



HAL
open science

Comportement à haute température du superalliage Udimet 720 élaboré par Métallurgie des Poudres et optimisé pour la tenue en fluage

Sofiane Terzi

► **To cite this version:**

Sofiane Terzi. Comportement à haute température du superalliage Udimet 720 élaboré par Métallurgie des Poudres et optimisé pour la tenue en fluage. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Institut National Polytechnique (Toulouse), 2006. Français. NNT : 2006INPT028G . tel-04578935

HAL Id: tel-04578935

<https://ut3-toulouseinp.hal.science/tel-04578935>

Submitted on 17 May 2024

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

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

N° d'ordre : 2372

THESE

présentée

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE

École doctorale :
Matériaux - Structure - Mécanique

Spécialité : Science et Génie des Matériaux

Par

TERZI Sofiane

Comportement à haute température du superalliage Udimet 720 élaboré par Métallurgie des Poudres et optimisé pour la tenue en fluage

Soutenue le 26 septembre 2006 devant le jury composé de :

M.	André Pineau	Président
M.	Bernard Viguier	Directeur de thèse
M.	Dominique Fournier	Rapporteur
M.	Edgar Rauch	Rapporteur
M.	Raphaël Couturier	Examineur
Melle	Laure Guétaz	Invité
M.	Didier Locq	Examineur
M.	Gérard Raison	Invité

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé dans sa majeure partie au CEA Grenoble, tout d'abord au sein du LS2M dirigé par Hélène Burlet puis au LTH sous la direction de Philippe Bucci. C'est donc tout naturellement que je remercie ces deux personnes pour m'avoir permis d'effectuer cette thèse dans de très bonnes conditions.

Je remercie André Pineau de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de thèse ainsi que pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail.

Je suis également très reconnaissant envers Edgar Rauch d'avoir accepté d'être rapporteur, je le remercie d'avoir examiné avec pertinence mon travail. Merci à Dominique Fournier d'avoir pris le temps d'examiner cette thèse en qualité de rapporteur. Merci aussi à Didier Locq pour avoir porté un regard minutieux sur ce manuscrit. Je tiens à remercier également Gérard Raison pour l'intérêt qu'il a toujours porté à mon travail.

Mes plus profonds remerciements vont à Raphaël Couturier qui a su encadrer cette thèse avec beaucoup d'intelligence et de lucidité. Je le remercie pour m'avoir aidé à prendre les bonnes décisions ainsi que pour sa grande disponibilité, sa sympathie et sa bonne humeur.

Je tiens également à remercier tout particulièrement mon directeur de thèse Bernard Viguier pour avoir su, malgré la distance, établir une forte interaction. Je le remercie pour le nouveau souffle qu'il a pu apporter à mon travail après chaque visite à Toulouse ainsi que pour sa rigueur scientifique et son amitié.

Toute ma reconnaissance va également à Laure Guétaz pour m'avoir initié à la microscopie électronique en transmission et au monde de la plasticité. Je la remercie pour sa grande gentillesse et pour nos discussions scientifiques qui ont fait avancer mon travail.

Je remercie chaleureusement mon voisin de bureau Olivier Gillia pour tous ses conseils et astuces qui ont simplifié mon quotidien. Merci aussi à Laurent Briottet pour son aide précieuse notamment pour l'utilisation de SiDoLo, merci à Patrick Le Gallo et à Magali Reytier pour m'avoir fait partager leurs connaissances.

Je les remercie plus généralement aussi pour leur soutien, leur gentillesse et leur constante bonne humeur.

J'associe bien sûr à ces remerciements Burno Ricetti, José Calapez et Denis Vincent qui ont veillé au bon déroulement des essais mécaniques. Merci à Isabelle Chu et Patrick Lemoine pour leur aide ainsi que Jean-Edouard Mazille pour sa contribution en analyse d'image.

Je remercie aussi Audrey Benaben pour avoir apporté sa participation à ce travail lors de son stage de fin d'étude. Un grand merci à Yvette Dextre pour m'avoir permis de réaliser de si belles images MEB.

Ce travail a été également mené en collaboration avec l'équipe du CIRIMAT à Toulouse dont je remercie tous les membres pour leur accueil chaleureux. Je pense notamment à Eric Andrieu, Dominique Poquillon et Moukrane Dhemas ainsi qu'à l'ensemble des thésards du laboratoire.

Je pense également à tous ceux que j'ai côtoyés durant cette thèse et qui ont rendu cette aventure agréable. Merci à mes collègues thésards ou stagiaires qui ont partagé mon bureau chacun leur tour : Stephane Di Iorio, Gaël Claret et Patrick Pizette. Merci à François Bruchon, Christan Grandjacques, Eric De Vito, Claude Chabrol et à tous ceux que je n'ai pas cités.

Enfin, je remercie mes parents pour leur soutien et leur aide en toutes circonstances. J'associe aussi mes amis à ces remerciements ainsi qu'Isabelle pour son soutien au quotidien et son aide précieuse.

Table des Matières

TABLE DES MATIERES	3
INTRODUCTION ET CONTEXTE	5
REACTEURS HAUTE TEMPERATURE A CYCLE DIRECT	5
PROBLEMATIQUE ET OBJECTIFS DE LA THESE	9
CHAPITRE I - ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	11
I.1. MATERIAU	11
I.1.1 <i>Le superalliage Udimet 720.....</i>	<i>11</i>
I.1.2 <i>Elaboration de disques de turbine en Udimet 720.....</i>	<i>12</i>
I.1.3 <i>Amélioration de la résistance au fluage des alliages MdP.....</i>	<i>16</i>
I.2. MECANISMES DE DEFORMATION	21
I.2.1 <i>Formalisme de l'activation thermique.....</i>	<i>21</i>
I.2.2 <i>Mécanismes de franchissement de précipité dans les superalliages à base de nickel.....</i>	<i>22</i>
I.2.3 <i>Fluage diffusion et glissement intergranulaire.....</i>	<i>26</i>
I.2.4 <i>Mécanisme de franchissement de précipités en fluage dans le cas de l'Udimet 720 MdP élaboré par cycle de CIC conventionnel.....</i>	<i>26</i>
I.3. FATIGUE PLASTIQUE OLIGOCYCLIQUE	28
I.3.1 <i>Courbe de Wöhler.....</i>	<i>28</i>
I.3.2 <i>Essais en déformation imposée.....</i>	<i>29</i>
I.3.3 <i>Déformation plastique en fatigue oligocyclique des superalliages à base de nickel.....</i>	<i>30</i>
I.4. CONCLUSION	32
CHAPITRE II - MATERIAU ET CARACTERISATION DE LA MICROSTRUCTURE	33
II.1. MISE AU POINT DU MATERIAU ET TRAITEMENT THERMIQUE.....	33
II.2. DESCRIPTION DES TECHNIQUES DE CARACTERISATION	34
II.2.1 <i>Microscopie Optique.....</i>	<i>34</i>
II.2.2 <i>Microscopie Electronique à Balayage.....</i>	<i>35</i>
II.2.3 <i>Microscopie Electronique en Transmission.....</i>	<i>35</i>
II.3. ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE	37
II.3.1 <i>Taille de grain et précipités aux PPB.....</i>	<i>37</i>
II.3.2 <i>Précipitation γ'.....</i>	<i>38</i>
II.3.3 <i>Taille de couloir entre précipités γ'.....</i>	<i>44</i>
II.4. BILAN DES CARACTERISTIQUES DE LA MICROSTRUCTURE	46
II.5. VIEILLISSEMENT THERMIQUE.....	47
CHAPITRE III - DESCRIPTION DES ESSAIS MECANIQUES.....	49
III.1. TRACTION.....	49
III.1.1 <i>Essais sous air.....</i>	<i>49</i>
III.1.2 <i>Essais sous environnement contrôlé.....</i>	<i>49</i>
III.2. FLUAGE	51
III.2.1 <i>Essais sous air.....</i>	<i>51</i>
III.2.2 <i>Essais sous environnement contrôlé.....</i>	<i>51</i>
III.3. FATIGUE OLIGOCYCLIQUE.....	52
III.4. RELAXATION	52
III.4.1 <i>Relaxation simple.....</i>	<i>52</i>
III.4.2 <i>Relaxation multiple.....</i>	<i>53</i>
III.5. ESSAIS MECANIQUES COUPLES.....	53
III.5.1 <i>Prédéformation en fatigue puis fluage.....</i>	<i>53</i>
III.5.2 <i>Fluage - fatigue - fluage.....</i>	<i>54</i>
III.5.3 <i>Surcharges en cours de fluage.....</i>	<i>54</i>
III.5.4 <i>Fluage entrecoupé par des essais de fatigue.....</i>	<i>54</i>

CHAPITRE IV - PROPRIETES MECANIQUES	55
IV.1. ESSAIS MECANIQUES	55
IV.1.1 Traction	55
IV.1.2 Fluage	57
IV.1.3 Sensibilité à la vitesse de déformation et paramètre d'activation	61
IV.1.4 Fatigue oligocyclique	66
IV.1.5 Essais couplés	70
IV.1.6 Essais sous environnement contrôlé	77
IV.2. CARACTERISATION DES ETATS DEFORMES	79
IV.2.1 Mécanismes de déformation	79
IV.2.2 Endommagement	81
IV.3. INTERET DE LA NUANCE « U720 MDP GG »	83
CHAPITRE V - MODELISATION.....	87
V.1. LES DIFFERENTES APPROCHES POUR MODELISER LE FLUAGE	87
V.1.1 Modèle de Chaboche	87
V.1.2 Modèle de Dyson	88
V.1.3 Modèles basés sur l'évolution de la densité de dislocations	89
V.2. PRESENTATION DU MODELE UTILISE	91
V.2.1 Bases théoriques du modèle utilisé	91
V.2.2 Application au polycristal	94
V.3. ESTIMATION DE LA VALEUR DES PARAMETRES	95
V.3.1 Estimation du nombre moyen de précipités franchis avant immobilisation : N_2	96
V.3.2 Estimation du nombre moyen de dislocations franchies avant immobilisation : N_1	96
V.3.3 Estimation de $\dot{\epsilon}_0$	96
V.3.4 Estimation des paramètres liés à l'annihilation des dislocations : K et n	96
V.3.5 Estimation de σ_p	97
V.3.6 Tableau de synthèse des estimations	97
V.4. ETUDE DE SENSIBILITE DES PARAMETRES PAR UNE APPROCHE ANALYTIQUE DU COMPORTEMENT	98
V.4.1 Sensibilité du modèle au volume d'activation	99
V.4.2 Sensibilité du modèle à σ_p et $\dot{\epsilon}_0$	100
V.4.3 Sensibilité du modèle à N_1 et N_2	100
V.4.4 Sensibilité du modèle à K et n	101
V.5. SIMULATION NUMERIQUE	102
V.5.1 Définition des conditions initiales utilisées pour simuler les essais mécaniques	102
V.5.2 Résultats de l'optimisation des paramètres sous SiDoLo	102
V.5.3 Evolution de la densité de dislocations totale ρ et de la contrainte interne σ_μ	108
V.6. CONCLUSION	110
CHAPITRE VI - DISCUSSION DE SYNTHESE.....	113
VI.1. MODELISATION DU COMPORTEMENT EN FLUAGE LORSQUE LA PRECIPITATION γ' EST MODIFIEE.	113
VI.2. CONFRONTATION DES PROPRIETES EN FLUAGE AU CAHIER DES CHARGES DU DISQUE DE TURBINE....	118
CONCLUSION GENERALE	121
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	125
ANNEXES	131

Introduction et Contexte

Réacteurs Haute Température à cycle direct

Le développement de l'énergie nucléaire peut être décrit en quatre phases permettant de définir différentes générations de réacteurs : la première génération comprend les réacteurs prototypes qui ont été mis en service avant les années 70. Certains d'entre eux avaient pour vocation de produire du plutonium pour des finalités militaires. Les réacteurs de deuxième génération sont les premiers réacteurs nucléaires commerciaux et représentent actuellement l'essentiel du parc électronucléaire mondial. Les 58 Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) qui constituent aujourd'hui la totalité du parc électronucléaire français font partie de cette deuxième génération. La troisième génération dont fait partie l'EPR (European Pressurized Reactor) développé par un partenariat franco-allemand, devrait être opérationnelle avant les années 2010-2015. Les progrès technologiques ont principalement porté sur l'amélioration de la sécurité. La génération IV est celle des systèmes du futur, et fait l'objet d'innovations et de développements importants. Ces réacteurs sont susceptibles d'être déployés à l'horizon 2030 pour remplacer le parc vieillissant des unités actuellement en service.

Dans cette optique, le Forum International Génération IV regroupant plusieurs pays dont la France, les Etats-Unis et le Japon, a été créé afin d'instaurer une coopération internationale dans le cadre du développement des systèmes nucléaires de nouvelle génération. Quatre objectifs principaux ont été définis pour caractériser les systèmes du futur :

- Aptitude au développement durable : économie des ressources naturelles et minimisation de la production de déchets.
- Compétitivité économique : coût de production du kWh compétitif par rapport aux autres sources d'énergie.
- Sûreté et fiabilité : système présentant de très hauts niveaux de sécurité prenant en compte la gestion d'accidents graves.
- Résistance à la prolifération et protection physique : contrôle de la matière fissile, protection renforcée contre le terrorisme.

Parmi les différents projets de réacteur examinés, le Forum International Génération IV a sélectionné en octobre 2002 six concepts considérés comme les plus prometteurs :

- Le réacteur à très haute température : VHTR (Very High Temperature Reactor)
- Le réacteur à eau supercritique : SCWR (Supercritical Water Cooled Reactor)
- Le réacteur à sels fondus : MSR (Molten Salt Reactor)
- Le réacteur rapide à caloporteur gaz : GFR (Gas cooled Fast Reactor)
- Le réacteur rapide à caloporteur sodium : SFR (Sodium cooled Fast Reactor)
- Le réacteur rapide à caloporteur plomb : LFR (Lead cooled Fast Reactor)

La France a exprimé dans le cadre de ce Forum son intérêt pour les deux Réacteurs à Caloporteur Gaz (RCG) : le réacteur à très haute température (VHTR) et le réacteur à neutrons rapides (GFR). Elle a également émis le souhait d'accompagner le développement des réacteurs à neutrons rapides à caloporteur sodium (SFR).

L'intérêt des Réacteurs à Caloporteur Gaz réside notamment dans le fait que cette technologie présente un niveau de sûreté et sécurité très élevé : le combustible hautement confinant et réfractaire permet d'avoir un comportement robuste en situation accidentelle [CEA 2003]. Il se présente sous la forme de microbilles d'éléments fissiles enrobées et assemblées dans des « compacts » empilés les uns sur les autres dans les canaux du cœur en graphite. La figure 0-1 présente un exemple de ce type de combustible proposé dans le cadre du projet industriel GT-MHR¹ (Gas-Turbine Modular Helium Reactor) de General Atomics.

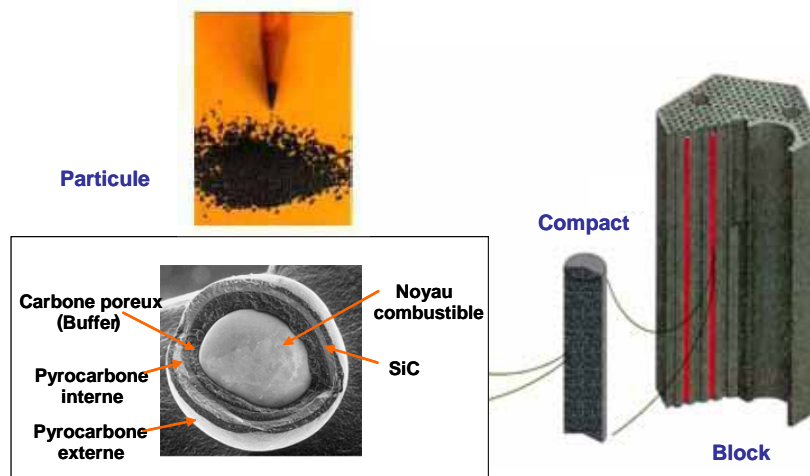


figure 0-1 : Combustible du Réacteur à Caloporteur Gaz GT-MHR [General Atomics 2006][CEA-1 2006]

Les RCG présentent également une bonne compétitivité économique avec un rendement élevé et la possibilité de construire des réacteurs modulaires de faible puissance permettant ainsi de réduire les coûts de construction et d'exploitation.

Le plan de développement des RCG dans lequel le CEA est fortement impliqué, présente les perspectives suivantes [CEA-2 2006]:

- A moyen terme (d'ici 10 à 15 ans), il est envisagé de développer un réacteur prototype de faible puissance de type VHTR ($T^{\circ}\text{C}$ en sortie de cœur $\approx 950^{\circ}\text{C}$). Ce type de concept offre la possibilité en plus de la production d'électricité de produire de l'hydrogène par électrolyse de l'eau en exploitant la haute température du réacteur. Ce principe de co-génération est également envisagé pour mettre en œuvre le dessalement de l'eau dans les pays en voie de développement.
- A plus long terme (vers 2030), le développement du système de Réacteur à Caloporteur Gaz à neutrons Rapides (GFR) est programmé. Ses caractéristiques sont les suivantes :
 - L'utilisation de l'hélium à haute température (850°C) comme fluide caloporteur. Ce gaz a été sélectionné pour sa bonne transparence aux neutrons, sa faible activation sous le rayonnement, ses bonnes propriétés de transfert thermique, sa compatibilité avec les matériaux et pour l'absence de changement de phase dans le domaine d'utilisation.

¹ Ce Réacteur à Caloporteur Gaz refroidi à l'Hélium présente une température en sortie de cœur de 850°C et un spectre à neutrons thermiques

- Une sûreté passive basée sur un principe de dissipation naturelle par conduction et rayonnement du surplus de chaleur produit par une éventuelle surchauffe du coeur.
- L'utilisation de neutrons rapides permettant d'exploiter tout le potentiel énergétique des combustibles nucléaires et de minimiser la production de déchets radioactifs à longue vie.

De nos jours, l'avancée technologique dans le domaine des turbines et des matériaux haute température, liée principalement à l'essor de l'aéronautique, permet d'envisager pour ce réacteur un fonctionnement en cycle direct. Dans ce mode de fonctionnement, le gaz à haute température est directement détendu dans la turbine puis refroidi et réintroduit dans le coeur après avoir été comprimé. Ce concept de Réacteur Haute Température (RHT) à cycle direct dit de Brayton, offre la possibilité d'un rendement de l'ordre de 48% ce qui représente un gain de 14% par rapport aux réacteurs à eau pressurisée (figure 0-2).

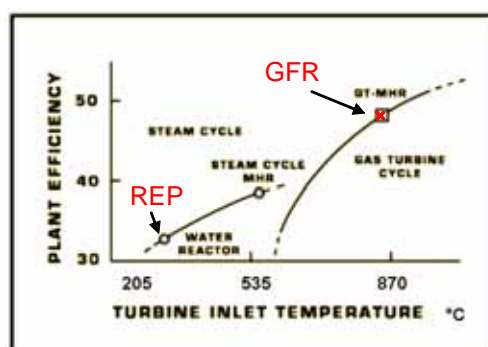


figure 0-2 : Rendement des réacteurs en fonction de la température du fluide en entrée de turbine [General Atomics 2006]

Le schéma de principe du GFR est présenté sur la figure 0-3. Ce réacteur est composé de deux enceintes :

- Une enceinte dans laquelle se trouve le coeur du réacteur d'une puissance thermique d'environ 600MW.
- Une enceinte de conversion d'énergie où se trouvent montés sur un même axe : la turbine, deux compresseurs et le générateur. Cette enceinte contient également les échangeurs et refroidisseurs.

Comme dans le cas du réacteur GT-MHR, la turbine du GFR est directement en contact avec de l'hélium qui sort du coeur à 850°C. Il en résulte pour les disques de turbine un cahier des charges relativement sévère :

- De part leur grande taille, 1,3 mètres de diamètre et leur vitesse de rotation imposée, 3000 tours/min, ceux-ci doivent supporter des contraintes importantes liées aux forces centrifuges.
- Une température de fonctionnement atteignant 800°C. Il est cependant possible d'utiliser un design de disque incorporant un système de refroidissement permettant de descendre à 700°C la température en service.
- Une durée de vie souhaitée, sans maintenance, de 60000 heures.

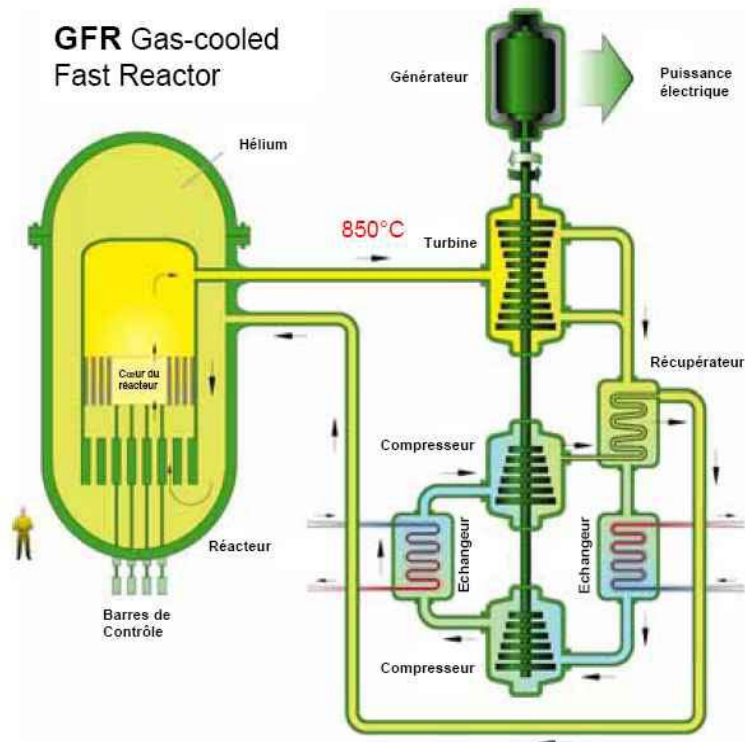


figure 0-3 : Schéma de principe du GFR [RGN 2003]

Pour mettre en évidence les spécificités de ce cahier des charges, il est intéressant de le comparer à celui d'un disque de turbine aéronautique. Si l'on prend l'exemple du moteur M88-2 du Rafale, le disque de turbine en N18 a un diamètre de 0,6 mètre, une température de fonctionnement maintenue en dessous de 600°C par un système de refroidissement (la température du gaz en entrée de turbine est de 1577°C) et une période d'inspection de l'ordre de 100 h [Burllet 2002]. Dans le cas des turbines terrestres à gaz, les disques sont plus gros mais la température de fonctionnement n'excède pas les 600°C . Si l'on prend l'exemple de la turbine MS9001F de General Electric, le diamètre des disques en alliage 718 ou 706 est de 2,3 mètre, la température d'utilisation est de 600°C et la période d'intervention est d'environ 10 000 h [Burllet 2002]. La figure 0-4 présente un exemple de turbine terrestre ainsi qu'un disque de turbine aéronautique.

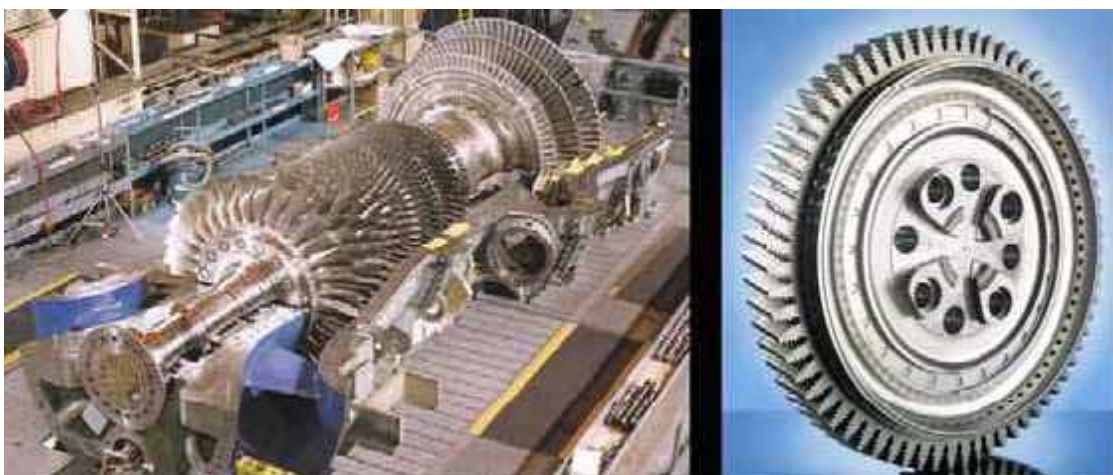


figure 0-4 : A gauche une turbine terrestre, à droite un disque de turbine aéronautique [SM 2006]

Problématique et objectifs de la thèse

Pour répondre au cahier des charges sévère des disques de turbine, le superalliage Udimet 720 a été sélectionné pour ses bonnes propriétés à haute température et notamment sa résistance au fluage. Issu de la recherche aéronautique, ce superalliage fortement allié est utilisé pour la fabrication par forgeage de disques de turbine de petite dimension ($\phi < 80$ centimètres). Le passage à une dimension supérieure à 1 mètre représente aujourd'hui un défi technologique. En effet, l'élaboration classique par coulée puis forgeage se heurte à des problèmes d'homogénéité des pièces de grande dimension. Pour pallier aux difficultés rencontrées, la voie d'élaboration par Métallurgie des Poudre (MdP) et Compression Isostatique à Chaud (CIC) est envisagée depuis quelques années pour la fabrication des disques de turbine des Réacteurs Haute Température à cycle direct. Cependant ce procédé ne permet pas d'obtenir une taille de grain suffisante pour répondre au cahier des charges en fluage. Contrairement aux disques de turbine aéronautique dont le dimensionnement est essentiellement réalisé en fatigue compte tenu des sollicitations importantes que génère la succession des phases de décollage et d'atterrissage et des changements de régime, les disques de turbine des RHT à cycle direct requièrent principalement une bonne tenue en fluage. La turbine subit cependant durant son fonctionnement quelques arrêts / redémarrages en phase de fonctionnement normal ou incidentel susceptibles d'affecter les propriétés mécaniques des disques de turbine.

En vue d'améliorer les propriétés en fluage de l'Udimet 720 MdP, le cycle de Compression Isostatique à Chaud de la poudre a été optimisé pour obtenir une microstructure à gros grains. L'objectif de cette thèse est d'étudier le comportement à haute température (700°C) notamment en fluage, de cet alliage (U720 MdP à Gros Grains). L'effet de la réalisation de quelques cycles de fatigue sur le comportement en fluage sera également évalué.

Ce mémoire s'articule autour de six parties :

- La première partie est une étude bibliographique composée de trois volets : dans le premier volet consacré au matériau, une place importante a été faite aux possibilités d'amélioration de la résistance à la tenue en fluage des superalliages élaborés par Métallurgie de Poudres. Le second volet est dédié aux mécanismes de déformation à haute température, et le troisième à la fatigue plastique oligocyclique en s'intéressant particulièrement aux mécanismes de déformation dans ce type d'alliage.
- Le chapitre II est consacré à l'élaboration du matériau et à la caractérisation de la microstructure.
- En troisième partie nous présentons les techniques employées pour caractériser mécaniquement le matériau.
- Le chapitre IV dédié au comportement mécanique du matériau s'articule en trois sous parties : dans un premier temps, les résultats des essais mécaniques sont présentés, puis dans un second temps nous nous intéressons aux états déformés pour terminer par une discussion portant principalement sur les propriétés en fluage observées.

- Dans le chapitre V, un modèle basé sur l'évolution de la densité de dislocations est proposé et utilisé pour simuler le comportement en fluage et traction de l'Udimet 720 MdP à Gros Grains.
- La dernière partie est une discussion de synthèse où nous évaluons la capacité du modèle proposé à prévoir le comportement en fluage du matériau quand la précipitation γ' est modifiée. Nous évaluons également la capacité du matériau à répondre au cahier des charges du disque de turbines de RHT à cycle direct.

Chapitre I - Etude bibliographique

Ce chapitre s'articule autour de trois volets. Dans un premier temps, nous présentons le matériau étudié puis les différentes voies d'élaboration et les pistes de recherche pour améliorer les propriétés en fluage des superalliages élaborés par Métallurgie des Poudres. Dans un deuxième temps, nous nous intéressons à la déformation plastique dans les superalliages et aux mécanismes de franchissement de précipités. Puis nous terminons ce chapitre par un volet consacré à la fatigue plastique oligocyclique.

I.1. Matériau

I.1.1 Le superalliage Udimet 720

L'Udimet 720 est un superalliage à base de nickel renforcé par précipitation cohérente de la phase γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$) dans la matrice austénitique γ (cubique à face centrée). Ces précipités γ' possèdent une structure cfc ordonnée de type $L1_2$ où le nickel occupe le centre des faces du cube et le titane et l'aluminium les sommets du cube (figure I-1) :

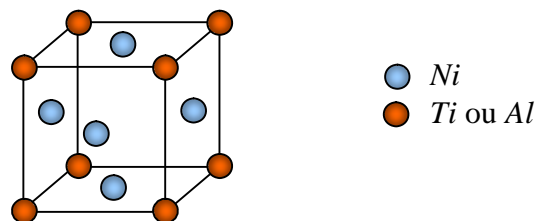


figure I-1 : Structure $L1_2$ des précipités γ'

La nuance de base du matériau étudié est l'Udimet 720 LI, où LI signifie « Low-Interstitial » car les teneurs en carbone et en bore sont limitées. Cette spécificité permet de limiter la formation de carbures et de borures en liserés lors du vieillissement thermique de l'alliage, et ainsi d'éviter sa fragilisation. La composition chimique de l'Udimet 720 LI est présentée dans le tableau I-1.

	Cr	Co	Ti	Al	Mo	W	Zr	C	B	Ni
Min	15,5	14	4,75	2,25	2,75	1	0,025	0,01	0,01	Base
Max	16,5	15,5	5,25	2,75	3,25	1,5	0,05	0,02	0,02	Base

tableau I-1 : Composition de l'Udimet 720 LI (% massique) [SM 2006]

On remarque que l'alliage présente un fort taux de chrome, ce qui lui confère une bonne résistance à l'oxydation. La teneur en chrome a été cependant réduite dans l'Udimet 720 LI pour limiter la formation de la phase σ , fragilisante de par sa structure en plaquettes constituées de couches atomiques denses séparées par des distances interatomiques importantes. Cette phase appelée « topologiquement compact » (TCP) a pour effet de

dégrader les propriétés du matériau à haute température. Parmi les éléments d'addition, on peut noter également le molybdène et le tungstène qui procurent un durcissement par solution solide, le cobalt qui augmente la température de mise en solution de la phase γ' [ASTM 1997] et procure également un durcissement par solution solide. Le carbone, le bore et le zirconium permettent quant à eux d'augmenter les propriétés à chaud du matériau notamment celles des joints de grains.

Les propriétés physiques de l'Udimet 720 sont présentées dans le tableau I-2.

Température (°C)	Module d'Young ² E (GPa)	Coefficient de diffusion D (m.s ⁻¹)	Densité ¹ (g.cm ⁻³)
20	227	-	8,08
650	176	$1,58.10^{-20}$	7,86
700	171	$1,06.10^{-19}$	7,84
750	165	$5,89.10^{-19}$	7,81
1153	T γ' Solvus ³ (température de dissolution des γ')		
1265	T Solidus ⁴		
1343	T Liquidus ²		

tableau I-2 : Propriétés physiques de l'Udimet 720

Les valeurs des coefficients de diffusion du tableau I-2 sont celles de l'autodiffusion du nickel. Elles sont calculées à partir de la formule suivante : $D = D_0 \exp(-Q/RT)$ avec $D_0 = 1,9.10^{-4} \text{ m.s}^{-1}$, $Q = 284 \text{ kJ.mol}^{-1}$ [Frost 1982], T la température et R la constante des gaz parfaits ($8,314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$).

I.1.2 Elaboration de disques de turbine en Udimet 720

Actuellement, la principale voie d'élaboration de disques de turbine en Udimet 720 est la voie par coulée puis forgeage. Ce procédé est essentiellement employé dans l'aéronautique pour fabriquer des disques de turbomachine de petite dimension. On peut noter par exemple l'utilisation par la société Turboméca de disques en Udimet 720 forgé dans l'étage basse pression du turbomoteur Arriel pour hélicoptère, la commercialisation par Rolls-Royce de plusieurs moteurs équipés de disques de turbine en U720 forgés comme le AE3007, le AE2001, ou bien encore le AE1107 employé sur des avions ou sur des hélicoptères [Jain 2000].

Depuis quelques années la voie d'élaboration par Métallurgie des Poudres est en cours de développement pour l'Udimet 720. Dans ce chapitre, nous présentons les différentes étapes mises en jeu dans les procédés classiques de fabrication de disques de turbine en Udimet 720 par coulée puis forgeage et d'élaboration par Métallurgie des Poudres [Raisson 2004].

² [Sczerzenie 1988] Données établies pour l'U720 Forgé

³ [Begot 2002] Données établies pour l'U720 MdP

⁴ [Pierron 2000] Données établies pour l'U720 MdP

1.1.2.1 L'élaboration par coulée puis forgeage

- La première étape consiste à mettre en place la chimie de l'alliage. Les différents éléments d'addition sont incorporés à l'alliage de base qui est fondu sous vide par induction (VIM pour Vacuum Induction Melting).
- Le matériau est ensuite refondu par ESR (Electro Slag Remelting) et VAR (Vacuum Arc Remelting). Cette étape permet d'améliorer la propreté du matériau, de le dégazer et de le rendre plus homogène.
- Dans l'opération suivante, le lingot va subir différentes séquences de recuit et forgeage à chaud sous presse hydraulique. L'objectif de cette étape est d'affiner et d'homogénéiser la microstructure et de mettre en forme la billette, avant la dernière opération de forgeage. A ce niveau, la pièce subit une série d'inspections (analyse chimique, observation de la microstructure, analyse par ultrasons).
- Après contrôle du matériau, celui-ci subit la dernière étape de forgeage au terme de laquelle la préforme du disque est fixée.
- Les traitements thermiques sont ensuite réalisés pour mettre en place la microstructure finale.
- Le matériau est ensuite contrôlé avant que la pièce subisse l'usinage final.

Avec cette technique, il est difficile de réaliser des disques possédant un diamètre supérieur à 1 m. Lorsque la pièce est trop massive, le risque de macro-ségrégations chimiques augmente. Quand on observe la microstructure d'un Udimet 720 forgé sur lequel un traitement thermique de grossissement de grain a été appliqué, on remarque parfois des hétérogénéités à l'échelle du grain, telles que des bandes de gros grains alternant avec des bandes de petits grains (figure I-2). L'origine de cette structure en bande se trouve dans les légères variations de composition du matériau. En effet, les hétérogénéités chimiques ont pour effet de faire varier la température de dissolution des γ' au sein du matériau. Lors du forgeage, les précipités γ' s'alignent sur les lignes de déformation puis, quand on applique le traitement de grossissement de grain, les zones où les précipités se dissolvent en premier connaissent une croissance de grain plus rapide que les zones où la température de dissolution des γ' est plus élevée et où les joints de grains restent ancrés sur les précipités γ' .

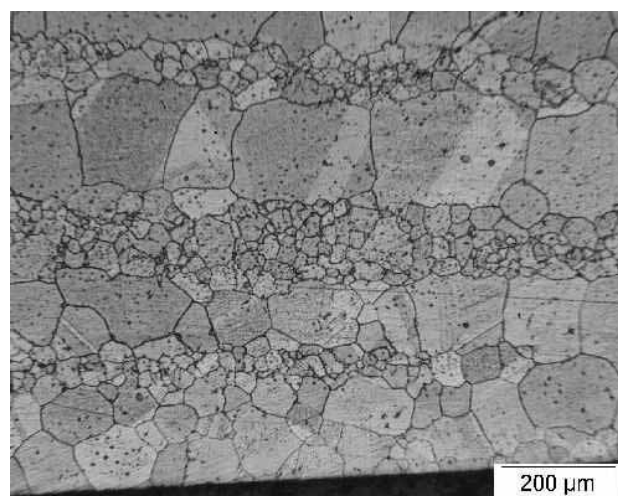


figure I-2 : Microstructure hétérogène d'un Udimet 720 Forgé [Couturier 2004]

1.1.2.2 L'élaboration par métallurgie des poudres et Compression Isostatique à Chaud

Pour limiter les hétérogénéités et les problèmes de macro-ségrégation rencontrés lors de l'élaboration de grosses pièces par coulée puis forgeage, la voie d'élaboration par métallurgie des poudres (MdP) a été envisagée. En 2006, certains moteurs aéronautiques sont équipés de disques de turbine en superalliage élaboré par métallurgie des poudres ; c'est le cas du M88 turbomoteur du Rafale dont les disques sont en N18 ou du GE90 moteur civil équipant les Boeing 777 dont les disques sont en René88. Dans le cas de l'Udimet 720 la voie métallurgie des poudres est en cours de développement. Nous allons présenter les grandes étapes mises en jeu dans la réalisation d'un disque en Udimet 720 MdP. Ces étapes sont présentées sur la figure I-3.

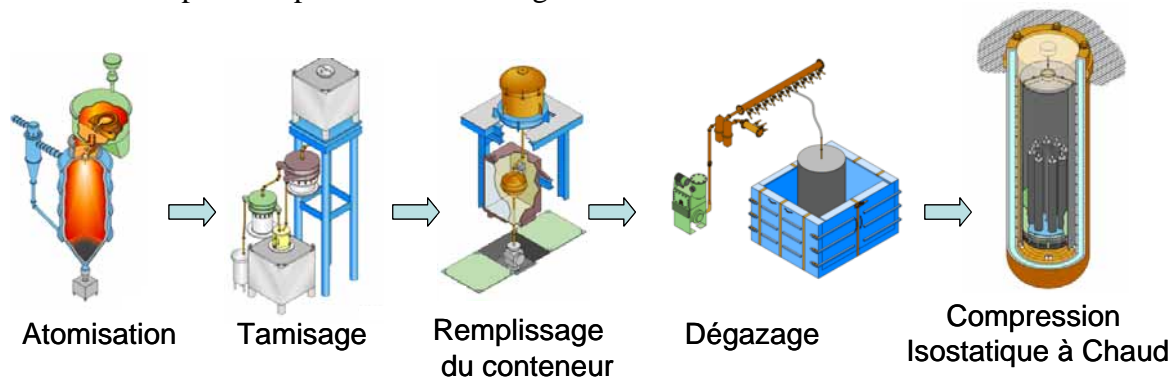


figure I-3 : Etapes de l'élaboration par MdP et Compression Isostatique à Chaud (CIC) [SM 2006]

- L'élaboration commence par la production de la poudre. Il existe plusieurs procédés mais le plus employé pour produire des poudres de superalliage est l'atomisation sous argon. Au début de l'opération la composition chimique de la poudre est fixée lors de l'élaboration par VIM du matériau à atomiser. L'atomisation proprement dite est ensuite réalisée en désintégrant le métal liquide par le biais d'un jet de gaz sous pression. Sous l'effet de la tension de surface, les gouttes de métal prennent une forme sphérique qui sera conservée après solidification.
- La taille des poudres est ensuite sélectionnée par tamisage. Plus les mailles du tamis sont larges, plus la taille possible des particules contaminantes est importante. Avant l'atomisation sous argon le métal en fusion peut contenir des particules de céramique arrachées au creuset. Celles-ci peuvent se retrouver dans la poudre et au final dans le matériau densifié et affecter fortement les propriétés mécaniques de l'alliage, notamment en fatigue. La poudre est donc tamisée pour éliminer les particules les plus grosses.
- La poudre est ensuite placée dans un conteneur par l'intermédiaire d'un queusot et dégazée.
- Une fois le queusot soudé, le conteneur va subir une Compression Isostatique à Chaud (CIC).
- Le conteneur est ensuite éliminé par dissolution chimique et usinage.
- Après inspection, une étape de forgeage ou d'extrusion est éventuellement réalisée pour mettre aux dimensions la pièce puis le matériau subit les traitements thermiques permettant de mettre en place la microstructure finale.
- La pièce est ensuite contrôlée puis usinée.

Un exemple de microstructure d’Udimet 720 élaboré par métallurgie des poudres est présenté en figure I-4. Avec cette voie d’élaboration, la microstructure est plus homogène et les risques de macro-ségrégation sont éliminés. Cependant la taille de grain relativement faible est difficilement modulable par traitement thermique conventionnel. Après un traitement thermique supersolvus de grossissement de grains appelé traitement CR pour Creep Resistant, un matériau forgé peut présenter une taille de grain pouvant atteindre 350 μm [Furrer 2000][Couturier 2004]. Dans le cas d’une élaboration par métallurgie des poudres, après le même traitement, les joints de grains restent bloqués sur la surface des anciennes particules de poudre [Dubiez 2003] et la taille de grain ne dépasse pas 30 μm . Du fait de cette taille de grain plus faible, les propriétés en fluage de l’Udimet 720 MdP sont inférieures à celles du même alliage forgé.

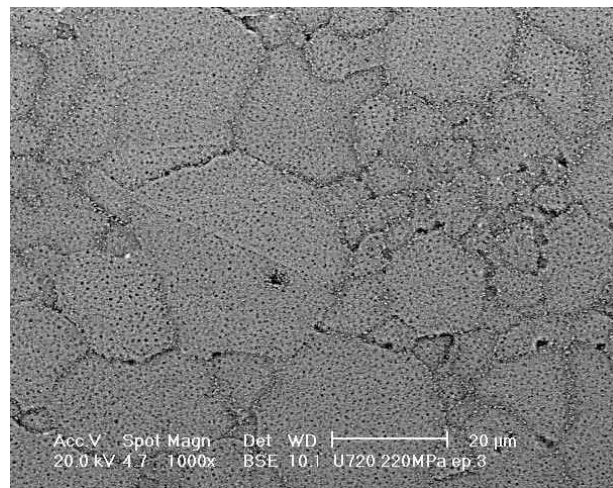


figure I-4 : Microstructure classique de l’Udimet 720 élaboré par Métallurgie des Poudres et CIC [Dubiez 2003]

1.1.2.3 Synthèse des caractéristiques des deux procédés

Le tableau I-3 récapitule les avantages et les inconvénients de l’élaboration par coulée puis forgeage et de l’élaboration par métallurgie des poudres et compression isostatique à chaud.

	Udimet 720 LI Forgé (à gros grains)	Udimet 720 LI MdP
+	- Haute résistance en fluage	- Microstructure homogène - Réalisation de grosses pièces
-	- Microstructure hétérogène - Risque de macro-ségrégations - Limitation aux petites pièces	- Taille de grain difficilement modulable - Résistance en fluage inférieure au matériau forgé - Coût élevé

tableau I-3 : Comparaison entre les modes d’élaboration

On peut noter également que l'élaboration par métallurgie des poudres est plus onéreuse que la voie coulée / forgé.

I.1.3 Amélioration de la résistance au fluage des alliages MdP

En vue d'améliorer les propriétés en fluage de l'Udimet 720 MdP, il semble intéressant d'établir une revue bibliographique des solutions déjà proposées pour répondre aux problèmes rencontrés dans les superalliages élaborés par métallurgie des poudres et pouvant être appliquées à l'Udimet 720. Ces recherches portent majoritairement sur les joints de grains. Elles ont pour objectif d'améliorer leurs propriétés mécaniques ou de réduire leur surface, en augmentant la taille de grain.

I.1.3.1 Augmentation de la taille de grain

Le principal point faible de l'Udimet 720 MdP réside dans la finesse de ses grains ce qui le rend plus sensible à la déformation par fluage diffusion et glissement intergranulaire. En augmentant la taille de grain la déformation par glissement intergranulaire doit théoriquement diminuer et conduire à l'amélioration des propriétés en fluage du matériau.

Dans cet alliage, la surface des anciennes particules de poudre appelée PPB (Prior Particule Boundary) est décorée de précipités de type carbure, nitrure ou oxy-carbo-nitrure qui bloquent la croissance des grains lorsque l'on applique un traitement thermique classique de grossissement de grain. Ces précipités se forment pendant la phase de Compression Isostatique à Chaud à partir de la couche d'oxyde et de carbone présente à la surface des particules de poudre [Gessinger 1984]. Afin de réduire les effets néfastes de ces précipités plusieurs approches ont été envisagées :

➤ Modification du mode d'élaboration des poudres

L'objectif est d'améliorer la propreté des poudres pour limiter la formation de précipités aux PPB pendant la phase de Compression Isostatique à Chaud. Le mode d'élaboration ayant montré les meilleurs résultats est l'élaboration par électrode tournante (REP pour Rotating Electrode Process). Cette technique consiste à pulvériser à l'arc électrique ou à la torche plasma une électrode en rotation. Les travaux de Larson sur l'IN100 [Larson 1974] et de Lu sur l'Astrolloy [Lu 1987] ont montré que cette technique permettait de limiter la formation de précipités au PPB et d'obtenir une taille de grain plus élevée. Dans le cas de l'IN100 la taille de grain était de 20 μm avec une poudre atomisée sous argon et de 50 μm avec une poudre élaborée par REP.

Cependant avec cette technique la granulométrie des poudres est plus resserrée, le remplissage des conteneurs est moins efficace et la déformation lors de la phase CIC est donc plus importante. Avec une élaboration des poudres par REP on retrouve des problèmes d'hétérogénéité. En effet, la fusion du matériau n'étant que locale, toute ségrégation et hétérogénéité présente dans le lopin se retrouve dans les poudres. Enfin on peut noter également que l'emploi de cette technique augmente sensiblement le coût de fabrication et que la production de poudre ne se fait qu'en faible quantité.

➤ Découplage du cycle de CIC

Le découplage du cycle de CIC en une phase à basse pression et une phase à forte pression a pour objectif d'appliquer un prétraitement thermique sur la poudre avant densification. Au cours de la phase basse pression, les précipités qui se forment habituellement aux PPB

à partir de la fine couche d'oxyde présente en surface, précipitent à l'intérieur des particules de poudre [Davidson 1995]. Après densification, les joints de grains ne coïncident plus avec les PPB, il est alors possible d'augmenter la taille de grain par traitement thermique.

Cette technique qui fait l'objet d'un brevet [Davidson 1995] a été appliquée à l'Astroloy et au N18. Elle a permis d'augmenter la taille de grain de ASTM 10-7 à ASTM -2 pour le N18 et de ASTM 10-6 à ASTM 1-3 pour l'Astroloy.

- Augmentation de la température du cycle de CIC

L'objectif de cette approche est de dissoudre le maximum de précipités aux PPB ou d'éviter leur formation en augmentant la température du cycle de CIC. Pierron a montré dans le cas de l'Udimet 720 LI que les précipités aux PPB sont des carbures riches en titane et des oxydes riches en zirconium [Pierron 2000]. En réalisant un cycle de CIC à une température proche du solidus (sub-solidus), les précipités sont moins stables. Après densification, le matériau contient moins de précipités aux PPB et la croissance des grains est plus libre. Pour une température de 1260°C la taille de grain obtenue est de 60 µm.

Il est important de noter qu'avec cette technique les risques de brûlure de l'alliage (fusion partielle) ne sont plus négligeables, surtout pour des grosses pièces où l'homogénéité thermique en température est plus difficile à contrôler.

- Réalisation de traitements thermomécaniques post-CIC :

La réalisation d'un traitement thermomécanique post-CIC de type forgeage isotherme doit permettre de disperser les précipités aux PPB et de limiter leur localisation au niveau des joints de grains. Jain [Jain 2000] a montré à partir d'une étude sur des petits lopins en Udimet 720 MdP qu'en réalisant un forgeage isotherme à 1170°C il était possible d'augmenter la taille de grain jusqu'à 45 µm (ASTM 6) après traitement thermique.

Cette technique comporte cependant des risques d'endommagement du matériau pendant l'étape de forgeage et augmente le coût du procédé.

1.1.3.2 Ingénierie des joints de grains

1.1.3.2.a Mise au point de joints de grains dentelés

Lorsque l'on est dans le domaine de déformation par glissement intergranulaire, la morphologie des joints des grains doit fortement influencer sur la vitesse de déformation. Plus les joints des grains sont dentelés plus le glissement devient difficile. Raj et Ashby proposent un modèle où la vitesse de déformation est exprimée par l'équation [Raj 1971] :

$$\dot{\epsilon} = C \frac{\sigma}{kT} \frac{1}{d^2} D \left[1 + \frac{\pi \delta D_j}{P D} \right] \quad (I-1)$$

avec :

σ : contrainte

$d = A$: amplitude des dentelures

δ : largeur du joint de grains

D_j : coefficient de diffusion aux joints de grains

D : coefficient de diffusion en volume

P : périodicité des dentelures

C : constante

On remarque que plus l'amplitude des dentelures est élevée, moins la vitesse de déformation est importante. La figure I-5 présente les mesures d'amplitude et de période d'un joint de grains dentelé.

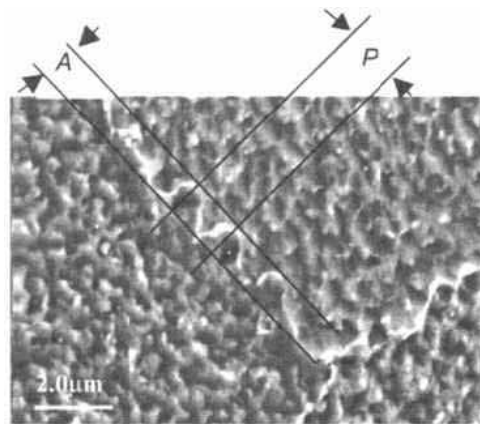


figure I-5 : Mesure de l'amplitude et de la période d'un joint de grains dentelé dans l'Udimet 720 [Furrer 2000]

Plusieurs études ont été menées sur des superalliages avec pour objectif la mise au point de microstructure à joints de grains dentelés. Le principe est de contrôler la précipitation γ' au niveau des joints de grains. La difficulté est d'obtenir la taille et la forme de précipités favorisant l'ondulation du joint de grains avec l'amplitude maximale, en évitant la migration de celui-ci au delà du précipité.

Loyer Danflou a étudié les conditions d'obtention par traitement thermique d'une microstructure à joints de grains dentelés dans le cas de l'Astroloy [Loyer-Danflou 1993]. Le protocole utilisé est le suivant : après homogénéisation à une température T_1 supérieure à $T_{\gamma'}$ solvus, le matériau est refroidi jusqu'à une température T_2 subsolvus à une vitesse de refroidissement donnée, puis passé cette température le matériau est refroidi rapidement.

La figure I-6 montre qu'un écart de température $\Delta T = T_1 - T_2$ élevé favorise la formation de joints de grains dentelés de forte amplitude. L'effet de la vitesse de refroidissement a également été étudié : en dessous d'environ $7^\circ\text{C}/\text{min}$, plus la vitesse est faible plus l'amplitude des dentelures semble élevée.

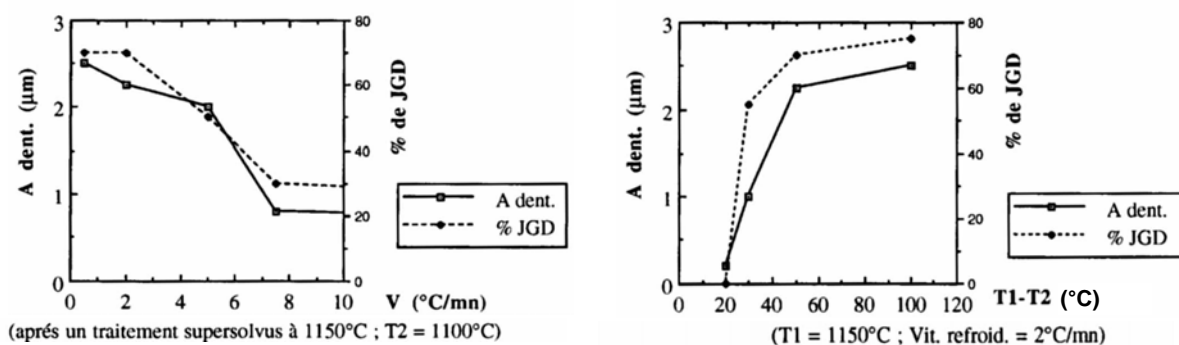


figure I-6 : Effet de la vitesse de refroidissement V (à gauche) et de l'écart de température ΔT (à droite) sur le pourcentage de joints de grains dentelés et leur amplitude A . Cas de l'Astroloy [Loyer-Danflou 1993]

Une étude similaire réalisée sur le superalliage NR3 élaboré par Métallurgie des Poudres [Locq 2005] a montré qu'avec une vitesse de refroidissement trop faible, les joints de grains avaient tendance à migrer au delà des précipités γ' intergranulaires.

Le cas de l'Udimet 720 MdP a également été étudié. La figure I-7 montre l'effet de la vitesse de refroidissement sur la période et l'amplitude des dentelures. Dans le cas de cet alliage, une vitesse de refroidissement inférieure à 1°C/sec semble favorable à la formation de dentelures de forte amplitude et de grande période.

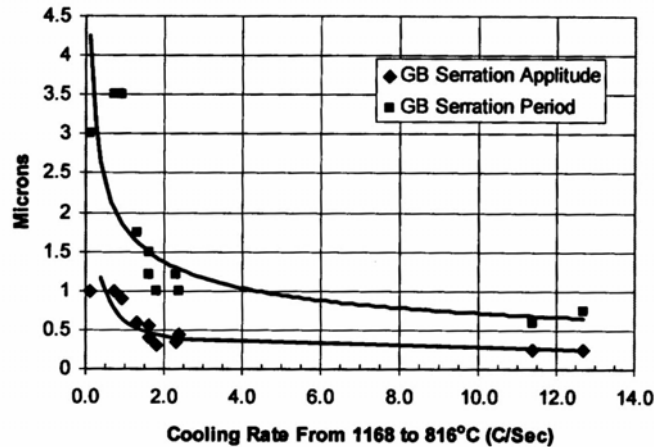


figure I-7 : Effet de la vitesse de refroidissement sur la morphologie des joints de grains dans le cas de l'Udimet 720 MdP [Furrer 2000]

Dans ces différentes études, des essais de fluage ont été réalisés sur des microstructures présentant des morphologies de joints de grains différentes. L'ensemble des résultats montre globalement une très légère hausse de la résistance en fluage. Il révèle également la difficulté d'obtenir une précipitation intragranulaire identique pour deux matériaux possédant des morphologies de joints de grains bien différentes. De ce fait, il est difficile de distinguer les effets d'une précipitation intragranulaire différente des effets de dentelure. En revanche, il est intéressant de noter que la présence de joints de grains dentelés augmente fortement la résistance à la propagation de fissure. Loyer Danflou a montré que le gain de propriété pouvait être attribué à une réduction du facteur d'intensité de contrainte ΔK en pointe de fissure [Loyer-Danflou 1993].

I.1.3.2.b Sélection du type de joints de grains

La relation entre la distribution du type de joints de grains et les propriétés mécaniques d'un matériau a fait l'objet de nombreuses études. La coïncidence d'un joint de grains est quantifiée par un indice noté Σ inversement proportionnel à la densité de sites en coïncidence entre deux grains. Les joints d'indice Σ faible ($\Sigma \leq 49$) appelés CSLBs pour Coincidence Site Lattice Boundaries sont de faible énergie. A l'inverse, les joints de fort indice ($\Sigma > 49$) appelés HABs pour High-Angle Boundaries, ou bien encore Random Boundaries, sont de forte énergie.

Différents travaux ont montré qu'une augmentation du nombre de joints de grains de faible indice de coïncidence pouvait améliorer globalement les propriétés des matériaux :

- Retardement de la cavitation en fluage dans l'inox 304 [Don 1986], dans le cuivre [Field 1992] et dans le nickel [Lehockey 1997] (figure I-8)

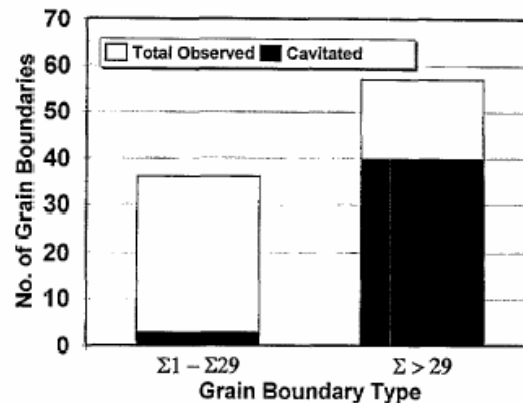


figure I-8 : Effet du pourcentage de joints de grains spéciaux sur la cavitation dans le nickel après 1,8% de fluage [Lehockey 1997].

- Diminution de la vitesse de propagation de fissure en fatigue à 700°C et 800°C dans le superalliage base nickel ME3 élaboré par métallurgie de poudres [Gao 2005]
- Réduction de la corrosion intergranulaire dans l'alliage 600 [Lin 1995] et l'IN718 [Krupp 2003]
- Diminution de la vitesse de fluage dans le cas de l'alliage Ni-16Cr-9Fe (version épurée de l'alliage 600) [Thaveprungsriporn 1997] [Alexandreau 2003] et de l'IN718 [Boehlert 2006]

La sélection du type de joint de grains se fait généralement par des traitements thermomécaniques séquentiels, mettant en jeu des phases de déformation et de recuit. Dans le cas du superalliage ME3 dont la composition est proche de celle de l'Udimet 720, les analyses EBSD ont montré après plusieurs phases de déformation et de recuit, une augmentation du pourcentage de joints de grains spéciaux ($\Sigma \leq 29$) de 28% à 41% et une augmentation de la fraction de longueur totale de joints dans le matériau de 38% à 56% [Goa 2005]. Pendant les phases de recuit, les joints de faible énergie se forment plus facilement.

Dans les études portant sur la relation entre le fluage et la coïncidence des joints de grains, la diminution de la vitesse de fluage stationnaire avec le pourcentage de grains spéciaux est expliquée de la manière suivante : plus un joint de grains est désorienté, plus il a de facilité à absorber les dislocations, la diffusion étant plus rapide ; à l'inverse, plus la valeur de Σ d'un joint de grains est faible, plus il aura de difficulté à absorber des dislocations. En augmentant le nombre de joints de grains à faible Σ on stocke plus de dislocations dans le matériau, ce qui a pour effet d'accroître la contrainte interne. Avec une contrainte interne élevée le matériau résiste mieux à la déformation.

Enfin, on peut noter qu'un joint de grains à fort Σ est une zone où la diffusion est plus importante, c'est un site privilégié pour la formation de cavités. Après un traitement visant à obtenir des joints de grains dentelés, les amplitudes les plus élevées de dentelures sont observées sur les joints de grains à fort Σ où la diffusion est importante [Loyer Danflou 1993].

Parmi toutes les approches présentées permettant d'améliorer les propriétés mécaniques des superalliages élaborés par métallurgie des poudres, nous avons fait le choix dans cette thèse de nous intéresser à la technique consistant à appliquer au matériau un cycle de CIC découplé.

I.2. Mécanismes de déformation

Le comportement des superalliages à chaud est fortement dépendant de l'interaction « précipités – dislocations ». Dans cette partie nous nous intéressons tout d'abord aux mouvements des dislocations et au formalisme de l'activation thermique, puis nous présentons les principaux mécanismes de franchissement des précipités γ' par les dislocations.

I.2.1 Formalisme de l'activation thermique

Lorsque la contrainte est assez importante et que la température est trop faible pour que les phénomènes de diffusion puissent accommoder la sollicitation, la déformation est alors contrôlée par le mouvement des dislocations. D'après la relation d'Orowan, la vitesse de déformation plastique (par cisaillement) $\dot{\gamma}$ est fonction de la densité de dislocations mobiles ρ_m et de la vitesse \bar{v} moyenne de celles-ci :

$$\dot{\gamma} = \rho_m b \bar{v} \quad (I-2)$$

Lorsque les dislocations se déplacent sous l'effet d'une contrainte appliquée τ_a , dans un matériau de type superalliage, une contrainte s'opposant à leurs déplacements est exercée par les obstacles présents dans le matériau. La contrainte peut se décomposer de la manière suivante :

$$\tau_a = \tau_\mu + \tau^* \quad (I-3)$$

où τ_μ est la contrainte moyenne générée par les obstacles dont le franchissement direct ne peut pas être aidé par l'agitation thermique (gros précipités, dislocations) et τ^* est la contrainte liée aux obstacles localisés pouvant être franchis à l'aide de l'agitation thermique (solutés, petits précipités, impuretés). Pour qu'un obstacle localisé soit franchi à l'aide de l'agitation thermique, il faut que l'ensemble des atomes du cœur de la dislocation subissent au même moment le même déplacement. Plus le nombre d'atomes mis en jeu est important, plus la probabilité que l'événement ait lieu est faible, les obstacles sont donc nécessairement de faible dimension.

