différentes voire même des microscopes différents et nécessitent une attention particulière pour ré-aligner précisément l'éprouvette à chaque manipulation. Typiquement la procédure d'alignement sur le support d'éprouvette, qui est commun quel que soit le moyen d'investigation, permet d'atteindre une précision de l'ordre du degré. Enfin il est important de noter que l'acquisition EBSD est réalisée avant déformation alors que les images MEB sont acquises après déformation. Or au cours de la déformation la trace du plan de glissement actif peut évoluer et ainsi engendrer un écart de plus en plus important par rapport à la trace prédite par les données EBSD acquises dans l'état non déformé [Chen 16]. Ceci explique l'écart observé sur les bandes S6 et S7 de l'échantillon déformé plastiquement jusqu'à 1.5 %. On pourra remarquer que les mesures issues de H-DIC sont entachées d'une erreur moindre que les mesures directes d'angles sur images MEB car les résultats de la comparaison entre les états non déformés et déformés sont projetés dans le même référentiel que l'image non déformée.

Bande de	EBSD	MEB	Heaviside-DIC	
glissement	θ (°)	θ (°)	θ^* Moyen (°)	Écart-type (°)
S1	49.3	50.5	50.7	± 10.1
S2	49.3	50.2	50.8	± 6.7
S 3	49.3	50.7	50.6	± 7.6
S 4	49.3	50.5	50.7	± 5.8
S 5	43.6	44.4	43.7	± 9.4
S 6	149.6	152.5	150.41	± 6.4
S 7	137.3	135.5	135.9	± 4.7

Tab. 6.4.2 – Comparaison des angles θ des traces des bandes de glissement obtenus par l'analyse des données EBSD,
des images MEB et de la H-DIC.

Bande de	Angle γ théorique obtenu par EBSD (°)			Heaviside-DIC	
glissement	A2 $(\overline{1}11)[0\overline{1}1]$	A3 (111)[101]	A6 (111)[110]	γ^* Moyen (°)	Écart-type (°)
S1	3.3	58.1	48.6	64.4	± 10.2
S2	3.3	58.1	48.6	64.1	± 5.5
S3	3.3	58.1	48.6	59.5	± 10.9
S4	3.3	58.1	48.6	63	± 5.8
	A2 $(\overline{1}11)[0\overline{1}1]$	A3 (111)[101]	A6 (111)[110]		
S 5	15.4	1.8	77.5	6.6	± 6.5
	B2 (111) $[0\overline{1}1]$	B4 (111) $[\overline{1}01]$	B5 (111)[110]		
S 6	163.6	169.2	20.5	167.5	± 5.4
	B2 (111) $[0\overline{1}1]$	B4 (111)[101]	B5 (111)[110]		
S 7	149.6	177.6	82.3	174.8	± 4

Tab. 6.4.3 – Après identification du plan de glissement $A(\bar{1}11)$, comparaison des angles γ théoriques pour les trois directions possibles de glissement obtenus par l'analyse EBSD et la H-DIC.

6.5 Synthèse :



Fig. 6.5.1 – Représentation des domaines d'application de la H-DIC et de la DIC superposés sur les domaines de différents types de modélisation de la plasticité cristalline [Fivel 04, Bourdin 18].

Limites de la corrélation d'images numériques classique (DIC) :

- hypothèse de continuité du champ cinématique au sein de la fenêtre limitant l'utilisation de cet outil expérimental à la description de la mécanique des milieux continus
- en présence de phénomènes localisés et discontinus, les résultats dépendent fortement de la taille de discrétisation de l'image (taille de fenêtre) : un effet de lissage apparait et est d'autant plus marqué que la discrétisation est grossière [Stinville 15a, Réthoré 08]. Un compromis entre localisation du phénomène et résolution de la mesure est donc nécessaire.

Apport de la corrélation d'images numériques avec fonction de Heaviside (H-DIC) :

- l'utilisation de la fonction de Heaviside permet une localisation subpixel (r^{*}, θ^{*}) de plusieurs discontinuités au sein de la fenêtre de corrélation et la mesure de l'intensité des sauts de déplacement (d_x, d_y) [Valle 15]
- les résultats expérimentaux sont moins dépendant de la finesse de discrétisation

- cette approche offre une mesure quantitative de la plasticité à l'échelle des bandes de glissement (orientation, hauteur de marche) sur de larges zones d'analyse
- si les données issues de H-DIC sont couplées à une analyse EBSD, il est possible d'automatiser l'analyse et l'identification des systèmes de glissement actifs. En parallèle, cela permet :
 - une augmentation de la fiabilité d'indexation des systèmes de glissement actifs : prise en compte de l'angle de la trace θ et de l'angle γ
 - une diminution du temps d'analyse et d'identification des systèmes de glissement actifs

Cette extension de la corrélation d'images numériques à l'étude quantitative de la plasticité dans les matériaux cristallins permet d'aller au delà de la mécanique des milieux continus en intégrant les discontinuités de champs mécaniques locaux (figure 6.5.1). Le développement et la validation de cet outil ont fait l'objet d'une publication [Bourdin 18].

Il est intéressant de noter que quelques études sur les relations entre glissement intergranulaire et compatibilité de déformation au niveau du joint de grains ont utilisé la fonction de Heaviside pour introduire une discontinuité de champs de déplacement au niveau du joint [Mussot 83, Richeton 17]. Ainsi cet outil de mesure de champs répond parfaitement au cahier des charges de la présente étude.

6.6 Développement d'une texture stable à haute température

6.6.1 Quelles sont les caractéristiques d'une bonne texture pour réaliser de la DIC HR?

L'un des prérequis pour réaliser de la DIC à haute résolution spatiale est la maîtrise de la création d'une texture de surface fine soit par préparation particulière de la surface, soit par dépôt d'un mouchetis. Celle-ci doit respecter les points suivants [Kammers 11, Reu 14, Reu 15b, Reu 15c, Reu 15a, Reu 15d] :

- une texture avec une taille de grains d'environ 3 5 pixels
- une texture aléatoire, dense, isotrope et homogène
- une texture « riche », c'est-à-dire une distribution des niveaux de gris la plus étalée possible tout en évitant les pixels saturés

Le respect de ces conditions permet d'assurer une mesure isotrope et homogène sous réserve que la grille de mesure soit régulière, ce qui est le cas ici. Par la suite le choix des paramètres de corrélation conditionnera la résolution spatiale de la mesure. Pour évaluer la qualité de la texture, deux outils statistiques sont utilisés :

l'histogramme des niveaux de gris qui donne la répartition des pixels selon leur valeur. Une image codée en 8 bits conduit à 256 valeurs possibles. L'histogramme aura en abscisse les 256 valeurs de niveaux de gris et en ordonnée le nombre de pixels. Cet histogramme permet d'évaluer la stabilité et la conservation des niveaux de gris au cours de l'essai et d'optimiser les réglages du contraste.

• le covariogramme qui permet de caractériser la distribution spatiale de ces valeurs, notamment les regroupements de pixels de même valeur appelés grains (taille, périodicité, anisotropie, homogénéité), suivant les deux directions horizontale et verticale (cf annexe C).

6.6.2 Recherche d'un matériau stable à haute température sous air

Pour les essais sous air, la texture naturelle du matériau évolue à cause du phénomène d'oxydation. Typiquement, la surface de l'échantillon passe du jaune au bleu pour finir sur une couleur grise atteinte au bout d'une centaine d'heures à 700°C. Cela constitue un obstacle majeur pour la mise en place de la DIC qui suppose une conservation des niveaux de gris au cours de la déformation du matériau. Par ailleurs le HfO_2 dont la stabilité a été mise en évidence par Soula [Soula 08] est employé uniquement dans le cadre d'essais de fluage sous vide secondaire [Thibault 12, Carter 12a].

Des essais sur différents matériaux (Al_2O_3 et TiO_2) et peintures réfractaires (AREMCOTM 634-ALP alumine / YO oxyde d'Yttrium / ZO dioxyde de Zircone) ont permis de mettre en évidence la grande stabilité du dioxyde de Titane TiO_2 dans sa version rutile et de le sélectionner. Le protocole testé commence par la projection du mouchetis par aérographe sur des pions en **AD730** polis au papier SiC jusqu'au grade 4000. Puis les pions sont préoxydés 1h à 700°C avant de faire une acquisition de la surface et d'être placés dans le four sous air à 700°C. Ils sont ensuite retirés à intervalle régulier pour visualiser l'évolution du mouchetis. Les peintures réfractaires se sont révélées difficiles à contrôler pour réaliser un dépôt de mouchetis fin, et les meilleures d'entre elles ne permettent pas d'atteindre de longues durées à 700°C. De plus, certains liants chimiques qui composent les peintures ont un effet très néfaste sur les niveaux de gris car ils varient beaucoup au cours de la cuisson, passant du blanc au noir. Les essais sur des solutions colloïdales élaborées en interne se sont révélées plus intéressantes. La figure 6.6.1 montre la très bonne stabilité du mouchetis de TiO_2 après environ 200h à 700°C. En effet, l'histogramme des niveaux de gris ainsi que le covariogramme varient très peu. De plus, ce matériau a déjà été utilisé dans le cadre d'une étude de la découpe à chaud avec DIC [Moulart 15].



Fig. 6.6.1 – Évolution du mouchetis de TiO_2 à la loupe binoculaire au grossissement x6.0 après un vieillissement de 199h30 à 700°C.

6.6.3 Optimisation de la méthode de dépôt



Fig. 6.6.2 – Mouchetis de TiO_2 sub-micrométrique déposé par goutte à partir d'une solution colloïdale (a et b) et nanométrique déposé par évaporation en phase vapeur (c et d) au MEB FEG.

Après avoir mis en évidence un matériau stable à haute température sous air pour de longues durées, il est nécessaire de maîtriser une méthode de dépôt d'un mouchetis fin pour atteindre les résolutions spatiales nécessaires à l'étude. Étant donné les échelles impliquées, les méthodes de dépôts les plus efficaces pointées par la littérature comprennent des méthodes de remodelage d'un film d'or, dépôt par goutte de solution colloïdale, lithographie électronique et gravure ou dépôt par FIB [Kammers 11, Di Gioacchino 13, Bourcier 13, Tracy 15, Scrivens 07, Edwards 17]. Les méthodes testées dans ces travaux sont le dépôt par goutte, aérographe et phase vapeur. Une solution colloïdale de TiO_2 a été fabriquée à partir d'un mélange de poudre fournie par NEYCOTM avec une granulométrie contrôlée centrée sur 200 nm et 20 nm, d'un surfactant Tritton X100 et d'eau dé-ionisée (figure 6.6.2). Les meilleurs résultats ont été obtenus avec la poudre de 200 nm pour une méthode de dépôt par goutte. La principale difficulté est la fabrication d'une solution colloïdale stable ou du moins avec une cinétique de décantation très lente.

6.6.4 Texture naturelle utilisée pour l'essai à haute température sous vide



Fig. 6.6.3 – Texture naturelle initiale après préoxydation (a), au bout de 46h (b) et 60h à 700°C sous vide secondaire sur **AD730**. Images prises au MEB FEG en mode SE avec histogrammes associés.

Dans le cas des essais de fluage sous vide, la texture a été créée à partir de la préparation décrite dans la section 5.1 suivie d'une pré-oxydation réalisée à 700°C. Cela permet de révéler une texture naturelle très contrastée qui remplie tous les critères pour réaliser de la DIC HR. La figure 6.6.3 illustre cependant

que cette texture évolue sous vide. Différents tests de pré-oxydation suivis de vieillissements sous vide ont permis de mettre en évidence que ce «remodelage» de la couche d'oxyde à 700°C sous vide secondaire se produit dans les premières 24h de vieillissement et évolue très lentement par la suite. Le traitement thermique permettant d'avoir les meilleurs résultats comprend une introduction dans un four sous air à 700°C stabilisé, puis un maintien de 10 mins avant trempe à l'air. Enfin un vieillissement de 24 h à 700°C sous vide secondaire permet d'atteindre ce remodelage de la texture.

Cette texture naturelle du matériau s'est révélée très efficace et stable dans la durée à haute température sous vide pour faire de la DIC HR, comme le montre la figure 6.6.4. L'utilisation de telles textures naturelles a été employée par Stinville et al. dans le cadre d'essais monotones et cycliques sous air jusqu'à une température de 650°C [Stinville 17a]. Il est important de souligner la grande dépendance de cette texture à la chimie de l'alliage.



Fig. 6.6.4 – Texture naturelle avant (a) et après (b) 100h à 700°C sous vide secondaire sur le Mar-M200 + Hf. Images prises au MEB FEG en mode SE avec histogrammes associés et images en microscopie optique en champ clair.

Partie III : Étude qualitative de la répartition de déformation inter/intragranulaire

Sous quelles conditions de sollicitations thermo-mécaniques la déformation intergranulaire devient-elle prépondérante par rapport à la déformation intragranulaire?

La partie suivante vise à couvrir un large domaine de paramètres de sollicitations et microstructuraux afin d'identifier des conditions pour lesquelles la déformation intergranulaire joue un rôle prépondérant dans la déformation et l'endommagement du matériau. Après avoir présenté la méthodologie pour mettre en évidence de manière qualitative la contribution des joints de grains dans la déformation pour différentes sollicitations, les différents résultats sont mis en avant de la manière suivante :

- 1. Analyses et observations macroscopiques
- 2. Analyses et observations locales

Enfin l'influence des différents paramètres est discutée et regroupée dans une synthèse.

Chapitre 7

Analyse mécanique de la répartition de déformation

7.1 Choix des conditions expérimentales



Fig. 7.1.1 – Conditions expérimentales explorées.

Afin de mettre en évidence le domaine de prédominance de la déformation intergranulaire, une première campagne d'essais a été réalisée sur les microstructures **TGG** et **GG** en traction monotone pour 3 températures différentes (20, 500 et 700°C) ainsi qu'en fluage à 700°C / 700 MPa (figure 7.1.1).

Le chapitre bibliographique 2 a montré que des interactions entre bandes de glissement et joints de grains sont sources d'endommagement intergranulaire de la température ambiante jusqu'à 500°C aussi bien en fatigue qu'en traction, et que du glissement intergranulaire opère à 700°C / 700 MPa en fluage. Il est important de rappeler que cette limite supérieure de 700°C correspond à la température de fonctionnement visée pour la jante des disques de turbines.

7.2 Démarche expérimentale

L'approche expérimentale, résumée sur la figure 7.2.1, consiste à marquer la surface avec des rayures longitudinales sur la partie utile des éprouvettes préalablement polie afin de mettre en évidence du glissement intergranulaire ainsi que l'activité plastique intragranulaire pour une déformation plastique macroscopique de 1 %. Il s'agit de comparer les différentes conditions de sollicitation pour un même niveau de



déformation plastique macroscopique imposé. Celle-ci est mesurée *ex-situ* au microscope optique entre 2 marqueurs microstructuraux (voir annexe F). Cette méthode permet d'avoir une précision au micron de manière répétable et est commune à tous les essais présentés ici. L'ensemble des valeurs de déformations plastiques atteintes sont données dans le tableau 7.2.1.

La corrélation d'images numériques classique (DIC), c'est-à-dire au sens de la mécanique des milieux continus, est utilisée comme outil d'aide à la décision permettant de choisir des zones d'intérêts pour une analyse plus fine du marquage au MEB. Pour cibler les zones à étudier, on a fait le choix d'utiliser la déformation équivalente de Tresca qui permet de mieux rendre compte de l'activité plastique intragranulaire qui est générée par le cisaillement intense suivant certains plans cristallographiques. De plus elle permet de prendre en compte les déformations ε_{xx} , ε_{yy} et le cisaillement ε_{xy} dans le plan de l'échantillon.

	Sollicitation	Vitesse de chargement (s ⁻¹)	ε _{p atteinte} (%)
GG	traction 20°C	manuelle	0,99
	traction 500°C	10 ⁻⁴	0,97
	traction 700°C	10 ⁻⁴	1,03
	fluage 700°C / 700 MPa	manuelle	1,53
- TGG -	traction 20°C	manuelle	0,91
	traction 500°C	10 ⁻⁴	0,96
	traction 700°C	10 ⁻⁴	0,95
	fluage 700°C / 700 MPa	manuelle	0,78

Tab. 7.2.1 – Résumé des déformations plastiques appliquées pour chaque microstructure.

7.3 Comportement macroscopique

Dans un premier temps les courbes macroscopiques de traction monotone et de fluage sont présentées pour chacune des microstructures et pour une température considérée dans la figure 7.3.1. La microstructure **GG** est représentée en bleue et la microstructure **TGG**¹ en rouge. Les paramètres caractéristiques des microstructures sont reportés dans le tableau 7.3.1.

Pour toutes les températures, les deux microstructures présentent des modules de Young proches et une limite d'élasticité Rp0.2 plus importante pour la microstructure plus fine ce qui est en accord avec la relation de Hall-Petch. La différence en terme de limite d'élasticité tend à diminuer avec la température. Pour la microstructure **GG**, la chute de module est relativement faible alors que la microstructure **TGG** voit son module augmenter à 500°C avant de chuter brutalement à 145 MPa à 700°C. Il est important de rappeler que les micro-éprouvettes ne sont pas adaptées pour caractériser proprement les propriétés en traction d'une microstructure très grosse relativement à la taille de l'éprouvette. Pour la microstructure **TGG**, un essai de traction dans les mêmes conditions peut donner un module très différent qui est étroitement liée à l'orientation d'un très gros grains prédominant sur la base de mesure. On retombe quasiment sur les valeurs de module de l'étude de Thébaud sur la même microstructure mais sur des éprouvettes

^{1.} Un problème d'enregistrement lors de l'essai sur la microstructure TGG explique le manque de points de mesures dans le domaine plastique.



Chapitre 7 Analyse mécanique de la répartition de déformation

Fig. 7.3.1 – Courbes de Traction $\sigma_{rat} = f(\varepsilon_{rat})$ des microstructures **GG** et **TGG** en fonction des 3 températures considérées. Les courbes de traction à température ambiante sont mesurées avec un extensomètre à couteaux base 8,78 mm et d'un suivi de marqueurs pour les hautes températures (dispositif illustré sur 5.2.2).

	Température (°C)	Vitesse de chargement (s ⁻¹)	E (GPa)	Rp0.2 (MPa)
	20	manuelle	216	840
GG	500	10 ⁻⁴	189	772
	700	10 ⁻⁴	171	767
GG	20	5.10 ⁻³	223	964
[Thébaud 17]	700	10 ⁻⁴	166	863
TGG	20	manuelle	194	770
	500	10 ⁻⁴	201	731
	700	10 ⁻⁴	145	741

Tab. 7.3.1 – Résumé des propriétés en traction monotone avec les résultats sur la même microstructure **GG** dans l'étude de Thébaud [Thébaud 17].

plus grosses. Cependant ce n'est pas le cas pour la limite d'élasticité Rp0.2 qui est inférieur d'environ 100 MPa pour les températures 20°C et 700°C.

Les courbes de fluage² sont illustrées sur la figure 7.3.2 Ces courbes mettent en évidence l'effet durcissant des joints de grains qui est plus important pour la microstructure **GG** dans le stade primaire. Les courbes de vitesses montrent qu'un ordre de grandeur sépare les vitesses minimales des deux microstructures. Une taille de grains deux fois plus importante induit une vitesse de fluage beaucoup plus faible comme attendu. La comparaison avec les travaux de Thébaud [Thébaud 17] également à 700°C / 700 MPa, montre certaines différences : dans les essais menés par Thébaud, la microstructure **GG** atteint 1 % de déformation au bout de 100h. Cet écart important est supposé être lié à la différence de géométrie (cylindrique dans l'étude de Thébaud et à méplat ici) et au soudage du thermocouple fragilisant

^{2.} Pour l'éprouvette **TGG**, on notera un écart de 0,2% entre la mesure de déformation plastique par LVDT et la mesure au microscope optique entre 2 marqueurs microstructuraux. Cette dernière a été réalisée sur une base de mesure plus petite (11,182 mm) que la longueur de la partie utile (14 mm), expliquant la valeur supérieure de déformation.



Fig. 7.3.2 – Courbes de fluage $\varepsilon_{rat} = f(\Delta t)$ et $\dot{\varepsilon}_{rat} = f(\varepsilon_{rat})$ à 700°C/700 MPa sur les microstructures **GG** et **TGG**.

l'éprouvette.

7.4 Cartographies des champs de déformation et observations au MEB

Les résultats de corrélation d'images numérique classique (DIC) sont présentés ici pour chacune des microstructures et conditions d'essais avant d'analyser les zones d'intérêts identifiées. Chaque cartographie est superposée à l'état initial de la partie utile de l'éprouvette. L'état déformé correspondant est illustré à côté avec les caractéristiques du mouchetis, la distribution des valeurs de déformation équivalente ainsi que les paramètres de corrélation. Ces derniers ont été choisis afin de privilégier la résolution de la mesure de déplacement au détriment de la résolution spatiale. Les zones d'intérêt analysées au MEB sont repérées par des rectangles rouges numérotés. Pour faciliter la lecture des images des zones d'intérêt au MEB, les joints de grains, décalages de rayures et bandes de glissement sont tracés en superposition avec un code couleur donné sur la figure 7.4.1. Un marque page résumant les cartographies de déformation équivalente et distribution de valeurs obtenues pour les différentes microstructures et sollicitations est proposé au lecteur.

Les résultats sur la microstructure **GG** sont présentés en premier avec l'influence de la température en traction puis les résultats de l'essai de fluage à 700°C / 700 MPa avant d'aborder les différences avec la microstructure **TGG**.

7.4.1 Résultats sur la microstructure GG

Essais de traction à 20, 500 et 700°C

Les cartographies de déformation sont illustrées sur les figures 7.4.2, 7.4.3 et 7.4.4 pour les températures 20°C, 500°C et 700°C respectivement. Afin de pouvoir repérer les zones d'intérêts, l'image de la partie utile après déformation est affichée à côté. L'analyse de ces images met en évidences une dé-



Fig. 7.4.1 – Code couleur employé dans la suite de cette partie et illustration du changement de contraste au niveau d'un joint de macle après oxydation.

formation hétérogène à 2 échelles : à l'échelle de la partie utile et à l'échelle des grains. A l'échelle de la partie utile, les zones de forte déformation, inclinées à $\pm 45^{\circ}$ de l'axe de sollicitation (axe horizontal de la parie utile) et indiquées par des ellipses vertes, sont présentes quel que soit la température. Elles traversent la partie utile et se répartissent sous la forme de « macrobandes ». D'un point de vue mécanique elles correspondent à des zones de cisaillement maximales de l'éprouvette. À l'échelle des grains, la déformation n'est pas uniforme. Au sein d'un grain, elle peut se localiser sur certaines bandes de glissement, entourées par des ellipses rouges. Certaines zones de fortes densités de bandes de glissement ne sont pas systématiquement corrélées avec une forte localisation de la déformation. L'explication tient au fait que le système de glissement activé engendre un glissement avec une forte composante hors plan, n'induisant pas de déformation importante dans le plan.

La préoxydation des éprouvettes pour les essais en température permet de révéler les macles, les orientations cristallographiques ([Young 56]) et ainsi de mieux mettre en évidence la structure granulaire. À haute température, certains joints de macles semblent correspondre avec des localisations de la déformation plus intenses que sur des bandes de glissement.

L'analyse des zones d'intérêt au MEB FEG n'a montré aucun signe d'activité intergranulaire en dehors de certains joints de macles et ce à toutes les températures investiguées. À température ambiante, la zone Z1 (figure 7.4.5) présente 2 points triples, l'un à l'interface de zones à fort contraste de déformation plastique (2) et l'autre dans une zone de faible activité plastique (1). Aucun signe d'activité intergranulaire n'est mis en évidence. Cependant l'activité d'un triplet de bandes de glissement conduit à un début de fissure sur le joint, indiqué par les 2 flèches oranges dans l'image (4). Des traces de micro-volumes sont visibles en BSE sur l'image (2) et indiquées par des ellipses en pointillés noirs dans la partie zoomée. Ces micro-volumes sont caractérisés en contraste BSE par un changement de niveau de gris à l'intersection d'une bande de glissement avec un joint de grains avec une forme elliptique dans le grain voisin [Larrouy 15b]. La zone Z4 (figure 7.4.6) illustre une zone de forte déformation située de part et d'autre d'un joint de grains. Une analyse aux échelles plus fines permet de se rendre compte qu'il s'agit d'une zone maclée avec une forte densité de bandes de glissement à gauche du joint de macle. L'image (3), acquise



Fig. 7.4.2 – Image de la partie utile de l'éprouvette GG après déformation et cartographie de la déformation équivalente de Tresca superposée à l'état initial. Le covariogramme correspondant au mouchetis ainsi que la taille de subset et le pas utilisés sont illustrés à gauche. La distribution des valeurs est donnée en échelle linéaire (noir) et logarithmique (gris).



Fig. 7.4.3 – Image de la partie utile de l'éprouvette GG après déformation et cartographie de la déformation équivalente de Tresca superposée à l'état initial. Le covariogramme correspondant au mouchetis ainsi que la taille de subset et le pas utilisés sont illustrés à gauche. La distribution des valeurs est donnée en échelle linéaire (noir) et logarithmique (gris).



Fig. 7.4.4 – Image de la partie utile de l'éprouvette **GG** après déformation et cartographie de la déformation équivalente de Tresca superposée à l'état initial. Le covariogramme correspondant au mouchetis ainsi que la taille de subset et le pas utilisés sont illustrés à gauche. La distribution des valeurs est donnée en échelle linéaire (noir) et logarithmique (gris).

à plus fort grossissement avec les détecteurs SE montre que l'on peut aussi repérer les joints de macles par changement d'orientation des précipités γ' (alignés suivant les flèches rouges). Le décalage cumulé des rayures au niveau de ce joint de macle est de l'ordre de 0,8 µm. De l'autre côté de cette zone maclée, une bande de glissement interagit avec le joint de grains en entraînant un décalage de rayures ainsi qu'un endommagement indiqué par des flèches oranges sur l'image (4).



Fig. 7.4.5 – Zone 1 observée en optique champs sombre et MEB FEG après essai sur microstructure **GG** à température ambiante.

Pour les essais de traction en température, les micro-éprouvettes sont exposées pour une durée maximale de 3h30 (durée de stabilisation et essais) en plus d'une pré-oxydation de 1h, ce qui correspond à une épaisseur d'une vingtaine de nanomètres à partir des valeurs de Kp de l'étude de Thébaud sur la microstructure **GG** [Thébaud 17]. Ainsi les fissures observées à la surface sont liées à l'activité plastique du substrat ou à son endommagement et non juste à une fissuration de la couche d'oxyde. Un autre argument en ce sens consiste à noter que les fissures ont toutes des orientations et localisations liées à la microstructure alors que dans le cas d'une fissuration de la couche d'oxyde, celle-ci se rompt préférentiellement en mode 1 à 90° de l'axe de sollicitation. Un endommagement intergranulaire plus important qu'à 20°C a été relevé dont certaines semblent liées à l'interaction avec des joints de macle.

À 500°C, les zone Z1, Z4, Z5 et Z7 (figures 7.4.7, 7.4.8, 7.4.9 et 7.4.10) illustrent un faible endommagement similaire aux joints de grains en interaction avec des bandes de glissement. La rupture d'intermétalliques aux joints de grains (images (1) de la Z5, (3) et (4) de la Z1) soulignent l'intensité des contraintes locales mises en jeux. Enfin, l'activité plastique de certains joints de macles semblent corréler avec un début d'endommagement intergranulaire comme le montre les images (1) et (4) de la Z7.

À 700°C, un nombre d'endommagement intergranulaire plus important a été relevé dont certains sont liés à l'interaction avec des joints de macle. Les zones Z1, Z4, Z8 et Z9 (figures 7.4.11, 7.4.12 et 7.4.13) montrent des dommages et rotations liées à l'activité de joints de macles. Les rotations locales sont



Fig. 7.4.6 – Zone 4 observée en optique champs sombre et MEB FEG après essai sur microstructure **GG** à température ambiante.



Fig. 7.4.7 – Zone 1 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure GG à 500°C.



Fig. 7.4.8 – Zone 4 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure GG à 500°C.



Fig. 7.4.9 – Zone 5 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure GG à 500°C.



Fig. 7.4.10 – Zone 7 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure GG à 500°C.

mises en évidences par la courbure progressive du réseau de rayures indiquée par des flèches courbées rouges. Les dommages intergranulaires les plus importants ont une extension de l'ordre du dixième de micron. Cependant il est important de noter que l'interaction d'un joint de macle avec un joint de grains n'entraîne pas systématiquement d'endommagement comme le montre les images (2) de la Z9 et la Z8.



Fig. 7.4.11 – Zone 1 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure GG à 700°C.



Fig. 7.4.12 – Zones 3 et 4 observées en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure **GG** à 700°C.



Fig. 7.4.13 – Zones 8 et 9 observées en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure **GG** à 700°C.

Essais de fluage à 700°C / 700 MPa

La figure 7.4.14 montre la cartographie de déformation équivalente et l'état après une déformation plastique macroscopique de 1,58 % en fluage à 700°C / 700 MPa . Contrairement à l'essai de fluage sur **TGG**, les images ont été acquises en mode de contraste interférentiel différentiel circulaire (C-DIC) et permet ainsi de montrer la faisabilité de réaliser de la DIC à haute résolution sur des essais de fluage à haute température sous air sur une durée de 30 h. A l'échelle de la partie utile, la répartition de déformation est assez homogène avec une bande inclinée à 45° à droite qui se déforme plus que le reste. Au sein de cette bande, la déformation se localise sur des joints de macles (Z1, Z4, Z5, Z6, Z7, et Z8) et des joints de grains qui interagissent entre eux formant un réseau sur la cartographie de déformation de Tresca. En dehors de cette bande, d'autres zones de localisation correspondent à des joints de macles (Z9 et Z10) mais avec des intensités de déformation plus faibles. Étant donné le niveau de déformation plastique macroscopique supérieur, la comparaison avec les autres conditions d'essai est plus délicate. Néanmoins, la comparaison avec les essais de traction effectués sur la même microstructure montre que beaucoup plus de localisations ont lieu sur les joints de grains en fluage.

Les analyses au MEB se sont focalisées sur la «macrobande» de forte déformation. Les observations des zones Z1, Z4, Z5 et Z6 (figures 7.4.15, 7.4.16, 7.4.17, 7.4.18, et 7.4.19 respectivement) révèlent un endommagement intergranulaire nettement plus important qu'en traction. Des décalages de rayures nets de plusieurs microns sont observés systématiquement dans les cas de fissures intergranulaires et de glissements sur joints de macles ou intragranulaires. Les zones Z1, Z4 et Z5 mettent clairement en évidence le lien étroit entre endommagement du joint de grains et interaction joint de macle et plasticité intragranulaire. La zone le long des joints de macles et/ou bandes de glissement n'est pas endommagée, alors que les zones en aval présentent une sur-épaisseur d'oxyde témoignant de l'ouverture locale du joint. Dans la Z5 (figure 7.4.18), la mesure du décalage de rayures au niveau d'une forte localisation de déformation donne 2 µm. Un tel décalage indique un cisaillement avec une forte composante planaire le long de la bande et est corrélé avec les valeurs élevées de déformation dans le plan. Ce cisaillement induit de forts reliefs aux extrémités. En zoomant sur ces extrémités, les rayures mettent en évidence de fort gradients de rotations par courbure du réseau de rayures. Enfin il est important de noter l'endommagement et le glissement intergranulaire (figure 7.4.19) dans les zones Z5 et Z6 sans lien direct avec l'interaction de bandes de glissement ou de joints de macles.



Fig. 7.4.14 – Image de la partie utile de l'éprouvette GG après déformation et cartographie de la déformation équivalente de Tresca superposée à l'état initial. Le covariogramme correspondant au mouchetis ainsi que la taille de subset et le pas utilisés sont illustrés à gauche. La distribution des valeurs est donnée en échelle linéaire (noir) et logarithmique (gris).



Fig. 7.4.15 – Zone 1 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure **GG** en fluage à 700°C / 700 MPa.



Fig. 7.4.16 – Zone 4 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure **GG** en fluage à 700°C / 700 MPa.



Fig. 7.4.17 – Zone 5 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure **GG** en fluage à 700°C / 700 MPa.



Fig. 7.4.18 – Zone 5 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure **GG** en fluage à 700°C / 700 MPa.


Fig. 7.4.19 – Zone 6 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure **GG** en fluage à 700°C / 700 MPa.

7.4.2 Résultats sur la microstructure TGG

Essais de traction à 20, 500 et 700°C

Les cartographies de déformation sont illustrées sur les figures 7.4.20, 7.4.21 et 7.4.22 pour les températures 20°C, 500°C et 700°C respectivement. Comme pour la microstructure **GG**, une déformation hétérogène au sein des grains mais aussi le long de la partie utile avec des «macrobandes» de cisaillement inclinées à $\pm 45^{\circ}$ de l'axe de sollicitation est observée. Cependant, les hétérogénéités de déformation à l'échelle du grain et de la partie utile sont nettement plus marquées et intenses. Les éprouvettes sollicitées à 500 et 700°C concentre une majeure partie de la déformation sur la moitié de la partie utile. Quel que soit la température, des localisations intenses le long de bandes de glissement ou joints de grains sont beaucoup plus marquées dans cette microstructure. Ainsi pour un même niveau de déformation plastique macroscopique, la microstructure **TGG** présente une répartition de déformation beaucoup plus hétérogène que la microstructure **GG**.

Les mêmes observations ont été faites au MEB sur la microstructure **TGG** et aucun glissement intergranulaire n'a été mis en évidence en dehors de certains joints de macles. À température ambiante, les zones Z1 et Z3 représentées sur la figure 7.4.23 montrent que les forts contrastes de déformation plastique n'induisent pas de décalage net de rayures au niveau des joints de grains. Les flèches oranges indiquent un endommagement du joint dans la Z1 et un décalage de rayure engendré par une bande de glissement. La zone Z6 (figure 7.4.24) représente un point triple entouré par des grains fortement plastifiés. Les flèches indiquent des décalages nets de rayures au niveau des bandes de glissement.



Fig. 7.4.20 – Image de la partie utile de l'éprouvette TGG après déformation et cartographie de la déformation équivalente de Tresca superposée à l'état initial. Le covariogramme correspondant au mouchetis ainsi que la taille de subset et le pas utilisés sont illustrés à gauche. La distribution des valeurs est donnée en échelle linéaire (noir) et logarithmique (gris).



Fig. 7.4.21 – Image de la partie utile de l'éprouvette TGG après déformation et cartographie de la déformation équivalente de Tresca superposée à l'état initial. Le covariogramme correspondant au mouchetis ainsi que la taille de subset et le pas utilisés sont illustrés au-dessus. La distribution des valeurs est donnée en échelle linéaire (noir) et logarithmique (gris).



Fig. 7.4.22 – Image de la partie utile de l'éprouvette TGG après déformation et cartographie de la déformation équivalente de Tresca superposée à l'état initial. Le covariogramme correspondant au mouchetis ainsi que la taille de subset et le pas utilisés sont illustrés à gauche. La distribution des valeurs est donnée en échelle linéaire (noir) et logarithmique (gris).



Fig. 7.4.23 – Zones Z1 et Z3 observées en optique champs sombre et MEB FEG après essai sur microstructure **TGG** à température ambiante.



Fig. 7.4.24 – Zone Z6 observée en optique champs sombre et MEB FEG après essai sur microstructure **TGG** à température ambiante.

Pour l'essai mené à 500°C, les zones Z2 et Z5 et Z6 représentées sur les figures 7.4.25, 7.4.26 et 7.4.27, montrent de l'endommagement au niveau des joints de grains lié à une interaction avec des bandes de glissement. Sur les images (1) de la Z6 et (4) de la Z5, les flèches oranges indiquent une rupture de continuité de la couche d'oxyde entraînée par un plan de glissement sortant. Cette rupture correspond à une forte composante hors plan car aucun décalage net de rayures n'est distinguable.



Fig. 7.4.25 – Zone 2 observée en optique C-DIC et MEB FEG après essai sur microstructure TGG à 500°C.

À 700°C, les zones Z15 et Z19 (figures 7.4.28 et 7.4.29) illustrent des interactions joint de grains avec joints de macles actifs (traits pointillés verts) qui sont sources d'endommagement, indiqués par les flèches oranges, et de faible rotations locales de rayures (flèche rouge sur image (2) de la Z15). Au niveau du joint de grains endommagé, aucun décalage de rayures n'est observé. Cependant l'activité plastique de la macle de la Z19 engendre un décalage d'environ 1 μ m, nettement supérieur à tous les décalages observés dans la microstructure **GG** pour la même température et déformation plastique macroscopique.



Fig. 7.4.26 – Zone 5 observée en optique C-DIC et MEB FEG après essai sur microstructure TGG à 500°C.



Fig. 7.4.27 – Zone 6 observée en optique C-DIC et MEB FEG après essai sur microstructure TGG à 500°C.



Fig. 7.4.28 – Zone 15 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure **TGG** à 700°C.

Z19



Fig. 7.4.29 – Zone 19 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure **TGG** à 700°C.

Essais de fluage à 700°C / 700 MPa

La figure 7.4.30 montre l'état avant et après déformation en fluage à 700°C / 700 MPa pour la microstructure **TGG**. La première correspond à un arrêt à 0,45 % de déformation rationnelle macroscopique et la seconde à un arrêt à 1,58 %. La comparaison des deux microstructure est donc plus délicate. La corrélation d'image n'a pas donné de résultats satisfaisant pour cet essai car le mode de contraste champ sombre s'est révélé trop sensible à l'évolution de la surface induite par l'oxydation à haute température. Les images de la figure 7.4.30 montre clairement le changement très important des niveaux de couleurs.

Malgré l'absence de cartographie de corrélation d'images pour cette microstructure, il a été choisi de privilégier les zones présentant des macles. De la même manière que la microstructure **GG**, l'observation de ces zones au MEB conventionnel révèle beaucoup plus d'endommagement intergranulaire qu'en traction. D'autre part ces dommages sont étroitement corrélés avec des joints de macles sur lesquels des décalages de rayures nettement plus importants sont observés. Dans les zones Z3 et Z6 illustrées sur les figures 7.4.31, 7.4.32 et 7.4.34, les décalages de rayures au niveau des joints de macles atteignent des valeurs comprises entre 1 et 2 µm soit autant que la Z5 de la microstructure **GG** pour une déformation macroscopique trois fois inférieure (figure 7.4.18). Les flèches orange indiquent les décalages de rayures, les fissures ainsi que les reliefs induits par les gradients de rotations. Ces dernières, particulièrement bien visibles en optique C-DIC, ont été souvent repérées au niveau de l'interaction de joints de macle avec un joint de grains. La figure 7.4.33, correspondant à la zone Z4, illustre un net endommagement sur le bord de l'éprouvette ainsi qu'un autre type d'endommagement caractérisé par l'ouverture du joint de grains. Les flèches oranges montrent que le joint ouvert est recouvert d'un oxyde formé en surface sauf sur une extrémité ou l'ouverture n'est pas bouchée.

Ainsi la comparaison avec la microstructure **GG** montre un endommagement intergranulaire similaire mais plus précoce et intense sur la microstructure **TGG** (niveau de déformation plastique macroscopique de 0,45 % << 1,58 %).



Fig. 7.4.30 – Images observées en champs sombre avant (à gauche) et après (à droite) déformations en fluage de la partie utile de l'éprouvette **TGG**.



Fig. 7.4.31 – Zone 3 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure **TGG** en fluage à 700°C / 700 MPa.



Fig. 7.4.32 – Zone 3 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure **TGG** en fluage à 700°C / 700 MPa.



Fig. 7.4.33 – Zone 4 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure **TGG** en fluage à 700°C / 700 MPa.

7.4.3 Résultats des essais de fluage in-situ à 700°C / 700 MPa

Bien que la DIC *in-situ* sur essai de fluage à 700°C / 700 MPa n'a pas pu être réalisé, ces essais apportent des informations sur la chronologie des évènements. Les figures 7.4.35 et 7.4.36 illustrent les essais *in-situ* sur la microstructure **TGG** sans mouchetis et avec mouchetis respectivement. Tout d'abord les courbes de déformation-temps montrent des résultats répétables sur cette microstructure bien que l'état de surface soit différent. Les faciès de rupture acquis en optique mettent en évidence deux couleurs caractéristiques de l'oxydation qui témoignent de durées d'exposition à l'air différentes. Le bleu correspond à des durées d'exposition plus longues donc aux zones d'amorçage de fissures qui sont manifestement intergranulaires. Le jaune doré correspond à la courte durée entre le moment ou l'éprouvette se rompt et le retour à température ambiante. Ces observations concordent donc avec les résultats de la littérature qui incriminent les joints de grains comme points faibles de la microstructure en fluage haute température.

La figure 7.4.35 montre la zone suivie optiquement au Questar qui correspond à la zone de rupture. L'amorce qui a lieu à cœur d'éprouvette présente un caractère planaire fort aussi bien en surface qu'en volume suggérant que cette amorce pourrait correspondre à un joint de macle. La figure 7.4.36 illustre quelques traces de glissement présentes juste après le chargement en fluage. Puis d'autres traces s'accumulent avec l'accroissement de la déformation plastique (indiquées par des flèches oranges)mais il est impossible de déterminer s'il s'agit de bandes de glissement ou d'un joint de macle actif.



Fig. 7.4.34 – Zones 5 et 6 observées en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstructure **TGG** en fluage à 700°C / 700 MPa.



Fig. 7.4.35 – Amorçages de fissures intergranulaires en fluage à 700°C / 700 MPa sur la microstructure TGG.



Fig. 7.4.36 – Évolution d'un agrégat de grains au cours de l'essai de fluage et faciès de rupture de la microstructure TGG.

Chapitre 8

Synthèse et discussion

Le tableau 8.0.1 récapitule les caractéristiques des distributions de déformation équivalente issues de la DIC classique de chaque éprouvette. Il permet de caractériser l'hétérogénéité de la déformation à l'échelle de la partie utile au travers d'indicateurs statistiques tels que la moyenne, l'écart-type et le mode ou valeur dominante. Pour calculer les différentes caractéristiques de la distribution, un seuil à 10 % de déformation a été retenu afin de ne pas faire apparaître les déformations parasites dues à des points erronés. Pour comparer des niveaux de déformation plastique différents, un écart-type et un mode ¹ relatif sont utilisés. Ils correspondent au rapport de l'écart-type ou du mode sur la déformation plastique macroscopique appliquée. La déformation sera d'autant plus hétérogène que l'écart-type relatif est élevé et la valeur dominante faible par rapport à la moyenne. Pour faciliter la comparaison entre les microstructure et conditions de sollicitation, l'ensemble des cartographies de déformation équivalente de Tresca sont regroupées sur les figures 8.0.1 et 8.0.2 pour les microstructure **GG** et **TGG** respectivement.

	Sollicitation	Tresca moyen (%)	Tresca mode relatif	Tresca écart-type
			(%)	relatif (%)
GG	traction 20°C	0.868	0.37	1.14
	traction 500°C	0.804	0.34	0.71
	traction 700°C	0.748	0.47	0.52
	fluage 700°C / 700	1.29	0.51	0.53
	MPa			
TGG	traction 20°C	0.842	0.41	0.81
	traction 500°C	0.705	0.1	0.85
	traction 700°C	0.738	0.14	0.90
	fluage 700°C / 700			
	MPa	-	-	-

Tab. 8.0.1 – Résumé des moyennes et écart-types de déformation équivalente de Tresca obtenue par DIC

Pour les essais de traction à l'ambiante, la répartition de la déformation est similaire pour les 2 microstructures : leurs distributions possèdent une moyenne et valeur dominante proches. Cependant, l'écarttype très élevé de la microstructure **GG** rend compte d'une déformation très hétérogène qui est liée à un plus fort niveau de bruit sur cet essai. Pour les essais de traction en température, qui sont moins entachés

^{1.} Le mode, ou valeur dominante, de la distribution correspond à la valeur de déformation équivalente la plus fréquente. Cet indicateur statistique est peu sensible au bruit.

de valeurs aberrantes, il y a une différence majeure sur l'évolution de la distribution de déformation entre les deux microstructures. Pour la microstructure **GG**, l'écart-type relatif diminue avec l'augmentation de la température et la valeur dominante augmente. La distribution de la déformation est moins étalée et est donc plus homogène à haute température. Le profil moyen le long de la partie utile montre un étalement plus important à 700°C. A l'inverse, la microstructure **TGG** présente une déformation très hétérogène : les distributions des valeurs possède des écart-types relatifs nettement plus élevés et des valeurs dominantes très faibles. Le profil moyen illustre une déformation de 0,3% sur la moitié de la partie utile puis une montée brutale à 2%. Enfin,la comparaison entre la traction et le fluage sur la microstructure **GG** indique que la partie utile se déforme de manière plus homogène en fluage.



Fig. 8.0.1 – Comparaison des cartographies de déformation équivalente de Tresca sur la microstructure GG en fonction du type de sollicitation (traction et fluage) et des 3 températures considérées (20, 500 et 700°C). L'histogramme des valeurs et le profil moyen le long de la partie utile est donné pour chacune des cartographies.



TGG à 500°C $\varepsilon_p=0,96\%$



Fig. 8.0.2 – Comparaison des cartographies de déformation équivalente de Tresca sur la microstructure **TGG** en fonction des 3 températures considérées (20, 500 et 700°C). L'histogramme des valeurs et le profil moyen le long de la partie utile est donné pour chacune des cartographies.

Influence du type de sollicitation

Les essais de fluage à 700°C / 700 MPa favorisent les phénomènes de localisation de la déformation et d'endommagement aux joints de grains comparativement aux essais de traction. Pour un niveau de déformation plastique macroscopique inférieur aux essais de traction, des glissements intragranulaires et intergranulaires plus intenses sont mis en évidence par de plus grands décalages de rayures. De plus, l'écarttype de déformation équivalente est plus important en fluage qu'en traction pour la même température et microstructure. L'application d'une charge constante favorise donc l'accumulation de dislocations suivant les systèmes déjà activés. Ainsi la déformation résultante est beaucoup plus localisée et explique l'hétérogénéité de déformation plus important e comparée aux essais de traction. Les observations montrent aussi un nombre plus important de rotations intenses à l'intersection de bandes de glissement et joints de macles actifs avec des joints de grains dans le cas du fluage. L'accumulation de dislocations sur les systèmes de glissement activés lors d'un essai de fluage engendre des contraintes très élevées aux extrémités des bandes de glissements qui nécessitent d'être accommodées par un autre mécanisme de déformation tel que la rotation du cristal ou la transmission au travers du joint ou par la création d'endommagement.

Influence de la température

L'augmentation de température engendre un endommagement plus marqué aux joints de grains quelle que soit la microstructure considérée. Or une augmentation de température s'accompagne d'une mobilité supérieure des dislocations aidée par la diffusion de lacunes donc d'une accumulation plus rapide des dislocations aux joints de grains qui pourrait expliquer ces observations, notamment en traction.

Influence de la taille de grains

La comparaison des cartographies de déformation équivalente montrent une déformation nettement plus hétérogène et une localisation très intense sur certains joints de grains dans le cas de la microstructure **TGG** (figures 8.0.1 et 8.0.2). Les analyses aux échelles plus fines n'ont révélé aucune différence sur les endommagements. Cependant, en fluage, une intensité de glissement plus importante est relevée pour la microstructure **TGG** pour un niveau de déformation plastique macroscopique nettement inférieur. Plus la taille de grains est importante, plus les bandes de glissement sont longues et peuvent accumuler des dislocations générant ainsi des contraintes plus élevées aux extrémités.

Limites de l'approche adoptée

L'approche multi-échelles mise en œuvre s'est révélée efficace et nécessaire pour discriminer des zones d'intérêts en rapport avec l'objectif cherché, à savoir les zones de forte déformation situées aux joints de grains. Cependant, cette approche présente certaines limites qu'il est nécessaire de rappeler. En premier lieu, l'analyse proposée est uniquement 2D et *ex-situ*. Elle ne permet pas de retracer la chronologie complète des mécanismes de déformations et d'endommagement qui ont lieu aussi bien en surface (glissement hors-plan) qu'en volume. De plus, il est impossible d'évaluer de manière fiable du glissement inférieur au micromètre par décalage de rayures pour une déformation plastique macroscopique appliquée de 1 %, ce qui limite le domaine d'investigation possible. D'autres études qui ont utilisé la même méthodologie soulignent ces limites et montrent que le faible nombre d'évènements de glissement intergranulaire

mesurés ainsi que les gros écarts-types d'une étude à une autre rend difficile toute interprétation crédible [Sandström 16, Stevens 66].

La corrélation spatiale qui a été faite entre les joints de macle et la localisation de la déformation présente quelques limitations. Il s'agit d'une identification qualitative des joints de macles qui ne permet pas de lever l'incertitude dans certains cas. Les paramètres de corrélation d'images numériques (DIC) peuvent influer sur la localisation ou non de la déformation et la distribution des valeurs. Ici, les paramètres de corrélation choisis privilégient la résolution de la mesure et un niveau de bruit beaucoup plus faible au détriment de la résolution spatiale, d'où une localisation moins précise. Ce paramétrage peut donc cacher des phénomènes de localisations de faible intensité (bandes de glissement, joints de grains etc ...). Cette approche est donc qualifiée de qualitative car étroitement dépendante des paramètres de corrélation.

Cette campagne a permis de mettre en évidence, de manière qualitative, une plus forte contribution des joints de grains dans la déformation et l'endommagement en fluage à 700°C / 700 MPa qu'en traction monotone à 700°C. Les limites de l'approche adoptée et la nécessité de réaliser une étude plus fine des mécanismes et du rôle de certains joints de grains pour comprendre leur endommagement sont identifiées. C'est l'objet de la partie IV, dans laquelle une étude plus poussée est réalisée en couplant la méthode H-DIC à différentes échelles avec l'EBSD.

Points clés

Essais de traction :

- Avec la méthodologie employée (décalage de rayures) il est montré que la contribution de la déformation intergranulaire est faible pour la vitesse de traction considérée (10⁻⁴ s⁻¹)
- □ La répartition de déformation est beaucoup plus hétérogène pour la microstructure **TGG** comparée à la microstructure **GG**
- □ En dehors de certains joints de macles, les joints de grains ne glissent pas pour les deux microstructures étudiées **GG** et **TGG**
- L'augmentation de la température entraîne une oxydation de la surface et de plus en plus d'endommagement au niveau des joints de grains

Essais de fluage à 700°C / 700 MPa :

- L'approche adoptée a permis de mettre en évidence qualitativement que la contribution de la déformation intergranulaire est beaucoup plus importante qu'en traction monotone :
 - Les joints de grains, et en particulier certains joints de macles, glissent plus tôt et de manière plus intense
 - Beaucoup d'endommagement intergranulaire est observé en lien avec des interactions joints de grains / joints de macles
 - Certains joints de macles glissent et semblent étroitement corrélés avec une rotation locale

Partie IV : Étude mécanique et quantitative de la répartition de déformation inter/intragranulaire en fluage à 700°C / 700 MPa

Dans la partie III, il a été mis en évidence qualitativement que les joints de grains glissent très tôt et de manière intense en fluage à 700°C / 700 MPa alors qu'ils ne glissent pas ou peu en traction monotone pour les différentes températures (20, 500, 700°C) et microstructures étudiées (**GG** et **TGG**). L'autre élément marquant est l'endommagement intergranulaire plus important à haute température qui semble étroitement lié aux interactions avec la mobilité des joints de macles glissibles ou celle de bandes de glissement. L'objet de cette dernière partie est d'enrichir l'analyse des processus d'endommagements au niveau de certains joints de grains en couplant une technique de mesure de champs discontinus, la H-DIC, avec les informations cristallographiques obtenues par EBSD. Le premier chapitre détaille la démarche expérimentale et la stratégie de post-traitement mise en place. Les résultats de l'analyse mécanique de répartition de la déformation sont présentés dans le second chapitre avant d'aborder les analyses quantitatives et locales dans le chapitre suivant. Cette partie IV se clotura sur un chapitre discussion et synthèse qui vise à comparer ces résultats avec ceux de la littérature et proposer un scénario d'endommagement.

Chapitre 9

Démarche expérimentale

Dans cette partie, deux essais de fluage réalisés dans les mêmes conditions de sollicitations à savoir sous vide à 700°C / 700 MPa sont présentés. L'un porte sur la microstructure **GG** d'**AD730** et l'autre porte sur le matériau **Mar-M200 + Hf** qui ne présente pas de joints de macles. L'étude comparative de leur comportement permettra de valider le rôle néfaste de certains joints de macles et de mieux comprendre la transition du régime de déformation vers l'endommagement intergranulaire.

La présentation des résultats suit la démarche de post-traitement adoptée au cours de cette étude à savoir une analyse des éléments les plus grossiers vers les plus fins. Dans un premier temps les courbes macroscopiques de fluage et les résultats bruts des mesures de champs au microscope optique sont présentés. Une analyse mécanique de ces résultats est proposée dans le chapitre 10 en s'inspirant des procédures de post-traitement développées par Rupin et al. sur la problématique du glissement intergranulaire [Bourcier 13]. Puis les résultats d'un post-traitement original basé sur l'exploitation directe des mesures de glissements intragranulaires et intergranulaires en lien avec les données EBSD sont présentés dans le chapitre 11 avant d'aborder les analyses des zones locales au MEB et des données EBSD post-essais. Cette dernière approche s'inspire des travaux de Miao et Stinville sur le **René 88DT** en fatigue et en traction [Miao 09, Stinville 16a, Stinville 15c].

La différence de composition chimique des deux matériaux de l'étude importe peu étant donné qu'aucune analyse chimique ne sera développée dans la suite. Cependant il est évident que la chimie joue aussi un rôle dans l'endommagement intergranulaire. Cet aspect pourra être traité dans de futurs travaux.

9.1 Protocole d'essais de fluage multi-interrompus sous vide

Pour arriver à quantifier de manière fiable la contribution à la déformation des joints de grains, un cahier des charges et un outil de mesure de champs adapté ont été présentés dans le chapitre 6 sur la H-DIC. Il a été mis en évidence qu'il est primordial de développer un mouchetis stable à haute température et présentant idéalement une texture fine aléatoire, dense, isotrope et homogène pour être capable de réaliser de la mesure de champs à haute résolution. Or la mâitrise d'un tel mouchetis à haute température sous air est très complexe et a consommé une bonne partie du temps dédié à ces travaux sans franc succès. A l'inverse, un mouchetis naturel stable à haute température sous vide et réunissant toutes les conditions

pour faire de la H-DIC à haute résolution a pu être développé. Il a donc été choisi de réaliser des essais de fluage *ex-situ* sous vide avec différentes interruptions dans les premiers stades de déformation plastique macroscopique ($\varepsilon_p < 1\%$) pour s'intéresser à des niveaux pertinent vis à vis d'applications industrielles.

Le protocole expérimental est détaillé en annexe D. Il consiste à acquérir des grilles d'images avant et après déformation en prenant soin de ré-aligner l'éprouvette au degré près. Le recollement des images est réalisé sous FIJI avant de les aligner numériquement pour supprimer le déplacement de corps rigide et ainsi gagner du temps sur la corrélation d'images. Les détails de la procédure de recollement des images et d'alignement sont décris dans les annexes E avec des exemples d'auto-corrélation avant et après démontage, remontage et alignement de l'éprouvette au microscope optique. Les conditions d'acquisition des différents moyens d'observation sont résumées dans l'annexe D.

Dans le but d'atteindre les meilleures performances métrologiques au microscope optique, le contraste champ sombre a été privilégié pour sa capacité à mettre en évidence de manière très contrastée les plus petits objets de la surface tels que les précipités secondaires ¹. Malheureusement, le remodelage de l'oxyde de surface lors de la première étape de l'essai de fluage sous vide sur l'éprouvette d'**AD730 GG** a entraîné une évolution importante des niveaux de gris rendant inexploitable la H-DIC entre l'état E0 et E1. Cette modification de l'état de surface est illustrée sur la figure 6.6.3.

La figure 9.1.1 illustre les figures de pôle inverse (IPF) codées selon l'axe de sollicitation noté TD ainsi que les champs recollés au microscope optique après la pré-oxydation pour l'éprouvette d'**AD730 GG** et après le traitement de pré-oxydation et de vieillissement sous vide pour l'éprouvette de **Mar-M200 + Hf**. Les distributions des différents types de joints de grains associés à chaque éprouvette sont données sur les figures 4.1.7 et 4.3.3 respectivement. Les squellettes granulaires et les distributions associées mettent en lumière des différences majeures entre les deux matériaux, à savoir la présence de joints de macle dans l'éprouvette d'**AD730 GG** et la tortuosité importante des joints de grains de l'éprouvette de **Mar-M200 + Hf**.

9.2 Couplage EBSD / H-DIC à 2 échelles

Pour pouvoir identifier les différents types de joints de grains de manière fiable et relier leurs caractéristiques cristallographiques à leur aptitude au glissement, la technique EBSD a été couplée à la technique de mesure de champs discontinus H-DIC présentée dans le chapitre 6. Le principe général de la technique EBSD est rappelé en annexe A, les définitions autour de la classification des joints de grains en annexe B ainsi que le détail de la méthode utilisée pour aligner les 2 types de cartographies en annexe E.

Dans la partie précédente, la DIC classique a permis de mettre en évidence le comportement très hétérogène de la microstructure **GG** en fluage au travers d'une analyse complète de la partie utile (figure 7.4.14). Cette cartographie de déformation souligne l'importance du choix de la zone d'investigation locale et pose la question de la représentativité d'une mesure très locale à très haute résolution vis à vis de la contrainte vue par cette zone. Il a été vu que la déformation n'est pas uniforme le long de l'éprouvette avec notamment une évolution de la section par effet poisson. La contrainte n'est donc pas homogène. À l'heure actuelle peu d'études et de techniques permettent d'allier à la fois une grande zone d'analyse et

^{1.} Ce contraste est très sensible aux modifications de la surface comme le montre les essais de fluage sous air (figure 7.4.30).



Fig. 9.1.1 – Éprouvettes de fluage à méplat d'**AD730 GG** et **Mar-M200 + Hf** avec leur cartographie MO en champs sombre et EBSD codée selon l'axe de sollicitation correspondant à l'axe de traction des éprouvettes.

une haute résolution. Il est donc nécessaire de faire un compromis ou de réaliser une analyse à 2 échelles spatiales.

Ici, c'est la seconde solution qui a été choisie permettant de balayer l'échelle de la partie utile jusqu'au micromètre via les images MO et l'échelle de la centaine de micromètres jusqu'à la dizaine de nanomètres via les images MEB. Les figures 9.2.1 et 9.2.2 illustrent les textures de surface, leurs caractéristiques et les paramètres de H-DIC utilisés pour les 2 échelles considérées. Ce mouchetis naturel produit par le traitement de pré-oxydation et vieillissement sous vide s'avère très performant pour ces 2 échelles d'analyse. Les covariogrammes correspondant montrent que les mouchetis sont isotropes et quasiment aléatoires selon les deux directions X et Y. De plus les histogrammes témoignent d'une distribution de niveaux de gris étalée sur toute la gamme. On pourra remarquer que les tailles de grains de mouchetis, calculés à partir du covariogramme, correspondent à la taille de grain minimale recommandée par Sutton [Sutton 09].

Enfin, le même paramétrage de la corrélation a été employé pour les images issues du MEB avec la même fonction de forme. La taille de subset ainsi que le pas pour les images acquises au microscope optique ont été choisis de manière à avoir des dimensions spatiales comparables. Il est rappelé que la H-DIC permet une mesure quantitative de la plasticité et ce de manière indépendante des paramètres de corrélation. De grandes tailles de subset offrent un bruit plus faible, c'est pourquoi elles ont été privilégiées. Enfin, une quantification du bruit généré par le montage/démontage de l'éprouvette ainsi que la procédure de recollement des images sont illustrées sur la figure E.2.4 pour les acquisitions au microscope optique et sur la figure E.2.2 concernant une image au MEB.



Fig. 9.2.1 – Caractéristiques des textures de surface et paramètres de la H-DIC utilisés pour l'analyse au MO. Les subsets utilisés sont représentés sous forme de carrés blanc.

L'ensemble des paramètres choisis permettent une résolution spatiale comprise entre 1 et 1,1 µm pour les champs balayés en optique et 111,6 nm pour les champs balayés au MEB. Les résolutions théoriques atteignables en terme de déplacement sont de l'ordre de 0,1 px ce qui permet de balayer l'échelle de la centaine de nanomètres jusqu'à quelques nanomètres et le seuil de détection des sauts est compris entre 0,2 et 0,5 px. Ainsi l'approche expérimentale proposée permet de diviser par 2 le seuil de détection des sauts et d'augmenter d'un facteur 5 en optique et 50 au MEB la résolution spatiale par rapport à l'outil de micro-extensométrie développé par Soula [Soula 08].



Fig. 9.2.2 – Caractéristiques des textures de surface, paramètres de la H-DIC et d'acquisitions utilisés pour l'analyse au MEB. Les subsets utilisés sont représentés sous forme de carrés blanc.

Les zones acquises au MEB pour l'éprouvette d'**AD730 GG** et de **Mar-M200 + Hf** sont indiquées sur les figures de pôles inverses 9.2.3 et 9.2.4 respectivement. Le choix des zones est motivé par la présence de macles mais aussi par les couples d'orientations <001>/<101>. En effet les travaux de Mataveli Suave et Mishra [Mataveli Suave 16, Mishra 95] montrent que ces configurations sont sources de contraintes intergranulaires importantes et d'endommagement. Les couples d'orientations choisis se situent dans deux domaines d'orientation centrés sur les pôles <001> et <101> avec un rayon de 15°, marqués en pointillés noirs sur la figure de pôle inverse codée selon l'axe de sollicitation TD 9.2.3.



Fig. 9.2.3 – Zones choisies pour les analyses locales au MEB pour l'AD730 GG.



Fig. 9.2.4 - Zones choisies pour les analyses locales au MEB pour le Mar-M200 + Hf.

Chapitre 10

Analyse mécanique de la répartition de déformation

10.1 Comportement macroscopique et mesures de champs



Fig. 10.1.1 – Courbes de fluage $\varepsilon_{rat} = f(\Delta t)$ et $\dot{\varepsilon}_{rat} = f(\varepsilon_{rat})$ à 700°C / 700 MPa sur les microstructures d'AD730 GG et Mar-M200 + Hf.

Les courbes de vitesse de déformation et déformation-temps des essais de fluage multi-interrompus réalisés sous vide à 700°C / 700 MPa, sont reportées sur la figure 10.1.1. Pour ces essais de fluage multi-interrompus, les courbes sont reconstruites à partir de plusieurs courbes de fluage correspondant aux différents arrêts indiqués en rouge par la lettre E suivie du numéro de l'étape, E0 signifiant l'état avant déformation. Les décrochements apparents, plus facilement visibles sur la courbe de déformation-temps du **Mar-M200 + Hf**, indiquent la zone de recollement des courbes.

L'AD730 GG flue plus vite dans le stade primaire avec une accélération puis une diminution de la vitesse de déformation lorsque le stade secondaire est déclenché. Le Mar-M200 + Hf flue moins vite dès le début dans le stade primaire ce qui souligne un durcissement plus important. Les courbes de vitesse montrent qu'un ordre de grandeur sépare les vitesses minimales des deux matériaux. Une taille de grains

six fois plus importante ainsi qu'une fraction volumique de précipités doublée induit une vitesse de fluage beaucoup plus faible pour l'alliage **Mar-M200 + Hf**. Cependant, bien que la vitesse minimale obtenue pour le **DS200** soit cohérente avec les résultats de la littérature, celle obtenue pour l'éprouvette d'**AD730 GG**, est plus étonnante. La vitesse obtenue est un ordre de grandeur plus élevée que la vitesse minimale obtenue par Thébaud dans les mêmes conditions et pour la même microstructure. Cet écart important est supposé lié à la différence de géométrie (cylindrique dans l'étude de Thébaud et à méplats ici) mais surtout au soudage du thermocouple qui a tendance à réduire la durée de vie du matériau.

D'après les travaux de Thibault et Soula, la contribution intergranulaire dans la déformation globale est étroitement liée à la vitesse minimale de fluage [Soula 08, Thibault 12] : lorsque celle-ci diminue, la contribution intergranulaire augmente. Au regard des courbes de fluages, on peut s'attendre à une contribution plus élevée des joints de grains pour le **Mar-M200 + Hf**.Suite à un problème technique, l'essai de fluage multi-interrompus sur le **Mar-M200 + Hf**, n'a malheureusement pas pu être caractérisé au delà de l'arrêt E1 associé à une déformation plastique de 0,2 %. C'est pourquoi il a été choisi de comparer les résultats avec l'éprouvette d'**AD730 GG** sur la base d'un même incrément de déformation plastique, donc en terme de déformation plastique relative, plutôt que raisonner en terme de déformation plastique absolue.

Les champs de déformation ε_{xx} mesurés pour un incrément de déformation macroscopique de 0,2 % sont illustrés sur les figures 10.1.2 et 10.1.3. Les profils illustrés correspondent à la valeur moyenne par colonne le long de l'axe horizontal. Ils permettent de rendre compte de l'état de déformation par section avec un pas de 1 µm. Ces cartographies et profils mettent en évidence :

- des niveaux d'hétérogénéités de déformation très différents d'un matériau à un autre :
 - l'AD730 GG présente des localisations intenses suivant des bandes réparties le long de la partie utile. Ces bandes semblent pour la plupart inclinée proche de 45° de l'axe de sollicitation ce qui suggère une activation des systèmes de glissement suivant la loi de Schmid. D'après les profils, la répartition de déformation est assez homogène et les écarts de déformation d'une section à une autre sont inférieurs à 0,3%.
 - le Mar-M200 + Hf présente quelques localisations suivant des bandes mais surtout une « macrobande » de déformation très intense à droite de la partie utile. Cette zone de déformation intense est inclinée à 45°, correspondant aux plans les plus sollicités en cisaillement. Une forme similaire à un grain est visible et témoigne du haut niveau de contraste de déformation entre ce grain et les grains voisins (mis en évidence sur la figure 10.2.2).
- des intensités de déformation très différentes pour un même incrément de déformation macroscopique :
 - le profil en rouge correspond à l'incrément de 0.2% de déformation macroscopique entre les étapes E2 et E1. La section qui se déforme le plus dans l'AD730 GG atteint une déformation moyenne ε_{xx} de 0,5% ce qui induit par effet poisson une contraction moyenne ε_{yy} de -0,36%.
 - à droite de la partie utile du Mar-M200 + Hf, la déformation moyenne ε_{xx} atteint 1,2 % soit
 6 fois plus que la déformation macroscopique appliquée et 10 fois plus que le milieu de la partie utile.

pour l'AD730 GG, le profil moyen noir obtenu entre les étapes E3 et E1 montre qu'il y a une augmentation de la déformation ε_{xx} le long de la partie utile associée à une contraction ε_{yy}. La conservation générale de la forme du profil montre que cette augmentation a lieu aux mêmes endroits qu'à l'étape E2. Cependant l'augmentation de déformation est plus importante sur les sections qui se déformaient le plus à l'étape précédente. Ces observations suggèrent que la déformation opère suivant les mêmes systèmes activés et de manière plus intense.

Certaines valeurs de déformation locales peuvent paraître très élevées étant donné leur écart à la déformation macroscopique appliquée mais une comparaison de la moyenne de la déformation sur tout le champ avec la déformation macroscopique montre un très bon accord (< 0,01%). Seule l'éprouvette de **Mar-M200 + Hf** est entachée d'un moins bon accord en raison du bruit présent sur l'extrémité gauche qui génère des pics à $\pm 100\%$. En effet il est important de rappeler que les moyens de mesure d'allongement par extensométrie conventionnelle ne donne qu'une valeur moyenne sur une base de mesure considérée. Le lecteur pourra trouver en annexe F et G.1 un comparatif des mesures obtenues par DIC et extensométrie conventionnelle ainsi que les cartographies de déplacement et de déformation associées aux différentes étapes avec les distributions des valeurs.


Fig. 10.1.2 – Champs de déformation ε_{xx} obtenue par comparaison de l'état E2 à l'état E1 pour l'**AD730 GG**. Les profils des déformations ε_{xx} et ε_{yy} correspondent à la moyenne par colonne. Ils indiquent ainsi l'état moyen de déformation par section tous les 1,1 µm.



10.1 Comportement macroscopique et mesures de champs

Fig. 10.1.3 – Champs de déformation ε_{xx} obtenue par comparaison de l'état E1 à l'état E0 pour le **Mar-M200** + **Hf**. Les profils des déformations ε_{xx} et ε_{yy} correspondent à la moyenne par colonne. Ils indiquent ainsi l'état moyen de déformation par section tous les 1 µm.

10.2 Répartition de déformation inter/intragranulaire

La littérature définit la contribution globale de la déformation intergranulaire à l'amplitude de la déformation totale d'un polycristal par le rapport ξ [Langdon 06] :

$$\xi = \frac{\varepsilon_{JdG}}{\varepsilon_{totale}}$$

Pour quantifier la contribution de la déformation intergranulaire à partir du champs de déformation, la méthode de Bourcier a été choisie [Bourcier 13]. Bien que différente de l'approche de Soula et Carter, elle revient à évaluer la même quantité scalaire à savoir la déformation intragranulaire et à la comparer à une déformation macroscopique pour en déduire la contribution intergranulaire [Soula 09, Carter 12c]. Ces méthodes ont pour point commun la conversion nécessaire de la mesure du glissement local en une déformation mais elles le font différemment. Les différentes méthodes de calculs de la déformation intergranulaire sont résumées ainsi :

• Calcul de la déformation intergranulaire développée par Rupin et utilisée par Bourcier [Bourcier 13] :

$$\varepsilon_{JdG} = \varepsilon_{totale} - \sum \frac{Aire_{grain}}{Aire_{totale}} \widetilde{\varepsilon_{grain}}$$

Avec $Aire_{grain}$ l'aire du grain considéré, $Aire_{totale}$ l'aire du domaine d'analyse considéré, $\widetilde{\varepsilon_{grain}}$ la déformation moyenne du grain considéré

• Calcul de la déformation intergranulaire développée par Soula et utilisée par Thibault [Soula 09, Soula 10, Thibault 13] :

$$\varepsilon_{JdG\,axe/x} = \frac{1}{D_{moyen}}\widetilde{S_{axe/x}}$$

Avec D_{moyen} le diamètre moyen des grains et $\widetilde{S_{axe/x}}$ le glissement moyen selon l'axe de sollicitation \overrightarrow{x}

• Calcul de la déformation intergranulaire développée par Carter [Carter 14, Carter 12c] :

$$\varepsilon_{JdG\,axe/x} = \frac{L_{moy\,JdG}}{Aire_{totale}} \sum S_{axe/x}$$

Avec $L_{moy \ JdG}$ la longueur moyenne de joints de grains, $Aire_{totale}$ l'aire du domaine d'analyse considéré et $S_{axe/x}$ le glissement selon l'axe de sollicitation \overrightarrow{x}

La méthode retenue consiste à appliquer un masque sur les grains à partir d'une cartographie EBSD préalablement alignée sur les données de déformation puis de faire une segmentation pour partitionner la déformation moyenne par grain. Il s'agit de retrancher à la déformation totale, la déformation moyenne par grain pondérée par leur aire. Le paramètre critique de la méthode est l'espacement entre grains, ou «l'épaisseur» des joints de grains. Ici l'espacement est de 12 points de mesure soit environ 12 µm et la déformation totale correspond à la déformation moyenne du champ. Le grand avantage de cette méthode comparée aux autres méthodes est le post-traitement des données de mesure de champs relativement simple et direct ainsi que sa très grande résolution spatiale.

Les figures 10.2.1 et 10.2.2 présentent les résultats de la quantification moyenne de déformation ε_{xx} par grain en superposition aux cartographies de déformation ε_{xx} . Dans cette première approche seul

les grains reconstruits (à partir des relations qui lient une orientation à sa macle) ont été considérés pour faire le masque, c'est pour cela qu'aucune macle n'est visible. Les mêmes code couleur, échelles et taille de classe pour les histogrammes sont utilisés pour comparer les 2 matériaux.

Ces résultats confirment la plus grande hétérogénéité de déformation de l'éprouvette de **Mar-M200** + **Hf**. La distribution des valeurs moyennes de déformation ε_{xx} est beaucoup plus étalée : 8 grains sur 38 présentent une déformation moyenne supérieure à 0,5% donnant un écart-type de 0,244%. A l'inverse, l'**AD730 GG** présente une distribution plus resserrée s'étalant entre 0 et 0,6% de déformation avec 6 grains sur 414 qui présentent une déformation moyenne supérieure à 0,5% donnant un écart-type de 0,119%. Il est intéressant de noter que la cartographie de déformation ε_{xx} moyenne de l'**AD730 GG** fait apparaître des chapelets de grains plus déformés suivant deux « macrobandes » à 45° de l'axe de sollicitation. Ces « macrobandes » se situent sur la section la plus sollicitée en cisaillement de l'éprouvette ce qui explique pourquoi les grains sont plus déformés dans ces zones.



Fig. 10.2.1 – Distribution de la déformation ε_{xx} moyenne par grains pour l'**AD730 GG** sans prendre en compte les macles. Cette cartographie est obtenue par superposition de la déformation moyenne par grain sur le champ de déformation de la figure 10.1.2.

Les répartitions de déformation intra/intergranulaires des autres composantes 2D du tenseur de Green-Lagrange sont rassemblées dans la figure 10.2.3. Le calcul de la contribution des joints de grains dans la déformation ε_{xx} par la méthode présentée ci-dessus, montre une contribution des joints de grains près de deux fois plus faible dans le cas du **Mar-M200 + Hf**. Le même constat peut être fait pour la contribution intergranulaire suivant ε_{yy} . Cependant, la contribution intergranulaire est 30 fois supérieure dans la composante de cisaillement ε_{xy} pour le **Mar-M200 + Hf** comparé à l'**AD730 GG**. Ainsi la diminu-



Fig. 10.2.2 – Distribution de la déformation ε_{xx} moyenne par grains pour le **Mar-M200 + Hf**. Cette cartographie est obtenue par superposition de la déformation moyenne par grain sur le champ de déformation de la figure 10.1.3.

tion de la fraction linéique de joints de grains et leur dentelure s'accompagnent effectivement d'une baisse importante de leur contribution dans la déformation. L'autre résultat intéressant est la quasi conservation de la contribution des joints de grains suivant les composantes ε_{xx} et ε_{yy} lorsque la déformation appliquée augmente. Seule la composante en cisaillement est multipliée par quasiment 4,5 entre les étapes E3 et E2.



Fig. 10.2.3 – Contribution des joints de grains dans les différents termes du tenseur des déformations de Green-Lagrange pour l'AD730 GG et le Mar-M200 + Hf.

Synthèse des résultats

Cette première analyse macroscopique et mécanique des résultats issus de la H-DIC sur les images en microscopie optique montre que :

- Le Mar-M200 + Hf se déforme beaucoup plus lentement que l'AD730 GG et ne présente pas de stade primaire en fluage sous vide à 700°C / 700 MPa.
- Les cartographies de déformation montrent des hétérogénéités de déformation très différentes entre les deux matériaux. Beaucoup de localisations sont observées au sein des grains dans l'AD730
 GG mais la déformation reste globalement assez homogène contrairement au Mar-M200 + Hf qui présente peu de localisations intragranulaires mais une « macrobande » de déformation intense qui traverse la partie utile et inclinée à 45° de l'axe de sollicitation.
- La contribution intergranulaire est 2 fois moins importante pour le Mar-M200 + Hf suivant les composantes ε_{xx} et ε_{yy}. Cependant elle est près de 30 fois supérieure dans la composante de ci-saillement ε_{xy} ce qui suggère une composante en rotation très importante dans la région autour des joints de grains. En effet, en traçant la cartographie de rotation par rapport à Z (figure 10.2.4), il est mis en évidence une rotation plus importante de ce matériau au niveau de la zone de forte déformation.

- Pour l'AD730 GG, la contribution intergranulaire reste constante suivant les composantes ε_{xx} et ε_{yy} lorsque la déformation macroscopique augmente. Cependant le cisaillement connait un accroissement très important.
- Ces résultats ne prennent pas en compte les différentes classes de désorientation des joints de grains et il est nécessaire de faire attention à l'interprétation de ces valeurs moyennes. Aucune incertitude ni écart-type n'est donné sur la contribution intergranulaire car celle-ci dépend de beaucoup de paramètres dont il est difficile d'évaluer l'incertitude propre (alignement des données, bruit dans la dérivation, acquisition, corrélation ...). Il est bon de rappeler les limites de cette quantification qui, comme le souligne certains auteurs [Bourcier 13], sont étroitement liées aux paramètres de corrélation dans le cadre de la DIC classique mais aussi à la qualité du partitionnement des valeurs de déformation attribuée aux grains.



Fig. 10.2.4 – Champs de rotation par rapport à Z avec superposition de la cartographie des 3 classes de joints de grains considérés pour l'AD730 GG et le Mar-M200 + Hf. Les profils correspondent à la moyenne par colonne et donnent une idée de la rotation par section tous les 1 μm.