Si l'on néglige la probabilité de mouvement arrière d'une dislocation, la vitesse moyenne de déplacement des dislocations est donnée par l'équation [Teodosiu 1975] [Rauch 1993]:

$$\bar{v} = b v_D \exp\left(-\frac{\Delta G}{kT}\right) \quad (I-4)$$

où v_D est la fréquence de Debye et ΔG l'énergie moyenne que doit fournir l'agitation thermique pour franchir un obstacle. Cette énergie peut être décomposée de la façon suivante :

$$\Delta G = \Delta G_0 - \tau^* V^* \quad (I-5)$$

Avec ΔG_0 énergie moyenne nécessaire pour franchir un obstacle sans contrainte appliquée et V^* volume d'activation effectif⁵ représentant l'aire moyenne balayée par une dislocation au cours du franchissement d'un obstacle multiplié par le vecteur de Burgers

En reprenant la relation d'Orowan, on trouve la vitesse de déformation suivante :

$$\dot{\gamma} = \rho_m b^2 v_D \exp\left(-\frac{\Delta G_0 - \tau^* V^*}{kT}\right) = \dot{\gamma}_0 \exp\left(-\frac{\tau^* V^*}{kT}\right) \quad (I-6)$$

I.2.2 Mécanismes de franchissement de précipité dans les superalliages à base de nickel

Les dislocations ont deux façons de franchir les précipités : en les contournant sans toucher à leur intégrité, ou en les cisillant laissant dans certains cas une faute dans les précipités [Reppich 1993].

I.2.2.1 Contournement des précipités

I.2.2.1.a Contournement d'Orowan

Dans ce mode de franchissement, la dislocation contourne le précipité en laissant une boucle de dislocation appelée boucle d'Orowan autour du précipité. Ce mécanisme, illustré en figure I-9, se produit lorsque la contrainte qui agit sur la dislocation est supérieure à une contrainte seuil τ_{Orowan} que l'on définit généralement de la manière suivante :

$$\tau_{\text{Orowan}} = 2T/bL \quad (I-7)$$

où L est la distance entre précipités et T la tension de ligne définie par [De Witt 1959]

$$T = E(\theta) + \frac{d^2 E(\theta)}{d\theta^2} \quad (I-8)$$

Avec $E(\theta)$ énergie d'une dislocation fonction de son caractère θ .

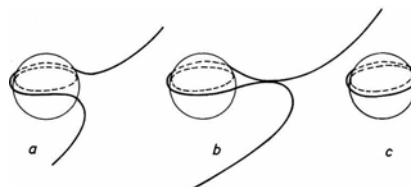


figure I-9 : Franchissement de précipité par contournement d'Orowan

⁵ La valeur du volume d'activation est généralement exprimée par un multiple de b^3

1.2.2.1.b Glissement dévié et montée

Dans ce mode de franchissement, les parties vis des dislocations changent de plan de glissement pour passer par dessus les particules puis s'annihilent (figure I-10). Il en résulte une ou deux boucles prismatiques (le vecteur \vec{b} de la dislocation n'est pas dans le plan de la ligne de la boucle) situées à côté du précipité.

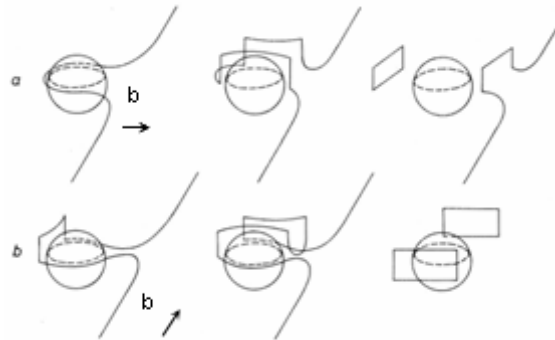


figure I-10 : Franchissement de précipité par glissement dévié.

Les dislocations peuvent également franchir les précipités par simple montée (changement de plan de glissement). Dans ce cas de figure, on n'obtient pas de boucle au voisinage des précipités.

Ces deux mécanismes ont besoin de l'agitation thermique et ne peuvent se produire qu'à haute température ($T > 0,5 T_f$)

1.2.2.2 Cisaillement

Lorsque les précipités sont cohérents, les dislocations ont la possibilité de les franchir par cisaillement. Dans le cas des superalliages où les précipités γ' sont ordonnés, les modes de cisaillement peuvent être complexes : les dislocations peuvent s'associer en paires ou bien se décomposer en super-partielles et laisser une faute complexe dans le précipité cisailé.

1.2.2.2.a Cisaillement par paire de dislocations

Dans la matrice γ les dislocations se déplacent préférentiellement dans les plans $\{111\}$ et possèdent un vecteur de Burgers de type $a/2 \langle 110 \rangle$. Lorsqu'une de ces dislocations rentre dans un précipité γ' ordonné, l'ordre est modifié et il y a création d'un défaut de forte énergie⁶ appelé paroi d'antiphase (APB pour Anti Phase Boundary). En s'associant avec une deuxième dislocation, l'ordre est rétabli et l'étendue du défaut est réduite, la superdislocation ainsi créée a la possibilité de cisailer entièrement le précipité (figure I-11). Dans le cas de précipités sphériques de diamètre D espacés d'une distance L , la contrainte nécessaire au cisaillement a été estimée par Hüther et Reppich [Hüther 1978] :

$$\tau_c = \frac{1}{2} \left(\frac{\mu b}{L} \right) \frac{2w}{\pi} \left(\frac{\pi D \gamma}{w \mu b^2} - 1 \right)^{1/2} \quad (I-9)$$

⁶ Pour l'Udimet 720 Li, Jackson et Reed ont déterminé une valeur expérimentale de l'énergie d'APB de 279 mJ.m⁻² [Jackson 1999]

où

- μ est le module de cisaillement
- b est la norme du vecteur de Burgers
- γ est l'énergie d'APB
- w paramètre décrivant la répulsion des dislocations.

Dans ce cas de figure, une fois cisailés, les précipités offrent moins de résistance au passage des dislocations car leur section efficace est alors plus faible.

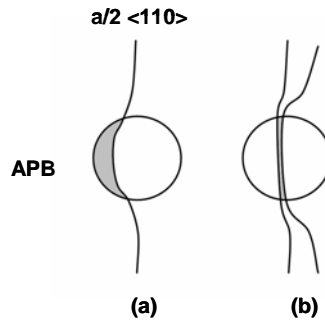


figure I-11 : Franchissement de précipité par paire de dislocations

Notons que si les précipités ont un diamètre assez faible, la première dislocation peut cisailier le précipité entièrement et la seconde dislocation est alors faiblement couplée à la première. La contrainte a été estimée dans ce cas à [Raynor 1970][Brown 1971] :

$$\tau_c = \frac{1}{2} \left(\frac{\gamma}{b} \right)^{3/2} \left(\frac{bDf}{T} \right)^{1/2} A - \frac{1}{2} \left(\frac{\gamma}{b} \right) f \quad (\text{I-10})$$

avec :

- T : tension de ligne des dislocations
- f : fraction volumique
- A : facteur numérique fonction de la morphologie des particules dont la valeur vaut 0,72 pour des particules sphériques.

La présence de dislocations appariées a déjà été observée dans l'Udimet 720 forgé par Jackson et Reed [Jackson 1999] à 20°C en traction et en fluage à 700°C et 180 MPa.

I.2.2.2.b Cisaillement avec création d'une faute d'empilement

Dans la structure c.f.c la séquence d'empilement des plans $\{111\}$ a une périodicité de 3 plans notés A, B et C. Lorsque cette séquence d'empilement est modifiée, on a création d'une faute d'empilement. Celle-ci est intrinsèque lorsqu'un plan est supprimé : AB|ABC ou bien encore ABC|BC, et extrinsèque lorsqu'un plan supplémentaire est ajouté : ABCBABC ou bien encore ABACABC.

Dans la phase γ les dislocations $a/2 \langle 110 \rangle$ peuvent se dissocier dans les plans $\{111\}$ en deux dislocations dites partielles de Shockley de type $a/6 \langle 112 \rangle$ séparées par une faute d'empilement intrinsèque. Les relations entre les dislocations $a/2 \langle 110 \rangle$ et les partielles de Shockley peuvent être représentées à l'aide du tétraèdre de Thompson (Annexe A).

Dans le cas où une dislocation dissociée en deux dislocations partielles de Shockley arrive au contact d'un précipité γ' , différents mécanismes de cisaillement engendrant la création

de fautes d'empilement de super-réseaux sont possibles. Différents modèles ont été proposés dans la littérature :

La figure I-12 présente le mécanisme de Condat et Décamps [Décamps 1994] laissant dans le précipité une faute de super-réseau extrinsèque SESF (Superlattice Extrinsic Stacking Fault). Ce mécanisme est plus fréquemment observé en fluage compression. Il implique la création d'une faute complexe CSF (Complex Stacking Fault) qui perturbe non seulement l'ordre dans le précipité γ' mais aussi la séquence d'empilement des plans $\{111\}$. Après nucléation d'une partielle de Shockley dans le précipité, il subsiste au terme du mécanisme une boucle de dislocation autour du précipité.

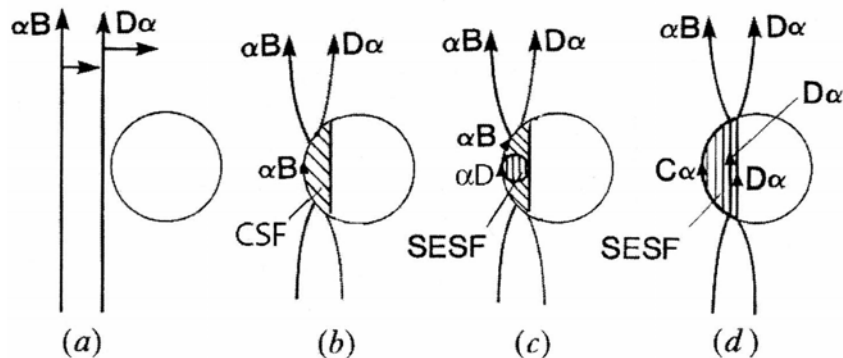


figure I-12 : Mécanisme de franchissement de précipité avec création d'une faute SESF dans le précipité

La figure I-13 présente le mécanisme de Condat et Décamps [Décamps 1991] laissant dans le précipité une faute de super-réseau intrinsèque SISF (Superlattice Intrinsic Stacking Fault). La création de cette faute passe par la création d'une paroi d'antiphase et la nucléation d'une partielle de Shockley dans le précipité. Comme dans le cas précédent, après cisaillement du précipité il reste autour de celui-ci une boucle de dislocation. Ce mécanisme est plus fréquemment observé en fluage traction.

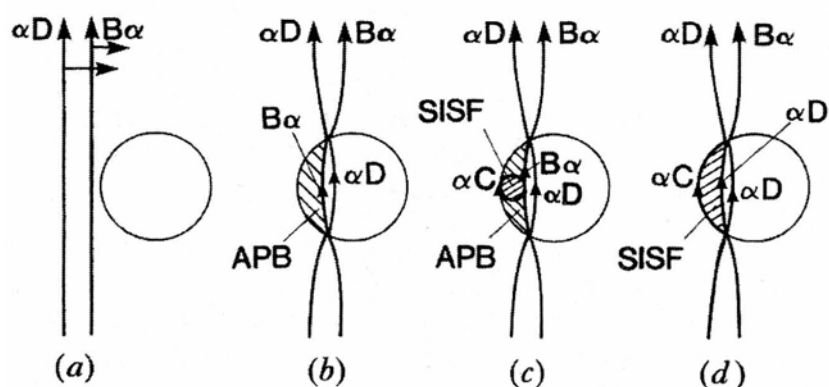


figure I-13 : Mécanisme de franchissement de précipité avec création d'une faute SISF dans le précipité.

La figure I-14 présente également en C un mécanisme faisant intervenir le mouvement décorrélé de deux partiels de Shockley [Décamps 2004][Raujol 2004]. Ce mécanisme laisse dans le précipité une faute SESF et autour de celui-ci une dislocation mais aussi une

faute d'empilement intrinsèque dans la matrice. Il passe également par la création d'une faute complexe CSF et par la nucléation d'une partielle de Shockley dans le précipité.

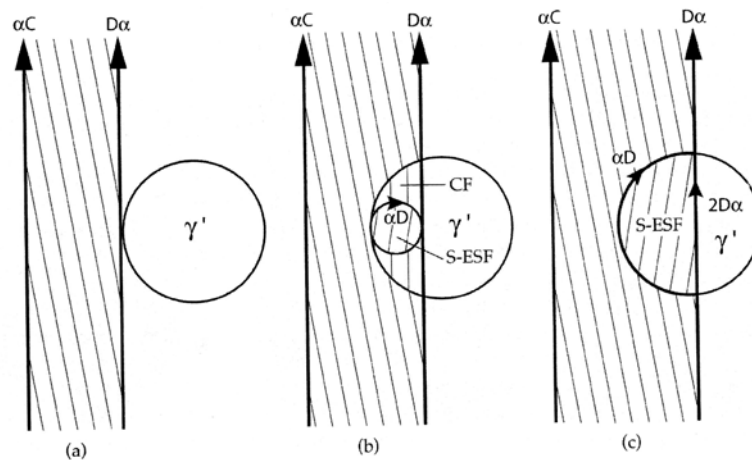


figure I-14 : Mécanisme de franchissement de précipité avec création d'une faute SESF dans le précipité et d'une faute intrinsèque dans la matrice [Raujol 2004]

I.2.3 Fluage diffusion et glissement intergranulaire

Lorsque la contrainte est faible et la température assez élevée, le fluage diffusion accompagné par du glissement intergranulaire peut devenir le mécanisme qui contrôle la vitesse de déformation. Le fluage diffusion fait intervenir le mouvement de lacunes pour relaxer les contraintes. La diffusion de ces lacunes étant généralement plus intense aux joints de grains, le rapport « surface / volume » des grains est un paramètre important dans ce mode de déformation. Dans la littérature les différents modèles rencontrés proposent une dépendance de la vitesse de déformation à la taille de grain d en $1/d^2$ [Herring 1950] [Raj 1971] ou $1/d^3$ [Coble 1963].

Il est couramment admis que la déformation par fluage diffusion génère au niveau des joints de gains des incompatibilités de déformation accommodées par du glissement intergranulaire.

I.2.4 Mécanisme de franchissement de précipités en fluage dans le cas de l'Udimet 720 MdP élaboré par cycle de CIC conventionnel

Dans le cas de l'Udimet 720 MdP élaboré par un cycle de CIC conventionnel, plusieurs mécanismes de déformation ont été identifiés dans différentes gammes de température et de contrainte [Dubiez 2003]. Dans la thèse de S. Dubiez [Dubiez 2003], deux microstructures ont été étudiées : la microstructure HS (High Strength) optimisée pour la traction, et la microstructure CR (Creep Resistant) optimisée pour le fluage.

I.2.4.1 Microstructure HS (High Strength)

Dans le cas du l'Udimet 720 MdP HS la taille de grain est d'environ $10 \mu\text{m}$ et les précipités tertiaires sont nombreux et de faible diamètre ($\approx 10 \text{ nm}$).

- A 650°C , entre 600 MPa et 800 MPa les précipités sont franchis par cisaillement avec création de fautes d'empilement. (figure I-2) puis par contournement d'Orowan au delà de 800 MPa.

- A 750°C à basse contrainte (entre 140 MPa et 280 MPa) le matériau semble se déformer par fluage diffusion avec également un franchissement de précipités par cisaillement par paire de dislocations.

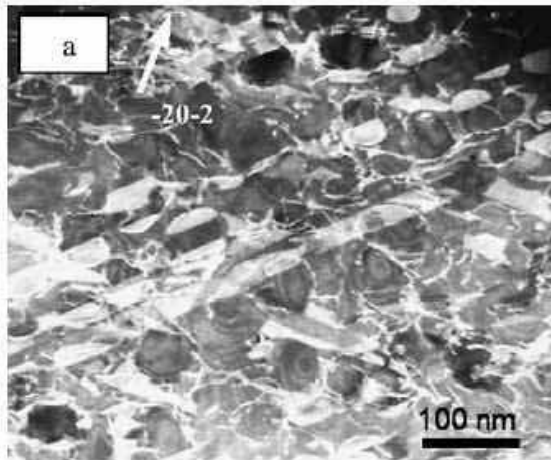


figure I-15 : Structure de dislocation obtenue après 1% de déformation en fluage. U720 MdP HS à 750 MPa / 650°C

Dans le cas du franchissement de précipité par cisaillement avec création de fautes d'empilement, les courbes de fluage présente un stade primaire « inversé » : la vitesse de déformation augmente au lieu de diminuer.

1.2.4.2 Microstructure CR (Creep Resistant)

Dans le cas de l'Udimet 720 MdP CR, les précipités tertiaires sont plus gros et moins nombreux et la taille de grain est d'environ 20 µm.

- A 650°C et 700°C entre 600 MPa et 900 MPa, on observe un franchissement des précipités par contournement d'Orowan.
- A 750°C à basse contrainte (entre 140 MPa et 350 MPa) on observe quelques dislocations appariées avec globalement une densité de dislocations faible. L'hypothèse d'une déformation contrôlée par du fluage diffusion et glissement intergranulaire a été émise.

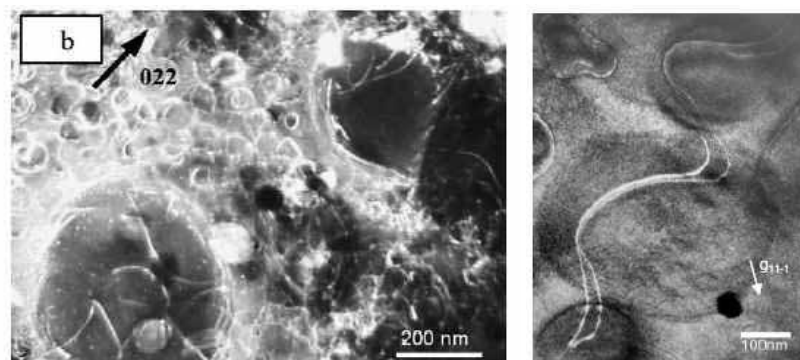


figure I-16 : Structures de dislocations obtenues après 1% de déformation en fluage. U720 MdP CR à gauche, 750 MPa / 650°C, à droite 140MPa / 750°C

Dans la suite de ce mémoire, lorsque nous ferons référence à l'Udimet MdP élaboré par un cycle de CIC conventionnel, nous désignerons implicitement la microstructure CR.

I.3. Fatigue plastique oligocyclique

Un Réacteur Haute Température est amené durant son utilisation à subir un certain nombre d'arrêts, de redémarrages et de variations de charge liées aux variations de puissance. Ces événements transitoires doivent être pris en compte dans l'étude des matériaux susceptibles de composer les pièces sollicitées mécaniquement lors du fonctionnement du réacteur. C'est le cas des disques de turbine qui sont ainsi amenés durant leur utilisation à subir plusieurs cycles de mise en charge / décharge. Avant d'étudier les propriétés en fatigue de l'Udimet 720 MdP Gros Grains, nous présentons dans ce chapitre quelques aspects importants du comportement en fatigue des matériaux en s'intéressant plus particulièrement à la déformation plastique en fatigue oligocyclique.

I.3.1 Courbe de Wöhler

On définit la fatigue comme étant une évolution locale et irréversible des propriétés mécaniques d'un matériau soumis à une sollicitation cyclique en contrainte ou déformation. Dans le cas simple d'une sollicitation en contrainte cyclique dont l'amplitude de variation $\Delta\sigma$ reste constante, on peut tracer la courbe d'endurance (figure I-17) en portant $\log(\Delta\sigma)$ en fonction de $\log(N_f)$ où N_f est le nombre de cycles à rupture [Suresh 1991]:

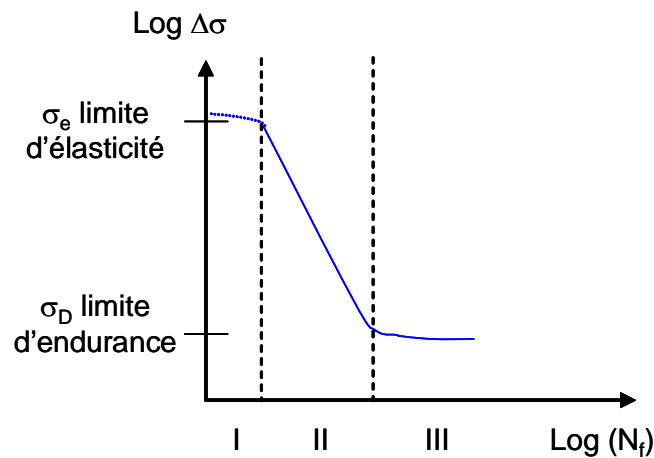


figure I-17 : Courbe de Wöhler, appelée également courbe d'endurance, reliant la contrainte appliquée au nombre de cycles à rupture.

Sur ce diagramme on observe trois zones :

➤ Zone I : fatigue plastique oligocyclique

Dans la première partie du diagramme où la contrainte dépasse à chaque cycle la limite d'élasticité, le matériau subit une déformation totale plastique d'ensemble, on parle de fatigue plastique oligocyclique. La rupture intervient dans ce cas généralement avant 10^5 cycles.

➤ Zone II : fatigue à grand nombre de cycles

Lorsque la contrainte reste inférieure à la limite élastique, il existe dans la plupart des cas une relation simple (Loi de Basquin) entre le nombre de cycle N_f à rupture et la variation de contrainte $\Delta\sigma$:

$$(\Delta\sigma / 2) = \sigma_f' (2N_f)^b \quad (I-11)$$

avec b compris entre $-0,05$ et $-0,12$, σ_f' coefficient de résistance à la fatigue déterminé par la valeur de la contrainte à rupture en un demi-cycle (valeur de la contrainte à rupture en traction σ_r).

➤ Zone III : limite d'endurance

On constate également sur la courbe de Wöhler une contrainte seuil σ_D appelée limite d'endurance, en dessous de laquelle la durée de vie est théoriquement illimitée. L'existence de cette limite peut cependant être occultée par des effets d'environnement (fatigue-corrosion).

I.3.2 Essais en déformation imposée

Lorsque la contrainte appliquée dépasse la limite d'élasticité, l'endurance du matériau est alors contrôlée par la déformation plastique induite à chaque cycle. La variation de contrainte n'est donc plus le paramètre pertinent, c'est pourquoi on réalise des essais en déformation imposée. En portant en échelle logarithmique l'amplitude de déformation plastique en fonction du nombre de cycles à rupture, on obtient une nouvelle relation appelée loi de Manson-Coffin :

$$(\Delta\varepsilon_p / 2) = \varepsilon_f' (2N_f)^c \quad (I-12)$$

avec c compris entre $-0,5$ et $-0,7$ et ε_f' coefficient de ductilité en fatigue dont la valeur est proche de la ductilité en traction.

En utilisant la loi de Basquin et la loi de Hooke on obtient la variation de déformation élastique permettant ainsi de déduire la courbe d'amplitude de déformation totale par superposition avec la courbe de Manson-Coffin (figure I-18) :

$$(\Delta\varepsilon/2) = (\Delta\varepsilon_p/2) + (\Delta\varepsilon_e/2) = \varepsilon_f' (2N_f)^c + \sigma_f'/E (2N_f)^b$$

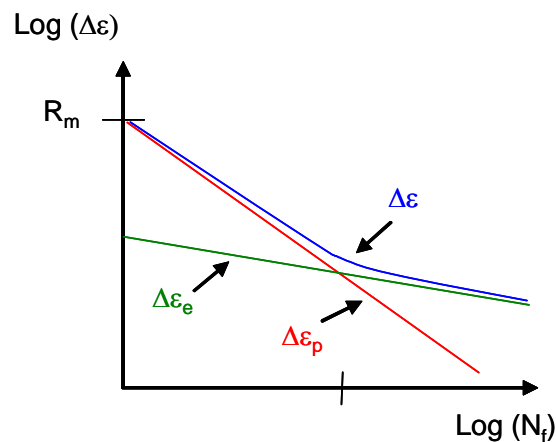


figure I-18 : Amplitude de déformation totale en fonction du nombre de cycles à rupture N_f

Au cours d'un essai de fatigue oligocyclique, si l'on enregistre la contrainte en fonction de la déformation on observe des boucles d'hystérésis (figure I-19) évoluant au cours des cycles. Après le stade transitoire de quelques dizaines de cycles, on parle de matériau à durcissement ou consolidation cyclique lorsque $\Delta\sigma/2$ augmente au cours de l'essai, et de matériau à adoucissement cyclique lorsque $\Delta\sigma/2$ diminue. La variation de l'amplitude de contrainte passe ensuite éventuellement par un stage de stabilisation jusqu'à l'apparition d'une première fissure importante provoquant une décroissance rapide engendrant ensuite la rupture.

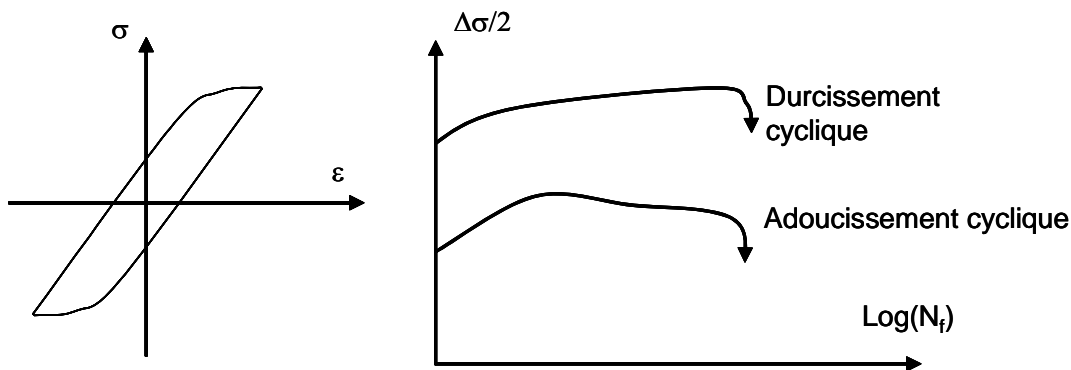


figure I-19 : Cycle d'hystérésis obtenu lors de la réalisation d'un essai de fatigue (à gauche) et évolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles (à droite)

I.3.3 Déformation plastique en fatigue oligocyclique des superalliages à base de nickel

L'étude bibliographique du comportement en fatigue plastique oligocyclique des superalliages à base de nickel, a permis de dégager les tendances générales suivantes :

- Effet de la taille des précipités γ' :

Plus la taille des précipités γ' est petite, plus les dislocations générées auront tendance à les cisailer. Dans certains superalliages comme le Waspaloy [Stoltz 1978] [Clavel 1982] et le Nimonic80A [Lerch 1985], du cisaillement par paire de dislocations est observé en fatigue. Au cours de la déformation, la section efficace des précipités dans les bandes de glissement des dislocations diminue (figure I-20). La contrainte de franchissement des précipités est alors plus faible et les dislocations ont plus de facilité à parcourir le matériau, il en résulte un adoucissement de structure.

En revanche, plus la taille des précipités γ' est grande, plus les dislocations auront tendance à les contourner par mécanisme d'Orowan. Il en résulte une structure de dislocations plus complexe et plus homogène. Au cours d'un essai de fatigue, la densité de dislocations augmente entraînant ainsi un durcissement cyclique qui peut favoriser la propagation de fissure et ainsi réduire la durée de vie du matériau [Stoltz 1978][Lerch 1984].

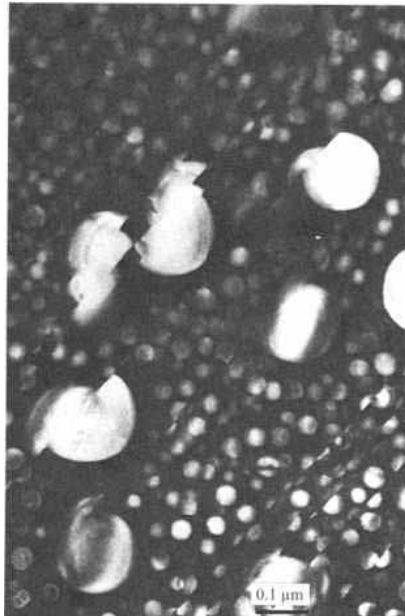


figure I-20 : Cisaillement de précipités γ dans du Waspaloy sollicité en fatigue à 650°C à une amplitude de déformation de 2.10^{-3} [Clavel 1982]

➤ Effet de la température :

L'augmentation de température a pour effet d'accroître le glissement dévié. Les dislocations restent moins confinées dans des bandes de glissement, et l'on observe une structure de dislocations plus homogène. Ce phénomène a clairement été mis en évidence dans le cas du Nimonic80A [Lerch 1983]. Dans une certaine gamme de température, les interactions entre dislocations sont plus importantes et leur mouvement dans le matériau devient plus difficile. La densité de dislocations augmente alors avec le nombre de cycles pour accommoder la déformation. Dans ce cas, on observe un durcissement cyclique plus important lorsque la température augmente.

Dans le superalliage monocristallin PWA 1480 le passage d'un adoucissement à un durcissement cyclique est expliqué par une transition de mécanisme de franchissement des précipités [Milligan 1987]. A basse température, on observe du cisaillement et à plus forte température, du contournement. Cette transition dépend également de la vitesse de déformation : quand celle-ci augmente, le franchissement par cisaillement diminue au profit du contournement.

Cependant à haute température dans certains superalliages comme le René 77 à 1200K et le René 80 à 1144K [Antolovich 1982] on n'observe pas de durcissement cyclique. L'accroissement de température favorise les annihilations et les réorganisations des dislocations. Le réseau de dislocations rapidement créé est plus apte à accommoder la déformation et la contrainte n'augmente pas au cours de l'essai.

En règle générale, on remarque que la durée de vie diminue lorsque la température augmente. Sous air, cette baisse des propriétés peut s'expliquer entre autre par une oxydation accrue de la surface du matériau, rendant la réversibilité de la déformation difficile. De plus, l'oxydation des joints de grains engendre souvent à haute température une rupture intergranulaire du matériau.

I.4. Conclusion

Cette étude bibliographique nous a permis de présenter le superalliage Udimet 720 et ses modes d'élaboration. Nous avons abordé les différents moyens d'amélioration de la résistance en fluage des superalliages MdP, comprenant le découplage du cycle de CIC, technique utilisée pour élaborer le matériau étudié. Les différents mécanismes de déformation susceptibles d'entrer en jeu dans la déformation plastique à chaud de l'Udimet 720 MdP à gros grains ont ensuite été présentés.

Nous avons vu également que les superalliages, sous certaines conditions, peuvent présenter un adoucissement de structure après une sollicitation en fatigue plastique oligocyclique. Il semble donc intéressant d'évaluer l'effet de la réalisation de quelques cycles de fatigue avant ou pendant le fluage sur le comportement du matériau.

Chapitre II - Matériau et caractérisation de la microstructure

Après élaboration, la microstructure du matériau étudié a fait l'objet d'une analyse multi échelle faisant intervenir différentes techniques de microscopie. La caractérisation de la microstructure est une étape importante dans la compréhension des mécanismes de déformation. En effet, les informations obtenues, comme la taille de grain, la dimension des précipités ou les tailles de couloirs, ont un impact fort sur les modes de déformation. Dans ce chapitre nous présenterons tout d'abord la mise au point du matériau puis les techniques de caractérisation et pour finir les résultats de l'analyse d'images.

II.1. Mise au point du matériau et traitement thermique

Une étude réalisée [Couturier 2003] en collaboration avec Aubert&Duval a permis de mettre au point la nuance U720 MdP à gros grains en exploitant le brevet de Davidson basé sur une optimisation du cycle de CIC [Davidson 1995].

Cette étude a été réalisée à partir de petits lopins (diamètre 40 mm - hauteur 50 mm) puis une phase de validation du traitement post CIC a ensuite été réalisée à partir d'un lopin plus massif (Lopin 6938 - tableau II-1) [Terzi 2004]. Le traitement thermique retenu est présenté en figure II-1.

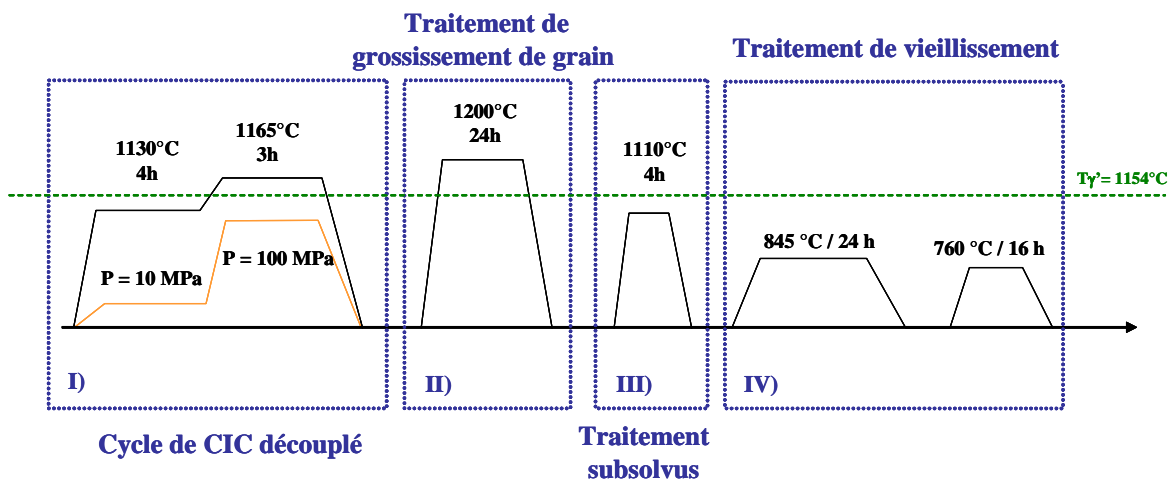


figure II-1 : Traitement thermique appliqué au matériau

La mise au point du matériau commence par l'application d'un cycle de CIC découplé. La poudre utilisée a été atomisée sous argon, et présente une granulométrie de 230 mesh ($\varnothing < 53 \mu\text{m}$). Cette étape de consolidation a été réalisée dans les installations d'Aubert&Duval, elle débute par un premier palier à basse pression ($P < 10 \text{ MPa}$) pendant 4h à une température subsolvus de 1130°C. Durant cette étape les précipités de type carbure, nitrure ou oxy-carbo-nitrure, précipitent à l'intérieur des particules de poudre à partir de la couche d'oxyde et de carbone présente à la surface [Davidson 1995]. La densification complète de la poudre est réalisée au cours du deuxième palier sous haute

pression ($P > 100$ MPa) à une température supersolvus à 1165°C pendant 3h. Une fois le cycle de CIC appliqué et le matériau densifié, l'alliage subit alors un traitement de grossissement de grains à 1200°C sous argon pendant 24h. A haute température l'ensemble des précipités γ' sont dissous et les précipités secondaires germent au cours du refroidissement réalisé à environ 10K/min. Compte tenu de la faible vitesse de refroidissement et de la température élevée du début de trempe, la précipitation γ' obtenue à ce niveau est grossière. On applique alors au matériau un traitement subsolvus à 1110°C pendant 4h. Durant cette étape, une partie des γ' est remise en solution. Ce traitement se termine par une trempe contrôlée à 60K/min durant laquelle les précipités tertiaires vont germer. L'ensemble du traitement thermique s'achève alors par deux cycles de vieillissement identiques à ceux du traitement CR classique [Sczerzenie 1988] : un cycle à 845°C / 24h suivi d'une trempe à l'air puis un cycle à 760°C / 16h suivi d'une trempe à l'air également, durant lesquels on a un mûrissement des précipités. Dans cette thèse, deux lopins issus du même lot de poudre ont été utilisés, leurs dimensions et leurs composition sont présentées respectivement dans le tableau II-1 et le tableau II-2.

	Lopin 6938	Lopin 6973
Poids	5,3 kg	32,0 kg
Diamètre	90 mm	110 mm
Hauteur	105 mm	400 mm

tableau II-1 : Poids et dimensions des lopins

Elément	Cr	Co	Ti	Al	Mo	W	Fe	Zr	Si	C	B	Ni
% massique	16	14,7	5,09	2,41	3,02	1,36	0,12	0,03	0,03	0,02	0,01	Bal.

tableau II-2 : Composition chimique des lopins

Ces lopins ont été réceptionnés après l'application du cycle de CIC découpé. Pour le lopin 6938, le traitement post CIC de grossissement de grains a été réalisé sur les ébauches des éprouvettes dans les installations du laboratoire. Pour le lopin 6973, plus massif, nous avons appliqué ce traitement à l'ensemble du lopin. Cette opération a été sous traitée par la société ABMT. Dans les deux cas la suite du traitement est ensuite réalisée sur les ébauches. Les microstructures obtenues avec les deux lopins sont identiques. En conséquence, nous ne ferons plus de distinction entre les lopins.

II.2. Description des techniques de caractérisation

II.2.1 Microscopie Optique

Les échantillons observés en microscopie optique ont subi une préparation dont les principales étapes sont les suivantes :

- Polissage miroir au papier abrasif en carbure de silicium du grade 800 à 4000 sur disque rotatif et sous eau à une vitesse de 150 tours / min.
- Finition au feutre imprégné d'une suspension diamantée de $3\ \mu\text{m}$ puis $1\ \mu\text{m}$ à une vitesse de 300 trs/min jusqu'à disparition des rayures.

- Préattaque en utilisant une solution SPM à base de silice sur feutre à 300 trs/min pendant 30 secondes.
- Attaque chimique à l'aide d'une solution dite Kalling composée de 100 mL d'éthanol, 100 mL d'HCl et 5g de CuCl_2 et réalisée à température ambiante pendant 1 à 2 min en agitant périodiquement les échantillons.

L'acquisition des images est réalisée à partir d'un appareil photo numérique. Les observations se font jusqu'à un grandissement de 1000 et ont essentiellement pour objet l'étude de la taille de grain.

II.2.2 Microscopie Electronique à Balayage

Deux types de préparation d'échantillons ont été mis au point :

- La première technique consiste à obtenir des échantillons polis miroir : les premières étapes sont identiques à celles employées pour préparer les échantillons dédiés aux observations en microscopie optique. On s'arrête à l'étape de préattaque à la solution SPM. On obtient alors une surface plane où il est possible d'observer la précipitation. Dans le but d'obtenir une qualité de surface supérieure, certains échantillons sont polis à l'aide d'une table vibrante ; après plusieurs heures dans la machine, leur surface écaillée est décapée au contact de la solution SPM.

- La deuxième technique consiste à polir l'échantillon uniquement au papier abrasif et à réaliser ensuite l'attaque électrochimique suivante :

- Machine : Struers LectroPol 5
- Electrolyte : H_2SO_4 20% / Méthanol 80%
- Tension : 5V
- Flux : 10
- Temps : 3 - 10 s

Ce deuxième mode de préparation permet de faire ressortir la précipitation en dissolvant la matrice. En jouant sur le temps d'attaque, on contrôle la profondeur d'attaque. Les images obtenues permettent d'avoir une bonne perception du matériau mais n'autorisent pas une analyse quantitative de la précipitation.

Les observations ont été réalisées à l'aide d'un MEB Philips XL30 et d'un MEB FEG LEO Gemini 1530. Les échantillons ayant servi à l'analyse quantitative de la précipitation (fraction volumique, taille, espacement) ont été observés au MEB FEG en mode InLens avec une tension variant de 10 à 20 kV. Le détecteur utilisé se trouve dans la colonne à la verticale de l'échantillon et capte essentiellement les électrons secondaires.

II.2.3 Microscopie Electronique en Transmission

La microscopie électronique en transmission permet à la fois d'observer à une échelle nanométrique les échantillons, et d'obtenir des informations cristallographiques. C'est également la seule technique classique permettant d'observer les dislocations.

II.2.3.1.a Réalisation de lames minces

Pour réaliser des observations par microscopie électronique en transmission, il est nécessaire de disposer d'échantillons de faible épaisseur. On est donc amené à amincir considérablement les échantillons : dans le cas de l'Udimet, nous avons découpé des

tranches d'environ 1 mm d'épaisseur à la tronçonneuse, puis nous les avons embouties pour réaliser des disques de 3 mm de diamètre et de quelques centaines de microns d'épaisseur. Ces lames sont ensuite polies mécaniquement jusqu'à 70 μm au papier abrasif en carbure de silicium de grade 1200. Pour obtenir deux faces parallèles, elles sont placées et collées avec de la cire sur un dispositif visible sur la figure II-2.

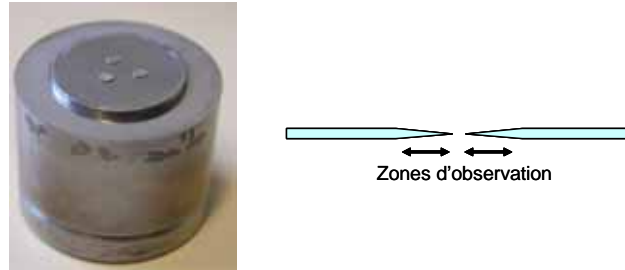


figure II-2 : A gauche, un plot de polissage, à droite le profil d'une lame mince

Pour atteindre une épaisseur inférieure à 70 μm , on réalise une attaque électrochimique jusqu'à perforation de la lame de manière à obtenir le profil présenté sur la figure II-2. Cette dissolution électrolytique est réalisée à l'aide d'un montage à électrolyse Ténupol 3. L'échantillon constitue l'anode du dispositif et l'électrolyte est refroidie à une température comprise entre 5°C et 15°C par un système de circulation d'alcool. On se place dans les conditions expérimentales suivantes :

- Tension appliquée : 18V
- Composition de l'électrolyte : 10% vol d'acide perchlorique, 90% vol d'éther mono butylique d'éthylène glycol

Le matériau a été observé à l'aide des MET JEOL 2000FX et JEOL 200CX. Dans le cas d'échantillons destinés à l'observation des dislocations, les lames ont été prélevées dans les éprouvettes après déchargement puis coupure de la chauffe.

II.2.3.1.b Technique d'observation de la précipitation

Dans le cas de l'Udimet, les clichés de diffraction présentent des taches intenses provenant de la diffraction de la matrice γ et des précipités γ' et des taches de plus faible intensité correspondant uniquement à la diffraction des précipités γ' (figure II-3). Ces taches appelées taches de surstructure proviennent du fait que les précipités γ' ont une structure ordonnée, ce qui permet de retrouver les taches éteintes de la structure cfc désordonnée.

En faisant une image en champs sombre sur la tache de surstructure, on obtient une image où seule la précipitation apparaît. Pour cela, on positionne par exemple le plan {110} de la structure ordonnée en position de Bragg et on fait une image en ne sélectionnant que la tache correspondante.

II.2.3.1.c Technique d'observation des dislocations en mode « Weak beam »

L'observation des dislocations se fait le plus souvent en utilisant la technique dite « 2 ondes -champ clair ou champ sombre ». Dans ce cas, un plan du cristal est positionné en condition de Bragg par rapport au faisceau d'électrons incident et l'image est formée soit à partir du faisceau transmis (champ clair), soit à partir du faisceau diffracté (champ sombre). Le contraste lié à la présence de dislocations provient du fait que les plans cristallographiques déformés au voisinage de celles-ci ne sont plus dans les mêmes

conditions de diffraction que le cristal parfait. La technique dite de « faisceau faible » ou « Weak Beam » consiste non plus à mettre en condition de Bragg un plan du cristal parfait, mais plutôt une partie des plans déformés par la dislocation. Dans ce cas, l'image de la dislocation qui apparaîtra en clair sera beaucoup plus fine. Pour cela, il faut tout d'abord orienter l'échantillon pour le mettre en condition de « 2 ondes » puis l'incliner légèrement pour s'éloigner des conditions de Bragg. On dit que l'on se place en condition « $g - ng$ » lorsque le faisceau incident forme avec les plans du cristal parfait un angle de n fois l'angle de Bragg et qu'alors l'onde ng est excitée (figure II-4).

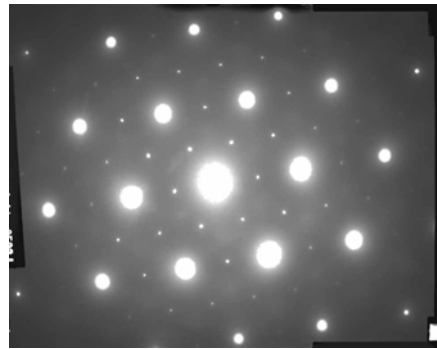


figure II-3 : Exemple d'un cliché de diffraction d'U720

Pour former l'image, on sélectionne le faisceau diffracté g . Seuls les plans distordus par la dislocation qui seront en condition de Bragg diffracteront. En conséquence, plus on utilisera une tache éloignée du faisceau transmis ($g, 4g$), ($g, 5g$)... plus les dislocations apparaîtront fines, car seuls les plans les plus distordus proches du coeur diffracteront.

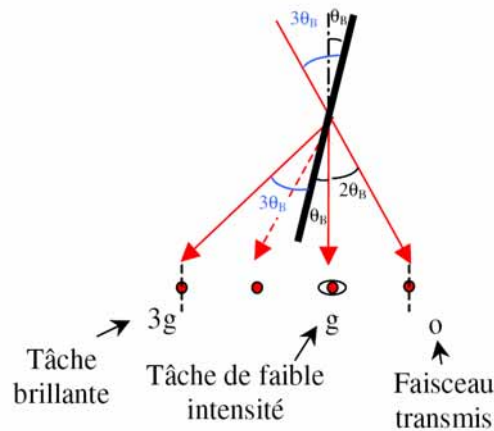


figure II-4 : Observation en Weak beam

II.3. Analyse de la microstructure

II.3.1 Taille de grain et précipités aux PPB

Une fois le traitement thermique entièrement réalisé, la microstructure a été observée par microscopie optique après attaque chimique et par MEB en mode Inlens et BSE⁷ (figure II-5). On constate de nombreux gros grains d'environ 50-80 μm ainsi que des grains plus fins d'environ 20 μm . A plus grande échelle, la microstructure semble homogène : on

⁷ Back Scattering Electron : electron rétrodiffusé

n'observe pas de vaste zone où seule une des deux populations est présente exclusivement. Dans les plus gros grains, l'attaque chimique permet de révéler la frontière des anciennes particules de poudre de forme circulaire (figure II-5 A et B). On constate bien que les joints de grains sont passés au delà des frontières des anciennes particules.

La microscopie à balayage en mode BSE a permis d'observer les précipités aux PPB (particules noires sur la figure II-5 D). On remarque que la majorité de ces précipités sont situés à l'intérieur des grains. Contrairement à l'Udimet 720 MdP classique, la plupart des joints de grains ne sont pas décorés de précipités au PPB.

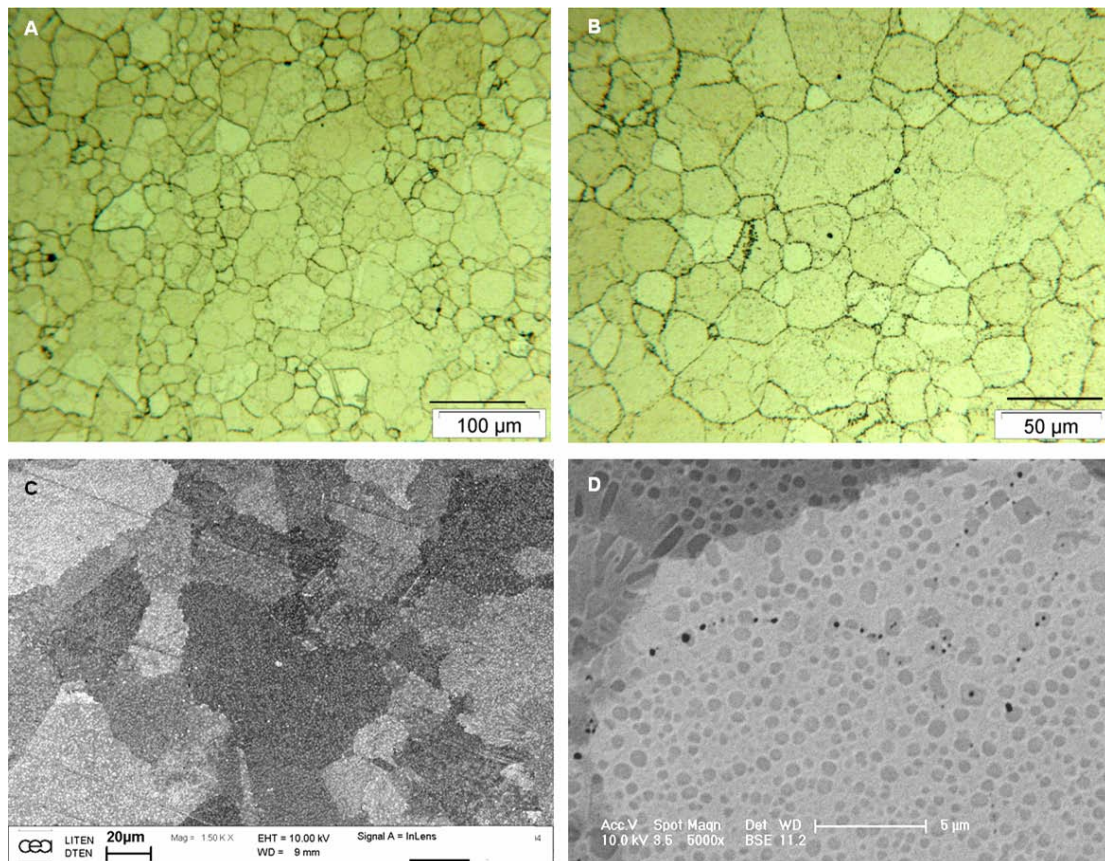


figure II-5 : Observation de la taille de grain et de la décorrélation entre les PPB et les joints de grains. Images A et B, observation au microscope optique, image C en MEB InLens, image D en MEB BSE.

II.3.2 Précipitation γ'

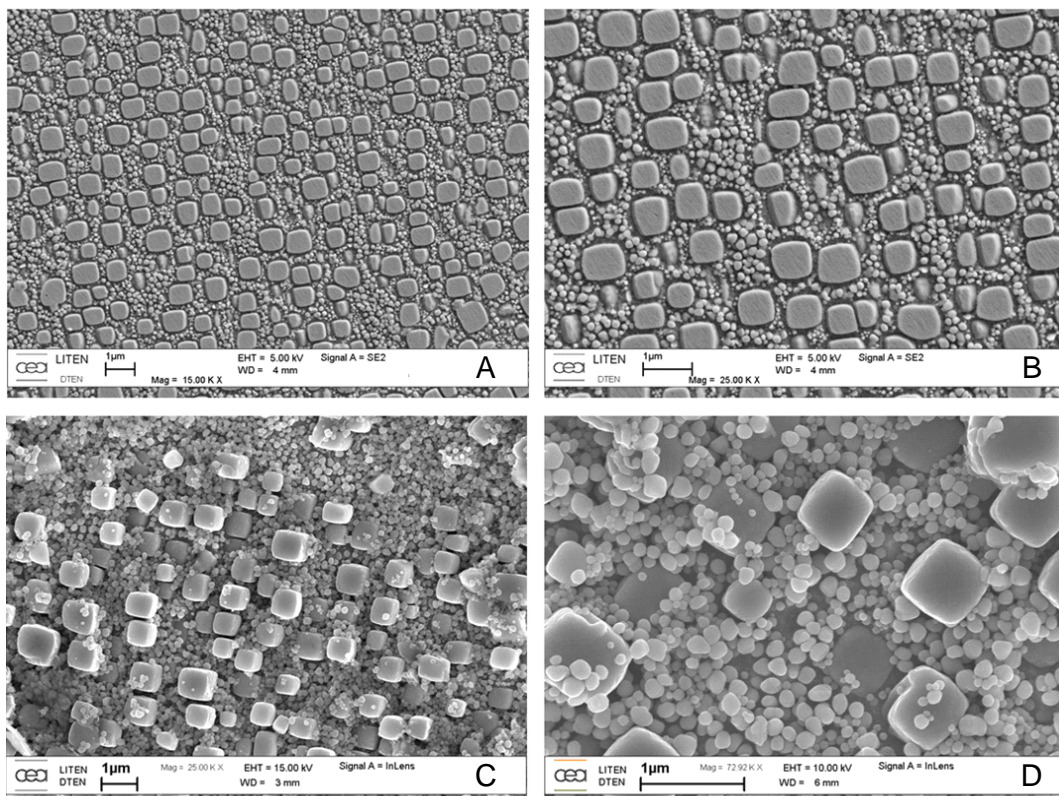
La précipitation γ' a été observée au MET ainsi qu'au MEB FEG. Ces deux techniques permettent d'accéder à la précipitation tertiaire la plus fine. Pour réaliser une mesure des tailles et fractions volumiques des populations de γ' , l'analyse quantitative par Microscopie Electronique en Transmission est cependant plus ardue à mettre en œuvre. En effet les images obtenues sont la projection de la précipitation contenue dans la lame mince, il est donc nécessaire de connaître l'épaisseur de celle-ci pour exploiter toutes informations. En combinant l'observation en 2 ondes sur les taches de surstructure de la phase γ' et la mesure d'épaisseur par diffraction en faisceau convergent CBED (Convergent Beam Electron Diffraction), il est néanmoins possible d'extraire des données quantitatives sur la précipitation. Cette approche est présentée en Annexe B.

A cette méthode, il a été préféré l'analyse de coupe polie du matériau observé au MEB FEG. Les images utilisées ont un contraste plus uniforme et permettent de s'affranchir du biais introduit par les effets d'épaisseur.

II.3.2.1 Précipitation γ' intragranulaire

L'observation de la précipitation γ' révèle deux populations de précipités que l'on appellera « secondaire » et « tertiaire », qualificatifs choisis en fonction du moment d'apparition au cours du traitement thermique (les précipités primaires présents initialement dans la poudre étant totalement dissous lors du traitement à 1200°C / 24h). Les précipités γ' secondaires sont de forme cubique et ont germé pendant le refroidissement qui suit le palier à 1200°C. Les précipités tertiaires, plus petits et de forme sphérique, sont apparus lors de la trempe rapide qui suit la remise en solution partielle à 1110°C. La figure II-6 présente les images obtenues avec les différentes techniques d'observation et de préparation d'échantillon. En A et B l'échantillon a été faiblement attaqué, en C et D fortement attaqué, les images E et F ont été réalisées à partir d'échantillons polis et les images G et H ont été obtenues par MET en deux ondes sur une tache de surstructure de la phase γ' . L'analyse quantitative a été menée à partir d'images du type E et F, après binarisation, à l'aide des logiciels Aphélon et Labview.

L'alliage étudié possède une fraction volumique globale de phase γ' de 46%. Pour réaliser l'analyse quantitative des précipités secondaires de forme cubique, nous avons sélectionné les images dont le plan de coupe est parallèle aux facettes des précipités (sur ces images les précipités d'un même grain ont une forme carrée). Pour cette population de précipités, le calcul de la taille a été réalisé en assimilant la forme des précipités à un cube parfait et les valeurs présentées correspondent aux arêtes équivalentes.



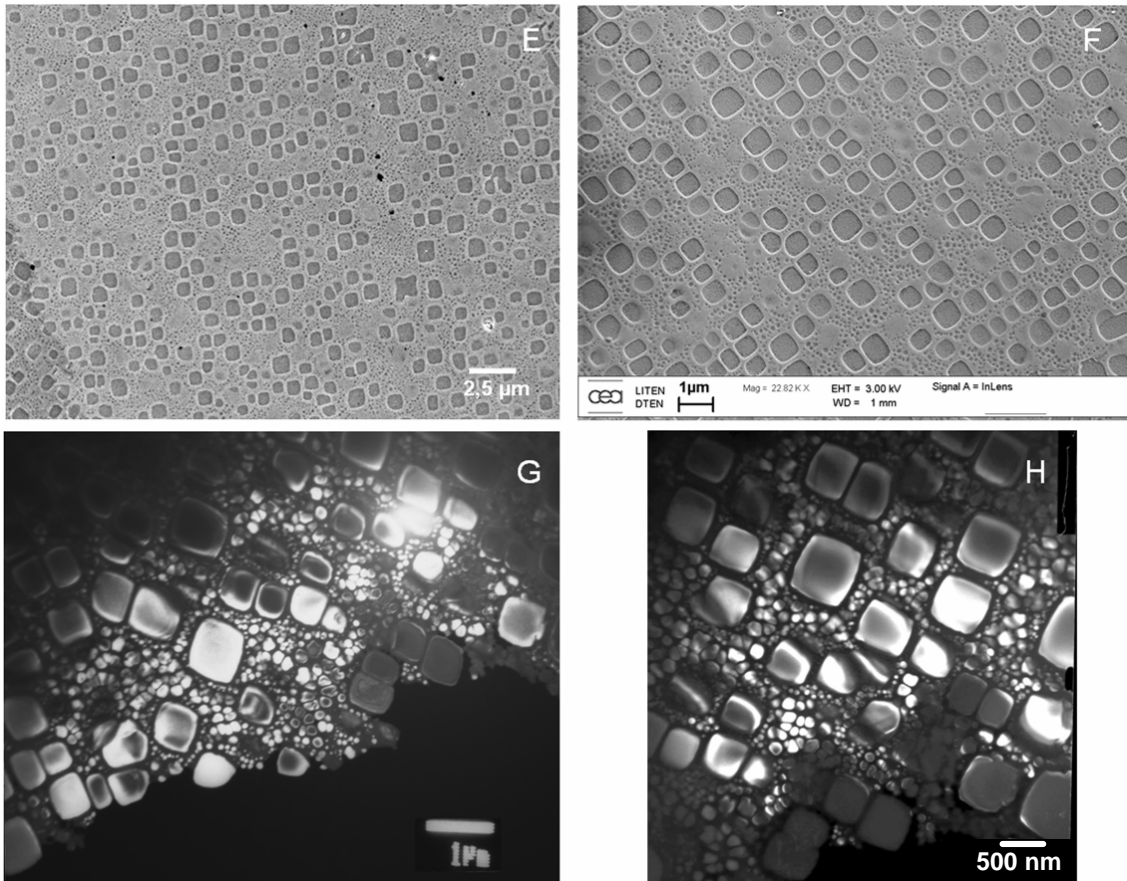


figure II-6 : Observation de la précipitation γ' intragranulaire

La figure II-7 présente la distribution de taille des précipités γ' secondaires intragranulaires obtenue en mesurant environ 350 précipités. On observe une taille moyenne d'environ 650 nm et une fraction volumique de 30,5 %.

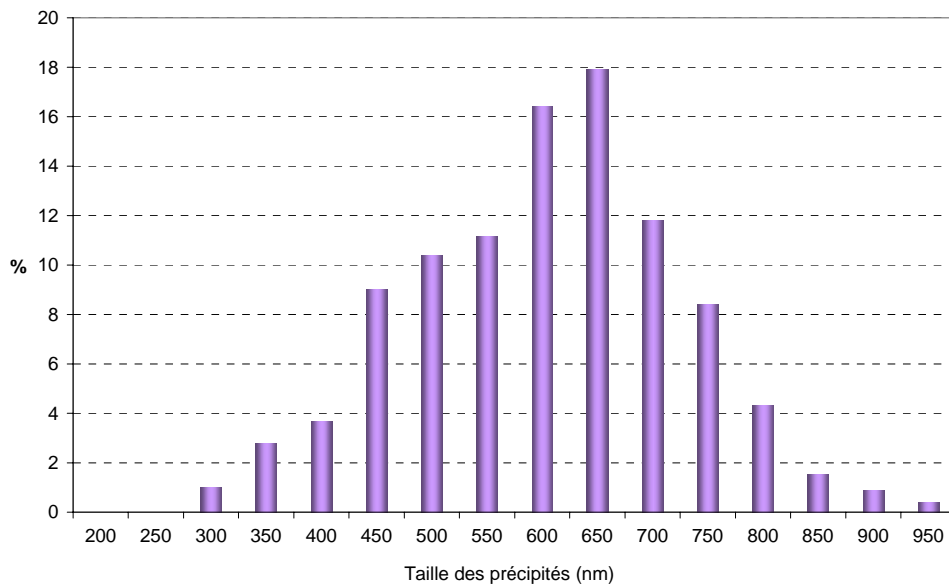


figure II-7 : Distribution de taille des précipités secondaires

Des images de la précipitation tertiaire à fort grandissement sont présentées en figure II-8. Les images A (échantillon attaqué) et C (échantillon poli) ont été obtenues par MEB et les images B et D par MET.

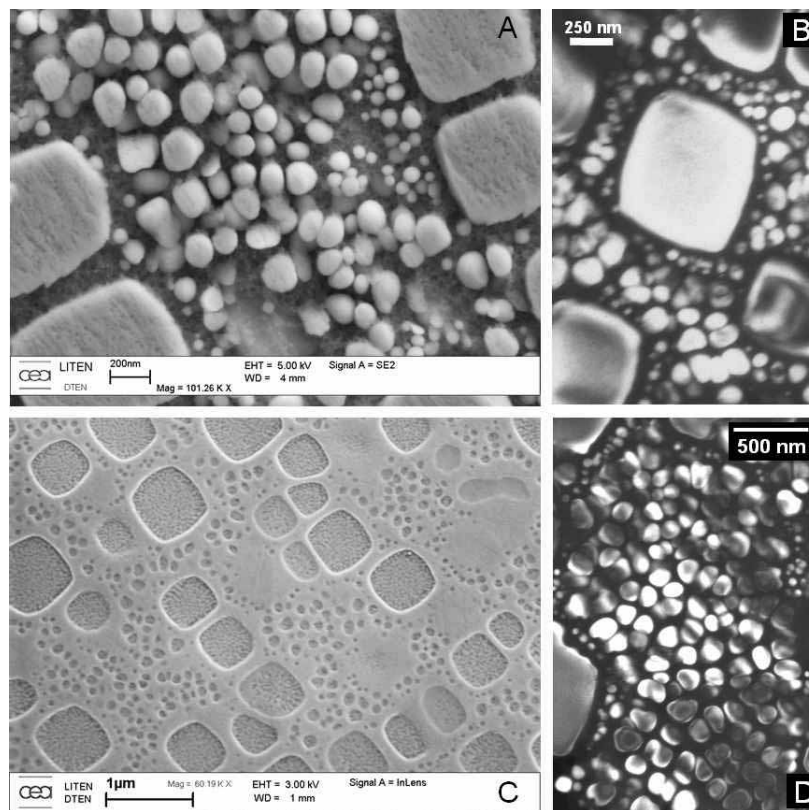


figure II-8 Observation de la précipitation γ tertiaire intragranulaire

La figure II-9 présente la distribution de taille obtenue après le traitement thermique complet (mesure effectuée sur environ 1600 précipités). Il est important de rappeler que ces résultats ont été obtenus à partir de coupes polies d'échantillons. Dans le cas des précipités tertiaires de forme sphérique, les diamètres mesurés à partir d'une coupe du matériau sous-estiment légèrement les diamètres réels des précipités. En effet, pour que ces deux valeurs soient identiques, il faut que l'ensemble des précipités soient coupés dans leur épaisseur maximale. Cet événement a une probabilité faible de se produire. Il existe différentes méthodes de correction [Coster 1985]. Celles-ci n'ont pas été appliquées dans le cadre de cette étude, cependant, les observations MET des lames minces ainsi que les observations MEB du matériau fortement attaqué, sont cohérentes avec la distribution de taille mesurée. Ces deux techniques permettent d'observer la plupart des précipités tertiaires dans leur ensemble. Les valeurs mesurées semblent donc peu différentes des valeurs réelles. La valeur des diamètres mesurés est comprise entre quelques nanomètres et 170 nm avec une moyenne d'environ 80 nm et la fraction volumique observée est de 15,5%.

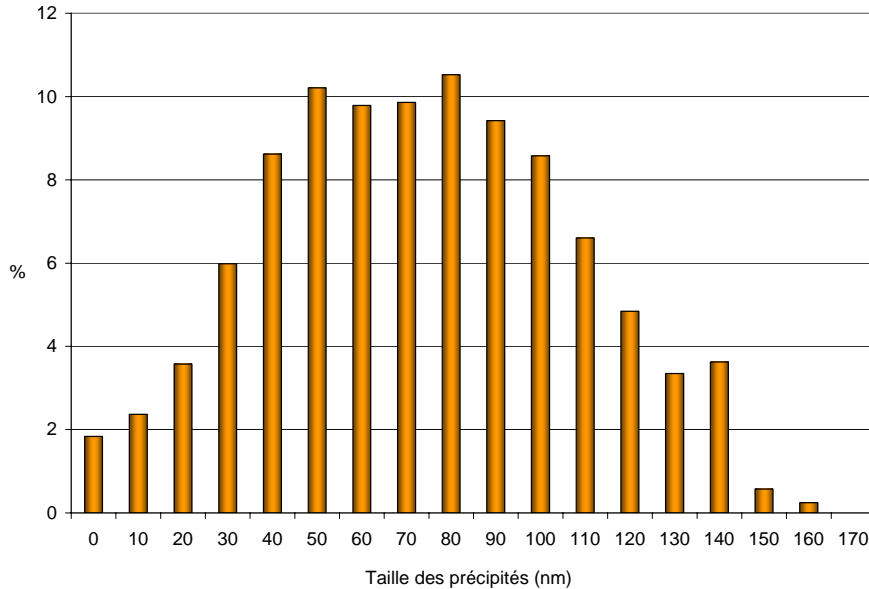


figure II-9 : Distribution de taille des précipités tertiaires

Les caractéristiques de précipitation γ' intragranulaire sont comparables à celles observées dans l'Udimet 720 après un traitement « Creep Resistant » classique [Couturier 2004] [Dubiez 2003][Furrer 2000][Sczerzenie 1988].

II.3.2.2 Effets des traitements de vieillissement sur la précipitation γ'

La figure II-10 est une image de la précipitation obtenue après le traitement à 1110°C, on remarque que les deux populations de précipités sont déjà présentes.

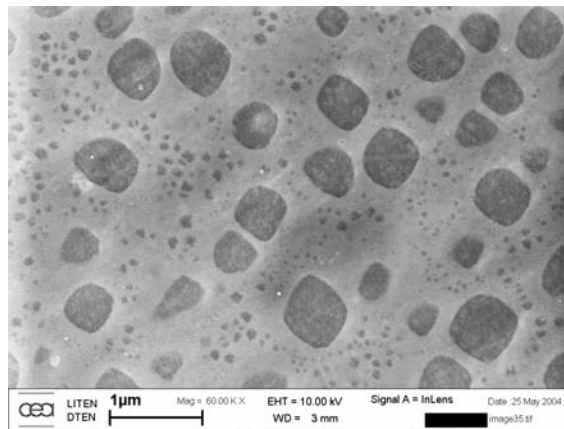


figure II-10 : Observation de la précipitation avant les traitements de vieillissement

Les distributions de taille des précipités secondaires et tertiaires obtenues avant les traitements de vieillissement, sont présentées respectivement sur la figure II-11 et sur la figure II-12. Les mesures ont été effectuées sur environ 800 précipités tertiaires et 250 précipités secondaires. Bien que les précipités les plus fins (<20 nm) de la microstructure avant vieillissement (visibles sur la figure II-10) semblent avoir échappé à l'analyse d'image, on observe que les deux populations de précipités γ' ont coalescé pendant les traitements de vieillissement.

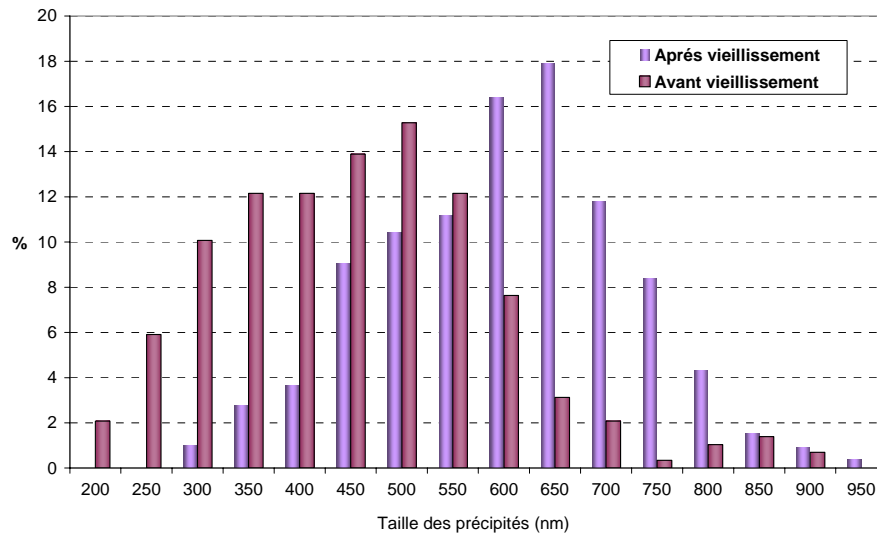


figure II-11 : Effet des traitements thermiques de vieillissement sur la distribution de taille des précipités secondaires

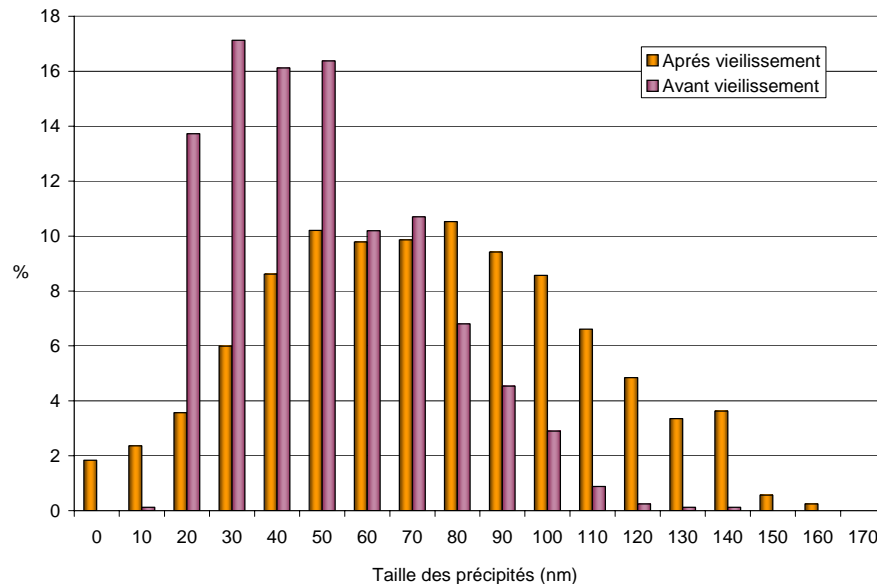


figure II-12 : Effet des traitements thermiques de vieillissement sur la distribution de taille des précipités tertiaires

Les résultats montrent que la taille moyenne des précipités secondaires augmente de 450 nm à 650 nm, et que celle des précipités tertiaires augmente de 55 nm à 80 nm, soit un accroissement de taille d'environ 140 % dans les deux cas.

II.3.2.3 Précipitation intergranulaire

La diffusion étant généralement plus rapide aux joints de grains, certains précipités γ' localisés aux joints de grains ont coalescé plus rapidement et possèdent une taille supérieure au micron (figure II-13).

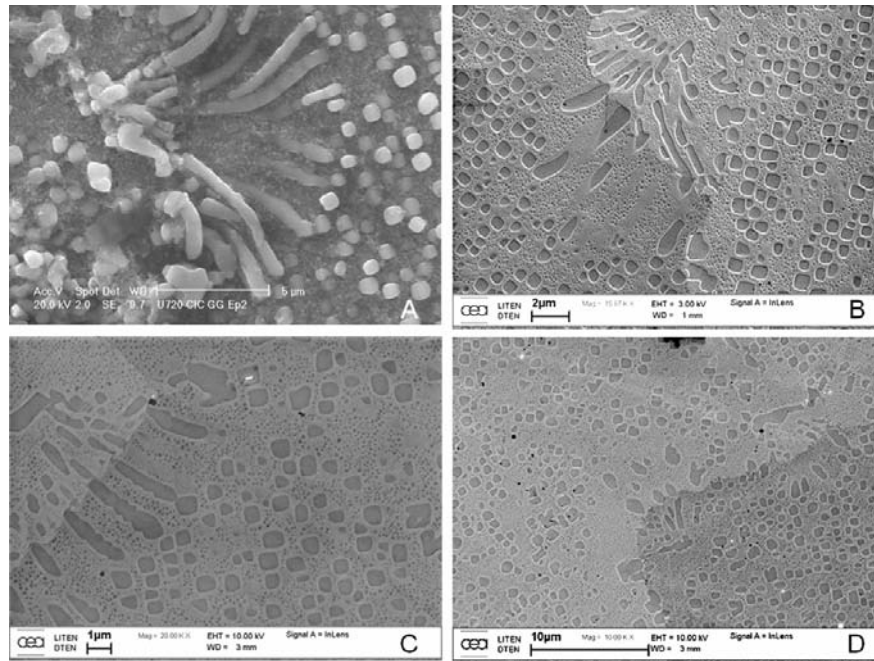


figure II-13 : Observation de la précipitation γ' intergranulaire

Ces zones, où les précipités secondaires sont plus gros et moins nombreux, laissent de grandes surfaces où seule la précipitation tertiaire est présente. On remarque également au niveau de certains joints de grains, de longs précipités de plusieurs microns. Cette forme particulière en éventail (Fan-type) s'explique par le fait que ces précipités germent et coalescent lors du refroidissement du traitement de croissance des grains, alors que les joints de grains sont encore mobiles emportant ainsi la précipitation γ' . Ce type de précipitation a déjà été observé dans l'Udimet 720 [Furrer 1999] [Pierron 2000] pour des refroidissements lents. Nous avons également observé la présence de quelques carbures intergranulaires de type $M_{23}C_6$ en quantité très limitée.

II.3.3 Taille de couloir entre précipités γ'

La taille de couloir entre précipités est un paramètre important dans le fluage dislocations. Nous avons vu dans le chapitre « bibliographie » que les mécanismes de déformation mis en jeu dépendent de la taille de couloir. En Microscopie Electronique en Transmission, il est possible, lorsque le matériau présente des bandes de cisaillement après déformation, de déterminer précisément la taille de couloir entre deux précipités sur le plan de glissement des dislocations [Locq 2004]. L'objectif ici est de déterminer une taille moyenne de couloir entre précipités et non une valeur locale. Cette valeur moyenne sera ensuite intégrée à la modélisation du fluage.

La distribution de taille de couloir entre précipités a donc été évaluée à l'aide d'un programme développé sous Imaq Labview. La technique mise en œuvre est présentée sur la figure II-14. L'image MEB est tout d'abord seuillée pour obtenir une image binarisée. Un algorithme de Danielson est ensuite appliqué pour obtenir une carte des distances entre précipités. Un exemple est présenté en figure II-15, à chaque pixel est associée une couleur en fonction de la distance au plus proche précipité, en rouge les zones les plus éloignées des précipités et en bleu les zones les plus proches.

On réalise en parallèle un squelette à partir de l'image binarisée. Cette opération permet d'obtenir une image binaire composée de pixels situés à égale distance des plus proches précipités. On applique ensuite une opération AND entre la carte des distances entre

précipités et le squelette pour obtenir une carte des couloirs entre précipités. Cette image associe à chaque pixel du squelette une couleur fonction de la distance au plus proche précipité (figure II-16).

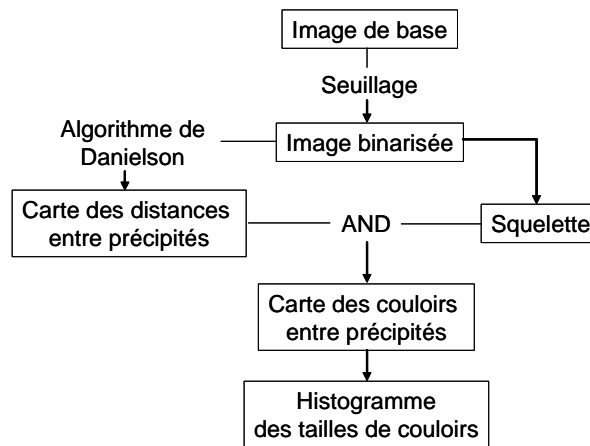


figure II-14 : Technique de mesure des tailles de couloirs

En réalisant l’histogramme des couleurs et en utilisant un coefficient relationnel entre couleur et distance, il est alors possible d’obtenir une distribution de taille de couloirs entre précipités.

Les résultats obtenus à partir de plusieurs images à fort grossissement sont présentés en figure II-17. On observe une taille de couloir moyenne d’environ 100 nm. Cette valeur sera utilisée comme paramètre pour modéliser le comportement en fluage du matériau.

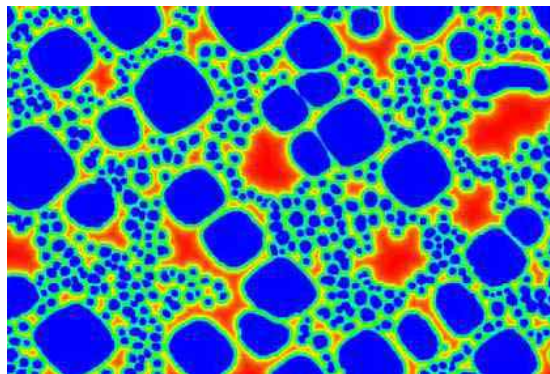


figure II-15 : Carte des distances entre précipités obtenue par un algorithme de Danielson

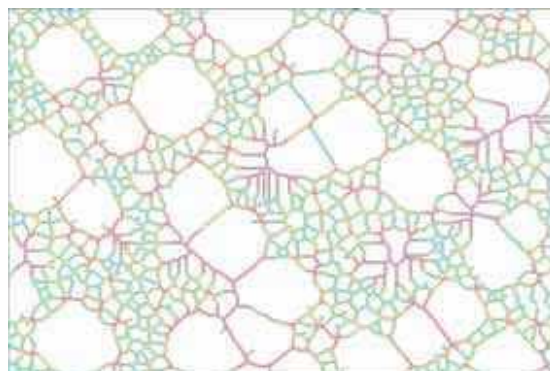


figure II-16 : Carte des couloirs entre précipités.

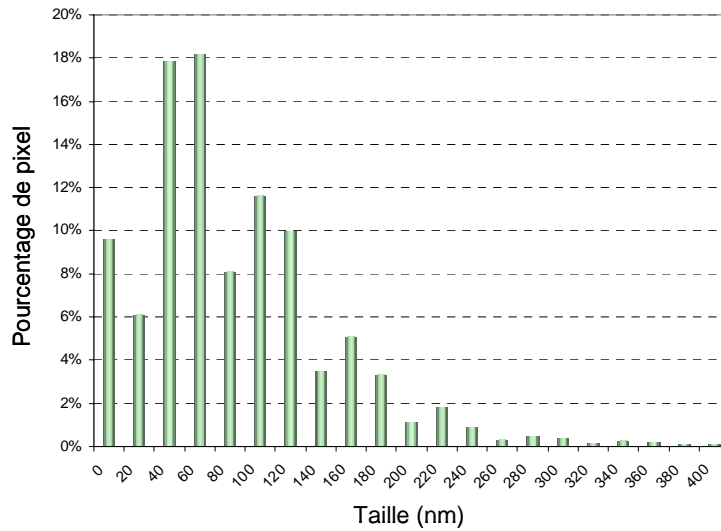


figure II-17 : Distribution de taille de couloirs

II.4. Bilan des caractéristiques de la microstructure

Les différents résultats présentés dans ce chapitre sont résumés dans le tableau II-1.

Taille de grain	Deux populations (répartition homogène): ➤ 50 - 80 μm ➤ 20 μm
Taille des précipités secondaires	650 nm
Forme des précipités secondaires	cubique
Taille des précipités tertiaires	80 nm
Forme des précipités tertiaires	sphérique
Fraction volumique de γ'	46 %
Fraction volumique de précipités secondaires	30,5 %
Fraction volumique de précipités tertiaires	15,5 %
Taille moyenne de couloir entre γ'	100 nm
Joints de grains	Souvent décorés de gros précipités γ'

tableau II-1 : Bilan des caractéristiques de la microstructure

II.5. Vieillessement thermique

L'objectif du vieillissement thermique est de vérifier la stabilité thermique de la microstructure du matériau. Deux expériences de vieillissement à 700°C ont été réalisées : la première sans charge et la deuxième sous charge. En effet, dans certains superalliages tels que l'inconel 718, un fort effet de la triaxialité des contraintes a été observé sur l'évolution à chaud de la précipitation [Molins 1991]. Etant donné que les disques de turbine comportent des zones de triaxialité élevée, nous avons décidé de mettre en place un essai de vieillissement sous contrainte à partir d'une éprouvette axisymétrique tri-entaillée (plan des éprouvettes en Annexe C).

II.5.1.1.a Vieillessement à 700°C sans charge

Des échantillons du matériau étudié ont été placés dans un four à 700°C pour une durée atteignant 9300 h. La figure II-18 montre l'état de la précipitation obtenu après les 9300h de vieillissement.

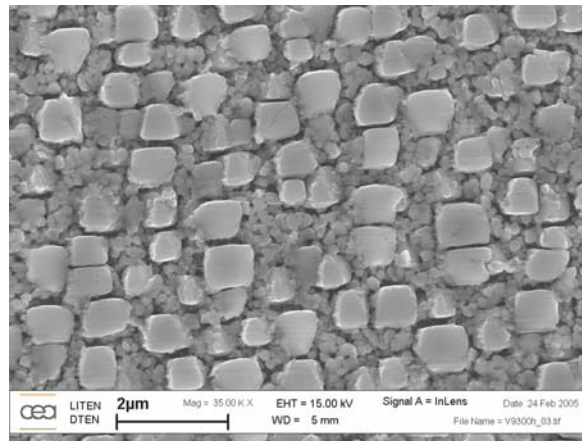


figure II-18 : Observation de la microstructure après 9300h à 700°C

On observe que les deux populations de précipités sont toujours présentes. Les précipités γ' ont sensiblement la même taille que dans l'état de référence.

II.5.1.1.b Vieillessement à 700°C sous charge

La contrainte uniaxiale imposée (F/S_0 où S_0 est la section minimale) est 400 MPa et la température de 700°C. Seule la précipitation au voisinage de l'entaille de rayon 1,6 mm a été étudiée. Le taux de triaxialité se définit par le rapport $\frac{\sigma_m}{\bar{\sigma}}$ où σ_m est la contrainte moyenne ($(\sigma_z + \sigma_\theta + \sigma_\rho)/3$) et $\bar{\sigma}$ la contrainte de Von-Mises. Ce taux de triaxialité est maximal sur l'axe de révolution dans le plan de section minimale.

La figure II-19 présente en B1 et B2 les observations MEB effectuées dans la zone de triaxialité la plus élevée, et en A et C les observations effectuées dans des zones éloignées de l'entaille à faible taux de triaxialité.

Après 1000h de vieillissement sous contrainte, on n'observe pas de variation significative de la précipitation γ' avec le taux de triaxialité. On notera tout de même la présence de

certaines précipités à bords irréguliers dans la zone de plus forte triaxialité (figure II-19 B1). Cette observation, très localisée ne semble pas être une manifestation probante d'un phénomène lié au fort taux de triaxialité : plusieurs zones de taux de triaxialité semblable ont été examinées et n'ont pas présenté ces caractéristiques (figure II-19 B2).

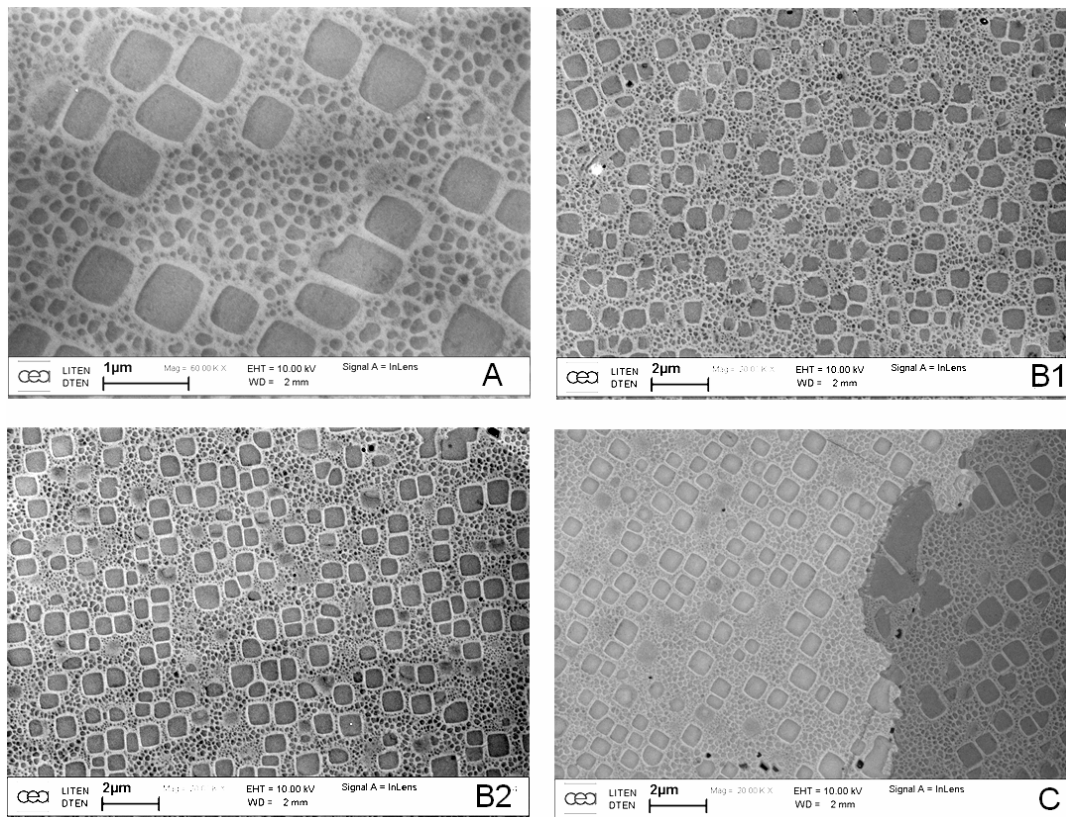


figure II-19 : Observation de la précipitation après 1000 h de fluage à 400 MPa

Dans l'ensemble des échantillons observés ayant subi du fluage nous n'avons également pas observé d'évolution de la précipitation γ' . L'application du traitement « Creep Resistant » confère donc à cet alliage une bonne stabilité thermique.

Chapitre III - Description des essais mécaniques

Dans cette partie, nous présentons les techniques expérimentales employées pour réaliser les essais mécaniques. Le matériau étudié a été caractérisé sous air en traction, fluage et fatigue. La turbine des Réacteurs Haute Température ne fonctionnant pas sous air mais sous hélium, des essais sous environnement contrôlé ont également été réalisés afin de s'assurer que le comportement observé sous air, susceptible d'être affecté par l'oxydation en surface, est bien représentatif du comportement en volume du matériau. Des essais couplés de fluage et fatigue ont également été conduits pour évaluer les effets des « arrêts / redémarrages » de la turbine. La définition des paramètres de ces essais couplés sera présentée plus en détail dans le chapitre IV.

III.1. Traction

III.1.1 Essais sous air

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine électromécanique Adamel DY36 équipée d'un four résistif. Les cellules de force utilisées ont une capacité de 50 kN ou 20 kN. Le pilotage de la traverse est réalisé à l'aide du logiciel TestWorks de MTS. Les éprouvettes sont de type axisymétrique à collerettes de longueur totale de 70 mm pour une longueur utile de 20 mm et un diamètre utile de 4 mm (Annexe C). Les ébauches de diamètre 12,5 mm sont prélevées par carottage au fil dans les lopins d'Udimet puis usinées au tour après traitement thermique. L'allongement de la partie utile des éprouvettes reportée par un système de tringlerie fixé sur les collerettes est mesuré par un capteur LVDT.

Les essais sont menés à 20°C et 700°C en pilotant la vitesse de déformation sur le signal de l'extensomètre. Cette vitesse en condition standard est de 0,6 mm/min soit, compte tenu de la dimension utile des éprouvettes une vitesse de déformation de $5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$. Afin d'analyser l'effet de la vitesse de traction sur le comportement de l'alliage, des essais ont également été réalisés pour les vitesses de déformation de 10^{-1}s^{-1} et $5 \cdot 10^{-6} \text{s}^{-1}$.

III.1.2 Essais sous environnement contrôlé

Les essais de traction sous environnement contrôlé ont été réalisés à Toulouse au CIRIMAT sur une machine électromécanique de Type Synergie 1000 de marque MTS (figure III-1). Le contrôle de l'essai et l'acquisition des données sont assurés par un PC à l'aide du logiciel TestWork v4. Les éprouvettes utilisées sont plates de longueur totale 47 mm et d'épaisseur 1 mm. La longueur utile est de 20 mm pour une section de 3 mm² (Annexe C). Les ébauches sont prélevées par découpe au fil puis usinées après traitement thermique. Pour réaliser les essais, les éprouvettes sont placées dans une enceinte étanche, le chauffage est assuré par un four à lampes et la déformation de l'éprouvette est mesurée par extensomètre laser. Sur chaque éprouvette sont soudés des thermocouples pour

permettre le contrôle de la température et deux drapeaux (feuilles métalliques) pour repérer la zone utile (figure III-2).

Tous les essais sont réalisés à 700°C. Des essais de traction ont été réalisés en mode de contrôle de déplacement de la traverse, un déplacement de 0,6 mm/min de la traverse est imposé qui correspond à une vitesse de déformation nominale de la longueur utile de l'éprouvette de $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Les essais sous une atmosphère réductrice sont menés en pratiquant un balayage d'argon hydrogéné à 5% vol. de H₂, les essais réalisés sous atmosphère oxydante sont menés en pratiquant un balayage d'air synthétique (80% N₂ et 20% O₂).

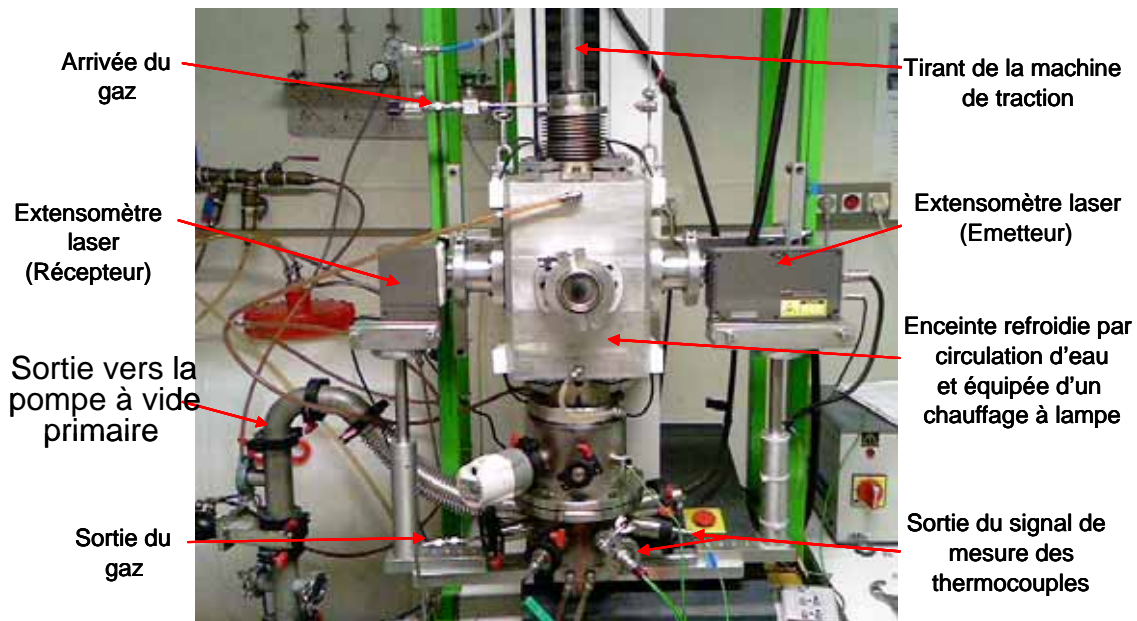


figure III-1 : Machine de traction sous environnement contrôlé

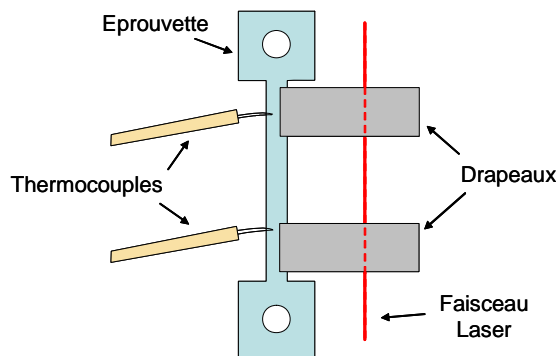


figure III-2 : Schéma des dispositifs placés sur les éprouvettes, servant à la mesure de la température et de la déformation

III.2. Fluage

III.2.1 Essais sous air

Les essais de fluage sont réalisés à force constante (charge morte) sur des machines Mayes d'une capacité de 20 kN ou 30kN.

Les éprouvettes sont identiques à celles utilisées en traction sous air (axisymétriques à collerettes). Le chauffage est résistif et le contrôle de la température est effectué par trois thermocouples placés au contact de l'éprouvette (figure III-3). La mise en température est réalisée avec une précharge d'environ 10% de la charge totale. Un fois la température atteinte, le four est stabilisé pendant une heure puis la mise en charge des essais est effectuée à 4 MPa/s. Cette valeur permet de placer les poids le plus rapidement sans à-coup dans toute la gamme de contrainte prospectée. L'allongement de l'éprouvette est mesuré par un extensomètre fixé sur les collerettes et pourvu d'un capteur LVDT dont la précision est de 0,15 μm pour une course de ± 5 mm. Le signal délivré par ce dispositif d'extensométrie et par le thermocouple central est enregistré par deux PC et une table traçante. Le zéro de déformation est effectué après la mise en charge.

La salle dans laquelle les machines de fluage sont placées, est climatisée pour éviter toute perturbation du signal par des éventuelles variations de température. La température d'étude a été fixée à 700°C sous air pour des contraintes comprises entre 450 MPa et 750 MPa. Quelques essais à 750°C ont également été réalisés.

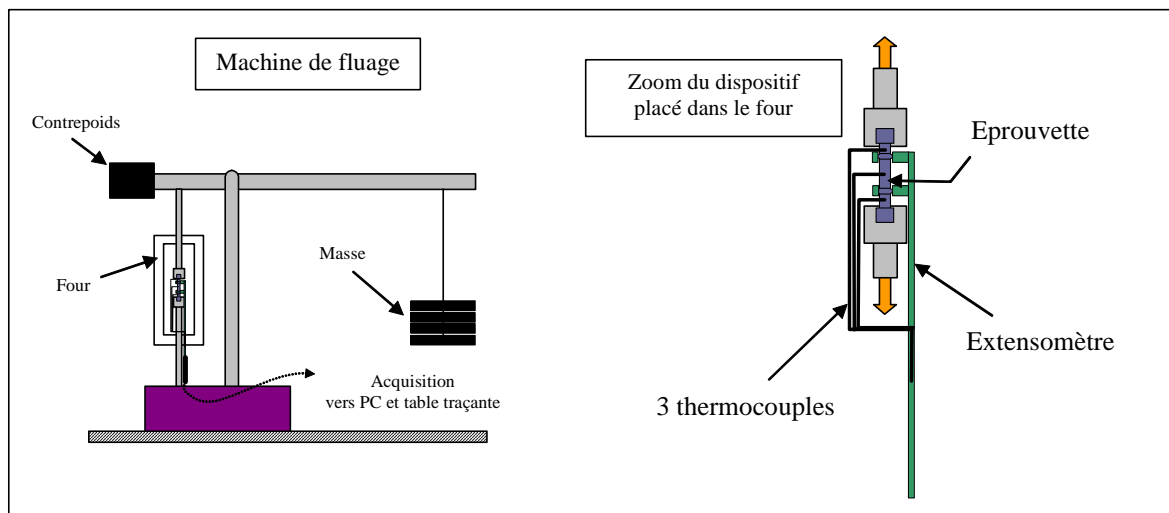


figure III-3 : Schéma d'une machine de fluage

III.2.2 Essais sous environnement contrôlé

Un essai de fluage avec changement d'atmosphère a été réalisé au CIRIMAT à Toulouse sur une machine à levier à force constante. La force est imposée par un ensemble de masses calibrées via un levier qui permet d'appliquer une multiplication de l'effort d'un facteur 20. Le chauffage est assuré par un four à lampe, et l'éprouvette est située au centre d'un tube en quartz étanche, ce qui permet le contrôle de la température et de l'atmosphère gazeuse. La déformation est suivie tout au long de l'essai à l'aide d'un micromètre laser utilisé comme extensomètre, ce qui permet des mesures avec une précision de l'ordre du micromètre sur la longueur utile de l'éprouvette.

La géométrie de l'éprouvette et son instrumentation sont les mêmes que pour la traction sous environnement contrôlé (Annexe C et figure III-2).

L'essai de fluage a été réalisé à 700°C avec une charge de 90 N correspondant à une contrainte nominale appliquée à l'échantillon de 600 MPa. La mise en charge est réalisée progressivement de manière manuelle à 4MPa.s⁻¹. Le début de l'essai est réalisé sous un balayage d'argon hydrogéné (5% vol. de H₂) de façon à s'assurer de rester dans des conditions réductrices par rapport à l'alliage utilisé. Au bout d'environ 63 heures de fluage dans ces conditions, de l'air synthétique est introduit dans l'enceinte à la place de l'argon hydrogéné.

III.3. Fatigue oligocyclique

La fatigue plastique oligocyclique des échantillons a été réalisée sur une machine hydraulique MTS d'une capacité de 100kN équipée d'un four résistif. Cette machine est située dans une pièce climatisée ce qui permet d'éviter les perturbations du signal par les variations de température.

Les éprouvettes sont de type axisymétrique et possèdent un diamètre utile de 6 mm et une longueur utile de 14 mm (Annexe C). Le rapport (diamètre utile / longueur utile) est plus élevé que pour les éprouvettes de type traction ou fluage afin d'éviter le flambement en phase de compression. Elles sont prélevées par découpe au fil dans les lopins d'Udimet 720 puis usinées au tour après traitement thermique. La surface utile est ensuite polie au papier de verre de grade 1200, 2400 puis 4000.

La mesure de température est effectuée par le biais d'un thermocouple en contact avec l'éprouvette. Un extensomètre à tiges de quartz, refroidi par un circuit d'eau, assure la mesure de la déformation.

Les essais sont réalisés sous air et pilotés sur le signal de l'extensomètre par un PC à l'aide du logiciel TestStar de MTS. Les sollicitations exercées ont pour caractéristiques :

- $R = \left(\frac{\varepsilon_{\min}}{\varepsilon_{\max}} \right) = 0,05$
- ε_{\max} est compris entre 0,7% et 1,2%
- Forme du signal : triangulaire
- $f \text{ (Hz)} = \frac{\dot{\varepsilon}}{2\Delta\varepsilon}$ avec $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \cdot \text{s}^{-1}$

Différentes données comme les cycles d'hystérésis ou la variation des contraintes maximale et minimale sont affichées à l'écran permettant de suivre l'essai en temps réel.

III.4. Relaxation

III.4.1 Relaxation simple

Des essais de relaxation simple ont été menés sur la machine hydraulique MTS utilisée pour réaliser les essais de fatigue oligocyclique. Les éprouvettes utilisées sont les mêmes qu'en fluage et traction sous air (diamètre 4 mm, longueur utile 20 mm). Des mors ont été spécialement usinés pour pouvoir adapter des éprouvettes de diamètre utile 4 mm de type

fluage. Un extensomètre à tiges de quartz, refroidi par un circuit d'eau, assure la mesure de la déformation (les collerettes de l'éprouvette ne sont pas utilisées).

Les essais de relaxation sont réalisés à 700°C en débutant comme les essais de traction : l'éprouvette est d'abord déformée à vitesse constante ($5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$) jusqu'au seuil choisi, puis la déformation est maintenue pendant un temps suffisamment long pour que la plus large gamme de contraintes soit balayée. Le déplacement de la traverse est contrôlé par un PC équipé du logiciel TestWare SX qui permet d'asservir le pilotage sur le signal délivré par l'extensomètre. Cette technique permet de s'affranchir des problèmes de rigidité de la machine.

III.4.2 Relaxation multiple

Les essais de relaxation multiple ont été réalisés au CIRIMAT et également au CEA. A Toulouse au CIRIMAT, les essais ont été menés sur une machine électromécanique Synergie 1000 (la même machine que pour les essais de traction sous environnement contrôlé). Les éprouvettes employées sont également similaires à celles utilisées en traction à Toulouse. Au CEA Grenoble, les essais ont été menés sur la machine électromécanique Adamel DY36, utilisée pour réaliser les essais de traction sous air.

Tous les essais ont été conduits à 700°C sous air. Le mode opératoire est le suivant :

- Déformation de l'éprouvette à vitesse constante (pilotée par l'extensomètre) jusqu'à la contrainte fixée σ_i .
- Relaxation du matériau en maintenant la traverse fixe pendant un temps Δt_i .
- Déformation de l'éprouvette à vitesse constante jusqu'à ce que l'on retrouve la contrainte σ_i .
- On répète 3 à 4 fois les deux dernières étapes puis on déforme l'éprouvette à vitesse constante jusqu'à la contrainte suivante (supérieure) $\sigma_{(i+1)}$.
- On réitère ensuite l'opération n fois, n étant le nombre de contraintes choisi.

Un premier essai a été réalisé avec un maintien par asservissement de la valeur de l'extensomètre, cette procédure alourdit fortement la réalisation de l'essai sur une machine électromécanique, sans apporter un avantage très probant d'un point de vue de l'exploitation des résultats. Par conséquent, cette procédure n'a pas été poursuivie. Les séries de relaxation ont donc été menées en maintenant fixe la traverse de la machine de traction une fois le niveau de contrainte atteint.

III.5. Essais mécaniques couplés

Quatre types d'essais couplés ont été mis en œuvre, le mode opératoire suivi est présenté ci-dessous.

III.5.1 Prédéformation en fatigue puis fluage

Des essais de fatigue oligocyclique ont été menés sur des éprouvettes de diamètre 6 mm (type fatigue) puis interrompus après N cycles. Des éprouvettes de fluage ont ensuite été prélevées dans le volume des éprouvettes de fatigue (Annexe C). Le diamètre de ces éprouvettes de fatigue est réduit par usinage pour le ramener à 4 mm. Notons que cette opération qui élimine les micros défauts éventuellement créés en surface lors des essais de fatigue n'est pas pénalisante pour nos analyses car dans cette étude nous nous intéressons aux effets induits par la déformation plastique en volume.

Des essais de fluage ont alors été conduits sur ces éprouvettes prédéformées en fatigue. L'ensemble des essais (fatigue et fluage) a été réalisé sous air à 700°C. Les essais de prédéformation en fatigue ont été menés avec ε_{\max} compris entre 1% et 1,2% et ont été interrompus après N=100 et 1000 cycles. Les contraintes appliquées en fluage sont 450 MPa et 575 MPa.

III.5.2 Fluage - fatigue - fluage

Un essai de fluage a été mené à 700°C sous 450 MPa et interrompu après 1500 h. Un essai de fatigue a ensuite été réalisé sur la même éprouvette (diamètre 4 mm) en pilotant la contrainte à l'aide du logiciel Testware SX. Les paramètres de cet essai sont les suivants :

- $\sigma_{\max} = 525$ MPa, $\sigma_{\min} = 450$ MPa soit $\Delta\sigma = 75$ MPa
- Forme du signal : triangulaire
- f fréquence = 0,1 Hz

L'éprouvette a ensuite été remplacée dans le four de fluage à 700°C sous 450 MPa.

III.5.3 Surcharges en cours de fluage

Un essai de fluage a été mené à 700°C sous 450 MPa. Des surcharges d'amplitude $\Delta\sigma=75$ MPa ont été réalisées au cours de l'essai. Pour mettre en œuvre cette expérience, un poids supplémentaire a été ajouté manuellement et sans à-coup à la charge pour une durée de 5 min.

III.5.4 Fluage entrecoupé par des essais de fatigue

Des essais de fluage à contrainte imposée ont été réalisés à 700°C sous air et ponctués au cours de l'expérience par des séquences de fatigue. Ils ont été menés à Toulouse au CIRIMAT sur la machine de traction électromécanique MTS Synergie 1000. Le protocole expérimental est le suivant :

- Etape 1 : Fluage à contrainte imposée pendant x heures
- Etape 2 : Déformation à vitesse imposée jusqu'à la valeur $\varepsilon_i + \Delta\varepsilon$ où ε_i est la déformation après la phase de fluage. Retour à la contrainte imposée. Cette étape est réitérée n fois.

Dans la même expérience, les étapes 1 et 2 sont répétées plusieurs fois sans coupure du chauffage.

Chapitre IV - Propriétés mécaniques

Ce chapitre est composé de trois parties. La première section présente les résultats des essais mécaniques. On s'intéresse tout d'abord aux propriétés en traction et en relaxation de l'alliage étudié, puis nous présentons les essais de fluage et nous terminons en exposant les résultats obtenus en fatigue, les résultats des essais sous environnement contrôlé et des essais couplés.

La seconde partie est consacrée à l'analyse des états déformés, elle comprend les observations microscopiques réalisées. Enfin ce chapitre se terminera par une discussion des résultats obtenus où nous analyserons principalement le comportement en fluage du matériau.

IV.1. Essais mécaniques

IV.1.1 Traction

La figure IV-1 représente les essais de traction réalisés à 700°C à différentes vitesses de déformation et à 20°C / $5.10^{-4} s^{-1}$. En abscisse figure la déformation conventionnelle et en ordonnée la contrainte conventionnelle en MPa. Chaque essai a été doublé, hormis l'essai réalisé à $10^{-3} s^{-1}$. L'ensemble des données extraites des courbes a été regroupé dans un tableau de synthèse présenté en Annexe D.

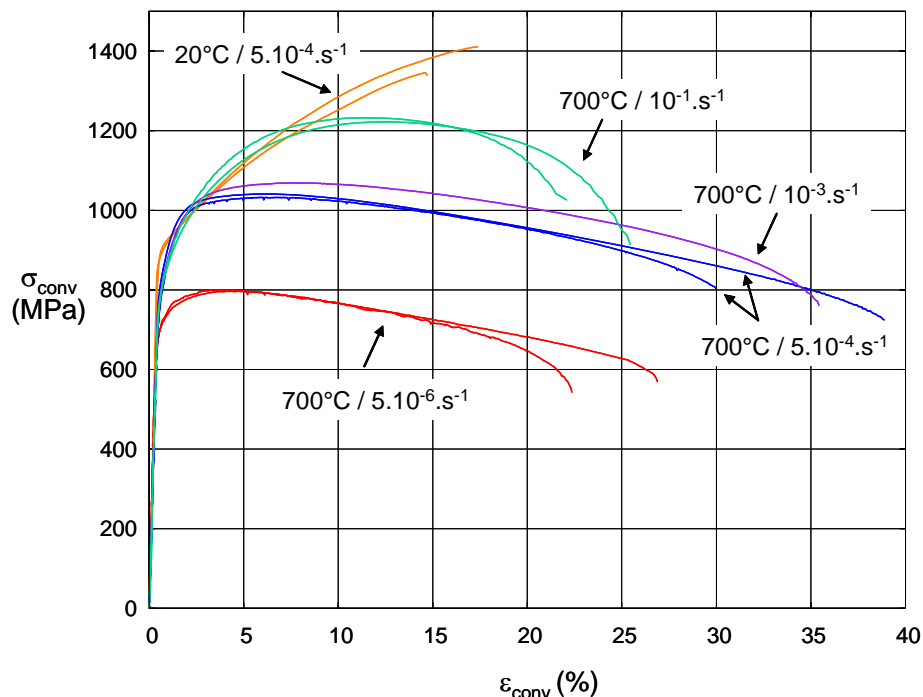


figure IV-1 : Courbes de traction représentées en contrainte et déformation conventionnelles ($F/S_0 - \Delta l/l_0$)

La figure IV-2 représente l'ensemble des essais de traction dans un graphique où la contrainte vraie (ou rationnelle) est en ordonnée, et la déformation vraie en abscisse. Ces deux grandeurs sont définies de la manière suivante :

$$\sigma_{\text{vraie}} = \sigma_{\text{conventionnelle}} \cdot (1 + \varepsilon_{\text{conventionnelle}})$$

$$\varepsilon_{\text{vraie}} = \ln(1 + \varepsilon_{\text{conventionnelle}})$$

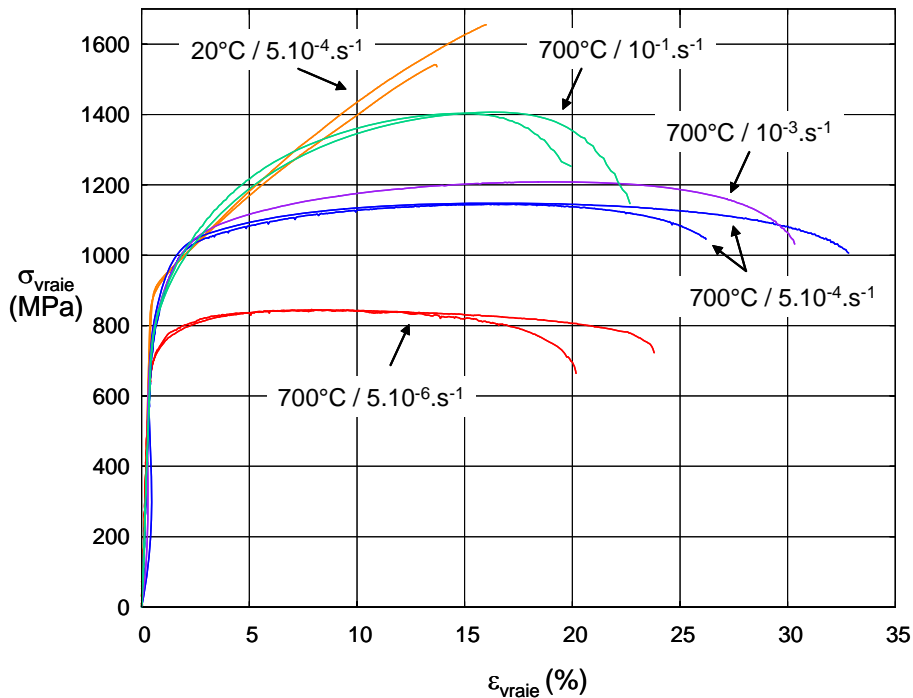


figure IV-2 : Courbes de traction représentées en contrainte et déformation vraies

IV.1.1.1 Effet de la température

On observe qu'à 20°C la contrainte à 0,2% de déformation plastique ($\sigma_{0,2\%}$), la contrainte maximum (R_m) et le taux d'écroutissage sont plus élevés qu'à 700°C. En revanche, la ductilité est légèrement plus élevée à haute température (22 à 38%) qu'à température ambiante (16%). A chaud les dislocations se déplacent, s'organisent et s'annihilent plus facilement permettant ainsi de relaxer les contraintes. Le réseau de dislocations créé est plus apte à déformer le matériau, ce qui a pour conséquence d'augmenter la déformation maximale.

IV.1.1.2 Effet de la vitesse de déformation à 700°C

Entre $\dot{\varepsilon} = 5.10^{-4}s^{-1}$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-1}s^{-1}$ la contrainte à 0,05% de déformation plastique ($\sigma_{0,05\%}$) est comprise entre 716 et 780 MPa et ne semble pas dépendre de la vitesse de déformation. La dispersion des valeurs souligne la difficulté à mesurer précisément la limite d'élasticité. A une vitesse de déformation de $\dot{\varepsilon} = 5.10^{-6}s^{-1}$ celle-ci semble cependant légèrement plus faible : $\sigma_{0,05\%} = 670$ MPa.

On remarque une augmentation de la contrainte vraie maximale avec la vitesse de déformation. Les phénomènes de restauration et d'annihilation de dislocations étant thermiquement activés, plus la déformation est lente plus le matériau a le temps de relaxer les contraintes. A basse vitesse la densité de dislocations est plus faible et le régime stationnaire est plus rapidement établi. Les essais réalisés à $\dot{\epsilon} = 5.10^{-6} s^{-1}$ présentent un long palier à taux d'érouissage nul alors que les essais menés à $\dot{\epsilon} = 1.10^{-1} s^{-1}$ ont une phase stationnaire extrêmement réduite voire même inexistante.

IV.1.1.3 Comparaison des propriétés avec celles de l'Udimet 720 MdP CR classique

Si l'on compare la contrainte $\sigma_{0,2\%}$ obtenue à 700°C pour une vitesse de traction de $\dot{\epsilon} = 5.10^{-4} s^{-1}$ avec celle de l'Udimet 720 MdP CR classique obtenue dans les mêmes conditions [Dubiez 2003], on remarque que la valeur moyenne est plus faible : $\sigma_{0,2\%} = 806$ MPa contre $\sigma_{0,2\%} = 910$ MPa pour l'Udimet 720 MdP CR classique. Ceci est certainement une manifestation de la loi Hall-Petch. En revanche, la ductilité est plus élevée pour l'U720 MdP Gros Grains : à 700°C à une vitesse de traction de $\dot{\epsilon} = 5.10^{-4} s^{-1}$ l'allongement moyen à rupture est de 34% pour 21% dans le cas de l'Udimet 720 MdP CR classique. Cet endommagement plus tardif est probablement dû au découplage des précipités aux PPB avec les joints de grains.

IV.1.2 Fluage

IV.1.2.1 Déformation en fluage à 700°C

La figure IV-3 présente les essais de fluage réalisés à 700°C dans un graphique où la déformation figure en ordonnée, et le temps en heure en abscisse.

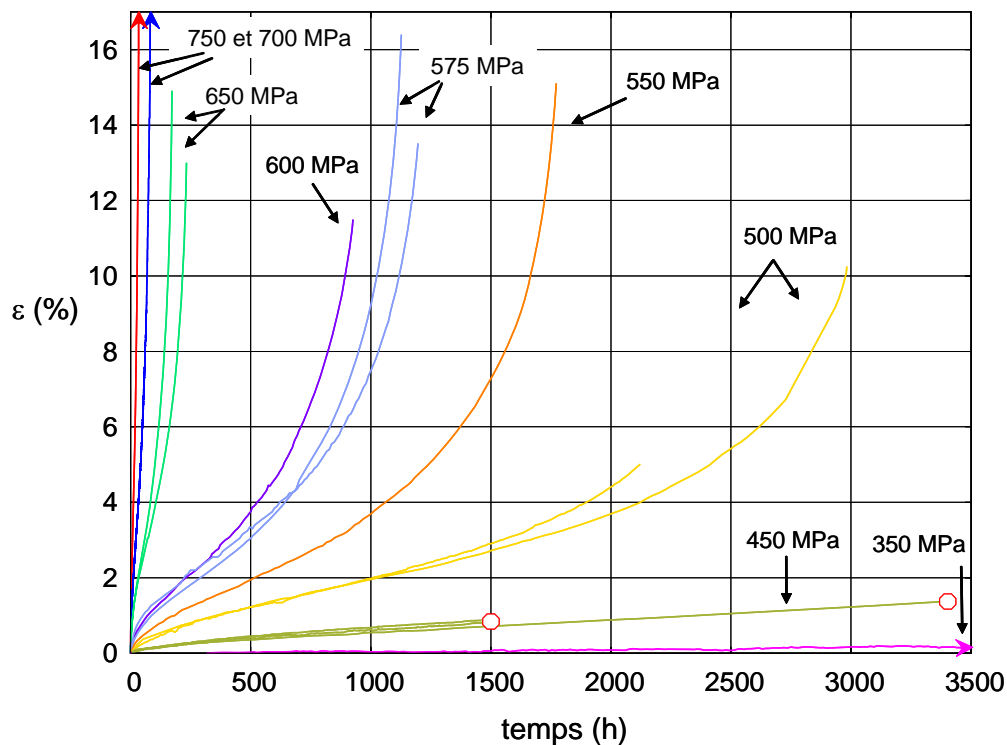


figure IV-3 : Courbes de fluage à 700°C

La gamme de contraintes prospectée va de 750 MPa à 350 MPa. Les essais se terminant par des cercles ont été interrompus. Les courbes dont l'extrémité se termine par une flèche ne sont pas adaptées aux échelles de temps et de déformation du graphique. Ces essais ont été représentés dans une seconde figure avec des échelles de temps et de déformation mieux adaptées (figure IV-4). Quelques essais ont été doublés, les résultats montrent une bonne reproductibilité du comportement.

On observe une bonne ductilité du matériau qui va jusqu'à 23% de déformation à fortes contraintes. Cependant celle-ci semble diminuer avec la contrainte. De 750 à 450 MPa on observe un comportement en fluage classique en trois stades avec un stade primaire où la vitesse de fluage diminue avec le temps, un stade secondaire où la vitesse de déformation reste constante et un stade tertiaire où l'on observe une accélération de la vitesse de déformation. La courbe de fluage de l'essai réalisé à 350 MPa semble présenter une forme différente, toutefois le niveau de déformation atteint après plus de 10 000 h ne dépassant pas 1% (soit un déplacement de 167 μm en 445 jours), il demeure difficile d'interpréter les résultats.

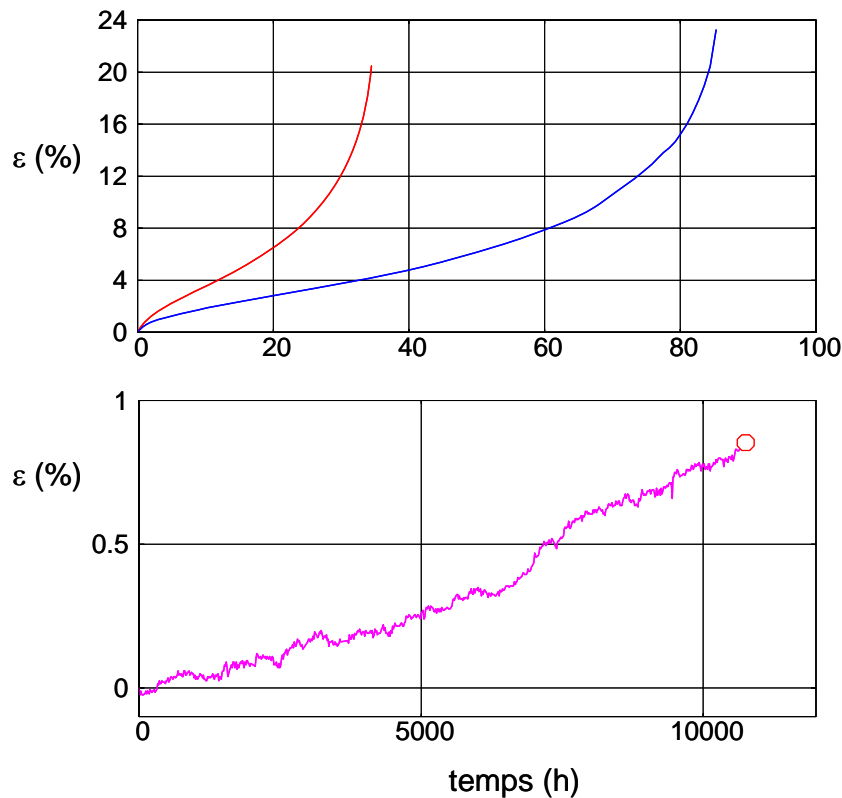


figure IV-4 : Courbes de fluage à 750 et 700 MPa (en haut) et à 350 MPa (en bas) à 700°C

IV.1.2.2 Evolution de la vitesse de déformation à 700°C

Le graphique de la figure IV-5 représente la vitesse de déformation vraie en fonction de la déformation vraie pour l'ensemble des essais réalisés à 700°C. La figure IV-6 quant à elle représente la vitesse de déformation vraie en fonction de la contrainte vraie. Sur ce graphique, nous avons tracé en pointillés la loi de Norton pour un exposant $n = 13$. Les courbes ont été établies à partir de 30 points expérimentaux et ont subi un lissage.