Chapitre 11

Analyse quantitative du glissement inter/intragranulaire

Après avoir exposé les résultats d'analyse macroscopique et mécanique, les résultats d'analyse locale vont désormais être présentés. De la même manière que la méthode de micro-extensométrie développée par Soula [Soula 10], la H-DIC permet d'accéder aux sauts de déplacement engendrés par le glissement intergranulaire mais aussi intragranulaire. Ce chapitre propose ainsi d'analyser directement les mécanismes de déformation et d'endommagement intergranulaire au travers des normes du glissement 2D inter et intragranulaire et de leurs orientations, plutôt que d'étudier le phénomène de glissement intergranulaire au travers de la mesure de déformation. Cette analyse est enrichie par les données EBSD qui permettent de rendre compte des configurations cristallographiques locales (orientation des grains, désorientation intra/intergranulaire ...) avant et après sollicitation mécanique.

Dans la suite de ce chapitre, les glissements présentés font référence à la norme du vecteur saut de déplacement noté $\overrightarrow{\tau}$ qui peut être assimilé au vecteur des Burgers cumulé dans le plan lorsqu'il s'agit de systèmes de glissement, ou du vecteur glissement intergranulaire voire même d'endommagement (ouverture d'une fissure). Il est donc primordial de vérifier l'origine et la nature de ces sauts de déplacement avant de pouvoir les interpréter. C'est ce qui est proposé à l'issue de la section 11.2 et plus en détail dans la section 11.4.

On rappel que θ correspond à l'angle entre la trace et l'axe horizontal du plan et γ correspond à l'angle entre la discontinuité et le vecteur $\overrightarrow{\tau}$. Lorsque un * est présent à côté d'un angle, cela signifie qu'il s'agit d'une valeur locale obtenue au niveau de la fenêtre de corrélation. Pour les données issues des acquisitions au microscope optique, le post-traitement a mis en évidence que le seuil de détection au-delà duquel le glissement peut être mesuré se situe au niveau de 0,3 µm. Seule la partie utile de l'éprouvette **GG** d'**AD730** est analysée dans la suite car aucun glissement supérieur à 0,3 µm n'a pu être détecté par la méthode en microscopie optique sur le **Mar-M200 + Hf**.

11.1 Cartographies des glissements 2D intergranulaires et intragranulaires sur la partie utile

Les cartographies de la norme des glissements 2D obtenues entre les états E2 et E1 puis E3 et E1 sont illustrées sur la figure 11.1.1 pour l'**AD730 GG**. La distribution des valeurs n'évolue pas entre les 2 états de déformation, la moyenne et l'écart-type restent sensiblement les mêmes bien que le nombre de valeur passe de 93 306 à 518 720 points de mesure. Quelques glissement de plus de 0,3 µm suivant des lignes sont détectés lors du premier incrément de déformation. L'augmentation de la déformation appliquée entraîne un glissement plus intense sur ces mêmes lignes ainsi que l'apparition d'autres bandes de glissement. Pour mieux se rendre compte de l'évolution du glissement au cours de la déformation, deux profils correspondant aux grains G20 et G31 sont tracés. La forme de ces profils présente une allure oscillante autour d'une ligne moyenne qui n'est pas constante suivant l'abscisse du profil. Pour le G20, le glissement tend à augmenter vers l'extrémité droite du profil et se stabilise alors que l'inverse est observé pour le G31. Dans les deux cas, la forme du profil se conserve au cours de la déformation.

La figure 11.1.2 présente les cartographies des angles γ^* pour les mêmes étapes de déformation. La distribution des valeurs évolue peu entre les 2 états de déformation, la moyenne augmente de 10° et l'écarttype passe de 94° à 86°. L'allure de la distribution se conserve et s'affine avec l'augmentation du nombre de points de mesure. En croisant cette information avec le code couleur périodique, les résultats montrent que le glissement a lieu majoritairement de manière colinéaire à la ligne de discontinuité et ce dès le premier incrément de déformation. En effet, les couleurs vertes et jaunes correspondent à une direction colinéaire à la discontinuité et doivent donc être sommées dans l'interprétation de la distribution. Ainsi, il peut s'agir de glissement intergranulaire dans lequel un grain glisse par rapport à l'autre et engendre un vecteur $\vec{\tau}$ colinéaire au joint de grain. Mais il peut aussi s'agir de glissement intragranulaire dans lequel le vecteur de Burgers est proche voire colinéaire avec la trace du plan de glissement. La distribution révèle aussi une présence non négligeable de configurations à 90° qui peuvent soit correspondre à un vecteur de Burgers orthogonal à la trace du plan de glissement soit à un début de fissure qui s'ouvre. Deux profils issus des grains G22 et G41 montrent l'évolution des angles θ^* et γ^* . Ils montrent que les valeurs locales oscillent autour d'une valeur moyenne qui se conserve avec l'augmentation de la déformation. En raisonnant en terme de système de glissement caractérisé par la trace de son plan et son vecteur $\vec{\tau}$ des Burgers cumulés, les résultats montrent que le système actif est le même au cours de la déformation.

Ainsi dans le cadre de l'application de la H-DIC sur des champs acquis au microscope optique, on retrouve des résultats similaires à ceux montrés au MEB lors de la validation de la méthode dans la partie 6. Cependant pour discriminer la nature de ces sauts de déplacement il est nécessaire de compléter l'analyse par une vérification locale au MEB et de coupler ces mesures avec le squelette granulaire.



Fig. 11.1.1 – Cartographies de la norme du vecteur glissement $\overrightarrow{\tau}$ dans le plan pour les états E2/E1 et E3/E1 de l'éprouvette d'**AD730 GG**. La distribution des valeurs est affichée avec le même code couleur entre 0 et 1,5 µm. Deux profils sont mesurés sur les joints de macles correspondant aux grains numérotés 31 et 20. Ils représentent l'évolution de la norme du vecteur glissement $\overrightarrow{\tau}$ entre les étapes E2 et E3.



Fig. 11.1.2 – Cartographies des angles γ* pour les états E2/E1 et E3/E1 de l'éprouvette d'AD730 GG. La distribution des valeurs des angles γ* est affichée avec le même code couleur périodique entre -180° et 180°. Deux profils sont mesurés sur les joints de macles correspondant aux grains numérotés 41 et 22. Ils représentent l'évolution des angles γ* et θ* entre les étapes E2 et E3.

11.2 Couplage des cartographies de glissement inter/intragranulaire avec l'EBSD

Les résultats de l'analyse de la partie utile au MEB et de la superposition du squelette granulaire sont illustrés sur les figures 11.2.1 et 11.2.2. Ils permettent de confirmer les éléments suivants :

- beaucoup de sauts de déplacement correspondent bien à du glissement sur des joints de macles. Les images MEB mettent en évidence des bandes de glissement intenses qui cisaillent l'oxyde utilisé comme mouchetis (Roi 2, 3, 4, 6, 7, 8). Il semble que la majorité des glissements sur joint de macles opère de manière colinéaire à la trace du plan de la macle. Une majorité des glissements sont de couleur verte ou jaune sur la cartographie des angles γ^{*} (figure 11.1.2) ce qui correspond à un vecteur τ colinéaire à la trace. Néanmoins, la Roi 9 montre du glissement orthogonal à la trace du joint de macle.
- quelques glissement détectés correspondent à du glissement intragranulaire mais il reste très minoritaire (Roi 5 et 10, Endo 2).
- de nombreux endommagements par ouverture du joint de grains (couleur bleue sur la cartographie des angle γ* en figure 11.1.2) sont souvent localisés à l'intersection d'un joint de macle qui glisse avec un joint de grains général HAGB (Endo 1, 2 et 3, Roi 9 et 11). Les amplitudes d'ouverture de fissures semblent liées à l'intensité du glissement sur joint de macle. Les mesures directes à partir des images MEB sont toutes supérieures aux valeurs de glissement mais dans le même ordre de grandeur (le μm). Cela peut facilement s'expliquer en rappelant que les mesures de glissement ont été réalisées à partir de l'état E1. Ainsi les mesures de H-DIC caractérisent uniquement la plasticité qui s'est développée à partir de cet état.
- quelques glissements sur joint de grains général **HAGB** n'impliquent pas d'interactions visibles en surface avec du glissement sur joint de macles (Roi 1, 5, 10, 12 et 13).

A partir du squelette granulaire il est possible de segmenter la cartographie de la norme du vecteur glissement $\vec{\tau}$ et ainsi d'obtenir des statistiques sur la distribution du glissement selon les 3 classes de désorientation de joints de grains considérées dans ces travaux. Les moyennes, écart-types, et moyennes pondérées par la fraction linéique du type de joint de grains sont reportés sur la figure 11.2.3. L'augmentation de la déformation s'accompagne d'une faible augmentation de l'intensité moyenne du glissement pour les **LAGB** et les joints de macles et d'une diminution du glissement moyen sur les **HAGB**. Ce résultat est étonnant compte tenu des observations précédentes. Les distributions de valeurs pour chaque classe de joints de grains au cours de la déformation, affichées sur la figure 11.2.3, montrent que le glissement moyen des **LAGB** provient d'un échantillon très petit (67 points de mesure pour l'étape E2 puis 777 pour l'étape E3). De plus, pour une fraction linéique proche (54 % de joints de macles et 44 % de **HAGB**), les distributions du glissement sur les **HAGB** sont mesurées sur une population 2 à 3 fois plus petites que sur joints de macles.

Afin de mieux estimer la contribution de chaque classe de joints de grains, le glissement moyen est multiplié par la fraction linéique associée à chaque classe de désorientation. Ainsi, on obtient que le glissement moyen pondéré par la fraction linéique est le plus élevé pour les joints de macle et qu'il



Fig. 11.2.1 – Cartographies de la norme du vecteur glissement dans le plan de l'état E3/E1 de l'éprouvette d'AD730
 GG avec le squelette granulaire superposé. Les observations au MEB FEG à l'issue de la dernière étape de déformation. Les traces et direction de glissement du système identifié pour les macles sont indiquées en trait plein et flèche pointillée noir respectivement.



Fig. 11.2.2 – Cartographies de la norme du vecteur glissement dans le plan de l'état E3/E1 de l'éprouvette d'AD730
 GG avec le squelette granulaire superposé. Les observations au MEB FEG à l'issue de la dernière étape de déformation. Les traces et direction de glissement du système identifié pour les macles sont indiquées en trait plein et flèche pointillée noir respectivement.

augmente avec la déformation macroscopique. Le glissement moyen sur **HAGB** se conserve au cours de la déformation et le glissement moyen sur **LAGB** est très marginal à l'échelle de la microstructure étudiée. On peut donc affirmer que statistiquement, les joints de macle glissent le plus dans cette microstructure.



Fig. 11.2.3 – Moyennes, écart-types et moyennes pondérées par la fraction linéique de joint de grains obtenues pour le glissement 2D dans l'AD730 GG. Les distributions des valeurs de glissement correspondantes pour chaque étape de déformation sont données en bas.

11.3 Étude des systèmes de glissement et du contraste de module d'élasticité

Après avoir mis en évidence le glissement important qui a lieu sur des joints de macle ainsi que son potentiel lien avec des endommagements intergranulaires, cette section sera dédiée à l'étude des glissements associés aux joints de macles. Ces résultats font échos aux études de Miao et Stinville sur le superalliage pour disque **René 88DT** dans lequel il a été mis en évidence un amorçage systématique de fissures au niveau des joints de macles en fatigue et en traction [Miao 09, Stinville 16a, Stinville 15c]. Bien

que le type de sollicitation soit différent, la procédure d'analyse mise en place par les auteurs est pertinente et a permis de mettre en évidence des critères d'identification de configurations microstructurales néfastes. Cette dernière repose sur l'étude des facteurs de Schmid des systèmes de glissement coïncidents avec les joints de macles, le contraste de module élastique de part et d'autre du joint de grains ainsi que la longueur des joints de macle.

Dans la partie bibliographique, il a été montré que plusieurs systèmes de glissement peuvent être actifs en fluage en fonction de la température et de la contrainte (figure 2.2.3). Dans le domaine de sollicitation étudié ici, à savoir 700°C / 700 MPa, les mécanismes de déformation intragranulaire susceptibles d'opérer sont :

- le contournement des précipités ou leur cisaillement par des dislocations parfaites de matrice a/2<110> dans les plans {111} avec création de Paroi d'Antiphase (APB). La norme du vecteur de Burgers correspondant est b = 0, 245 nm [Devaux 14a].
- le cisaillement par dislocations partielles de Shockley a/6 <112> dans les plans {111} avec création de fautes d'empilement. La norme du vecteur de Burgers correspondant est b = 0,146 nm [Devaux 14a, Locq 04].

La différence fondamentale entre ces 2 familles de systèmes de glissement réside dans l'incrément de glissement induit par le passage d'une dislocation. Dans le cas d'une dislocation parfaite de matrice, l'incrément de déformation généré par son passage sera plus important que dans le cas d'une dislocation partielle de Shockley.

Avant de présenter les résultats de l'analyse des systèmes de glissement actifs, la figure 11.3.1 explique comment sont représentés les systèmes de glissement prenant pour exemple le grain 31. Le calcul théorique des traces et direction de glissement dans le plan de l'échantillon à partir de l'orientation d'un grain est détaillé dans l'annexe B.2. Les coordonnées 3D de chaque direction sont normalisées et s'inscrivent dans une sphère de rayon 1. Il est donc possible de caractériser si une direction de glissement est coplanaire avec le plan de l'échantillon en vérifiant que sa projection touche le cercle de rayon 1. La comparaison des traces théoriques avec les traces mesurées par H-DIC et/ou par mesure directe sur images optique ou MEB permettent d'identifier le plan de glissement. Les facteurs de Schmid obtenus avec l'hypothèse de l'axe horizontal macroscopique comme axe de sollicitation principal sont donnés pour le grain 31. La figure montre que le joint de macle coïncide avec la trace du plan B. Pour ce plan, le facteur de Schmid le plus élevé correspond à la direction 4 qui est une direction quasiment contenue dans le plan. Dans la suite, les directions de glissement projetées dans le plan de l'échantillon sont superposées avec la trace du plan.

L'identification des systèmes de glissement actifs {111}<110> sur les joints de macles et sur les quelques bandes de glissement ayant un glissement 2D supérieur à 0,3 µm a permis d'établir la figure 11.3.2. Celle-ci montre une distribution caractéristique d'une activité plastique se produisant majoritairement avec du glissement simple ; l'augmentation de la déformation plastique s'accompagne d'un décalage de la courbe vers des facteurs de Schmid plus faible traduisant l'activation de plusieurs systèmes de glissement au sein des grains. Ce résultat permet d'expliquer l'orientation proche de 45° de l'axe de sollicitation macroscopique des nombreux glissement qui sont à l'origine des localisations de déformation précédemment observés. Ainsi cette dépendance du glissement à l'axe de sollicitation s'explique par la relation de



Fig. 11.3.1 – Exemple d'identification du système de glissement actif dans le grain 31. Les traces des 4 plans de glissement possibles sont normalisées et s'inscrivent dans un cercle de rayon 1 affiché dans l'image de gauche. Les coordonnées des directions de glissement sont normalisées et s'inscrivent toutes dans une sphère de rayon 1. La projection de l'ensemble dans le plan de l'échantillon donne le graphique du milieu. Il permet de caractériser l'appartenance d'une direction au plan de l'échantillon si celle-ci touche le cercle. Ici, le joint de macle coïncide avec la trace du plan B, le facteur de Schmid le plus fort indique la direction 4 qui est quasiment contenue dans le plan de l'échantillon.

Schmid. Dans la dernière étape de déformation, quelques systèmes activés sont associés à des facteurs de Schmid inférieur à 0,3. Cela peut s'expliquer par un état de contrainte local éloigné de l'hypothèse de sollicitation suivant l'axe macroscopique. Cela peut aussi s'expliquer par la mise en œuvre plus favorable du glissement selon le système de glissement {111}<112>. Les données statistiques sur la proportion très élevée de systèmes de glissement correspondant à des joints de macle confirment les observations précédentes.

Les constantes élastiques du tenseur des rigidités de l'AM1 à 700°C, tirées de l'étude de Mazot et al. [Mazot 92], ont été utilisées pour calculer les modules d'élasticité dans MTEX :

$$\begin{pmatrix} 276.65 & 204.06 & 204.06 \\ 204.06 & 276.65 & 204.06 \\ 204.06 & 204.06 & 276.65 \\ & & 103.65 \\ & & & 103.65 \\ & & & & 103.65 \end{pmatrix} GPa$$

En couplant ces données aux données d'orientations fournies par l'EBSD, il est possible de remonter au module élastique de chaque grain. La figure 11.3.3 regroupe tous les couples de grains - macles qui présentent du glissement supérieure à 0,3 µm sur leur joint de macle commun. Ils sont représentés



Fig. 11.3.2 – Distribution cumulée des facteurs de Schmid des systèmes de glissement <110>{111} activés pour les 2 états de déformation E3 et E2. Le tableau à côté rappel la déformation plastique cumulée pour ces 2 états et présente la proportion de systèmes de glissement actifs correspondant à des joints de macles.

sur l'image (c) correspondant à l'IPF codé selon l'axe horizontal de sollicitation ainsi que sur les triangles standards associés aux deux familles de systèmes de glissement {111}<110> et {111}<112> (a et b respectivement). Sur l'image (c) de la figure 11.3.3, quelques systèmes de glissement appartenant à la famille {111}<110> sont superposés aux joints de macles. Les courbes d'iso-module et d'iso-facteur de Schmid maximum sont tracées en pointillés rouges et noirs respectivement. Sur les triangles standards les points noirs indiquent le facteur de Schmid maximal (0,5) et les étoiles rouges rappellent les propriétés caractéristiques de ces directions cristallographiques en fluage [Mackay 82, Caron 88, Sass 96] :

- les directions <101> correspondent aux durées de vie en fluage (DDV) les plus faibles quelque soit la taille de précipitation. Bien que les directions <101> et <001> possèdent des facteurs de Schmid égaux pour les 2 familles de systèmes de glissement, la littérature explique cette faible durée de vie à l'instabilité de la direction cristallographique <101> qui à tendance à tourner vers la frontière [001]-[111] du triangle standard afin de déclencher du glissement multiple.
- les directions <001> correspondent aux durées de vie en fluage (DDV) les plus élevées pour une précipitation grossière (>0,3 μm) et au module d'élasticité le plus faible (103 GPa). La littérature avance que cette durée de vie élevée est liée à l'activation simultanée de nombreux systèmes de glissement entraînant un effet de durcissement via l'interaction de nombreuses dislocations. Si on sollicite un monocristal suivant cette direction, pour les familles {111}<110> et {111}<112>, respectivement 8 et 4 systèmes de glissement sont simultanément sollicités (facteur de Schmid égal à 0,408 et 0,47 respectivement).
- les directions <111> possèdent un facteur de Schmid minimum (facteur de Schmid proche de 0,3) pour les 2 familles de systèmes de glissement considérées et au maximum du module d'élasticité (270 GPa). Cela veut dire qu'il est très difficile d'activer du glissement en sollicitant cette direction.

Les lignes droites en pointillés rouges relient les couples d'orientations de part et d'autre d'un joint de

macle. Pour garantir une bonne lisibilité de la figure tous les couples ne sont pas tracés. Cependant les couples ont été choisis de manière à refléter au mieux la diversité des couples d'orientations. Cette figure très riche d'informations apporte les éléments suivants :

- les joints de macles qui présentent un glissement supérieur à 0,3 µm correspondent à des systèmes de glissement à fort facteur de Schmid et ce en prenant en compte les deux familles de glissement possibles. Aucun couple n'implique une direction proche de la direction <111>. Le glissement activé sur joint de macle a donc lieu sur un couple d'orientation sur lequel le glissement est facile.
- la majorité des couples d'orientations correspondent à un contraste de module important. Seulement quelques couples d'orientations proches sont situés dans la zone centrale des facteurs de Schmid les plus forts (SF>0,48) pour la famille {111}<110>.
- si on considère que le glissement a lieu uniquement sur la famille {111}<110>, l'image (c) met en évidence qu'une majorité de systèmes de glissements sur joint de macle présente une direction de glissement colinéaire avec la trace du plan. Ce résultat est appuyé par les cartographies et les distributions de valeurs des angles γ^* (figure 11.1.2) qui montrent un glissement opérant majoritairement proche de 0° et ±180°. Cette configuration du glissement implique un vecteur de Burgers contenu dans le plan de l'échantillon et favoriserait le glissement intense observé.
- la longueur du joint de macle semble jouer un rôle sur l'intensité du glissement. Sur l'image (c) les joints de macle les plus longs sont situés au niveau des grains G41, G22, G21, G20, G11 et G10. En comparant avec les cartographies de glissement 11.1.1, les premiers glissement intenses à l'étape E2 sont bien localisés sur les grains G41, G22, G21 et G20. Les grains G11 et G10 présentent du glissement mais il est très faible et l'augmentation de déformation macroscopique ne s'accompagne pas d'une augmentation de l'intensité du glissement aussi importante que les autres grains. Cette différence aurait pour origine un double effet. D'une part, le Vecteur de Burgers du système considéré a une composante hors plan beaucoup plus importante d'où un glissement dans le plan plus faible. D'autre part, la différence de module est très faible ce qui induit des contraintes d'incompatibilités plus faibles [Miao 09].
- Remarque : il est nécessaire de nuancer les interprétations sur l'effet du contraste de module et la longueur de joint de grains car ces résultats sont basés sur une analyse 2D. De plus, en considérant les 2 familles de systèmes de glissement {111}<110> et {111}<112>, il faut en plus considérer 6 configurations possibles pour un plan donné. Or la précision de mesure angulaire obtenue par la H-DIC sur les images acquises au microscope optique ne nous permet pas de discriminer un système de glissement.



sont tracées en pointillées noires. (c) IPF selon l'axe de sollicitation des couples de grains-macles avec le glissement le plus élevé (> 0, 3 µm). Les traces et Fig. 11.3.3 - (a) Triangle standard avec les lignes pointillées rouges d'iso-Facteur de Schmid maximum pour le système de glissement {111}<110> et axe de sollicitation horizontal. (b) Triangle standard avec les lignes pointillées rouges d'iso-Facteur de Schmid maximum pour le système de glissement {111}<112> et axe de sollicitation horizontal. Dans les deux triangles standards, quelques couples d'orientations sont reliés par des segments pointillés rouges et les lignes d'iso-module direction du système de glissement identifié sont indiquées en trait plein et flèche pointillée noir respectivement. Le nom et la valeur du facteur de Schmid associé au système {111}<110> sont écrits à côté.

11.4 Analyse locale des champs issus du MEB

11.4.1 Comparaison de zones analysées dans les 2 matériaux

L'étude des parties utiles à l'aide des mesures au microscope optique a permis d'apporter une vision statistique et représentative du comportement très différent des 2 matériaux. Le **Mar-M200 + Hf** présente des hétérogénéités de déformation très importantes avec quelques localisations mais surtout une concentration de la déformation sur une macrobande traversant la partie utile. A l'inverse, l'**AD730 GG** présente une déformation presque homogène le long de la partie utile avec un nombre beaucoup plus important de localisations et de glissements. Cependant, cette technique présente des limitations notamment sur le seuil de détection des discontinuités correspondant à 0,3 µm. Bien qu'aucun glissement n'a pu être détecté au microscope optique sur l'éprouvette de **Mar-M200 + Hf**, quelques localisations ont été mises en évidence sur la cartographie de déformation en figure 10.1.3. De plus, dans le cas de l'**AD730 GG**, les images MEB montrent l'activation de systèmes de glissement intragranulaires non détectés par la méthode (figure 11.2.1).

Cette section propose donc une analyse à une échelle plus locale des 2 matériaux pour apporter des éléments de réponse sur cette différence de comportement. Sur toutes les zones définies dans le chapitre d'introduction de cette quatrième partie (9), 4 seront étudiées dans la suite :

- les zones Z1 et Z5 pour le Mar-M200 + Hf illustrées sur les figures 11.4.1 et 11.4.2 respectivement.
- les zones Z4 et Z3 pour l'AD730 GG illustrées sur les figures 11.4.3, 11.4.4 et 11.4.5 respectivement.

Pour le **Mar-M200 + Hf** ce choix est motivé par la position des zones vis à vis de la macrobande de forte déformation révélée par l'analyse au microscope optique. Ainsi les zones Z1 et Z5 du **Mar-M200** + **Hf** sont représentatives d'une région à très forte déformation. Alors que pour l'autre matériau, c'est le nombre d'évènements d'intérêt relevés et le nombre de grains impliqués qui sont les critères.

Pour chacune des zones, les systèmes de glissement identifiés sont superposés sur les champs de rotation ou de déformation équivalente. Les traces des 4 familles de plans {111} sont données pour quelques grains d'intérêt avec leur code couleur. Considérant la très grande taille des images recollées au MEB, un zoom sur une région d'intérêt encadrée en rouge permet de mieux se rendre compte des phénomènes discutés dans la suite.

La comparaison des cartographies de la norme de glissement et de la déformation équivalente confirme la différence de comportement observée entre les 2 matériaux. Bien que les zones Z1 et Z5 du **Mar-M200 + Hf** sont soumises à des déformations nettement supérieures aux zones Z4 et Z3 de l'**AD730 GG** (voir les histogrammes de valeurs), seulement trois bandes sont détectées sur la cartographie de la norme de glissement dans la Z1 du **Mar-M200 + Hf**. Cependant, en regardant les champs de déformation équivalente de Tresca des figures 11.4.1 et 11.4.2, de nombreuses localisations sous forme de bandes semblent coïncider avec des systèmes de glissement à fort facteur de Schmid.

Plusieurs éléments de réponses peuvent être apportés. Tout d'abord, dans les conditions d'acquisition retenues, les mesures de H-DIC permettent d'évaluer un glissement supérieur à 50 nm dans l'**AD730** **GG** alors que ce seuil est doublé pour le **Mar-M200 + Hf**. Il est fortement probable que ce niveau de bruit plus important soit lié à des problèmes techniques rencontrés sur le MEB FEG à la fin de la thèse. Néanmoins ce bruit de balayage est facilement identifiable par les traces horizontales qu'il laisse sur les cartographies de déformation équivalente. D'autre part, une erreur de recollement serait visible sous forme de grille mais ne recouvrerait pas tout le champs par des bandes inclinées. En examinant les images MEB correspondant aux zones de fortes localisations, il n'apparait aucune bande de cisaillement. De plus, la région qui apparait dans l'encart rouge de la zone Z1 montre une très faible ligne de glissement qui pourtant a été détectée comme un saut par la H-DIC. Ainsi le glissement n'est pas détecté dans le cas du **Mar-M200 + Hf** car il est bien inférieur à 100 nm. Les structures de localisations mises en évidence sur les champs de déformation équivalente et de rotation ont de grande chance d'être du glissement intragranulaire.

Les figures 11.4.3 et 11.4.4 illustrent l'évolution de la zone Z3 de l'AD730 GG au cours de la déformation. A la différence du Mar-M200 + Hf, aucune structure de localisations aussi dense n'est mise en avant. Cependant, du glissement intense est mesuré en premier sur des joints de macles puis au sein des grains et sur des joints HAGB. Le glissement est donc plus intense sur joint de macle ce qui corrobore les observations menées en optique d'autant plus qu'aucun glissement important n'a été détecté dans cette zone Z3. Trois macles sont présentes dans le grain central. Deux subissent du glissement correspondant aux plus forts facteurs de Schmid : 0,443 pour B5 et 0,446 pour D6. Cependant la mesure d'intensité est plus importante dans le cas du système présentant un alignement fort entre la trace du joint de macle et la direction du glissement. Cette observation confirme les résultats de l'analyse des systèmes de glissement menée dans la section précédente.

L'autre résultat intéressant apporté par ces figures est la confirmation que les bandes de localisation mises en évidence par les champs de déformation équivalente et de rotation précèdent la détection d'une bande de glissement. À l'étape E2 le glissement détecté sur plusieurs joints de macles n'est pas complètement traversant alors que les champs de déformation équivalente de Tresca montrent le contraire. L'étape E3 valide cet effet « anticipation » en montrant que le glissement finit par être détecté sur des localisations repérées à l'étape précédente. Cela peut s'expliquer par la manière dont sont post-traités ces champs de rotation et de déformation (voir annexe F). Les champs de déplacement sont filtrés avec un filtre médian qui permet d'améliorer le rapport signal sur bruit tout en conservant les discontinuités de déplacement. Puis la dérivation par différences finies centrées en prenant en compte seulement les premiers voisins permet d'avoir une grande sensibilité sur les gradients locaux. Ainsi, le gradient de déplacement généré par le système de glissement dans le substrat sera visible de manière plus efficace qu'en imagerie conventionnelle qui ne serait pas capable de faire apparaitre des contrastes associés à des hauteurs de marche très faibles.

Finalement, les observations à l'échelle locale ont permis de confirmer les analyses des systèmes de glissement réalisées en optique sur la partie utile et de rendre compte d'un comportement très différent à cette échelle pour les 2 matériaux. Dans le **Mar-M200 + Hf**, les zones de fortes déformation impliquent une densité de bandes de glissement nettement plus élevée que l'**AD730 GG**. Cette densité élevée de bandes de glissement étalée sur des grains millimétriques permet d'expliquer cette région de déformation intense observée au microscope optique sous la forme d'une macrobande. Dans l'**AD730 GG**, les observations ont permis de mieux appréhender la chronologie des évènements.



Fig. 11.4.1 – De bas en haut sont affichés les champs de rotation par rapport à la normale à la surface, de déformation équivalente de Tresca, la cartographie de la norme du vecteur glissement et l'image MEB recollée dans l'état de déformation E1. Les pixels en blanc sur les champs de déformation équivalente de Tresca correspondent à du bruit causé par des pollutions. Les distributions de valeur associées sont indiquées en-dessous de chaque champs. Un zoom sur la zone encadrée en rouge est proposé. Mesures réalisées dans la zone Z1 sur le Mar-M200 + Hf.



Fig. 11.4.2 – De gauche à droite sont affichés les champs de rotation par rapport à la normale à la surface et de déformation équivalente de Tresca. Les distributions de valeur associées sont indiquées en-dessous de chaque champs. Mesures réalisées dans la zone Z5 sur le Mar-M200 + Hf. Les images MEB recollées de l'état avant (E0) et après (E1) déformation sont affichées en bas avec un zoom de la zone encadrée en rouge.

Chapitre 11 Analyse quantitative du glissement inter/intragranulaire



Fig. 11.4.3 – De haut en bas sont affichés les champs de rotation par rapport à la normale à la surface, la cartographie de la norme du vecteur glissement, le champ de déformation équivalente de Tresca et la cartographie des joints de grains. Les pixels en blanc sur les champs de déformation équivalente de Tresca correspondent à du bruit causé par des pollutions. L'image MEB recollée dans l'état de déformation E2 est illustrée en bas à gauche avec un zoom sur la zone encadrée en rouge. Les distributions de valeur associées sont indiquées à côté de chaque champs. Mesures réalisées dans la zone Z3 à l'issue de l'étape E2 sur l'AD730 GG.



Fig. 11.4.4 – De haut en bas sont affichés les champs de rotation par rapport à la normale à la surface, la cartographie de la norme du vecteur glissement, le champ de déformation équivalente de Tresca et la cartographie des joints de grains. Les pixels en blanc sur les champs de déformation équivalente de Tresca correspondent à du bruit causé par des pollutions. L'image MEB recollée dans l'état de déformation E3 est illustrée en bas à gauche avec un zoom sur la zone encadrée en rouge. Les distributions de valeur associées sont indiquées à côté de chaque champs. Mesures réalisées dans la zone Z3 à l'issue de l'étape E3 sur l'AD730 GG.

11.4.2 Étude d'un endommagement intergranulaire

L'analyse de la partie utile de l'essai sur **Mar-M200 + Hf** interrompu à l'étape E1 n'a pas mis en évidence d'endommagements intergranulaires. A l'inverse pour le même incrément de déformation plastique, l'éprouvette d'**AD730 GG** présente de nombreux endommagements intergranulaires illustrés sur les figures 11.2.1 et 11.2.2. Parmi les zones choisies 9.1, la zone Z4 associée au grain 31, présente du glissement intense le long du joint de macle ainsi qu'un endommagement intergranulaire typique de ceux observés précédemment dans la section 11.2. On se propose d'étudier plus en détail cette zone dans cette section à l'aide des résultats de H-DIC qui permettent de retracer l'histoire de cet endommagement à partir de l'étape E1.

La figure 11.4.5 présente les images MEB de la zone aux étapes E1, E2 et E3 ainsi que l'évolution de la rotation entre les étapes E2/E1 et E3/E1. Ces résultats montrent que l'augmentation de la déformation macroscopique s'accompagne d'une rotation plus importante sur toute la zone et de l'activation de plusieurs glissements suivant le système A6 de la macle. Une flèche noire indique la position de l'endommagement intergranulaire qui se situe à l'intersection du joint de macle qui glisse suivant le système B4 avec un joint de grains à forte désorientation **HAGB**.

En faisant un zoom sur cette région, il apparait que l'augmentation de la rotation est nettement plus élevée que dans le reste de la Z4. Les figures 11.4.6a et 11.4.6b montrent l'évolution de cette rotation en lien avec la norme du glissement et de l'angle γ^{*1} . L'évolution de l'angle γ^{*} montre qu'au niveau de l'intersection joint de macle - **HAGB** une ouverture du joint apparaît (couleur bleue) et que le joint de grains de forte désorientation glisse (couleur verte). Les images MEB confirment ce résultat en montrant l'ouverture progressive du joint de grains de forte désorientation sous l'action du glissement intense du joint de macle. L'évolution du glissement le long de ce joint de macle a pu être mesuré et son profil est représenté sur la figure 11.1.1 avec pour origine l'intersection du joint de macle avec le joint de grains de forte désorientation. En croisant les deux résultats, il est mis en évidence que l'intensité du glissement décroissante sur le joint de macle est corrélée avec la répartition du glissement et de la rotation sur le joint et le grain adjacent respectivement. Il y donc une forte influence du glissement du joints.

Pour résumer «l'histoire» de cet endommagement :

- 1. activation du glissement parallèlement au joint de macle
- 2. l'application d'une contrainte constante sur une longue durée entraîne un empilement progressif de dislocations à l'intersection du joint de macle avec le joint de grains général. Cet empilement de dislocations génère une contrainte locale qui est accommodée par une micro-rotation dans le grain adjacent ainsi que du glissement intergranulaire.
- l'empilement de dislocations atteint un seuil au delà duquel il n'est plus possible d'accommoder localement la déformation induite par ces mécanismes. Une fissure se crée et permet de relaxer les contraintes locales.

Les caractéristiques de cette rotation intense rappellent directement la formation des micro-volumes

^{1.} Les images MEB permettent aussi d'expliquer le fort niveau de bruit sur la mesure du glissement le long du joint de macle. Sous l'action du cisaillement du joint de macle, la couche d'oxyde qui sert de mouchetis se détruit ce qui induit une perte de corrélation. Heureusement, cette modification très locale de la texture n'est pas perceptible sur les images optiques.

mis en évidence par Villechaise et Larrouy dans un superalliage proche, l'Udimet 720 Li [Larrouy 15b, Villechaise 12]. Au cours de la déformation, la zone affectée par la rotation s'étend et l'intensité de rotation augmente. De plus, la distribution de cette rotation est décroissante au fur et à mesure que l'on s'éloigne de l'intersection du joint de macle avec le joint de grains général. Des champs de rotation avec les mêmes caractéristiques sont situées dans les zones étudiées précédemment :

- à l'intersection d'une bande de glissement intragranulaire intense avec un joint de grains pour la zone Z1 du Mar-M200 + Hf 11.4.1
- à l'intersection de plusieurs glissements sur joint de macles avec joint de grains HAGB dans la zone
 Z3 d'AD730 GG 11.4.3 et 11.4.4



Fig. 11.4.5 – Évolution du champs de rotation par rapport à la normale à la surface entre les étapes E2 et E3. Les images MEB recollées des états de déformation E1, E2 et E3 sont illustrées en bas. Mesures réalisées dans la zone Z4 correspondant au grain G31 sur la figure 11.3.3 dans l'AD730 GG.

11.4.3 Analyse EBSD post-essais

La technique EBSD est utilisée pour valider la présence de micro-volumes ainsi que les mesures de rotation issues de la H-DIC. A l'issue de l'essai de fluage sur l'éprouvette d'**AD730 GG**, un polissage fin de la surface a été effectué avec une étape finale de polissage électrolytique suivant le même protocole que celui présenté en partie 5.1. Cela permet d'enlever la couche oxydée et ainsi de réaliser une acquisition



(a) Les normes du vecteur glissements $\vec{\tau}$, angles γ^* et rotation calculés entre les étapes E2 et E1 sont représentés.



(b) Les normes du vecteur glissements $\vec{\tau}$, angles γ^* et rotation calculés entre les étapes E3 et E1 sont représentés.

Fig. 11.4.6 – Interaction entre un joint de macle qui glisse avec un HAGB dans la zone Z4 de l'éprouvette d'AD730
 GG. Les images MEB de l'endommagement à chaque étape en contraste SE sont illustrées en bas à gauche.

EBSD conventionnelle. Plusieurs zones ont été analysées dont la zone Z4 étudiée précédemment dans la section 11.4.2.

La figure 11.4.7 présente les résultats obtenus avec un pas de 90 nm à l'intersection du joint de macle avec le joint de grains. Une répresentation en KAM (Kernel Average Misorientation), représente la moyenne des désorientations entre le pixel analysé et les pixels du kernel en écartant les désorientations supérieures à un seuil qui correspond souvent au seuil de détection des grains. Ici il est obtenu avec le premier voisin et un seuil de 5°. Le KAM et l'IPF mettent en évidence un micro-volume très intense qui s'étale sur près de 80 µm. Le profil de désorientation (a) montre une désorientation maximale de 20° entre le point de référence et le point le plus proche de l'intersection joint de macle - joint de grain. Sur le profil (c), correspondant à la rotation par rapport à la normale Z à la surface, sont tracés les données du profil obtenus par EBSD et par H-DIC pour les 2 étapes de déformation. Il montre une bonne corrélation entre les deux mesures et permet ainsi de valider les mesures de rotation obtenues par la H-DIC. La cartographie KAM montre aussi la présence d'un gradient de rotation faible le long du joint de grain HAGB qui glisse, indiqué par une flèche noire. Cette variation continue d'orientation cristallographique est uniquement présente sur le joint de grain HAGB alors que le joint de macle qui glisse de manière plus intense ne présente aucune rotation. Elle semble suivre la direction du glissement et témoigne du lien étroit qui existe entre glissement intergranulaire et déformation intragranulaire. Cette différence de comportement entre le glissement sur HAGB et sur joint de macle cohérent correspond à la différence entre glissement intergranulaire pure, qui est produit par le déplacement de dislocations intrinsèques au joint de grains, et le glissement intergranulaire avec accommodation intragranulaire défini dans l'article de Sheikh [Sheikh-Ali 01] et observé à température ambiante dans le Zinc à maille Hexagonal par Mussot et Matsunaga [Mussot 85, Matsunaga 11]. Le glissement sur joint de macle cohérent n'impliquerait que le déplacement de dislocations intrinsèques selon le plan du joint, ce qui expliquerai l'absence de gradient de rotation autour du joint de macle. A l'inverse le glissement sur joint de grain HAGB, entraînerait le déplacement de dislocations proche du joint dans le grain le plus mou (orientation rose à plus faible module élastique) ce qui entraîne le changement continu d'orientations cristallographiques au voisinage de ce joint de grains.