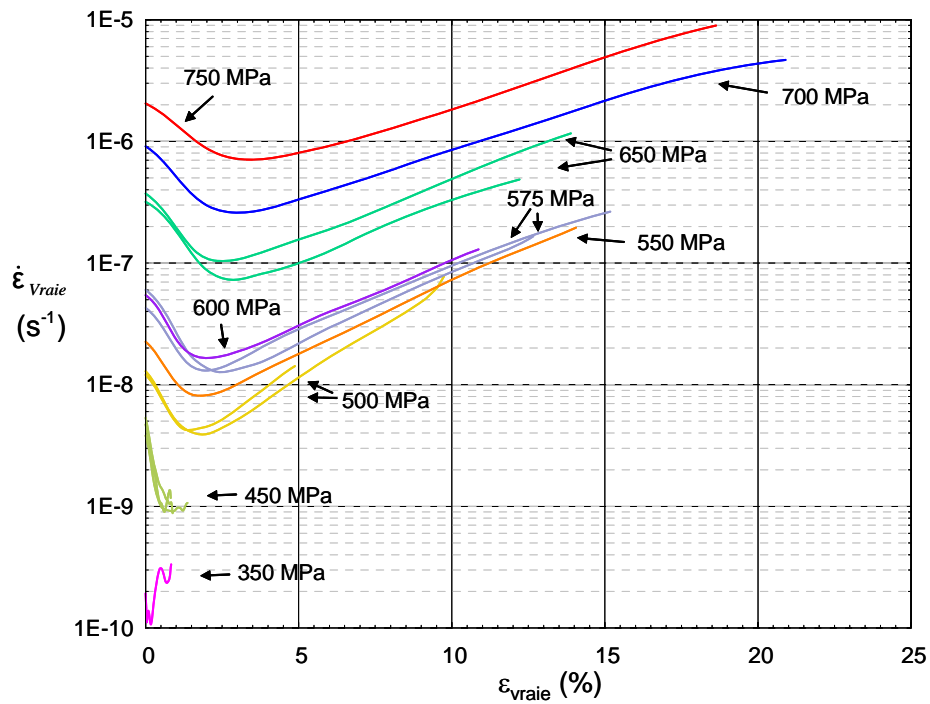


figure IV-5 : Essais de fluage à 700°C : représentation de la vitesse de déformation vraie en fonction de la déformation vraie

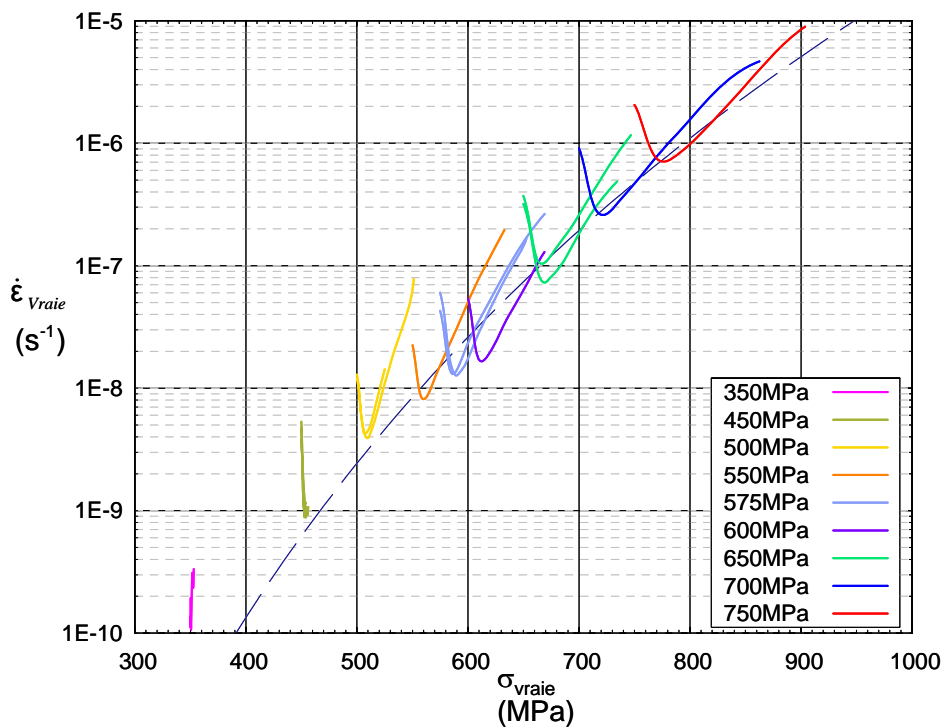


figure IV-6 : Représentation des essais de fluage à 700°C dans un graphique vitesse de déformation vraie en fonction de la contrainte vraie

On observe que la vitesse de déformation secondaire est atteinte après une déformation comprise entre 1% et 4%. Plus la contrainte augmente plus le stade primaire se termine à forte déformation.

La figure IV-6 permet de mettre en évidence l'accroissement de la vitesse de déformation occasionné par la diminution de section de l'éprouvette lors d'un essai de fluage. En effet, les essais ne sont pas réalisés à contrainte constante mais sous charge constante. Au cours d'un essai, la contrainte ne cesse de croître, ce qui engendre une augmentation de la vitesse de déformation (tertiaire de structure). Si ce phénomène est le seul mis en jeu, la représentation des essais de fluage dans ce diagramme doit suivre une droite dont la pente est le coefficient de la loi de Norton.

On constate que passé le stade primaire, les essais ne suivent pas exactement la loi de Norton. La déformation de structure n'est donc pas la seule responsable de l'augmentation de la vitesse de déformation. Cependant, on remarque que plus la contrainte augmente plus les courbes se rapprochent de la loi de Norton. Cela peut s'expliquer par une diminution de l'endommagement de type cavitation, coalescence de précipités ou autres mécanismes d'endommagement thermiquement activés, compte tenu de la réduction du temps d'essai et donc du temps passé à haute température.

IV.1.2.3 Fluage à 750°C

Bien que la température de l'étude ait été fixée à 700°C, nous avons aussi réalisé quelques essais à 750°C pour compléter les données sur les propriétés en fluage de l'alliage. La plage de contraintes prospectée est comprise entre 500 et 300 MPa.

La figure IV-7 présente l'ensemble des essais réalisés à 750°C. A gauche figure la déformation en fonction du temps et à droite la vitesse de déformation vraie en fonction de la déformation vraie.

On remarque qu'à cette température le stade primaire se termine avant 3%, plus la contrainte diminue plus le stade primaire est court. A 750°C la vitesse de déformation est plus élevée qu'à 700°C pour une même contrainte. La température étant plus élevée, les mécanismes de déformation et d'endommagement thermiquement activés sont plus actifs. On observe également une ductilité inférieure.

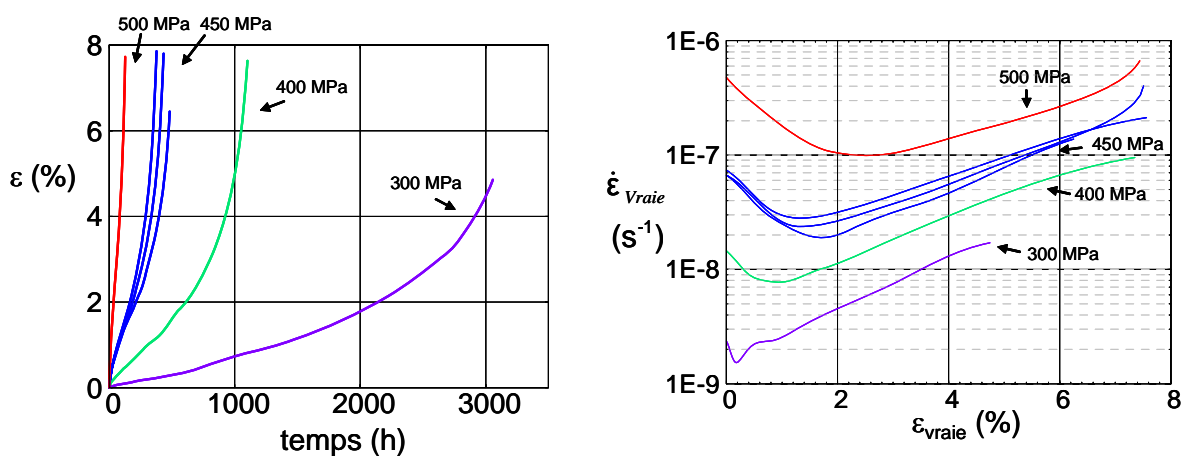


figure IV-7 : Essais de fluage à 750°C

La figure IV-8 représente la vitesse de déformation vraie en fonction de la contrainte vraie. Sur ce graphique figurent les essais de fluage à 700°C et 750°C, les courbes en pointillés symbolisent l'exposant $n = 13$ de la loi de Norton.

On constate que les courbes à 750°C s'éloignent plus fortement de la courbe de Norton que celles à 700°C, ce qui souligne l'importance des phénomènes d'endommagement vers les températures les plus élevées.

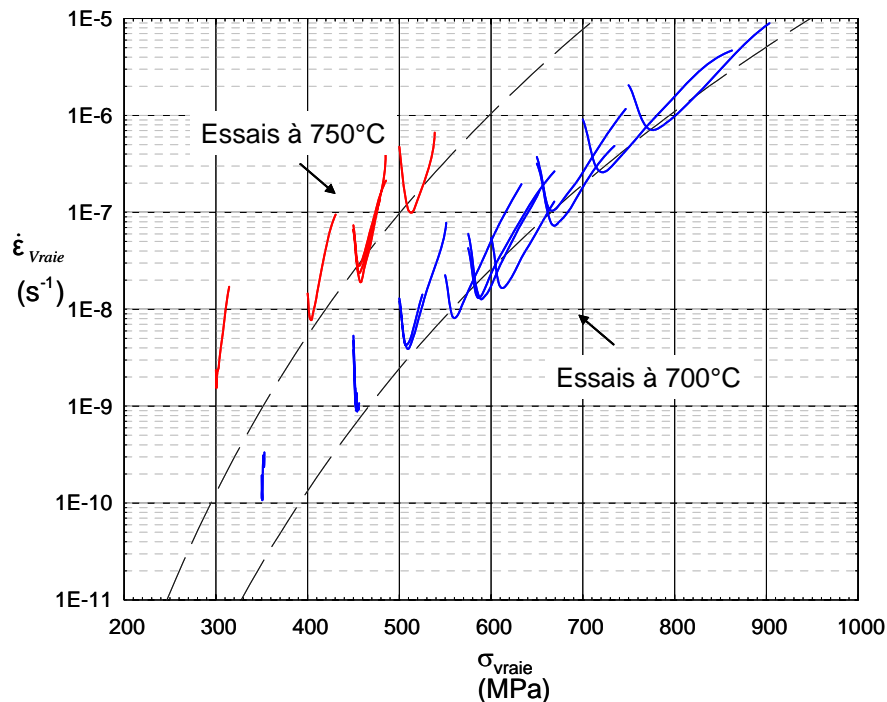


figure IV-8 : Représentation des essais de fluage à 700°C et 750°C dans un graphique « vitesse de déformation vraie - contrainte vraie »

IV.1.3 Sensibilité à la vitesse de déformation et paramètre d'activation

Afin de mesurer la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation, deux types d'essais de relaxation de contrainte ont été réalisés :

- Un essai long de relaxation simple dont l'objectif est de balayer en une seule expérience une large gamme de vitesses de déformation que seuls plusieurs essais de fluage peuvent couvrir.
- Des essais de relaxations multiples dont l'objectif principal est de déterminer un volume d'activation effectif dont la valeur pourra être intégrée dans la modélisation de la déformation.

IV.1.3.1 Essai long de relaxation simple

La relaxation se définit comme une décroissance de la contrainte avec le temps sous une sollicitation en déformation constante. Ce phénomène permet d'étudier les mécanismes de déformation thermiquement activés mis en œuvre au cours de la sollicitation. Généralement, plus la température augmente plus la relaxation des contraintes dans le matériau est importante. Lors d'un essai de relaxation en chargement uniaxial,

l'échantillon est d'abord déformé à vitesse constante, puis la déformation totale est maintenue constante de sorte que :

$$\varepsilon_t = \varepsilon_p + \varepsilon_e = C^{te} \quad (IV-1)$$

où ε_t , ε_p et ε_e sont respectivement la déformation totale, plastique et élastique⁸.

On a donc $\dot{\varepsilon}_t = \dot{\varepsilon}_p + \dot{\varepsilon}_e = 0$ soit $\dot{\varepsilon}_p = -\dot{\varepsilon}_e$. En introduisant la loi de Hooke, on obtient :

$$\dot{\varepsilon}_p = -\frac{\dot{\sigma}}{E} \quad (IV-2)$$

Il est alors possible de connaître la vitesse de déformation plastique à chaque instant de l'essai. Au cours de cette expérience une large plage de contraintes est balayée, décrivant ainsi un trajet continu dans un graphique « vitesse de déformation / contrainte », là où l'essai de fluage ne fournit qu'un point.

Nous avons donc décidé de réaliser un essai à 700°C en maintenant la déformation totale à 2 %. La figure IV-9 présente l'évolution de la contrainte vraie au cours du temps. L'essai a duré 82 heures pendant lesquelles la contrainte a relaxé de 610 MPa.

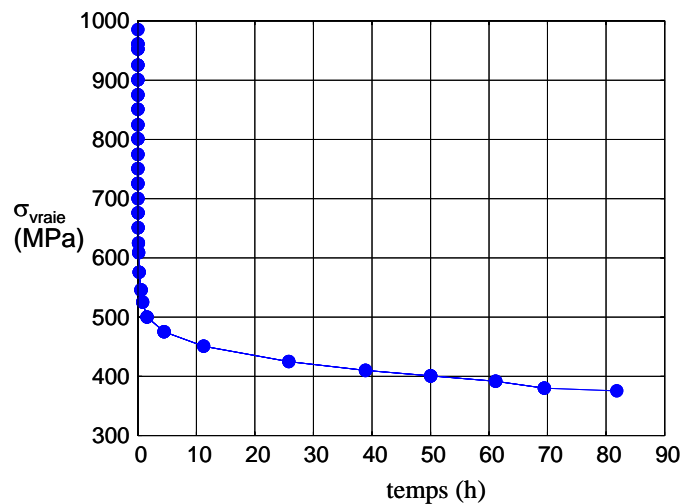


figure IV-9 : Essai long de relaxation simple. Evolution de la contrainte vraie en fonction du temps

La figure IV-10 présente dans un graphique « vitesse de déformation vraie / contrainte vraie » l'évolution de la vitesse de déformation vraie, calculée à partir de l'équation (IV-2). Sur ce graphique sont représentées les valeurs de la vitesse de déformation minimale obtenues en fluage à 700°C. Sur ce même graphique figurent les essais de traction menés à 700°C. Les points présentés ont été obtenus en portant la vitesse de traction en ordonnée en fonction de la contrainte vraie maximale.

On remarque que les essais de fluage et les essais de traction sont alignés sur une même courbe légèrement infléchie. En prenant en compte les essais de traction, la droite passant par l'ensemble des points a une pente de valeur 15,5 ; en ne prenant que les essais de fluage on obtient une valeur de 11,7. On ne remarque cependant pas de rupture brutale de pente synonyme de changement de mécanisme de déformation. Avec l'essai de relaxation,

⁸ Cette équation est valable si la déformation est contrôlée par l'extensomètre sinon il faut tenir compte de la déformation élastique du montage.

on retrouve une courbe comparable avec une pente similaire d'environ $n = 13,6$. On note également un décalage vers les fortes vitesses de la courbe de relaxation par rapport à la courbe de fluage, déjà observé dans la littérature [Auzoux 2004][Provendier-Aubourg 1994].

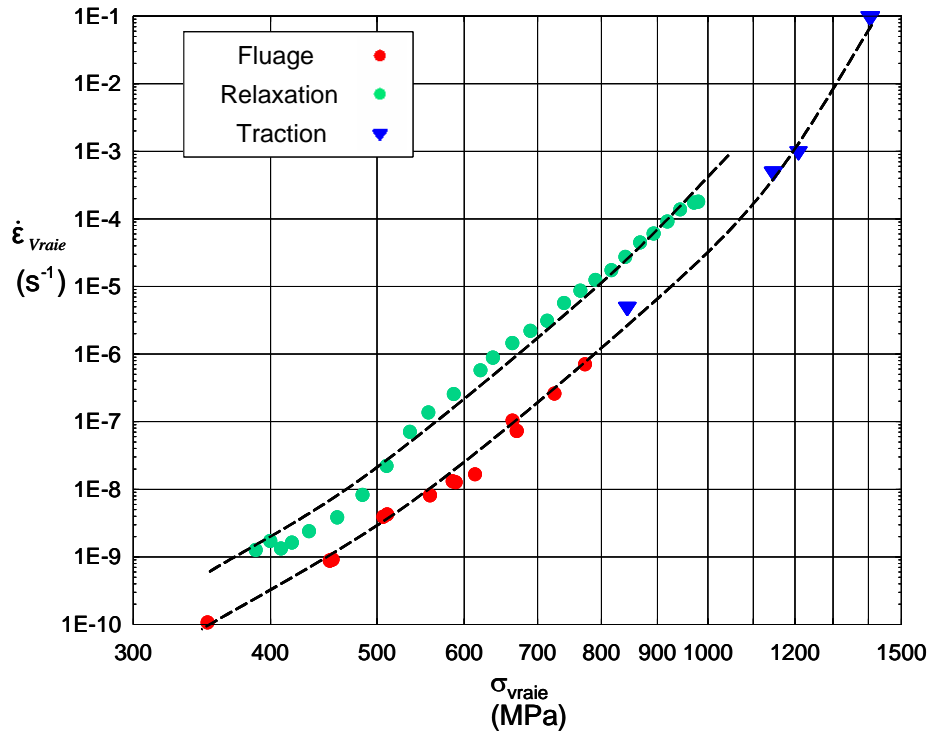


figure IV-10 : Sensibilité à la vitesse de déformation

A partir de cet essai de relaxation, il est possible de calculer un volume d'activation apparent en utilisant la formule suivante :

$$V_{app} = MkT \frac{\Delta \ln(\dot{\epsilon})}{\Delta \sigma_a} \quad (IV-3)$$

où σ_a est la contrainte appliquée, M le facteur de Taylor, k la constante de Boltzmann et $\dot{\epsilon}$ la vitesse de déformation. En utilisant la même formule, il est également possible de calculer un volume d'activation apparent en fluage en prenant des essais réalisés à deux contraintes proches. La figure IV-11 présente les volumes d'activation obtenus en relaxation et en fluage en fonction de la contrainte.

On n'observe pas de changement brutal de valeur. Les volumes d'activation sont compris entre 27 et $80b^3$. Ces valeurs sont conformes à l'ordre de grandeur des volumes d'activation apparents obtenus lors d'essais de relaxation sur de l'Udimet 720 forgé [Simonet 2003]. Sur la figure IV-11, on remarque que les résultats obtenus en relaxation sont confondus avec les résultats du fluage. La réalisation d'un seul essai de relaxation permet donc d'obtenir en une expérience des valeurs d'un volume d'activation sur toute une plage de contraintes. Cependant, ce volume d'activation apparent est une valeur sous estimée du volume d'activation effectif des mécanismes de déformation mis en jeu. En effet, si on estime que la vitesse de déformation est exprimée par l'équation :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(\frac{(\sigma_a - \sigma_\mu)V^*}{MkT}\right) \quad (IV-4)$$

avec σ_μ contrainte interne, le volume d'activation effectif V^* a pour expression :

$$V^* = MkT \frac{\Delta \ln(\dot{\epsilon})}{\Delta \sigma_a - \Delta \sigma_\mu} \quad (IV-5)$$

En considérant que la contrainte interne est fonction de la densité de dislocations et augmente avec la contrainte appliquée, pour un $\Delta \sigma_a > 0$ on a donc un $\Delta \sigma_\mu > 0$ soit un volume d'activation effectif plus élevé que le volume apparent.

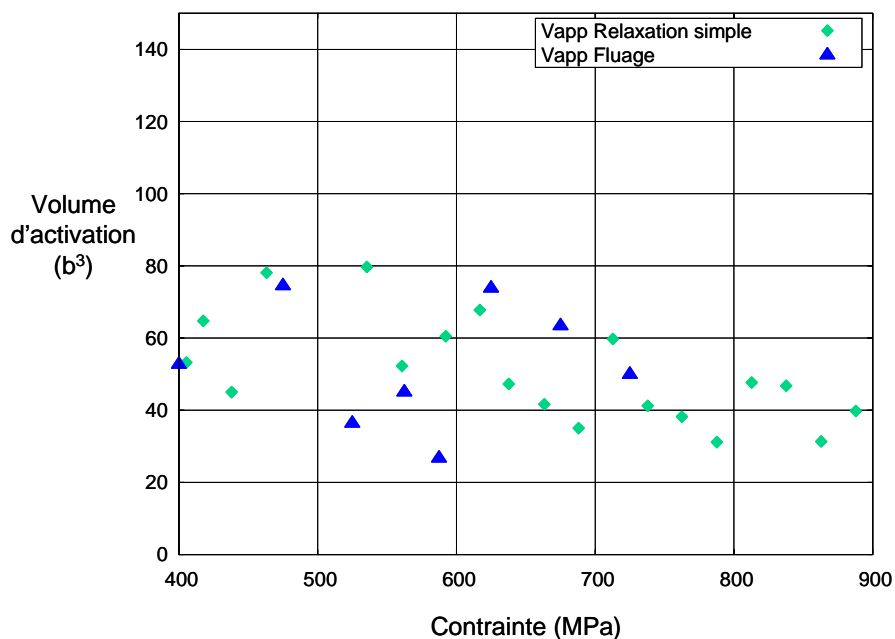


figure IV-11 : Volume d'activation apparent en fonction de la contrainte, calculé à partir de l'essai de relaxation simple et des essais de fluage

IV.1.3.2 Essais de relaxation multiple

Afin de mesurer un volume d'activation « effectif » plus significatif des mécanismes microscopiques de la déformation plastique, des essais de relaxation multiples ont été réalisés. La figure IV-12 présente dans un graphique « contrainte - temps » un exemple d'essai où les contraintes testées sont 700, 750, 800, 850 et 900 MPa.

L'exploitation des résultats s'effectue en deux étapes :

- la première étape consiste à ajuster la courbe d'équation (IV-6) sur la première relaxation d'une série i (courbes en pointillés sur la figure IV-12) ; on en déduit un volume d'activation apparent [Spätig 1993].

$$f_i(t_i) = \sigma_{i0} - A \ln\left(1 + \frac{t_i - t_{i0}}{c}\right) \quad (IV-6)$$

où t_{i0} est le temps au début de la relaxation, σ_{i0} contrainte initiale, c est une constante de temps et $A = \frac{kTM}{V_{app}}$ avec k constante de Boltzmann, T la température, M facteur de Taylor (= 3 dans le cas d'un polycristal non texturé) et V_{app} le volume d'activation apparent.

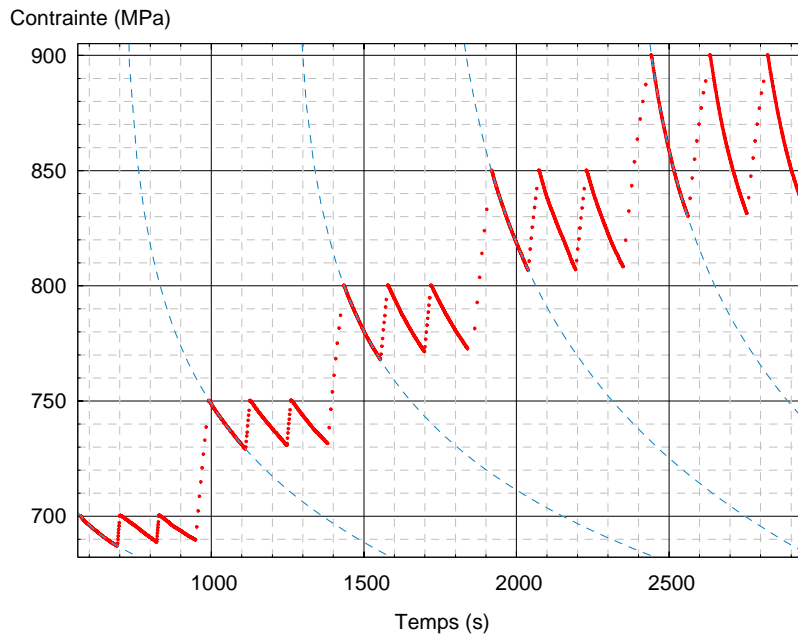


figure IV-12 : Mesure du volume d'activation à partir de la première relaxation de chaque série

Le volume d'activation apparent ainsi calculé ne tient pas compte de l'évolution de l'état du matériau. Avec ce type d'essai, la valeur du volume d'activation apparent est dans ce cas supérieure au volume d'activation effectif V^* (Annexe E) :

$$V_{app} = V^* \left(1 + \frac{K}{E'} \right) \quad (IV-7)$$

où $K = \left. \frac{d\sigma_{\mu}}{d\varepsilon_p} \right|_T$ et E' est le module d'élasticité du système {Eprouvette - Machine}.

- La deuxième étape consiste à déterminer le volume d'activation effectif en corrigeant le volume d'activation apparent par un terme $V_h = \frac{KV^*}{E'}$ tels que : $V^* = V_{app} - V_h$. Ce terme correctif est déterminé à l'aide de l'ensemble des relaxations d'une même série [Spätig 1993][Bonneville 1996] :

$$V_h = \frac{kT}{\sum_{j=1}^{n-1} \Delta\tau_j} \ln \left(\frac{\exp(-\Delta\tau_n / \lambda) - 1}{\exp(-\Delta\tau_1 / \lambda) - 1} \right) \quad (IV-8)$$

où j est l'indice de l'essai de relaxation dans une série, $\Delta\tau_j$ la variation de contrainte associée et $\lambda = V_{app}/kT$ sensibilité à la vitesse.

Les résultats obtenus pour différents niveaux de contrainte sont donnés sous forme de tableau en Annexe D et présentés sur la figure IV-13.

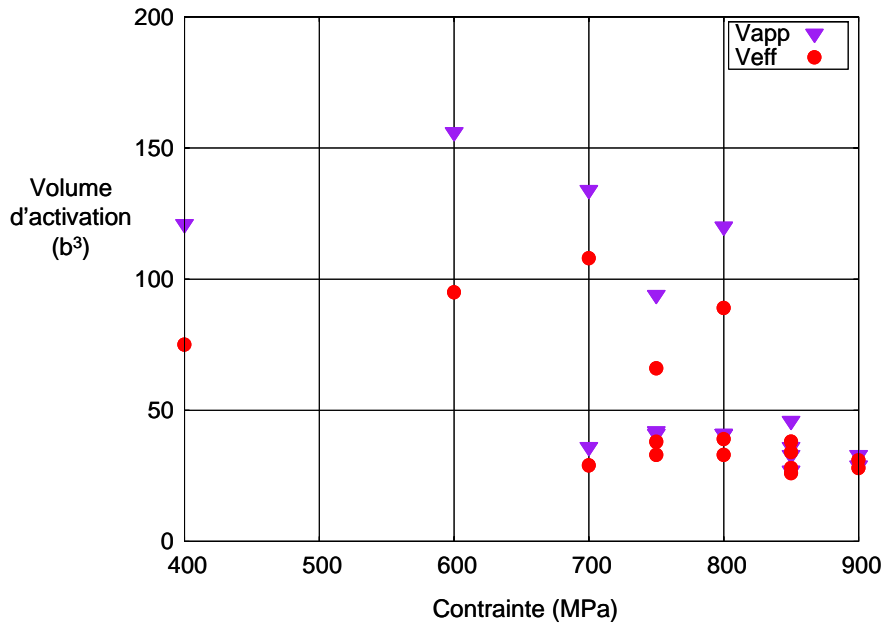


figure IV-13 : Volume d'activation obtenu par les essais de relaxation multiple

On obtient des valeurs du même ordre de grandeur que celles obtenues en fluage et relaxation simple. Le volume d'activation effectif ainsi calculé est compris entre 26 et $108b^3$. Nous prendrons lors de la modélisation une valeur de $67 b^3$, ce qui correspond au milieu de l'intervalle de dispersion des points.

IV.1.4 Fatigue oligocyclique

Le comportement du matériau en fatigue oligocyclique a également fait l'objet d'une analyse. La campagne d'essais réalisés a permis de bien sélectionner les conditions expérimentales des essais couplés.

Les essais de fatigue oligocyclique ont été menés à 700°C en déformation contrôlée avec $R_\epsilon=0,05$ (valeur couramment employée pour les disques de turbine [Henderson 2003]) où l'amplitude maximale ϵ_{max} utilisée varie entre $0,7\%$ et $1,2\%$. La figure IV-14 présente les 2 premiers cycles de fatigue ainsi que le $100^{\text{ème}}$ cycle et la figure IV-15 présente les contraintes mesurées à déformation maximale (σ_{max}), à déformation minimale (σ_{min}) ainsi que l'amplitude de contrainte ($\Delta\sigma$).

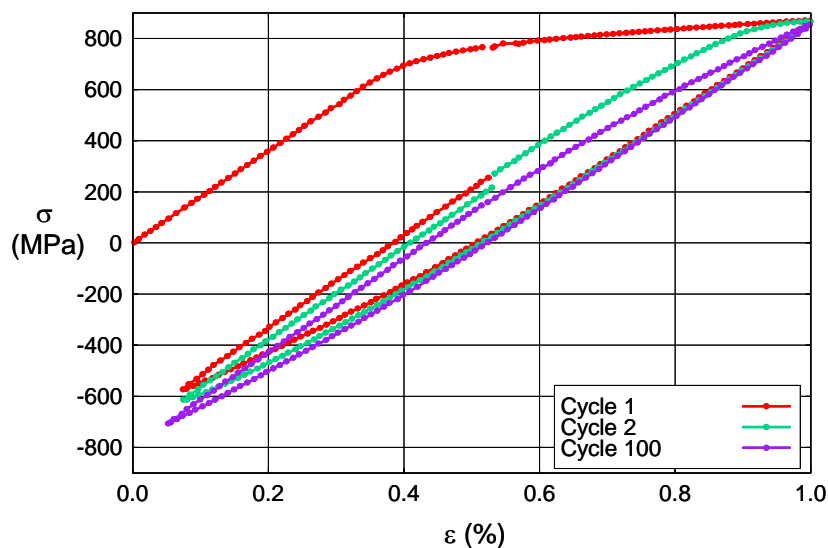


figure IV-14 : Cycles de fatigue ($\epsilon_{max} = 1\%$)

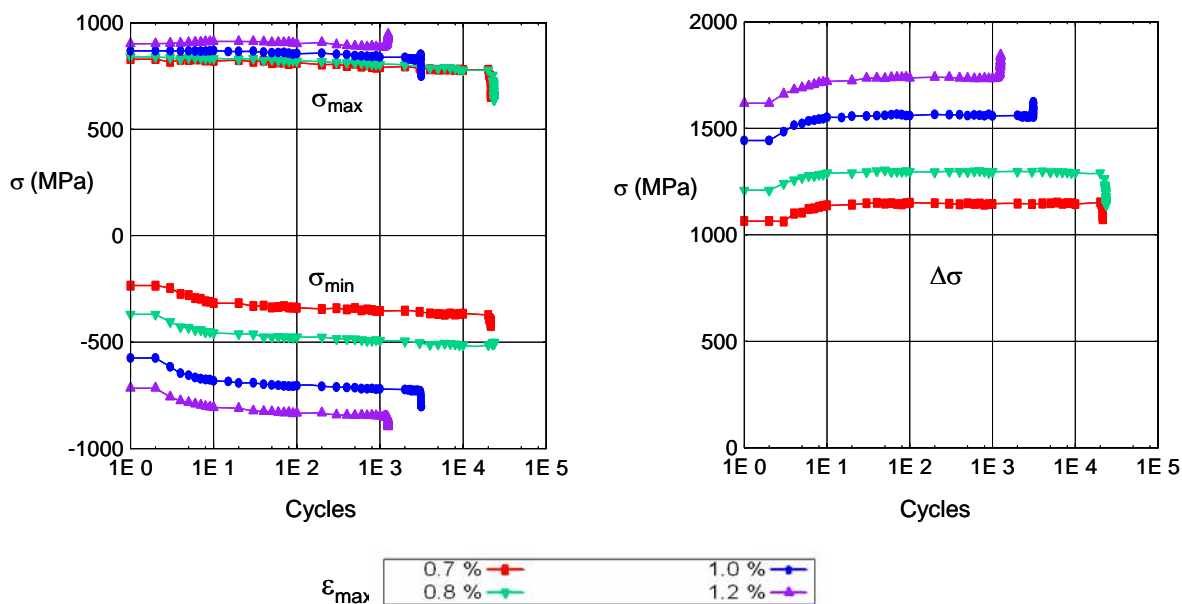


figure IV-15 : Propriétés en fatigue oligocyclique. A gauche, contrainte minimale et maximale par cycle. A droite, amplitude de contrainte par cycle.

On observe un accroissement de l'amplitude de contrainte $\Delta\sigma$ lorsque ϵ_{max} augmente, on remarque également une légère augmentation de $\Delta\sigma$ au cours des essais. On n'observe donc pas l'adoucissement cyclique dont l'origine pourrait provenir du cisaillement des précipités. Les cycles demeurent dissymétriques, le niveau de contrainte lors de la phase de compression est toujours plus faible que lors de la phase de traction, il est également plus sensible à ϵ_{max} appliqué en compression. Pour le ϵ_{max} minimal étudié ($\epsilon_{max} = 0,7\%$) la rupture est atteinte après 20000 cycles. Pour le ϵ_{max} maximal étudié ($\epsilon_{max} = 1,2\%$) la rupture est atteinte après plus 1200 cycles.

La figure IV-16 présente les cycles d'hystérésis obtenus à mi-vie pour chaque niveau de déformation testé et la déformation plastique $\Delta\epsilon_p$ générée à chaque cycle. Cette dernière est

calculée en mesurant l'écart à la linéarité en phase de traction et de compression, soit deux fois la largeur du cycle à $\sigma = 0$ MPa.

On remarque que plus la déformation imposée augmente, plus les cycles d'hystérésis s'ouvrent et plus la déformation plastique augmente. On observe que la déformation plastique diminue rapidement au cours de l'essai et se stabilise au bout d'une dizaine de cycles. Il est possible de relier $\Delta\epsilon_p$ (à mi-vie) au nombre de cycles à rupture N_f par la loi de Manson-Coffin : $(\Delta\epsilon_p/2) = \epsilon_f' (2N_f)^c$ abordée dans le chapitre bibliographie.

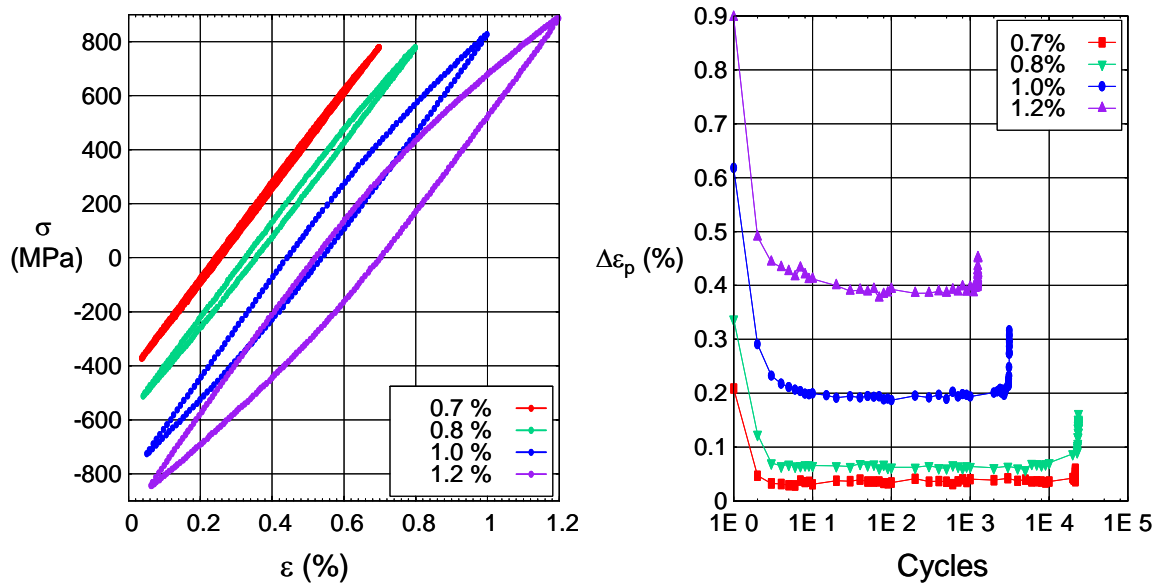


figure IV-16 : Cycles à mi-vie (à gauche), déformation plastique (à droite)

La figure IV-17 présente les résultats obtenus dans un graphique « déformation plastique – nombre de cycles à rupture ».

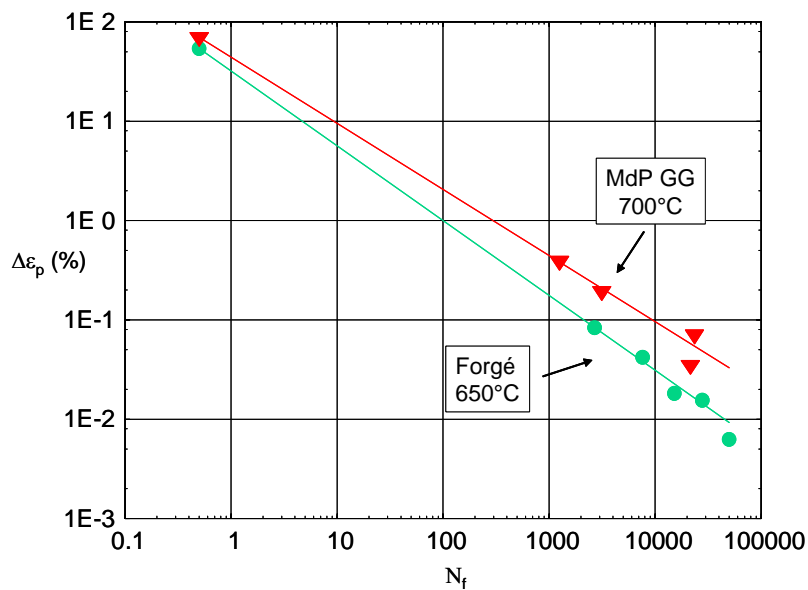


figure IV-17 : Relation entre $\Delta\epsilon_p$ et N_f : loi de Manson-Coffin

Sur ce graphique, nous avons ajouté le point obtenu en traction à 700°C conduit à la vitesse de déformation de $10^{-3}.s^{-1}$. Comme il est couramment fait dans la littérature [Suresh 1991][Bathias 1997], nous avons considéré qu'un essai de traction est équivalent à un demi cycle de fatigue et que la déformation à rupture est égale à $\Delta\varepsilon_p/2$.

On remarque que les points s'alignent bien sur la droite de Manson-Coffin, il semble donc possible de prédire le nombre de cycles à rupture à partir de la déformation plastique à mi-vie. Sur ce même graphique, nous avons reporté les résultats obtenus à partir d'essais de fatigue oligocyclique réalisés à 650°C (R=0,05) sur de l'Udimet 720 forgé [Couturier 2005]. Les résultats sont du même ordre de grandeur et on remarque qu'à 700°C le matériau étudié a des propriétés supérieures. Cependant, il n'est pas possible de dissocier les effets de la différence de température de ceux induits par la différence de microstructure.

Le tableau IV-1 rassemble les données bibliographiques concernant la fatigue oligocyclique de l'Udimet 720 et la figure IV-18 présente les résultats dans un graphique « Amplitude de contrainte - Cycle à rupture ». Les essais relatifs aux données disponibles ont été réalisés dans des conditions expérimentales différentes sur des microstructures également différentes. Le tableau IV-1 fait ressortir en gras les paramètres similaires.

On remarque que les propriétés en fatigue se situent dans la gamme des propriétés de l'Udimet 720 présentées dans la bibliographie.

Référence	[Couturier 2005]	[Scerzernie 1988]	[Ponter 2003]	[Marchionni 2002]	[Gabb 2000]	Cette étude
Elaboration	Forgeage	Forgeage	Forgeage	Forgeage	MdP	MdP
Taille de grain	Gros grains	fine	-	11,5 μm	5 μm	20 μm + 50-80μm
Pilotage	Déformation	Force	Déformation	Déformation	Déformation	Déformation
Température	650°C	620°C	650°C	700°C	538°C	700°C
R	0,05	0	0	0	0	0,05
Fréquence	-	0,33 Hz	-	0,25 Hz	0,33Hz	-
Informations supplémentaires	$\dot{\varepsilon} = 10^{-3}.s^{-1}$	-	-	Cycle 1-1-1-1	-	$\dot{\varepsilon} = 10^{-3}.s^{-1}$

tableau IV-1 : Données bibliographiques sur la fatigue oligocyclique de l'U720

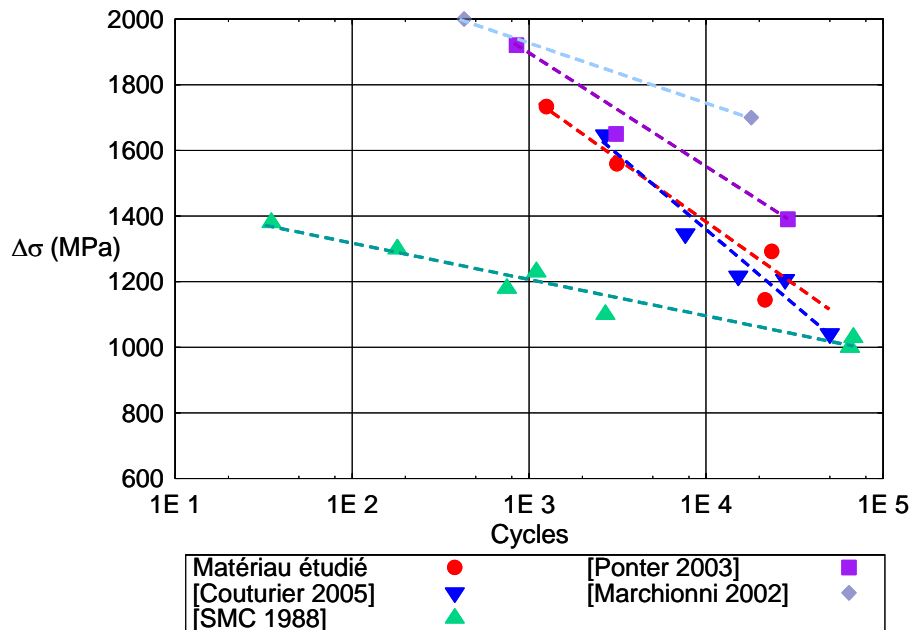


figure IV-18 : Comparaison avec la littérature des propriétés en fatigue oligocyclique du matériau étudié

IV.1.5 Essais couplés

Face aux estimations, proposées par Framatome et présentées en Annexe F, des différents événements susceptibles d'avoir lieu au cours du fonctionnement de la turbine, nous retiendrons le fait que la turbine peut subir au cours de son fonctionnement une centaine d'événements engendrant des survitesses de rotation du disque pouvant atteindre 108 %. La principale difficulté consiste à traduire ce cahier des charges turbine en cahier des charges matériau. Il est bien sûr impossible dans le cadre de cette thèse de réaliser un essai dans les conditions de l'application : 100 événements en 60 000 h de fluage.

Pour évaluer l'effet de ces événements sur les propriétés en fluage du matériau nous avons choisi d'aborder le problème de quatre façons différentes que nous allons détailler. Dans toute cette étude nous nous plaçons à la température de 700°C.

IV.1.5.1 Prédéformation en fatigue puis fluage

Nous avons choisi dans une première approche de pré-déformer en fatigue oligocyclique une éprouvette et de prélever ensuite à l'intérieur de celle-ci une éprouvette de fluage. Ce cas de figure s'apparente au cas où l'ensemble des événements a lieu au début de la mise en service de la turbine. L'étape de réusinage est nécessaire pour pouvoir adapter les éprouvettes de fatigue aux machines de fluage et au système d'extensométrie. Comme nous l'avons déjà précisé, la suppression par le réusinage des micro défauts éventuellement créés en surface pendant la phase de fatigue n'est pas pénalisant pour nos analyses, car dans cette étude, nous nous intéressons aux effets induits par la déformation plastique en volume. L'étape de fatigue oligocyclique a été conduite en pilotant la déformation avec $R_\epsilon=0,05$ ce qui correspond à des conditions expérimentales classiques d'essais pour

matériau de disque de turbine. Trois conditions de prédéformation en fatigue ont été testées :

- $\varepsilon_{max} = 1,0 \%$ - 100 cycles
- $\varepsilon_{max} = 1,0 \%$ - 1000 cycles
- $\varepsilon_{max} = 1,2 \%$ - 100 cycles

La figure IV-19 présente les niveaux de déformation plastique à chaque cycle ainsi que la déformation plastique cumulée mis en jeu dans chacun des cas : les cercles rouges représentent les trois conditions de prédéformation à partir desquelles les essais de fluage ont été conduits.

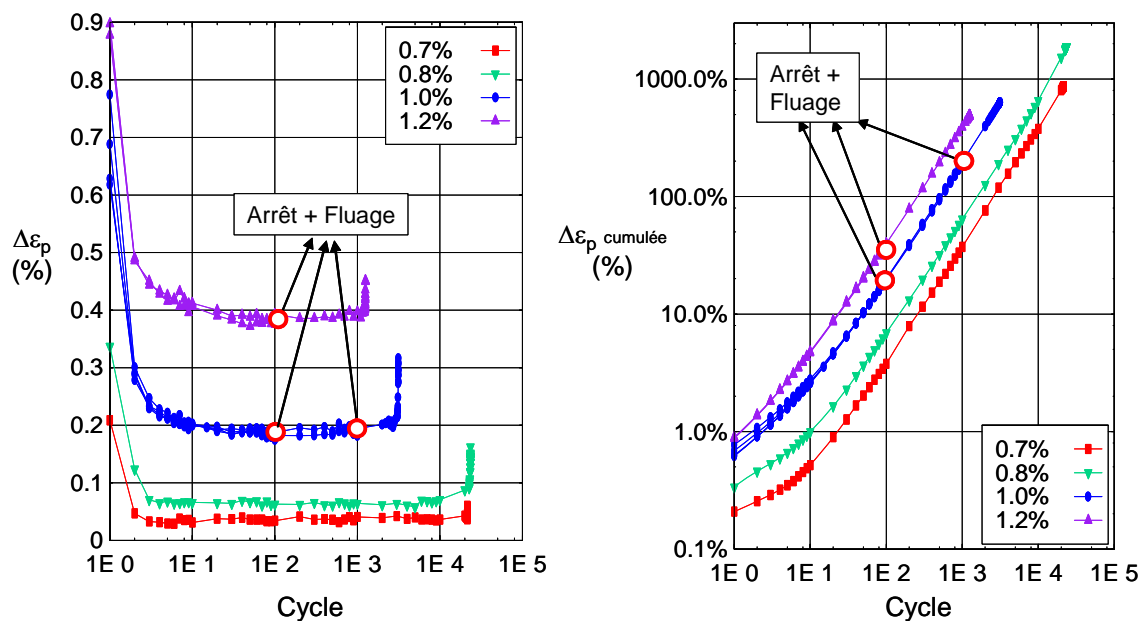


figure IV-19 : Déformation plastique par cycle (à gauche) et déformation plastique cumulée mises en jeu dans chacun des cas (à droite)

On remarque que les prélèvements ont tous eu lieu après stabilisation du cycle de fatigue déformation mis en jeu. A un niveau de déformation $\varepsilon_{max} = 1\%$ la déformation plastique à chaque cycle est d'environ 0,2%, après 100 cycles la déformation plastique cumulée vaut alors environ 20% et après 1000 cycles elle atteint une valeur de 200%. En réalisant des cycles à un niveau de déformation $\varepsilon_{max} = 1,2\%$ la déformation plastique à chaque cycle est d'environ 0,4% et la déformation plastique cumulée atteint environ 40%.

Des essais de fluage à 450 MPa ont été ensuite menés à partir d'éprouvettes ayant subi les trois conditions de prédéformation énoncées. Les résultats ont montré dans chaque cas que l'on obtenait des vitesses de fluage secondaire comparables à celles obtenues à partir d'éprouvettes non prédéformées. Seule une augmentation de la déformation en fluage primaire a été observée. Sur la figure IV-20 on remarque qu'après environ 50 h le taux de déformation est deux fois plus élevé dans le cas des éprouvettes prédéformées. Les cercles symbolisent l'interruption des essais.

Un essai de fluage a également été conduit à 575 MPa à partir d'une éprouvette ayant été prédéformée 100 cycles à $\varepsilon_{max} = 1,0 \%$. L'essai a été mené à rupture. Les résultats sont présentés sur la figure IV-21. Sur cette même figure, nous avons également représenté l'essai réalisé à 450 MPa dans les mêmes conditions de prédéformation.

On remarque qu'à 575 MPa le fluage primaire ainsi que le fluage secondaire ne semblent pas être affectés par la prédéformation en fatigue de l'éprouvette. On constate toutefois une légère diminution de la ductilité en fluage ainsi que du temps à rupture. Cependant cette différence est comprise dans la dispersion des courbes.

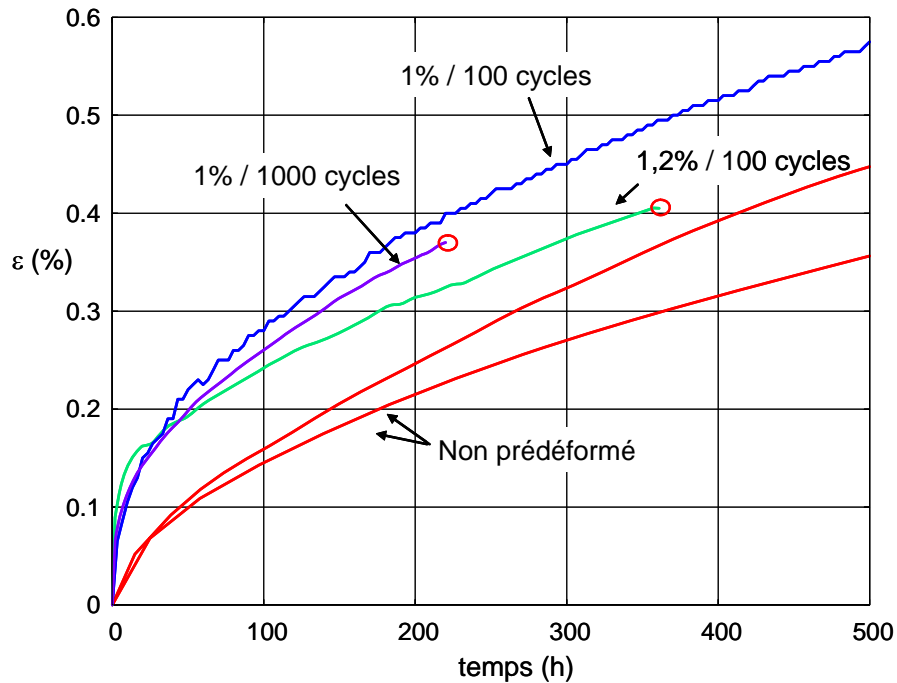


figure IV-20 : Influence des prédéformations en fatigue sur le comportement en fluage à 450 MPa

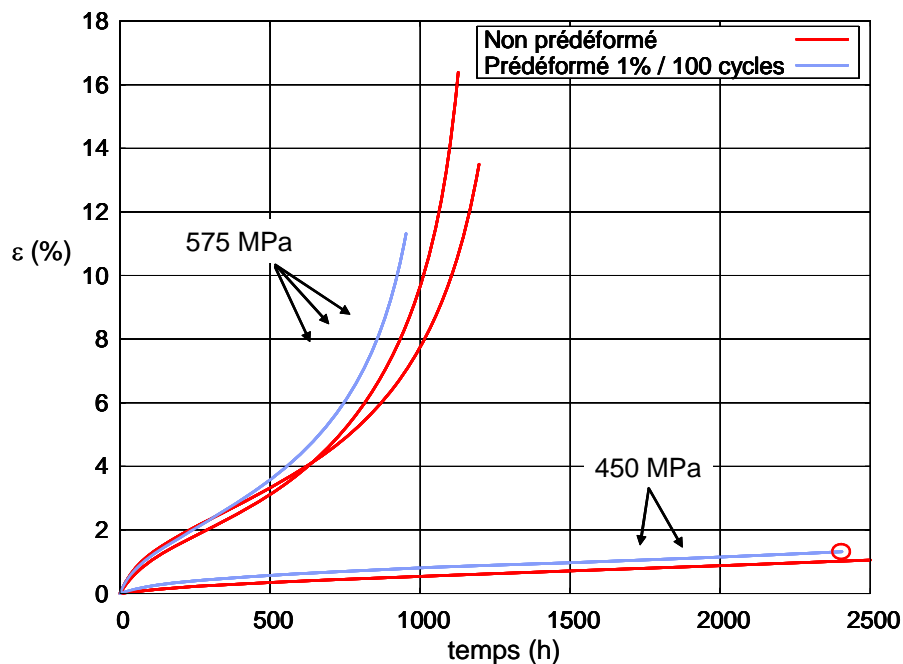


figure IV-21 : Influence des prédéformations en fatigue (100 cycles à $\epsilon_{max} = 1,0 \%$) sur le comportement en fluage à 450 MPa et 575 MPa

IV.1.5.2 Essai de Fluage - fatigue - fluage

La deuxième approche a consisté à réaliser un essai de fatigue oligocyclique pendant le fluage secondaire du matériau, ce qui correspond cette fois-ci au cas où l'ensemble des événements a lieu en une seule fois pendant le fonctionnement de la turbine. L'éprouvette a donc subi une première étape de fluage puis une centaine de cycles de fatigue, en pilotant la contrainte, et pour terminer une phase de fluage. En phase de fatigue, nous avons réalisé le pilotage sur la contrainte pour éviter de passer en contrainte négative (ce qui est le cas en pilotage déformation à $R_\epsilon=0,05$) et éviter le flambement, car les éprouvettes de fluage ont un rapport « longueur utile / diamètre utile » plus élevé. L'essai de fluage a été mené à 450 MPa et l'essai de fatigue à une amplitude de contrainte de $\Delta\sigma = 75$ MPa telle que $\sigma_{\min} = 450$ MPa et $\sigma_{\max} = 525$ MPa. Cette valeur de σ_{\max} a été choisie à partir du calcul suivant : En considérant que le régime de base est à 450 MPa, une survitesse de 108 % produit alors un incrément de contrainte d'environ 75 MPa en raisonnant sur la force centrifuge $F=m\omega^2/r$.

Les résultats de l'essai de fluage mené à 450 MPa pendant lequel un essai de fatigue a été réalisé sont présentés sur la figure IV-22. L'essai de fatigue a été effectué après 1500 h de fluage, pendant le stade secondaire. Le cercle rouge symbolise l'interruption de l'essai.

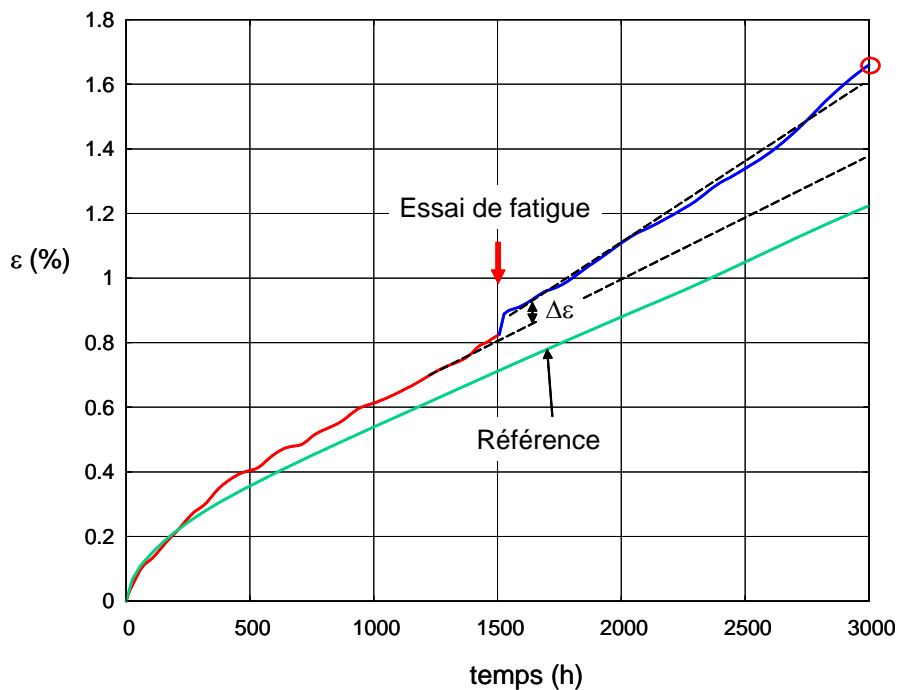


figure IV-22 : Essai de fluage - fatigue - fluage

On remarque après la sollicitation en fatigue, un petit incrément de déformation $\Delta\epsilon = 0,08$ % semblable à celui observé au fluage primaire à 450MPa entre les éprouvettes prédéformées et non prédéformées. On observe également un léger accroissement de la vitesse de déformation qui augmente de $1,2 \cdot 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ à $1,6 \cdot 10^{-9} \text{ s}^{-1}$.

IV.1.5.3 Surcharges ponctuelles en cours de fluage

Nous avons également abordé le problème en réalisant des surcharges ponctuelles au cours d'un essai de fluage à 450 MPa. Nous avons gardé le même incrément de contrainte que dans le cas précédent $\Delta\sigma = 75$ MPa. Dans un premier temps, deux surcharges espacées de 290h ont d'abord été pratiquées puis 5 surcharges espacées de 24 h ont été réalisées. La courbe de fluage de l'essai mené à 450 MPa au cours duquel des surcharges ponctuelles ont été réalisées, est présentée sur la figure IV-23. Les flèches rouges symbolisent le moment où les surcharges ont été appliquées.

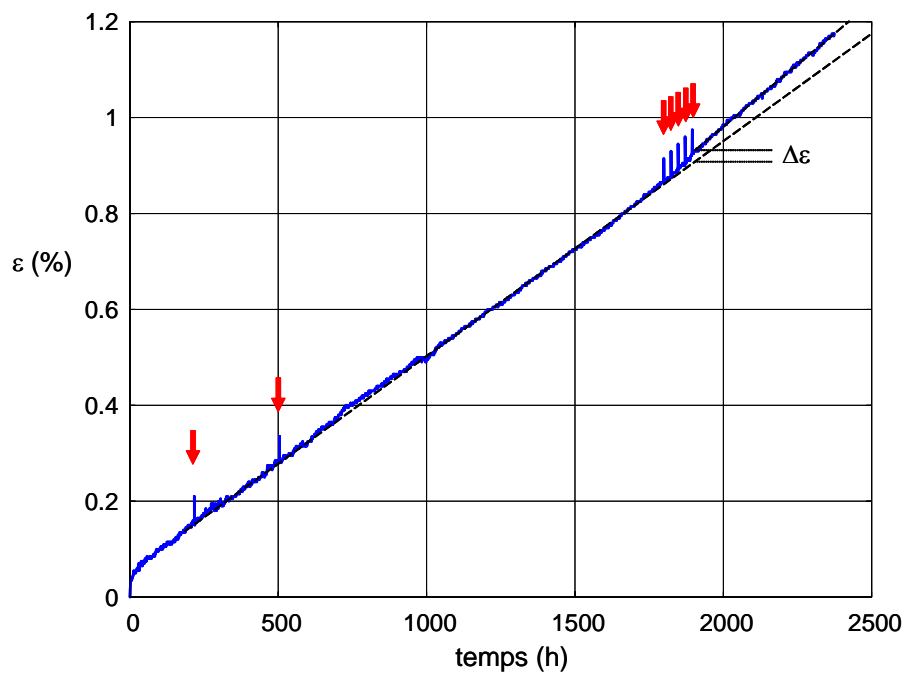


figure IV-23 : Surcharges ponctuelles en cours de fluage

Après les deux premières surcharges espacées de 290 h, on ne constate pas de changement de comportement. Après les 5 surcharges espacées de 1 jour, on observe un faible incrément de déformation $\Delta\varepsilon = 0,03$ % ainsi qu'un faible accroissement de la vitesse de déformation de $1,2 \cdot 10^{-9} \text{s}^{-1}$ à $1,5 \cdot 10^{-9} \text{s}^{-1}$.

L'amplitude de l'incrément de déformation étant de l'ordre de grandeur du bruit du signal et l'augmentation de la vitesse de déformation étant également relativement faible, ces changements ne semblent pas significatifs.

IV.1.5.4 Fluage ponctué par des essais de fatigue

La dernière approche a consisté à mener des essais de fluage au cours desquels des cycles de fatigue ont été réalisés. Les essais ont été conduits sur une machine électromécanique type traction, ils sont donc de courte durée. Un essai a été mené à 575 MPa au cours duquel une série de 4 cycles de fatigue avec un incrément de déformation de $\Delta\varepsilon = 0,8$ % a été réalisée après 12h de fluage. Un second essai a été conduit à 450 MPa au cours duquel 2 fois 4 cycles de fatigue ($\Delta\varepsilon = 0,8$ %) ont été réalisés après 8h et 16h de fluage.

Les essais de fluage au cours desquels des cycles de fatigue ont été réalisés, ont été menés en vue d'accentuer les phénomènes observés.

La figure IV-24 présente l'essai réalisé à 575 MPa. La flèche rouge marque le moment où les quatre cycles de fatigue ont été appliqués.

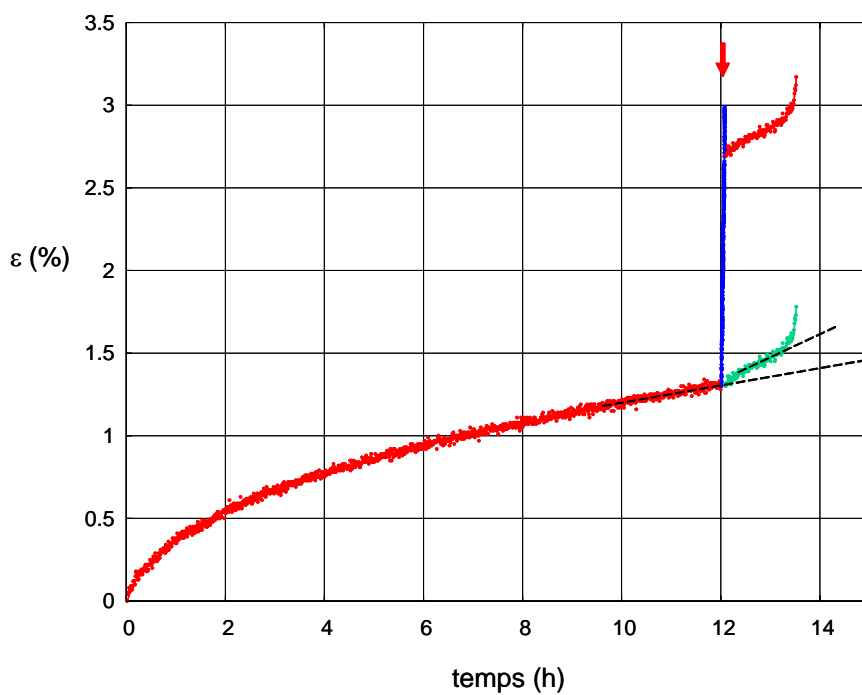


figure IV-24 : Essai de fluage sur éprouvette plate à 575 MPa au cours duquel des cycles de fatigue ont été réalisés

On observe sur ce graphique qu'après la réalisation des cycles de fatigue, la vitesse de déformation a fortement augmenté. Pour une meilleure observation, nous avons reporté (en vert) la deuxième partie de courbe à la fin de la première.

On remarque cependant que l'on est proche de la rupture. En effet, le niveau de déformation atteint après la sollicitation en fatigue est de 2,7 %, avec des éprouvettes plates, la ductilité en fluage à cette contrainte est de l'ordre de 3%⁹. Nous pouvons donc considérer qu'après l'application des cycles de fatigue, le matériau est en stade tertiaire de fluage, expliquant l'augmentation de la vitesse de déformation observée.

La figure IV-25 présente l'essai conduit à 450 MPa. Deux fois quatre cycles ont été réalisés après 10h et 20h de fluage. Le graphique A présente l'ensemble de l'essai et le graphique B les trois phases de fluage mises bout à bout.

Après chaque phase de fatigue, malgré un signal bruité, on n'observe pas de changement de vitesse de déformation. En revanche, le fluage semble redémarrer par un stade primaire où la vitesse de déformation diminue avant de se stabiliser.

⁹ Observation faites à partir de l'essai de fluage conduit sous environnement contrôlé (présenté dans la partie suivante)

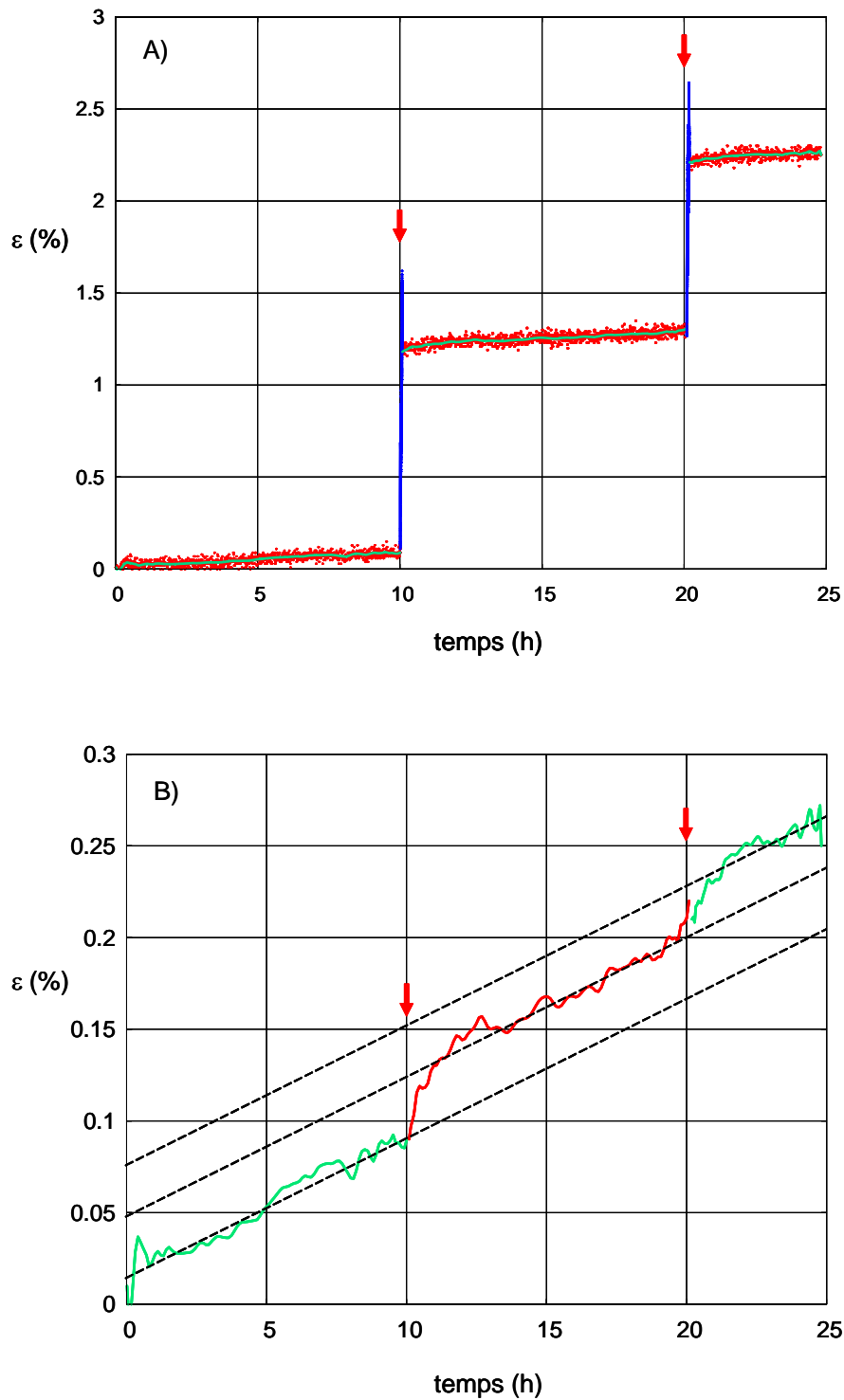


figure IV-25 : Essais de fluage à 450 MPa au cours desquels des cycles de fatigue ont été réalisés

En conclusion, nous pouvons dire que ces essais couplés n'ont pas mis en évidence de changement drastique de vitesse de déformation après sollicitation en fatigue. Les observations ont tout de même révélé un accroissement de la déformation en stade primaire (cas où la phase de fatigue a lieu avant le fluage) ou une reprise du fluage marquée par une vitesse de déformation qui diminue.

Pour expliquer ces observations, on peut émettre l'hypothèse que la réalisation d'un événement, tel que l'application de quelques cycles de fatigue, génère dans le matériau un apport de dislocations ou une structure de dislocations différente conduisant à une vitesse de déformation plus élevée. Lorsque la densité de dislocations revient à l'équilibre, la vitesse de déformation diminue et se stabilise, conduisant au final à un incrément de déformation.

IV.1.6 Essais sous environnement contrôlé

La turbine des Réacteurs Haute Température fonctionnant sous hélium impur et non pas sous air, nous avons souhaité évaluer le rôle de l'oxydation sur le comportement en fluage du matériau. Dans cet objectif nous avons réalisé deux expériences au sein du laboratoire CIRIMAT à Toulouse. La première expérience a consisté à changer d'atmosphère au cours d'un essai de fluage en passant d'une atmosphère réductrice ($\text{Ar}+\text{H}_2$) à une atmosphère oxydante (air) et d'évaluer l'impact sur les propriétés en fluage du matériau. La deuxième expérience a consisté à réaliser des essais de traction sous atmosphère réductrice.

IV.1.6.1 Essai de fluage

La figure IV-26 présente l'essai de fluage mené sur une éprouvette plate à 700°C sous 600 MPa avec changement d'atmosphère. Le passage d'une atmosphère réductrice ($\text{Ar}-\text{H}_2$) à oxydante (air) a eu lieu après environ 63h de fluage, il est indiqué par la flèche et le changement de couleur de la courbe.

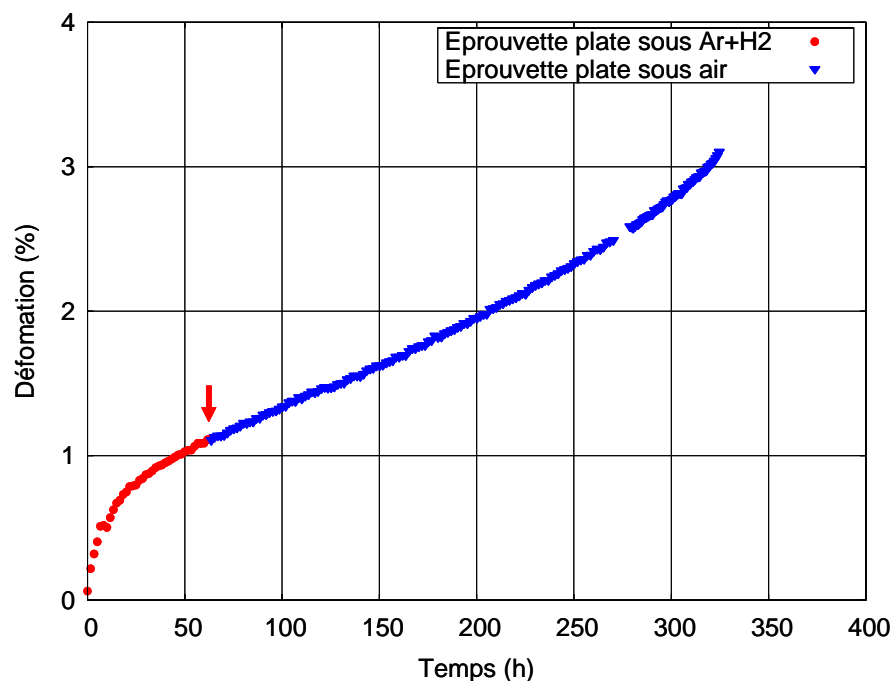


figure IV-26 : Essai de fluage à 700°C sous 600 MPa avec changement d'atmosphère

On note très clairement que le changement d'atmosphère n'affecte pas le comportement en fluage de l'éprouvette. Le stade secondaire de fluage qui s'était déjà établi sous l'atmosphère, se maintient sous atmosphère oxydante.

IV.1.6.2 Essais de traction

Deux essais ont été réalisés sous une atmosphère réductrice (argon hydrogéné) et un essai sous atmosphère oxydante (air synthétique). Les résultats de ces essais de traction sont représentés sur la figure IV-27 en coordonnées de contrainte et déformation vraie (en tenant compte de la variation de section de l'éprouvette et en considérant que la déformation plastique s'effectue à volume constant).

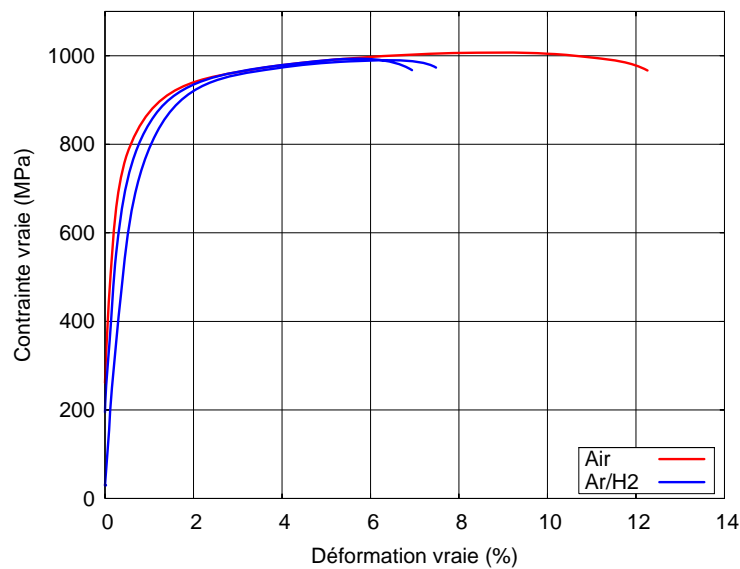


figure IV-27 : Essais de traction sous environnement contrôlé ($\dot{\epsilon} = 5.10^{-4} \cdot s^{-1}$, éprouvettes plates)

Il apparaît que du point de vue de la limite d'élasticité et de l'écrouissage, l'atmosphère utilisée n'a pas une incidence majeure. On remarque cependant que les deux éprouvettes testées sous Ar-H₂ rompent à un niveau de déformation significativement plus faible que l'éprouvette testée sous air.

En conclusion, hormis une baisse de la ductilité en traction, nous n'avons pas observé d'effet majeur sur le comportement du matériau, pour des temps courts, lié à l'atmosphère. Cette problématique n'a pas été approfondie dans la suite de la thèse.

IV.2. Caractérisation des états déformés

Dans cette section nous présentons les structures de dislocations mises en jeu lors des sollicitations imposées à l'alliage, puis nous nous intéressons à l'endommagement du matériau en fluage et en traction.

IV.2.1 Mécanismes de déformation

Les structures de dislocations générées en traction et fluage ont été observées par Microscopie Electronique en Transmission en mode « Weak-Beam ».

La figure IV-28 présente la structure de dislocations observée après 1,5% de fluage à faible contrainte (450 MPa). La figure IV-29 présente la structure de dislocations obtenue après 1% de déformation plastique en traction.

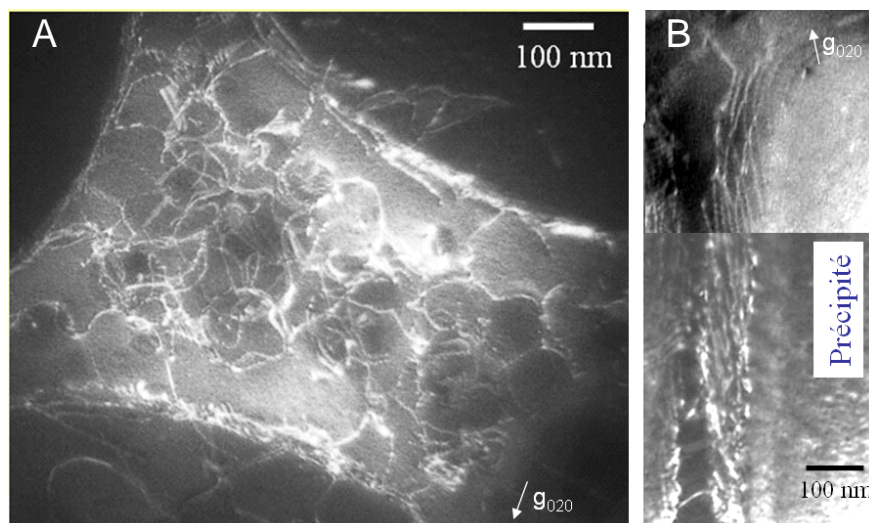


figure IV-28 : Structure de dislocations en fluage sous 450 MPa après 1,5% de déformation à 700°C

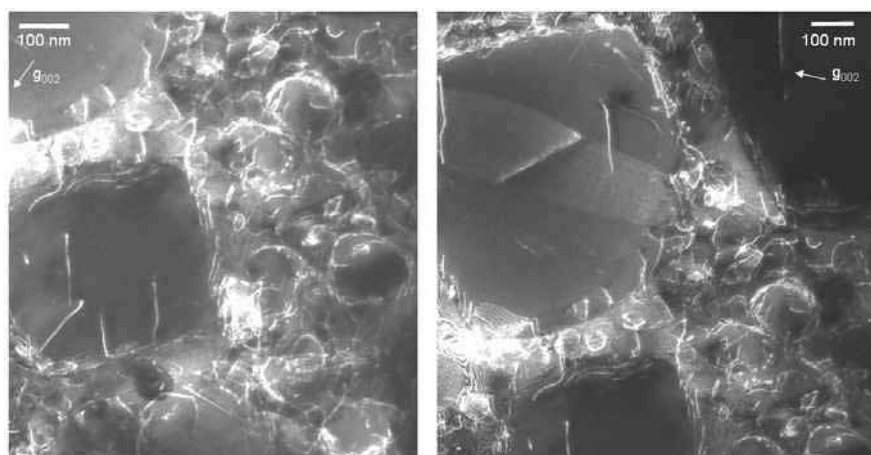


figure IV-29 : Structure de dislocations en traction ($\dot{\epsilon} = 5.10^{-4} s^{-1}$) après 1% de déformation plastique à 700°C

Les observations n'ont pas montré de différence entre les échantillons déformés en traction à la vitesse de déformation de 5.10^{-4}s^{-1} et ceux déformés en fluage à 450 MPa à des taux de déformation plastique comparables. L'observation de lames issues d'échantillons ayant flué à 575 MPa a également montré le même type de structure de dislocations : on remarque principalement des boucles d'Orowan et globalement beaucoup de dislocations dans les couloirs. On observe de nombreuses dislocations stockées sur les parois des précipités γ' secondaires (figure IV-28B). Ces dislocations sont bien souvent des boucles d'Orowan dont on n'observe qu'une partie : en effet les précipités secondaires ont une taille supérieure à l'épaisseur des lames (Annexe B) donc toute boucle d'Orowan qui ne se trouve pas dans un plan proche de celui de la lame, est visible sous forme de segments de dislocation stockés sur les parois.

Des défauts d'empilement à l'intérieur de quelques précipités sont également visibles, mais aucune bande de cisaillement traversant entièrement les grains, comme dans le cas d'un contrôle de la vitesse de déformation par un mécanisme de cisaillement de précipités, n'a été observée.

Il semble donc que les précipités soient franchis essentiellement par du contournement d'Orowan dans toute la gamme des vitesses de déformation testées. Ce mode de franchissement a déjà été observé dans l'Udimet 720 MdP CR par S.Dubiez à forte contrainte [Dubiez 2003].

Ces observations confortent la thèse, évoquée lors de l'étude de sensibilité à la vitesse de déformation (IV.1.3), qu'un seul mécanisme de déformation contrôle la vitesse de déformation dans la gamme des vitesses testées.

Les structures de dislocations ont également été observées après 100 cycles de fatigue oligocyclique à déformation contrôlée dans les conditions suivantes : $\epsilon_{\max}=1\%$ / $R=0,05$. L'état dans lequel se trouve le matériau est similaire à celui à partir duquel les deux essais de fluage, à 450 MPa et 575 MPa, ont été réalisés dans le cadre de l'étude de l'influence d'une prédéformation en fatigue oligocyclique sur le comportement en fluage du matériau. La figure IV-30 présente une image MET en « Weak-Beam » des structures de dislocations obtenues.

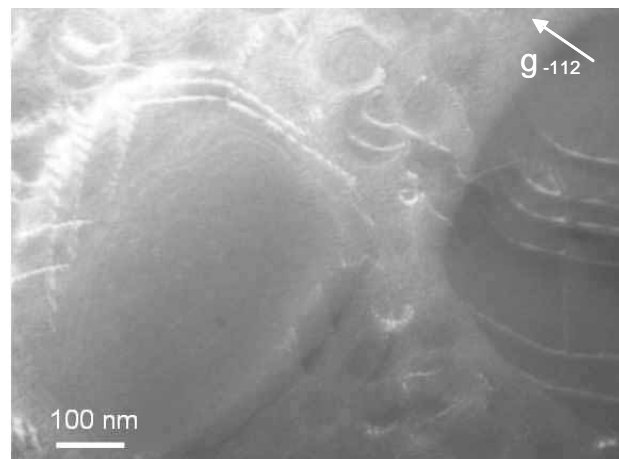


figure IV-30 : Observation des structures de dislocations après 100 cycles de fatigue à $\epsilon_{\max}=1\%$ / $R=0,05$

On observe, tout comme dans le cas du fluage et de la traction, des boucles d'Orowan autour des précipités. Bien que l'échantillon ait subi 10% de déformation plastique cumulée, la densité de dislocations observée semble inférieure à celle obtenue après 1,5 %

de déformation plastique en fluage et 1 % de déformation plastique en traction. Nous n'avons également pas remarqué de bandes de cisaillement traversant les grains dans leur totalité, ni de précipités cisillés. Les résultats des observations par Microscopie Electronique en Transmission sont cohérents avec l'absence d'adoucissement de structure constaté à partir des courbes de fatigue « amplitude de contrainte – nombre de cycles » (IV.1.4).

IV.2.2 Endommagement

La figure IV-31 présente les faciès de rupture obtenus en traction et fluage. Les images A et B correspondent aux essais de traction à 700°C conduits à une vitesse de déformation de 10^{-1}s^{-1} et $5 \cdot 10^{-6} \text{s}^{-1}$. Les images C, D et E présentent les faciès obtenus en fluage à 700°C sous 750, 575 et 500 MPa. Sur la dernière image (F), figure le faciès de rupture obtenu en fluage à 750°C sous une contrainte de 300 MPa.

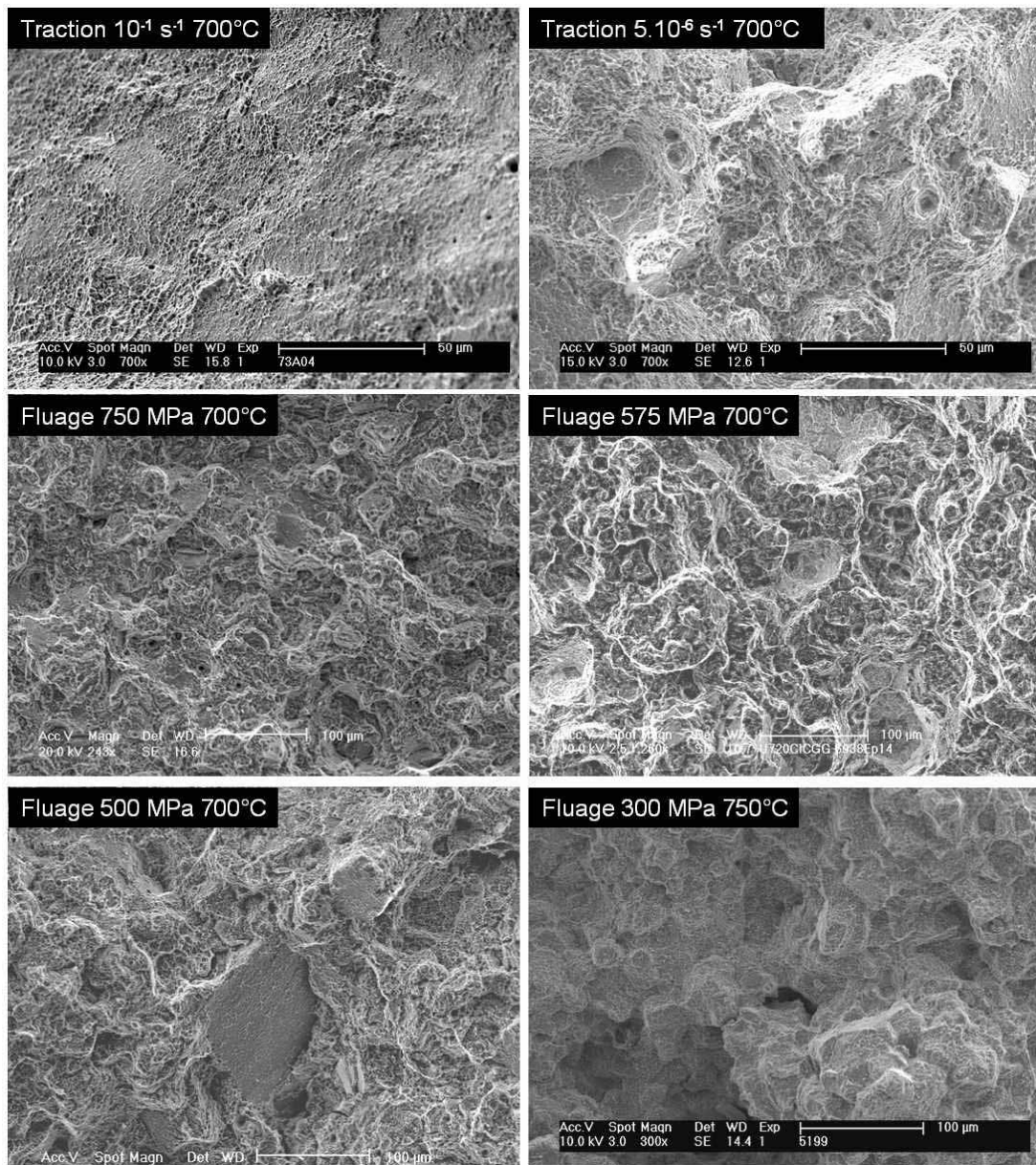


figure IV-31 : Faciès de rupture en traction et fluage

La figure IV-32 présente les coupes longitudinale d'éprouvettes rompues en traction forte vitesse et fluage forte (750 MPa) et basse (500 MPa) contraintes.

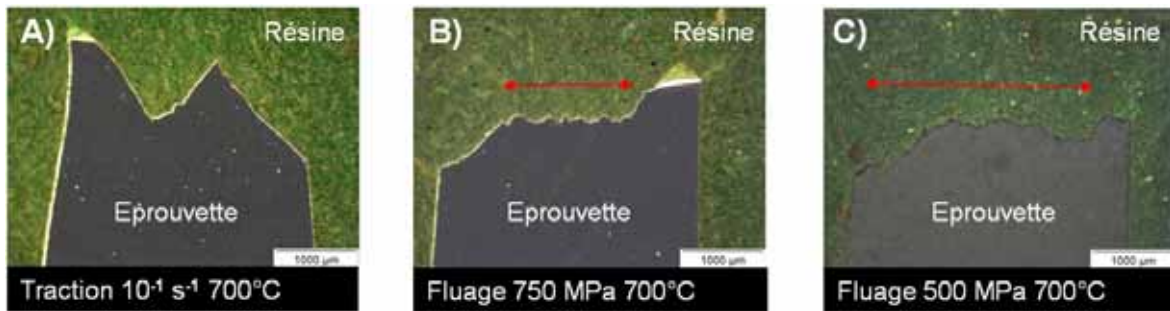


figure IV-32 : Observation à la binoculaire de coupes polies d'éprouvettes rompues

En traction à forte vitesse (10^{-1}s^{-1}), le faciès de rupture est essentiellement composé de zones de cisaillement orientées à 45° par rapport à l'axe de traction (figure IV-32A). Les observations montrent de grandes surfaces avec peu de relief, et recouvertes de petites cupules. La rupture est donc essentiellement transgranulaire ductile.

Lorsque la vitesse de déformation est inférieure, on observe sur les faciès deux zones : une zone perpendiculaire à l'axe de sollicitation, généralement au centre, et des zones de cisaillement orientées à 45° par rapport à l'axe de sollicitation. L'étendue de la première zone, indiquée en rouge sur la figure IV-32, augmente lorsque la vitesse de déformation diminue. Cela signifie que l'endommagement est de plus en plus uniforme et que celui-ci est très progressif. En observant cette zone (figure IV-31 B à E) on remarque plus de facettes à basse contrainte. On observe également plus de fissures et de cavités à basse contrainte. Ces cavités sont principalement localisées sur des sites où les joints de grains sont contigus avec les précipités aux PPB (figure IV-33). Une étude de Norell [Norell 1996] réalisée sur un acier martensitique élaboré par métallurgie des poudres, a montré un résultat similaire : dans cet alliage 10% des joints de grains sont contigus avec les PPB ; après fluage, 80% des cavités observées sont localisées sur ces 10% de joints de grains. La cavitation semble ainsi s'amorcer à partir de ce type de site.

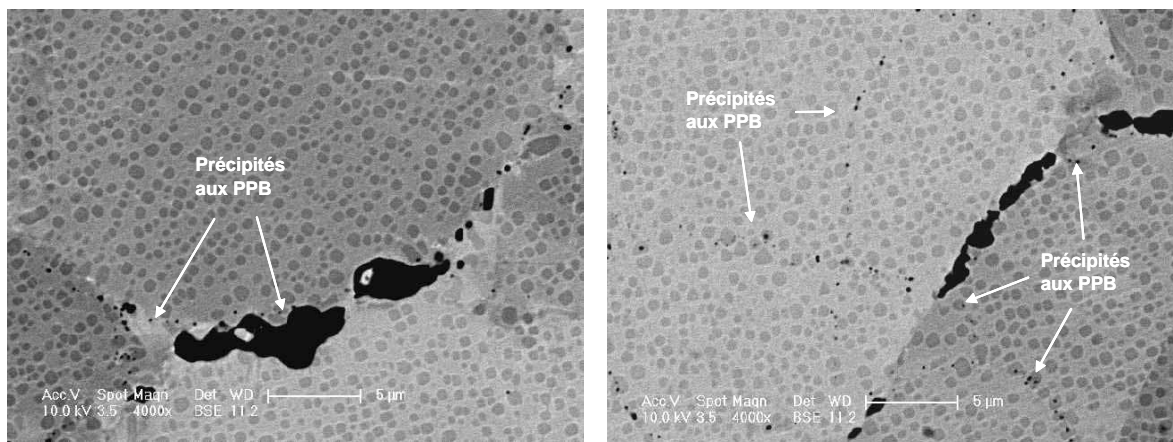


figure IV-33 : Amorçage de la cavitation à partir des joints de grains contigus avec les PPB (Fluage à 500 MPa / 700°C)

Il apparaît donc que plus la vitesse de déformation diminue plus la rupture s'éloigne d'un mode intragranulaire ductile pour se rapprocher d'un mode intergranulaire ductile. A basse contrainte, le temps d'exposition à haute température est plus élevé, favorisant les phénomènes d'endommagement thermiquement activés tels que la cavitation et la croissance de fissures. Lorsque l'on augmente la température de fluage, l'endommagement thermiquement activé est encore plus important : à 750°C - 300 MPa le caractère intergranulaire de la rupture apparaît encore plus marqué (figure IV-31F).

IV.3. Intérêt de la nuance « U720 MdP GG »

Dans cette section nous nous intéressons à l'amélioration de la résistance à haute température apportée par l'application d'un cycle de CIC découplé, permettant d'obtenir une microstructure à gros grains. Les résultats et les propriétés mécaniques obtenus sont confrontés avec les données de la littérature.

Pour comparer les temps à rupture en fluage entre différents matériaux ou microstructures, on utilise généralement un diagramme de Larson-Miller. Cette représentation permet de placer dans un même graphique des essais réalisés à des températures différentes. Elle est basée sur un modèle empirique proposant une équivalence temps – température par le biais du paramètre :

$$P = T [C + \log (t)] \quad (IV-9)$$

où T est la température, t le temps en heure (ici le temps à rupture) et C une constante du matériau. Dans le cas des alliages métalliques, on utilise habituellement comme valeur de constante C=20. Dans ce diagramme, on porte en ordonnée la contrainte et en abscisse le paramètre P, un essai de fluage est représenté par un point. Il est alors possible en théorie de prévoir la durée de vie en fluage d'un essai long en réalisant un essai à plus haute température plus court. Ceci n'est valable que si les mécanismes de déformation sont les mêmes.

La figure IV-34 représente dans un diagramme de Larson Miller « à rupture » les résultats en fluage obtenus à 700°C et 750°C pour le matériau étudié (MdP-GG) ainsi que les données disponibles dans la littérature sur les temps à rupture obtenus à partir d'essais de fluage réalisés sur l'Udimet 720 forgé [Sczerzernie 1988][Couturier 2004] et sur l'Udimet 720 élaboré par métallurgie des poudres [Dubiez 2003][Jain 2000][Furrer 2000]. Les valeurs ayant servi à l'élaboration de ce graphique sont données en Annexe G.

On remarque sur ce diagramme que la résistance au fluage de l'alliage forgé à gros grains reste meilleure que celle des alliages MdP. Cependant, le comportement de l'alliage MdP étudié se rapproche nettement de la courbe de l'alliage forgé.

Afin d'identifier l'origine de cette augmentation du temps à rupture par rapport à un Udimet 720 MdP élaboré par un cycle de CIC conventionnel, nous avons comparé les valeurs de la constante de Monkman-Grant obtenues à 700°C en traction et fluage pour les deux types d'Udimet MdP. Cette constante permet d'évaluer la capacité du matériau à se déformer sans s'endommager. Elle a la dimension d'une déformation et se calcule en multipliant la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ par le temps à rupture t_r . Dans le cas du fluage pour calculer cette constante, on prend la vitesse de déformation stationnaire. La figure IV-35 représente dans un graphique la constante de Monkman-Grant en fonction de la vitesse de déformation. On observe que la courbe du matériau étudié (MdP GG) présente un premier palier à basse vitesse où la constante de Monkman Grant a une valeur d'environ 5%, puis

une phase de transition pour atteindre une valeur de la constante de Monkman Grant d'environ 35% puis on observe une légère diminution de cette constante à très forte vitesse pour atteindre une valeur d'environ 25%.

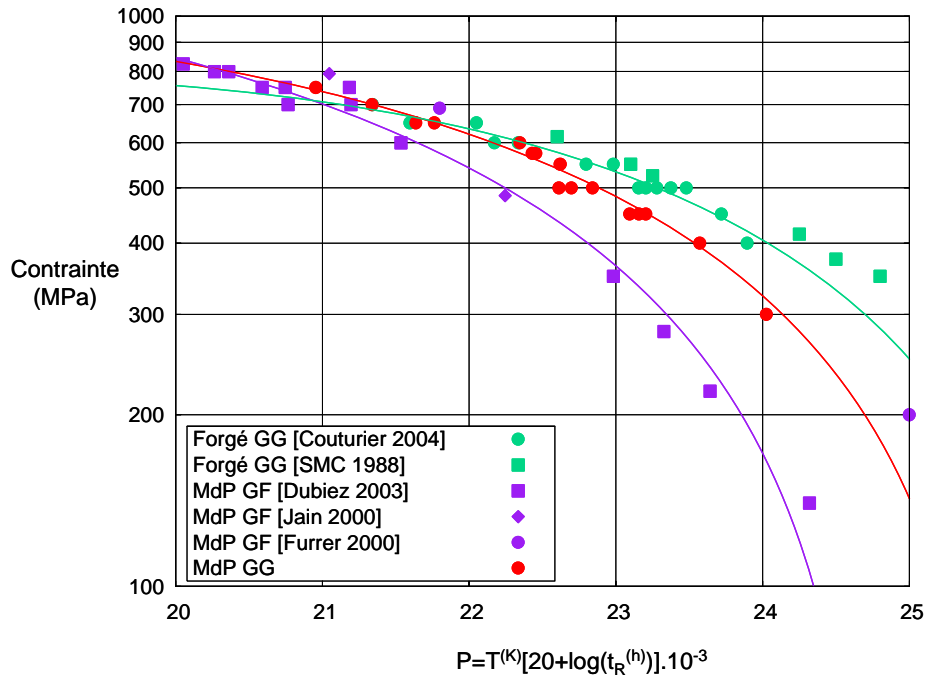


figure IV-34 : Diagramme de Larson-Miller à rupture

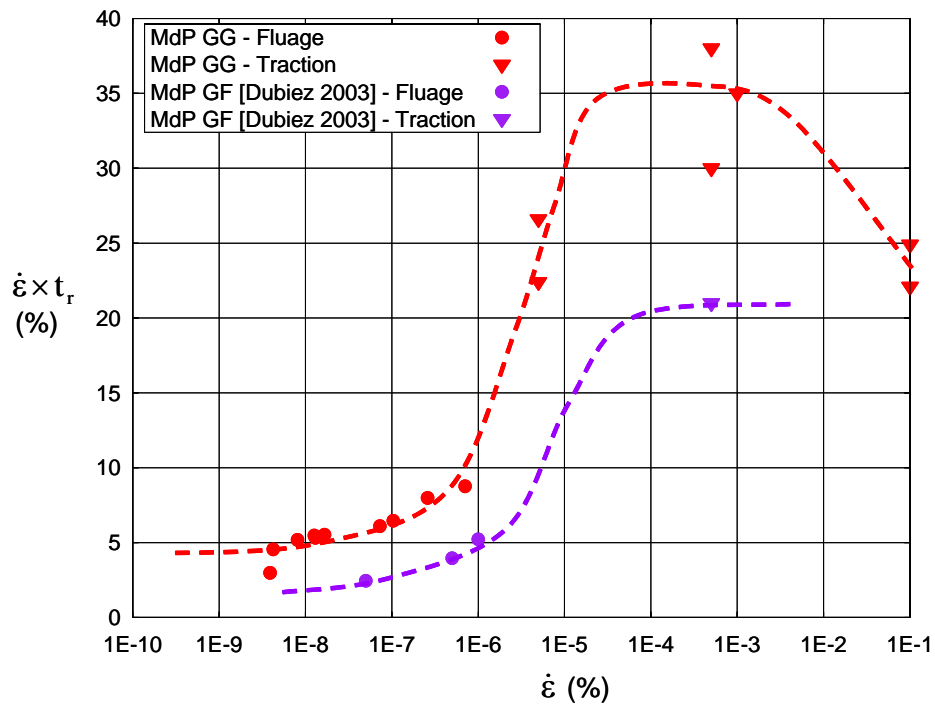


figure IV-35 : Graphique de Monkman-Grant (700°C)

L'allure de la courbe obtenue est caractéristique d'un changement de mode d'endommagement qui passe d'intragranulaire pour les fortes vitesses à intergranulaire pour les faibles vitesses [Auzoux 2004][Dubiez 2003]. On note que les essais de fluage se situent globalement dans la zone de rupture intergranulaire et que les essais de traction se situent globalement dans la zone de rupture intragranulaire. On remarque cependant que les essais de traction réalisés à basse vitesse ($5.10^{-6}s^{-1}$) ainsi que les essais de fluage réalisés à forte contrainte (750 MPa) se situent dans la zone de transition. Ces résultats sont en accord avec les observations des faciès de rupture obtenues après sollicitation à différentes vitesses.

Lorsque l'on compare la courbe obtenue pour le matériau étudié avec celle obtenue à partir d'un Udimet 720 MdP élaboré par un cycle de CIC conventionnel (MdP GF¹⁰) [Dubiez 2003], on constate un léger décalage de la transition « intragranulaire - intergranulaire » vers les basses vitesses et on remarque également que la constante de Monkman Grant est toujours plus élevée pour le matériau étudié (environ un facteur 2 en fluage).

On peut expliquer cette différence de comportement par le fait que la majorité des joints de grains sont découplés des PPB dans l'Udimet 720 à Gros Grains : les observations par microscopie (figure IV-33) ont montré que les joints de grains contigus avec les PPB sont des sites préférentiels d'endommagement. En réduisant leur proportion, l'endommagement est retardé et la capacité du matériau à se déformer sans s'endommager est globalement augmentée.

La réduction du nombre de sites d'endommagement ne semble pas être la seule explication de l'accroissement du temps à rupture en fluage, la différence de taille de grain participe également à l'amélioration des propriétés en fluage. La figure IV-36 présente un graphique à échelle logarithmique avec en ordonnée la vitesse de déformation stationnaire en fluage normalisée par le coefficient de diffusion en volume et en abscisse la contrainte normalisée par le module d'Young. Dans ce type de graphique, la pente correspond à l'exposant n de la loi de Norton. Nous avons reporté sur cette figure les résultats obtenus à 700°C et 750°C (MdP GG) ainsi que les données bibliographiques relatives à la microstructure à grains fins (MdP GF) élaborée par un cycle de CIC conventionnel [Dubiez 2003], et à la microstructure forgée à gros grains [Couturier 2004]. On remarque que l'ensemble des points obtenus en fluage sont alignés sur une même courbe, tout comme pour le matériau forgé, en revanche, la courbe du matériau à grains fins présente une rupture de pente synonyme de changement de mécanisme : à basse contrainte la valeur de l'exposant n est 3 alors qu'à forte contrainte celle-ci vaut environ 16. Bien que la réalisation de microgrilles d'extensométrie n'ait pas pu mettre clairement en évidence la présence de glissement intergranulaire à faible contrainte [Terzi 2003], la faible valeur pour un superalliage du coefficient n , indique que la vitesse de déformation est contrôlée par des mécanismes de fluage diffusion qui s'accompagnent généralement de glissement intergranulaire. Il est admis que la vitesse de déformation par fluage diffusion et glissement intergranulaire diminue lorsque la taille de grain augmente. La microstructure du matériau étudiée dans cette thèse présentant une taille de grain supérieure à celle d'un matériau élaboré par un cycle de CIC conventionnel, la déformation par fluage diffusion est inférieure et reste négligeable dans la gamme de contrainte prospectée.

¹⁰ L'appellation GF pour Grain Fins a été attribuée en comparaison au matériau étudié à Gros Grains, nous rappelons au lecteur que l'alliage considéré ici correspond à l'Udimet 720 CR dans la thèse de S. Dubiez.

En conclusion l'amélioration de la résistance au fluage de cet alliage par rapport à un Udimet 720 MdP élaboré par un cycle de CIC conventionnel, résulte d'une part du découplage des joints de grains avec les PPB diminuant ainsi le nombre de sites d'endommagement, et d'autre part de l'augmentation de taille de grain limitant de ce fait à basse contrainte la déformation par fluage diffusion et glissement intergranulaire.

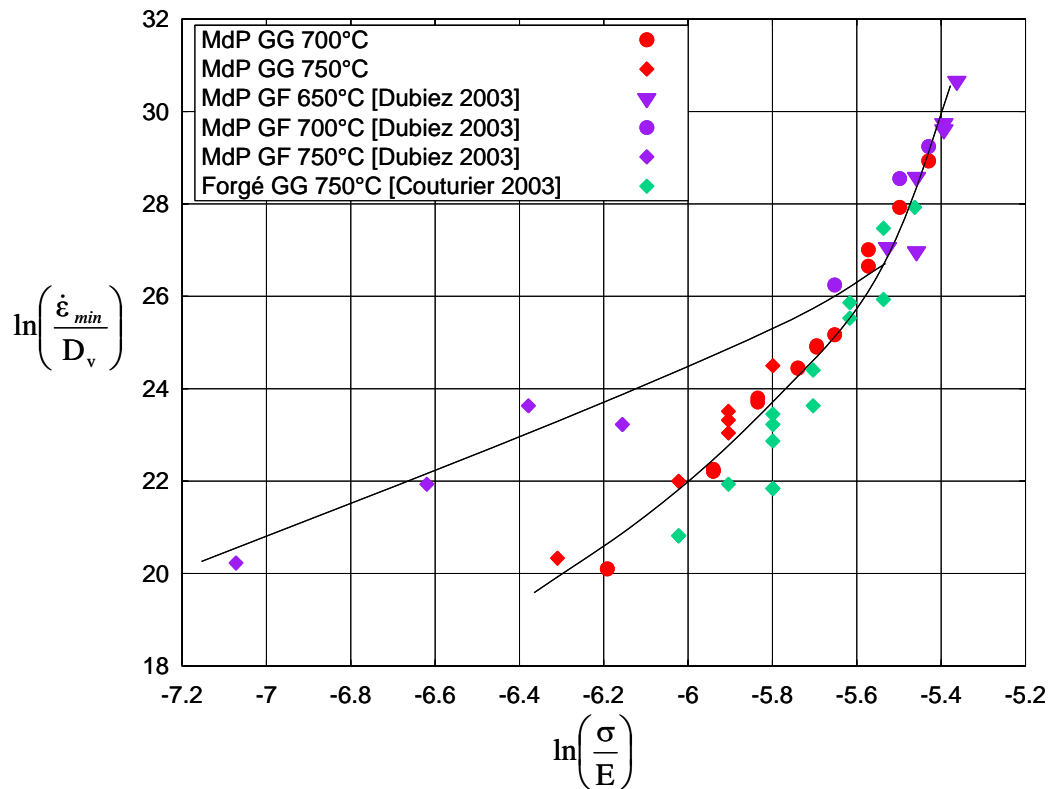


figure IV-36 : Représentation de la vitesse de déformation en fluage dans un graphique normalisé « Vitesse de déformation - Contrainte »

Chapitre V - Modélisation

V.1. Les différentes approches pour modéliser le fluage

Pour modéliser le fluage, deux approches sont envisageables : la première consiste à développer un modèle permettant de reproduire au mieux l'évolution d'une variable mesurable. Cette approche appelée empirique est mise en œuvre en ajustant une fonction mathématique sur des points expérimentaux. Ce type de modèle permet généralement de bien décrire le comportement des métaux dans les conditions expérimentales étudiées et s'intègre bien aux codes de calcul. Cependant, toute possibilité d'interprétation du comportement par des mécanismes physiques reste limitée.

La deuxième approche possible est l'approche dite physique qui consiste à proposer une loi de comportement légitimée par des considérations ou théories physiques. Les modèles développés dans ce cadre mettent en équation des mécanismes physiques, ce qui offre la possibilité de prédire le comportement du matériau lorsque les conditions expérimentales changent, voire lorsque l'état métallurgique du matériau est légèrement différent.

Il existe également des modèles qualifiés de semi-empiriques pour lesquels l'ajustement des paramètres se fait sur une fonction dont la forme est calquée sur une loi physique. Ces modèles permettent d'émettre certaines hypothèses générales sur les mécanismes de déformation.

Dans cette partie, nous illustrons par un exemple chacun des trois différents types de modèles de comportement permettant de simuler le fluage primaire et secondaire d'un alliage industriel polycristallin de type superalliage.

Les essais de fluage réalisés sur l'Udimet 720 MdP à Gros Grains, ont montré que dans le cadre de la loi de Norton on obtient un exposant « n » élevé, synonyme de déformation par fluage dislocation. Les trois types de modèles présentés sont compatibles avec ce type de déformation. Nous nous intéresserons tout d'abord au modèle empirique de Chaboche, puis au modèle semi empirique de Dyson et enfin nous présenterons un modèle plus physique basé sur l'évolution de la densité de dislocations.

V.1.1 Modèle de Chaboche

Le modèle de Chaboche est un modèle empirique viscoplastique. Pour une sollicitation uniaxiale la vitesse de déformation plastique est exprimée par l'équation suivante [Lemaitre 1988][Besson 2001] :

$$\dot{\varepsilon} = f\left(|\sigma - X| - R - \sigma_y\right) \text{signe}(\sigma - X) \quad (\text{V-1})$$

où X et R sont des variables internes et σ_y la limite d'élasticité du matériau à l'état non déformé. La variable X représente l'écrouissage cinématique du matériau. Elle permet de décrire les mouvements de translation du domaine élastique dans l'espace des contraintes au cours d'une sollicitation. La variable R quant à elle, définit l'écrouissage isotrope du matériau, elle permet de décrire l'expansion du domaine élastique au cours d'une

sollicitation. L'évolution de ces deux paramètres est décrite par le système d'équations (V-2) où C, D, b et Q sont des coefficients :

$$\begin{cases} \dot{X} = \frac{2}{3} C \dot{\epsilon} - D X |\dot{\epsilon}| \\ \dot{R} = b(Q - R) |\dot{\epsilon}| \end{cases} \quad (V-2)$$

La fonction présente dans l'équation (V-1) peut être une exponentielle ou un sinus hyperbolique par analogie avec le formalisme de l'activation thermique mais la fonction couramment utilisée est une loi puissance :

$$\dot{\epsilon} = \left\langle \frac{|\sigma - X| - R - \sigma_y}{K} \right\rangle^n \text{signe}(\sigma - X) \quad (V-3)$$

avec K et n constantes.

Ce modèle est couramment employé en mécanique dans les codes de calcul par éléments finis. Après ajustement des paramètres, il permet de décrire le comportement des matériaux sous diverses sollicitations (traction, fluage, fatigue). Etant basé sur des variables mécaniques, ce modèle ne permet pas d'interpréter par des mécanismes physiques le comportement observé.

V.1.2 Modèle de Dyson

Le modèle de Dyson a été développé pour décrire le comportement d'un matériau polycristallin renforcé [Dyson 1993]. Ce modèle est basé sur le formalisme de l'activation thermique et exprime donc la vitesse de déformation plastique par un sinus hyperbolique de la contrainte :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \sinh\left(\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0}\right) \quad (V-4)$$

avec :

- $\dot{\epsilon}_0$ et σ_0 : paramètres fixés pour un état métallurgique du matériau
- H : paramètre d'écrouissage

L'évolution de la vitesse de déformation est conditionnée par l'évolution du paramètre d'écrouissage H définie par :

$$\dot{H} = \frac{h'}{\sigma} \left(1 - \frac{H}{H^*}\right) \dot{\epsilon} \quad (V-5)$$

où h' est fonction du module d'Young et de la fraction volumique de précipités et H* est la valeur à saturation de H. L'équation (V-5) a été établie dans le cas d'un matériau biphasé en considérant deux phases en parallèle se déformant suivant deux lois puissance [Ion 1986]. Le premier matériau représente la matrice et le second les précipités. Dans ce modèle le paramètre h' de l'équation est défini par :

$$h' = f_B \cdot E \quad (V-6)$$

où f_B est la fraction volumique de précipités et E le module d'Young supposé identique pour la matrice et les précipités.

Dans le cadre de la thèse de S. Dubiez [Dubiez 2003], le modèle retenu pour simuler le comportement en fluage de l'Udimet 720 MdP classique est fondé sur un modèle similaire développé par Mc Lean [McLean 2000], prenant en compte l'endommagement du matériau via des paramètres de dommage. Ces paramètres de dommage, sélectionnés en fonction des mécanismes d'endommagement mis en jeu lors de la déformation du matériau, évoluent pendant l'essai simulé. On appelle l'ensemble de ces paramètres la mécanique d'endommagement continue (CDM pour Continuum Damage Mechanics).

Sans prendre en compte l'endommagement, la vitesse de déformation s'écrit :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \exp\left(-\frac{\Delta G_0}{k_B T}\right) \sinh\left(\frac{\sigma(1-H)\Delta V}{k_B T}\right) \quad (V-7)$$

avec :

- $\dot{\varepsilon}_0$: paramètre fonction des propriétés du matériau (coefficient de diffusion, paramètre de maille, etc.)
- ΔG_0 : énergie d'activation intrinsèque
- ΔV : volume d'activation effectif
- k_B : Constante de Boltzmann
- T : Température

Les simulations du comportement en fluage de l'Udimet 720 MdP CR classique via ce type de modèle ont permis de bien reproduire la forme des courbes expérimentales, cependant la valeur du paramètre h' ajusté est incompatible avec la formule (V-6) ($h' = 5890$ soit $f_B \approx 3,5\%$ pour une valeur observée expérimentalement d'environ 45%) [Dubiez 2003]. Notons également que l'établissement de cette formule fait appel à l'hypothèse d'une fraction volumique de précipités négligeable devant la fraction volumique de matrice :

$$f_B \ll f_A \quad (V-8)$$

Dans le cas des superalliages pour disque les plus performants, la fraction volumique de précipités est supérieure à 40%. Nous sommes donc loin de l'hypothèse formulée lors de l'établissement de la formule (V-5).

Avec ce modèle, il semble donc difficile de relier des grandeurs physiques aux paramètres décrivant l'érouissage du matériau. Dans le cadre de la thèse de S. Dubiez, les paramètres de l'équation (V-5) régissant l'érouissage ont été considérés comme des paramètres ajustables.

V.1.3 Modèles basés sur l'évolution de la densité de dislocations

L'érouissage lors d'un essai de traction où l'évolution de la vitesse de déformation en fluage étant liée à la densité de dislocations, Mecking, Kocks et Estrin [Mecking 1981] [Estrin 1984] ont développé un modèle où l'état mécanique du matériau est piloté par un paramètre structural unique : la densité de dislocations. Ils proposent d'exprimer la vitesse de déformation plastique sous la forme d'une loi puissance où $\dot{\varepsilon}_0$ et m sont des paramètres du matériau :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \left(\frac{\sigma}{\hat{\sigma}} \right)^m \quad (V-9)$$

et où $\hat{\sigma}$ dépend de la densité de dislocations ρ par l'expression :

$$\hat{\sigma} = \alpha G b \sqrt{\rho} \quad (V-10)$$

avec :

- α constante dont la valeur est comprise entre 0,2 et 1 pour les métaux c.f.c selon la revue bibliographique [Viguié 2003]
- G module de cisaillement
- b vecteur de Burgers

L'évolution de ρ est quant à elle conditionnée par l'équation différentielle suivante :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = k + k_1 \rho^{1/2} - k_2 \rho \quad (V-11)$$

où k est lié aux obstacles fixes dans le matériau tels que les joints de grains où les précipités, $k_1 \rho^{1/2}$ est un terme de production lié au stockage des dislocations sur la forêt et $k_2 \rho$ un terme d'annihilation.

Ce modèle a été repris par Estrin et Kubin [Estrin 1986] en basant l'équation de la vitesse de déformation plastique sur le formalisme de l'activation thermique :

$$\dot{\varepsilon} = A \rho_m \exp\left(\frac{\sigma - \sigma_f}{S}\right) \quad (V-12)$$

avec :

$\sigma_f = \alpha \mu b \sqrt{\rho_f}$ (identique à $\hat{\sigma}$ dans l'équation (V-10))

- $S = \left(\frac{k_B T}{V} \right)$ où V est le volume d'activation et T la température.
- A : constante
- ρ_f : densité de dislocations de la forêt (fixes)
- ρ_m : densité de dislocations mobiles

Ils proposent dans le cadre d'un changement rapide de régime (de type saut de vitesse en traction), de ne plus prendre en compte uniquement l'évolution de la densité totale de dislocations mais de décrire la déformation par le système d'équations suivant :

$$\begin{cases} \frac{d\rho_m}{d\varepsilon} = \frac{C_1}{b^2} \rho_f / \rho_m - C_2 \rho_m - \frac{C_3}{b} \sqrt{\rho_f} \\ \frac{d\rho_f}{d\varepsilon} = C_2 \rho_m + \frac{C_3}{b} \sqrt{\rho_f} - C_4 \rho_f \end{cases} \quad (V-13)$$

où les constantes C_n sont des paramètres du matériau dont la valeur peut être calculée mais nécessite généralement un ajustement.

Un modèle basé sur l'évolution de la densité de dislocations permet de rendre compte de façon plus physique de l'évolution du comportement du matériau en fonction des paramètres métallurgiques. Ce type d'approche déjà employée dans la littérature pour modéliser des superalliages [Estrin 1991], [Venkatesh 1998], [Reichert 1998], [Martin 2001] ouvre la possibilité de prédire le comportement mécanique d'un matériau en modifiant son état métallurgique.

V.2. Présentation du modèle utilisé

Dans l'objectif de proposer une modélisation de la déformation basée sur des mécanismes physiques impliquant les paramètres métallurgiques de l'alliage, nous avons choisi d'utiliser un modèle proche de celui proposé par Mecking, Kocks et Estrin [Mecking 1981] [Estrin 1984] pour simuler le comportement mécanique de l'Udimet 720 MdP Gros Grains. Cette approche doit nous permettre de relier le comportement du matériau à des mécanismes physiques de déformation et également nous permettre de prévoir le comportement du matériau pour un état métallurgique différent. Nous allons donc détailler les bases théoriques du modèle et l'adapter au matériau étudié.