Les autres zones analysées à l'EBSD illustrées sur la figure 11.4.8 montrent d'autres micro-volumes situés à l'intersection de joints de macle - joints de grains. La zone d'intérêt nommée endo 1, situé proche de la Z4, présente le même type de micro-volume suivant les mêmes configurations. Cependant, à l'interaction du joint de macle qui a glissé entre les grains violet et orange, aucun micro-volume n'est visible. L'absence de micro-volume peut s'expliquer par la relaxation des contraintes d'incompatibilité via la création d'une fissure à l'intersection de cette macle avec le joint de grains [Larrouy 15b].

La carte d'IPF montre du bruit important au niveau du grain violet qui serait dû à un léger relief plus prononcé que sur les autres orientations. La zone d'intérêt nommée endo 3, correspondant à la zone de plus fort glissement planaire indiquée sur la figure 11.2.1, présente un micro-volume très confiné spatialement (quelques microns). L'analyse des profils P1 et P2 de la figure 11.2.1 met en évidence une désorientation locale très intense voire même la formation d'un sous-joint. Ces profils présentent un gradient abrupt à la traversée du micro-volume. De plus, ce gradient a une amplitude de plus de 5°, soit supérieur au seuil de détection d'un grain. Finalement, les mesures EBSD permettent de confirmer la présence d'un micro-volume dans la zone Z4 et de valider les mesures quantitatives de rotation obtenues par H-DIC. Par extension, cela valide aussi la présence de plusieurs micro-volumes dans la Z3 pour l'**AD730 GG** (figures 11.4.3 et 11.4.4) mais aussi la présence de « macro-volumes » dans la Z1 et Z5 pour le **Mar-M200 + Hf** (figures 11.4.1 et 11.4.2).

Synthèse des résultats

L'analyse H-DIC locale couplée à l'EBSD apporte les éléments suivants :

- 1. l'**AD730 GG** présente du glissement intense dans le voisinage immédiat des joints de macle pour de faibles incréments de déformation macroscopique :
 - le glissement intergranulaire le plus intense est obtenu systématiquement sur joint de macle cohérent réunissant ces conditions :
 - \Rightarrow activation d'un système de glissement à fort facteur de Schmid
 - \Rightarrow système de glissement en configuration de «glissement parallèle» décrit par Stinville et Miao [Stinville 15c, Miao 09]
 - \Rightarrow vecteur de Burgers aligné avec la trace, autrement dit vecteur de Burgers contenu dans le plan de l'échantillon
 - \Rightarrow fort contraste de module d'Young de part et d'autre du joint de macle
 - le glissement sur joint de macle détectable par la méthode mise en place apparaît en premier.
 - il est plus intense que sur un système intragranulaire équivalent.
 - le glissement sur ces joints de macles engendre la formation de micro-volumes et du glissement intergranulaire au niveau des joints de grains adjacents. L'intensité de ces phénomènes est étroitement liée à l'amplitude du glissement sur ces joints de macles.
- 2. Les analyses locales confirment les modes de déformation très différents d'un matériau à l'autre. Le Mar-M200 + Hf présente des hétérogénéités de déformation très importantes à l'échelle de la partie utile. À l'échelle de la microstructure intragranulaire, il s'avère que la déformation est beaucoup plus homogène et qu'elle est portée par l'activation d'une densité très élevée de bandes de glissement. L'inverse est observé sur l'AD730 GG qui présente une déformation quasiment homogène le long de la partie utile. Dans ce cas la déformation est portée localement par quelques glissements intergranulaire et intragranulaires très intenses.
- Pour un même incrément de déformation, le Mar-M200 + Hf ne présente pas d'endommagement intergranulaire contrairement à l'AD730 GG. Ces résultats suggèrent que le glissement intense sur joint de macle est très néfaste pour cette dernière microstructure.





Chapitre 12

Synthèse et discussion

12.1 Identification d'une configuration néfaste en fluage sous vide à 700°C / 700 MPa

12.1.1 Les joints de macles cohérents $\Sigma 3$

Beaucoup d'études ont conclu que les joints de grains spéciaux (**CSLB** avec indices compris $3 \le \Sigma \le 29$), dont font partie les joints de macles, sont moins susceptibles au glissement intergranulaire et donc plus résistant en fluage [Carter 12c, Carter 15, Soula 09, Thibault 13]. En traction ils procureraient une résistance accrue en étant des barrières efficaces à la transmission de la plasticité («shielding grain boundary»). En propagation de fissure il a été montré que les joints de grains spéciaux, et plus particulièrement les joints de macles $\Sigma 3$, sont plus résistants que les joints de grains généraux [Abuzaid 16, Tézenas Du Montcel 12, Sangid 11]. Cette qualité serait due à leur structure plus cohérente à l'échelle atomique qui leur procure une stabilité renforcée à haute température, une meilleure résistance à l'amorçage de fissure et au glissement intergranulaire comparé aux **HAGB**. En poussant à l'extrême le concept de l'ingénierie de joints de grains, un superalliage base Ni-Co a été développé, le **TMW-4M3**. Il possède une densité de joints de macles cohérents deux fois plus importante que l'**Udimet 720Li** et montre une résistance supérieure en traction et fluage à 750°C [Lu 16, Yuan 11]. Dans cette dernière étude il est nécessaire de nuancer l'interprétation qui fait abstraction de la contribution de la fraction volumique de précipité γ' plus importante de ce nouvel alliage.

Quelques études récentes mettent en évidence que les joints de macles cohérents Σ 3 peuvent subir du glissement et sont sources d'endommagement [Miao 09, Stinville 16a, Miao 12]. Wang et al. montre expérimentalement que les joints de macles cohérents possédant un fort facteur de Schmid glissent facilement à température ambiante lors d'essais de compression sur micro-pilier [Wang 17]. Ce résultat est appuyé par les résultats de simulation en dynamique moléculaire dans lesquels le glissement atteint 100 nm dans un joint de macle de cuivre pure.

Ces différentes observations de la littérature, parfois contradictoires, soulignent le manque de compréhension du phénomène d'endommagement aux joints de grains et du rôle joué par les joints de macles cohérents Σ 3. Pour reprendre les propos de Bieler [Bieler 09], les joints de macle sont « schizophrènes » : ils peuvent être bénéfiques pour les propriétés mécaniques mais aussi sources d'endommagement. Étant donné la faible énergie de faute d'empilement, les superalliages possèdent beaucoup de joints de macles Σ 3. Ils constituent donc des joints de première importance. De plus, ces joints de grains sont très particuliers car ils coïncident avec des plans de glissement cristallographiques {111} dans la structure CFC de la matrice.

Dans le cadre de ces travaux, il a été montré qu'une certaine population de joints de macles cohérents développe une forte intensité de glissement qui produit aux extrémités de ces joints de fortes contraintes. Ces dernières nécessitent d'être accommodées par l'activation d'un mécanisme comme la formation de micro-volumes puis le glissement intergranulaire (GBS) et/ou par la création d'une fissure. Cette population de joints de macles cohérents obéit à certains critères : fort facteur de Schmid, fort contraste de module d'élasticité, système de glissement en configuration de «glissement parallèle» décrit par Stinville et Miao [Stinville 15c, Miao 09] et vecteur de Burgers aligné avec la trace.

12.1.2 Pourquoi la littérature ne s'accorde pas sur le caractère néfaste des joints de macle cohérent dans ce domaine de sollicitation?



Fig. 12.1.1 – Cartographie du glissement intergranulaire observé par Soula et Thibault en fluage sous vide à 700°C / 700 MPa sur 2 microstructures du superalliage NR6 [Soula 08, Thibault 12].

Les analyses du comportement des joints de grains portent souvent sur une très faible population de configurations [Mussot 85, Halliday 69, Gifkins 56, Gifkins 66]. Le peu de résultats quantitatifs provient

essentiellement de méthodes par micro-grilles qui ne permettent de couvrir qu'une faible portion de la partie déformable de l'éprouvette tout en étant plus représentatifs que les analyses ponctuelles au MET. Par exemple les éprouvettes utilisées par Soula et Thibault ont une partie utile longue de 31,4 mm et d'une largeur de 4,2 mm alors que la zone analysée avec la technique de micro-extensométrie couvre 318 x 318 µm². Le rapport entre zone sollicitée et zone analysée est donc très élevé. Cette remarque est d'autant plus importante lorsque l'on considère la microstructure gros grains de l'étude de Thibault [Thibault 13]. Dans la partie précédente, la DIC classique a permis de mettre en évidence le comportement très hétérogène de la microstructure **GG** en fluage au travers d'une analyse complète de la partie utile sur la figure 7.4.14. Cette cartographie de déformation souligne l'importance du choix de la zone d'investigation locale. Ainsi en analysant une petite portion de la partie utile, on peut passer à côté de phénomènes locaux qui ont un impact significatif sur le comportement de la partie utile.

L'autre source d'erreur d'interprétation est liée au moyen métrologique inadapté à la cinématique du problème de glissement intergranulaire. Dans l'étude de Carter [Carter 12c, Carter 14], la DIC classique s'est révélée incapable de mesurer le glissement intergranulaire et a nécessité la mise en place de la technique de micro-extensométrie de Soula [Soula 10]. Le chapitre 6 propose une explication détaillée de ce problème et montre que dans le cadre de la DIC classique, il est nécessaire de faire un compromis entre la qualité de la mesure et la localisation du phénomène physique discontinu en jouant sur les paramètres de corrélation (taille de fenêtre et échantillonnage). L'affinement de la taille de fenêtre permet de localiser des zones de déformation très intenses sur joints de macle, au prix d'une augmentation du bruit de mesure. Ces zones sont interprétées comme un effet de non transmission de la plasticité, donc d'une résistance plus importante des joints de macle alors qu'il s'agit d'un artéfact de mesure. La seule interprétation valide de ces résultats est la possibilité de localiser certains joints de macles en seuillant sur le niveau de déformation. Par exemple, dans les travaux de Tracy, cette approche a été utilisée pour repérer des fissures entre les fibres et la matrice d'un composite au cours d'un essai de traction *in-situ* sous MEB à 795°C [Tracy 15].

Enfin, l'analyse globale du glissement au travers du glissement moyen ne permet pas de mettre en évidence cette sous-population de joints de macle cohérents. A l'instar de Soula et Thibault [Soula 09, Thibault 13], à 700°C / 700 MPa, il n'y a pas de tendance nette entre les 3 familles de désorientation de joints de grains (figure 11.2.3). Il faut faire très attention à l'interprétation des descripteurs statistiques tels que la moyenne et l'écart-type qui permettent de caractériser des tendances globales d'une population de joint de grains hétérogène au risque d'occulter des phénomènes locaux au sein de cette population. Typiquement au sein de la population des joints de macles, il est possible de les distinguer selon leur orientation à l'axe de sollicitation. En analysant les cartographies de glissement intergranulaires de Soula et Thibault [Soula 09, Thibault 13], il est mis en évidence que le glissement maximum se produit sur certains joints de macles Σ 3 dans les mêmes conditions de sollicitations et pour les microstructures de référence et gros grains 12.1.1. Les résultats sont donc en bon accord, mais leur analyse et interprétation sont fondamentalement différentes.
12.1.3 Pourquoi le glissement y est plus intense et pourquoi se manifeste t-il en premier sur joint de macles?

Les joints de macle cohérente Σ 3 sont des joints avec une précipitation locale équivalente à la précipitation à cœur de grains, ce qui n'est pas le cas des joints de grains généraux. Ceci devrait conduire aux mêmes cissions résolues que dans le grain. Or le glissement est observé en premier sur des joints de macle correspondant aux systèmes de glissement avec les plus fortes cissions résolues et ce, aussi bien en fluage qu'en traction pour des contraintes inférieures à la limite d'élasticité macroscopique de l'éprouvette. Un essai de traction *in-situ* sous MEB mené à température ambiante sur la microstructure **TGG** d'**AD730** est illustré en annexe G sur la figure G.3.1. Lors de cet essai le glissement sur joint de macle est détecté bien en-dessous de la limite élastique macroscopique suivant un système de glissement à très fort facteur de Schmid. Un parallèle peut être fait avec les travaux de Larrouy, Miao et Stinville dans lesquels des fissures et des localisations sont identifiés sur des joints de macles cohérents pour des contraintes bien inférieures à la limite d'élasticité macroscopique de l'éprouvette. In parallèle peut être fait avec les travaux de Larrouy, Miao et Stinville dans lesquels des fissures et des localisations sont identifiés sur des joints de macles cohérents pour des contraintes bien inférieures à la limite d'élasticité macroscopique (figure (4) 12.1.3). La précipitation ne permet donc pas d'expliquer l'intensité plus importante du glissement au niveau des joints de macles actifs ni leur activation privilégiée.

Il faut chercher du côté de l'anisotropie d'élasticité de part et d'autre du joint du macle qui le différencie nettement d'un système de glissement équivalent intragranulaire. Miao et Stein montrent qu'un fort contraste de module d'élasticité joue le rôle d'amplificateur de contrainte locale [Miao 09, Stein 14]. Ainsi la cission résolue dans le plan du joint de macle est nettement supérieure à celle dans un plan d'un système intragranulaire équivalent et explique l'activation sur joint de macle pour des contraintes macroscopiques bien inférieures à la limite d'élasticité macroscopique.

L'analyse des désorientation atteintes au sein des micro-volumes montre que l'intensité de rotation est étroitement liée au type de sollicitation. générés par le glissement d'un joint de macle pour un état de déformation plastique macroscopique de 0,9 % en fluage, il est mis en évidence que celles-ci sont toutes supérieures à 10° (figures 11.4.7 et 11.4.8). En comparant avec un essai de traction monotone mené *in-situ* sur un alliage et microstructure très proche (Udimet 720 Li avec une taille de grains de 350 µm et avec précipitation fine bimodale), il est montré qu'une déformation plastique macroscopique d'au moins 3,25 % est nécessaire pour atteindre de tels niveaux de rotation (figure 12.1.2). Cette intensification de la rotation en fluage provient de l'activation de nombreuses bandes de glissement qui interceptent le joint de grains et non d'un seul système de glissement le long d'un joint de macle. Ainsi, en faisant abstraction de la configuration cristallographique différente et du type de sollicitation, un système de glissement actif sur joint de macle produit des incompatibilités au joint de grain plus intenses pour une déformation macroscopique nettement inférieure.

Les deux types de sollicitation engendrent des mécanismes d'accommodation de la déformation macroscopique très différents. En traction, avec l'augmentation de la charge, de plus en plus de systèmes de glissement s'activent pour accommoder la déformation. En fluage, l'application d'une charge constante, souvent inférieure à la limite d'élasticité, favorise l'accumulation de dislocations suivant les systèmes primaires activés. Ainsi un essai de fluage exacerbe l'hétérogénéité de la déformation et nuance la comparaison faite plus haut.



Fig. 12.1.2 – Évolution d'un micro-volume en EBSD-HR au cours de la déformation plastique sur de l'Udimet 720Li sollicité en traction *in-situ* à 20°C [Larrouy 15a]. La microstructure sollicitée correspond à une microstructure avec une taille de grains moyenne de 350 μm et une précipitation bimodale.

12.1.4 Est-ce un cas isolé et propre à ce domaine de sollicitations?

Les résultats de la partie III suggèrent que cet endommagement au niveau des joints de macles est aussi présent en traction et fluage sous air pour d'autres microstructures et à toutes les températures investiguées (20°C / 500°C / 700°C). Au travers de la revue de littérature, il apparait que cette configuration microstructurale est la source d'endommagements intergranulaires dans une large gamme de sollicitations. La figure 12.1.3 illustre quelques exemples de la littérature pour des superalliages pour disque de turbine soumis à des sollicitations très différentes. L'analyse de la partie utile d'une éprouvette d'Udimet 720Li sollicitée en fatigue à 20°C, montre 2 amorçages de fissures à l'intersection de joints de macles cohérents avec joints de grains généraux [Larrouy 15b]. Sur le même alliage sollicité en fatigue-fluage à 700°C / 800 MPa, Billot montre un amorçage de fissures sur joint de macles cohérent au cœur de l'éprouvette cylindrique rompue [Villechaise 12]. Stinville montre que la déformation se localise très rapidement au niveau de joints de macles pour de faibles incréments de compression sur le **René 88DT**[Stinville 15c].

Fig. 12.1.3 – Micro-volumes mis en évidence en contraste BSE sur de l'Udimet 720 Li par Larrouy lors d'un essai de fatigue à 20°C mené jusqu'à une déformation plastique déformation sur joint de macles. correspondant au profil de prélèvement du champs de déformation obtenu après un essais de compression in-situ mené jusqu'à une déformation totale de -1,5% le NR6 en fluage sous vide à 700°C / 700 MPa après une déformation totale de 1% (3) [Soula 08]. IPF codée selon l'axe de sollicitation avec ligne en pointillée maintien de 50 s à 700°C / 800 MPa dans les travaux de Billot (2) [Billot 10]. Image en contraste BSE montrant un micro-volume tirée des travaux de Soula sur de 0.15% (1) [Larrouy 15a]. Image en contraste BSE et IPF codée selon l'axe de sollicitation sur le même matériau sollicité en fatigue-fluage avec un temps de (4) [Stinville 15c]. Le premier champ de déformation affiché correspond à une déformation macroscopique de -0,35 % et montre une première localisation de la



Dans les exemples 1, 2 et 3 de la figure 12.1.3, les images en contraste BSE montrent des micro-volumes indiqués par des ellipses en pointillés rouges. Les mécanismes de déformation à l'œuvre semblent donc les mêmes que ceux décrit par Larrouy [Larrouy 15a]. Ces résultats montrent aussi que l'endommagement intergranulaire n'a pas toujours pour origine l'interaction d'un joint de macle cohérent qui glisse avec un joint de grains général. L'interaction d'une bande de glissement intragranulaire avec un joint de grains set aussi source d'incompatibilités de déformation, certes moins intenses que les configurations précédentes, mais tout aussi néfastes.

Enfin, en jetant un rapide regard sur d'autres matériaux tels que les alliages de titane ou d'autres conditions de sollicitations notamment sous environnement hydrogène, il apparait que cette configuration microstructurale semble aussi jouer un rôle néfaste sur la formation d'endommagements intergranulaires [Lavogiez 18, Seita 15].

12.2 Influence de la taille de grains et de la précipitation

L'influence de la précipitation n'a pas été étudiée dans le cadre de cette étude. Néanmoins, les travaux de Thébaud [Thébaud 18] sur le même matériau permettent de proposer une explication sur la différence de comportement en fluage à 700°C / 700 MPa de AD730 GG et du Mar-M200 + Hf. En effet, à fraction volumique constante, Thébaud montre que l'augmentation de la taille des précipités abaisse les contraintes de cisaillement et de contournement des précipités et se manifeste par une densité de bandes de glissement nettement accrue avec pour conséquences des propriétés en fluage et traction réduites. Les premiers stades de déformation du Mar-M200 + Hf en fluage sous vide à 700°C / 700 MPa mettent en évidence une déformation très homogène qui est portée par l'activation d'une densité très élevée de bandes de glissement. Ce constat fait sens avec les résultats de Thébault compte tenu de la taille des précipités γ' nettement supérieure à la taille de précipitation pour laquelle une densité de bandes de glissement élevée a été observée (Taille des précipités $\gamma'_{DS200} = 350 \text{ nm} \gg \gamma'_{AD730 SX} = 160 \text{ nm}$). Ce résultat est assez inattendu car le Mar-M200 + Hf présente une fraction volumique nettement supérieure à l'AD730 qui engendrent des distances inter-particulaires minimales et ainsi devraient favoriser le cisaillement des précipités. D'autre part les travaux de Larrouy sur les mécanismes d'incompatibilité de transmission de la plasticité aux joints de grains montrent que la formation de micro-volumes et d'endommagement intergranulaires nécessitent une précipitation [Larrouy 15b].

Dans la partie bibliographie, les travaux autour du glissement intergranulaire de Thibault ne montraient aucune modification des mécanismes de déformation mis en jeux en fonction de la taille de grains : seul un effet de retard a été observé ainsi qu'une contribution intergranulaire naturellement moindre [Thibault 13]. Or les gros grains accumulent beaucoup plus de plasticité que les petits grains car les systèmes de glissement actifs permettent d'empiler beaucoup plus de dislocations générant ainsi de plus fortes hétérogénéités de déformation intragranulaire. Stein montre lors d'une étude 3D du glissement sur joints de macles cohérents que celui-ci est plus influencé par la longueur de joint de macles plutôt que l'anisotropie élastique [Stein 14]. Il souligne donc le rôle important de la taille de grains sur le caractère néfaste des joints de macle. Cependant, la diminution importante de la taille de grains ne supprime pas le rôle néfaste des joints de macle. Les travaux de Miao et Stinville montrent les mêmes endommagements sur joint de macle en fatigue et traction monotone de l'ambiante jusqu'à 650°C sur le **René 88DT** avec une taille de grains de 20 µm soit 10 fois plus petite que la microstructure **GG** étudiée dans cette thèse [Miao 09, Stinville 17a, Stinville 16a, Stinville 15c]. En annexe G, les figures G.2.1 et G.2.2 illustrent les résultats de H-DIC sur un essai de traction *in-situ* sous MEB mené à température ambiante sur ce matériau. Le glissement le plus intense est obtenue sur joints de macle cohérent Σ 3 cependant, quelques glissements intragranulaires atteignent les mêmes niveaux. Il est supposé que ce glissement maximum diminue avec la taille de grains. Ces derniers éléments montrent qu'une diminution importante de la taille de grains permettraient de diminuer le rôle néfaste des joints de macles, en limitant le glissement maximal ou en retardant l'activation de la déformation intergranulaire. La taille de grains jouerait un rôle secondaire face à la taille de la précipitation.

12.3 Quelques pistes pour éviter ce type d'endommagement

A la lumière des résultats de cette étude et de la discussion précédente, quelques pistes d'améliorations peuvent être proposées en prenant garde de vérifier systématiquement les conséquences sur les autres propriétés mécaniques ou de résistance à l'oxydation :

- une première solution consisterait à supprimer ou limiter le nombre de macles et donc le nombre de joints à forte probabilité de glissement. La suppression totale des joints de macle Σ3 associée à une taille de grains et une précipitation bimodale fine permettrait de maximiser les propriétés en traction, fatigue et fluage en bénéficiant d'un durcissement intragranulaire et intergranulaire important. Les travaux de Stinville appuient cette piste dans lesquelles il met en œuvre son critère d'amorçage de fissures dans le cas du superalliage Inconel 100 (IN100), possédant une fraction linéique de 22,1 % de joints de macles, et le **René 88DT** qui en possède une fraction linéique de 46,2 % [Stinville 17b]. Il est observé que la densité de sites d'endommagement intergranulaires se retrouve nettement diminuée dans l'Inconel 100. Cependant, cette approche semble difficilement réalisable industriellement car la recristallisation induite par le forgeage s'accompagne toujours d'une augmentation de la fraction linéique de joints de macle Σ3 [Randle 04].
- 2. la deuxième voie prend en compte la présence des joints de macle Σ3 et nécessite de faire un compromis entre augmentation du durcissement intragranulaire via une précipitation bimodale fine et limitation du rôle néfaste des joints de macle Σ3 via grossissement de la précipitation. Un adoucissement intragranulaire du grain induirait des propriétés mécaniques plus faibles avec une déformation plus homogène au bénéfice d'un endommagement intergranulaire limité. L'affinement de la taille de grain permettrait de regagner les propriétés mécaniques perdues et de limiter le rôle néfaste des joints de macle Cependant une diminution de ce paramètre augmente la sensibilité du matériau aux effets de l'environnement et une perte de propriétés en fluage.



Fig. 12.4.1 – De haut en bas : cartographie IPF codée selon l'axe de sollicitation, cartographie de la déformation ε_{xx} moyenne par grains et module élastique selon l'axe de sollicitation du Mar-M200 + Hf.

12.4 Effet important de l'anisotropie cristallographique dans le DS200

Revenons sur le comportement très particulier du **Mar-M200 + Hf** qui présente des hétérogénéités de déformation très importantes à l'échelle de la partie utile et une distribution homogène de bandes de glissement au sein des grains. Comment expliquer ce comportement et quel sera le point faible de la microstructure en l'absence de joints de macles ?

C'est là que l'étude du Mar-M200 + Hf est très intéressante. En effet, ce matériau ne présente pas de joint de macle, et il offre la possibilité d'étudier l'influence de l'orientation cristallographique sur la répartition de déformation intra/intergranulaire en s'affranchissant des effets des grains dans le volume contrairement aux microstructures de l'AD730. Au cours de ces travaux, aucun endommagement intergranulaire n'a été observé en fluage sous vide à 700°C/700 MPa jusqu'à une déformation plastique de 0,2 %. Malheureusement, il n'a pas été possible de regarder ce qui se serait passé au delà de cette étape et donc de découvrir quel endommagement aurait opéré. Dans le chapitre bibliographique, il a été montré que l'anisotropie d'élasticité joue un rôle importante dans ce domaine de sollicitation sur l'endommagement intergranulaire. La figure 12.4.1 montre que 2 grains situés à droite de la partie utile se déforment beaucoup plus que tous les autres. Ces grains correspondent aux modules d'élasticité les plus faibles et à des orientations dites molles qui se déforment facilement. Ces 2 grains sont entourés par des orientations vertes qui se déforment nettement moins et qui présentent des modules d'élasticité plus élevés induisant de fortes contraintes au niveau de leur joint de grains. Ces fortes contraintes sont accommodées du côté des 2 grains «mous» par l'activation d'une densité très élevée de bandes de glissement. Au fur et à mesure que ces bandes de glissement se forment, elles entraînent une rotation progressive du grain vers un alignement du système de glissement avec l'axe de sollicitation. Ce mécanisme d'accommodation des incompatibilités de déformation aux joints de grains aboutit finalement à une rupture intergranulaire entre les grains « mous » et les grains « durs ».

12.5 Limitations de cette analyse

Il convient de rappeler les limitations de cette analyse comparative entre le **Mar-M200 + Hf** et l'**AD730 GG**. Bien qu'elle soit légitime, la comparaison entre le **Mar-M200 + Hf** et l'**AD730 GG** n'est pas strictement rigoureuse. Elle se fait en faisant abstraction de l'histoire de l'éprouvette d'**AD730 GG** qui a déjà subie un incrément de déformation de 0,5 %. Les analyses ont été réalisées en surface ne prenant pas en compte l'effet des grains voisins dans le volume. Cependant des études précédentes ont montré que les résultats et tendances mesurées à partir des données en surface sont représentatives du comportement en volume. Par exemple, en fluage, Gates montre que le phénomène de glissement intergranulaire (GBS) observé en surface à l'aide d'une méthode de rayures est représentatif de ce qui se passe en volume [Gates 74]. Dans le cas de l'étude des joints de macles en traction-compression par Stinville, les mesures de HR-DIC couplées à l'EBSD dans le plan de l'échantillon ont été suffisantes pour identifier les configurations néfastes. Les prélèvements de lames MET dans des zones d'intérêt ont permis de confirmer ces mesures et d'apporter une information très locale sur la quantité de dislocations contenus dans une bande

de glissement et un joint de macles [Stinville 15c].

Les conditions de fluage explorées à la fin de cette étude (700°C / 700 MPa) impliquent du glissement selon deux familles de systèmes de glissement : {111}<110> ou {111}<112>. Celles-ci possèdent les mêmes plans de glissement et conduisent donc aux mêmes traces. Une rapide analyse a montré qu'il est plus difficile dans ce cas de discriminer le système de glissement actif. Pour une trace de plan donné, il y a 6 directions possibles, 3 suivant <110> et 3 suivant <112>, qui peuvent parfois donner dans le plan de l'échantillon des vecteurs très proches difficiles à discriminer. La mise en place de la H-DIC dans ces conditions expérimentales et de manière *ex-situ* présente une limite de détection de sauts et un bruit supérieur à ce que l'on peut obtenir lors d'un essai *in-situ* sous MEB ou MO. Les différentes étapes de démontage / remontage sur machine d'essais puis installation au MEB et au MO ajoute une difficulté pour garantir une surface utile sans pollution ainsi que des conditions d'acquisition strictement identiques. Par exemple, les conditions d'essais utilisées par Stinville sur un essai de traction *in-situ* sur microstructure GF de **René 88DT** permettent d'abaisser le seuil de détection à 12 nm. Les cartographies de glissement planaire et des angles γ^* après 1% de déformation totale macroscopique sont illustrées en annexe sur les figures G.2.1 et G.2.2 respectivement.

Fluage sous air et sous vide sur AD730 GG et precipitation fine 700°C / 700 Mpa [Thebaud 2017]



Fluage sous air sur AD730 TGG avec precipitation fine 700°C / 700 MPa



Fig. 12.5.1 – Faciès de rupture en fluage à 700°C / 700 MPa sous air et sous vide sur AD730 GG issue de l'étude de Thébaud [Thébaud 17]. Faciès de rupture en fluage à 700°C / 700 MPa sous air sur AD730 TGG obtenus dans cette étude.

Chapitre 12 Synthèse et discussion

Comme évoquée en début de cette partie, aucune analyse chimique n'a été menée dans le cadre de ces travaux. L'étude de Thébaud pour le même domaine de sollicitations et la même microstructure **GG** a mis en évidence que l'environnement joue uniquement un rôle accélérateur de l'endommagement intergranulaire sans en changer la nature. Les faciès de rupture sur cette microstructure sous air et sous vide sont illustrés sur la figure 12.5.1 et ne montrent aucun changement de type d'endommagement. Les résultats obtenus pour les mêmes conditions de sollicitations sur la microstructure **TGG** présentent la même morphologie intergranulaire avec des amorçages sur facettes (couleur bleutée) qui semblent correspondre à des joints de macles. Ainsi les résultats d'analyse des essais sous vide peuvent être extrapolésaux essais sous air avec la prise en compte d'une cinétique accélérée d'endommagement. Cette observation est appuyée par les travaux de Németh qui expliquent que l'activité plastique proche des joints de grains accélère la diffusion des atomes d'oxygène et ainsi la fragilisation des joints de grains [Németh 16, Németh 17].

Proposition d'un scénario d'endommagement

En s'inspirant du scénario d'endommagement élaboré par Larrouy et Genée pour les bandes de glissement et joint de macle Σ 3, il est possible de proposer le scénario d'endommagement suivant [Genée 17, Larrouy 15a] :

Le glissement intense sur joint de macles entraîne l'empilement d'une densité importante de dislocations au niveau du joint de grains et est responsable d'une forte augmentation de la contrainte locale. Le mécanisme de déformation permettant d'accommoder ces forts niveaux de contraintes aux extrémités du joint de macle est la formation de micro-volumes qui génèrent une rotation élastique locale dans le grain voisin. Au fur et à mesure que les dislocations s'empilent et que la contrainte augmente, l'extension du micro-volume ne permet plus d'accommoder cette incompatibilité de déformation. Les dislocations se décomposent au niveau du joint de grains en une partie glissile responsable du glissement intergranulaire et sessile responsable du changement de désorientation du joint de grains. A partir d'une accumulation seuil, ce mécanisme ne pourrait plus accommoder les contraintes locales et impliquerait la création d'une fissure.



Scénario d'endommagement inspiré de Larrouy 2014

Fig. 12.5.2 – Scénario d'endommagement des joints de grains en présence de joints de macles inspiré de Larrouy [Larrouy 15a].

Points clés

Les joints de macles cohérents, source d'endommagement intergranulaire dans une large gamme de sollicitations :

- Le glissement au niveau des joints de macle cohérents est plus intense que pour un système de glissement intragranulaire équivalent
- □ L'interaction d'un joint de macle actif avec un joint de grains général est source de fortes incompatibilités qui peuvent engendrer un endommagement intergranulaire
- □ Un scénario d'endommagement est proposé mixant une contribution de glissement intergranulaire et le développement de contraintes élevées au sein de micro-volumes

Influence des paramètres microstructuraux :

Sur la base de ces travaux, on peut supposer que :

- la taille de la précipitation joue un rôle majeur sur l'intensité du glissement au niveau des joints de macles. Une diminution de la taille de précipitation diminue fortement l'intensité du glissement et donc les contraintes d'incompatibilités au niveau des joints de grains.
- la taille de grains joue un rôle secondaire ; une diminution de la taille de grains s'accompagnerait d'une baisse du niveau maximum de plasticité accumulable sur une bande de glissement.

Pistes pour éviter cet endommagement intergranulaire :

- 1. supprimer ou limiter le nombre de macles donc le nombre de joints à fort glissement.
- diminuer la taille de grains et faire grossir la précipitation pour limiter le rôle néfaste des joints de macles. Cependant cela augmente aussi la sensibilité de la microstructure aux effets d'environnements.

Conclusions et perspectives

Rappel des objectifs

Dans le cadre des turbines à gaz aéronautique mais aussi terrestres, la recherche de meilleures performances associée à une réduction de l'impact environnemental implique de repousser toujours plus loin les limites d'utilisation des superalliages polycristallins. Typiquement, les motoristes visent une température d'utilisation des disques de turbine de plus de 700°C tout en assurant de bonnes propriétés mécaniques et la meilleure durabilité possible.

De nombreuses études [Larrouy 15a, Billot 10, Soula 09, Terzi 06, Raujol 04, Thibault 12, Miao 09, Stinville 16a] sur les superalliages polycristallins s'accordent à montrer que les joints de grains constituent des points faibles dans ces alliages sur une large gamme de sollicitations allant du fluage à la fatigue, et ce aussi bien sous air que sous vide. En fonction de ces conditions et de la microstructure, les joints de grains peuvent glisser, transmettre ou accumuler de la déformation et s'oxyder. Ces différences de processus de déformation agissant au niveau du joint de grains jouent donc un rôle important sur l'endommagement intergranulaire.

L'objectif de cette thèse est d'identifier les paramètres microstructuraux favorisant les mécanismes d'endommagement aux joint de grains qui prédominent dans la gamme de contraintes et températures de fonctionnement d'un disque de turbine de moteur d'avion . Pour y parvenir il est nécessaire de surmonter plusieurs obstacles techniques tels que le développement d'un outil de mesure adapté aux contraintes de l'étude et la mise en place et validation d'un protocole expérimental à haute température.

Bilan des travaux effectués

Notre travail bibliographique a permis de définir un cahier des charges précis et adapté à la problématique. Le premier obstacle technique a pu être surmonté grâce à la mise en place d'une collaboration avec deux experts du domaine de la mesure de plasticité à l'échelle sub-micrométrique et un expert de la corrélation d'images numériques. Cette collaboration fructueuse a permis de valider et d'étendre un outil novateur dans l'étude de l'endommagement et de la plasticité dans les matériaux cristallins : la Heaviside-DIC. Cet outil permet la mesure de champs de déplacements discontinus et a été développé dans le cadre d'essais de mécanique de la rupture sur des roches argileuses [Valle 15]. La rencontre des deux domaines scientifiques a permis d'étendre la méthode en permettant d'identifier les systèmes de glissement actifs et d'accéder à une mesure du glissement des vecteurs de Burgers cumulés dans le plan qui peut être traduite en hauteur de marche sous réserve de coupler cette mesure aux données d'EBSD. Ainsi, sous certaines hypothèses, il est possible d'estimer une quantité de dislocations ayant glissé sur chaque bande. Ce nouveau développement de la H-DIC à la mesure quantitative de la plasticité a été validée sur un cas test en comparant les résultats avec les mesures de hauteur par AFM. En proposant une mesure plus physique de la plasticité, ce nouvel outil vise à rapprocher les domaines de la mécanique des milieux continus généralisés aux sciences des matériaux. Cet outil satisfait bien au cahier des charges défini au début de cette étude et permet d'apporter une solution au problème de cinématique inadaptée dans la DIC classique utilisée dans de nombreuses études de phénomènes discontinus à ces échelles [Carter 12a, Abuzaid 12, Mello 17b, Jiang 17, Bourcier 13].

Cette thèse s'inscrit dans la continuité des travaux de Thébaud [Thébaud 17] qui ont porté sur l'étude des relations entre microstructure et propriétés mécaniques de l'**AD730**. Ceux-ci ont constitué une base bibliographique riche permettant de mieux appréhender les relations entre microstructure, type de sollicitation et propriétés mécaniques. En partant du même matériau et en faisant varier uniquement la taille de grains (**GG** et **TGG**), une première campagne d'essais avec une approche qualitative a permis de mettre en évidence des endommagements intergranulaires plus importants et une plus forte contribution des joints de grains dans la déformation en fluage à 700°C / 700 MPa par rapport à la traction à 20°C, 500°C et 700°C. Les observations au MEB ont révélé des glissements par décalages de rayures nettement supérieurs sur certains joints de macles avec un rôle potentiel dans l'endommagement intergranulaire. En parallèle, l'analyse des faciès de rupture a montré un endommagement intergranulaire typique de la littérature pour les 2 microstructures considérées.

Cela a permis de cibler les conditions de sollicitation de la seconde campagne d'essais mettant en jeu la H-DIC et l'EBSD sur deux superalliage différents : l'AD730 avec une microstructure GG et précipitation γ' fine, et le Mar-M200 + Hf colonnaire qui présente une taille de grains et une fraction volumique de précipités γ' nettement supérieures sans aucun joints de macles. Un protocole expérimental permettant de quantifier les contributions inter/intragranulaire à 2 échelles et pour des déformations macroscopiques inférieures à 1% a été mis en place sous vide avec succès. Il permet une mesure statistique et représentative du comportement des 2 matériaux en fluage sous vide à 700°C / 700 MPa. L'analyse des résultats a permis de confirmer le rôle néfaste de certains joints de macles cohérents et d'en comprendre l'origine. Les joints de macle orientés favorablement selon l'axe de sollicitation produisent un glissement nettement plus intense que celui induit classiquement par un système de glissement intragranulaire. Ce glissement intense génère de forte contraintes d'incompatibilité à l'intersection avec joint de grains et implique l'activation de rotations cristallographiques locales puis partiellement d'un glissement intergranulaire. En reprenant les critères d'amorçage de fissures développés par Stinville et Miao dans un superalliage contenant des macles [Stinville 15c, Miao 09], il est possible d'identifier les configurations microstructurales impliquant les joints de macles les plus néfastes : configuration de «glissement parallèle» avec vecteur de Burgers contenu dans le plan de l'échantillon et contraste de module d'élasticité important de part et d'autre du joint.