V.2.1 Bases théoriques du modèle utilisé

Dans cette partie, nous nous plaçons au niveau d'un système de dislocations, les variables mécaniques sont donc la contrainte τ et la déformation γ , projetées selon le système de glissement. Comme nous l'avons vu au chapitre I, la vitesse de déformation plastique peut être exprimée par la loi [Cagnon 1979]:

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0 \exp\left[\frac{(\tau_a - \tau_\mu)V^*}{k_B T}\right] \quad (V-14)$$

avec :

- V^* : volume d'activation effectif
- τ^* : contrainte effective définie par : $\tau^* = (\tau_a - \tau_\mu)$ où τ_a est la contrainte appliquée et τ_μ la contrainte interne liée aux interactions à longue distance.
- $\dot{\gamma}_0 = \rho_m b^2 v_D \exp\left(-\frac{\Delta G_0}{k_B T}\right)$
- ΔG_0 : énergie nécessaire au franchissement d'un obstacle localisé
- v_D : fréquence de Debye
- b : vecteur de Burgers

Nous estimons la contrainte interne comme la somme de la contrainte due aux interactions entre dislocations (relation de Taylor) et d'un terme τ_p lié à la présence des précipités selon la loi [Estrin 1996]:

$$\tau_\mu = \alpha \mu b \sqrt{\rho_t} + \tau_p \quad (V-15)$$

avec μ module de cisaillement, ρ_t densité totale de dislocations et α paramètre d'interaction proche de 0,3 pour le type de matériau étudié [Viguié 2003]. On peut donc exprimer la vitesse de déformation par :

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0 \exp \left[\frac{(\tau_a - \alpha \mu b \sqrt{\rho_t} - \tau_p) V^*}{k_B T} \right] \quad (V-16)$$

Si la contrainte appliquée τ_a est constante, l'évolution de la vitesse de déformation est pilotée par l'évolution de la densité de dislocations $\dot{\rho}_t$. Nous allons maintenant exprimer l'évolution de la densité totale de dislocations :

$$\dot{\rho}_t = \dot{\rho}_m + \dot{\rho}_i \quad (V-17)$$

où $\dot{\rho}_m$ décrit l'évolution de la densité de dislocations mobiles et $\dot{\rho}_i$ l'évolution de la densité de dislocations immobiles. On peut exprimer $\dot{\rho}_m$ de la manière suivante :

$$\dot{\rho}_m = \dot{\rho}_m^p - \dot{\rho}_m^a - \dot{\rho}_m^i \quad (V-18)$$

où $\dot{\rho}_m^p$ est le taux de production, $\dot{\rho}_m^a$ le taux d'annihilation et $\dot{\rho}_m^i$ le taux d'immobilisation de dislocations mobiles. On peut définir de la même manière $\dot{\rho}_i$:

$$\dot{\rho}_i = \dot{\rho}_i^p - \dot{\rho}_i^a \quad (V-19)$$

avec $\dot{\rho}_i^p$ taux de production et $\dot{\rho}_i^a$ le taux d'annihilation de dislocations immobiles. Le taux de production de dislocations immobiles étant égal au taux d'immobilisation de dislocations mobiles : $\dot{\rho}_i^p = \dot{\rho}_m^i$. D'autre part, nous faisons l'hypothèse que toutes les annihilations de dislocations ont lieu par réaction entre une dislocation mobile et une dislocation immobile soit : $\dot{\rho}_m^a = \dot{\rho}_i^a$. Il ne reste à évaluer que les grandeurs variables $\dot{\rho}_m^p, \dot{\rho}_m^a, \dot{\rho}_m^i$.

V.2.1.1 Calcul du taux d'annihilation de dislocations mobiles $\dot{\rho}_m^i$:

On peut définir ce terme par :

$$\dot{\rho}_m^i = \frac{\rho_m}{t_i} \quad (V-20)$$

où t_i est le temps moyen au bout duquel une dislocation s'immobilise : $t_i = \frac{\Lambda}{\bar{v}}$ avec Λ libre parcours moyen et \bar{v} vitesse moyenne d'une dislocation. On a donc en utilisant la relation d'Orowan $\dot{\gamma} = \rho_m \bar{v} b$:

$$\dot{\rho}_m^i = \frac{\dot{\gamma}}{\Lambda b} \quad (V-21)$$

En considérant que le libre parcours moyen d'une dislocation peut s'exprimer de la manière suivante : $\frac{1}{\Lambda} = \frac{1}{\Lambda_1} + \frac{1}{\Lambda_2}$ avec $\Lambda_1 \propto \frac{1}{\sqrt{\rho_t}}$ distance entre dislocations et $\Lambda_2 \propto \langle D \rangle$ distance entre obstacles fixes tels que les précipités et les joints de grains, on obtient l'expression suivante :

$$\dot{\rho}_m^i = \left(\frac{\sqrt{\rho_t}}{N_1} + \frac{1}{N_2 \langle D \rangle} \right) \dot{\gamma} \quad (V-22)$$

où N_1 et N_2 représentent respectivement le nombre de dislocations et le nombre de précipités franchis avant immobilisation. On peut également interpréter Λ_2 comme étant la distance moyenne que doit parcourir un segment de dislocation de longueur L pour générer une même longueur L de dislocation immobile, par exemple sous forme de boucles autour de précipités comme dans le cas d'un franchissement par contournement d'Orowan.

V.2.1.2 Calcul du taux de production de dislocations mobiles $\dot{\rho}_m^p$:

Pour calculer ce terme on pose une première hypothèse selon laquelle la densité de dislocations mobiles reste constante pendant toute la déformation soit $\dot{\rho}_m = 0$. Cette hypothèse reste valide tant que le matériau n'est pas sollicité violemment (les conditions aux limites ne changent pas brutalement) [Mecking 1970] [Fivel 1997].

On a donc d'après (V-18) :

$$\dot{\rho}_m^p = \dot{\rho}_m^a + \dot{\rho}_m^i \quad (V-23)$$

soit :

$$\dot{\rho}_m^p = \dot{\rho}_m^a + \frac{\dot{\gamma}}{\Lambda b} \quad (V-24)$$

V.2.1.3 Calcul du taux d'annihilation de dislocations mobiles $\dot{\rho}_m^a$:

Dans le cadre d'un mécanisme d'annihilation entre dislocations mobiles et immobiles, on suppose qu'un segment unité de dislocation mobile a une probabilité p_0 d'annihiler un segment unité d'une dislocation immobile dans un rayon de capture R_c [Fivel 1997]. Lorsque ce segment parcourt une distance dx , le volume de capture décrit est environ $2R_c dx$. La probabilité pour que ce segment soit annihilé dans ce volume est :

$$p_0 = 2R_c \cdot dx \cdot \beta \rho_i \quad (V-25)$$

où β est la fraction de densité de dislocations immobiles susceptibles de s'annihiler avec le segment mobile. On a donc un taux d'annihilation de dislocations mobiles décrit par une loi du type :

$$\dot{\rho}_m^a = \frac{p_0 p_m}{dt} = \rho_m \bar{v} 2\beta R_c \rho_i \quad (V-26)$$

où $\bar{v} = dx/dt$ avec dt : temps mis par le segment de dislocation pour parcourir la distance dx . Soit en utilisant la relation d'Orowan $\dot{\gamma} = \rho_m \bar{v} b$, il vient :

$$\dot{\rho}_m^a = \frac{2\beta}{b} R_c \dot{\gamma} \rho_i = k_2 \frac{\dot{\gamma}}{b} \rho_i \quad (V-27)$$

où k_2 est fonction du rayon de capture et de la fraction β de dislocations immobiles susceptibles de s'annihiler. Ces deux paramètres sont fortement dépendants de la vitesse de déformation plastique et de la température. L'hypothèse d'un paramètre k_2 constant revient à supposer que la densité de dislocations à saturation est constante quelle que soit la vitesse de déformation plastique. Nous montrons en Annexe H que la densité de dislocations à saturation varie en fonction de la vitesse de déformation.

Nous choisissons donc une expression de k_2 en fonction de la vitesse de déformation telle que décrite dans la littérature [Kocks 1976] [Estrin 1996]:

$$k_2 = K \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_0} \right)^{-1/n} \quad (\text{V-28})$$

où K est une constante et $\dot{\gamma}_0$ et n dépendent de la température.

V.2.1.4 Equations du modèle

On peut donc écrire l'équation de l'évolution de la densité totale de dislocations:

$$\dot{\rho}_t = \dot{\rho}_m + \dot{\rho}_i = \dot{\rho}_m^i - \dot{\rho}_m^a \quad (\text{V-29})$$

soit en utilisant (V-22) et (V-28) :

$$\dot{\rho}_t = \left(\frac{\sqrt{\rho_t}}{N_1} + \frac{1}{N_2 \langle D \rangle} \right) \frac{\dot{\gamma}}{b} - K \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_0} \right)^{-1/n} \rho_i \dot{\gamma} \quad (\text{V-30})$$

Le comportement du matériau peut alors être modélisé par le système d'équations suivant :

$$\left\{ \begin{array}{l} \dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0 \exp \left[\frac{(\tau_a - \alpha \mu b \sqrt{\rho_i + \rho_m} - \tau_p) V^*}{k_B T} \right] \\ \dot{\rho}_i = \dot{\rho}_t = \left(\frac{\sqrt{\rho_i + \rho_m}}{N_1} + \frac{1}{N_2 \langle D \rangle} \right) \frac{\dot{\gamma}}{b} - K \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_0} \right)^{-1/n} \rho_i \frac{\dot{\gamma}}{b} \end{array} \right. \quad (\text{V-31})$$

V.2.2 Application au polycristal

De façon à comparer directement les valeurs obtenues par le calcul aux résultats expérimentaux, nous réécrivons les équations (V-31) dans les coordonnées mécaniques appliquées à l'échantillon polycristallin : contrainte σ et déformation ε vraies. On a : $\varepsilon = \gamma/M$; $\sigma = M\tau$ où M est le facteur de Taylor. D'autre part, en considérant que la densité de dislocations mobiles n'est qu'une faible fraction de la densité de dislocations totale¹¹ soit $\rho_i \approx \rho$ [Fivel 1997], le système d'équation devient :

¹¹ En vue d'alléger les notations, la densité de dislocations totale sera notée ρ à partir d'ici

$$\begin{cases} \dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp \left[\left(\sigma_a - M\alpha\mu b\sqrt{\rho} - \sigma_p \right) \frac{V^*}{Mk_B T} \right] \\ \dot{\rho} = \frac{M}{b} \left(\frac{\sqrt{\rho}}{N_1} + \frac{1}{N_2 \langle D \rangle} - K \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{-\frac{1}{n}} \right) \rho \dot{\epsilon} \end{cases} \quad (V-32)$$

V.3. Estimation de la valeur des paramètres

Dans cette partie nous proposons d'estimer une valeur ou une plage de valeurs des différents paramètres intervenant dans le système (V-32). On distingue trois catégories de paramètres :

- les constantes physiques et paramètres dont la valeur est fixée par l'expérience, présentés dans le tableau V-1

Paramètre	Définition	Valeur
T	Température des essais	973 K
E	Module d'Young (à 973 K)	171 GPa
α	Valeur couramment utilisée pour des matériaux c.f.c	0,3
μ	E / 2,6	66 GPa
b	Vecteur de Burgers	2,53 Å
M	Valeur couramment utilisée pour un matériau isotrope non texturé	3
k_B	Constante de Boltzmann	$1,38.10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$
ν_D	Fréquence de Debye	10^6 s^{-1}

tableau V-1: Constantes ou paramètres physiques dont la valeur est intangible

- les paramètres mesurables par des essais expérimentaux. Dans cette étude, le volume d'activation a été déterminé par des essais de relaxation multiple. La valeur a été fixée à $67 b^3$ ce qui correspond à la valeur médiane des résultats obtenus. Le paramètre $\langle D \rangle$ a également été fixé. Compte tenu de la distribution de taille de couloir entre précipités γ' évaluée par l'analyse d'image (chapitre II) la valeur a été fixée à 100 nm. L'ajustement du paramètre $\Lambda_2 = N_2^* \langle D \rangle$ se fera alors via le paramètre N_2 .
- les paramètres à ajuster dont nous allons estimer une valeur approchée et une plage d'ajustement.

V.3.1 Estimation du nombre moyen de précipités franchis avant immobilisation : N_2

$N_2 \langle D \rangle$ étant le libre parcours moyen Λ_2 entre deux obstacles de type précipités, cette grandeur doit être inférieure à la taille de grain dans le cadre de l'hypothèse où l'effet de taille de grain est négligeable devant l'effet de la précipitation. On en déduit l'inégalité suivante avec $\langle D_{\text{Grain}} \rangle = 60 \mu\text{m}$:

$$N_2 \ll \frac{\langle D_{\text{Grain}} \rangle}{\langle D \rangle} = 600 \quad (\text{V-33})$$

En considérant que N_2 est inférieure d'au moins un ordre de grandeur à cette valeur, on prendra la plage d'ajustement suivante : $1 < N_2 < 60$

V.3.2 Estimation du nombre moyen de dislocations franchies avant immobilisation : N_1

En reprenant le même raisonnement avec N_1 et en se plaçant dans le cas où la densité de dislocations est saturée $\rho = \rho_s$, c'est-à-dire lorsque le libre parcours moyen est le plus petit $\Lambda_1^s = N_1 / \sqrt{\rho_s}$. On impose que ce libre parcours moyen doit être plus petit que la taille de grain. En prenant une densité de dislocations élevée $\rho_s \approx 10^{16} \text{ m}^{-2}$ on obtient l'inégalité suivante :

$$N_1 \ll \sqrt{\rho_s} \langle D_{\text{Grain}} \rangle = 6000 \quad (\text{V-34})$$

En considérant que le franchissement des dislocations est plus facile que le franchissement des précipités et que N_1 est inférieure d'au moins un ordre de grandeur à la valeur déterminée en (V-34) on prendra la plage d'ajustement suivante : $10 < N_1 < 600$

V.3.3 Estimation de $\dot{\epsilon}_0$

Selon le formalisme de l'activation thermique, $\dot{\epsilon}_0$ a pour expression :

$$\dot{\epsilon}_0 = M \rho_m b^2 v_D \exp\left(-\frac{\Delta G_0}{k_B T}\right) \quad (\text{V-35})$$

avec ΔG_0 dont l'ordre de grandeur est de quelques dixièmes de μb^3 [Mecking 1973][Fivel 1997] et ρ_m dont la valeur peut être estimée à environ 10^{10} m^{-2} . En prenant $\Delta G_0 = 0,2 \mu\text{b}^3$ on trouve $\dot{\epsilon}_0 \approx 2 \cdot 10^{-10} \text{ s}^{-1}$. Devant l'incertitude sur la valeur des paramètres de l'équation (V-35), nous pouvons fixer la plage d'ajustement suivante :

$$10^{-11} < \dot{\epsilon}_0 < 10^{-9}$$

V.3.4 Estimation des paramètres liés à l'annihilation des dislocations : K et n

Pour estimer les valeurs du coefficient n , nous avons utilisé les courbes d'écrouissage θ en traction en fonction de la contrainte à deux vitesses de déformation. Les valeurs des pentes à basse contrainte nous ont permis d'estimer une valeur de n égale à 8. L'ensemble du

calcul est présenté en Annexe I. Afin de laisser une certaine liberté au système, nous fixerons pour le coefficient n la plage de valeur suivante :

$$6 < n < 10$$

On peut ensuite estimer une plage d'ajustement de $K = k_2 \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{1/n}$ en reprenant les valeurs de k_2 calculées en Annexe I. On peut déterminer pour les deux vitesses de déformation étudiées une borne inférieure en prenant la valeur de n la plus élevée et la valeur de $\dot{\epsilon}_0$ la plus forte. La valeur la plus faible de K obtenue entre les deux vitesses est $K = 7.10^{-9}$ m. Pour la borne supérieure, on prend la valeur de n la plus faible et la valeur de $\dot{\epsilon}_0$ la plus élevée. La valeur la plus élevée de K obtenue entre les deux vitesses est $K = 10^{-7}$ m. Nous fixerons la plage de valeurs suivante :

$$10^{-9} \text{ m} < K < 10^{-7} \text{ m}$$

V.3.5 Estimation de σ_p

Dans la plage de contraintes étudiée, les précipités sont franchis par contournement d'Orowan. Nous estimerons que σ_p est de l'ordre de grandeur de σ_{Orowan} . Dans le cas d'un matériau contenant une répartition aléatoire de précipités de taille unique, τ_{Orowan} a été évalué par simulation numérique [Forman 1966] [Mughrabi 1993]. Les résultats prédisent une valeur de τ_{Orowan} définie par la formule suivante :

$$\tau_{\text{Orowan}} = 0,8 \frac{2T}{b \langle D \rangle} \quad (\text{V-36})$$

où b est le vecteur de Burgers, $\langle D \rangle$ la taille de couloir et T la tension de ligne, la valeur de la tension de ligne T dépendant de nombreux paramètres notamment les contraintes locales présentes dans le matériau et de la nature de la dislocation (vis ou coin). Généralement on prend $T = \frac{1}{2} \mu b^2$, avec $\langle D \rangle = 100$ nm on obtient une valeur de σ_p égale à environ 400 MPa. Dans le cas du superalliage NR3 proche de l'Udimet 720, les valeurs des tensions de ligne des dislocations $a/2\langle 110 \rangle$ coins et vis ont été calculées à 700°C [Locq 2004] : $T_{\text{vis}} = 5,13.10^{-9} \text{ J.m}^{-1}$ et $T_{\text{coin}} = 1,05.10^{-9} \text{ J.m}^{-1}$. En reprenant ces valeurs on obtient dans notre cas $\sigma_p = 960$ MPa pour les dislocations vis et $\sigma_p = 200$ MPa pour les dislocations coins. Les essais de fluage ont montré que le matériau se déforme à 450 MPa, on estime qu'à cette contrainte les mécanismes de déformation restent identiques. Compte tenu de l'équation (V-32), σ_p ne peut pas être supérieure à 450 MPa, en considérant que $\sigma_{\text{forêt}} = M\alpha\mu b\sqrt{\rho}$ peut évoluer de 50 MPa pendant un essai fluage. Nous fixerons donc pour σ_p la plage d'ajustement suivante :

$$200 \text{ MPa} < \sigma_p < 400 \text{ MPa}.$$

V.3.6 Tableau de synthèse des estimations

L'ensemble des plages d'ajustement des différents paramètres est présenté dans le tableau V-2.

Paramètre	Estimation	Plage d'ajustement	
		Min	Max
N_1	100	10	600
N_2	30	1	60
K	10^{-8} m	10^{-9} m	10^{-7} m
n	8	6	10
$\dot{\epsilon}_0$	$2 \cdot 10^{-10}$ s ⁻¹	10^{-11} s ⁻¹	10^{-9} s ⁻¹
σ_p	300 MPa	200 MPa	400 MPa

tableau V-2 : Estimations et plages d'ajustement des paramètres

Pour chaque paramètre une valeur a été estimée en vue de réaliser un premier calcul analytique de la vitesse secondaire. Les valeurs présentées dans la colonne estimation ont été fixées en prenant la valeur médiane de la plage d'ajustement ou en prenant la valeur estimée quand un calcul a été réalisé. Pour le paramètre N_1 la valeur médiane nous a semblé élevée par rapport aux valeurs présentes dans la littérature ($N=36$ [Fivel 1997]) elle a été fixée à 100.

V.4. Etude de sensibilité des paramètres par une approche analytique du comportement

Avant d'implémenter le modèle dans les codes de calcul et de résoudre numériquement le système (V-31), nous avons réalisé un calcul analytique de la vitesse de déformation stationnaire. Ce calcul nous permet de tester comment se comporte la vitesse de déformation stationnaire lorsque l'on fait varier les paramètres, et ainsi de s'assurer de la bonne cohérence du modèle.

Les résultats sont présentés dans un diagramme « vitesse de déformation - contrainte ». L'analyse est réalisée en faisant varier un paramètre à la fois (pour les autres paramètres, on prendra les valeurs présentées dans le tableau V-2 colonne estimation).

Pour réaliser cette étude, nous allons tout d'abord exprimer la déformation sous forme de loi puissance afin de faciliter la résolution analytique du problème :

En exprimant la vitesse de déformation sous la forme :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp \left[\left(\frac{\sigma_a}{\sigma_\mu} - 1 \right) \frac{\sigma_\mu V^*}{Mk_B T} \right] = \dot{\epsilon}_0 \left[\exp \left(\frac{\sigma_a}{\sigma_\mu} - 1 \right) \right]^{\frac{\sigma_\mu V^*}{Mk_B T}} \quad (V-37)$$

et en réalisant un développement limité en 0 à l'ordre 1 on a : $\exp(x) \approx x+1$

avec $\frac{\sigma_a}{\sigma_\mu} \approx 1$ [Rauch 1993] on obtient :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \left(\frac{\sigma_a}{\sigma_\mu} \right)^{\left(\frac{\sigma_\mu V^*}{Mk_B T} \right)} \quad (V-38)$$

Comme σ_μ dépend de la vitesse de déformation il est préférable d'exprimer $\sigma_a(\dot{\epsilon})$:

$$\sigma_a = \sigma_\mu \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{\left(\frac{Mk_B T}{\sigma_\mu V^*} \right)} \quad (V-39)$$

Pour résoudre analytiquement cette équation nous allons fixer $\sigma_\mu = \sigma_\mu^s$ à saturation ce qui devrait correspondre en première approximation à l'état dans lequel se trouve le matériau en fluage secondaire. A saturation $\sigma_\mu^s = M\alpha\mu b\sqrt{\rho_s} + \sigma_p$ avec ρ_s densité de dislocations à saturation définie en Annexe J.

Dans cette étude, l'ensemble des paramètres ajustables est testé ainsi que le volume d'activation. Sur les graphiques qui seront présentés, les points rouges représentent la vitesse de déformation minimale obtenue expérimentalement en fluage et la courbe rouge, la courbe de référence, est calculée avec les paramètres estimés (tableau V-2) et un volume d'activation V^* de 67 b^3 . Dans chaque cas, la gamme de variation des paramètres a été choisie de telle sorte que l'ensemble des courbes soit raisonnablement proche des valeurs expérimentales.

V.4.1 Sensibilité du modèle au volume d'activation

La figure V-1 présente la sensibilité du modèle au volume d'activation. La courbe bleue représente un volume d'activation deux fois plus faible que la référence et la courbe verte un volume deux fois plus élevé. On constate que conformément aux attentes, un volume d'activation plus faible donne une pente plus faible. Un changement de valeur produit bien un changement de pente dans le graphique « vitesse de déformation - contrainte ». Ce qui confirme le fait qu'un changement de mécanisme de déformation (caractérisé par un volume d'activation) a bien pour effet de changer la pente dans le graphique « vitesse de déformation - contrainte ».

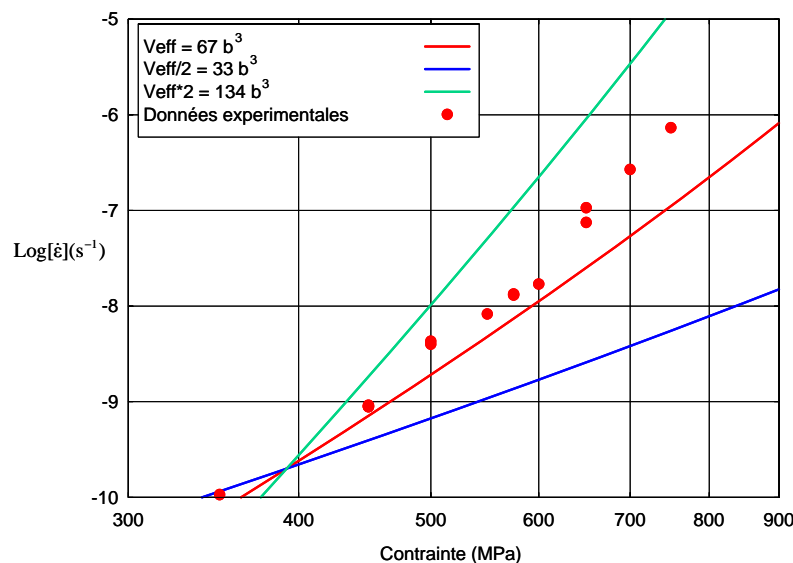


figure V-1 : Sensibilité au volume d'activation

V.4.2 Sensibilité du modèle à σ_p et $\dot{\epsilon}_0$

La figure V-2 présente, à gauche, la sensibilité du modèle à la contrainte σ_p (contrainte liée à la précipitation). La variation de ce paramètre a été étudiée entre $2\sigma_p$ (en vert) et $\sigma_p/2$ (en bleu). On constate que dans le graphique « vitesse de déformation – contrainte », la pente est légèrement plus forte lorsque l'on augmente la valeur de σ_p mais on remarque surtout un décalage des courbes (vers les basses vitesses). Le sens de variation est en accord avec la logique du modèle : σ_p est une contrainte qui s'oppose au mouvement des dislocations, plus elle est forte plus la vitesse de déformation est faible. La partie droite de la figure V-2 présente la variation du modèle avec $\dot{\epsilon}_0$. On observe que les courbes sont principalement décalées vers les vitesses de déformation plus élevées lorsque $\dot{\epsilon}_0$ augmente.

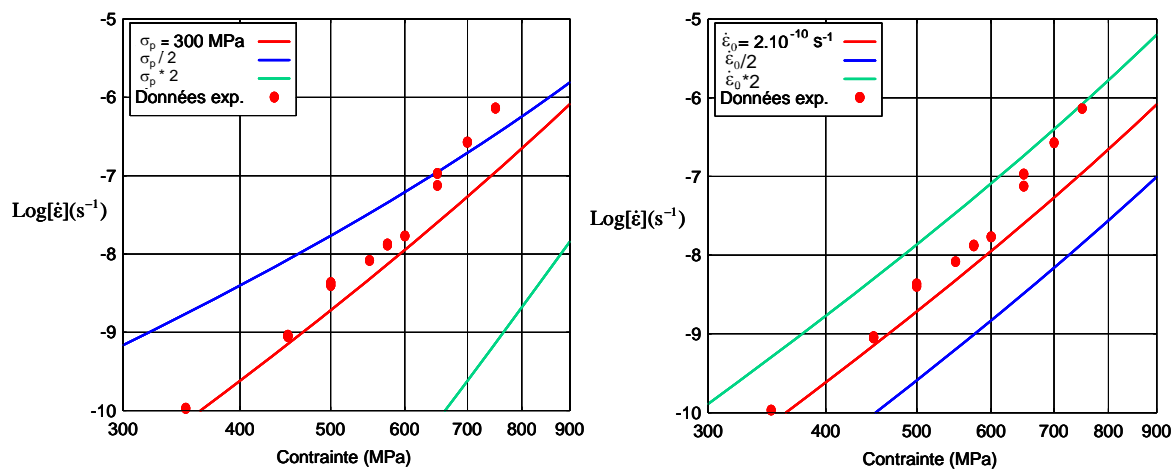


figure V-2 : Sensibilité à σ_p (à gauche) et $\dot{\epsilon}_0$ (à droite)

V.4.3 Sensibilité du modèle à N_1 et N_2

La figure V-3 présente la sensibilité du modèle au stockage des dislocations, le graphique de gauche concerne le paramètre N_1 lié au stockage des dislocations sur la forêt et le graphique de droite concerne le paramètre N_2 lié au stockage des dislocations sur les précipités. Les courbes en vert représentent une valeur du paramètre 20 fois supérieure et les courbes en bleu, une valeur 20 fois inférieure.

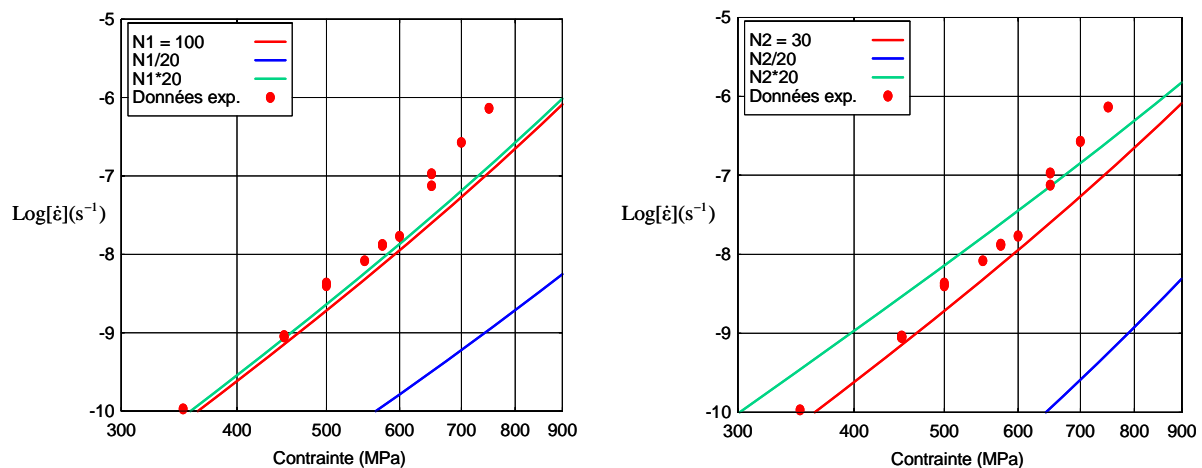


figure V-3 : Sensibilité du modèle à N_1 (à gauche) et à N_2 (à droite)

On remarque qu'en diminuant les paramètres N_1 ou N_2 , on décale les courbes vers le bas. Ceci est compatible avec le fait que plus les dislocations se stockent rapidement plus la vitesse de déformation est faible.

V.4.4 Sensibilité du modèle à K et n

L'étude de sensibilité des paramètres K et n est présentée sur la figure V-4. Le graphique de gauche est relatif au paramètre K et celui de droite au paramètre n.

On observe que lorsque l'on augmente la valeur du coefficient K, les courbes se décalent vers le haut. L'annihilation des dislocations est plus importante, le matériau se déforme alors plus facilement, on a donc une vitesse de déformation qui augmente avec K.

La variation du coefficient n de la loi d'annihilation des dislocations a pour effet, tout comme le volume d'activation, de modifier la pente des courbes dans le diagramme « vitesse de déformation - contrainte ». Cependant plus n est grand moins la variation de celui-ci a d'effet.

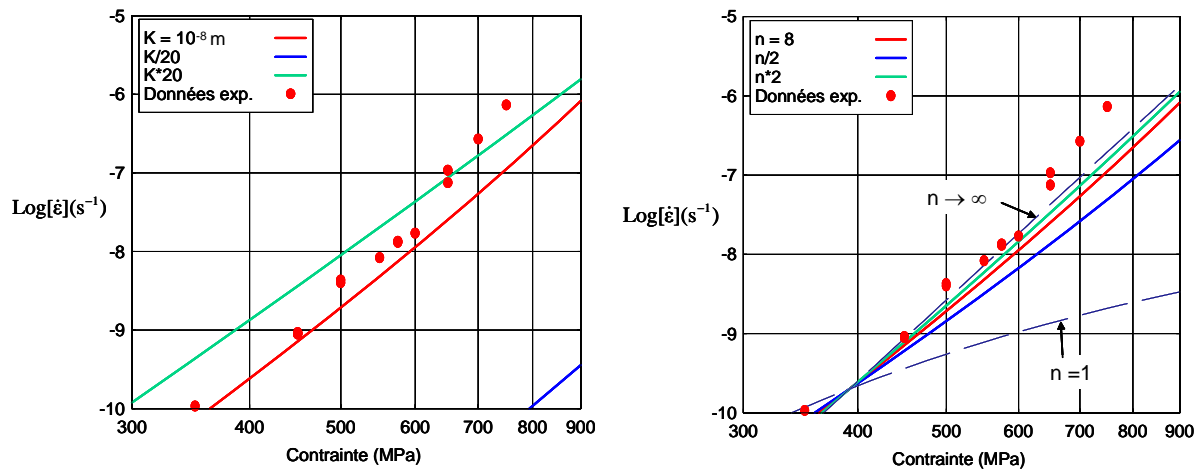


figure V-4 : Sensibilité du modèle à K (à gauche) et n (à droite)

Cette première approche analytique du problème nous a permis de vérifier que le sens de variation de la vitesse de déformation en fonction des différents paramètres est bien cohérent. A travers cette étude nous avons aussi estimé les ordres de grandeur de ces variations.

Cependant cette résolution analytique nous permet uniquement de calculer une valeur de la vitesse de fluage stationnaire. Seule une résolution numérique du système nous permettra de simuler la déformation en fluage primaire et secondaire. La courbe calculée analytiquement, à partir des valeurs estimées, n'est pas tout à fait alignée sur les données expérimentales, il sera donc certainement nécessaire d'ajuster la valeur des paramètres. Il est également important de rappeler que dans cette étude analytique plusieurs approximations supplémentaires ont été nécessaires, les résultats numériques seront donc légèrement différents.

V.5. Simulation numérique

Après avoir testé et validé le modèle avec une première approche analytique, une résolution numérique complète du système (V-31) a été réalisée. Les simulations et l'optimisation des paramètres ont été effectuées dans un premier temps sous SiDoLo, une fois les valeurs déterminées, le modèle a été simulé sous Mathematica pour une plus grande souplesse dans l'exploitation des résultats.

V.5.1 Définition des conditions initiales utilisées pour simuler les essais mécaniques

➤ Essai de fluage :

Pour simuler les essais de fluage, l'augmentation de la contrainte induite par la réduction de section de l'éprouvette (tertiaire de structure) a été prise en compte en remplaçant σ_a par $\sigma_0 \exp(\varepsilon)$, où σ_0 est la contrainte à $t=0$. La déformation élastique a été considérée comme négligeable et n'a pas été prise en compte. Nous avons donc fixé les conditions de chargement et les conditions initiales suivantes :

- Conditions de chargement : $\sigma_a \cdot \exp(-\varepsilon) = \text{cste} = \sigma_0$
- Conditions initiales : $\varepsilon = 0$; $\rho_i = 10^{10} \text{ m}^{-2}$

➤ Essai de traction :

Pour simuler les essais de traction, nous avons fixé la vitesse de déformation totale. La déformation élastique a été prise en compte et la striction de l'éprouvette n'a pas été modélisée. Les conditions de chargement et conditions initiales sont résumées ci-dessous:

- Conditions de chargement : $\varepsilon_{\text{tot}} = \varepsilon + \sigma_a/E$; $\dot{\varepsilon}_{\text{tot}} = \text{Cte}$
- Conditions initiales : $\varepsilon = 0$; $\rho_i = 10^{10} \text{ m}^{-2}$; $\sigma_a = 0 \text{ MPa}$

V.5.2 Résultats de l'optimisation des paramètres sous SiDoLo

SiDoLo est un logiciel développé au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris. L'implantation des lois se fait dans un sous-programme en Fortran77 et les essais à simuler (chargement, valeurs initiales, etc) dans un deuxième sous-programme, dans lequel il est possible d'attribuer différents coefficients de pénalité aux essais à simuler. Les plages d'ajustement des paramètres sont également fixées dans ce même sous-programme.

L'ajustement de ces paramètres sur les données expérimentales est ensuite réalisé par le biais d'un algorithme hybride combinant trois techniques de minimisation : la méthode du gradient, la méthode de Newton-Raphson et celle de Levenberg-Marquardt. L'intégration numérique des équations différentielles fait appel à une méthode de Runge-Kutta à pas adaptatif. Cet ajustement des paramètres a été réalisé sur la partie primaire et secondaire des courbes expérimentales de fluage réalisées à 750 MPa, 575 MPa et 450 MPa. La figure V-5 présente en pointillé les trois courbes expérimentales et en continu les trois essais simulés. Nous rappelons que dans la modélisation, seul le fluage tertiaire de structure a été pris en compte et pas l'endommagement irréversible (fissures, cavités, etc).

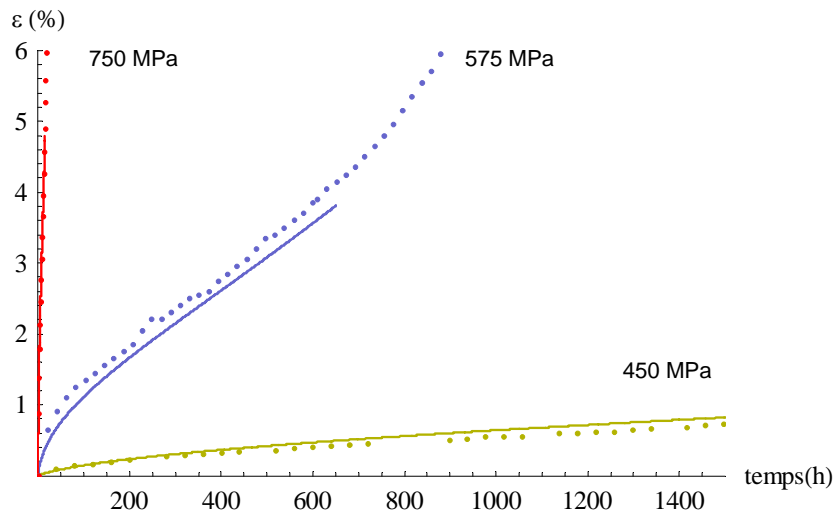


figure V-5 : Ajustement des courbes simulées sur les courbes expérimentales de fluage. En pointillé, les courbes expérimentales et en trait continu, les courbes simulées

Les valeurs des paramètres ajustés sur les essais de fluage sont présentées dans le tableau V-3. Pour l'ensemble des paramètres, les résultats obtenus sont proches des estimations. On notera cependant que la valeur obtenue pour le coefficient n est inférieure à celle estimée à partir de l'érouissage en traction. Nous discuterons ce résultat dans le paragraphe consacré à la simulation de l'érouissage en traction (V.5.2.3).

Paramètres	Valeurs
N_1	140,9
N_2	16,73
K	$1,57 \cdot 10^{-8}$ m
n	6,11
$\dot{\epsilon}_0$	$1,905 \cdot 10^{-10}$ s ⁻¹
σ_p	305,4 MPa

tableau V-3 : Valeurs des paramètres ajustables obtenues après optimisation

V.5.2.1 Simulation du fluage

Les courbes de fluage simulées à différentes contraintes après optimisation des paramètres sont présentées dans deux graphiques « déformation / temps » (figure V-6 et figure V-7) Dans le premier graphique figurent les essais à fortes contraintes (de 750 MPa à 575 MPa) et dans le second les essais à basses contraintes (de 575 MPa à 350 MPa). La figure V-8 représente dans un diagramme « vitesse de déformation - contrainte » la comparaison entre les vitesses de fluage secondaire simulées (en orange) et expérimentales (en violet).

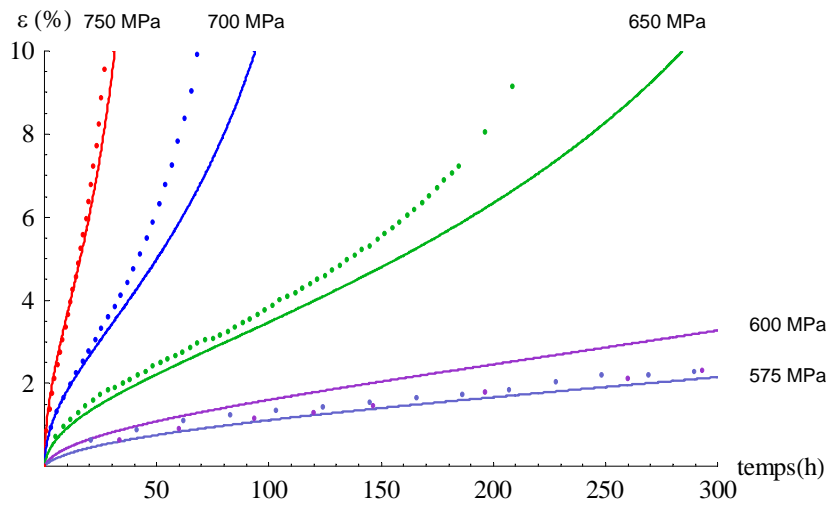


figure V-6 : Comparaison entre les courbes simulées et les courbes de fluage expérimentales à fortes contraintes. En pointillé, les courbes expérimentales et en trait continu, les courbes simulées

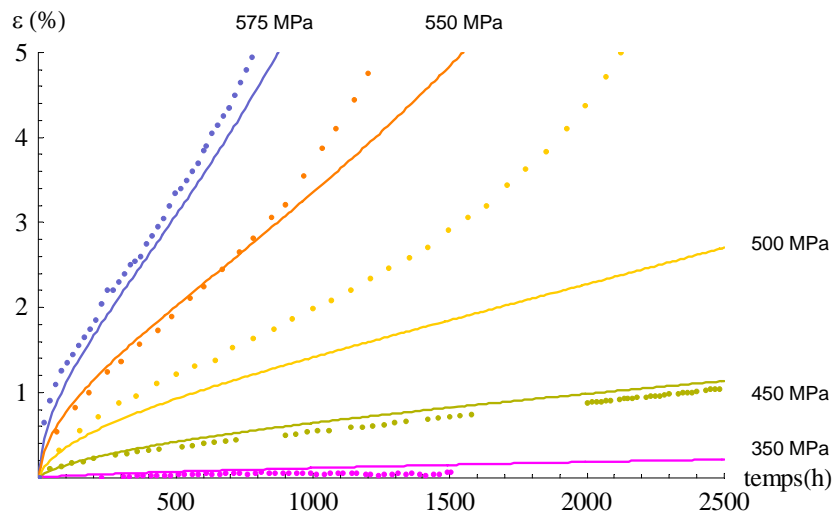


figure V-7 : Comparaison entre les courbes simulées et les courbes de fluage expérimentales à basses contraintes. En pointillé, les courbes expérimentales et en trait continu, les courbes simulées

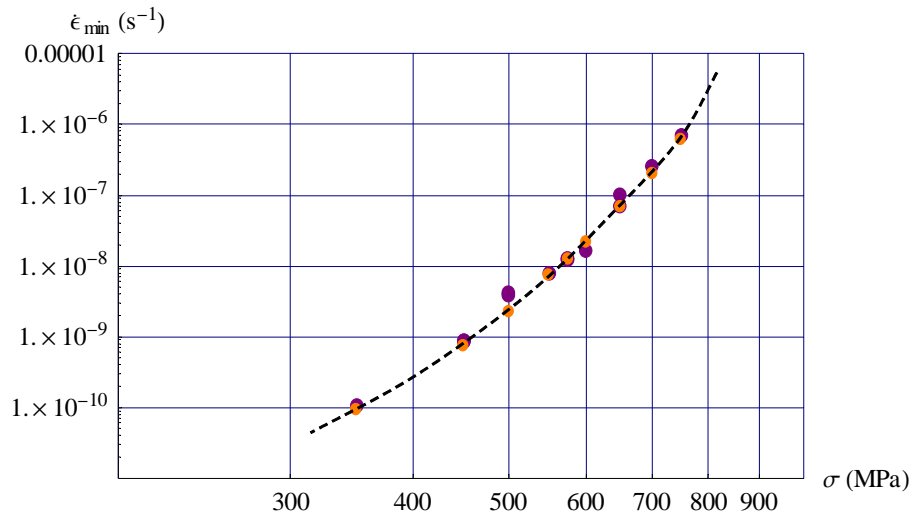


figure V-8 : Vitesses de fluage secondaire simulées (en orange) et expérimentales (en violet)

On remarque qu'entre 750 MPa et 450 MPa la simulation décrit bien le fluage secondaire ainsi que le fluage primaire, caractérisé par une diminution de la vitesse de déformation en début d'essai. Le modèle a été établi pour décrire le comportement du matériau jusqu'à une contrainte de 450 MPa, on observe cependant qu'à 350 MPa les niveaux de déformation sont bien respectés.

Sur la figure V-8, on remarque que les vitesses de fluage secondaire simulées s'alignent bien avec les données expérimentales. On observe également sur cette figure que les points ne sont pas positionnés sur une droite rectiligne comme dans le cas d'une approximation par une loi puissance (Norton), mais sur une courbe légèrement infléchie.

Avec le modèle proposé on a donc pour un volume d'activation fixe, une valeur de l'exposant n de la loi de Norton, qui évolue légèrement de manière régulière vers les faibles valeurs lorsque la contrainte diminue.

La figure V-9 présente la vitesse de déformation en fonction de la déformation. Les courbes expérimentales sont en pointillé et les courbes simulées en trait plein. Pour alléger le graphique seules trois contraintes: 750 MPa, 650 MPa et 550 MPa ont été retenues. A ces niveaux de contrainte les essais expérimentaux ont été menés à rupture, ce qui nous permet d'observer le stade tertiaire.

On remarque que plus la contrainte augmente plus la partie tertiaire de la courbe expérimentale est proche de la courbe simulée. Cela signifie qu'à forte contrainte l'accélération de la vitesse de fluage au stade tertiaire est essentiellement provoquée par le tertiaire de structure. Cette représentation permet également d'observer que le modèle reproduit bien la réduction du stade primaire lorsque la contrainte diminue (symbolisé par la flèche en pointillé).

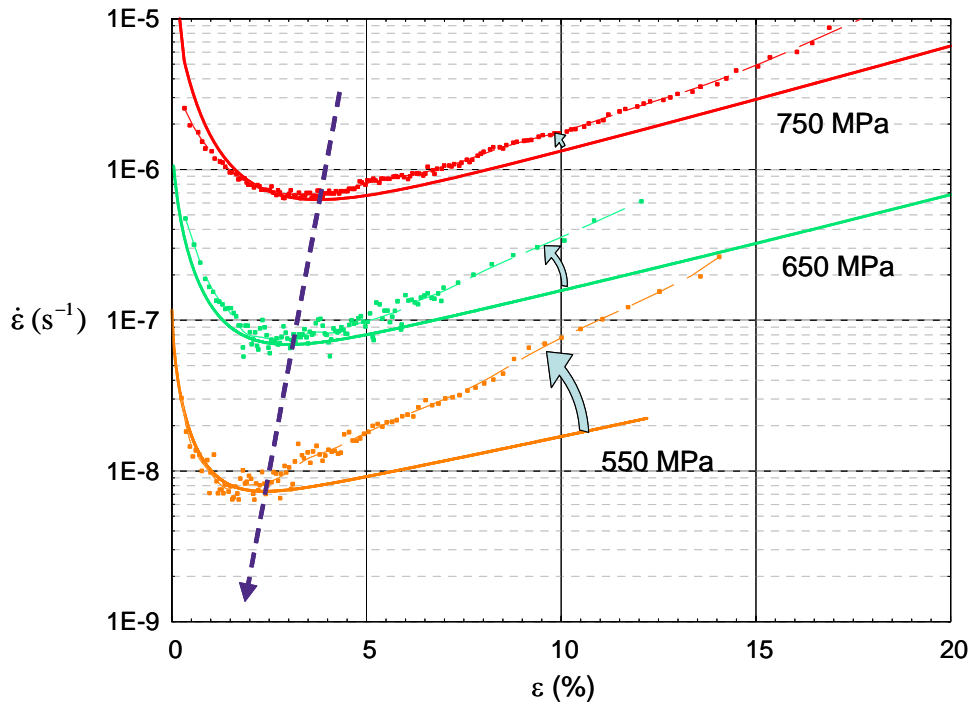


figure V-9 : Simulation de la vitesse de fluage. En pointillé, les courbes expérimentales et en trait continu, les courbes simulées

V.5.2.2 Simulation de la traction

En reprenant les paramètres identifiés en fluage nous avons simulé la traction pour trois vitesses de déformation : $5 \cdot 10^{-6} \text{s}^{-1}$, $5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$ et 10^{-1}s^{-1} . Les courbes obtenues sont présentées dans un graphique « contrainte - déformation » (figure V-10) (en coordonnées vraies). Nous rappelons que le phénomène de striction n'a pas été pris en compte.

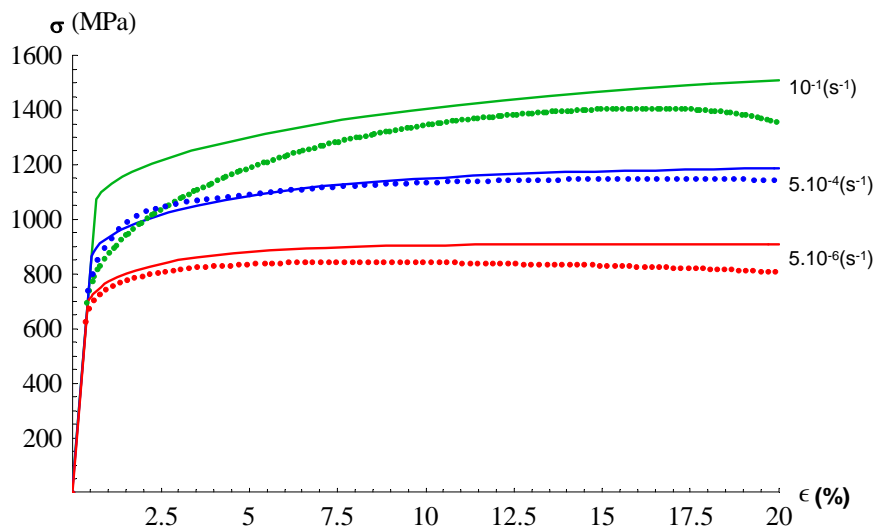


figure V-10 : Superposition des courbes de traction avec les données expérimentales. En pointillé, les courbes expérimentales et en trait continu, les courbes simulées

A basse vitesse, la simulation reproduit bien les résultats expérimentaux ; cependant lorsque l'on augmente la vitesse de déformation, la simulation décrit mal le début de la déformation plastique. Notamment, la limite d'élasticité ne semble dépendre expérimentalement que très peu de la vitesse de traction alors que la simulation montre une dépendance importante. Pour expliquer cet écart de comportement on peut émettre l'hypothèse que la limite d'élasticité n'est pas contrôlée par les mécanismes thermiquement activés qui pilotent le fluage, mais par le contournement d'Orowan lui même dont le volume d'activation est beaucoup plus élevé. Il faut rappeler également que lors de l'établissement du modèle, nous avons émis l'hypothèse que la densité de dislocations mobiles était constante. Ce postulat est à remettre en cause lorsque le matériau est sollicité violemment. Estrin [Estrin 1984] propose dans ce cas de remplacer l'équation (V-30) par un système d'équations faisant intervenir la densité de dislocations mobiles et la densité de dislocations immobiles. Dans le cadre de cette thèse, nous nous limiterons à l'hypothèse d'une densité de dislocations mobiles constante car l'objectif principal est d'étudier le comportement en fluage du matériau.

V.5.2.3 Simulation de l'écroissage en traction

Nous avons également simulé l'écroissage θ en traction à la vitesse de déformation de $5.10^{-6} s^{-1}$ en fonction de la contrainte (figure V-11).

A cette vitesse nous avons vu que le comportement du matériau était bien décrit. Lors de l'estimation des paramètres, nous avons utilisé l'écroissage θ déterminé expérimentalement en traction, pour évaluer une valeur du paramètre n de la loi d'annihilation des dislocations. Nous avons vu en Annexe I que dans le cadre de notre modèle, l'écroissage θ était composé de la somme de deux termes : une fonction affine de la contrainte et une fonction en décroissance hyperbolique de la contrainte. Sur la figure V-11 nous avons également représenté ces deux termes issus de la simulation. Pour estimer le paramètre n nous avons émis l'hypothèse que la partie hyperbolique était négligeable devant la partie affine. On remarque que ce n'est pas tout à fait le cas, il est donc normal que l'estimation ($n=8$) diffère de la valeur obtenue par l'optimisation ($n=6$).

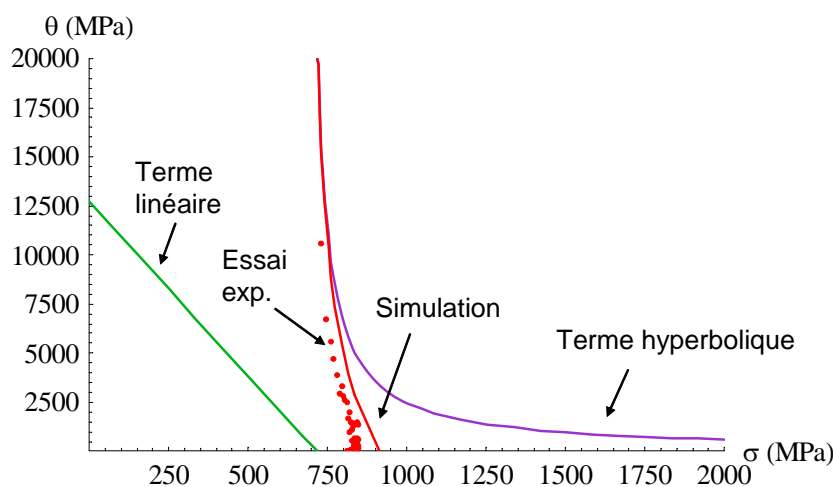


figure V-11 : Décomposition de l'écroissage simulé ($\dot{\epsilon} = 5.10^{-6} s^{-1}$)

V.5.3 Evolution de la densité de dislocations totale ρ et de la contrainte interne σ_μ

La simulation du modèle permet de visualiser l'évolution des variables telles que σ_μ et ρ dont les valeurs sont difficilement accessibles expérimentalement.

V.5.3.1 Densité de dislocations totale ρ

La figure V-12 présente l'évolution de la densité de dislocations simulée en fonction de la déformation. Pour plus de clarté, seulement trois niveaux de contrainte ont été représentés : 750 MPa, 575 MPa et 450 MPa.

On observe sur ce graphique que plus la contrainte est élevée plus les densités de dislocations mises en jeu sont importantes. On remarque également que l'on n'atteint pas de plateau et que la densité de dislocations continue à augmenter avec la déformation. En effet dans la modélisation du fluage nous avons pris en compte le fait que la contrainte augmente au cours de l'essai. Il semble donc normal que la densité de dislocations continue également d'augmenter.

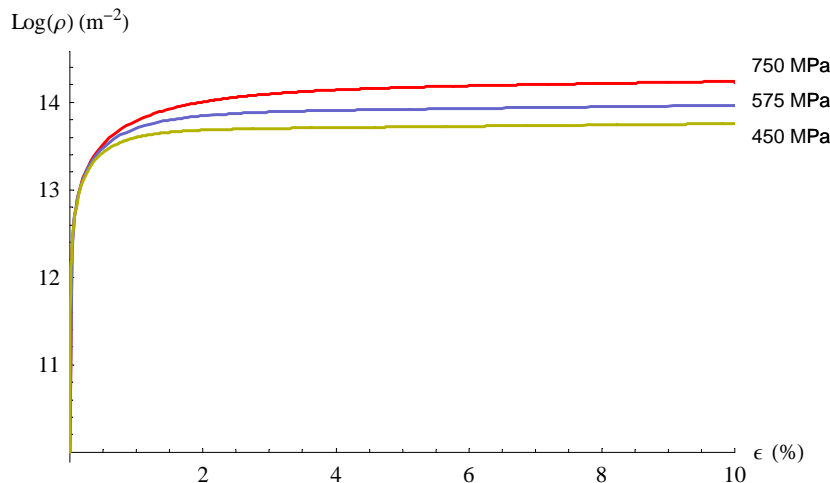


figure V-12 : Evolution de la densité de dislocations au cours d'un essai de fluage

La figure V-13 présente l'évolution de la densité de dislocations, en fonction de la déformation, au cours des essais de traction.

Les valeurs obtenues sont légèrement plus élevées qu'en fluage. On observe également une augmentation de la densité de dislocations avec la vitesse de traction.

Dans le fluage comme dans la traction, plus la vitesse de déformation est élevée plus la densité de dislocations est importante. Ceci est conforme aux attentes puisque plus on sollicite rapidement le matériau moins les dislocations ont de temps pour se réorganiser et s'annihiler.

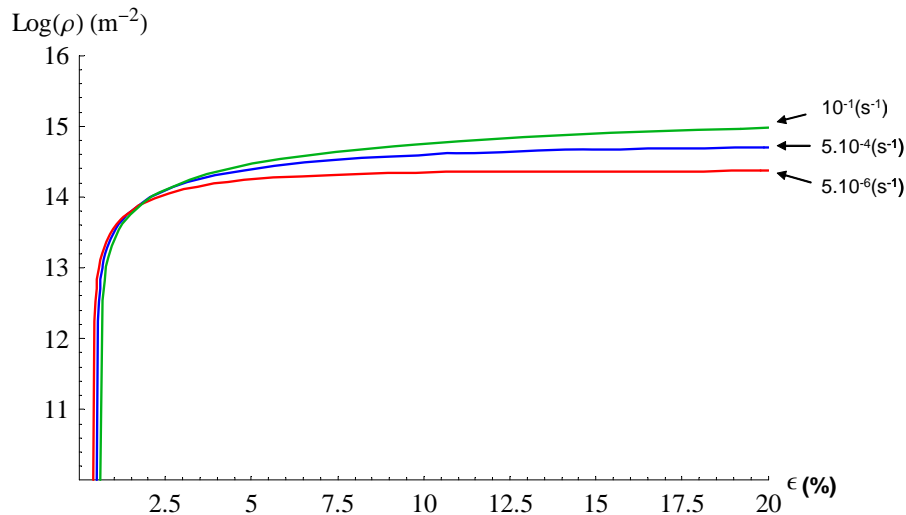


figure V-13 : Evolution de la densité de dislocations au cours d'un essai de traction

V.5.3.2 Contrainte interne σ_μ

La figure V-14 et la figure V-15 montrent l'évolution de la contrainte interne en fonction de la déformation respectivement au cours du fluage et au cours de la traction.

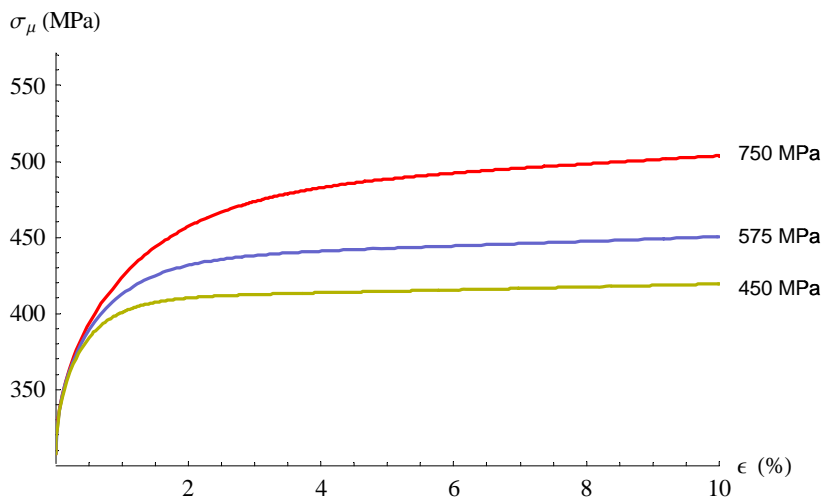


figure V-14 : Evolution de la contrainte interne en fluage

En fluage, plus la contrainte appliquée est élevée plus la contrainte interne est également élevée. En traction, la contrainte interne augmente avec la vitesse de déformation. On remarque qu'en fluage la valeur de la contrainte interne ne semble pas tendre vers une valeur fixe traduisant un état d'équilibre. La raison, déjà évoquée lors de l'analyse des courbes de densité de dislocations, est que dans la simulation nous avons pris en compte l'augmentation de la contrainte vraie au cours des essais. En observant la figure V-14 on remarque que plus la contrainte augmente plus le ratio σ_a/σ_μ s'éloigne de 1. L'approximation de la loi en exponentielle (V-37) par une loi puissance est donc moins bonne lorsque la contrainte augmente.

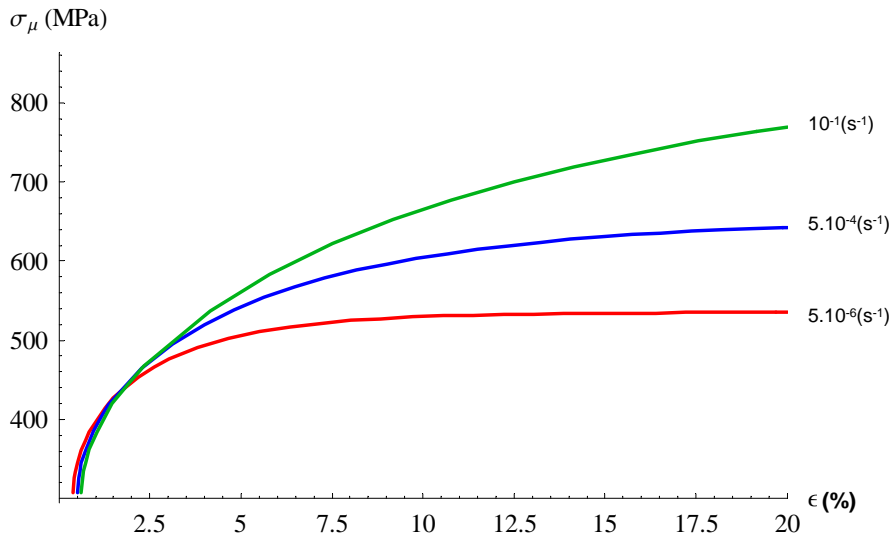


figure V-15 : Evolution de la contrainte interne en traction

Maintenant que l'on connaît l'évolution de la contrainte interne pour chaque contrainte de fluage, il est possible de relier la valeur du volume d'activation apparent au volume d'activation effectif du modèle. En prenant l'exemple des essais de fluage simulés à 650 MPa et 550 MPa où les vitesses de déformation minimales sont respectivement $\dot{\epsilon}_{min}^{650MPa} = 7,0.10^{-8} s^{-1}$ et $\dot{\epsilon}_{min}^{550MPa} = 7,7.10^{-9} s^{-1}$ on obtient un volume d'activation apparent $V_{app} = 54 b^3$. En déterminant les valeurs de σ_a et σ_μ à la déformation correspondante (lorsque la vitesse de déformation est minimale), on a : $\sigma_\mu^{650MPa} = 452MPa$ et $\sigma_\mu^{550MPa} = 430MPa$ soit $\Delta\sigma_\mu = 22 MPa$ pour $\Delta\sigma_a = 104 MPa$ ¹². Avec l'expression du volume d'activation effectif suivante :

$$V^* = MkT \frac{\Delta \ln(\dot{\epsilon})}{\Delta\sigma_a - \Delta\sigma_\mu} \quad (V-40)$$

on retrouve bien la valeur de $V^* = 67b^3$ utilisée pour simuler les courbes de fluage.