Une relecture de la littérature apporte une mise en perspective de ces résultats et montre que cette configuration microstructurale, omniprésente dans les superalliages polycristallins pour disque de turbine, est à l'origine de fissures intergranulaires dans un large domaine de sollicitations allant de la compression jusqu'à la fatigue gigacyclique (figure 12.1.3) et ce pour des tailles de grains très différentes (20 µm dans le

René 88DT et 608 µm dans la microstructure **TGG** d'**AD730**). Finalement, la compilation des résultats de ces travaux avec ceux de l'étude de Larrouy et Thébaud démontre que les joints de macle cohérents sont systématiquement impliqués dans l'amorçage de fissures sur toute la gamme de température et de sollicitations vue par un disque de turbine [Larrouy 15a, Thébaud 17]. La précipitation est le paramètre clé dans la formation de cet endommagement. De l'ambiante jusqu'à 465°C, la précipitation est responsable de la localisation de la déformation sous forme de micro-volumes en traction et en fatigue. En fluage à 700°C / 700 MPa, les travaux de Thébaud ont mis en évidence que la taille et la distance inter-précipités jouent un rôle majeur dans les propriétés en fluage [Thébaud 15]. Une taille de précipitation fine ainsi qu'une distance inter-précipité minimale freine énormément les dislocations et concentre la localisation de la plasticité qui entraîne une hétérogénéité de déformation intragranulaire très importante. A l'inverse une taille de précipitation grossière favorise le déplacement des dislocations et une déformation intragranulaire plus homogène.

Étant donné les contraintes de conception des disques de turbines en superalliage polycristallin, deux voies sont possibles pour améliorer leurs propriétés :

- la première voie implique la suppression des joints de macle Σ3 et le maintien d'une taille de grains fine ainsi qu'une précipitation bimodale fine. Cela permettrait de maximiser les propriétés en traction, fatigue et fluage en bénéficiant d'un durcissement intragranulaire et intergranulaire importants tout en retardant l'endommagement intergranulaire induit par l'environnement (oxydation à haute température);
- la deuxième voie prend en compte la présence des joints de macle Σ3 et nécessite un compromis entre augmentation du durcissement intragranulaire via une précipitation bimodale fine et la limitation du rôle néfaste des joints de macle Σ3 via le grossissement de la précipitation. Un adoucissement du grain induirait des propriétés mécaniques plus faibles au bénéfice d'un endommagement intergranulaire limité. L'affinement de la taille de grain permettrait de regagner les propriétés mécaniques perdues et de limiter le rôle néfaste des joints de macle dans une moindre mesure. Cependant une diminution de ce paramètre augmente la sensibilité du matériau aux effets de l'environnement.

Perspectives

Beaucoup d'éléments n'ont pas pu faire l'objet d'une analyse approfondie et de nombreux chalenges techniques restent à surmonter. On se propose ici de résumer les perspectives qui découlent de notre étude sur les superalliages, puis de proposer des études types à mener à l'aide du protocole mis en place, avant de terminer sur un axe de développement instrumental qui nous tient à cœur.

En partant des données acquises au cours de ces travaux, l'analyse statistique des différents critères de compatibilité géométrique de transmission de la plasticité au niveau des joints de grains permettrait d'affiner les critères cristallographiques sur les configurations amenant à l'endommagement intergranulaire. Notamment l'analyse des angles de twist et de tilt entre les systèmes activés de part et d'autre du joint de grains employés dans les études de Larrouy et Genée [Genée 17, Larrouy 15a]. L'étude des structures de dislocations et vérification des systèmes de glissement actifs au sein des joints de macles qui glissent au MET sur l'éprouvette d'**AD730 GG** permettrait de vérifier que les mécanismes de déformation locaux qui sont à l'œuvre sont du cisaillement par des dislocations parfaites de matrice ou bien des dislocations partielles de Shockley. Dans le second cas, cela indiquerait que ce glissement intense est porté par un nombre très important de dislocations. L'analyse au MET de joints de grains **HAGB** et **LAGB** permettrait de mieux comprendre le lien entre glissement intergranulaire sur ces joints et accommodation intragranulaire. Il serait utile de valider le scénario d'endommagement en refaisant le même essai de fluage sur la même microstructure mais de manière *in-situ* à haute température au MEB pour différents niveaux de déformation plastique jusqu'à 1 %. Cela permettrait de vérifier le comportement des joints de macle dans les premiers stades de la déformation plastique et de retracer la chronologie complète de l'endommagement intergranulaire. Cependant une telle expérience reste complexe à réaliser sous MEB sur de longues durées.

La mise en place du protocole expérimental avec la H-DIC pour différentes microstructures modèles et types de sollicitations (fluage, fatigue, fatigue-fluage, traction) permettrait :

- d'analyser l'influence de la nature et de la morphologie (dentelures) des joints de grains sur leur glissement en fonction des conditions de sollicitation;
- en couplant avec des techniques d'analyse chimique fines, elle permettrait l'analyse de l'influence de la chimie d'un joint de grains dans son comportement en fonction des conditions de sollicitation. Dans le cas d'alliages sans joint de macle, l'endommagement se produit toujours aux joints de grains mais implique des mécanismes différents sur des durées beaucoup plus longues. L'étude de Stinville et al. [Stinville 15b] sur l'influence de la désorientation d'un joint de grains dans le domaine du fluage diffusion de deux alliages pour application aube de turbine a mis en évidence que la composition chimique du joint de grains est étroitement liée à sa résistance. L'ajout de Bore permet une meilleure accommodation de la déformation au niveau du joint de grains et améliore ainsi les propriétés en fluage de l'alliage. En présence de Bore, le joint de grains subit une rotation progressive jusqu'à l'amorçage d'une fissure alors qu'en l'absence de Bore le joint de grains s'endommage avec la création de lacunes. D'autres études récentes en traction lente à haute température mettent en évidence une ductilité améliorée aux joints de grains par l'ajout de Bore [Kontis 16];
- d'analyser quantitativement l'effet des paramètres microstructuraux (taille et distance inter-précipités, taille de grains) sur l'intensité du glissement. Cela permettrait de vérifier que le glissement est plus intense dans le cas d'une précipitation bimodale fine que dans le cas d'une précipitation mono-modale plus grossière et de déterminer des seuils sur ces paramètres microstructuraux au delà desquels l'intensité du glissement sur une bande devient néfaste.

La H-DIC peut être appliquée à tout matériau cristallin comme les alliages de titane, dans lesquels les problématiques d'incompatibilités de déformation aux joints de grains jouent un rôle clef dans les abattements de durée de vie en fatigue - dwell [Lavogiez 19, Lavogiez 18, Hémery 19].

Enfin le développement d'outils de post-traitement s'appuyant sur la microscopie corrélative permettrait d'automatiser l'alignement des données de H-DIC sur des données issues d'autres outils de caractérisation. Cette étape fastidieuse d'alignement et de manipulation de données issues des différents moyens d'investigation tels que l'EBSD ou l'EDS permettrait un accroissement significatif de l'efficacité d'analyse des données en automatisant par exemple l'identification des systèmes de glissements. L'objectif final d'un tel outil de post-traitement est de créer un ensemble de données cohérent plus facilement manipulable dans lequel chaque objet, par exemple les grains ou joints de grains, se verraient attacher des attributs tels que la désorientation, le glissement, la concentration chimique etc... Cela permettrait de combler le gap d'analyse entre les échelles des phénomènes physiques et mécaniques, et ouvrirait la voie à l'analyse statistique de mesures locales sur de grandes échelles pour définir des critères d'amorçage de fissures. L'apport de l'ensemble de ces données alimenterait et enrichirait les simulations CP-FEM en prenant en compte plus de paramètres physiques liés aux joints de grains et à la localisation de la plasticité au niveau des bandes de glissement [Fohrmeister 19, Marano 19].

Annexes

Annexe A

Notions et définitions sur les joints de grains

Cette annexe, basée sur les ouvrages de Priester et Couzinié et al., sert à donner les définitions et notions physiques autour des joints de grains afin de mieux comprendre les processus de déformation et/ou d'endommagement qui peuvent y prendre place [Priester 11, Couzinié 12, Priester 06].

A.1 Terminologie des Joints de grains

Un grain est caractérisé par une orientation cristallographique. Un joint de grains correspond à la frontière qui sépare deux orientations. Il existe deux manières principales de décrire les joints de grains. La première et la plus répandue est basée sur des critères géométriques, la seconde concernant des critères énergétiques. Cependant il n'existe pas de relation bijective entre les deux descriptions.

Calcul de la désorientation cristallographique d'un joint de grains :

Définir une désorientation cristallographique d'un joint de grains consiste à déterminer l'angle θ autour d'une direction cristallographique [uvw] permettant le passage d'un cristal à un autre. Parmi toutes les rotations permettant le passage du réseau cristallin d'un grain à son voisin, il est usuel de considérer la plus petite comme « désorientation ».

Le réseau de coïncidence, CSL (« Coincident Site Lattice ») :

Il correspond au réseau constitué des nœuds communs aux réseaux des 2 cristaux voisins. L'indice de coïncidence Σ d'un joint de grains correspond à l'inverse de la densité de nœuds communs dans la maille de coïncidence [Balluffi 82]. Une illustration de joints de coïncidence Σ 3, présentant un nœud sur 3 communs aux 2 mailles, et Σ 5, avec un atome sur 5 commun aux 2 mailles, est donnée sur la figure A.1.1. Généralement dans un polycristal, il est rare qu'un joint de grains ait une désorientation correspondant exactement à un réseau de coïncidence. Pour déterminer quelle est la déviation de l'angle de coïncidence minimum admis pour classer les joints de grains dans une famille de désorientation, on utilise deux critères : **Brandon** avec n=0,5 et **Palumbo** avec n=5/6 [Brandon 66]. Ces critères lient la valeur maximale de déviation angulaire $\Delta \theta_{max}$ par rapport à l'angle exacte de coïncidence en fonction de l'indice de coïncidence Σ considéré par la relation :

$$\Delta \theta_{max} = 15^{\circ} \cdot \Sigma^{-n}$$

A noter que le critère de Palumbo est beaucoup plus restrictif que le critère de Brandon. Cette description des joints de grains est une description purement géométrique qui ne prend pas en compte le plan du joint de grains.



Fig. A.1.1 – Illustration de différents joints de grains selon leur désorientation avec les HAGB, correspondant aux joints de grains généraux avec des désorientations supérieures à 15° et qui ne possèdent pas de sites de coïncidences, les LAGB, correspondant à des désorientations inférieures à 15°, et les CSLB, correspondant à des désorientations supérieures à 15° et qui possèdent des sites de coïncidences. Deux joints $\Sigma 3$ et $\Sigma 5$ sont illustrés : les atomes en vert forment le réseau CSL entre les deux grains symbolisés par les atomes rouges et bleus [Lu 16, Couzinié 12, Priester 11].

La classification des joints de grains basée sur la désorientation :

La classification la plus courante des joints de grains est basée sur leur désorientation. Il est possible de les répartir en trois familles de désorientations qui sont représentées sur la figure A.1.1 :

- Les joints de grains à faible désorientations **LAGB** (Low Angle Boundaries) : il s'agit de « sous joints » intragranulaires correspondant à des désorientations inférieures à 15°
- Les joints de grains spéciaux ou de coïncidence CSLB (Coincident Site Lattice Boundaries) : il s'agit de joints de grains correspondant à des désorientations supérieures à 15° qui possèdent des sites de coïncidence. Au sein de cette famille, on peut distinguer :
 - Les $\Sigma 3$ aussi appelés joints de **macle** qui peuvent être cohérents ou incohérents
 - Les joints de coïncidence compris entre $\Sigma 5$ et $\Sigma 29$

 Les joints de grains généraux HAGB (High Angle Grain Boundaries) : il s'agit de joints de grains correspondant à des désorientations supérieures à 15° qui ne possèdent pas de sites de coïncidences

La limite de 15° pour différencier les joints de grains de faible désorientation des joints de grains de forte désorientation est la limite la plus répandue. Cette limite tire son origine du modèle de description des joints de grains de faible désorientation de Read-Shockley. Elle correspond à un maximum d'énergie qui borne le domaine des joints de grains de faible désorientation. Plus récemment les mesures expérimentales menées par Shigematsu dans du Quartz montrent une transition de structure de dislocations autour de 9 et 14° de désorientation [Shigematsu 06].

Il est aussi important de noter que cette classification est limitée car elle ne prend pas en compte le plan du joint. Il existe d'autres classifications, moins courantes, basées sur le plan du joint de grains et d'autres critères non géométriques tels que la diffusion du joint de grains, la présence ou non de dislocations extrinsèques ...

Dans le cadre de cette étude les joints de grains ont été classés en 3 catégories [Bieler 09, Bieler 14, Priester 11, Lu 16, Stinville 16a, Miao 09] :

- les LAGB avec une désorientation comprise entre $[2^{\circ} 15^{\circ}]$
- les macles $\Sigma 3$ cohérentes et incohérentes
- les HAGB avec une désorientation comprise entre]15° 180°] et qui ne possèdent pas de sites de coïncidences



Fig. A.1.2 – Illustrations d'un joint de macle Σ3 cohérent (a) et incohérent (b) ainsi que leurs énergies interfaciales respectives (c) [Tézenas Du Montcel 12, Priester 06]. Illustrations des joints de macle cohérents et incohérents sur une carte de désorientation des joints de grains.

Les joints de macle :

Les joints de macles font partie des joints de grains spéciaux caractérisés par un indice de coïncidence $\Sigma 3$ et une rotation de 60° autour d'une direction <111> dans la structure CFC. Leur apparition est étroitement lié à la gamme de forgeage, aux traitements thermiques et à la composition chimique de l'alliage qui va jouer sur l'énergie de faute d'empilement. Le maclage est favorisé dans les alliages à faible énergie de faute d'empilement comme les superalliages et par des gammes de forgeages multi-passes [Randle 04]. Ils ont des propriétés très particulières : ils ne possèdent pas de réseau de dislocations intrinsèques (pas de distorsion de la maille cristallographique) ; ils ont une diffusivité proche du volume et ils présentent une forte résistance à la corrosion.

On distingue les joints de macles cohérents des joints de macles incohérents, par le plan du joint dans le volume et leur énergie interfaciale. Un joint de macle cohérent correspond aux plans de glissement cristallographiques {111} et possède une énergie interfaciale très faible associée à une très grande stabilité structurale : ce sont des joints de grains à l'équilibre. A l'inverse, les joints de macle incohérents possèdent une énergie élevée, proche des joints de grains généraux, et une morphologie en volume pas nécessairement planaire : ce sont des joints de grains hors équilibre (Illustrations des deux types de joints de macles A.1.2). En pratique, la proportion de joints de macles incohérent est faible comparée aux joints de macles cohérents. Les macles incohérentes sont souvent issus de maclage incomplet et on les retrouve notamment au niveau de l'extrémité d'un joint de macle cohérent. Cette distinction est à l'origine de comportements et propriétés très différents. Suivant leur alignement par rapport à l'axe de sollicitation, les macles cohérentes sont susceptibles de glisser et d'accommoder beaucoup de déformation plastique contrairement à une macle incohérente qui aura tendance à créer des sources de concentrations de contraintes. Enfin les macles sont considérées comme des joints durs car l'entrée d'une dislocation de matrice est difficile et exige de fortes contraintes et la cinétique de relaxation est très lente et incomplète.

A.2 Les joints de grains et la plasticité cristalline

Les différents types d'interactions entre les dislocations et les joints de grains :

- Les dislocations **intrinsèques** : ce sont les dislocations structurales du joint de grains qui forment le réseau d'équilibre.
- Les dislocations **extrinsèques** : ce sont les dislocations venant de l'extérieur du joint de grains qui perturbent le réseau d'équilibre des dislocations intrinsèques du joint de grains.

Une dislocation extrinsèque est formée par l'entrée d'une dislocation de matrice dans le joint de grains et entraîne éventuellement une relaxation du système grain / joint de grains en diminuant l'énergie élastique stockée. La formation ou l'accommodation d'une dislocation extrinsèque implique les processus suivants, illustrés sur la figure (A.2.1) (a) :

- La combinaison ou absorption : une dislocation de matrice se combine avec une dislocation intrinsèque. Si tous les produits de cette combinaison appartiennent au réseau DSC, il n'y a pas de faute d'empilement dans le joint de grains.
- La décomposition : une dislocation de matrice se décompose en une dislocation glissile, dont le vecteur de Burgers est contenu dans le plan du joint de grains (elle peut se déplacer le long du joint), et une dislocation sessile, dont le vecteur de Burgers est perpendiculaire au plan du joint de grains (elle ne peut se déplacer que par montée dans le joint donc nécessite une activation thermique). Cette dislocation sessile est directement responsable du changement de désorientation locale du joint de grains.
- La **transmission** : la dislocation entrante se transmet intégralement ou un de ses produits de décomposition se transmet dans le grain voisin voire éventuellement dans le grain d'origine en laissant



Fig. A.2.1 – (a) Schémas des différentes interactions entre une dislocation de matrice et un joint de grains [Couzinié 12, Priester 11]

une dislocation résiduelle dans le joint de grains associée au vecteur de Burgers résiduel (noté $\overrightarrow{b_r}$ sur la figure (A.2.1)). Ce processus dépend des systèmes de glissement activés de part et d'autre du joint de grains, du plan du joint et des caractéristiques de la dislocation.

Deux types de transmission sont possibles et illustrés sur la figure (A.2.1) (b) :

- La transmission directe qui nécessite que les 3 conditions suivantes soient réunies :
 - Les traces des plans de glissement de part et d'autre du joint de grains doivent s'intercepter dans le plan du joint de grains
 - Le vecteur de Burgers résiduel doit être le plus petit possible
 - La cission résolue critique sur la dislocation émise par le joint de grains doit être très forte
- La transmission indirecte qui implique l'activation d'une ou plusieurs sources de dislocations

de matrice au niveau du joint de grains par accumulation de contraintes. Ce mode de transmission ne nécessite pas de conditions géométriques particulières.

Annexe B

Mesure de l'orientation cristalline avec l'EBSD

B.1 Principe de fonctionnement



Fig. B.1.1 – Schéma du principe de la formation des clichés de diffraction dans la technique EBSD [GN-MEBA 04, GN-MEBA 15, Britton 16]

La technique EBSD requiert l'utilisation d'un MEB équipé d'un système d'acquisition spécifique, à savoir une caméra et un écran de phosphore. Pour récupérer un maximum d'électron rétro-diffusés, l'échantillon est tilté à 70°. La technique est basée sur l'interaction du faisceau d'électrons incident avec l'échantillon. Les familles de plans cristallins respectant les conditions de Bragg produisent des cônes de diffraction qui sont interceptés par l'écran de phosphore. L'intersection de ces cônes avec l'écran donne lieu à la formation de paires de lignes de Kikuchi et l'ensemble de ces paires de lignes constituent un diagramme de Kikuchi aussi appelé EBSP (Electron Beam Scattering Pattern) (figure B.1.1). Ainsi un diagramme de Kikuchi est caractéristique de la maille cristallographique et donc de ses symétries. En connaissant la maille cristallographique, il est possible de comparer le diagramme de Kikuchi expérimental avec un diagramme synthétique afin d'indexer chaque paire de lignes de Kikuchi et ainsi déterminer l'orientation du cristal (figure B.1.2).

Chaque diagramme de Kikuchi correspond à un point de mesure et une orientation cristallographique. La formation d'un diagramme de bonne qualité nécessite la préparation d'une surface plane sans écrouissage. Tout ce processus est aujourd'hui automatisé et permet de réaliser de grandes cartographies d'orientation. La solution d'acquisition et d'analyse employée au laboratoire est un système EDAX TSLTM

V6.1.3.

<complex-block> Cyptorenterio C Control <pControl</p> Control Contro

Post-traitement et détermination de l'orientation du Crystal

Fig. B.1.2 – Procédure de post-traitement pour remonter à l'orientation du cristal [GN-MEBA 04, GN-MEBA 15, Britton 16]

B.2 Identification des systèmes de glissement activés

Le schéma B.2.1 permet d'expliquer le protocole standard d'identification des systèmes de glissement utilisé dans l'étude. Les différents angles et repères nécessaires sont illustrés sur deux schémas afin de faciliter leur lisibilité. La trace d'un plan de glissement correspond à l'intersection du plan de glissement avec le plan d'observation de l'échantillon. Celle-ci forme une ligne avec un angle θ par apport l'axe horizontal.

À partir de l'orientation du cristal mesurée par EBSD, l'angle de la trace associée aux 4 plans de glissement possibles dans la structure CFC est calculé de la manière suivante :

$$\theta = \arccos\left(\frac{\left(\overrightarrow{n_{PG}} \land \overrightarrow{ND}\right) \cdot \overrightarrow{TD}}{\left\|\overrightarrow{n_{PG}} \land \overrightarrow{ND}\right\|} \left\|\overrightarrow{TD}\right\|}\right)$$

La comparaison de la mesure de l'angle θ avec les angles des traces précédemment calculés permet d'**identifier le plan de glissement actif**. À cette étape, seul le plan de glissement est identifié ; il manque une information supplémentaire pour discriminer les 3 directions de glissement possibles dans le plan.

Les facteurs de Schmid sont calculés pour les 3 directions possibles de chacun des plans en faisant l'hypothèse que l'axe de sollicitation macroscopique est colinéaire à l'axe de sollicitation principal au niveau du cristal :

$$\mu = \cos(\Phi)\cos(\lambda) = \frac{\overrightarrow{n_{PG}} \cdot \overrightarrow{\sigma}}{\|\overrightarrow{n_{PG}}\| \|\overrightarrow{\sigma}\|} \times \frac{\overrightarrow{b} \cdot \overrightarrow{\sigma}}{\|\overrightarrow{b}\| \|\overrightarrow{\sigma}\|}$$

Le facteur de Schmid est un scalaire compris entre 0 et 0.5 permettant d'évaluer l'orientation favorable au glissement d'un système vis-à-vis de l'axe de sollicitation. Il est maximal lorsque le plan et la direction de glissement sont orientés à 45° de l'axe de sollicitation. L'activation d'un système de glissement se produit lorsque la contrainte projetée dans ce système de glissement, appelée cission résolue, dépasse une valeur seuil nommée cission résolue critique (τ_{CRSS}). Le système de glissement qui possède le plus fort facteur de Schmid est le système qui est le mieux orienté pour glisser et donc le système qui a le plus de chance d'être actif. Ainsi, il est commun de faire l'hypothèse que la direction de glissement active est la direction possédant le facteur de Schmid le plus élevé.

Remarque : Tous les calculs d'angles sont ramenés au même repère échantillon donné par le système EBSD à savoir $(\overrightarrow{RD}, \overrightarrow{TD}, \overrightarrow{ND})$. Or ce repère ne coïncide pas avec le repère standard d'une image dans lequel l'origine est située en haut à gauche avec l'axe des Y défini de haut en bas. La comparaison des angles obtenus par calcul à partir des données EBSD et par mesure directe ou H-DIC doit se faire dans le même référentiel.





Annexe C

Le covariogramme, outil d'évaluation de la texture de l'image

C.1 Définition du covariogramme



Fig. C.1.1 - Schéma de principe du covariogramme appliqué à une distribution de particules binarisées.

Le covariogramme est un outil issu de la géostatistique qui traduit l'état de distribution spatiale de la texture de l'image dans une direction donnée. Étant donné un ensemble de grains Ω , la covariance de cet ensemble suivant le vecteur \vec{h} , notée C(h), est la probabilité que cet ensemble de grains translaté de h, noté Ω_h , intersepte l'ensemble initial. La définition mathématique est la suivante :

$$C(h) = \int_{\Omega} g(x) \cdot g(x+h) dx = |\Omega \cap \Omega_h|$$

avec g l'indicatrice du champ Ω

La figure C.1.1 illustre schématiquement le covariogramme suivant la direction x d'une distribution de particules. Lorsque les 2 images sont superposées, la covariance est maximale. Au fur et à mesure que l'image est translatée suivant la direction x, la probabilité d'intercepter les particules diminue jusqu'à devenir nulle à la distance a, appelée distance de corrélation ou aussi portée [Nait-ali 15]. Ainsi, le covariogramme permet de caractériser la taille de grains moyenne de cette distribution de particules dans la direction x.

C.2 Propriétés du covariogramme



- Fig. C.2.1 Exemples de covariogrammes sur des images de précipitations à des résolutions proches : image d'une microstructure à précipitation fine bimodale à x2500 (a) et d'une microstructure mono-modale à x800 (b).
 - La valeur à l'origine est un indicateur de la fraction surfacique. Celle-ci est d'autant plus importante que la surface est grande.
 - La pente du covariogramme renseigne sur la finesse des grains de la texture et leur distribution en taille. Plus la pente est forte, plus les grains sont petits. Les changements de pentes et épaulements indiquent d'autres populations en taille.
 - Des oscillations régulières du covariogramme mettent en évidence une texture périodique.

La figure C.2.1 présente des exemples de covariogrammes pour deux textures naturelles correspondants à deux états de précipitation. Les covariogrammes permettent de mettre en évidence les différentes caractéristiques des textures de précipitations (aléatoire/périodique, population bi-modale, isotropie suivant 2 directions). Les deux textures permettent de réaliser de la DIC HR car elles possèdent une taille de grains idéale autour de 3 px, une distribution isotrope selon x et y. Cependant, la texture naturelle (b) présente de meilleures caractéristiques métrologiques que la (a) car elle possède une seule population de grains qui recouvre la majeure partie de l'image (covariogramme beaucoup plus aplati) et celle-ci est aléatoire dans les deux directions x et y. En pratique, la corrélation sera moins bonne au niveau des précipités primaires de la texture naturelle (a). Ainsi le covariogramme associé à la texture (b) est le covariogramme vers lequel il faut tendre pour se rapprocher d'une texture idéale pour la DIC HR.

Annexe D

Protocoles d'essais

D.1 Protocole d'essai de la partie III

- 1. Polissage des échantillons suivant le protocole décrit dans la section 5.1
- 2. Mesures de la géométrie des éprouvettes : épaisseur, largeur, longueur totale et utile
- 3. Application des rayures longitudinales avec un papier SiC grade 4000 et mise en place des marqueurs «haute température» pour les essais de traction à chaud
- 4. Pré-cuisson pour les éprouvettes testées en température
- 5. Acquisition de grilles d'images au microscope optique de la partie utile avant et après essai :
 - Pour la traction : au grossissement x5 soit une résolution de 0,69 μm / px avec 20 % de recouvrement et une grille de 3 x 9 images.
 - Pour le fluage : au grossissement x5-x1.6 soit une résolution de 0,43 μm / px avec 20 % de recouvrement et une grille de 6 x 15 images pour le TGG¹ et 5 x 17 images pour le GG

Des grilles d'images sont acquises avant et après déformation en prenant soin de ré-aligner l'éprouvette au degré près. Le recollement des images est réalisé sous FIJI avec une précision subpixel permettant d'éviter l'apparition des traces de la grille d'images sur les résultats de la DIC. Les images recollées sont ensuite alignées numériquement sous FIJI via une interpolation bicubique permettant de supprimer le déplacement de corps rigide et ainsi gagner du temps sur la corrélation d'images. Le détail de la procédure de recollement des images ainsi que le post-traitement des données de DIC sont décrits dans les annexes E et F.

Le mode d'imagerie en champ sombre révèle une texture naturelle fine et permet d'atteindre de bonnes performances en corrélation d'images. Cependant le covariogramme montre une importante anisotropie de cette texture directement liée aux rayures longitudinales. La perte de corrélation au niveau des zones de forte densité de rayures et de bandes de glissement. Ces zones sont caractérisées à l'échelle de la fenêtre par une texture très pauvre et par des pixels saturés en blanc ne permettant pas une bonne corrélation. Au cours de l'étude, les essais avec le mode de contraste champ sombre ont mis en évidence que celui-ci est très sensible à la moindre modification de l'état

^{1.} La grille d'images de la partie utile de l'éprouvette de fluage **TGG** a été coupée aux extrémités car une contamination en cours de l'essai rend ces zones inexploitables.

de surface comme l'oxydation à haute température. De plus, celui-ci nécessite de faire un compromis entre une gamme dynamique large et une saturation dans le blanc des rayures et bandes de glissement entraînant de facto des erreurs de corrélation dans ces zones. C'est pourquoi ce mode de contraste a été remplacé par le contraste interférentiel différentiel circulaire (C-DIC), moins sensible aux changements de l'état de surface.

- 6. Réalisation des essais de traction et fluage pour appliquer 1 % de déformation plastique au niveau de la partie utile
- 7. Réalisation de la DIC classique pour accéder aux champs de déformation plastique
- 8. Repérage de zones d'intérêts et observations plus fine au MEB

D.2 Protocole d'essai de la partie IV

- 1. Polissage des échantillons suivant le protocole décrit dans la section 5.1
- 2. Mesures de la géométrie des éprouvettes : épaisseur, largeur, longueur totale et utile
- 3. Acquisition EBSD sur toute la partie utile avec les paramètres donnés dans le tableau D.2.1. Un pré-alignement du support est réalisé au degré près avant chaque acquisition.

Tension	Distance de travail	Grossissement	Courant d'échantillon	Pas
25 kV	15 mm	x 200	1.5-1.8 nA	5 µm

Tab. D.2.1 – Paramètres d'acquisition EBSD.

- 4. Mouchetis obtenus suivant la méthode décrite dans la section 6.6.
- 5. Acquisition de grilles d'images au MEB FEG et MO avant et après interruptions. Les paramètres d'acquisition sont donnés dans les tableaux D.2.2 et D.2.3. Pour retrouver les zones locales au MEB, un élément microstructural est utilisé comme repère. Ce repère est aligné par rapport à des axes horizontaux et verticaux à un grossissement² de x5000 ce qui permet de centrer la grille d'images. Des rectangles rouges sur les figures 9.2.3 et 9.2.4 indiquent ces repères et deux sont donnés en exemple. Il est aussi possible de les repérer par les rectangles de contamination laissés après acquisition. Les paramètres d'acquisition du MEB FEG s'inscrivent dans les recommandations de la littérature décrites dans cette section 5.3.2. Le grossissement de x800 est issu d'un compromis entre la plus grande zone d'analyse balayable par rapport aux microstructures étudiées tout en limitant les distorsions spatiales induites par les faibles grossissements au MEB. En-dessous de x500 les distorsions radiales sont trop importantes pour pouvoir recoller les champs sans induire des déformations parasites supérieures à 1% [Soula 08, Sutton 07a].

^{2.} le grossissement a aussi fait l'objet d'une attention particulière pour se rapprocher au maximum des limites de résolution de la microscopie optique proche de $0,2 \mu m$. En pratique un grossissement au delà de x10 ne permet pas d'améliorer les performances en terme de résolution spatiale et cela augmente l'échantillonnage de l'image et donc alourdit son traitement en vue de faire de la H-DIC (image recollée de 2Gpx avec un poids de 7 Go). C'est pourquoi l'essai sur l'éprouvette d'**AD730 GG** présente un sur-échantillonnage important des grains de mouchetis qui a été réduit en utilisant une interpolation bicubique afin de se ramener à une taille de grains proche de 3 px.

6. Essai de fluage sous vide en prenant un maximum de soin lors du montage et démontage de l'éprouvette afin de ne pas polluer la surface utile

Tension	Distance de travail	Grossissement	Temps de pause	Résolution	Définition d'une image
5 kV	8-10 mm	x 800	20 µs / px	37 , 2 nm / px	4096 x 3072 px ²

Éprouvette	Contraste	Grossissement	Résolution	Définition d'une	Grilles d'images	Définition
			(µm / px)	image		d'image
						résultante
AD730 GG	Champs sombre	x 10 - x 2,5	0,14	2452 x 2056 px ²	51 x 14 images	2 Gpx
DS 200	Champs sombre	x 10	0,345	2452 x 2056 px ²	20 x 5 images	374 Mpx

Tab. D.2.3 – Paramètres d'acquisition au MO.
Annexe E

Protocole d'alignement et de recollement d'images

E.1 Alignement d'images

L'alignement d'images (« *image registration* » en anglais), est une technique qui consiste à mettre en correspondance des images issues de différentes sources (MEB, MO, EBSD, EDS ...), prises à différentes instants et dans des conditions différentes (grossissement, couleur, noir/blanc ...). Elle implique la recherche d'une transformation géométrique permettant de lier les coordonnées d'une image cible à l'image source.

Ici le protocole réalise les étapes suivantes :

- Appariement et mesure des coordonnées d'au moins 4 points dans l'image cible et l'image source à l'aide de FIJI/ImageJ (étape illustrée sur la figure E.1.1)
- Lecture des coordonnées et estimation des 8 degrés de liberté de la transformation homographique (1 rotation, 2 translations, 2 perspectives, 1 facteur d'échelle, 2 cisaillements) par une méthode des moindres carrées dans un script Python à l'aide du package Scikit Image [Van der Walt 14]
- Application de la transformation à l'image source générant une image alignée sur l'image cible avec la même taille de pixel E.1.2.

De la même manière que dans la corrélation d'images numériques (DIC), le choix de la transformation géométrique joue un rôle primordial sur les résultats. Étant donné le cas d'application qui concerne l'alignement d'images prises à différents points de vue, illustré sur la figure E.1.1, la transformation homographique est la plus adaptée pour décrire ce problème. De plus il s'agit de la même méthode appliquée dans les thèses de Soula et Thibault et plus récemment par Chen sur de gros set de données [Soula 08, Thibault 12, Chen 18].

En plus des transformations 2D classiques (euclidienne, transformation affine), la transformation homographique permet de prendre en compte le point de vue à l'aide des coordonnées homogènes des points. Un point de l'image 2D de coordonnées cartésiennes (x, y) a pour coordonnées homogènes (x', y', z') avec $x = \frac{x'}{z'}$ et $y = \frac{y'}{z'}$. La matrice de la transformation relie les coordonnées homogènes des points de l'image source à l'image cible via la relation suivante :





Fig. E.1.2 – Superposition de la cartographie des joints de grains, issue de l'EBSD, après transformation homographique sur l'image acquise au Microscope Optique.

$$X' = HX$$

$$\begin{bmatrix} x'\\y'\\z'\end{bmatrix} = \begin{bmatrix} x \cdot z'\\y \cdot z'\\z'\end{bmatrix} = H\begin{bmatrix} x\\y\\1\end{bmatrix}$$

Avec

$$H = \begin{bmatrix} s \cdot \gamma_1 \cdot \cos(\theta) & -s \cdot \gamma_2 \cdot \sin(\theta) & t_x \\ s \cdot \gamma_1 \cdot \sin(\theta) & s \cdot \gamma_2 \cdot \cos(\theta) & t_y \\ p_0 & p_1 & 1 \end{bmatrix}$$

Ceci implique de déterminer 8 degrés de liberté donc de connaître au moins 4 points (2 équations par couple de points) :

- la rotation autour de Z d'angle θ
- les 2 translations t_x et t_y
- 1 facteur d'échelle s
- 2 cisaillements γ_1 et γ_2
- les 2 paramètres de perspectives p_0 et p_1

E.2 Recollement d'images et incertitudes

Le recollement d'images («*image stitching*» en anglais) consiste à réaliser une image panorama résultant du recollement d'une grille d'images. Il permet de dépasser le compromis entre taille du champs de vision et résolution spatiale et offre ainsi la possibilité d'étudier le comportement mécanique. Dans le cadre de ces travaux, le recollement d'images subpixel a été réalisée à l'aide du plugin Grid Collection stitching dans ImageJ / FIJI [Preibisch 09, Schindelin 12] et les faciès de rupture ont été recollés sur Hugin Panorama Photo Stitcher.

Le premier est un outil scientifique développé au sein de la communauté de la BioImagerie ; il offre de très bonnes performances grâce à l'emploi de la FFT pour recoller de gros volumes d'images. Cette approche résout de manière globale l'alignement des images limitant la propagation d'erreurs dans le cadre d'alignement paire à paire. Elle prend en compte uniquement les translations (x,y,z) ce qui la rend à la fois robuste et rapide mais ce qui limite son utilisation à des grilles d'images acquises sur une platine motorisée. En effet, cette approche est incapable de recoller des images prises à différents points de vue ni de prendre en compte les distorsions de l'objectif contrairement au logiciel libre Hugin Panorama Photo Stitcher.

Ce dernier est un logiciel de construction de panorama pour photographe qui modélise l'objectif de la caméra avec ses paramètres géométriques (3 rotations, 3 translations, 5 paramètres de distorsion et de cisaillement) mais aussi photométriques (balance des blancs, exposition, réponse du capteur). L'approche implémentée est une approche locale dans laquelle l'algorithme recherche des points de contrôle entre les différentes images et réalise l'alignement des images en tenant compte des degrés de liberté fixés. De plus le logiciel propose une gestion de la zone de recouvrement beaucoup plus performante et permet de supprimer totalement les effets de vignettage visible sur l'image recollée par le plugin FIJI F.2.2. Cependant pour de gros volumes d'images le logiciel est moins performant, l'optimisation des paramètres est plus fastidieuse que l'approche globale proposé ci-dessus et surtout moins répétable.

La figure E.2.1 présente les résultats de recollement d'images MEB et MO avec les deux types d'approches. Dans les deux exemples présentés, aucune jointure n'est visible ce qui valide le très bon recollement des images. On peut voir sur l'image recollée avec le plugin de FIJI que la zone de recouvrement présente un léger flou à cause du mélange linéaire alors que l'image recollée sur Hugin ne présente aucun effet de flou ni de vignettage au niveau des zones de recollement.

La réalisation de DIC sur des images recollées est délicate car toute erreur de recollement au pixel près sera nettement visible sur les champs de déplacements sous forme d'une grille correspondant aux contours de chacune des images acquises [Carroll 10, Jiang 17]. Des tests sur des images recollées avec les deux approches ont été effectués afin de trouver la meilleure solution pour réaliser de la DIC. Ils ont abouti au choix du plugin Grid Collection stitching, plus simple, rapide, répétable et robuste dans le cadre des acquisitions de grilles d'images aux microscopes optique et électronique. Les différents essais menés pendant la thèse ont permis de valider le recollement subpixel de cette approche mais aussi d'en apprécier les limites.

Afin d'éviter au maximum les déplacements de corps rigide, une procédure d'alignement inspirée des travaux de Soula [Soula 08] a été développée et comprend les étapes suivantes :

1. Alignement au degré près sur les têtes des éprouvettes plates ou le support des éprouvettes cylin-



driques à méplat avant chaque acquisition

2. Alignement numérique avec une précision inférieure ou égale à 0, 1° sur FIJI des images recollées en utilisant une interpolation bicubique

Les principaux enseignements de ces différents tests de mise en place de l'expérience sont les suivants :

- les figures E.2.3 et E.2.4 présentent les résultats de DIC et H-DIC sur le même échantillon pour 2 grossissements, avant et après remontage de l'éprouvette et en suivant le protocole d'alignement. Cela permet d'évaluer grossièrement les erreurs liées au protocole d'alignement, de recollement et au système d'acquisition. Les zones de recouvrement montrent des performances métrologiques moins bonnes que le reste, mises en évidences par des valeurs de déformation équivalentes plus importante allant jusqu'à 0.1 %. Au sein d'une tuile ¹ on trouve des valeurs inférieures à 10⁻⁴ aussi bien sur de la DIC classique qu'en H-DIC. Il est possible d'atteindre de meilleurs performances en réalisant la DIC sur chacune des images puis de recoller les résultats, cependant la limitation d'une telle approche réside dans la zone de calcul qui se rétrécie au fur et à mesure que la déformation est importante et dans la gestion lourde des résultats de chaque tuile.
- **Remarque** : les champs de déplacement illustrés sur la figure E.2.4 témoignent d'un défaut de recalage angulaire. En effet, les distributions des valeurs de déplacement sont fortement décentrées par rapport à 0 contrairement aux champs de la figure E.2.3. De plus le champ de déplacement en Y est typique d'une rotation positive autour de la normale au plan. En analysant de plus près, un déplacement maximal de 4 px, soit 1,3 μm, à l'extrémité droite du champ faisant une longueur de 39 000 px correspond à un décalage angulaire d'environ 0.006° ce qui valide le protocole de réalignement décrit précédemment.
 - il est primordial de garantir la bonne mise au point sur chacune des tuiles ainsi que la planéité de l'éprouvette. Sinon les effets de flou au niveau des zones de recouvrement sont d'autant plus prononcés que la différence de plan de focalisation est importante entre les tuiles. Ceci est d'autant plus marqué que le grossissement est important en optique photonique; typiquement au-delà du grossissement x10, il est difficile de garantir un recollement subpixel (figure E.2.4). De plus la déformation plastique engendre du relief qui rend difficile la focalisation sur toute l'image ainsi que son automatisation.
 - dans le cadre des images MEB, certaines zones de recouvrement souffrent d'artefacts liés à la distorsion radiale et à la dérive du faisceau qui ne sont pas prises en compte dans l'algorithme. La figure E.2.2 présentent les résultats brutes d'auto-corrélation de la H-DIC sur deux images acquises successivement (≈ 5 mins / image) afin d'évaluer les effets de dérive temporel. Les résultats sont générés avec les mêmes paramètres d'acquisition et de corrélation que ceux retenus dans la partie IV. La dérive temporelle évaluée sur un temps assez court affecte plus sensiblement le champ de déplacement en X qu'en Y. En effet la distribution des valeurs en X est plus étalée et se décale vers la gauche. Le bruit affectant le champ en Y est beaucoup plus aléatoire et se manifeste sous forme de bandes horizontales. Cependant, les zones les plus marquées pour les 2 champs sont les zones de début et de fin de balayage. Cette observation va dans le sens des travaux de Lenthe qui montrent

^{1.} une tuile est une image constitutive d'une mosaîque ou grille.

que la dérive de faisceau est causée par un temps de latence croissant en bout de ligne de balayage [Lenthe 18].

- la recherche de conditions d'acquisition optimale au MEB FEG au grossissement x800 n'ont pas permis de supprimer complètement les traits de balayage horizontaux qui génèrent des sauts de déplacement suivant Y. Néanmoins ces sauts sont de l'ordre de 0,25 px, soit environ 10 nm, et ils sont inférieurs aux effets de dérive temporel. Deux solutions peuvent être envisagées pour supprimer ces défauts de balayage :
 - la première est une solution logiciel qui vise à prendre en compte ces défauts de balayage dans le code de DIC [Maraghechi 18]
 - la seconde est une solution matériel qui consiste à modifier le contrôle du balayage du MEB afin de synchroniser le balayage du faisceau avec le détecteur choisi (BSE ou SE) en fonction des paramètres de la colonne électronique [Lenthe 18]
- **Remarque** : les champs de déformation équivalente illustrés sur les figures E.2.3, E.2.4 et E.2.2 sont obtenus à partir des champs de déplacement brut sans filtrage ni dé-bruitage avant de réaliser une dérivation par différences finies. Cependant il est reconnu qu'un tel schéma de dérivation amplifie fortement le bruit c'est pourquoi les valeurs sont sensiblement plus élevées que celles obtenues après filtrage couramment montrées dans la littérature [Mello 17a, Jiang 17, Stinville 15a, Carter 12b]. L'application d'un filtre passe-bas, par exemple un Gaussien, aura un effet de lissage d'autant plus fort que la taille du filtre est grand.

Les moyennes et écarts-types des champs illustrés sur les figures E.2.3, E.2.4 et E.2.2 sont rassemblés dans le tableau E.2.1.

$\sigma = \acute{ ext{e}} \operatorname{cart-type}$	Déplacements					Tresca				
μ = moyenne	X			Y			(10^{-2})	$\sigma(10^{-2})$		
	μ (px)	σ (px)	μ (µm)	σ (µm)	μ (px)	σ (px)	μ (µm)	σ (µm)	μ (10)	0(10)
MO x5 (DIC)	-0,014	0,339	-0,009	0,233	0,017	0,259	0,011	0,178	0,07	0,043
MO x10 (H-DIC)	0,785	0,53	0,27	0,182	1,664	0,999	0,574	0,344	0,384	0,384
MEB x800 (H-DIC)	-1,466	0,35	0,054	0,013	-0,006	0,175	0,0002	0,006	0,44	0,45

 Tab. E.2.1 – Incertitudes de mesure sur les champs de déplacements bruts et de déformation dans des conditions représentatives des erreurs expérimentales.



Fig. E.2.2 – Résultats bruts en déplacement pour une acquisition au MEB à x800, exprimés en pixel, et déformation équivalente de Tresca pour deux images acquises successivement. Les paramètres de H-DIC sont les suivants : step = 3 px et subset = 50 px avec le premier gradient. Les déformations équivalentes de Tresca sont obtenues par différences finies (F) à partir des champs de déplacements bruts.



Fig. E.2.3 – Résultats bruts en déplacement pour une acquisition au MO à x5, exprimés en pixel, et déformation équivalente de Tresca avant et après démontage/alignement suivant le même protocole utilisé pour la campagne d'essai qualitative (7.2) ainsi que les mêmes paramètres de DIC (step = 6 px et subset = 65 px avec une transformation classique comportant le corps rigide et le premier gradient). Les déformations équivalentes de Tresca sont obtenues par différences finies (F) à partir des champs de déplacements bruts.



Fig. E.2.4 – Résultats bruts en déplacement pour une acquisition au MO à x10, exprimé en pixel et déformation équivalente de Tresca avant et après démontage/alignement suivant le protocole décrit dans 9.1 ainsi que les paramètres de H-DIC (step = 3 px et subset = 65 px). Les déformations équivalentes de Tresca sont obtenues par différences finies (F) à partir des champs de déplacements bruts.

Annexe F

Pré-traitement et Post-traitement des données de corrélation d'images

F.1 Filtrage du bruit sur le champ de déplacement avec filtre médian



Fig. F.1.1 - Principe du filtre non linéaire Médian et rappel de ces effets [Agu 14].

A l'issue de la DIC, on obtient des champs de déplacements « bruts », avec plus ou moins de points faux correspondant à des zones où la corrélation est très mauvaise. Avant de calculer les champs de déformation un pré-traitement est réalisé à l'aide d'un filtre médian pour supprimer le bruit haute fréquence correspondant à ces points faux. En effet, le calcul des déformations implique une étape de dérivation qui va amplifier le bruit haute fréquence. Pour les approches de DIC locale, comme celle utilisée dans ces travaux, il existe plusieurs méthodes de lissage des champs de déplacement dont une des plus utilisées est la « strain window » qui correspond à un fit polynomial du champ de déplacement sur cette fenêtre [Sutton 09, Blaber 15, Pan 07]. Or un tel filtre a tendance à écraser le signal haute fréquence correspondant aux discontinuités et impose une relation linéaire entre le champ de déplacement et la déformation. Ces travaux s'attachent à décrire des champs de déplacement discontinus ce qui a motivé le choix du filtre médian.

La figure F.1.1 rappelle le fonctionnement du filtre médian qui consiste à classer les valeurs des pixels contenus dans une fenêtre glissante dans l'ordre croissant ou décroissant et de remplacer la valeur centrale

de cette fenêtre par la valeur médiane. Le filtre permet d'éliminer facilement un point isolé ou une ligne ; il permet de conserver une marche et à tendance à arrondir les coins. Dans le cadre d'un matériau métallique déformé dans le domaine élastique, le champ de déplacement associé sera continu et linéaire, alors que dans le domaine plastique, le champ de déplacement présentera des discontinuités. Ainsi, ce filtre permet de supprimer efficacement le bruit haute fréquence sans altérer le signal de déplacement notamment dans le domaine de déformation plastique (contrairement à un filtre gaussien qui aura tendance à lisser les marches). La figure F.1.2 montre l'efficacité d'un tel filtre pour restaurer le signal en présence de ce type de bruit. D'autres méthodes plus complexes permettent de filtrer le bruit tout en conservant la discontinuité telle que la méthode de régularisation de Chartrand [Chartrand 11].

Remarque : chaque scalaire généré par XCorrelTMest stocké dans une image TIFF 32bits, moins gourmande et beaucoup plus rapide à lire qu'un fichier texte ASCII. FIJI/ImageJ permet ensuite de les manipuler facilement en bénéficiant d'une large palette d'outils ainsi que des moyens de scripter les procédures de post-traitement.

F.2 Calcul des déformations et comparaison avec d'autres mesures

Le logiciel de H-DIC XCorrelTM permet de suivre la trajectoire $\vec{x}(t)$ d'un point matériel occupant la position \vec{X} dans la configuration initiale. Il s'agit d'une description Lagrangienne du mouvement qui relie les positions successives $\vec{x}(t)$ du point matériel avec la relation suivante :

$$\overrightarrow{U}(\overrightarrow{X},t) = \overrightarrow{x}(t) - \overrightarrow{X} = \overrightarrow{\Phi}(\overrightarrow{X},t) - \overrightarrow{X}$$

avec $\overrightarrow{\Phi}$ la transformation bijective liant $\overrightarrow{x}(t)$ et \overrightarrow{X} . Ainsi le déplacement et la trajectoire sont exprimées dans le même référentiel initial. Le tenseur gradient de la transformation $\overline{\overline{F}}$ peut être exprimé en fonction du tenseur gradient du déplacement $\overline{\overline{H}}$:

$$\overline{\overline{F}} = \overline{\overline{grad}}(\overrightarrow{\Phi}(\overrightarrow{X}, t)) = \overline{\overline{grad}}(\overrightarrow{U}) + \overline{\overline{I}} = \overline{\overline{H}} + \overline{\overline{I}} \Rightarrow F_{ij} = \frac{\partial x_i}{\partial X_j} = \frac{\partial U_i}{\partial X_j} + \delta_{ij}$$

avec \overline{I} le tenseur identité et l'opérateur gradient tensoriel relatif aux variables Lagrangienne $\overline{X}(X_1, X_2, X_3)$. Avec l'hypothèse des transformations infinitésimales, le tenseur des petites déformations de Green-Lagrange est égal à la partie symétrique du tenseur gradient du déplacement et la partie antisymétrique est égale au tenseur des petites rotations :

$$\overline{\overline{E}} = \frac{1}{2} (\overline{\overline{H}} + \overline{\overline{H}}^T) = \overline{\overline{H}}^S \Rightarrow \varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} (\frac{\partial U_i}{\partial X_j} + \frac{\partial U_j}{\partial X_i})$$
$$\overline{\overline{\Omega}} = \frac{1}{2} (\overline{\overline{H}} + \overline{\overline{H}}^T) = \overline{\overline{H}}^A \Rightarrow \omega_{ij} = \frac{1}{2} (\frac{\partial U_i}{\partial X_j} - \frac{\partial U_j}{\partial X_i})$$

avec les exposants T , S et A désignant respectivement la transposée, la partie symétrique et la partie antisymétrique. Soit sous forme de matrice 2D :



251





Fig. F.2.1 – Illustration de la réduction de la taille des images résultats en fonction du pas choisi pour faire de la DIC et schéma de dérivation utilisé pour calculer les déformations.

Ce qui donne en dérivant par différences finies centrées pour le tenseur des petites déformations de Green-Lagrange :

$$\begin{cases} \varepsilon_{xx} = \frac{U_x(x+\Delta x,y)-U_x(x-\Delta x,y)}{2\Delta x} \\ \varepsilon_{yy} = \frac{U_y(x,y+\Delta y)-U_y(x,y-\Delta y)}{2\Delta y} \\ \varepsilon_{xy} = \varepsilon_{yx} = \frac{1}{2} \left(\frac{U_x(x,y+\Delta y)-U_x(x,y-\Delta y)}{2\Delta y} + \frac{U_y(x+\Delta x,y)-U_y(x-\Delta x,y)}{2\Delta x} \right) \end{cases}$$

Le schéma d'intégration prenant en compte les 4 premiers voisins est présenté sur la figure F.2.1qui souligne l'importance du choix du pas dans la DIC qui va conditionner la résolution spatiale de la grille de mesure et ainsi la taille du domaine d'intégration. Le calcul des déformations est réalisé sur FIJI/ImageJ en s'appuyant sur le produit de convolution pour calculer les différents gradients. La déformation ε_{xx} rationnelle associée à la carte de déplacement filtrée est affichée dans la figure F.1.2.

La figure F.2.2 illustre une méthode de mesure de déformation ponctuelle notamment utilisée dans les essais de traction *in-situ*. Elle consiste à repérer 2 marqueurs microstructuraux, typiquement des points triples, situés sur la partie utile de l'éprouvette. Les coordonnées de ces points sont enregistrés dans ImageJ avant et après déformation et permettent d'en déduire la déformation plastique vue par cette base de mesure. Cette méthode offre une précision de 1 à 2 px sur le repérage des marqueurs sous la réserve que ceux-ci ne se modifient pas au cours de l'essai.



Précision sur positionnement marqueur microstructural ≈ 1-2 px soit 1,38 µm max

Fig. F.2.2 – Mesure de l'allongement entre 2 marqueurs microstructuraux avant et après essai sur le logiciel FIJI/ImageJ.

Une comparaison des résultats obtenus en déformation rationnelle avec différentes méthodes sur la même base de mesure est proposée sur la figure E2.3 :

- la DIC réalisée *ex-situ* avec un pas de 6 px (4.14 μm) et une taille de fenêtre de 65 px (44.85 μm).
- la méthode de mesure manuelle décrite ci-dessus, notée MO Zeiss, et réalisée ex-situ.
- le suivi de marqueur noté SM réalisé in-situ à 700°C sur la face opposée.

La moyenne arithmétique obtenue pour la DIC est en bon accord avec la mesure MO Zeiss. Cependant la mesure effectuée par le suivi de marqueur donne une déformation plus importante. Plusieurs éléments peuvent expliquer cet écart :

- le SM s'appuie sur le barycentre des marqueurs qui sont très gros par rapport à la taille de la partie utile. Ceci induit une mesure moyennée sur la taille des marqueurs.
- la carte de déformation montre que celle-ci est très hétérogène donc suivant où l'on place la base de mesure, la déformation moyenne change.



Annexe G

Cartographies de H-DIC

G.1 Fluage *ex-situ* multi-interrompus sous vide à 700°C / 700 MPa



Fig. G.1.1 – Cartographie des déplacements de l'éprouvette de DS 200 entre l'état E1 et E0.



Fig. G.1.2 – Cartographie des déplacements de l'éprouvette d'AD730 GG entre l'état E2 et E1.



Fig. G.1.3 – Cartographie des déplacements de l'éprouvette d'AD730 GG entre l'état E3 et E1.



Fig. G.1.4 – Champs de déformation ε_{xx} obtenue par comparaison de l'état E3 à l'état E1 pour l'**AD730 GG**. Les profils des déformations ε_{xx} et ε_{yy} correspondent à la moyenne par colonne. Ils indiquent ainsi l'état moyen de déformation par section tous les 1,1 µm.



G.2 Traction in-situ à Tamb sur René 88DT

Fig. G.2.1 – Cartographie de la norme du vecteur glissement $\overrightarrow{\tau}$ dans le plan des glissements après 1% de déformation totale macroscopique lors de l'essai de traction *in-situ* réalisé à UCSB sur microstructure **GF** de **René 88DT**.



Fig. G.2.2 – Cartographies des angles γ^* après 1% de déformation totale macroscopique lors de l'essai de traction *in-situ* réalisé à UCSB sur microstructure **GF** de **René 88DT**. La distribution des valeurs des angles γ^* est affichée avec le même code couleur périodique entre -180° et 180°. L'IPF codée selon l'axe de sollicitation est donnée en bas à droite.



Fig. G.2.3 – Profile associé au champ de déformation ε_{xx} et courbe contrainte-déformation de l'essai de traction *in-situ* réalisé à UCSB sur microstructure **GF** de **René 88DT**.

G.3 Traction in-situ à Tamb sur AD730



Fig. G.3.1 – Traction *in-situ* sous MEB sur la microstructure TGG d'AD730. A 500 MPa et 0,25% de déformation totale, glissement très faible sur joint de macle visible par l'apparition d'une ligne en relief avec formation d'un micro-volume de faible intensité en contraste BSE dans la zone Z2. Le système de glissement identifié est affiché et montre du glissement avec un vecteur de Burgers contenu dans le plan de l'échantillon, soit la configuration correspondant au glissement le plus intense.

Bibliographie

[Abdolvand 16]	H. Abdolvand & A. J. Wilkinson. Assessment of residual stress fields at deformation twin tips and the surrounding environments. Acta Materialia, vol. 105, no. February, pages 219–231, feb 2016. www
[Abuzaid 12]	W. Z. Abuzaid, M. D. Sangid, J. D. Carroll, H. Schitoglu & J. Lambros. <i>Slip transfer and plastic strain accumulation across grain boundaries in Hastelloy X</i> . Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 60, no. 6, pages 1201–1220, 2012.
[Abuzaid 16]	W. Z. Abuzaid, H. Schitoglu & J. Lambros. Localisation of plastic strain at the microstructurlal level in Hastelloy X subjected to monotonic, fatigue, and creep loading : the role of grain boundaries and slip transmission. Materials at High Temperatures, vol. 33, no. 4-5, pages 1–17, apr 2016. www
[Agu 14]	E. Agu. Digital Image Processing (CS / ECE 545) Lecture 4 : Filters (Part 2) & Edges and Contours Recall : Applying Linear Filters : Convolution. no. Part 2, 2014.
[Bachmann 10]	F. Bachmann, R. Hielscher & H. Schaeben. <i>Texture Analysis with MTEX – Free and Open Source Software Toolbox</i> . Solid State Phenomena, vol. 160, pages 63–68, feb 2010. www
[Balluffi 82]	R.W. Balluffi, A. Brokman & A.H. King. <i>CSL/DSC Lattice model for general crystalcrystal boundaries and their line defects</i> . Acta Metallurgica, vol. 30, no. 8, pages 1453–1470, aug 1982. www
[Barba 17]	D. Barba, E. Alabort, S. Pedrazzini, D.M. Collins, A.J. Wilkinson, P.A.J. Bagot, M.P. Moody, C. Atkinson, A. Jérusalem & R. C. Reed. <i>On the microtwinning mechanism in a single crystal superalloy.</i> Acta Materialia, vol. 135, no. October, pages 314–329, aug 2017. www
[Bell 62]	R. L. Bell & N. B. W. Thompson. <i>Grain-Boundary Sliding</i> . Nature, vol. 193, no. 4813, pages 363–364, jan 1962. www
[Bieler 09]	T. R. Bieler, P. Eisenlohr, F. Roters, D. Kumar, D. E. Mason, M. A. Crimp & D. Raabe. <i>The role of heterogeneous deformation on damage nucleation at grain boundaries in single phase metals</i> . International Journal of Plasticity, vol. 25, no. 9, pages 1655–1683, 2009.

[Bieler 14]	T. R. Bieler, P. Eisenlohr, C. Zhang, H. J. Phukan & M. A. Crimp. <i>Grain boun-</i> <i>daries and interfaces in slip transfer</i> . Current Opinion in Solid State and Materials Science, 2014.
[Billot 10]	T. Billot. Comportement et endommagement en fatigue et fatigue - fluage à HT de différents états microstructuraux du superalliage base-nickel Udimet 720. PhD thesis, ISAE- ENSMA, 2010. www
[Birosca 14]	S. Birosca, F. Di Gioacchino, S. Stekovic & M. Hardy. A quantitative approach to studying the effect of local texture and heterogeneous plastic strain on the deformation micromechanism in RR1000 nickel-based superalloy. Acta Materialia, vol. 74, pages 110–124, 2014. www
[Biscondi 82]	M Biscondi. Structure et propriétés des joints de grains. Le Journal de Physique Colloques, vol. 43, no. C6, pages C6–293–C6–310, dec 1982. www
[Blaber 15]	J. Blaber, B. S Adair & A. Antoniou. <i>Ncorr : Open-Source 2D DIC Matlab Software</i> . Experimental Mechanics, pages 1105–1122, 2015. www
[Blanchard 91]	C. R. Blanchard & R. A. Page. <i>Grain-boundary sliding measurements in Al2O3 by machine vision photogrammetry</i> . Journal of Materials Science, vol. 26, no. 12, pages 3165–3170, jun 1991. www
[Bokam 20]	P. Bokam, A. Germaneau, P. Rigoard, T. Vendeuvre & V. Valle. <i>Evaluation of fracture properties of cancellous bone tissues using digital image correlation/wedge split-ting test method.</i> Journal of the mechanical behavior of biomedical materials, vol. 102, page 103469, 2020.
[Bourcier 13]	M. Bourcier, M. Bornert, A. Dimanov, E. Héripré & J. L. Raphanel. <i>Multiscale experimental investigation of crystal plasticity and grain boundary sliding in synthetic halite using digital image correlation</i> . Journal of Geophysical Research : Solid Earth, vol. 118, no. 2, pages 511–526, 2013.
[Bourdin 18]	F. Bourdin, J-C. Stinville, M. P. Echlin, P. G. Callahan, W. C. Lenthe, C. J. Torbet, D. Texier, F. Bridier, J. Cormier, P. Villechaise, T. M. Pollock & V. Valle. <i>Measurements of plastic localization by heaviside-digital image correlation</i> . Acta Materialia, vol. 157, pages 307–325, sep 2018. www
[Brandon 66]	D.G Brandon. The structure of high-angle grain boundaries. Acta Metallurgica, vol. 14, no. 11, pages 1479–1484, 1966. www
[Britton 13]	T. B. Britton, I. Holton, G. Meaden & D. Dingley. <i>High angular resolution electron backscatter diffraction : measurement of strain in functional and structural materials.</i> Microscopy and Analysis, no. May, pages 1–5, 2013.
[Britton 16]	T. B. Britton, J. Jiang, Y. Guo, A. Vilalta-Clemente, D. Wallis, L. N. Hansen, A. Winkelmann & A. J. Wilkinson. <i>Tutorial : Crystal orientations and EBSD — Or which way is up ?</i> Materials Characterization, vol. 117, no. April, pages 113–126, 2016. www

[Carbonneau 97]	X. Carbonneau, G. Thollet, C. Olagnon & G. Fantozzi. <i>Development of HT</i> extensometric microgrids. Journal of Materials Science Letters, vol. 16, no. 13, pages 1101–1103, 1997. www
[Caron 88]	P. Caron, T. Khan, Y. Ohta & YG. Nakagawa. Creep deformation anisotropy in single crystal superalloys. Superalloys 1988, pages 215–224, 1988.
[Caron 03]	P. Caron. Superalliages pour aubes et disques de turbine, 2003.
[Carroll 10]	J. D. Carroll, W. Z. Abuzaid, J. Lambros & H. Sehitoglu. <i>An experimental methodo-</i> <i>logy to relate local strain to microstructural texture</i> . Review of Scientific Instruments, vol. 81, no. 8, 2010.
[Carroll 13]	J. D. Carroll, W. Z. Abuzaid, J. Lambros & H. Sehitoglu. <i>High resolution digital image correlation measurements of strain accumulation in fatigue crack growth</i> . International Journal of Fatigue, vol. 57, pages 140–150, 2013. www
[Carter 12a]	J. L. W. Carter. <i>Exploration of Local Strain Accumulation in Nickel-based Superalloys</i> . PhD thesis, 2012.
[Carter 12b]	J. L. W. Carter, R. Wheeler, M. D. Uchic & M. J. Mills. <i>In-Situ Mechanical Testing</i> for Characterizing Strain Localization During Deformation at Elevated Temperatures. Experimental Mechanics, vol. 52, no. 4, pages 405–416, 2012.
[Carter 12c]	J. L. W. Carter, N Zhou, J. M Sosa, P. A. Shade, A L Pilchak, M. W. Kuper, Y. Wang, Hamish L Fraser, M. D. Uchic & M. J. Mills. <i>Characterization of strain</i> <i>accumulation at grain boundaries of nickel based superalloys</i> . Superalloys 2012, no. Ja- nuary 2012, pages 43–52, 2012.
[Carter 14]	J. L. W. Carter, M. W. Kuper, M. D. Uchic & M. J. Mills. <i>Characterization of localized deformation near grain boundaries of superalloy René-104 at elevated temperature.</i> Materials Science and Engineering, vol. 605, pages 127–136, 2014. www
[Carter 15]	J. L. W. Carter, J. M Sosa, P. A. Shade, Hamish L Fraser, M. D. Uchic & M. J. Mills. <i>The potential link between high angle grain boundary morphology and grain boundary deformation in a nickel-based superalloy</i> . Materials Science and Engineering, vol. 640, pages 280–286, 2015. www
[Casperson 14]	M. C. Casperson, J. D. Carroll, J. Lambros, H. Sehitoglu & Robert H. Dodds. Investigation of thermal effects on fatigue crack closure using multiscale digital image corre- lation experiments. International Journal of Fatigue, vol. 61, pages 10–20, 2014.
[Chartrand 11]	R. Chartrand. Numerical Differentiation of Noisy, Nonsmooth Data. ISRN Applied Mathematics, vol. 2011, pages 1–11, 2011. www
[Chen 93]	W. Chen & M. C. Chaturvedi. <i>Grain Boundary Dependent Creep Behaviour of Inconel</i> 718. Canadian Metallurgical Quarterly, vol. 32, no. 4, pages 363–367, oct 1993.
[Chen 16]	Z. Chen & S. Daly. <i>Active Slip System Identification in Polycrystalline Metals by DIC</i> . Experimental Mechanics, no. Dic, 2016. www

[Chen 18]	Z Chen, W Lenthe, J-C. Stinville, M. Echlin, T. M. Pollock & S. Daly. <i>High-Resolution Deformation Mapping Across Large Fields of View Using Scanning Electron Microscopy and Digital Image Correlation</i> . Experimental Mechanics, page Accepted, aug 2018. www
[Couzinié 12]	J-P. Couzinié, B. Décamps & L. Priester. Le joint de grains réel - Effets mécaniques. Techniques de l'ingénieur, vol. M4013, no. 0, pages 1–23, 2012.
[Danz 04]	R. Danz & P. Gretscher. <i>C–DIC : a new microscopy method for rational study of phase structures in incident light arrangement.</i> Thin Solid Films, vol. 462-463, pages 257 – 262, 2004. Proceedings of the International Conference on Materials for Advanced Technologies (ICMAT 2003), Symposium L : Advances in Materials for Si Microelectronics - From Processing to Packaging. www
[Dennison 78]	J.P. Dennison, P.D. Holmes & B. Wilshire. <i>The creep and fracture behaviour of the cast, nickel-based superalloy, IN100.</i> Materials Science and Engineering, vol. 33, no. 1, pages 35–47, apr 1978. www
[Detrois 16]	M. Detrois, J. McCarley, S. Antonov, R. C. Helmink, R. L. Goetz & S. Tin. <i>Comparative study of HT grain boundary engineering of two powder-processed low stacking-fault energy Ni-base superalloys.</i> Materials at High Temperatures, vol. 3409, no. April, pages 1–8, 2016. WWW
[Devaux 14a]	A. Devaux, L. Berglin, L. Thébaud, R. Delattre, C. Crozet & O. Nodin. <i>Mechanical properties and development of supersolvus heat treated new nickel base superalloy</i> <i>AD730 TM.</i> MATEC Web of Conferences, vol. 14, page 01004, 2014. www
[Devaux 14b]	A. Devaux, A. Helstroffer, J. Cormier, P. Villechaise, J. Douin, M. Hantcherli & F. Pettinari-Sturmel. <i>Effect of Aging Heat-Treatment on Mechanical Properties</i> <i>of AD730TM Superalloy.</i> 8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, pages 521–535, 2014. www
[Di Gioacchino 13]	F. Di Gioacchino & J. Quinta da Fonseca. <i>Plastic Strain Mapping with Sub-micron</i> <i>Resolution Using Digital Image Correlation</i> . Experimental Mechanics, vol. 53, no. 5, pages 743–754, 2013.
[Di Gioacchino 15]	F. Di Gioacchino & J. Quinta da Fonseca. <i>An experimental study of the polycrystal-</i> <i>line plasticity of austenitic stainless steel.</i> International Journal of Plasticity, vol. 74, pages 92–109, 2015.
[Doquet 16]	V. Doquet & B. Barkia. <i>Combined AFM, SEM and crystal plasticity analysis of grain boundary sliding in titanium at room temperature</i> . Mechanics of Materials, vol. 103, pages 18–27, dec 2016. www
[Dubiez-Le Goff 03]	S. Dubiez-Le Goff. <i>Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud</i> . Theses, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, December 2003. www

[Echlin 16]	M. P. Echlin, J-C. Stinville, V. M. Miller, W. C. Lenthe & T. M. Pollock. <i>Incipient slip and long range plastic strain localization in microtextured Ti-6Al-4V titanium</i> . Acta Materialia, 2016.
[Edwards 17]	T. E. J. Edwards, F. Di Gioacchino, H.P. Springbett, R.A. Oliver & W. J. Clegg. <i>Stable Speckle Patterns for Nano-scale Strain Mapping up to 700 °C</i> . Experimental Mechanics, vol. 1, 2017. www
[Fivel 04]	M. Fivel & S. Forest. <i>Plasticité cristalline et transition d'échelle : cas du monocristal.</i> Techniques de l'ingénieur, vol. M4016, no. 0, pages 1–20, 2004.
[Fohrmeister 19]	V. Fohrmeister, G. Díaz & J. Mosler. <i>Classic crystal plasticity theory vs crystal plasticity theory based on strong discontinuities</i> — <i>Theoretical and algorithmic aspects</i> . International Journal for Numerical Methods in Engineering, vol. 117, no. 13, pages 1283–1303, 2019. WWW
[Frost 82]	H.J. Frost & M. F. Ashby. Deformation-mechanism maps : the plasticity and creep of metals and ceramics. Pergamon Press, Oxford, 1982. www
[Gates 74]	R. S. Gates & R. N. Stevens. <i>The measurement of grain boundary sliding in polycrystals</i> . vol. 5, no. i, 1974.
[Genée 17]	J. Genée. Étude statistique et numérique des interactions bandes de glissement-joints de grains : application aux superalliages de nickel. PhD thesis, ISAE-ENSMA, 2017.
[Gifkins 56]	R. C. Gifkins. <i>A mechanism for the formation of intergranular cracks when boundary sliding occurs.</i> Acta. Met., vol. 4, pages 98–99, 1956.
[Gifkins 66]	R. C. Gifkins & K. U. Snowden. <i>Mechanism for "Viscous" Grain-boundary Sliding</i> . Nature, vol. 212, no. 5065, pages 916–917, nov 1966. www
[GN-MEBA 04]	GN-MEBA. L'analyse EBSD – Principes et applications. EDP Sciences, Les Ulis, 1 edition, 2004.
[GN-MEBA 15]	GN-MEBA. EBSD : Analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés - Applications et techniques couplées. EDP Sciences, Les Ulis, 1 edition, 2015.
[Guédou 15]	J-Y. Guédou. Introduction des superalliages base Nickel dans l'aéronautique (chaire OPALE), 2015.
[Guery 14]	A. Guery. Développement d'une méthode de corrélation d'images numériques adaptée aux mesures cinématiques dans les polycristaux : application à l'identification de paramètres de lois de plasticité cristalline. PhD thesis, ENS Cachan, 2014. www
[Guery 16]	A. Guery, F. Hild, F. Latourte & S. Roux. <i>Slip activities in polycrystals determined by coupling DIC measurements with crystal plasticity calculations</i> . International Journal of Plasticity, vol. 81, pages 249–266, 2016.
[Guo 14]	Y. Guo, T. B. Britton & A. J. Wilkinson. <i>Slip band-grain boundary interactions in commercial-purity titanium</i> . Acta Materialia, vol. 76, no. August, pages 1–12, 2014.
[Guo 17]	Y. Guo, H. Abdolvand, T. B. Britton & A. J. Wilkinson. <i>Growth of</i> {112 ⁻ 2} <i>twins in titanium : A combined experimental and modelling investigation of the local state of</i> <i>deformation.</i> Acta Materialia, vol. 126, no. January, pages 221–235, 2017. www

[Halliday 69]	M. D. Halliday, C. A. P. Horton & C. J. Beevers. <i>Grain-Boundary Sliding in Zinc Bicrystals Deformed at a Constant Strain Rate.</i> Metal Science Journal, vol. 3, no. 1, pages 195–200, jan 1969. www
[Helstroffer 11]	A. Helstroffer. Optimisation du traitement thermique de vieillissement d'un superalliage base nickel pour disques de turbines aéronautiques. Rapport technique, ENSMA, 2011.
[Hémery 19]	S. Hémery, C. Tromas & P. Villechaise. <i>Slip-stimulated grain boundary sliding in Ti-6Al-4 V at room temperature</i> . Materialia, vol. 5, page 100189, 2019.
[Hild 06]	F. Hild & S. Roux. <i>DIC : from Displacement Measurement to Identification of Elastic Properties – a Review.</i> Strain, vol. 42, pages 69–80, 2006.
[Jackson 99]	M.P. Jackson & R. C. Reed. <i>Heat treatment of UDIMET 720Li : the effect of micro-structure on properties.</i> Materials Science and Engineering, no. 259, pages 85–97, 1999.
[Jiang 17]	R. Jiang, F. Pierron, S. Octaviani & P.A.S. Reed. <i>Characterisation of strain localisa-</i> <i>tion processes during fatigue crack initiation and early crack propagation by SEM-DIC in an</i> <i>advanced disc alloy.</i> Materials Science and Engineering, vol. 699, pages 128–144, 2017. www
[Jones 17]	E.M.C. Jones & P. Reu. <i>Distortion of Digital Image Correlation (DIC) Displacements and Strains from Heat Waves</i> . Experimental Mechanics, no. Dic, pages 1–24, nov 2017.
[Kakehi 99]	K. Kakehi. <i>Influence of secondary precipitates and crystallographic orientation on the strength of single crystals of a Ni-based superalloy</i> . Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 30, no. May, pages 1249–1259, 1999.
[Kammers 11]	A. D. Kammers & S. Daly. <i>Small-scale patterning methods for digital image correlation under scanning electron microscopy</i> . Measurement Science and Technology, vol. 22, no. 12, page 125501, 2011. www
[Kammers 13]	A. D. Kammers & S. Daly. <i>DIC under SEM : Methodology and Validation</i> . Experimental Mechanics, vol. 53, no. 9, pages 1743–1761, 2013. www
[Kontis 16]	P. Kontis, H.A. Mohd Yusof, S. Pedrazzini, M. Danaie, K.L. Moore, P.A.J. Ba- got, M.P. Moody, C.R.M. Grovenor & R. C. Reed. <i>On the effect of boron on grain</i> <i>boundary character in a new polycrystalline superalloy.</i> Acta Materialia, vol. 103, no. Fe- bruary, pages 688–699, jan 2016. WWW
[Kontis 18]	P. Kontis, Z. Li, D. M. Collins, J. Cormier, D. Raabe & B. Gault. <i>The effect of chromium and cobalt segregation at dislocations on nickel-based superalloys.</i> Scripta Materialia, vol. 145, no. October 2017, pages 76–80, 2018. www
[Krueger 92]	D. D. Krueger. Development and introduction of a damage tolerant high temperature nickel-base disk alloy : René 88DT. pages 277–286, 1992.
[Krupp 16]	U Krupp, K Wackermann, H Christ, M Hörnqvist & K Stiller. Intergranular Oxidation Effects during Dwell-Time Fatigue of High-Strength Superalloys. Oxidation of Metals, pages 1–8, 2016.