V.6. Conclusion

L'objectif de cette étude était de fournir un modèle permettant de prévoir le comportement en fluage primaire et secondaire de l'Udimet 720 MdP à Gros Grains dans la gamme de contrainte étudiée. Le modèle utilisé est basé sur l'évolution de la densité de dislocations. Ce type d'approche a été choisi pour refléter au mieux les mécanismes de déformation mis en jeu au cours du fluage et offre ainsi la possibilité de prévoir l'évolution du comportement du matériau lorsque l'on fait varier ses paramètres métallurgiques.

Les bases théoriques du modèle ont d'abord été détaillées puis le modèle a été adapté au matériau étudié. Une valeur des paramètres a été déterminée soit expérimentalement : c'est le cas du volume d'activation et de la taille de couloir entre précipités γ' , soit estimée et encadrée dans une plage de valeur. Un premier calcul analytique de la vitesse de déformation stationnaire a été réalisé afin de s'assurer que le sens de variation suit bien la

¹² Il s'agit ici de la contrainte appliquée lorsque la vitesse de déformation est minimale. Nous rappelons au lecteur que l'évolution de σ_a au cours des essais a été pris en compte (voir V.5.1)

logique du modèle. Une résolution numérique du système d'équations décrivant le modèle a ensuite été effectuée. La valeur des paramètres estimés a été ajustée, à l'aide du logiciel SiDoLo, dans la plage de valeur déterminée. Cet ajustement a été réalisé à partir de trois courbes de fluage (750 MPa, 575 MPa, 450 MPa). Le modèle ne tenant pas compte de l'endommagement irréversible mais seulement du tertiaire de structure, cette opération a été menée sur les parties primaires et secondaires des courbes. Des simulations ont ensuite été réalisées à différentes contraintes, avec le jeu de paramètres optimisés. Le même jeu de paramètres a également été utilisé pour simuler les courbes de traction à trois vitesses de déformation différentes.

Les résultats ont montré que le modèle décrit bien le fluage primaire et secondaire du matériau ainsi que la traction à basse vitesse.

Ils ont montré également que plus la contrainte de fluage est élevée plus l'effet du fluage tertiaire de structure est important. Nous avons vu également au chapitre V (figure V-9) que l'endommagement a aussi moins d'effet sur le comportement en fluage à contrainte élevée. Nous observons donc un rapprochement des courbes expérimentales et simulées lorsque la contrainte augmente.

Le modèle semble donc bien adapté à la simulation du fluage dans la gamme de contrainte étudiée. Il apparaît maintenant intéressant de faire varier un des paramètres métallurgiques et de confronter les résultats à des données expérimentales. C'est ce que nous proposons de faire dans le chapitre suivant où nous discuterons des résultats obtenus lorsque l'on modifie la précipitation γ' .

Chapitre VI - Discussion de synthèse

Dans ce chapitre nous nous intéressons dans un premier temps au comportement prévu par le modèle lorsque la précipitation γ' est modifiée par traitements thermiques. Dans un deuxième temps, les propriétés en fluage du matériau étudié dans cette thèse sont confrontées aux critères de dimensionnement du disque de turbine proposés par les équipes de design du GT-MHR.

VI.1. Modélisation du comportement en fluage lorsque la précipitation γ' est modifiée.

L'objectif est d'utiliser le modèle proposé au chapitre V en évaluant sa capacité à décrire le comportement du matériau lorsqu'à la suite d'un traitement thermique modifié la précipitation est différente. Un nouvel état de précipitation a été mis au point en modifiant seulement la vitesse de trempe du traitement de remise en solution à 1110°C (les deux vieillissements à 845°C et 760°C restent les mêmes). Cette vitesse a été contrôlée à 30K/min, soit une vitesse deux fois plus lente que pour le traitement de référence. Cette vitesse est représentative de la cinétique de refroidissement à cœur d'une pièce massive. La figure VI-1 présente la précipitation obtenue avec le traitement modifié ainsi que l'état de référence. On observe une précipitation γ' résultante plus grossière. La fraction volumique de précipités γ' mesurée est sensiblement identique à l'état de référence, soit 45% (contre 46% pour l'état de référence). Cependant la fraction volumique de précipités secondaires est d'environ 40% pour 5% de précipités tertiaires. Il y a donc moins de précipités tertiaires que dans l'état de référence, où la fraction volumique atteint 16%.

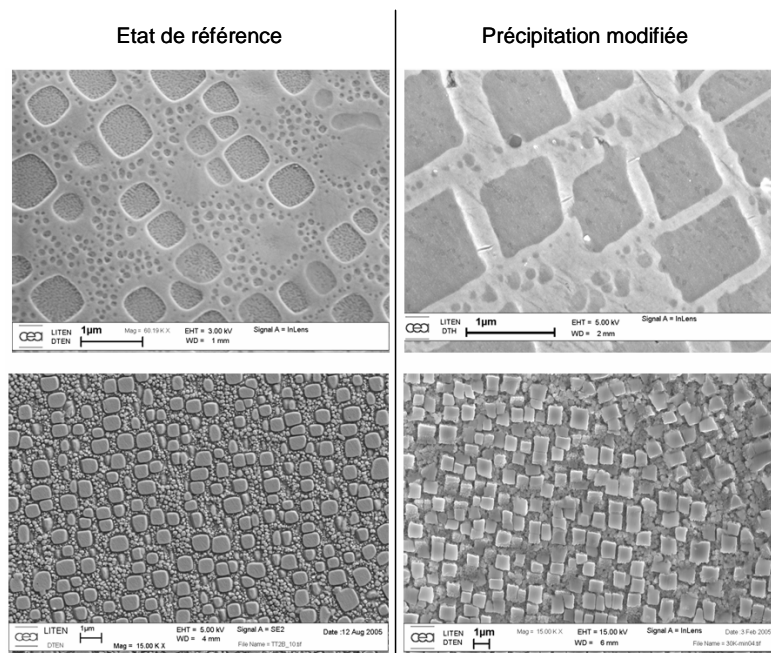


figure VI-1 : Observation au MEB de la précipitation obtenue après modification de la vitesse de trempe (30K/min) du traitement de remise en solution. Comparaison avec l'état de référence (60K/min)

Les tailles de couloirs entre précipités γ' ont également été mesurées, la figure VI-2 présente la distribution obtenue. On n'observe pas de différence significative avec l'état de référence.

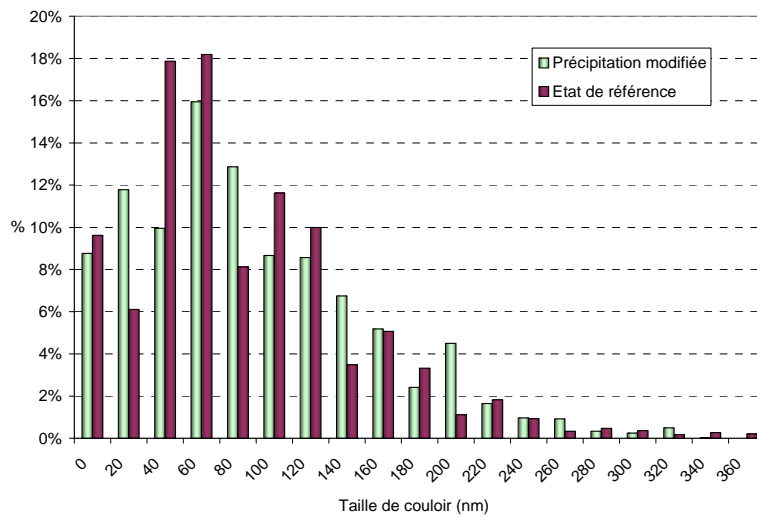


figure VI-2 : Distribution des tailles de couloirs. Comparaison entre la précipitation modifiée et la précipitation dans l'état de référence

Des essais de fluage ont été réalisés à 700°C à différentes contraintes comprises entre 600 MPa et 450 MPa. Les résultats, présentés en Annexe K, ont montré principalement une augmentation de la vitesse de déformation secondaire et une réduction du temps à rupture. La figure VI-3 illustre ce changement de comportement observé dans le cas du fluage à 550 MPa.

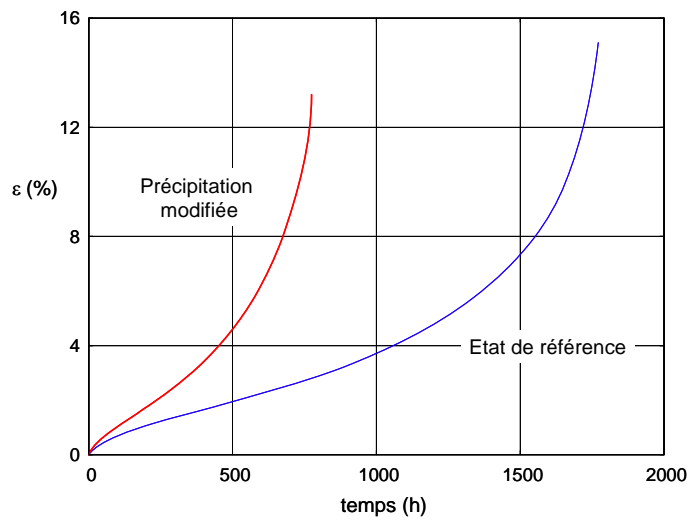


figure VI-3 : Modification du comportement en fluage à 700°C sous 550 MPa lorsque la vitesse de trempe qui suit le traitement de remise en solution est deux fois plus lente.

Dans le modèle décrivant le comportement de l'alliage (V-32), deux termes (σ_p et $1/(N_2 \langle D \rangle)$) vont fortement dépendre de l'état de précipitation de l'alliage. σ_p représente la résistance des précipités à la propagation des dislocations et $1/(N_2 \langle D \rangle)$ est lié à la densité de dislocations stockées sur les précipités. Nous avons donc essayé d'ajuster le modèle sur la courbe expérimentale de fluage à 550 MPa en ne faisant varier que ces deux paramètres.

On obtient un bon ajustement (figure VI-4) pour une valeur de σ_p équivalente à celle déterminée dans le cas du matériau de référence, et une valeur de $N_2 = 32$ environ deux fois supérieure à celle du matériau de référence ($N_2=17$).

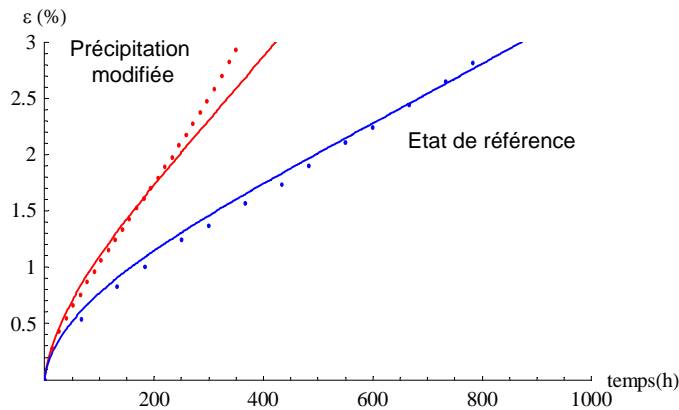


figure VI-4 : Ajustement de la courbe simulée (en trait continu) sur la courbe expérimentale de fluage (en pointillés) à 550MPa via le paramètre N_2

D'après le modèle, il semble que le changement de précipitation a peu d'effet sur σ_p dont la valeur dépend principalement de la largeur des couloirs. Cela est cohérent avec l'analyse de la taille des couloirs qui montre une distribution équivalente pour les deux microstructures (figure VI-2). Par contre le modèle montre que la déformation de la microstructure modifiée conduit à un stockage moins important des dislocations sur les précipités. Cela est cohérent avec des précipités γ' plus gros et une quantité de précipités tertiaires plus faible. En effet, à même fraction volumique, lorsque les précipités sont plus gros, il faut que les dislocations parcourent une distance plus importante avant de générer dans le matériau une longueur identique de dislocations par stockage sur les précipités.

En reprenant la nouvelle valeur de $\Lambda_2 = 3,2 \mu\text{m}$, nous avons simulé les courbes de fluage à différentes contraintes du matériau à précipitation modifiée. La comparaison avec les essais expérimentaux est présentée sur la figure VI-5.

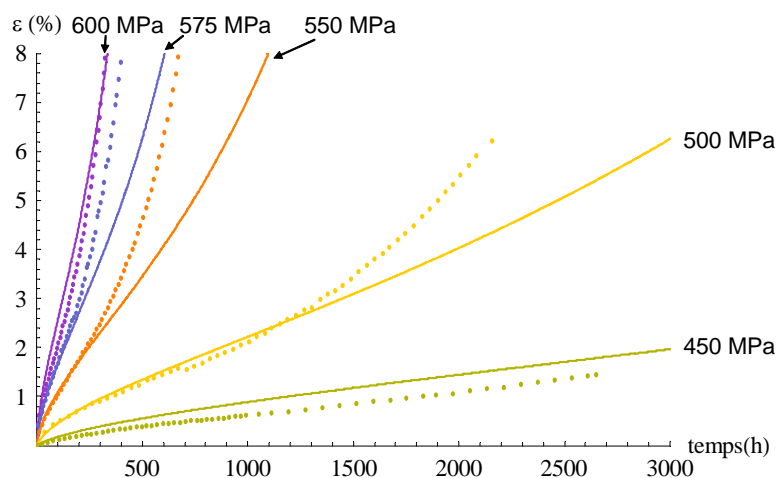


figure VI-5 : Simulation du comportement en fluage du matériau à précipitation modifiée. Comparaison entre les courbes expérimentales (en pointillés) et les courbes simulées (en trait continu)

Sur la figure VI-5 les résultats montrent que le stade primaire ainsi que le stade secondaire sont bien décrits pour toutes les contraintes. Il est donc possible à l'aide du modèle de prédire le comportement en fluage lorsque la précipitation γ' est modifiée, en ajustant les paramètres du modèle qui dépendent des paramètres microstructuraux modifiés. Il paraît donc envisageable de tenir compte de la différence de structure à cœur et proche de la surface pour une grosse pièce.

Les effets sur le comportement en traction à une vitesse de déformation de $5.10^{-4} s^{-1}$ ont également été évalués. La figure VI-6 présente la comparaison entre les courbes expérimentales (en pointillés) et les courbes simulées (en trait continu) pour les deux états de précipitation étudiés. Le jeu de paramètres employés est le même que celui utilisé en fluage.

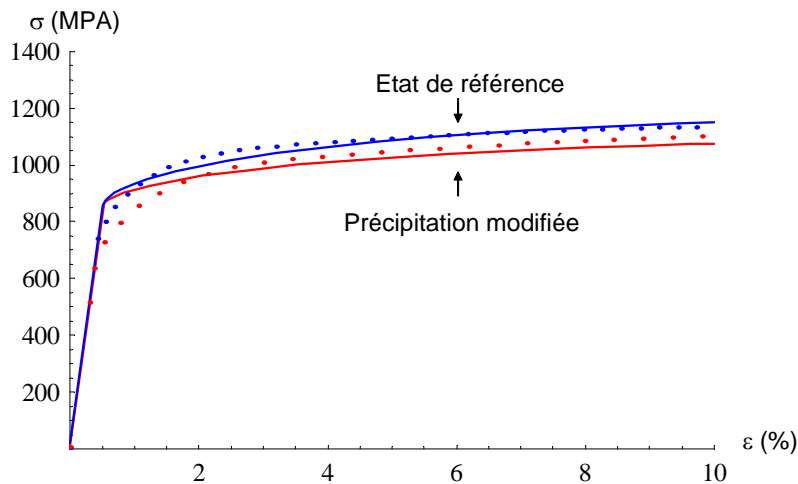


figure VI-6 : Comparaison entre les courbes de traction expérimentales (en pointillés) et les courbes simulées (en trait continu)

La modification de la précipitation a peu d'impact sur le comportement en traction comparé aux effets observés sur le fluage. Toutefois on note qu'à une déformation donnée le niveau de contrainte atteint est légèrement inférieur pour le matériau à précipitation γ' plus grossière.

L'utilisation d'un modèle de comportement élaboré à partir de paramètre physique, basé sur l'évolution de la densité de dislocations, nous permet donc de prédire le comportement en fluage du matériau lorsque son état métallurgique est légèrement modifié. Cependant les simulations de comportement ne sont valables que si les mécanismes de déformation restent identiques. Nous avons vu dans l'étude bibliographique que ce type d'alliage pouvait présenter dans certaines conditions une déformation contrôlée par le cisaillement de précipités.

En effet, lorsque le matériau comporte des γ' fins et des faibles tailles de couloir entre précipités, en dessous d'une contrainte seuil, le franchissement des précipités se fait par cisaillement [Dubiez 2003]. La figure VI-8 présente l'observation par MET d'une microstructure composée de γ' de trois tailles différentes. Cette microstructure a été mise au point en appliquant au matériau un traitement thermique supplémentaire après l'ensemble des traitements thermiques de référence. Ce traitement a été réalisé à $900^{\circ}C$ durant 16h suivi d'une trempe à l'air pendant laquelle les précipités les plus fins ont germé.

Ces petits précipités sont nombreux et remplissent l'espace entre les précipités les plus gros, de sorte que les tailles de couloir résultantes sont très faibles.

La figure VI-7 présente les courbes de fluage obtenues à une contrainte de 575 MPa. Contrairement à la courbe de référence, on observe un stade primaire où la vitesse de déformation augmente avec la déformation. On retrouve alors un comportement similaire à celui observé sur la microstructure HS étudié par S. Dubiez [Dubiez 2003] ayant flué à 700°C sous une contrainte comprise entre 600 MPa et 700 MPa.

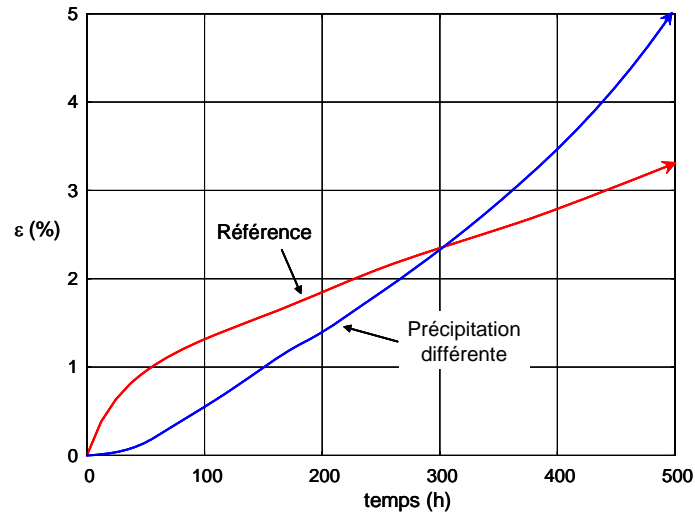


figure VI-7 : Observation du comportement en fluage à 575 MPa / 700°C de l'U720 MdP GG où les précipités sont franchis par des mécanismes de cisaillement

Après 2% de déformation en fluage à 700°C sous 575 MPa, on observe sur la figure VI-8 des bandes de cisaillement traversant la totalité du grain. Ceci est la trace d'un franchissement des précipités par cisaillement. Les mécanismes liés à ce mode de déformation ne sont pas pris en compte dans le modèle.

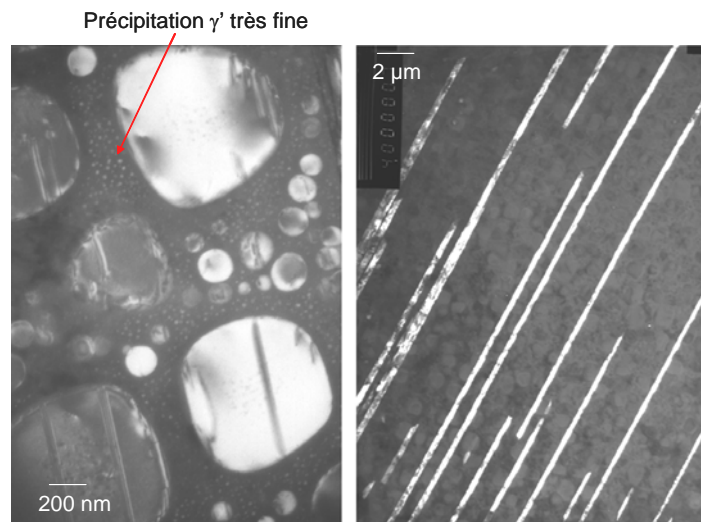


figure VI-8 : A gauche, observation de la microstructure après un traitement thermique supplémentaire à 900°C durant 16h suivi d'une trempe à l'air. A droite, observation par MET de bandes de cisaillement après 2% de déformation.

On attribue généralement l'augmentation de la vitesse de déformation en fluage primaire à un accroissement au cours de la déformation de la densité de dislocations mobiles. Pour modéliser ce type de comportement, l'hypothèse d'une densité de dislocations mobiles fixe ne doit donc plus être posée. En utilisant les équations proposées par Estrin et Kubin [Estrin 1991][Estrin 1994] pour décrire l'évolution de la densité de dislocations mobiles ρ_m et immobiles ρ_i , on obtient un système composé de trois équations :

$$\begin{cases} \dot{\varepsilon} = \rho_m M b^2 v_D \exp \left[\left(\sigma_a - M \alpha \mu b \sqrt{\rho_t} - \sigma_p \right) \frac{V^*}{M k_B T} \right] \\ \dot{\rho}_i = \frac{M}{b} \left(\frac{\sqrt{\rho_i}}{N_1} + \frac{1}{N_2 \langle D \rangle} - K \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{-1/n} \rho_i + k_3 \rho_m \right) \dot{\varepsilon} \\ \dot{\rho}_m = \frac{M}{b} \left(-\frac{\sqrt{\rho_m}}{N_1} - \frac{1}{N_2 \langle D \rangle} - k_3 \rho_m + k_4 \frac{\rho_i}{\rho_m} \right) \dot{\varepsilon} \end{cases} \quad (VI-1)$$

où k_3 est un paramètre lié à l'immobilisation des dislocations mobiles entre elles par des réactions binaires et k_4 un paramètre lié à la génération de dislocations mobiles par des sources de la forêt. Il est alors envisageable de simuler le comportement en fluage du matériau, en déterminant de façon expérimentale ou en estimant la valeur des différents paramètres avant de l'ajuster sur plusieurs courbes expérimentales.

VI.2. Confrontation des propriétés en fluage au cahier des charges du disque de turbine

Nous avons vu dans les précédents chapitres que le découplage « joints de grains / PPB » améliore la résistance à l'endommagement du matériau et que la taille de grain permet de rester dans un mode de déformation par fluage dislocation en limitant le fluage diffusion dans la gamme de contrainte prospectée. Il semble maintenant intéressant de savoir si l'U720 MDP GG est capable de répondre au cahier des charges du disque de turbine.

Dans cet objectif, les résultats en fluage sont confrontés avec les critères de pré-dimensionnement déterminés par l'équipe russe de l'ISTC travaillant sur le design du disque de turbine du projet GT-MHR [Romantsov 2002]. Le calcul du champ de contraintes générées dans les zones les plus exposées a conduit, dans l'hypothèse de disques refroidis par de l'hélium prélevé en sortie de compresseurs, aux critères suivants :

Température	Contrainte pour 1% de déformation en 60 000 h
650°C	295 MPa
700°C	200 MPa

tableau VI-1 : Critères de pré-dimensionnement en fluage du disque de turbine proposé par l'ISTC [Romantsov 2002]

La figure VI-9 présente dans le diagramme de Larson Miller à 1% de déformation, les résultats obtenus en fluage pour le matériau à gros grains étudié dans cette thèse ainsi que les résultats relatifs au matériau à grains fins élaboré par cycle de CIC conventionnel [Dubiez 2003]. Sur ce même graphique sont représentés par 2 points les critères ISTC du tableau VI-1.

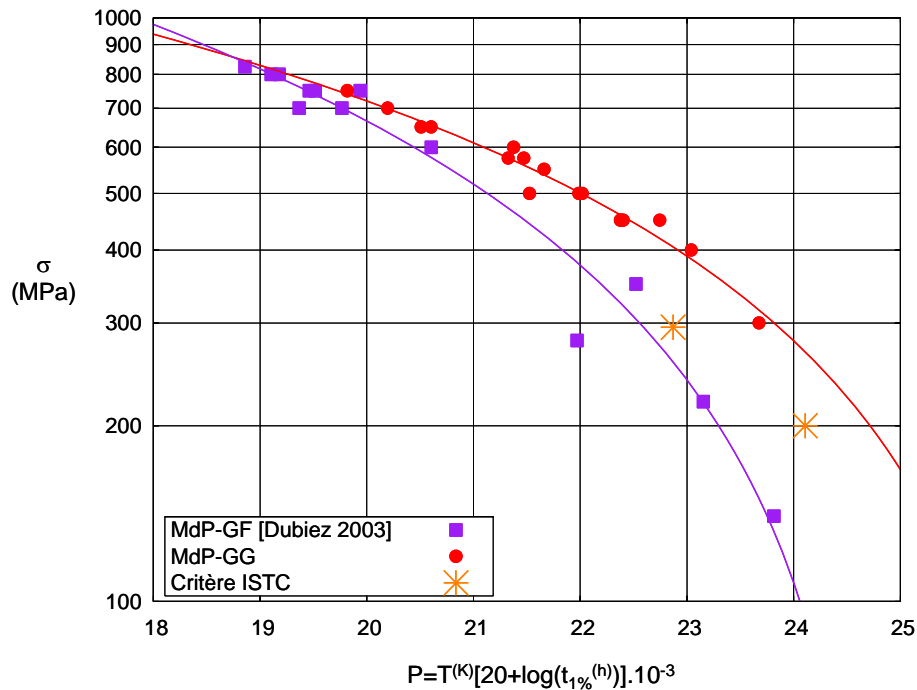


figure VI-9 : Diagramme de Larson Miller à 1% de déformation en fluage

On remarque que dans le cadre de l'équivalence « temps - température » de Larson - Miller et contrairement à l'Udimet 720 MdP GF, la nouvelle microstructure à gros grains permet de satisfaire les critères : à 200 MPa la valeur du paramètre de Larson-Miller est 24,7, là où le critère requiert une valeur de 24,1 et à 295 MPa la valeur obtenue est 23,9 pour une valeur requise de 22,9.

Cependant cette représentation ne prend pas en compte les changements éventuels de comportement au delà de la gamme de contrainte prospectée. En effet, si l'on observe à basse contrainte un domaine où la vitesse de déformation est contrôlée par du fluage diffusion pour l'Udimet 720 MdP à grain fin, il en est certainement de même pour le matériau à gros grains, mais à des niveaux de contrainte et de vitesse de déformation inférieurs. Dans les différents modèles de fluage diffusion de la littérature, la vitesse de déformation par fluage diffusion dépend de la taille de grain d en $1/d^2$ ou $1/d^3$. On estime que la taille de grain du matériau à gros grains ($\approx 60 \mu\text{m}$) est 3 fois plus élevée que celle du matériau à grain fin ($\approx 20 \mu\text{m}$), la vitesse de fluage diffusion est alors divisée par 9 si on considère une dépendance à l'inverse du carré de la taille de grain, et par 27 si on considère une dépendance à l'inverse du cube de la taille de grain. Dans le graphique normalisé « vitesse de déformation - contrainte » figure VI-10, où les vitesses de fluage stationnaires sont représentées, la droite en pointillés violets symbolise la limite en dessous de laquelle le fluage diffusion contrôle la vitesse de déformation du matériau à grains fins. Pour le matériau à gros grains cette limite est décalée vers les basses vitesses. Ce décalage est représenté par deux droites sur la figure VI-10.

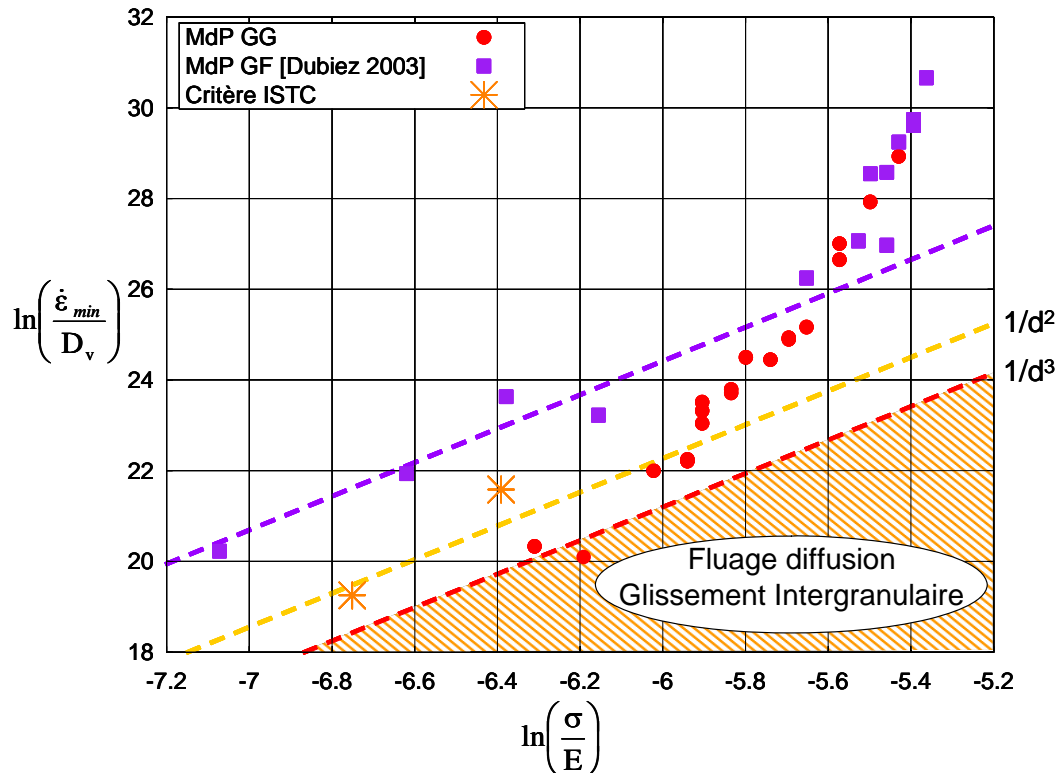


figure VI-10 : Graphique normalisé « vitesse de déformation - contrainte »

Sur ce même graphique les critères de l'ISTC sont représentés, en considérant que le matériau se déforme par fluage secondaire uniquement, donnant une vitesse de déformation de $4,6 \cdot 10^{-11} \text{s}^{-1}$ pour une déformation de 1% en 60 000 h. On peut noter que cette valeur est seulement une demi décade en dessous de la vitesse de déformation stationnaire minimale obtenue expérimentalement à la contrainte de fluage la plus basse prospectée à 700°C (350 MPa). On remarque qu'en prenant en compte le glissement intergranulaire à basse contrainte, le critère est tout juste respecté. Nous avons vu que la réalisation de quelques cycles de fatigue pourrait conduire à un incrément de déformation qui pourrait diminuer ainsi le temps prévu pour atteindre 1% de déformation.

Il est important de rappeler que les critères ont été établis dans le cas d'un pré-design du disque de turbine. Dans l'optique d'un design complet d'un disque de turbine, il faudrait un cahier des charges mécaniques complet et mener des essais de fluage de plus longue durée afin de garantir la durée de vie souhaitée (60 000h).

Les résultats obtenus dans cette étude montrent cependant clairement que le matériau étudié est mieux adapté à l'application que l'udimet 720 MdP élaboré par cycle de CIC conventionnel.

Conclusion générale

Cette étude s'inscrit dans le cadre du développement des Réacteurs nucléaires Haute Température à cycle direct. Elle porte sur le comportement à haute température du superalliage Udimet 720 élaboré par Métallurgie des Poudres dont l'utilisation est envisagée pour la fabrication des disques de turbine de ces réacteurs. Ce travail a été mis en œuvre au travers de deux approches complémentaires : un premier volet a concerné l'étude métallurgique de l'alliage depuis l'analyse de la microstructure jusqu'aux propriétés mécaniques, et un deuxième volet a été dédié à la modélisation de son comportement en fluage à 700°C.

Etude de la microstructure et des propriétés mécaniques de l'alliage

Dans un premier point nous avons montré qu'il était possible d'améliorer les propriétés en fluage de l'Udimet 720 élaboré par Métallurgie des Poudres.

Un cycle de Compression Isostatique à Chaud découplé en température et en pression a permis d'obtenir une microstructure où la majorité des joints de grains est découplée des précipités aux PPB. Après l'application d'un traitement thermique supersolvus post-CIC, la microstructure est composée de grains d'une taille d'environ 20 μm associés à de nombreux gros grains dont la taille peut atteindre 80 μm répartis de façon homogène.

Les essais de fluage réalisés à 700°C sous une contrainte comprise entre 350 MPa et 750 MPa, et à 750°C sous une contrainte comprise entre 300 et 500 MPa, ont montré que le matériau présente une résistance en fluage proche de celle d'un Udimet 720 forgé et nettement supérieure à celle d'un Udimet 720 élaboré par cycle de CIC conventionnel.

Les observations par MEB effectuées sur les éprouvettes ayant été menées à rupture montrent que l'endommagement est lié à de la cavitation intergranulaire. Dans les alliages, élaborés par MdP, les sites d'endommagement préférentiels sont généralement les joints de grains contigus avec les précipités aux PPB. Le procédé d'élaboration de cet alliage a permis de diminuer le nombre de ces joints de grains et ainsi le nombre de sites d'endommagement.

L'amélioration de la résistance au fluage de cet alliage ne résulte pas seulement d'une diminution de la proportion de sites d'endommagement. Ce matériau présente aussi une vitesse de fluage stationnaire faible, comparable à celle de l'alliage forgé, même pour les plus faibles contraintes. La valeur élevée du coefficient n de la loi de Norton ($n=12$) indique que le matériau se déforme par fluage dislocation. Les observations par MET des échantillons flués ont montré que le franchissement des précipités s'effectue principalement par mécanisme d'Orowan. Contrairement à la nuance MdP classique, aucun changement de comportement n'a été observé dans la gamme de contraintes prospectée. Ceci a été attribué à une diminution du fluage diffusion et du glissement intergranulaire qui sont les conséquences de la taille de grains plus élevée.

Des essais couplés de fluage / fatigue ont été réalisés afin d'évaluer l'effet que pourraient induire les variations de puissance de la turbine lors des phases d'arrêts / redémarrages ou

en situation incidentelle. Les résultats ont montré que dans les conditions expérimentales testées, la vitesse de déformation stationnaire en fluage est peu sensible à l'application d'une sollicitation en fatigue additionnelle. Une reprise du fluage primaire ou une légère augmentation de la déformation au stade primaire, a cependant été observée dans la plupart des essais réalisés.

Modélisation du comportement en fluage à 700°C de l'alliage

Le deuxième objectif était de proposer une modélisation du comportement en fluage primaire et secondaire du superalliage, dans la gamme de contraintes couverte par les essais expérimentaux.

Le modèle utilisé est basé sur l'évolution de la densité de dislocations. Les valeurs des différents paramètres intervenant dans le modèle ont été estimées ou encadrées à partir des caractéristiques physiques de l'alliage. Après une phase d'ajustement de ces valeurs sur la partie primaire et secondaire de trois courbes expérimentales de fluage (à trois contraintes différentes), le comportement en fluage dans toute de la gamme de contrainte prospectées expérimentalement a ensuite été simulé. Les résultats ont montré que le modèle utilisé permet de bien décrire le fluage primaire et secondaire du matériau, ainsi que la traction à faible vitesse (5.10^{-6}s^{-1}).

Dans le modèle utilisé, l'accélération de la vitesse de déformation causée par l'augmentation de la contrainte liée à la réduction de section des éprouvettes (tertiaire de structure) a été prise en compte. Lorsque la contrainte augmente, la partie tertiaire des courbes expérimentales se rapproche des courbes simulées, indiquant qu'à forte contrainte, l'accélération de la vitesse de fluage au stade tertiaire est essentiellement provoquée par le tertiaire de structure.

L'application du modèle à un état de précipitation différent a également montré qu'il est possible de prévoir le comportement du matériau lorsqu'un paramètre métallurgique est changé. La précipitation a été modifiée en diminuant de 60K/min à 30K/min la vitesse de trempe du traitement thermique subsolvus de remise en solution. On observe alors une précipitation plus grossière avec une fraction volumique totale de précipités γ' identique. Les résultats ont montré que la vitesse de déformation plus élevée de cet alliage s'explique par une diminution du stockage des dislocations sur les précipités. Ce travail permet donc d'envisager l'utilisation de ce modèle pour simuler le comportement en fluage de différents états métallurgiques du matériau, où le franchissement des précipités se fait par contournement d'Orowan.

Perspectives de l'étude

Dans la perspective d'une fabrication de gros disques de turbine, l'utilisation du superalliage Udimet 720 à gros grains comme demi-produit de qualité sans macroségrégation permet d'envisager la réalisation d'une étape supplémentaire de forgeage pour la mise en forme du disque. Contrairement à l'Udimet 720 MdP classique où le forgeage conventionnel est difficile à mettre en œuvre, la résistance à l'endommagement de l'alliage étudié, provenant du découplage des précipités aux PPB et des joints de grains, offre de bonnes conditions pour la mise en œuvre de cette étape.

Avant la fabrication d'un gros disque, il semble également intéressant de disposer d'un cahier des charges matériau détaillé permettant de mettre en place des essais couplés de fluage / fatigue plus représentatifs de l'application. Les questions concernant la stabilité microstructurale à long terme (>10 000 h), la résistance à la propagation de fissure et l'homogénéité de la microstructure dans l'épaisseur du disque, devront aussi être abordées.

Concernant l'étude des mécanismes de déformation plastique, le modèle utilisé ouvre des perspectives d'application à différents superalliages aéronautiques. Pour cela, il semble intéressant d'étendre le modèle à la simulation d'une sollicitation plus complexe de type fatigue. L'adaptation du modèle à des conditions où le cisaillement est le mécanisme prépondérant en prenant en compte notamment l'évolution de la densité de dislocations mobiles, permettrait de décrire le comportement de superalliages à précipités γ' fins couramment rencontrés dans l'aéronautique. Il serait aussi intéressant de développer la description de l'endommagement de l'alliage en fluage pour modéliser les trois stades de fluage.

L'étude du glissement intergranulaire à long terme apparaît également comme une suite logique à ce travail car ce mécanisme joue probablement un rôle important aux plus faibles contraintes. La mise au point de microgrilles d'extensométrie devrait permettre de mettre en évidence les conditions dans lesquelles le glissement intergranulaire contrôle la vitesse de déformation en fluage. L'étude du rôle de la précipitation intergranulaire ainsi que la chimie des joints de grains, devrait permettre de mieux comprendre ce mode de déformation particulier.

Références bibliographiques

[ALEXANDREANU 2003] B. Alexandreanu, B.H. Sencer, V. Thaveerungsriporn, G. S. Was, "The effect of grain boundary character distribution on the high temperature deformation behaviour of Ni-16Cr-9Fe alloys", *Acta Materialia*, 51, pp 3831-3848, (2003)

[ANTOLOVICH 1982] S. Antolovich, J. Campbell, "Application of Fracture Mechanics for the Selection of Metallic Structure Materials", J. Campbell, W. Gerberich, J. Underwood (Eds), Ed. Ohio, (1982)

[AUZOUX 2004] Q. Auzoux, "Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques -influence de l'écroutissage sur l'endommagement intergranulaire", CEA Saclay, R-6056, (2004)

[ASTM 1997] ASTM Specialty Handbook, "Heat-Resistant Materials", J.R. Davis, Davis & Associates (Eds), ASTM International, (1997)

[BARTOS 1980] J.L. Bartos, "P/M Superalloys for Military Gas Turbine Applications", pp 81-113, (1980)

[BATHIAS 1997] C. Bathias, J. Baillon, "La fatigue des matériaux et des structures", Ed. Hermes, (1997)

[BEGOT 2002] S. Bégot, "Fluage d'un superalliage pour disque de turbine - Influence du vieillissement thermique sur la durée de vie", CEA, Rapport de Stage (2002)

[BESSON 2001] J. Besson, G. Cailletaud, J. Chaboche, S. Forest, "Mécanique non linéaire des matériaux", Ed. Hermes, (2001)

[BOEHLERT 2006] C.J. Boehlert, D.S. Dickmann, N.C. Eisinger, "The Effect of Sheet Processing on the Microstructure, Tensile, and Creep Behavior of INCONEL Alloy 718", *Metallurgical and Materials Transactions A.*, 37A, (2006)

[BONNEVILLE 1997] J. Bonneville, B. Viguier, P. Spätig, "Repeated Load transients for measuring the effective activation volume in a g TiAl Alloy", *Scripta Materialia*, 36, pp 275-281, (1997)

[BRIEN 2001] V. Brien, L.P. Kubin, B. Décamps, "Low-cycle fatigue of a nickel-based superalloy at high temperature: simplified micromechanical modelling", *Philosophical Magazine A*, 81, pp 2285-2301, (2001)

[BROWN 1971] L. Brown, R. Ham, "Strengthening methods in crystals", E. K. B. (Eds), (1971)

[BURLET 2002] H. Burlet, "Technologie des turbines à gaz, recueil des communications de la conférence SFEN, décembre 2002", (2002)

[CAGNON 1979] M. Cagnon, "Théorie de l'activation thermique", *Dislocation et déformation plastique*, Ed. Yrivals, pp. 53-56, (1979)

[CEA 2003] Dossier de presse CEA du 23/04/03 : « Les systèmes d'énergie nucléaire du futur » : www.cea.fr (2003)

[CEA-1 2006] Site Internet du CEA : www.cea.fr (2006)

[CEA-2 2006] CEA-2, "Dossier de presse CEA du 05/01/2006 : « Les systèmes du futur »", (2006)

[CLAVEL 1982] M. Clavel, A. Pineau, "Fatigue behaviour of two nickel-base alloys. Experimental results on low cycle fatigue, fatigue crack propagation and substructures", *Materials Science and Engineering*, 55, pp 157-171, (1982)

Références bibliographiques

- [COBLE 1963] R.L. Coble, "A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials", *Journal of Applied Physics*, 34, (1963)
- [COSTER 1985] M. Coster, J. Chermant, "Précis d'analyse d'images", Ed. Presses du CNRS, (1985)
- [COUTURIER 2003] R. Couturier, "Matériaux de turbine pour réacteurs à caloporteurs gaz. Mise au point de la nuance U720 CIC à Gros Grains", CEA Grenoble, Note technique DTEN/DR/2003/006, (2003)
- [COUTURIER 2004] R. Couturier, H. Burlet, S. Terzi, S. Dubiez, L. Guétaz, G. Raisson, "Process development and mechanical properties of alloy U720LI for high temperature turbine disks", TMS (Ed.), *Superalloys 2004*, Seven Springs, PA (USA), pp. 351-359, (2004)
- [COUTURIER 2005] R. Couturier, J. Calapez, N. Scheer, H. Rantala, "Materials for Turbine : Final Report - Livrable RCGMA-R7", CEA, DTEN/DL/2005/013, (2005)
- [DAVIDSON 1995] J. Davidson, "Process of grain enlargement in consolidated alloy powders", US Patent N° 224194, (1995)
- [DECAMPS 1994] B. Décamps, J.M. Péniisson, M. Condat, L. Guétaz, A.J. Morton, "High resolution imaging of shearing configurations of gamma-prime precipitates in Ni-based superalloys", *Scripta Metallurgica*, 30, pp 261-266, (1994)
- [DECAMPS 2004] B. Décamps, S. Raujol, A. Coujou, F. Pettinari-Strumel, N. Clément, D. Locq, P. Caron, "On the shearing mechanism of gamma prime precipitates by a single (111) Schokley partial in Ni-based superalloys", *Phil. Mag.*, 84, pp 1-91, (2004)
- [DE WITT 1959] G. De Witt, J.S. Koehler, *Phys. Rev.*, 1113, (1959)
- [DON 1986] J. Don, S. Majumdar, "Creep cavitation and grain boundary structure in type 304 stainless steel", *Acta Metallurgica*, 34, pp 961-967, (1986)
- [DUBIEZ 2002] S. Dubiez, "Comportement et endommagement en fluage d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud", CEA Grenoble, Note technique DTEN/DL/2002/116, (2002)
- [DUBIEZ 2003] S. Dubiez, "Comportement et endommagement en fluage d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud", Thèse ENSMP, (2003)
- [DUBIEZ 2004] S. Dubiez, R. Couturier, L. Guétaz, H. Burlet, "Effect of the microstructure on the creep behavior of PM Udimet 720 superalloy : experiments and modeling", *Materials Science and Engineering A*, 387-389, pp 599-603, (2004)
- [DYSON 1993] B. Dyson, S. Osgerby, "Modelling and analysis of creep deformation and fracture in a 1Cr0.5Mo ferritic steel", NPL, (1993)
- [ESTRIN 1991] Y. Estrin, "Strain Hardening and Creep Behaviour of Materials Containing Non-Shearable Second-Phase Particles", *Microstructure and mechanical properties of materials*, Ed. Deutsche Gesellschaft, pp. 17-24, (1991)
- [ESTRIN 1996] Y. Estrin, "Dislocation Density Related Constitutive Modeling", *Unified Constitutive Laws of Plastic Deformation*, Ed. Academic Press, pp. 69-106, (1996)
- [ESTRIN 1986] Y. Estrin, L.P. Kubin, "Local strain hardening and non-uniformity of plastic deformation", *Acta Metallurgica*, 34, pp 2455-2464, (1986)
- [ESTRIN 1984] Y. Estrin, H. Mecking, "A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models", *Acta Metall.*, 32, pp 57-70, (1984)
- [FIELD 1992] D.P. Field, B.L. Adams, "Interface cavitation damage in polycrystalline copper", *Acta Metallurgica Materialia*, 40, pp 1145-1157, (1992)

Références bibliographiques

- [FIVEL 1997] M. Fivel, "Etudes numériques à différentes échelles de la déformation plastique des monocristaux de structure CFC", Thèse INPG, (1997)
- [FOREMAN 1966] A.J.E. Foreman, M.J. Makin, "Dislocation movement through random arrays of obstacles (Hardening of crystalline solids - critical applied shear stress determination for driving single dislocation through random array of point obstacles of varying strengths in glide plane)", *Phil. Mag.*, 14, p 911, (1966)
- [FURRER 1999] D. U. Furrer, H. J. Fecht, "Gamma prime formation in superalloy U720LI", *Scripta Materialia*, 40, pp 1215-1220, (1999)
- [FURRER 2000] D. Furrer, H. Fecht, "Microstructure and mechanical development in superalloy U720LI", TMS (Ed.), *Superalloy 2000*, Seven Springs, PA (USA), pp. 415-424, (2000)
- [GABB 2000] T.P. Gabb, P.J. Bonacuse, L.J. Ghosn, J.W. Sweeney, A. Chatterjee, K.A. Green, "Assessments of Low Cycle Fatigue Behavior of Powder Metallurgy Alloy U720", *Fatigue and Fracture Mechanics*, 31, pp 110-127, (2000)
- [General Atomics 2006] Site Internet de General Atomics : www.ga.com (2006)
- [GERBER 2002] A. Gerber, "High-Temperature Reactor Components and Systems. HTR-E WP1 Turbine", Framatome ANP, HTR-E-0212-D-1-1-1-2, (2002)
- [GESSINGER 1984] G. Gessinger, "Powder metallurgy of superalloy", Ed. Butterworths, (1984)
- [GOA 2005] Y. Goa, M. Kumar, R.K Nalla, R.O. Ritchie, "High-Cycle Fatigue of Nickel-Based Superalloy ME3 at ambient and Elevated Temperatures : Role of Grain-Boundary Engineering", *Metallurgical and Materials Transactions A.*, 36A, pp 3325-3333, (2005)
- [HENDERSON 2003] M. Henderson, H. Burlet, G. McColvin, J. Garcia, S. Peteves, J. Montagnon, G. Raison, S. Davies, I. Wilcock, P. Janschek, "Manufacture and Spin Test Evaluation of Bimetallic Gas turbine Components", *6th International Charles Parsons Turbine Conference*, pp. 605-735, (2003)
- [HERRING 1950] C. Herring, "Diffusional viscosity of a polycrystalline solid", *Journal of Applied Physics*, 21, (1950)
- [HÜTHER 1978] W. Hüther, B. Reppich, "Interaction of Dislocations with Coherent, Stress-Free Ordered Particles", *Zeitschrift für Metallkunde*, 69, pp 628-634, (1978)
- [ION 1986] J.C. Ion, A. Barbosa, M.F. Ashby, B.F. Dyson, M. McLean, "The Modelling of Creep for Engineering Design. I", *Natl. Phys. Lab*, pp 1-63, (1986)
- [JACKSON 1999] M.P. Jackson, R.C. Reed, "Characterization and modeling of the precipitation of the sigma phase in Udimet 720 and Udimet 720LI", *Materials Science and Engineering A*, 259, pp 85-97, (1999)
- [JAIN 2000] S. Jain, B. Ewing, C. Yin, "The development of improved performance PM Udimet 720 Turbine Disks", TMS (Ed.), *Superalloys 2000*, Seven Springs, PA (USA), pp. 785-794, (2000)
- [KOCKS 1976] U.F. Kocks, "Laws for Work-Hardening and Low-Temperature Creep", *Journal of Engineering Materials and Technology*, 98, pp 76-85, (1976)
- [KRUPP 2003] U. Krupp, W.M. Kane, X. Liu, O. Dueber, C. Laird, C.J. McMahon, "The effect of grain-boundary-engineering-type processing on oxygen-induced cracking of IN718", *Materials Science and Engineering A*, 349, pp 213-217, (2003)
- [LARSON 1974] J. Larson, "Powder metallurgy IN-100 : Processing, microstructure and mechanical properties", *Modern development in powder metallurgy*, pp. 547-566, (1974)
- [LEHOCKEY 1997] E.M. Lehockey, G. Palumbo, "On the creep behaviour of grain boundary engineered nickel", *Materials Science and Engineering A*, A237, pp 168-172, (1997)

- [LEMAITRE 1988] J. Lemaitre, J. Chaboche, "Mécanique des matériaux solides", Ed. Dunod, (1988)
- [LERCH 1985] B.A. Lerch, V. Gerold, "Room temperature deformation mechanisms in Nimonic 80A", *Acta Metallurgica*, 33, pp 1709-1717, (1985)
- [LERCH 1984] B.A. Lerch, N. Jayaraman, S.D. Antolovich, "A study of fatigue damage mechanisms in Waspaloy from 25 to 800°C", *Materials Science and Engineering*, 66, pp 151-166, (1984)
- [LIN 1995] P. Lin, G. Palumbo, U. Erb, K. T. Aust, "Influence of grain boundary character distribution on sensitization and intergranular corrosion of alloy 600", *Scripta Metallurgica et Materialia*, 33, pp 1387-1392, (1995)
- [LOCQ 2004] D. Locq, P. Caron, S. Raujol, F. Pettinari-Strumel, A. Coujou, N. Clément, "On the role of tertiary gamma prime precipitates in the creep behaviour at 700°C of a PM disk superalloy", *Superalloys 2004*, Seven Springs, PA (USA), pp. 179-187, (2004)
- [LOCQ 2005] D. Locq, C. Ramusat, P. Caron, "Etude du comportement en fluage à haute température de deux superalliages à base de nickel", ONERA, Rapport Technique RT 1/08553 DMMP, (2005)
- [LOYER DANFLOU 1993] H. Loyer Danflou, "Etude de la formation des joints de grains dentelés et de leurs effets sur les propriétés mécaniques d'un superalliage à base de nickel", Thèse Paris XI Orsay, (1993)
- [LU 1987] T. Lu, "Structure superficielle des poudres de superalliages base nickel, mécanismes intervenant au cours de la solidification", Thèse ENSMP, (1987)
- [MANONUKUL 2002] A. Manonukul, F.P. Dunne, D.M. Knowles, "Physically-based model for creep in nickel-base superalloy C263 both and below the gamma solvus", *Acta Materialia*, 50, pp 2917-2931, (2002)
- [MARCHIONNI 2002] M. Marchionni, G.A. Osinkolu, G. Onofrio, "High temperature low cycle fatigue behaviour of UDIMET 720 Li superalloy", *International Journal of Fatigue*, 24, pp 1261-1387, (2002)
- [MCLEAN 2000] M. McLean, A. Banik, B.F. Dyson, "Modeling the effects of damage and microstructural evolution on the creep behavior of engineering alloys", *Journal of Engineering Materials and Technology*, 122, pp 273-278, (2000)
- [MECKING 1973] H. Mecking, "Analyse der thermisch aktivierten Versetzungsbewegung in verfestigten kubisch flächenzentrierten Metallen", Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule, Aachen (Allemagne), Habilitationsschrift, (1973)
- [MECKING 1981] H. Mecking, U.F. Kocks, "Kinetics of Flow and Strain-Hardening", *Acta Metall.*, 29, pp 1865-1875, (1981)
- [MECKING 1970] H. Mecking, K. Lücke, "A new aspect of the theory of flow stress of metals", *Scripta Metallurgica*, 4, pp 427-432, (1970)
- [MILLIGAN 1987] W. Milligan, S.D. Antolovich, "Yielding and deformation behavior of the single crystal superalloy PWA 1480", *Metallurgical Transactions*, 18A, pp 85-95, (1987)
- [MOLINS 1991] R. Molins, E. Andrieu, A. Pineau, "Overaging, deformation and rupture micromechanisms of alloys 718", TMS (Ed.), *Superalloys 718,625 and Various Derivatives*, (1991)
- [MORNIROLI 1998] J. Morniroli, "Diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED) Application aux défauts cristallins", Thèse Société Française des Microscopies, (1998)
- [MUGHRABI 1993] H. Mughrabi, "Plastique Deformation and Fracture of Materials, Materials Science and Technology", R. Cahn, P. Hassen, E. Kramer (Eds), Ed. VCH, vol 6, (1993)
- [NORELL 1996] M. Norell, "Influence of segregants on creep fracture of powder metallurgical martensitic stainless steel", Thèse Chalmers University of Technology, Göteborg, Sweden, (1996)

- [PIERRON 2000] X. Pierron, A. Banick, G. Mauer, J. Lemsky, D. Furrer, S. Jain, "Sub-solidus process for P/M conventional billet conversion", TMS (Ed.), *Superalloy 2000*, Seven Springs, PA (USA), pp. 425-433, (2000)
- [PONTER 2004] A.R.S. Ponter, H. Chen, M.R. Willis, W.J. Evans, "Fatigue-creep and plastic collapse of notched bars", *Fatigue Fracture Engineering Structure*, 27, pp 305-318, (2004)
- [PROVENDIER-AUBOURG 1994] V. Provendier-Aubourg, "Bases physique d'un modèle de comportement viscoplastique pour un superalliage base nickel", Thèse ENSMP, Paris, pp. 31-54, (1994)
- [RAISSON 2004] G. Raison, "Feasibility study of large size turbine disks production for high temperature reactors", Aubert&Duval et Framatome, 12 A/1002004357 1, (2004)
- [RAISSON 1990] G. Raison, J. Davidson, "N18, a New Generation PM Superalloy for Critical Turbine Components", *High Temperature Materials for Power Engineering 1990 II*, Kluwer Academic Publishers, Liege Belgium, pp. 1405-1416, (1990)
- [RAJ 1971] R. Raj, M.F. Ashby, "On grain boundary sliding and diffusional creep", *Metallurgical Transactions*, 2, -1113, (1971)
- [RAUCH 1993] E. Rauch, "Etude de l'écrouissage des métaux - Aspects microstructuraux et lois de comportement", HDR, (1993)
- [RAUJOL 2004] S. Raujol, "Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disques de turbine", Thèse Insa Toulouse, (2004)
- [RAYNOR 1970] D. Raynor, J.M. Silcock, "Strengthening mechanisms in gamma-prime precipitating alloys", *Metall. Sci. J.*, 4, (1970)
- [REICHERT 1998] B. Reichert, Y. Estrin, H. Schuster, "Implementation of precipitation and ripening of second-phase particles in the constitutive modelling of creep", *Scripta Materialia*, 38, pp 1463-1468, (1998)
- [REPPICH 1993] B. Reppich, "Particle strengthening", H. Cahn, Kramer (Eds), *Materials Science and Technology*, vol 6, (1993)
- [RGN 2003] "Réacteurs et cycle du combustible de quatrième génération", *Revue Générale Nucléaire*, vol 4, (2003)
- [ROMANTSOV 2002] A. Romantsov, "Testing and investigations of materials for turbocompressor High-temperature components", Project 1313-2001, (2002)
- [SCERZERNIE 1988] F. Scerzernie, M. S.O., K. F.W., G. Mauer, W. Boesh, "Udimet Alloy 720", Special Metals Corporation, Report TR-88-002, (1988)
- [SIMONET 2003] L. Simonet, "Comportement à haute température et stabilité structurale du superalliage Udimet 720 forgé à gros grains", CEA Grenoble, Rapport Technique DTEN/DL/2003/064, (2003)
- [Special Metals 2006] Site Internet de Special Metals : www.specialmetals.com (2006)
- [SPÄTIG 1993] P. Spätig, J. Bonneville, J.-L. Martin, "A new interpretation of stress relaxations in Ni sub 3 (Al,Hf) single crystals", *Materials Science and Engineering A*, 167, pp 73-79, (1993)
- [STOLTZ 1978] R.E. Stoltz, A. Pineau, "Dislocation-precipitate interaction and cyclic stress-strain behavior of a gamma prime strengthened superalloy", *Materials Science and Engineering*, 34, pp 275-284, (1978)
- [SURESH 1991] S. Suresh, "Fatigue of materials", Ed. Cambridge University, (1991)
- [TEODOSIU 1975] C. Teodosiu, "A physical theory of the finite elastic-viscoplastic behaviour of single crystals", *Eng. Trans.*, 23, pp 157-183, (1975)

[**TERZI 2004**] S. Terzi, "Influence de l'histoire thermomécanique sur les propriétés à haute température d'un superalliage pour disque de turbine élaboré par métallurgie des poudres", CEA Grenoble, Rapport Technique DTEN/DR/2004/078, (2004)

[**TERZI 2003**] S. Terzi, "Etude du glissement intergranulaire d'un superalliage Udimet 720 élaboré par métallurgie des poudres", CEA Grenoble, Rapport technique DTEN/DL/2003/062, (2003)

[**THAVEEPRUNGSRIPOORN 1997**] V. Thaveeprungsriporn, G.S. Was, "The role of coincidence-site-lattice boundaries in creep of Ni-16Cr-9Fe at 360°C", *Metallurgical and Materials Transactions A.*, 28A, (1997)

[**VIGUIER 2003**] B. Viguier, "Dislocation densities and strain hardening rate in some intermetallic compounds", *Materials Science and Engineering A*, 349, pp 132-135, (2003)

Annexes

Annexe A

Relation entre dislocations parfaites et partielles de Shockley

Le tétraèdre de Thompson schématise les plans de glissement $\{111\}$ de la structure cubique à faces centrées. La figure 1 représente à gauche dans une vue en trois dimensions, le tétraèdre inscrit dans la maille cfc, et à droite une vue éclatée de ce tétraèdre.

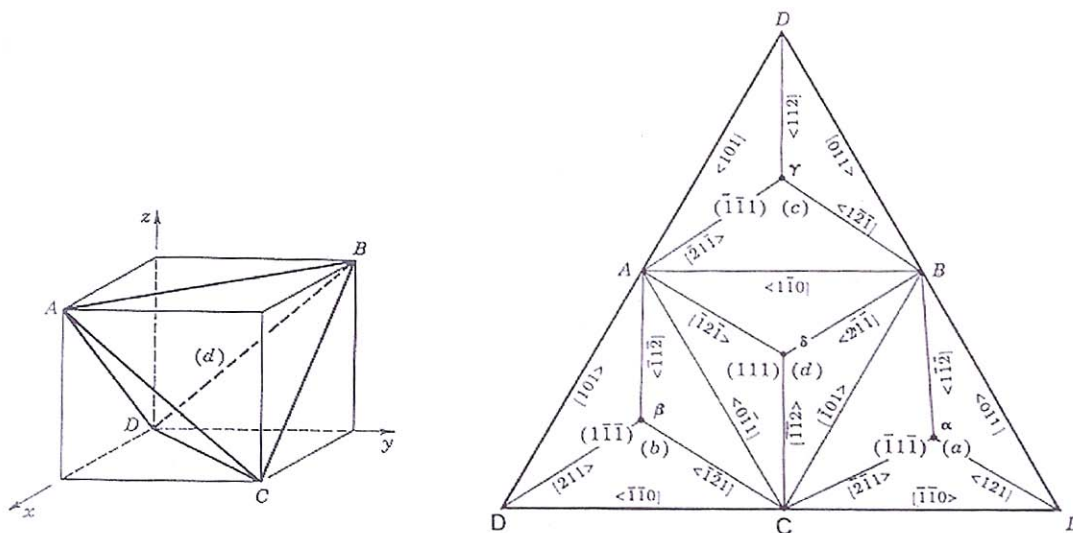


figure 1 : Tétraèdre de Thompson

Cette représentation permet d'identifier les relations entre dislocations parfaites et dislocations partielles de Shockley.

Par exemple une dislocation $\frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$ peut se décomposer dans le plan $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ de la manière suivante :

$$\frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}0] = \frac{a}{6}[2\bar{1}\bar{1}] + \frac{a}{6}\langle 121 \rangle$$

Décomposition qui peut s'écrire également : $CD = C\alpha + \alpha D$

Annexe B

Mesure d'épaisseur par CBED

Lors de l'étude des clichés obtenus en microscopie électronique en transmission, la connaissance de l'épaisseur de l'échantillon est nécessaire à l'analyse quantitative des résultats. En effet certaines grandeurs mesurées, comme la fraction volumique ou les largeurs de couloir entre précipités, sont fortement dépendantes de l'épaisseur des lames minces. La technique CBED (Convergent Beam Electron Diffraction) est un moyen de déterminer l'épaisseur des échantillons.

Pour réaliser une mesure d'épaisseur en diffraction convergente, il faut disposer d'un microscope permettant de régler le faisceau d'électrons de manière à ce que celui-ci ne soit plus parallèle lorsqu'il frappe l'échantillon, mais focalisé à l'endroit où l'on souhaite réaliser la mesure. En se plaçant en deux ondes, on obtient ainsi deux larges taches correspondantes au faisceau transmis et au faisceau diffracté, dans lesquelles des franges sombres et claires sont visibles. Ces franges sont appelées les franges de Kossel-Möllenstedt. Plus la taille de sonde utilisée est petite plus les franges sont marquées. L'intensité diffractée prédite dans le cadre de la théorie dynamique en condition deux ondes est donnée par l'expression [Mornirolli 1998]:

$$I = (1/(1+(s\xi_g)^2)) \cdot \sin^2(\sqrt{1+(s\xi_g)^2} (\pi t/\xi_g)) \quad (1)$$

où s est l'écart à l'angle de Bragg, t l'épaisseur de l'échantillon et ξ_g la distance d'extinction. L'enveloppe de la courbe est déterminée par la courbe d'équation :

$$E(s) = (1/(1+(s\xi_g)^2)) \quad (2)$$

dont la largeur à mi hauteur vaut $\Delta s = 2/\xi_g$ (figure 1).

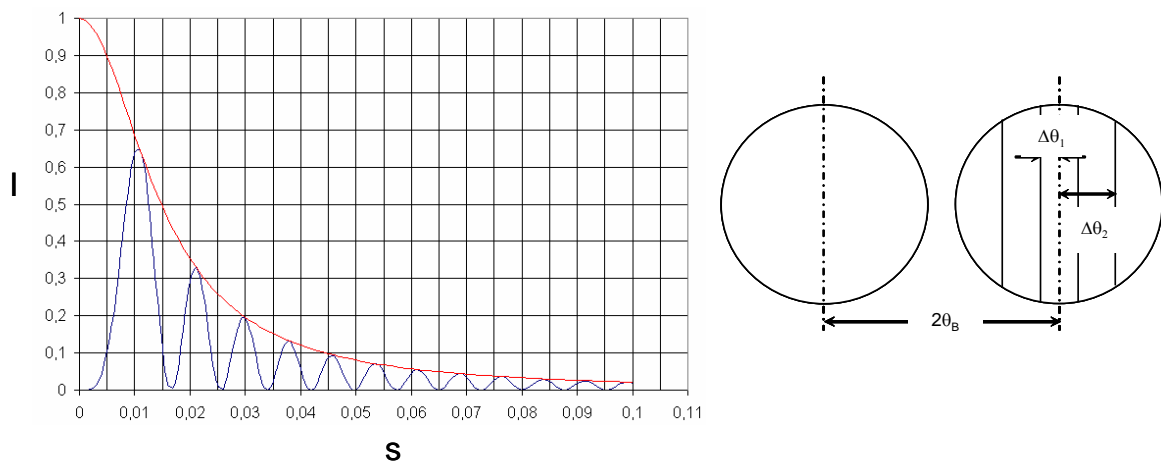


figure 1 : A gauche, calcul analytique de l'intensité diffractée pour $\xi_g = 65,77 \text{ nm}$ et $t=135 \text{ nm}$. A droite, mesure de l'espacement des franges visibles sur la tache diffractée

Lorsque l'on accroît l'épaisseur de l'échantillon, la nature des franges change et le nombre de franges visibles augmente. Ainsi lorsque la frange centrale ($s=0$) est sombre et que l'on accroît l'épaisseur de l'échantillon, celle-ci devient claire puis sombre tous les $n \xi_g$. En annulant la dérivée de l'intensité on trouve les positions des minima et des maxima correspondant aux différentes franges.

Expérimentalement, pour exploiter un cliché CBED il faut tout d'abord calculer pour chaque frange i l'écart à l'angle de Bragg s_i correspondant :

$$s_i = \lambda \frac{\Delta\theta_i}{2\theta_B d^2} \quad (3)$$

où λ est la longueur d'onde des électrons ($2,51 \cdot 10^{-3}$ nm pour des électrons accélérés à 200 kV), $\Delta\theta_i$ la distance de la frange i à l'axe de symétrie de la tache (figure), θ_B l'angle de Bragg (distance entre les deux taches) et d la distance inter-réticulaire des plans diffractants.

La valeur maximum de s accessible sur un cliché de diffraction est fonction du demi-angle de convergence α (schéma présenté à la fin de cette annexe) et de la distance inter-réticulaire d : $s_{\max} \approx \alpha / d$. Si deux taches ont des valeurs de ξ_g voisines, celle qui aura le plus de franges visibles est celle pour laquelle d est le plus grand. Pour obtenir une mesure plus précise de $\Delta\theta_i$ il est toujours possible de réaliser un profil d'intensité sur un cliché CBED numérisé (figure 2).

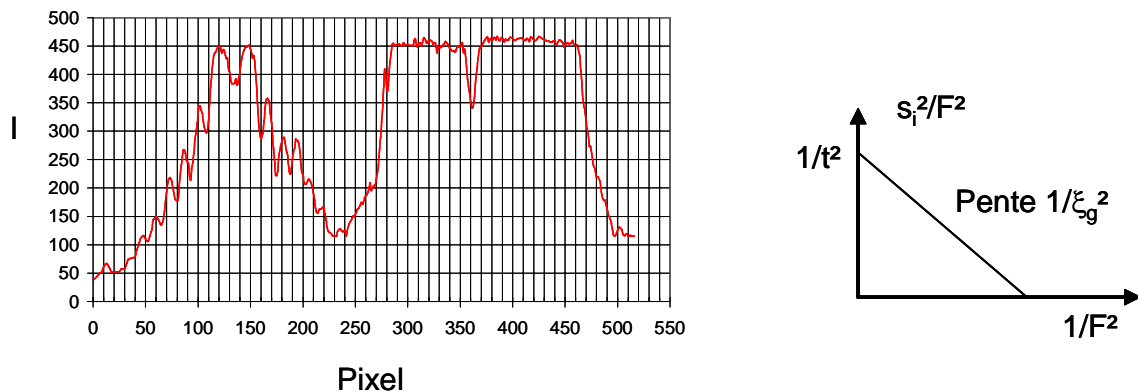


figure 2 : A gauche, profil d'intensité d'un cliché CBED. A droite, résolution graphique.

Une fois la valeur de s_i calculée pour chaque frange, il est possible de déterminer l'épaisseur en utilisant l'équation suivante :

$$\frac{s_i^2}{F_i^2} + \frac{1}{\xi_g^2 F_i^2} = \frac{1}{t^2} \quad (4)$$

où la valeur du paramètre F_i se calcule différemment selon la nature de la frange :

Pour les franges sombres, F_i est un entier croissant en fonction de l'indice i .

Pour les franges claires, F_i est un nombre croissant en fonction de l'indice i , parmi la série $\{1,4303 ; 2,4590 ; 3,4709 ; \dots\}$ solution de l'équation :

$$\tan F_i \pi = F_i \pi \quad (5)$$

La représentation graphique de l'équation (4) par une droite permet de remonter à l'épaisseur t de la lame : cette droite intercepte l'axe des ordonnées en $1/t^2$ (figure 2). Ne connaissant pas à priori l'indice de la première frange rencontrée, il est généralement nécessaire de tracer plusieurs droites en incrémentant l'indice de la première frange. On sélectionnera la droite dont le coefficient directeur est en accord avec la valeur théorique: $(1/\xi_g)^2$.

Il est possible de simuler à l'aide du logiciel JEMS les franges de Kossel-Möllenstedt et ainsi vérifier la valeur de l'épaisseur déterminée graphiquement. Après avoir déterminé graphiquement à partir du cliché CBED (figure 3) l'épaisseur de la zone où la mesure a été réalisée, nous avons rentré la valeur obtenue dans le logiciel JEMS. En se replaçant dans les conditions d'acquisition, l'image obtenue par simulation est en accord avec le cliché de diffraction. On remarque qu'en faisant varier l'épaisseur de 10 nm, l'image simulée est sensiblement différente du cliché CBED (figure 4).

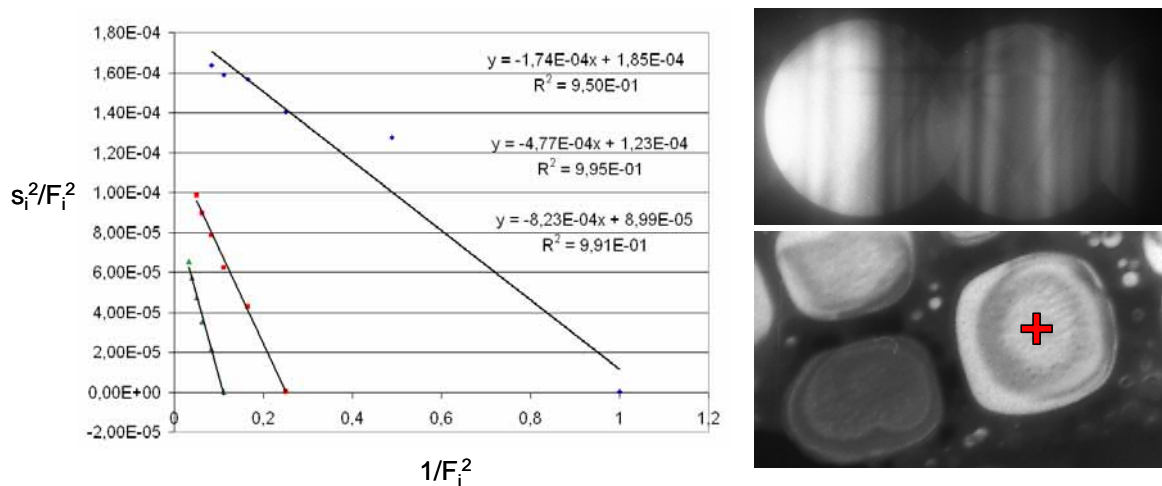


figure 3 : A gauche, détermination graphique de l'épaisseur : $t=90$ nm. A droite, cliché CBED 2 ondes sur la tache 001 - Précipité où la mesure d'épaisseur a été effectuée.

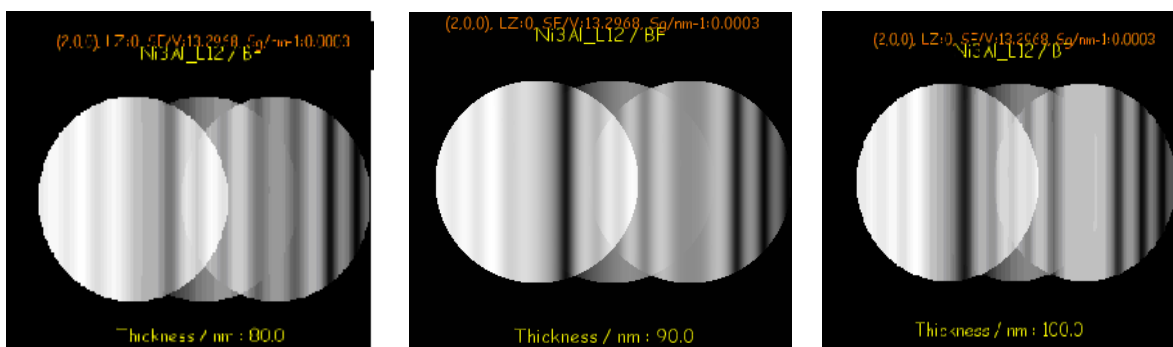


figure 4 : Simulations à l'aide du logiciel JEMS de clichés CBED réalisés à partir d'un cristal Ni_3Al ($L1_2$) en 2 ondes sur une taches 200 pour une épaisseur de 80, 90 et 100 nm.

La figure 5 présente les mesures d'épaisseurs effectuées sur une lame mince. Les premiers résultats montrent que la zone observable des échantillons possède une épaisseur d'une centaine de nanomètres environ. L'analyse par faisceau convergent confirme également le

fait que l'épaisseur peut augmenter de plus de 50% entre une zone située au bord et une zone localisée plus à l'intérieur. Cette constatation est à prendre en compte si l'on veut effectuer un calcul de la fraction volumique de précipités tertiaires. En effet ceux-ci possédant un diamètre inférieur à l'épaisseur de la lame, la fraction volumique semble toujours plus faible au bord du trou.

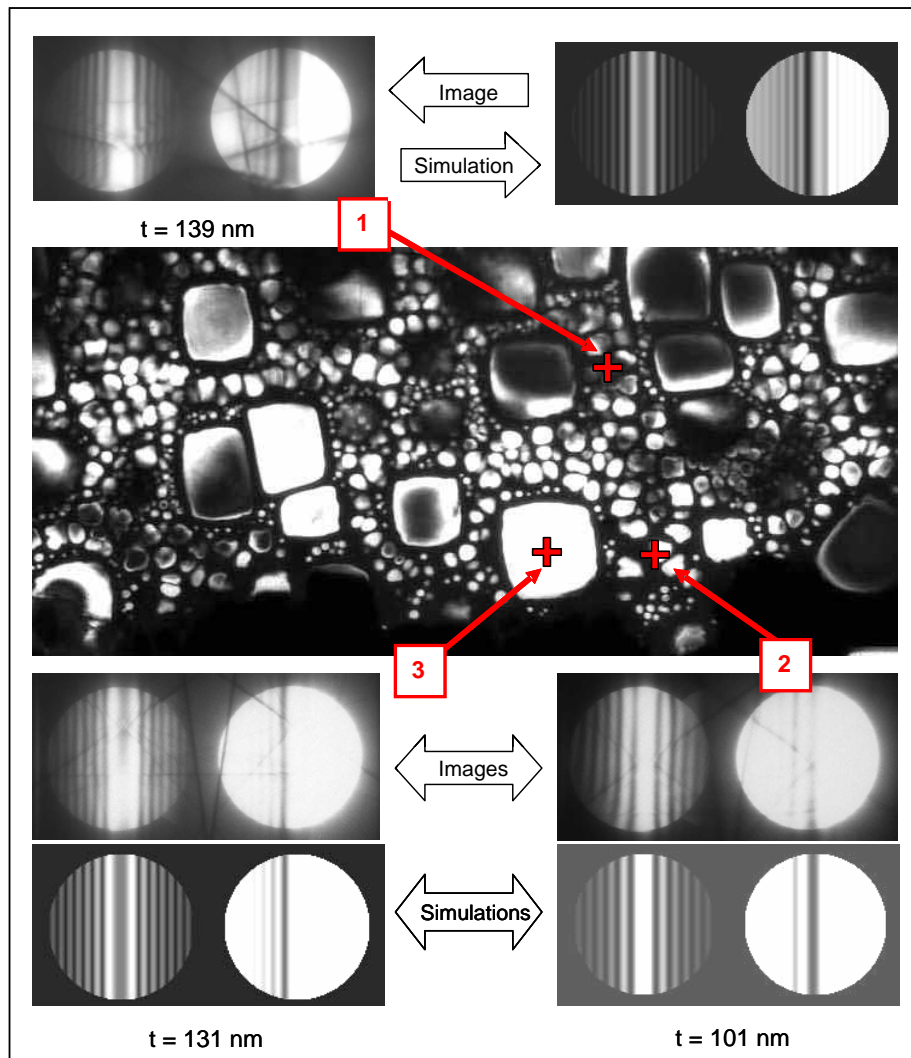


figure 5 : Topologie d'une lame mince

En revanche, les précipités secondaires ont un diamètre bien supérieur à l'épaisseur de la lame, ce qui permet de simplifier l'analyse d'image en approximant l'image de microscopie en transmission, à l'image d'une coupe sans épaisseur. On remarque également que la lame n'est pas lisse : certains gros précipités ressortent selon le profil présenté en figure 6.

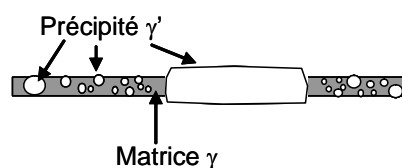
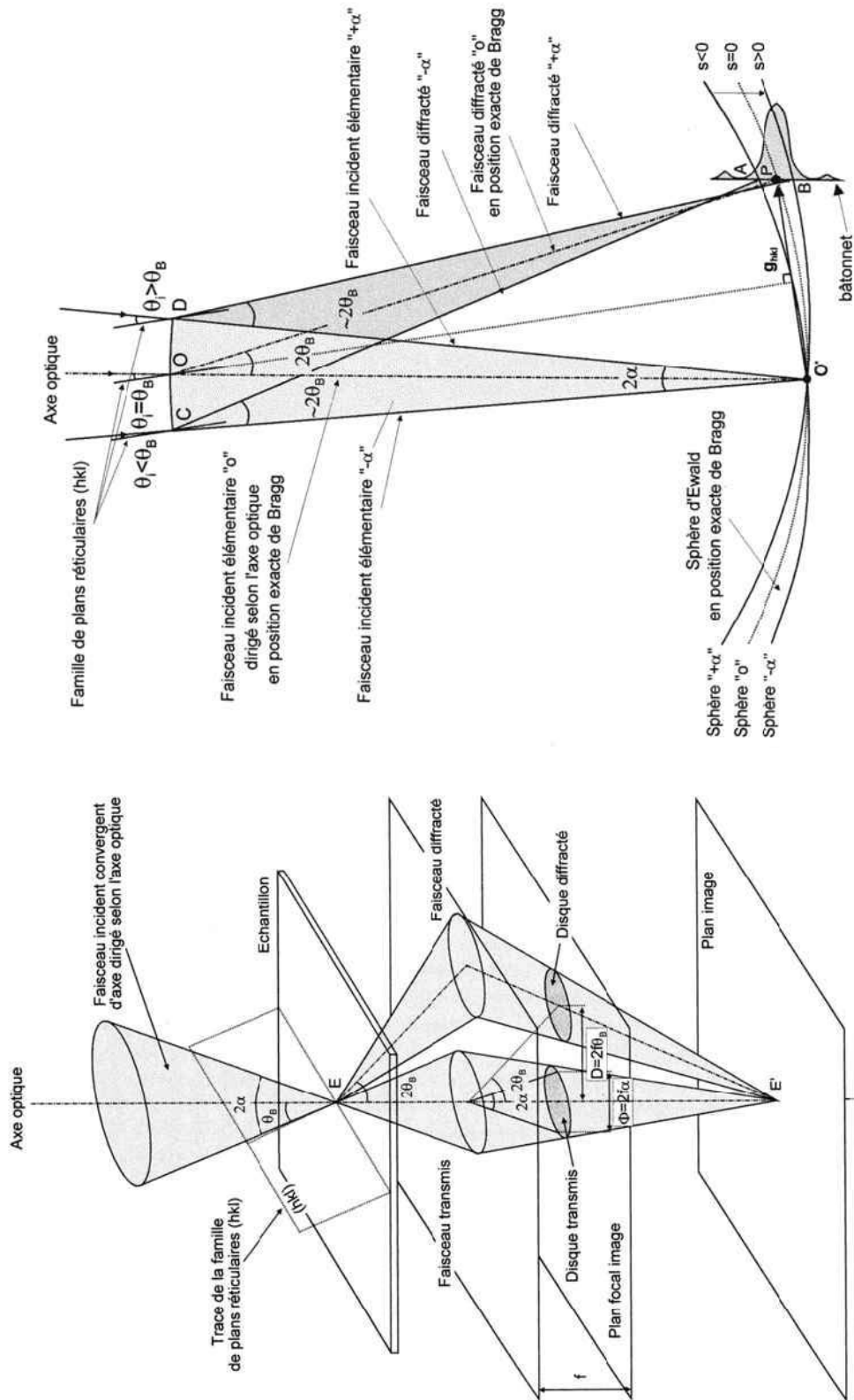


figure 6 : Profil d'une zone observée en MET

Formation d'un cliché 2 ondes en faisceau convergent [Mornirolli 1998]



Annexe C

Plan des éprouvettes utilisées

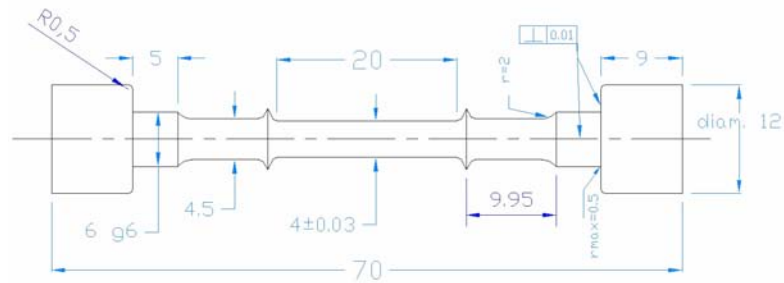


figure 1 : Eprouvette axisymétrique de fluage et traction sous air

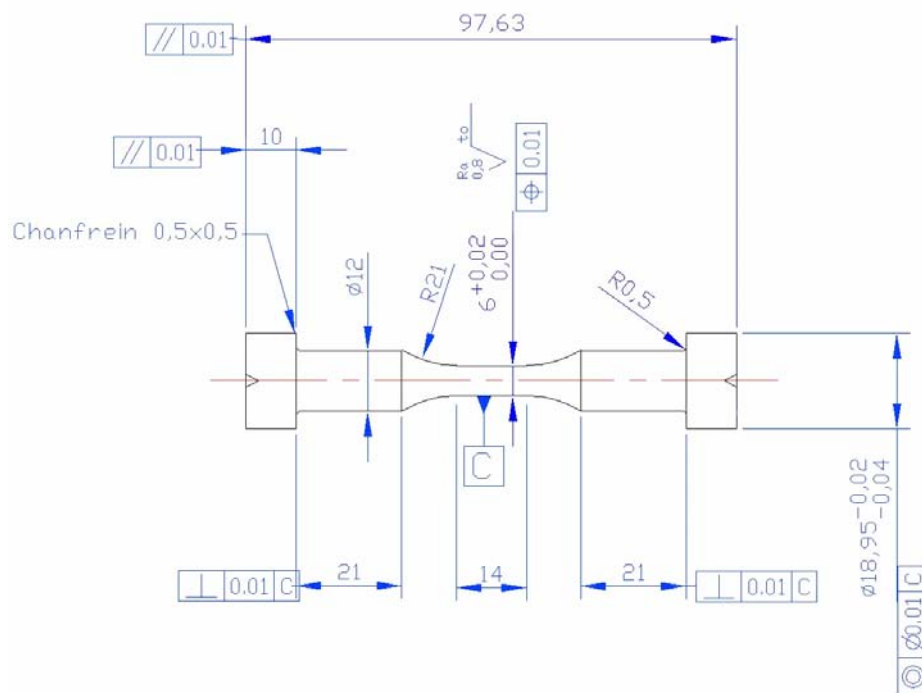


figure 2 : Eprouvette axisymétrique de fatigue

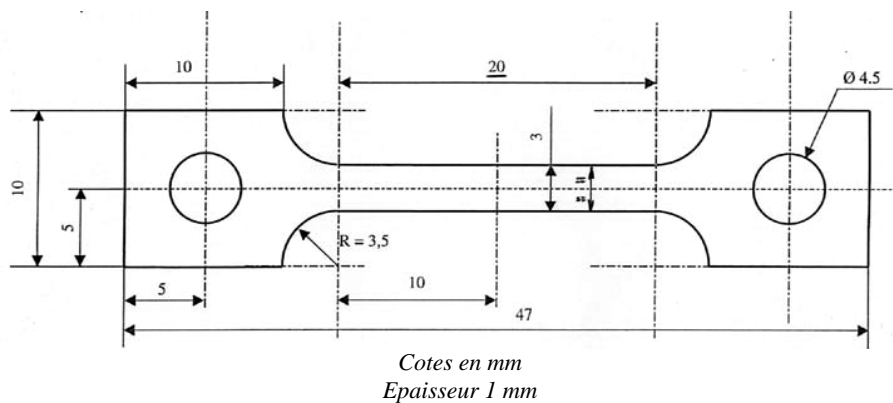


figure 3 : Eprouvette plate de traction et fluage

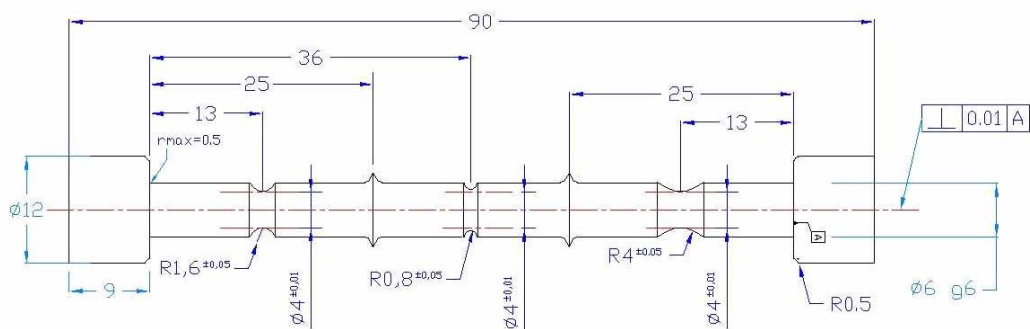
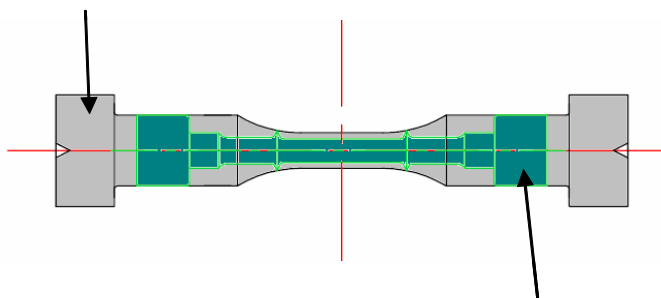


figure 4 : Eprouvette axisymétrique entaillée

Eprouvette de fatigue



Eprouvette de fluage

figure 5 : Schéma de l'usinage d'une éprouvette de fluage dans une éprouvette de fatigue

Annexe D

Tableaux de synthèse des propriétés en fluage et traction de l'alliage étudié

Propriétés en fluage

T (°C)	σ (MPa)	$t_{0,2\%}$ (h)	$t_{1\%}$ (h)	$t_{2\%}$ (h)	$t_{5\%}$ (h)	$t_{rupture}$ (h)	$\dot{\epsilon}_{min}$ (s ⁻¹)	A (%)	Z (%)	Lopin	Ep	Fichier	
700	350	4326	$t_{0,83\%} = 10680$ h					1,1E-10	-	-	6973-A	26	-
700	450	171,5	2383	$t_{1,38\%} = 3400$ h				9,2E-10	-	-	6938	10	04-042
700	450	143,1	$t_{0,88\%} = 1500$ h					8,9E-10	-	-	6973-A	12	06-022
700	450	182,3	$t_{0,82\%} = 1500$ h					8,9E-10	-	-	6973-A	20	05-043
700	500	26,6	396,0	1031	2413	2981	4,3E-09	10,2	6,4	6938	14	04-037	
700	500	34,5	427,7	1009	2121	2121	4,0E-09	5,0	3,8	6973-A	1	04-074	
700	550	13,5	183,3	515,8	1239	1772	8,3E-09	15,1	12,1	6938	20	04-017	
700	575	6,8	116,8	290,1	740,6	1127	1,3E-08	16,4	9,9	6938	4	04-016	
700	575	5,2	82,7	222,3	780,8	1196	1,3E-08	13,5	-	6973-A	18	04-055	
700	600	4,6	93,3	230,0	636,4	925,0	1,7E-08	11,5	8,1	6938	28	04-029	
700	650	0,9	12,0	31,1	100,7	172,5	1,1E-07	14,9	13,8	6938	9	04-010	
700	650	0,9	15,0	34,2	135,5	232,8	7,5E-08	13,0	9,1	6973-A	19	04-032	
700	700	0,4	5,7	11,5	41,7	85,3	2,7E-07	23,2	17,3	6973-B	12	06-012	
700	750	0,2	2,3	4,2	15,4	34,5	7,3E-07	20,5	16,0	6938	2	04-007	
750	300	313,4	1392,0	2146	-	3058	1,1E-09	4,9	3,8	6973-A	4	05-023	
750	400	36,4	333,1	613,0	1001	1101	5,9E-09	7,6	4,0	6973-A	27	04-075	
750	450	5,2	75,6	162,6	324,1	376,1	2,7E-08	7,9	4,1	6938	16	04-073	
750	450	4,7	75,1	184,2	376,6	432,4	2,2E-08	7,8	4,0	6973-A	10	04-047	
750	450	5,5	79,5	210,0	443,1	481,2	1,7E-08	6,5	4,0	6973-A	14	04-059	
750	500	1,6	11,0	33,2	102,2	127,0	7,2E-08	7,7	4,1	6973-A	5	04-049	

Propriétés en Traction

T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	$\sigma_{0,05\%}$ (MPa)	$\sigma_{0,1\%}$ (MPa)	$\sigma_{0,2\%}$ (MPa)	R _m (MPa)	$\sigma_{\text{vraie}}^{\text{max}}$ (MPa)	A (%)	Z (%)	t _{rupture} (s)	Lopin	Ep	Fichier
20	5E-04	852	870	886	1340	1542	14,1	8,9	282	6973	25	2004-086
20	5E-04	842	876	917	1410	1655	17,3	6,3	346	6938	12	2004-038
700	5E-06	670	687	706	797	844	26,6	20	53200	6973	9	2004-087
700	5E-06	670	687	705	801	845	22,4	23,6	44800	6938	25	2004-041
700	5E-04	780	805	840	1040	1148	38	24,3	760	6973	3	2004-085
700	5E-04	718	754	800	1032	1146	30	27,3	600	6938	7	2004-039
700	1E-03	760	781	815	1069	1209	35	-	350	6973	24	2004-113
700	1E-01	716	766	835	1232	1407	22,1	26,4	2,21	6938	17	2004-040
700	1E-01	750	807	813	1222	1403	24,9	20,1	2,49	6973	15	2004-086

Calcul du volume d'activation à partir des essais de relaxation multiple

Contrainte (MPa)	V _{app} (b ³)	V _{eff} (b ³)	Série	Essai	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	Tps de relax. (s)
750	94	66	1	A	5,0E-04	30
850	33	28	2	A	5,0E-04	30
900	33	31	3	A	5,0E-04	30
400	121	75	1	B	5,0E-04	30
800	120	89	2	B	5,0E-04	30
600	156	95	1	C	5,0E-04	30
850	46	38	2	C	5,0E-04	30
700	134	108	1	D	2,0E-05	120
750	41	33	2	D	2,0E-05	120
800	41	33	3	D	2,0E-05	120
850	27	26	4	D	2,0E-05	120
900	29	28	5	D	2,0E-05	120

700	36	29	4	E	2,5E-06	900
750	42	38	5	E	1,0E-05	600
800	41	39	6	E	1,0E-05	600
850	36	34	7	E	1,0E-05	600

Calcul du volume d'activation à partir des essais de fluage

Contrainte (MPa)	Vapp (b ³)
400	53
475	74
525	36
562,5	45
587,5	27
625	74
675	63
725	50

Annexe E

Calcul du volume d'activation apparent en relaxation multiple

En considérant que la déformation est thermiquement activée et que la vitesse de déformation est donnée par une loi d'Arrhenius du type :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \exp \left[\frac{(\sigma_a - \sigma_\mu) V^*}{M k_B T} \right] \quad (1)$$

- où V^* est le volume d'activation effectif, σ_a la contrainte appliquée, σ_μ la contrainte interne liée aux interactions à longue distance, $\dot{\varepsilon}_0$ une constante à température ambiante, M le facteur de Taylor, k_B la constante de Boltzmann et T la température

Lors d'un essai de relaxation, la vitesse de déformation totale de l'éprouvette est nulle, ce qui permet d'écrire :

$$\dot{\varepsilon}_p = -\frac{\dot{\sigma}_a}{E} \quad (2)$$

En exprimant la contrainte appliquée de la manière suivante, avec σ^* contrainte effective :

$$\sigma_a = \sigma_\mu + \sigma^* \quad (3)$$

on peut alors calculer $\dot{\sigma}_a$ de la façon suivante :

$$\begin{aligned} \dot{\sigma}_a &= \frac{d\sigma_\mu}{dt} + \frac{d\sigma^*}{dt} \\ \dot{\sigma}_a &= \frac{d\sigma_\mu}{d\varepsilon_p} \frac{d\varepsilon_p}{dt} + \frac{d\sigma^*}{d\varepsilon_p} \frac{d\varepsilon_p}{dt} \end{aligned}$$

avec :

$$\left\{ \begin{array}{l} K = \frac{d\sigma_\mu}{d\varepsilon_p} \\ \frac{d\varepsilon_p}{d\sigma^*} = \frac{V^*}{MkT} \dot{\varepsilon}_p \end{array} \right.$$

on a :

$$\dot{\sigma}_a = K \dot{\varepsilon}_p + \frac{MkT}{V^*} \frac{\ddot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_p} \quad (4)$$

En reprenant l'expression (2) il vient :

$$\dot{\sigma}_a \left(1 + \frac{K}{E} \right) = \frac{MkT}{V^*} \frac{\ddot{\sigma}_a}{\dot{\sigma}_a}$$

soit :

$$\left(1 + \frac{K}{E} \right) = \frac{MkT}{V^*} \frac{\ddot{\sigma}_a}{\dot{\sigma}_a^2} \quad (5)$$

En intégrant l'équation (5) en t on obtient :

$$\dot{\sigma}_a = - \frac{MkT}{V^* \left(1 + \frac{K}{E} \right)} \frac{1}{t+c} \quad (6)$$

La chute de contrainte lors de l'essai de relaxation est alors décrite par l'expression :

$$\Delta\sigma_a = - \frac{MkT}{V^* \left(1 + \frac{K}{E} \right)} \ln \left(1 + \frac{\Delta t}{c} \right) \quad (7)$$

où le volume d'activation apparent est : $V_{app} = V^* \left(1 + \frac{K}{E} \right)$ (8)

Annexe F

Estimation de la nature et du nombre d'événements susceptibles d'avoir lieu au cours du fonctionnement de la turbine

Tableau proposé par Framatome dans cas d'un pré-design du disque de turbine
[Gerber 2002]

Transient category	Envelope transients	He inlet Temperature range	Maximum He temperature variation dT/dt	Rotation speed	Occurrence number (for 6 years)
Normal operation	Start-up, shutdown and load changes	Ambient to 850 °C	+/- 240 °C/h	100%	1100
Incident	Emergency shutdown at 100%	850 °C to 710 °C	60°C/s(outlet) - 1.25°C/s(inlet)	101%	50
Incident	Spurious CD rod group withdrawal	850°C to 866°C then 640°C	60°C/s(outlet) - 1.2°C/s(inlet)	101%	1
Incident	Plant load rejection without turbomachine trip with hold of house load	850°C to 820°C	60°C/s (outlet)	108%	33
Incident	Loss of offsite power with turbomachine trip	850 °C	60°C/s (outlet)	108%	27
Accident	Primary coolant leak (DN<250)	860°C to 840°C	60°C/s(outlet) - 7°C/s(inlet)	101%	2
Accident	Loss of offsite power with depressurised cooldown by RCCS	850 °C	60°C/s (outlet)	108%	1

Annexe G

Données bibliographiques sur les propriétés en fluage de l'U720

Paramètre de Larson-Miller

Contrainte (MPa)	P _{rupture}	T°C	Taille de Grain	Procédé d'élaboration
[Furrer 2000]				
690	21,8	?	ASTM 7-8	CIC
200	25	>> 750°C		CIC + Forgeage
[Jain 2000]				
792.9	145	676,7 °C	ASTM 11	CIC
484.6	135	732,2 °C		
[Dubiez 2003]				
	P _{rupture}	P _{1%}		
825	20,05	18,9	650	ASTM 8 CIC
800	20,26	19,2	650	
800	20,36	19,1	650	
750	20,75	19,5	650	
750	21,18	19,9	650	
700	21,20	19,8	650	
750	20,59	19,5	700	
700	20,77	19,4	700	
600	21,54	20,6	700	
350	22,98	22,5	750	
280	23,33	22,0	750	
220	23,64	23,2	750	
140	24,32	23,8	750	
[Sczerzernie 1988]				
310	25,2	-	ASTM > 6	Forgeage
350	24,8	-		
375	24,5	-		
415	24,25	-		
525	23,25	-		
550	23,1	-		
615	22,6	-		
[Couturier 2004]				
400	23,89	750	ASTM 0 et ASTM 5 (Bandes)	Forgeage
450	23,72	750		
500	23,48	750		
500	23,37	750		
500	23,16	750		
500	23,28	750		
500	23,20	750		
550	22,98	750		
550	22,80	750		
600	22,34	750		
600	22,17	750		
650	22,05	750		
650	21,60	750		
700	21,34	750		

Vitesse de fluage secondaire

Contrainte (MPa)	$\dot{\epsilon}_{\text{sec}}$	T°C	Taille de Grain	Procédé d'élaboration
[Couturier 2004]				
400	1,8E-09	750	ASTM 0 et ASTM 5	Forgeage
400	1,8E-09	750		
450	5,5E-09	750		
500	5,0E-09	750		
500	5,0E-09	750		
500	2,5E-08	750		
500	2,0E-08	750		
500	1,4E-08	750		
550	3,0E-08	750		
550	6,5E-08	750		
600	2,0E-07	750		
600	2,8E-07	750		
650	3,0E-07	750		
650	1,4E-06	750		
700	2,2E-06	750		
[Dubiez 2003]				
825	4,0E-07	650	ASTM 8	CIC
800	1,6E-07	650		
800	1,4E-07	650		
750	5,0E-08	650		
750	1,0E-08	650		
700	1,1E-08	650		
750	1,0E-06	700		
700	5,0E-07	700		
600	5,0E-08	700		
350	2,0E-08	750		
280	3,0E-08	750		
220	5,5E-09	750		
140	1,0E-09	750		

Annexe H

Mise en évidence de l'évolution de la densité de dislocations à saturation ρ_s en fonction de la vitesse de déformation

L'objectif est de mettre en évidence la dépendance de la densité de dislocations à saturation, à la vitesse de déformation. Pour cela deux essais de traction (à 700°C) à deux vitesses de déformation sont dans un premier temps réalisés et interrompus lorsque $d\sigma_{\text{vraie}}/d\varepsilon_{\text{vraie}} = 0$. On estime que lorsque cette condition est atteinte la densité de dislocations est à saturation. On reprend ensuite les mêmes éprouvettes et on réalise deux essais de traction à 20°C à la même vitesse de déformation (5.10^{-4}s^{-1}). En considérant que la densité de dislocations n'évolue pas entre les deux essais, si ρ_s dépend de la vitesse de déformation la limite élastique σ_e obtenue lors du deuxième essai sera différente.

Nous avons réalisé deux essais de traction à 700°C à la vitesse de déformation de 5.10^{-6}s^{-1} et 10^{-1}s^{-1} (figure A). Ces essais ont été interrompus lorsque $d\sigma_{\text{vraie}}/d\varepsilon_{\text{vraie}} = 0$, soit à 14% pour l'essai réalisé à 10^{-1}s^{-1} et 6% pour l'essai mené à 5.10^{-6}s^{-1} .

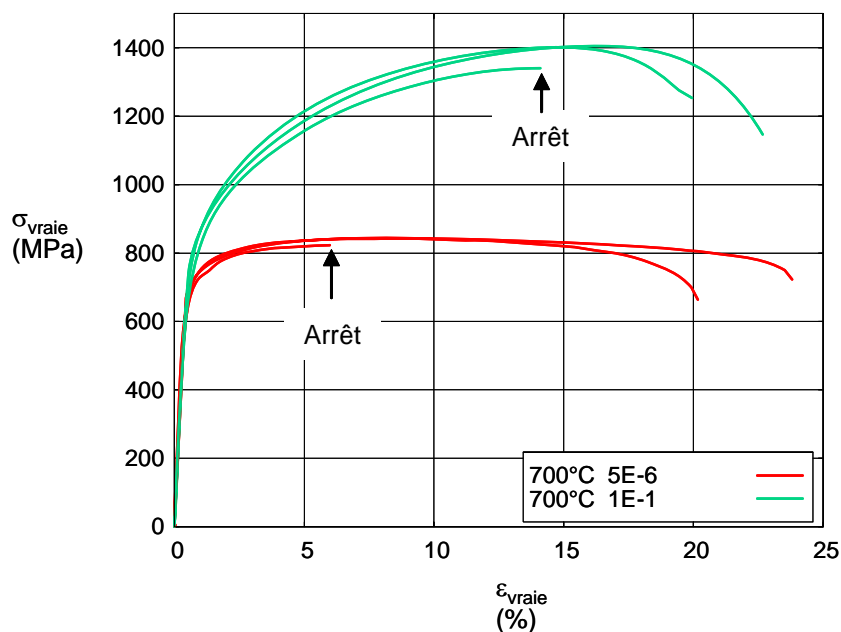


figure A : Essais de traction interrompus en comparaison avec les mêmes essais à rupture

Les deux éprouvettes ont ensuite subi un essai de traction à 20°C à une vitesse de déformation de 5.10^{-4}s^{-1} . La figure B présente les courbes obtenues. L'essai réalisé à partir de l'éprouvette prédéformée à 5.10^{-6}s^{-1} est représenté en rouge et l'essai réalisé à partir de l'éprouvette prédéformée à 10^{-1}s^{-1} est représenté en vert. Les deux essais de référence réalisés à 20°C avec la vitesse de déformation de 5.10^{-4}s^{-1} sur les éprouvettes non prédéformées sont représentés en violet.

On observe une limite d'élasticité différente pour les trois essais. La différence de limite d'élasticité entre les éprouvettes prédéformées et non prédéformées indique bien que σ_e

dépend de l'érouissage et la différence de limite d'élasticité entre les deux éprouvettes prédéformées à des vitesses différentes suggère que ρ_s dépend de la vitesse de déformation.

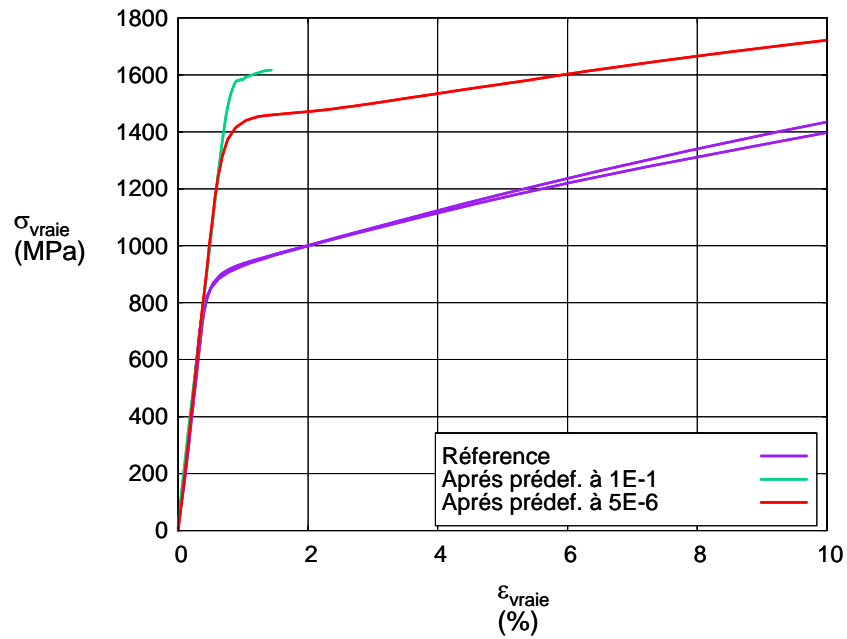


figure B : Essais de traction réalisés sur des éprouvettes prédéformées

Annexe I

Calcul de θ

Dans cette annexe nous présentons le calcul de l'écroutissage θ en traction à partir du modèle choisi. Ce formalisme dérive d'une adaptation des calculs de Mecking, Kocks et Estrin [Mecking 1981] [Estrin 1984]. L'objectif est de proposer un moyen d'estimer une valeur des paramètres du modèle liés à l'annihilation des dislocations :

En exprimant σ_a à l'aide de l'expression $\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \exp\left[\left(\sigma_a - \sigma_\mu\right) \frac{V^*}{Mk_B T}\right]$ on obtient :

$$\sigma_a = \frac{Mk_B T}{V^*} \ln\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right) + \sigma_\mu \quad (1)$$

on en déduit l'expression suivante $\theta = \frac{d\sigma_a}{d\varepsilon} = \frac{d\sigma_\mu}{d\varepsilon}$

avec $\sigma_\mu = M\alpha\mu b\sqrt{\rho} + \sigma_p$ on obtient :

$$\theta = M\alpha\mu b \frac{1}{2\sqrt{\rho}} \frac{d\rho}{d\varepsilon} \quad (2)$$

d'où avec $\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{M}{b} \left(\frac{\sqrt{\rho}}{N_1} + \frac{1}{N_2 \langle D \rangle} - K \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{-1/n} \rho \right)$ on a :

$$\theta = \frac{1}{2} M^2 \alpha \mu \left(\frac{1}{N_1} + \frac{1}{N_2 \langle D \rangle \sqrt{\rho}} - K \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{-1/n} \sqrt{\rho} \right) \quad (3)$$

On exprime ensuite $\rho(\sigma_a)$ à partir de l'expression de σ_μ :

$$\rho = \left[\frac{(\sigma_\mu - \sigma_p)}{M\alpha\mu b} \right]^2 \quad (4)$$

soit :

$$\rho = \left[\frac{1}{M\alpha\mu b} \left(\sigma_a - \frac{Mk_B T}{V^*} \ln\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right) - \sigma_p \right) \right]^2 = [A\sigma_a - B(\dot{\varepsilon})]^2 \quad (5)$$

Avec :

$$\begin{cases} A = \frac{1}{M\alpha\mu b} \\ B = \frac{1}{M\alpha\mu b} \left(\frac{Mk_B T}{V^*} \ln\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right) + \sigma_p \right) \end{cases} \quad (6)$$

on obtient une expression de $\theta(\sigma_a)$ composée de deux termes : un terme hyperbolique et une fonction affine :

$$\theta = \frac{1}{2} M^2 \alpha \mu \left(\underbrace{\frac{1}{N_2 < D > [A\sigma_a - B(\dot{\epsilon})]}}_{\text{Hyperbole}} - \underbrace{k_2 A \sigma_a + k_2 B(\dot{\epsilon}) + \frac{1}{N_1}}_{\text{fonction affine}} \right) \quad (6)$$

où $k_2 = K \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{-1/n}$. A forte contrainte la partie hyperbolique de θ tend vers 0, pour estimer le paramètre k_2 , on suppose que ce terme est négligeable. k_2 peut alors être estimé à partir de la pente de la courbe à forte contrainte :

$$k_2 = - (2b/M) c_{\text{aff}}$$

où c_{aff} est la pente de la courbe à forte contrainte. En traçant θ à deux vitesses de déformation, il est alors possible d'avoir une première estimation du coefficient n . La figure A présente l'écroûissage θ obtenu en traction pour les vitesses de déformation de 5.10^{-6} s^{-1} et 10^{-1} s^{-1} . Les valeurs des pentes à forte contrainte sont -65 pour la vitesse de 5.10^{-6} s^{-1} soit $k_2 = 3,2.10^{-9} \text{ m}$ et -19 pour la vitesse de 10^{-1} s^{-1} soit $k_2 = 10^{-8} \text{ m}$. On peut alors estimer une valeur de n :

$$n = - \frac{\ln\left(\frac{\dot{\epsilon}_1}{\dot{\epsilon}_2}\right)}{\ln\left(\frac{a_1}{a_2}\right)} \approx 8 \quad (7)$$

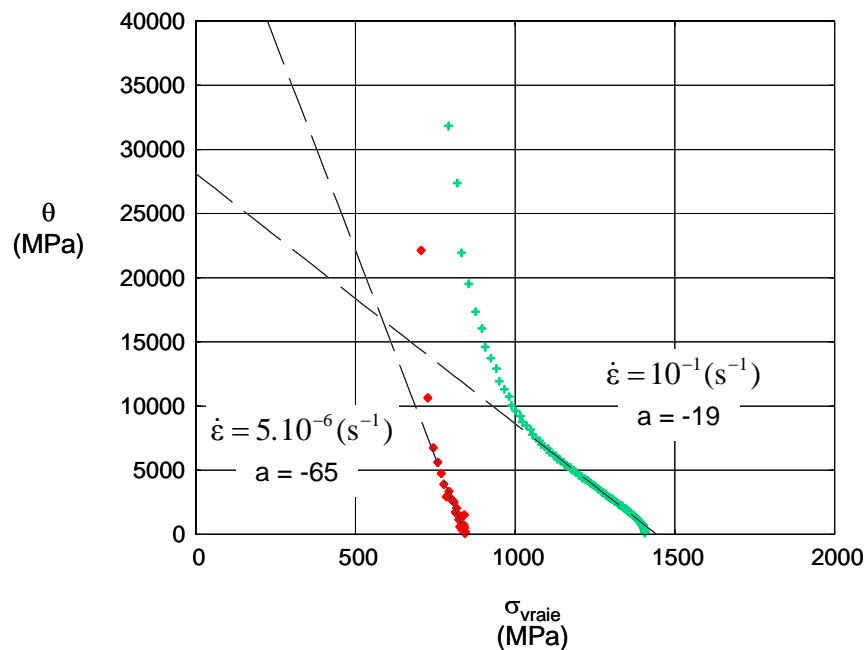


figure A : Courbes d'écroûissage en traction.

Annexe J

Calcul de ρ_s

Le calcul de la densité de dislocations à saturation ρ_s permet d'estimer une valeur de la vitesse de déformation stationnaire par résolution analytique.

On estime que la vitesse de déformation stationnaire est atteinte lorsque la variation de la densité totale de dislocations est nulle $\dot{\rho} = 0$:

Avec :

$$\dot{\rho} = \frac{M}{b} \left(\frac{\sqrt{\rho}}{N_1} + \frac{1}{N_2 \langle D \rangle} - K \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{-1/n} \rho \right) \dot{\epsilon} \quad (1)$$

On obtient :

$$\left(\frac{\sqrt{\rho}}{N_1} + \frac{1}{N_2 \langle D \rangle} - K \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{-1/n} \rho \right) = 0 \quad (2)$$

En posant $X = \sqrt{\rho}$ on a :

$$\left(\frac{X}{N_1} + \frac{1}{N_2 \langle D \rangle} - K \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{-1/n} X^2 \right) = 0 \quad (3)$$

La résolution de cette équation du second degré permet d'obtenir l'expression de ρ suivante :

$$\rho_s = \left[\frac{\frac{1}{N_1} + \sqrt{\frac{1}{N_1^2} + 4K \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{-1/n} \frac{1}{N_2 \langle D \rangle}}}{2K \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{-1/n}} \right]^2 \quad (4)$$

Annexe K

Essais de fluage réalisés sur le matériau à précipitation modifiée

L'état de précipitation de ce matériau a été mis au point en modifiant uniquement la vitesse de trempe du traitement subsolvus à 1110°C. Dans ce cas la vitesse appliquée est de 30K/min au lieu de 60K/min pour le matériau de référence.

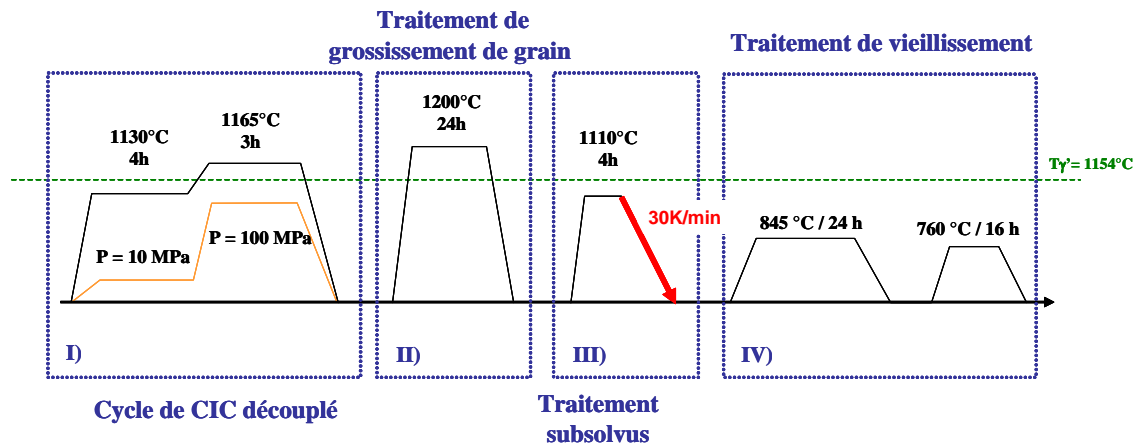


figure 1 : Traitement thermique modifié

Cinq essais de fluage ont été réalisés à 700°C sous une contrainte comprise entre 450 MPa et 600 MPa. La figure 2 présente les résultats obtenus dans un graphique où la déformation est représentée en fonction du temps. L'essai réalisé à 450 MPa a été interrompu après environ 2600 h de fluage. Les essais réalisés entre 600 MPa et 500 MPa ont été menés à rupture.

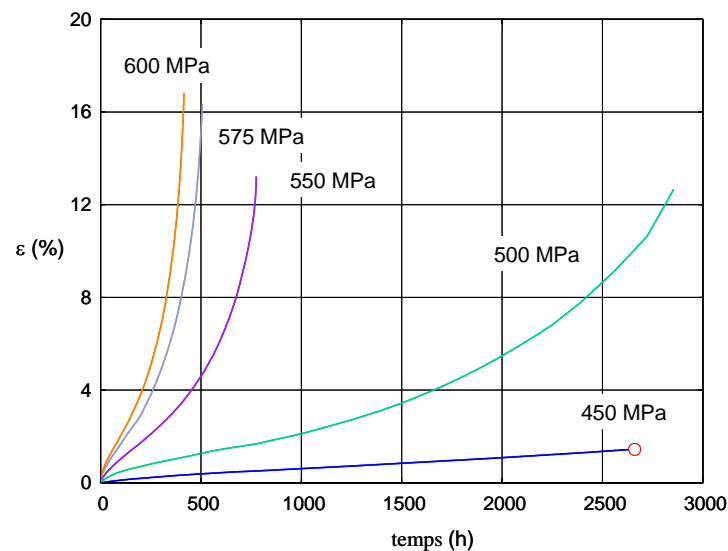


figure 2 : Essais de fluage sur le matériau ayant subi le traitement thermique modifié

Résumé

Le développement des réacteurs nucléaires « haute température » fonctionnant à cycle direct sous hélium implique de nouvelles exigences pour les matériaux de structure du réacteur. Ainsi les disques de turbine de diamètre 1,3 m sont sollicités à 700°C pendant 60000 h sans maintenance. L'alliage Udimet 720, par ses propriétés intrinsèques et par son usage courant dans l'industrie aéronautique, constitue un bon candidat à la condition expresse de pouvoir fabriquer de grands disques avec l'homogénéité microstructurale requise. Pour ces disques de grand diamètre, l'élaboration par Métallurgie des Poudres (MdP) apparaît comme une voie prometteuse pour la fabrication des demi-produits sans macroségrégation. Cependant ce procédé ne permet pas d'obtenir une taille de grain suffisante pour répondre au cahier des charges en fluage. Dans cette perspective, un cycle de Compression Isostatique à Chaud (CIC) découplé en température et pression a été appliqué à la poudre. On obtient une microstructure présentant une taille de grain supérieure à celle de l'Udimet 720 MdP consolidé par un cycle de CIC conventionnel. L'objectif de cette thèse est d'étudier le comportement à haute température de cet alliage.

Les observations par microscopie ont révélé une structure composée de grains fins d'une taille d'environ 20 μm associée à des gros grains dont la taille peut atteindre 80 μm , répartis de façon homogène. Les observations ont également montré que la majorité des joints de grains ne sont pas contigus avec les frontières des anciennes particules de poudre (PPB pour Prior Particles Boundaries). Par ailleurs, l'application de traitements thermiques post-CIC conventionnels permet d'obtenir une précipitation γ' composée de deux populations de précipités de tailles différentes.

L'étude des propriétés à haute température de l'alliage a révélé un comportement en fluage à 700°C et 750°C proche de celui d'une nuance forgée à gros grains et donc une résistance en fluage fortement augmentée par rapport à l'Udimet MdP consolidé par un cycle de CIC conventionnel. L'accroissement du temps à rupture observé en fluage est attribué d'une part au découplage des joints de grains avec les PPB, diminuant ainsi le nombre de sites d'endommagement, et d'autre part à l'augmentation de taille de grain limitant la déformation par glissement intergranulaire.

Dans la gamme de contraintes prospectée, les résultats ont montré que la vitesse de déformation est contrôlée par des mécanismes de déformation dislocationnels avec principalement du contournement d'Orowan.

La déformation à haute température de l'alliage étudié a été modélisée. Le modèle utilisé est basé sur l'évolution de la densité de dislocations. La valeur des différents paramètres mis en jeu a été estimée ou encadrée à partir des caractéristiques physiques de l'alliage puis ajustée sur la partie primaire et secondaire de trois courbes de fluage. Le jeu de paramètres obtenu a ensuite été employé pour simuler les courbes de fluage aux différentes contraintes ainsi que les courbes de traction à trois vitesses de déformation différentes.

Les résultats ont montré que le modèle décrit bien le fluage primaire et secondaire du matériau ainsi que la traction à basse vitesse. Ce modèle nous a permis de prévoir le comportement en fluage du matériau quand la précipitation γ' est modifiée par une variation des traitements thermiques post-CIC.

Mots-clés :

Réacteurs Haute Température, Fluage, Superalliage, Précipités γ' , Disque de turbine, Relaxation, Modélisation, Dislocations.