[Lagattu 06]	F. Lagattu, F. Bridier, P. Villechaise & J. Brillaud. <i>In-plane strain measurements on a microscopic scale by coupling DIC and an in situ SEM technique</i> . Materials Characterization, vol. 56, no. 1, pages 10–18, 2006.
[Langdon 70]	T. G. Langdon. <i>Grain boundary sliding as a deformation mechanism during creep</i> . Philosophical Magazine, vol. 22, no. 178, pages 689–700, oct 1970. www
[Langdon 06]	T. G. Langdon. <i>Grain boundary sliding revisited : Developments in sliding over four decades.</i> Journal of Materials Science, vol. 41, no. 3, pages 597–609, 2006.
[Larrouy 15a]	B. Larrouy. Mécanismes de déformation et d'amorçage de fissures dans l'Udimet TM 720Li en relation avec les paramètres microstructuraux. PhD thesis, ISAE-ENSMA, 2015.
[Larrouy 15b]	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, vol. 99, no. 2015, pages 325–336, 2015. www
[Laurence 16]	A. Laurence. Impact du sur-vieillissement métallurgique sur le comportement et la durabilité du superalliage René 65 pour disque de turbine. PhD thesis, ISAE-ENSMA, 2016.
[Lavogiez 18]	C. Lavogiez, S. Hémery & P. Villechaise. <i>Concurrent operation of < c+ a> slip</i> and twinning under cyclic loading of Ti-6Al-4V. Scripta Materialia, vol. 157, pages 30–33, 2018.
[Lavogiez 19]	C. Lavogiez, S. Hémery & P. Villechaise. <i>Elucidating Differences in Deformation</i> <i>Processes between Fatigue and Dwell-Fatigue in Titanium Alloys.</i> Available at SSRN 3399194, 2019.
[Lenci 09]	M. Lenci. <i>Quantification du glissement intergranulaire par microscopie à force atomique : contribution à l'analyse de l'endommagement intergranulaire à haute température.</i> PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2009. www
[Lenthe 18]	W. C. Lenthe, M. P. Echlin, Z. Chen, S. Daly, T. M. Pollock & J-C. Stinville. Advanced Detector Signal Acquisition and Electron Beam Scanning for High Resolution SEM Imaging. 2018.
[Locq 00]	D. Locq, M Marty & P. Caron. Optimisation of the mechanical Properties of a New PM Superalloy for Disk Applications. Superalloys 2000, pages 395–403, 2000.
[Locq 04]	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, pages 179–187, 2004.
[Lu 16]	K. Lu. Stabilizing nanostructures in metals using grain and twin boundary architectures. Nature Reviews Materials, vol. 1, 2016.
[Lunt 18]	D. Lunt, A. Orozco-Caballero, R. Thomas, P. Honniball, P. Frankel, M. Preuss & J. Quinta da Fonseca. <i>Enabling high resolution strain mapping in zirconium alloys</i> . Materials Characterization, vol. 139, no. March, pages 355–363, 2018. www

[Ma 89]	B. T. Ma & C. Laird. Overview of Fatigue Behavior in Copper Single-Crystals. 1. Surface- Morphology and Stage-I Crack Initiation Sites for Tests at Constant Strain Amplitude. Acta Metallurgica, vol. 37, no. 2, pages 325–336, 1989.
[Mackay 82]	RA. Mackay. Orientation dependence of the stress rupture properties of Nickel-base superalloy single crystals. 1982.
[Maraghechi 18]	S. Maraghechi, J.P.M. Hoefnagels, R.H.J. Peerlings & M.G.D. Geers. Correction of scan line shift artifacts in scanning electron microscopy : An extended digital image correlation framework. Ultramicroscopy, vol. 187, no. February, pages 144–163, apr 2018.
[Marano 19]	A. Marano, L. Gélébart & S. Forest. Intragranular localization induced by softening crystal plasticity : Analysis of slip and kink bands localization modes from high resolution FFT-simulations results. Acta Materialia, vol. 175, 06 2019.
[Martinez-Gil 05]	A. Martinez-Gil. Nanostructuration de surfaces de silicium pour guider la croissance auto-organisée de nanostructures métalliques. PhD thesis, Université Paris XI, 2005.
[Masuda 17]	M. Masuda, H. Tobe, E. Sato, Y. Sugino & S. Ukai. <i>Transgranular dislocation ac-</i> <i>tivities and substructural evolutions accommodating two-dimensional grain boundary sliding</i> <i>in ODS ferritic steel.</i> Acta Materialia, vol. 132, no. April 2017, pages 245–254, jun 2017. www
[Mataveli Suave 16]	L. Mataveli Suave, J. Cormier, P. Villechaise, D. Bertheau, G. Benoit, F. Mauget, G. Cailletaud & L. Marcin. <i>High temperature creep damage mechanisms in a directio-nally solidified alloy : impact of crystallography and environment</i> . In Superalloys 2016, numéro September, page 11, Sevenspring, 2016.
[Matsunaga 11]	T. Matsunaga & E. Sato. <i>Estimation of Grain Boundary Sliding During Ambient-</i> <i>Temperature Creep in Hexagonal Close-Packed Metals Using Atomic Force Microscope</i> . 2011.
[Mazot 92]	 P. Mazot & J. de Fouquet. Détermination par la méthode de résonance des constantes d'élasticité de monocristaux de superalliage base nickel AM1 entre l'ambiante et 1100 C. Mémoires et Etudes Scientifiques, Revue de Métallurgie, pages 165–170, 1992.
[McLean 00]	M. McLean & B. F. Dyson. <i>Modeling the Effects of Damage and Microstructural Evolution on the Creep Behavior of Engineering Alloys.</i> Journal of Engineering Materials and Technology, vol. 122, no. 3, page 273, 2000.
[Mello 17a]	A. W. Mello, T. A. Book, A. Nicolas, S. E. Otto, C. J. Gilpin & M. D. San- gid. <i>Distortion Correction Protocol for Digital Image Correlation after Scanning Electron</i> <i>Microscopy : Emphasis on Long Duration and Ex-Situ Experiments.</i> Experimental Mechanics, vol. 57, no. 9, pages 1395–1409, nov 2017. [www]
[Mello 17b]	A. W. Mello, A. Nicolas & M. D. Sangid. <i>Fatigue strain mapping via digital image correlation for Ni-based superalloys : the role of thermal activation on cube slip.</i> Materials Science and Engineering, apr 2017. www

[Miao 09]	J. Miao, T. M. Pollock & J. Wayne Jones. <i>Crystallographic fatigue crack initiation in nickel-based superalloy René 88DT at elevated temperature</i> . Acta Materialia, vol. 57, no. 20, pages 5964–5974, 2009. [www]
[Miao 10]	J. Miao. Very High Cycle Fatigue behavior of nickel-based superalloy René 88DT. PhD thesis, The University of Michigan, 2010.
[Miao 12]	J. Miao, T. M. Pollock & J. Wayne Jones. <i>Microstructural extremes and the transition from fatigue crack initiation to small crack growth in a polycrystalline nickel-base superalloy.</i> Acta Materialia, vol. 60, no. 6-7, pages 2840–2854, 2012. [www]
[Mishra 95]	R. S. Mishra, S. P. Singh, A. M. Sriramamurthy & M. C. Pandey. <i>Effect of grain boundary orientation on creep behaviour of directionally solidified nickel base superalloy (CM 247 LC alloy)</i> . Materials Science and Technology, vol. 11, no. 4, pages 341–345, 1995. www
[Molodov 13]	D. A Molodov. Microstructural Design of Advanced Engineering Materials. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany, aug 2013.
[Moulart 07]	R. Moulart. Développement et mise en oeuvre d'une méthode de mesure de champs de déformation à l'échelle micrométrique. PhD thesis, ENSAM, 2007. www
[Moulart 15]	R. Moulart, L Fouilland-paillé & M El Mansori. <i>Développement d'une méthode de mesure de champs cinématiques pour étudier la coupe à chaud</i> . Numeéro 22ème Congrès Français de Mécanique, 2015.
[Mussot 83]	P. Mussot. <i>Corrélations entre incompatibilité de déformation de grain à grain et glissement intergranulaire</i> . PhD thesis, Paris VI, 1983. www
[Mussot 85]	P. Mussot, C. Rey & A. Zaoui. Grain boundary sliding and strain compatibility. Res Mechanica, vol. 14, no. January 1985, pages 69–79, 1985.
[Nabarro 95]	F. R. N. Nabarro & H. L. De Villiers. The Physics of Creep. Taylor and Francis, London, 1995.
[Nait-ali 15]	A. Nait-ali, O. Kane-diallo & S. Castagnet. <i>Catching the time evolution of microstruc-</i> <i>ture morphology from dynamic covariograms</i> . Comptes Rendus Mécanique, vol. 343, no. 4, pages 301–306, apr 2015. www
[Nembach 85]	E. Nembach & N. Gunter. <i>Precipitation Hardening of Superalloys By Ordered Gamma Prime-Particles</i> . Progress in Materials Science, vol. 29, pages 177–319, 1985.
[Németh 16]	A. A. N. Németh, D. J. Crudden, D. M. Collins, D. E. J. Armstrong & R. C. Reed. <i>Novel Techniques to Assess Environmentally-Assisted Cracking in a Nickel-Based Superalloy.</i> In Superalloys 2016, pages 801–810. John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, NJ, USA, oct 2016. www
[Németh 17]	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. <i>Environmentally-assisted grain boundary attack as a mechanism of embrittlement in a nickel-based superalloy.</i> Acta Materialia, vol. 126, pages 361–371, mar 2017. www
[Nychka 04]	J. A. Nychka, C. Pullen, M. Y. He & D. R. Clarke. <i>Surface oxide cracking associated with oxidation-induced grain boundary sliding in the underlying alloy.</i> Acta materialia, vol. 52, no. 5, pages 1097–1105, 2004.
-----------------------	---
[Orozco-Caballero 17]	A. Orozco-Caballero, D. Lunt, J. D. Robson & J. Quinta da Fonseca. How magnesium accommodates local deformation incompatibility : a high-resolution digital image correlation study. Acta Materialia, 2017. www
[Pan 07]	B. Pan. Full-field strain measurement using a two-dimensional Savitzky-Golay digital differentiator in digital image correlation. Optical Engineering, vol. 46, no. 3, page 033601, 2007. www
[Pan 09]	B. Pan, K. Qian, H. Xie & A. Asundi. 2D DIC for in-plane displacement and strain measurement : a review. Measurement Science and Technology, vol. 20, pages 1–17, 2009.
[Plancher 15]	E. Plancher. Mesures de champs de déformations élastique et totale pour la détermination du comportement mécanique local de matériaux cristallins. PhD thesis, Arts et Métiers ParisTech, 2015. www
[Plancher 16]	E. Plancher, J. Petit, C. Maurice, V. Favier, L. Saintoyant, D. Loisnard, N. Rupin, J-B. Marijon, O. Ulrich, M. Bornert, J-S. Micha, O. Robach & O. Castelnau. <i>On the Accuracy of Elastic Strain Field Measurements by Laue Microdiffraction and</i> <i>High-Resolution EBSD : a Cross-Validation Experiment</i> . Experimental Mechanics, vol. 56, no. 3, pages 483–492, mar 2016. www
[Poissant 10]	J. Poissant & F. Barthelat. <i>A novel "subset splitting" procedure for digital image corre-</i> <i>lation on discontinuous displacement fields</i> . Experimental Mechanics, vol. 50, no. 3, pages 353–364, 2010.
[Pollock 06]	T. M. Pollock & S. Tin. <i>Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines : Chemistry, Microstructure and Properties.</i> Journal of Propulsion and Power, vol. 22, no. 2, pages 361–374, mar 2006. www
[Pond 78]	R. C. Pond, D. A. Smith & P. W. J. Southerden. On the role of grain boundary dislocations in high temperature creep. Philosophical Magazine A, vol. 37, no. 1, pages 27–40, 1978. www
[Poulain 11]	T. Poulain. Liens entre microstructure, traitements thermiques et caractéristiques méca- niques pour un nouveau superalliage base nickel. Rapport technique, 2011.
[Preibisch 09]	S. Preibisch, S. Saalfeld & P. Tomancak. <i>Globally optimal stitching of tiled 3D microscopic image acquisitions</i> . Bioinformatics, vol. 25, no. 11, pages 1463–1465, jun 2009. www
[Priester 06]	L. Priester. Les joints de grains De la théorie à l'ingénierie, volume 1. 2006.
[Priester 11]	L. Priester. Joints de grains et plasticité cristalline. Hermes-Science, première edition, 2011.

[Rae 01]	C. M. F. Rae & R. C. Reed. The precipitation of topologically close-packed phases in rhenium-containing superalloys. Acta Materialia, vol. 49, no. 19, pages 4113–4125, 2001.
[Randle 04]	V. Randle. Twinning-related grain boundary engineering. Acta materialia, vol. 52, no. 14, pages 4067–4081, 2004.
[Randle 09]	V. Randle. <i>Electron backscatter diffraction : Strategies for reliable data acquisition and processing</i> . Materials Characterization, vol. 60, no. 9, pages 913–922, sep 2009.
[Raujol 04]	S. Raujol. Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disques de turbine. PhD thesis, INSA Toulouse, 2004.
[Reed 06]	R. C. Reed. The Superalloys. Cambridge University Press, Cambridge, 2006.
[Réthoré 07]	J. Réthoré, F. Hild & S. Roux. <i>Shear-band capturing using a multiscale extended di- gital image correlation technique</i> . Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, vol. 196, no. 49-52, pages 5016–5030, 2007.
[Réthoré 08]	J. Réthoré, F. Hild & S. Roux. <i>Extended digital image correlation with crack shape opti-</i> <i>mization</i> . International Journal for Numerical Methods in Engineering, vol. 73, no. 2, pages 248–272, jan 2008. www
[Reu 12]	P. Reu. Introduction to DIC : Best Practices and Applications. Experimental Techniques, vol. 36, no. 1, pages 3–4, 2012. www
[Reu 14]	P. Reu. <i>Speckles and their relationship to the digital camera</i> . Experimental Techniques, vol. 38, no. 4, pages 1–2, 2014. www
[Reu 15a]	P. Reu. <i>All about speckles : Contrast.</i> Experimental Techniques, vol. 39, no. 1, pages 1–2, 2015.
[Reu 15b]	P. Reu. <i>All about speckles : Edge sharpness</i> . Experimental Techniques, vol. 39, no. 2, pages 1–2, 2015.
[Reu 15c]	P. Reu. <i>All about speckles : Speckle density</i> . Experimental Techniques, vol. 39, no. 3, pages 1–2, 2015.
[Reu 15d]	P. Reu. <i>All about Speckles : Speckle Size Measurement</i> . Experimental Techniques, vol. 39, no. 3, pages 1–2, may 2015. www
[Richeton 17]	T. Richeton. Incompatibility Stresses and Lattice Rotations Due to Grain Boundary Sliding in Heterogeneous Anisotropic Elasticity. Crystals, vol. 7, no. 7, page 203, jul 2017. www
[Roblin 98]	G. Roblin. Microscopie. Techniques de l'ingénieur, vol. RD3, no. R6710, 1998.
[Sandström 16]	R. Sandström, R. Wu & J. Hagström. <i>Grain boundary sliding in copper and its relation to cavity formation during creep.</i> Materials Science and Engineering A, vol. 651, pages 259–268, jan 2016. www

[Sangid 11]	M. D. Sangid, T. Ezaz, H. Sehitoglu & I. M. Robertson. <i>Energy of slip transmission and nucleation at grain boundaries</i> . Acta Materialia, vol. 59, no. 1, pages 283–296, 2011. www
[Sass 96]	V. Sass, U. Glatzel & M. Feller-Kniepmeier. <i>Creep anisotropy in the monocrystalline nickel-base superalloy CMSX-4</i> . Superalloys, vol. 1996, page 283, 1996.
[Schindelin 12]	J. Schindelin, I. Arganda-Carreras, E. Frise, V. Kaynig, M. Longair, T. Pietzsch, S. Preibisch, C. Rueden, S. Saalfeld, B. Schmid, J-Y. Tinevez, D. J. White, V. Har- tenstein, K. Eliceiri, P. Tomancak & A. Cardona. <i>Fiji : an open-source platform for</i> <i>biological-image analysis</i> . Nature Methods, vol. 9, no. 7, pages 676–682, jul 2012. www
[Schwartz 09]	A.J. Schwartz. Electron Backscatter Diffraction in Materials Science. Springer US, Boston, MA, 2 edition, 2009. www
[Scrivens 07]	W. Scrivens, Y. Luo, M. A. Sutton, S.A. Collette, M.L. Myrick, P. Miney, P.E. Colavita, A. P. Reynolds & X. Li. <i>Development of Patterns for DIC Measurements at Reduced Length Scales</i> . Experimental Mechanics, vol. 47, no. 1, pages 63–77, 2007.
[Seghir 14]	R. Seghir, J-F. Witz & S. Coudert. YaDICs - Digital Image Correlation 2/3D soft- mare, 2014. http://www.yadics.univ-lille1.fr
[Seita 15]	M. Seita, J. P Hanson, S. Gradečak & M. J Demkowicz. <i>The dual role of coherent twin boundaries in hydrogen embrittlement</i> . Nature communications, vol. 6, page 6164, 2015.
[Sheikh-Ali 99]	A. D. Sheikh-Ali & J.A. Szpunar. On the mechanism of the influence of crystallographic slip on grain-boundary sliding at similar deformation of grains. Philosophical Magazine Letters, vol. 79, no. 8, pages 545–549, aug 1999. www
[Sheikh-Ali 01]	A. D. Sheikh-Ali. <i>Grain Boundary Sliding : Theory</i> . In Encyclopedia of Materials : Science and Technology, numéro c, pages 3624–3625. Elsevier, 2001. www
[Shigematsu 06]	N. Shigematsu, D. J. Prior & J. Wheeler. First combined electron backscatter diffrac- tion and transmission electron microscopy study of grain boundary structure of deformed quartzite. Journal of Microscopy, vol. 224, no. 3, pages 306–321, 2006.
[Simonetti 98]	M. Simonetti & P. Caron. Role and behaviour of μ phase during deformation of a nickel- based single crystal superalloy. Materials Science and Engineering : A, vol. 254, no. 1-2, pages 1–12, 1998.
[Smith 16]	T. M. Smith, R. R. Unocic, H. Deutchman & M. J. Mills. <i>Creep deformation mechanism mapping in nickel base disk superalloys.</i> Materials at High Temperatures, vol. 3409, no. May, pages 1–12, 2016. www
[Soula 08]	A. Soula. <i>Etude de la déformation intergranulaire au cours du fluage à HT d'un superal-</i> <i>liage base de nickel polycristallin.</i> PhD thesis, INP Grenoble, 2008.

[Soula 09]	A. Soula, Y. Renollet, D. Boivin, J-L. Pouchou, D. Locq, P. Caron & Y. Bréchet. <i>Analysis of HT creep deformation in a polycrystalline nickel-base superalloy.</i> Materials Science and Engineering, vol. 510-511, no. C, pages 301–306, 2009.
[Soula 10]	A. Soula, D. Locq, D. Boivin, Y. Renollet, P. Caron & Y. Bréchet. <i>Quantitative evaluation of HT deformation mechanisms : A specific microgrid extensometry technique coupled with EBSD analysis.</i> Journal of Materials Science, vol. 45, no. 20, pages 5649–5659, 2010.
[Stein 14]	C. A. Stein, A. Cerrone, T. Ozturk, S. Lee, P. Kenesei, H. Tucker, R. Pokharel, J. Lind, C. Hefferan, R. M. Suter <i>et al. Fatigue crack initiation, slip localization and twin boundaries in a nickel-based superalloy.</i> Current Opinion in Solid State and Materials Science, vol. 18, no. 4, pages 244–252, 2014.
[Stevens 66]	R. N. Stevens. <i>Grain-Boundary Sliding in Metals</i> . Metallurgical Reviews, vol. 11, no. 1, pages 129–142, jan 1966. www
[Stinville 15a]	J-C. Stinville, M. P. Echlin, D. Texier, F. Bridier, P. Bocher & T. M. Pollock. Sub-Grain Scale DIC by Electron Microscopy for Polycrystalline Materials during Elastic and Plastic Deformation. Experimental Mechanics, pages 197–216, 2015. [www]
[Stinville 15b]	J-C. Stinville, K Gallup & T. M. Pollock. <i>Transverse Creep of Nickel-Base Superalloy Bicrystals</i> . Metallurgical and Materials Transactions A, no. JUNE 2015, pages 1–14, 2015. www
[Stinville 15c]	J-C. Stinville, N. Vanderesse, F. Bridier, P. Bocher & T. M. Pollock. <i>High resolution mapping of strain localization near twin boundaries in a nickel-based superalloy</i> . Acta Materialia, vol. 98, pages 29–42, 2015. [www]
[Stinville 16a]	J-C. Stinville, W. C. Lenthe, J. Miao & T. M. Pollock. <i>A combined grain scale elastic–plastic criterion for identification of fatigue crack initiation sites in a twin containing polycrystalline nickel-base superalloy.</i> Acta Materialia, vol. 103, no. January, pages 461–473, jan 2016. www
[Stinville 16b]	J-C. Stinville, V. M. Miller & T. M. Pollock. <i>Effect of Non-Metallic Ceramic Inclu-</i> sions on Strain Localization During Low Cycle Fatigue of a Polycrystalline Superalloy. In Superalloys 2016, numéro October, pages 897–905. John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, NJ, USA, oct 2016. www
[Stinville 17a]	J-C. Stinville, M. P. Echlin, P. G. Callahan, V. M. Miller, D. Texier, F. Bridier, P. Bocher & T. M. Pollock. <i>Measurement of Strain Localization Resulting from Mo-</i> <i>notonic and Cyclic Loading at 650°C in Nickel Base Superalloys</i> . Experimental Me- chanics, vol. 57, no. 8, pages 1289–1309, oct 2017. www
[Stinville 17b]	J-C. Stinville, W. C. Lenthe, M. P. Echlin, P. G. Callahan, D. Texier & T. M. Pollock. <i>Microstructural statistics for fatigue crack initiation in polycrystalline nickel-base superalloys</i> . International Journal of Fracture, 2017. www
[Sutton 07a]	M. A. Sutton, N. Li, D. Garcia, N. Cornille, J-J. Orteu, S. R. McNeill, H. W. Schreier, X. Li & A. P. Reynolds. SEM for quantitative small and large deformation

	<i>measurements Part II : Experimental validation for magnifications from 200 to 10,000.</i> Experimental Mechanics, vol. 47, no. 6, pages 789–804, 2007.
[Sutton 07b]	M. A. Sutton, N. Li, D. C. Joy, A. P. Reynolds & X. Li. SEM for quantitative small and large deformation measurements Part I : SEM imaging at magnifications from 200 to 10,000. Experimental Mechanics, vol. 47, no. 6, pages 775–787, 2007.
[Sutton 09]	M. A. Sutton, J-J. Orteu & H. W. Schreier. Image correlation for shape, mo- tion and deformation measurements : Basic concepts, theory and applications. Springer US, Boston, MA, 1 edition, 2009. www
[Terzi 06]	S. Terzi. Comportement à HT du superalliage Udimet 720 élaboré par MDP et optimisé pour la tenue en fluage. PhD thesis, INP Toulouse, 2006. www
[Texier 16]	D. Texier, J. Cormier, P. Villechaise, J-C. Stinville, C. J. Torbet, S. Pierret & T. M. Pollock. <i>Crack initiation sensitivity of wrought direct aged alloy 718 in the very high cycle fatigue regime : the role of non-metallic inclusions</i> . Materials Science and Engineering A, vol. 678, no. October, pages 122–136, 2016. www
[Tézenas Du Montcel 12]	H. Tézenas Du Montcel. Ingénierie des joints de grains dans les superalliages à base de nickel. PhD thesis, ENSMP, 2012. www
[Thébaud 15]	L. Thébaud, P. Villechaise, J. Cormier, C. Crozet, J-M. Franchet, A. Organista, A. Devaux, D. Béchet & F. Hamon. <i>Relationships between Microstructural Para-</i> <i>meters and Time-Dependent Mechanical Properties of a New Nickel-Based Superalloy</i> <i>AD730TM</i> . Metals, vol. 5, no. 4, pages 2236–2251, 2015. www
[Thébaud 17]	L. Thébaud. <i>Etude des relations microstructure / propriétés mécaniques du superalliage base nickel AD730</i> . PhD thesis, ISAE-ENSMA, 2017.
[Thébaud 18]	L. Thébaud, P. Villechaise, C. Crozet, A. Devaux, D. Béchet, J-M. Franchet, A-L. Rouffié, M. J. Mills & J. Cormier. <i>Is there an optimal grain size for creep resistance in Ni-based disk superalloys ?</i> Materials Science and Engineering A, vol. 716, no. October 2017, pages 274–283, feb 2018. www
[Thibault 12]	K. Thibault. Influence de la microstruture sur le glissement intergranulaire lors du fluage d'un superalliage pour disques. PhD thesis, Université Grenoble Alpes, 2012. www
[Thibault 13]	K. Thibault, D. Locq, P. Caron, D. Boivin, Y. Renollet & Y. Bréchet. <i>Influence of microstructure on local intra-and intergranular deformations during creep of a nickel-based superalloy at 700° C</i> . Materials Science and Engineering : A, vol. 588, pages 14–21, 2013.
[Tracy 15]	J. Tracy, A. Waas & S. Daly. <i>A new experimental approach for in situ damage assessment in fibrous ceramic matrix composites at high temperature.</i> Journal of the American Ceramic Society, vol. 98, no. 6, pages 1898–1906, 2015.
[Unocic 08a]	R. R. Unocic, L. Kovarik, C. Shen, P. M. Sarosi, Y. Wang, J. Li, S. Ghosh & M. J. Mills. <i>Deformation Mechanisms in Ni-Base Disk Superalloys at Higher Temperatures.</i> Superalloys 2008, pages 377–385, 2008. www.

[Unocic 08b]	R. R. Unocic, G. B. Viswanathan, P. M. Sarosi, S. Karthikeyan, J. Li & M. J. Mills. <i>Mechanisms of creep deformation in polycrystalline Ni-base disk superalloys</i> . Materials Science and Engineering, vol. 483-484, no. 1-2 C, pages 25–32, 2008.
[Valiev 91]	R. Z. Valiev, V. G. Khairullin & A. D. Sheikh-Ali. <i>Phenomenology and mechanisms of grain boundary sliding</i> . Soviet Physics Journal, vol. 34, no. 3, pages 253–261, mar 1991. www
[Valle 15]	V. Valle, S. Hedan, P. Cosenza, A-L. Fauchille & M. Berdjane. <i>DIC Development</i> for the Study of Materials Including Multiple Crossing Cracks. Experimental Mechanics, vol. 55, no. 2, pages 379–391, 2015.
[Van der Walt 14]	S. Van der Walt, J. L. Schönberger, J. Nunez-Iglesias, F. Boulogne, J. D. Warner, N. Yager, E. Gouillart & T. Yu. <i>scikit-image : image processing in Python</i> . PeerJ, vol. 2, page e453, jun 2014. www
[Vanderesse 13]	N. Vanderesse, P. Bocher, F. Bridier & M. Lagacé. An Open Source Software for the Measurement of Deformation Fields by Means of DIC. Numeéro August 2013, page 3, 2013.
[Versnyder 70]	F. I. Versnyder & M. E. Shank. <i>The development of columnar grain and single crys-</i> <i>tal high temperature materials through directional solidification</i> . Materials Science and Engineering, vol. 6, no. 4, pages 213–247, 1970. www
[Villechaise 02]	P. Villechaise, L. Sabatier & J. C. Girard. On slip band features and crack initiation in fatigued 316L austenitic stainless steel : Part 1 : Analysis by electron back-scattered dif- fraction and atomic force microscopy. Materials Science and Engineering A, vol. 323, no. 1-2, pages 377–385, 2002.
[Villechaise 12]	P. Villechaise, J. Cormier, T. Billot & J. Mendez. <i>Mechanical Behavior and Da- mage Processes of Udimet 720Li : Influence of Localized Plasticity at Grain Boundaries.</i> Superalloys 2012, no. September, pages 13–24, 2012.
[Viswanathan 05a]	G. B. Viswanathan, P. M. Sarosi, M. F. Henry, D. H. Whitis, W. W. Milligan & M. J. Mills. <i>Investigation of creep deformation mechanisms at intermediate temperatures in Rene 88 DT</i> . Acta Materialia, vol. 53, no. 10, pages 3041–3057, 2005.
[Viswanathan 05b]	G. B. Viswanathan, P. M. Sarosi, D. H. Whitis & M. J. Mills. <i>Deformation mecha-</i> <i>nisms at intermediate creep temperatures in the Ni-base superalloy Rene 88 DT</i> . Materials Science and Engineering, vol. 400-401, no. 1-2 SUPPL., pages 489–495, 2005.
[Wang 17]	Z-J. Wang, Q-J. Li, Y. Li, L-C. Huang, L. Lu, M. Dao, J. Li, E. Ma, S. Suresh & Z-W. Shan. <i>Sliding of coherent twin boundaries</i> . Nature Communications, vol. 8, no. 1, page 1108, dec 2017. www
[Wilkinson 05]	A. J. Wilkinson, G. Meaden & D. Dingley. <i>Elastic Strain Tensor Mapping - Exten-</i> <i>ding the Limits of EBSD Analysis.</i> Microscopy and Microanalysis, vol. 11 Suppl 2, no. April, pages 520–1, 2005. www

[Wilkinson 14]	A. J. Wilkinson, T. B. Britton, J. Jiang & P. S. Karamched. <i>A review of advances and challenges in EBSD strain mapping</i> . IOP Conference Series : Materials Science and Engineering, vol. 55, no. 1, page 012020, mar 2014. www
[Wisniewski 09]	A. Wisniewski & J. Beddoes. <i>Influence of grain-boundary morphology on creep of a wrought Ni-base superalloy</i> . Materials Science and Engineering, vol. 510-511, no. C, pages 266–272, 2009.
[Wittevrongel 15]	L. Wittevrongel, P. Lava, S. V. Lomov & D. Debruyne. <i>Local or global DIC : noise robustness versus spatial resolution</i> . Experimental Mechanics, vol. 55, no. 2, pages 361–378, 2015.
[Wlodek 96]	S.T. Wlodek, M. Kelly & D.A. Alden. <i>The structure of René 88DT</i> . Superalloys 1996, vol. 286, pages 129–136, 1996.
[Yoo 83]	M. H. Yoo & H. Trinkaus. <i>Crack and cavity nucleation at interfaces during creep</i> . Metallurgical Transactions A, vol. 14, no. 3, pages 547–561, 1983.
[Young 56]	F. W. Young, J. V. Cathcart & A. T. Gwathmey. <i>The rates of oxidation of several faces of a single crystal of copper as determined with elliptically polarized light</i> . Acta Metallurgica, vol. 4, no. 2, pages 145 – 152, 1956. www
[Yuan 11]	Y. Yuan, Y. Gu, C. Cui, T. Osada, T. Yokokawa & M. Harada. <i>A novel strategy for the design of advanced engineering alloys—strengthening turbine disk superalloys via twin- ning structures.</i> Advanced Engineering Materials, vol. 13, no. 4, pages 296–300, 2011.
[Zhang 14]	T. Zhang, D. M. Collins, F. P. E. Dunne & B. A. Shollock. <i>Crystal plasticity and high-resolution electron backscatter diffraction analysis of full-field polycrystal Ni superalloy strains and rotations under thermal loading</i> . Acta Materialia, vol. 80, pages 25–38, 2014. WWW
[Zhang 15]	T. Zhang, J. Jiang, B. A. Shollock, T. B. Britton & F. P. E. Dunne. <i>Slip localization and fatigue crack nucleation near a non-metallic inclusion in polycrystalline nickel-based superalloy.</i> Materials Science and Engineering, vol. 641, pages 328–339, 2015.
[Zhang 16]	T. Zhang, J. Jiang, T. B. Britton & F. P. E. Dunne. <i>Crack nucleation using combined</i> crystal plasticity modelling, high-resolution digital image correlation and high-resolution electron backscatter diffraction in a superalloy containing non-metallic inclusions under fatigue Subject Areas :. 2016.

Table des figures

0.0.1	Utilisation des superalliages dans une turbomachine aéronautique et cycle de Brayton	1
0.0.2	(a) La diminution de la consommation des moteurs d'avion depuis 1955 conjugués aux objectifs environnementaux fixés dans le programme européen ACARE pour 2020 (b)	
	implique une augmentation de la TET (c)	2
0.0.3	Chaire ANR-SAFRAN OPALE	4
0.0.4	Collaboration avec GE Global Research, l'Université de Santa Barbara et l'Université de Poitiers	4
1.0.1	Amélioration des tenues en température via le développement de nouvelles composi- tions chimiques et de nouveaux procédés de fabrication depuis 1940 [Reed 06, Guédou 15]	8
1.2.1	Mailles cristallographiques de la matrice γ et des précipités γ'	10
1.2.2	Les différentes populations de précipités γ' que l'on trouve dans un superalliage base	
	nickel [Jackson 99]	11
1.3.1	Sollicitations vues en service.	12
2.1.1	Courbes de fluage $\varepsilon = f(t)$ en trait plein illustrant les 3 stades de la déformation et en trait pointillé la courbe de vitesse associée $\dot{\varepsilon} = f(t)$, illustration tirée des travaux de Dubiez Le Goff [Dubiez-Le Goff 03]	14
2.1.2	Schéma des mécanismes de diffusion transgranulaire de Nabarro-Herring (a) et inter- granulaire de Coble (b) tiré des travaux de K. Thibault [Thibault 12]. Les couleurs bleu et rouge représentent respectivement l'état initial et l'état après déformation. Les flèches pleines, correspondent aux flux d'atomes et les flèches en pointillées représentent les	
	flux de lacunes.	15
2.1.3	Cartes d'Ashby du superalliage Mar-M200 pour deux tailles de grains (100 µm et 1 cm)	17
214	Amélioration de la tenue en fluere en suppriment les joints de grains [Caron 03]	10
2.1.4	Discremente de Norte e cous sin obtenues par Thébaud pour différente pour Director rei	1 /
2.1.3	crostructuraux et de sollicitations dans l' AD730 [Thébaud 17].	18
2.1.6	Microstructures étudiées par Thébaud [Thébaud 17].	19
2.1.7	Influence de la densité de joints de grains (a) et de la précipitation (b) sur les propriétés	
	de l' AD730 en fluage [Thébaud 17].	21

2.1.8	 (a) Influence de l'axe de sollicitation sur la durée de vie d'un monograin de Mar-M200 + Hf en fluage à 900°C / 300 MPa [Mataveli Suave 16]. (b) et (d) Suivi de la déforma- 	
	tion de différents grains dans le Mar-M200 + Hf colonnaire sollicité en fluage traction	
	dans le sens transverse [Mataveli Suave 16]. (c) Domaines des durées de vie à rupture	
	en fluage traction à 774°C / 724 MPa pour le Mar-M247 avec une précipitation γ' de	
	taille inférieure à 0,3 μm dans le triangle standard [Mackay 82]	23
2.2.1	Représentation d'un plan dense (111) en jaune et de ses directions denses dans une	
	structure CFC	24
2.2.2	Domaine de prédominance des mécanismes de cisaillement et de contournement en	
	fonction de la taille des précipités [Nembach 85]	26
2.2.3	Domaine de prédominance des mécanismes de cisaillement et de contournement en	
	fonction des sollicitations, schéma de Barba et al. basé sur les travaux de Smith et al.	
	[Barba 17, Smith 16]	27
2.2.4	Courbes de fluage $\varepsilon = f(\frac{t}{t_P})$ en (a) et microstructures associées en (b) issues des travaux	
	de Billot sur de l' Udimet 720 Li [Billot 10, Villechaise 12]	28
2.3.1	Schéma des mécanismes d'accommodation des contraintes intergranulaires impliquant	
	les joints de grains et les grains voisins [Priester 11].	30
2.3.2	Schéma du glissement intergranulaire caractérisé par le vecteur glissement \overrightarrow{S} et trois	
	composantes u,v et w [Stevens 66, Langdon 70]	30
2.3.3	Influence des conditions de sollicitation sur la contribution du glissement intergranulaire	
	[Soula 09, Soula 08]	32
2.3.4	Influence de la précipitation sur l'amplitude du glissement intergranulaire en fluage à	
	700°C / 700 MPa pour les différentes microstructures étudiées par Thibault : standard	
	(b), sur-vieillie (c), à joints de grains dentelés (d) et à gros grains (e) [Thibault 13]	33
2.3.5	Glissement intergranulaire moyen selon la nature du joint de grains, spéciaux pour $3 \leq$	
	$\Sigma \leq 29$ et généraux pour $\Sigma \geq 29$, et la température (a) [Soula 08]. Cartographies des	
	amplitudes du glissement intergranulaire dans le superalliage NR6 en fluage sous vide à	
	700°C / 700 MPa sans (b) et avec (c) joints de grains dentelés illustrés à côté [Thibault 13].	34
2.3.6	Localisation de déformation importante à l'intersection d'une bande de glissement avec	
	un joint de grains dans le superalliage NR6 en fluage sous vide à 750°C, 525 MPa (a)	
	[Soula 08]. Cartographies des déformations intragranulaire dans le superalliage NR6 en	
	fluage sous vide à 700°C, 700 MPa pour les différentes microstructures étudiées par	
	Thibault : standard (b), sur-vieillie (c), à joints de grains dentelés (d) et à gros grains (e)	
	[Thibault 12]	36
2.4.1	Récapitulatif des mécanismes de déformation et d'endommagement des joints de grains	
	en traction de l'ambiante jusqu'à 500-550°C [Larrouy 15b, Villechaise 12]	39
2.4.2	Schémas illustrant les interactions entre glissement intergranulaire et endommagement	
	observés dans la littérature sur d'autres matériaux : (a) [Gifkins 56] (b) [Yoo 83] (c)	
	[Nychka 04]	40

2.4.3	Les différents types d'endommagement intergranulaires rencontrés dans les superal- liages base nickel en fonction de la température	41
3.1.1	Schéma représentant les différentes composantes du glissement intergranulaire tiré de la review de Langdon [Langdon 06](a). Exemples de glissement intergranulaire mis en évidence à l'aide de rayures longitudinales [Gates 74](c), [Billot 10](d) et composantes du glissement mesurable via cette méthode : u et w.	44
3.1.2	Glissement intergranulaire mis en évidence par rupture de continuité des barreaux des micro-grilles (a [Dennison 78], b [Mussot 83], d [Carter 12b]). Cartographie de déformation intragranulaire obtenue dans le superalliage NR6 après fluage à 525 MPa, 750°C et $\varepsilon_t = 1.7\%$ (c [Soula 08]). Mesure des trois composantes du glissement par AFM et micro-grille (e [Doquet 16]).	46
3.2.1	Principe de la corrélation d'images numériques (DIC) [Sutton 09, Reu 12, Pan 09]	47
3.2.2	Exemples d'applications de la DIC sous MEB à l'étude de la transmission de la plasti- cité au niveau des joints de grains. Champs de déformation obtenu en traction <i>in-situ</i> à haute température (a [Carter 12b]) et à température ambiante (b [Stinville 15c]) dans des superalliages base nickel montrant une localisation de la déformation près de certains joints de grains. Champs de déformation en compression près d'un point triple dans de la Halite (c [Bourcier 13]) et en traction au niveau de joints de grains présentant de forte	
3.2.3	incompatibilités géométriques dans du Magnésium (d [Orozco-Caballero 17]) Exemples d'applications de la DIC en optique à l'étude de la transmission de la plasti- cité au niveau des joints de grains et de la fissuration. Champs de déformation obtenu <i>in-situ</i> à haute température en (a [Casperson 14]) et <i>ex-situ</i> à température ambiante (b [Carroll 13]) dans des superalliages base nickel en fatigue. Transmission et blocage de la déformation au travers de certains joints de grains en fatigue dans un superalliage base nickel (c [Abuzaid 16]). Application d'une technique corrélation d'images permettant de	50
	mesurer l'ouverture de fissure lors de sa propagation dans un os (d [Bokam 20])	51
3.3.1	Schéma du principe de la formation des clichés de diffraction dans la technique EBSD (A) et procédure de traitement de ces clichés via le logiciel CrossCourt (B) [Britton 13].	52
3.3.2	Résolution spatiale anisotrope en EBSD-HR [Plancher 15]	53
3.3.3	Applications de l'EBSD-HR à l'étude de la transmission de la plasticité au niveau des joints de grains dans un superalliage (a) [Villechaise 12] et un alliage de titane (b) [Guo 14].	- 4
	(c) Etude de la croissance de macles dans un alliage de titane [Guo 1/].	54
3.4.1	de champs, image tirée du chapitre 17 [Schwartz 09]	55
4.1.1	Plans de prélèvement dans le demi-disque (b) de blocs (a) et (c) et extraction des ébauches des micro-éprouvettes (d) et éprouvettes de fluage (e).	60
4.1.2	Traitement thermique et précipitation associée intragranulaire et intergranulaire de la	
	microstructure très gros grains TGG.	61

4.1.3	Cartographie des orientations cristallographiques suivant la normale à la surface, figures de pôles associées aux familles de plans {001}, {101}, {111} et {112}, et distribution	
	de la taille de grains de la microstructure très gros grains TGG	62
4.1.4	Cartographie des joints de grains et distribution des désorientations de joints de grains	
	de la microstructure très gros grains TGG	63
4.1.5	Traitement thermique et distribution de la précipitation de la microstructure gros grains	
	GG	64
4.1.6	Cartographie des orientations cristallographiques suivant la normale à la surface, figures	
	de pôles associées aux familles de plans {001}, {101}, {111} et {112}, et distribution	
	de la taille de grains de la microstructure gros grains GG	65
4.1.7	Cartographie des joints de grains et distribution des désorientations de joints de grains	
	de la microstructure à gros grains GG .	66
421	Traitement thermique standard et précipitation associée du René 88DT Micrographie	
1.2.1	issue de [Miao 10].	68
422	Cartographie des orientations cristallographiques suivant la normale à la surface figures	
1.2.2	de pôles associées aux familles de plans {001} {101} {111} et {112} et distribution	
	de la taille de grains du René 88DT .	68
423	Cartographie des joints de grains et distribution des désorientations de joints de grains	
1.2.3	dans le René 88DT .	69
431	Traitement thermique et précipitation associée d'une plaque de Mar-M200 + Hf ([Mataveli	Suave 161) 70
432	Cartographie des orientations cristallographiques suivant la direction de solidification	
1.3.2	(ND/DS) et de sollicitation (TD), figures de pôles associées aux familles de plans {001}.	
	{101}, {111} et {112} dans le Mar-M200 + Hf .	71
433	Carte de désorientations des joints de grains avec la distribution associée ainsi que la	
1.5.5	distribution de taille de grains	72
		1 -
5.1.1	(a) Schéma des micro-éprouvettes utilisées pour les essais de traction monotone. (b)	
	Schéma des éprouvettes à méplat utilisées pour les essais de fluage. (Dimensions en mm)	73
5.1.2	État de surface à l'issue du polissage électrolytique : sur TGG en microscopie optique	
	champ sombre au grossissement x5 (a), sous MEB en mode d'imagerie BSE au grossis-	
	sement x5000 (b), et sur \mathbf{GG} sous MEB en mode d'imagerie SE au grossissement x1000	
	(c)	74
5.2.1	Machine électromécanique Instron 1362 (a) pour les essais de traction à température	
	ambiante et Instron 8862 (b) pour les essais de traction en température	75
5.2.2	Dispositif expérimental pour les essais de traction à température ambiante (a) et pour	
	les essais de traction en température (b)	76
5.2.3	Banc d'essai de fluage sous air Setra 39 équipée d'un four à lampes en (a), et en cours	
	de fonctionnement avec un microscope longue distance QUESTAR FR-1 MK III en	
	(b). Machine hydraulique Instron 1271 équipée d'une enceinte sous vide (P<10 ⁻⁷ mbar)	
	et d'un four à lampes utilisée pour les essais de fluage sous vide.	77

5.3.1	Microscope électronique à balayage à émission de champ JEOL 7000F (FEG) (a) et conventionnel JEOL 6100 (b). Microscope optique conventionnel ZEISS (c) et longue distance QUESTAR FR-1 MK III (d).	79	
5.3.2	Comparatif des résolutions spatiales de plusieurs types de microscopes [Roblin 98, Moulart	07].	79
5.3.3	Différents types de contrastes au microscope optique sur un échantillon GG avec la préparation décrite dans 5.1 au grossissement x8 en champ clair (a), en C-DIC (b) et en champ sombre (c).	80	
5.3.4	Différents types de contrastes au MEB sur un échantillon GG avec la préparation décrite dans 5.1 avec test de rayures au grossissement x500 en SE (a), en BSE mode composition chimique (b) et mode topographique (c) à 20 KeV, Wd = 15 mm et même taille de sonde.	81	
5.3.5	Décalage en pixel en fonction du temps pour différentes tension d'accélération (a) et différents détecteurs (c). Écart-type de déformation en fonction de la taille de sonde et du diaphragme (b), et en fonction du temps de pause par pixel et du nombre d'images intégrées (d) [Mello 17a, Lenthe 18]. Plus le décalage diminue rapidement plus le système est réactif et permet l'acquisition d'images uniformes, plus l'écart-type de déformation est faible meilleur est le rapport signal sur bruit.	83	
5.3.6	Support pour les éprouvettes de fluage à méplat dans sa configuration pour une acqui- sition EBSD à gauche et en dehors du microscope à droite	84	
6.1.1	Illustration des différentes échelles d'analyse pertinentes allant du nanomètre au milli- mètre avec les éléments microstructuraux que l'on peut observer : dislocations, précipi- tés, joints de grains, grains et agrégat de grains [Villechaise 12, Larrouy 15b]. Le domaine d'échelles spatiales pertinentes est souligné en rouge dans un graphique représentant les domaines des différentes descriptions du comportement d'un cristal ainsi que les échelles balayées par plusieurs moyens d'investigation (a) [Fivel 04].	86	
6.2.1	Schéma synoptique rappelant le fonctionnement de la DIC classique qui nécessite de faire une hypothèse sur la forme du champ cinématique [Sutton 09, Reu 12, Pan 09].	88	
6.2.2	Illustration de différents phénomènes physiques discontinus : glissement inter/intra- granulaire et endommagement en fluage haute température sous vide (a) [Soula 09], endommagement et glissement intragranulaire en traction (b) [Larrouy 15b], bandes de glissement persistantes (PSB) en fatigue dans le cuivre (c) [Ma 89] et l'acier inoxydable		
	(d) [Villechaise 02]	89	
6.2.3	Effet de la taille de fenêtre et du pas d'échantillonnage sur les résultats en déformation [Stinville 15a]. Compromis nécessaire entre résolution spatiale permettant de mettre en évidence les phénomènes de localisation et résolution en déplacement	90	
6.2.4	Ajout d'un saut dans la fonction de forme et d'une fonction de Heaviside permettant de localiser la discontinuité (r^*, θ^*) et d'accéder à la valeur de saut de déplacement (d_x, d_y)		
	[Valle 15, Bourdin 18]	91	

6.2.5	Illustration du dispositif experimental (a), de la machine de traction <i>m-situ</i> (b) et de la	
	géométrie des éprouvettes (c). Les images MEB acquises avec un grossissement de x1500	
	avec en encart la cartographie EBSD associée. Les carrés noirs et rouges représentent les	
	fenêtre de 32 px (665 nm) et 90 px (1869 nm) utilisés pour l'échantillon polycristallin et	
	monocristallin respectivement (d) [Bourdin 18]. Le covariogramme et la grille de mesure	
	associés à l'échantillon polycristallin sont exposés à droite.	92

• 4

94

- 6.2.6 Cartographies des déplacements U selon l'axe horizontal issues de la DIC classique (d à f) et de la H-DIC (c) pour différentes tailles de fenêtre (15 / 31 / 45 px) après 1% de déformation totale. Images MEB de la zone avec cartographies EBSD associées (a et b). Deux profils sont tracés sur la zone locale (b) : le profile 2 montre le déplacement pour les tailles de fenêtre précédentes et le profil 1 montre le résultat pour les tailles de fenêtre 32 et 64 px[Bourdin 18].
- 6.3.1 (a) Image MEB illustrant une bande de glissement dans un monocristal déformé plastiquement à 2.5 %. (b) Schéma d'une marche générée par une bande de glissement avec définition des différents repères et des composantes du vecteur d' des Burgers cumulés dans le plan de l'échantillon : le glissement planaire, orthogonal à la bande de glissement, et le cisaillement planaire, le long de la bande de glissement. La trace du plan de glissement est repérée par l'angle θ et l'angle γ correspond à l'inclinaison entre la bande de glissement et le vecteur de couleur périodique est utilisé pour les deux angles.
 (c) Tracé du vecteur de vecteur au est norme et son orientation à partir des données de H-DIC. 96

6.4.1 Évolution des paramètres mesurés par H-DIC sur un échantillon 4 grains pour différents niveaux de déformations plastiques macroscopiques allant de 0.86 à 1.5 % [Bourdin 18].

- 6.5.1 Représentation des domaines d'application de la H-DIC et de la DIC superposés sur les domaines de différents types de modélisation de la plasticité cristalline [Fivel 04, Bourdin 18].
 6.6.1 Évolution du mouchetis de *TiO*₂ à la loupe binoculaire au grossissement x6.0 après un vieillissement de 199h30 à 700°C.
- 6.6.3 Texture naturelle initiale après préoxydation (a), au bout de 46h (b) et 60h à 700°C sous vide secondaire sur AD730. Images prises au MEB FEG en mode SE avec histogrammes associés.
 106

6.6.4	Texture naturelle avant (a) et après (b) 100h à 700°C sous vide secondaire sur le Mar-	
	M200 + Hf. Images prises au MEB FEG en mode SE avec histogrammes associés et	
	images en microscopie optique en champ clair.	107
7.1.1	Conditions expérimentales explorées.	111
7.2.1	Schéma synoptique du protocole expérimental pour cette campagne d'essai qualitative.	112
7.3.1	Courbes de Traction $\sigma_{rat} = f(\varepsilon_{rat})$ des microstructures GG et TGG en fonction des	
	3 températures considérées. Les courbes de traction à température ambiante sont me-	
	surées avec un extensomètre à couteaux base 8,78 mm et d'un suivi de marqueurs pour	
	les hautes températures (dispositif illustré sur 5.2.2)	114
7.3.2	Courbes de fluage $\varepsilon_{rat} = f(\Delta t)$ et $\dot{\varepsilon}_{rat} = f(\varepsilon_{rat})$ à 700°C/700 MPa sur les micro-	
	structures GG et TGG.	115
7.4.1	Code couleur employé dans la suite de cette partie et illustration du changement de	
	contraste au niveau d'un joint de macle après oxydation.	116
7.4.2	Image de la partie utile de l'éprouvette GG après déformation et cartographie de la	
	déformation équivalente de Tresca superposée à l'état initial. Le covariogramme corres-	
	pondant au mouchetis ainsi que la taille de subset et le pas utilisés sont illustrés à gauche.	
	La distribution des valeurs est donnée en échelle linéaire (noir) et logarithmique (gris).	117
7.4.3	Image de la partie utile de l'éprouvette GG après déformation et cartographie de la	
	déformation équivalente de Tresca superposée à l'état initial. Le covariogramme corres-	
	pondant au mouchetis ainsi que la taille de subset et le pas utilisés sont illustrés à gauche.	
	La distribution des valeurs est donnée en échelle linéaire (noir) et logarithmique (gris).	118
7.4.4	Image de la partie utile de l'éprouvette GG après déformation et cartographie de la	
	déformation équivalente de Tresca superposée à l'état initial. Le covariogramme corres-	
	pondant au mouchetis ainsi que la taille de subset et le pas utilisés sont illustrés à gauche.	
	La distribution des valeurs est donnee en echelle lineaire (noir) et logarithmique (gris).	119
7.4.5	Zone 1 observée en optique champs sombre et MEB FEG après essai sur microstruc-	4.00
	ture GG a temperature ambiante.	120
7.4.6	Zone 4 observée en optique champs sombre et MEB FEG après essai sur microstruc-	4.04
	ture GG a temperature ambiante.	121
/.4./	Zone I observee en optique C-DIC et MEB conventionnel apres essai sur microstruc-	101
740		121
/.4.8	Zone 4 observee en optique C-DIC et MEB conventionnel apres essai sur microstruc-	100
740	Zana 5 alterratione C DIC at MED anomatic and a min and an interaction	122
7.4.9	Zone 5 observee en optique C-DIC et MEB conventionnel apres essai sur microstruc-	122
7 4 10	Zana 7 abagmás en antique C DIC et MEP appropriate nel antiès agesi sur missestrue	122
7.4.10	ture GG à 500°C	123
7 / 11	Zone 1 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstruc	123
/.4.11	ture GG à 700°C	124
		1 4 T

7.4.12	Zones 3 et 4 observées en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur micro-	
	structure GG à 700°C	124
7.4.13	Zones 8 et 9 observées en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur micro-	
	structure GG à 700°C. \ldots	125
7.4.14	Image de la partie utile de l'éprouvette GG après déformation et cartographie de la	
	déformation équivalente de Tresca superposée à l'état initial. Le covariogramme corres-	
	pondant au mouchetis ainsi que la taille de subset et le pas utilisés sont illustrés à gauche.	
	La distribution des valeurs est donnée en échelle linéaire (noir) et logarithmique (gris).	127
7.4.15	Zone 1 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstruc-	
	ture GG en fluage à 700°C / 700 MPa	128
7.4.16	Zone 4 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstruc-	
	ture GG en fluage à 700°C / 700 MPa	128
7.4.17	Zone 5 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstruc-	
	ture GG en fluage à 700°C / 700 MPa	129
7.4.18	Zone 5 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstruc-	
	ture GG en fluage à 700°C / 700 MPa	129
7.4.19	Zone 6 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstruc-	
	ture GG en fluage à 700°C / 700 MPa	130
7.4.20	Image de la partie utile de l'éprouvette TGG après déformation et cartographie de la	
	déformation équivalente de Tresca superposée à l'état initial. Le covariogramme corres-	
	pondant au mouchetis ainsi que la taille de subset et le pas utilisés sont illustrés à gauche.	
	La distribution des valeurs est donnée en échelle linéaire (noir) et logarithmique (gris).	131
7.4.21	Image de la partie utile de l'éprouvette TGG après déformation et cartographie de la	
	déformation équivalente de Tresca superposée à l'état initial. Le covariogramme corres-	
	pondant au mouchetis ainsi que la taille de subset et le pas utilisés sont illustrés au-dessus.	
	La distribution des valeurs est donnée en échelle linéaire (noir) et logarithmique (gris).	132
7.4.22	Image de la partie utile de l'éprouvette TGG après déformation et cartographie de la	
	déformation équivalente de Tresca superposée à l'état initial. Le covariogramme corres-	
	pondant au mouchetis ainsi que la taille de subset et le pas utilisés sont illustrés à gauche.	
	La distribution des valeurs est donnée en échelle linéaire (noir) et logarithmique (gris).	133
7.4.23	Zones Z1 et Z3 observées en optique champs sombre et MEB FEG après essai sur	
	microstructure TGG à température ambiante	134
7.4.24	Zone Z6 observée en optique champs sombre et MEB FEG après essai sur microstruc-	
	ture TGG à température ambiante	134
7.4.25	Zone 2 observée en optique C-DIC et MEB FEG après essai sur microstructure TGG	
	à 500°C	135
7.4.26	Zone 5 observée en optique C-DIC et MEB FEG après essai sur microstructure TGG	
	à 500°C	136
7.4.27	Zone 6 observée en optique C-DIC et MEB FEG après essai sur microstructure TGG	
	à 500°C	136

Zone 15 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstruc- ture TGG à 700°C.	137
Zone 19 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstruc- ture TGG à 700°C.	137
Images observées en champs sombre avant (à gauche) et après (à droite) déformations en fluage de la partie utile de l'éprouvette TGG .	139
Zone 3 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstruc- ture TGG en fluage à 700°C / 700 MPa	140
Zone 3 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstruc- ture TGG en fluage à 700°C / 700 MPa	140
Zone 4 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstruc- ture TGG en fluage à 700°C / 700 MPa	141
Zones 5 et 6 observées en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur micro- structure TGG en fluage à 700°C / 700 MPa.	142
Amorçages de fissures intergranulaires en fluage à 700°C / 700 MPa sur la microstruc- ture TGG .	143
Évolution d'un agrégat de grains au cours de l'essai de fluage et faciès de rupture de la microstructure TGG .	144
Comparaison des cartographies de déformation équivalente de Tresca sur la microstruc- ture GG en fonction du type de sollicitation (traction et fluage) et des 3 températures considérées (20, 500 et 700°C). L'histogramme des valeurs et le profil moyen le long de la partie utile est donné pour chacune des cartographies.	147
Comparaison des cartographies de déformation équivalente de Tresca sur la micro- structure TGG en fonction des 3 températures considérées (20, 500 et 700°C). L'histo- gramme des valeurs et le profil moyen le long de la partie utile est donné pour chacune des cartographies.	148
Éprouvettes de fluage à méplat d' AD730 GG et Mar-M200 + Hf avec leur cartographie MO en champs sombre et EBSD codée selon l'axe de sollicitation correspondant à l'axe de traction des éprouvettes	157
Caractéristiques des textures de surface et paramètres de la H-DIC utilisés pour l'analyse au MO Les subsets utilisés sont représentés sous forme de carrés blanc	158
Caractéristiques des textures de surface, paramètres de la H-DIC et d'acquisitions utilisés	150
Zones choisies pour les analyses locales au MEB pour l'AD730 GG	160
Zones choisies pour les analyses locales au MEB pour le Mar-M200 + Hf	161
Courbes de fluage $\varepsilon_{rat} = f(\Delta t)$ et $\dot{\varepsilon}_{rat} = f(\varepsilon_{rat})$ à 700°C / 700 MPa sur les micro- structures d'AD730 GG et Mar-M200 + Hf.	163
	Zone 15 observée en optique C-DIC et MEB conventionnel après essai sur microstruc- ture TGG à 700°C

10.1.2	Champs de déformation ε_{xx} obtenue par comparaison de l'état E2 à l'état E1 pour l' AD730 GG . Les profils des déformations ε_{xx} et ε_{yy} correspondent à la moyenne par colonne. Ils indiquent ainsi l'état moyen de déformation par section tous les 1,1 µm.	166
10.1.3	Champs de déformation ε_{xx} obtenue par comparaison de l'état E1 à l'état E0 pour le Mar-M200 + Hf . Les profils des déformations ε_{xx} et ε_{yy} correspondent à la moyenne par colonne. Ils indiquent ainsi l'état moyen de déformation par section tous les 1 µm.	167
10.2.1	Distribution de la déformation ε_{xx} moyenne par grains pour l' AD730 GG sans prendre en compte les macles. Cette cartographie est obtenue par superposition de la déforma- tion moyenne par grain sur le champ de déformation de la figure 10.1.2.	169
10.2.2	Distribution de la déformation ε_{xx} moyenne par grains pour le Mar-M200 + Hf . Cette cartographie est obtenue par superposition de la déformation moyenne par grain sur le champ de déformation de la figure 10.1.3.	170
10.2.3	Contribution des joints de grains dans les différents termes du tenseur des déformations de Green-Lagrange pour l' AD730 GG et le Mar-M200 + Hf .	171
10.2.4	Champs de rotation par rapport à Z avec superposition de la cartographie des 3 classes de joints de grains considérés pour l' AD730 GG et le Mar-M200 + Hf . Les profils correspondent à la moyenne par colonne et donnent une idée de la rotation par section tous les 1 µm.	172
11.1.1	Cartographies de la norme du vecteur glissement $\overrightarrow{\tau}$ dans le plan pour les états E2/E1 et E3/E1 de l'éprouvette d' AD730 GG . La distribution des valeurs est affichée avec le même code couleur entre 0 et 1,5 µm. Deux profils sont mesurés sur les joints de macles correspondant aux grains numérotés 31 et 20. Ils représentent l'évolution de la norme du vecteur glissement $\overrightarrow{\tau}$ entre les étapes E2 et E3	175
11.1.2	Cartographies des angles γ^* pour les états E2/E1 et E3/E1 de l'éprouvette d' AD730 GG . La distribution des valeurs des angles γ^* est affichée avec le même code couleur périodique entre -180° et 180°. Deux profils sont mesurés sur les joints de macles cor- respondant aux grains numérotés 41 et 22. Ils représentent l'évolution des angles γ^* et	
11.2.1	θ^* entre les étapes E2 et E3	176
11.2.2	respectivement	178
	respectivement.	179

11.2.3 Moyennes, écart-types et moyennes pondérées par la fraction linéique de joint de grains	
obtenues pour le glissement 2D dans l'AD730 GG. Les distributions des valeurs de	
glissement correspondantes pour chaque étape de déformation sont données en bas.	180

- 11.3.1 Exemple d'identification du système de glissement actif dans le grain 31. Les traces des 4 plans de glissement possibles sont normalisées et s'inscrivent dans un cercle de rayon 1 affiché dans l'image de gauche. Les coordonnées des directions de glissement sont normalisées et s'inscrivent toutes dans une sphère de rayon 1. La projection de l'ensemble dans le plan de l'échantillon donne le graphique du milieu. Il permet de caractériser l'appartenance d'une direction au plan de l'échantillon si celle-ci touche le cercle. Ici, le joint de macle coïncide avec la trace du plan B, le facteur de Schmid le plus fort indique la direction 4 qui est quasiment contenue dans le plan de l'échantillon.
- 11.3.2 Distribution cumulée des facteurs de Schmid des systèmes de glissement <110>{111} activés pour les 2 états de déformation E3 et E2. Le tableau à côté rappel la déformation plastique cumulée pour ces 2 états et présente la proportion de systèmes de glissement actifs correspondant à des joints de macles.
- 11.3.3 (a) Triangle standard avec les lignes pointillées rouges d'iso-Facteur de Schmid maximum pour le système de glissement {111}<110> et axe de sollicitation horizontal. (b) Triangle standard avec les lignes pointillées rouges d'iso-Facteur de Schmid maximum pour le système de glissement {111}<112> et axe de sollicitation horizontal. Dans les deux triangles standards, quelques couples d'orientations sont reliés par des segments pointillés rouges et les lignes d'iso-module sont tracées en pointillées noires. (c) IPF selon l'axe de sollicitation des couples de grains-macles avec le glissement le plus élevé (> 0, 3 µm). Les traces et direction du système de glissement identifié sont indiquées en trait plein et flèche pointillée noir respectivement. Le nom et la valeur du facteur de Schmid associé au système {111}<10> sont écrits à côté.
- 11.4.1 De bas en haut sont affichés les champs de rotation par rapport à la normale à la surface, de déformation équivalente de Tresca, la cartographie de la norme du vecteur glissement et l'image MEB recollée dans l'état de déformation E1. Les pixels en blanc sur les champs de déformation équivalente de Tresca correspondent à du bruit causé par des pollutions. Les distributions de valeur associées sont indiquées en-dessous de chaque champs. Un zoom sur la zone encadrée en rouge est proposé. Mesures réalisées dans la zone Z1 sur le Mar-M200 + Hf.

188

185

11.4.3	De haut en bas sont affichés les champs de rotation par rapport à la normale à la surface, la cartographie de la norme du vecteur glissement, le champ de déformation équivalente de Tresca et la cartographie des joints de grains. Les pixels en blanc sur les champs de déformation équivalente de Tresca correspondent à du bruit causé par des pollutions. L'image MEB recollée dans l'état de déformation E2 est illustrée en bas à gauche avec un zoom sur la zone encadrée en rouge. Les distributions de valeur associées sont indiquées à côté de chaque champs. Mesures réalisées dans la zone Z3 à l'issue de l'étape E2 sur l' AD730 GG .	190
11.4.4	De haut en bas sont affichés les champs de rotation par rapport à la normale à la surface, la cartographie de la norme du vecteur glissement, le champ de déformation équivalente de Tresca et la cartographie des joints de grains. Les pixels en blanc sur les champs de déformation équivalente de Tresca correspondent à du bruit causé par des pollutions. L'image MEB recollée dans l'état de déformation E3 est illustrée en bas à gauche avec un	190
	zoom sur la zone encadrée en rouge. Les distributions de valeur associées sont indiquées à côté de chaque champs. Mesures réalisées dans la zone Z3 à l'issue de l'étape E3 sur l' AD730 GG .	191
11.4.5	Évolution du champs de rotation par rapport à la normale à la surface entre les étapes E2 et E3. Les images MEB recollées des états de déformation E1, E2 et E3 sont illustrées en bas. Mesures réalisées dans la zone Z4 correspondant au grain G31 sur la figure 11.3.3 dans l' AD730 GG .	193
11.4.6	Interaction entre un joint de macle qui glisse avec un HAGB dans la zone Z4 de l'éprou- vette d' AD730 GG . Les images MEB de l'endommagement à chaque étape en contraste SE sont illustrées en bas à gauche.	194
11.4.7	Comparaison des rotations obtenues par H-DIC et EBSD conventionnel. (a) Profil de désorientation calculé par rapport au point de référence marqué d'une étoile rouge sur la cartographie (d). (b) Profil de désorientation calculé point à point et (c) profil de rotation par rapport à la normale Z de la surface avec superposition des données mesurées par H-DIC. (d) IPF selon TD et KAM montrant une forte rotation du grain violet. Pas d'acquisition = 90 nm.	197
11.4.8	Autres micro-volumes mis en évidence par EBSD au niveau des zones Endo 1 et Endo 3 à fort glissement intergranulaires indiquées sur les figures 11.2.1. Pas d'acquisition = 90 nm.	198
12.1.1	Cartographie du glissement intergranulaire observé par Soula et Thibault en fluage sous vide à 700°C / 700 MPa sur 2 microstructures du superalliage NR6 [Soula 08, Thibault 12].	200
12.1.2	Évolution d'un micro-volume en EBSD-HR au cours de la déformation plastique sur de l'Udimet 720Li sollicité en traction <i>in-situ</i> à 20°C [Larrouy 15a]. La microstructure sollicitée correspond à une microstructure avec une taille de grains moyenne de 350 µm	
	et une précipitation bimodale.	203

12.1.3	Micro-volumes mis en évidence en contraste BSE sur de l'Udimet 720 Li par Larrouy lors d'un essai de fatigue à 20°C mené jusqu'à une déformation plastique de 0.15% (1) [Larrouy 15a]. Image en contraste BSE et IPF codée selon l'axe de sollicitation sur le même matériau sollicité en fatigue-fluage avec un temps de maintien de 50 s à 700°C / 800 MPa dans les travaux de Billot (2) [Billot 10]. Image en contraste BSE montrant un micro-volume tirée des travaux de Soula sur le NR6 en fluage sous vide à 700°C / 700 MPa après une déformation totale de 1% (3) [Soula 08]. IPF codée selon l'axe de sollicitation avec ligne en pointillée correspondant au profil de prélèvement du champs de déformation obtenu après un essais de compression <i>in-situ</i> mené jusqu'à une défor- mation totale de -1,5% (4) [Stinville 15c]. Le premier champ de déformation affiché correspond à une déformation sur joint de macles	204
12.4.1	De haut en bas : cartographie IPF codée selon l'axe de sollicitation, cartographie de la déformation ε_{xx} moyenne par grains et module élastique selon l'axe de sollicitation du Mar-M200 + Hf .	207
12.5.1	Faciès de rupture en fluage à 700°C / 700 MPa sous air et sous vide sur AD730 GG issue de l'étude de Thébaud [Thébaud 17]. Faciès de rupture en fluage à 700°C / 700 MPa sous air sur AD730 TGG obtenus dans cette étude.	209
12.5.2	Scénario d'endommagement des joints de grains en présence de joints de macles inspiré de Larrouy [Larrouy 15a]	211
A.1.1	Illustration de différents joints de grains selon leur désorientation avec les HAGB , correspondant aux joints de grains généraux avec des désorientations supérieures à 15° et qui ne possèdent pas de sites de coïncidences, les LAGB , correspondant à des désorientations inférieures à 15°, et les CSLB , correspondant à des désorientations supérieures à 15° et qui possèdent des sites de coïncidences. Deux joints $\Sigma 3$ et $\Sigma 5$ sont illustrés : les atomes en vert forment le réseau CSL entre les deux grains symbolisés par les atomes rouges et bleus [Lu 16, Couzinié 12, Priester 11].	222
A.1.2	Illustrations d'un joint de macle Σ 3 cohérent (a) et incohérent (b) ainsi que leurs énergies interfaciales respectives (c) [Tézenas Du Montcel 12, Priester 06]. Illustrations des joints de macle cohérents et incohérents sur une carte de désorientation des joints de grains.	223
A.2.1	(a) Schémas des différentes interactions entre une dislocation de matrice et un joint de grains [Couzinié 12, Priester 11]	225
B.1.1	Schéma du principe de la formation des clichés de diffraction dans la technique EBSD [GN-MEBA 04, GN-MEBA 15, Britton 16]	227
B.1.2	Procédure de post-traitement pour remonter à l'orientation du cristal [GN-MEBA 04, GN-MEBA 15, Britton 16]	228

B.2.1	Schéma de principe pour l'identification des systèmes de glissement à partir de la trace des plans en surface et des facteurs de Schmid [GN-MEBA 04, GN-MEBA 15, Randle 09] Présentation des angles considérés pour le calcul du facteur de Schmid et de la cission résolue.	230
C.1.1	Schéma de principe du covariogramme appliqué à une distribution de particules binarisées	. 231
C.2.1	Exemples de covariogrammes sur des images de précipitations à des résolutions proches : image d'une microstructure à précipitation fine bimodale à x2500 (a) et d'une micro- structure mono-modale à x800 (b).	232
E.1.1	Illustration de la problématique d'alignement des données MO et EBSD issues de sources différentes et acquises dans des conditions différentes. Appariement des points triples sur l'image source (Cartographie EBSD), moins résolue spatialement, avec l'image cible (MO). 35 fois plus résolue spatialement.	240
E.1.2	Superposition de la cartographie des joints de grains, issue de l'EBSD, après transfor- mation homographique sur l'image acquise au Microscope Optique.	241
E.2.1	Illustration du recollement d'images effectué par le plugin Grid Collection stitching de ImageJ / FIJI [Preibisch 09, Schindelin 12] et le logiciel Hugin Panorama Photo Stitcher	242
E.2.2	Avec les croix correspondant aux points de controle	243
E.2.3	(F) à partir des champs de déplacements bruts	246
E.2.4	Bruts	24/ 248
F.1.1	Principe du filtre non linéaire Médian et rappel de ces effets [Agu 14]	249
F.1.2	Champ de déplacement et profile le long de la ligne pointillée rouge avant et après filtrage médian avec un rayon de 30 px. Sur le profil, les points noirs correspondent aux valeurs	051
	du champ brute et la ligne continue rouge correspond au champ filtré	251

F.2.1	Illustration de la réduction de la taille des images résultats en fonction du pas choisi pour	
	faire de la DIC et schéma de dérivation utilisé pour calculer les déformations	252
F.2.2	Mesure de l'allongement entre 2 marqueurs microstructuraux avant et après essai sur le	
	logiciel FIJI/ImageJ	253
F.2.3	Comparaisons des mesures de déformations effectuées par DIC, MO Zeiss et suivi de	
	marqueurs sur micro-éprouvette TGG en traction à 700°C.	254
G.1.1	Cartographie des déplacements de l'éprouvette de DS 200 entre l'état E1 et E0	256
G.1.2	Cartographie des déplacements de l'éprouvette d'AD730 GG entre l'état E2 et E1	257
G.1.3	Cartographie des déplacements de l'éprouvette d'AD730 GG entre l'état E3 et E1	258
G.1.4	Champs de déformation ε_{xx} obtenue par comparaison de l'état E3 à l'état E1 pour	
	l' AD730 GG . Les profils des déformations ε_{xx} et ε_{yy} correspondent à la moyenne par	
	colonne. Ils indiquent ainsi l'état moyen de déformation par section tous les 1,1 μ m.	259
G.2.1	Cartographie de la norme du vecteur glissement $\overrightarrow{ au}$ dans le plan des glissements après	
	1% de déformation totale macroscopique lors de l'essai de traction in-situ réalisé à UCSB	
	sur microstructure GF de René 88DT.	261
G.2.2	Cartographies des angles γ^* après 1% de déformation totale macroscopique lors de	
	l'essai de traction in-situ réalisé à UCSB sur microstructure GF de René 88DT. La dis-	
	tribution des valeurs des angles γ^* est affichée avec le même code couleur périodique	
	entre -180° et 180°. L'IPF codée selon l'axe de sollicitation est donnée en bas à droite.	262
G.2.3	Profile associé au champ de déformation ε_{xx} et courbe contrainte-déformation de l'essai	
	de traction <i>in-situ</i> réalisé à UCSB sur microstructure GF de René 88DT	263
G.3.1	Traction <i>in-situ</i> sous MEB sur la microstructure TGG d' AD730 . A 500 MPa et 0,25% de	
	déformation totale, glissement très faible sur joint de macle visible par l'apparition d'une	
	ligne en relief avec formation d'un micro-volume de faible intensité en contraste BSE	
	dans la zone Z2. Le système de glissement identifié est affiché et montre du glissement	
	avec un vecteur de Burgers contenu dans le plan de l'échantillon, soit la configuration	
	correspondant au glissement le plus intense.	264

Liste des tableaux

1.1.1	Effets et répartitions des principaux éléments d'addition que l'on retrouve dans les su- peralliages base nickel, tableau inspiré de Thébaud [Reed 06, Thébaud 17, Kontis 16, Kontis 18, Laurence 16, Pollock 06]	10
2.2.1	Systèmes de glissement octaédriques dans les structures CFC avec la notation de Schmid et Boas : chaque plan {111} est indexé par une lettre et chaque direction <110> par un chiffre	24
2.3.1	Récapitulatif des microstructures des travaux de Soula, Carter et Thibault [Soula 08, Thibault 12, Carter 12a].	31
4.1.1	Composition chimique (en % massique) de l'AD730.	60
4.2.1	Composition chimique (en % massique) du René 88DT	67
4.3.1	Composition chimique (en % massique) du Mar-M200 + Hf	69
5.2.1	Conditions d'essais en traction	76
6.4.1	Comparaison des temps de calculs entre DIC classique et H-DIC pour les mêmes pa- ramètres et exécutés sur un PC disposant de 4 GPUs Titan X Pascal.	100
6.4.2	Comparaison des angles θ des traces des bandes de glissement obtenus par l'analyse des données EBSD, des images MEB et de la H-DIC.	101
6.4.3	Après identification du plan de glissement A($\overline{1}11$), comparaison des angles γ théoriques pour les trois directions possibles de glissement obtenus par l'analyse EBSD et la H-DIC.	101
7.2.1 7.3.1	Résumé des déformations plastiques appliquées pour chaque microstructure.	113
	ture GG dans l'étude de Thébaud [Thébaud 17]	114
8.0.1	Résumé des moyennes et écart-types de déformation équivalente de Tresca obtenue par DIC	145
D.2.1	Paramètres d'acquisition EBSD.	236
D.2.2	Paramètres d'acquisition MEB FEG.	237
D.2.3	Paramètres d'acquisition au MO.	237

E.2.1	Incertitudes de mesure sur les champs de déplacements bruts et de déformation dans	
	des conditions représentatives des erreurs expérimentales.	245

Analyse des processus d'endommagement aux joints de grains dans les superalliages base Nickel

Les superalliages base Nickel employés dans les disques de turbine sont soumis à des sollicitations sévères allant du fluage à la fatigue à des températures pouvant atteindre 700°C. Dans ces conditions, la littérature montre que les joints de grains sont l'élément structural le plus faible. En fonction de ces conditions, les joints de grains peuvent glisser, transmettre ou accumuler de la déformation et s'oxyder. Ainsi, l'endommagement intergranulaire est étroitement lié à ces processus de déformation.

L'objectif de ces travaux est de contribuer à la compréhension des mécanismes de déformation et d'endommagement qui ont lieu aux joints de grains. Pour étudier de manière quantitative les premiers stades de plasticité et d'endommagements, une nouvelle approche de mesure sans contact prenant en comptes les discontinuités de déplacement est présentée : la Heaviside-DIC. Celle-ci a fait l'objet d'une validation avant d'être utilisée dans l'étude du glissement inter et intragranulaire à haute température. Une première étude qualitative a permis de mettre en évidence des endommagements intergranulaires plus importants en fluage à 700°C/700 MPa comparé à la traction à différentes températures. La mise en œuvre de la H-DIC à 2 échelles couplée à l'EBSD, a permis d'identifier une configuration microstructurale néfaste dans les superalliages polycristallins pour disques de turbine : les joints de macles cohérents. La comparaison à un superalliage colonnaire pour aubes ne possédant aucun joint de macle confirme ces observations.

A la lumière de ces résultats et en s'appuyant sur des travaux de la littérature, un scénario permettant d'expliquer la transition entre déformation et endommagement intergranulaire est proposé.

Analysis of damaging processes at grain boundaries in Nickel based Superalloys

Nickel-based superalloys used in turbine disks are subjected to severe stresses ranging from creep to fatigue at temperatures up to 700°C. Under these conditions, the literature shows that grain boundaries are the weakest structural element. Depending on these conditions, the grain boundaries can slide, transmit or accumulate deformation and are favorable locations for oxidation. Thus, intergranular damage is closely related to these deformation processes.

The purpose of this work is to contribute to the understanding of the deformation and damage mechanisms that occur at grain boundaries. To study quantitatively the early stages of plasticity and damage, a new non-contact measurement approach taking into account displacement discontinuities is presented: Heaviside-DIC. It was validated before being used in the study of high temperature inter and intragranular sliding. A first qualitative study has shown greater intergranular damage in creep at 700°C / 700 MPa compared to tension at different temperatures. The implementation of H-DIC at 2 scales coupled with EBSD, allowed to identify a detrimental microstructural configuration in turbine disks polycrystalline superalloys: coherent twin boundaries. Comparison with a turbine blade columnar superalloy with no twins confirms these observations.

In this light, and based on literature, a scenario explaining the transition between deformation and intergranular damage is proposed.

Mots-clés :KeywordsNickel--Alliages--Fluage;Nickel--AllNickel--Alliages--Effets des hautes températures ;Nickel--AllHeaviside-DIC ;Heaviside-IMacles (cristallographie) ;Twinning (Glissement intergranulaire ;Grain bourMicro-volumes ;Micro-voluEndommagement ;Damage;Déformations (mécanique) ;Deformation

Nickel--Alloys--Creep; Nickel--Alloys--Effect of high temperatures; Heaviside-DIC; Twinning (Crystallography); Grain boundary sliding; Micro-volumes; Damage; Deformations (Mechanics);