

Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud

Sophie Dubiez-Le Goff

▶ **To cite this version:**

Sophie Dubiez-Le Goff. Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud. Sciences de l'ingénieur [physics]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2003. Français. NNT : 2003ENMP1352 . pastel-00001863

HAL Id: pastel-00001863
https://pastel.hal.science/pastel-00001863

Submitted on 24 Aug 2006

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.

MINES PARIS

Collège doctoral

THESE

Présentée par

Sophie DUBIEZ-LE GOFF

Pour l'obtention du grade de

Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris

Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux

COMPORTEMENT ET ENDOMMAGEMENT D'UN SUPERALLIAGE ELABORE PAR COMPRESSION ISOSTATIQUE A CHAUD

Directeur de thèse : Hélène BURLET

Soutenue le 17 décembre 2003

JURY

M. PINEAU André	ENSMP	Président
M. ANDRIEU Éric	ENSIACET	Rapporteur
Mme CLEMENT Nicole	CEMES	Rapporteur
M. CARON Pierre	ONERA	Examinateur
Mme BURLET Hélène	CEA/DRT/LITEN/SMP	Examinateur
M. COUTURIER Raphaël	CEA/DRT/LITEN/SMP	Examinateur

Thèse préparée au sein du Laboratoire de Simulation et Mécanique des Matériaux
CEA/DRT/LITEN/SMP

tu ramasses un morceau de houille
et tu dis : voilà
un royaume

tu ramasses un minéral
tu dis : voilà
l'écriture cunéiforme

sur le crâne de schiste de l'ammonite
tu lis : l'algèbre est poésie

tes jours – sédiments neptuniens
tes nuits – failles plutoniennes

ta vie un chantier en spirale
réseau enchevêtré
jardin de silex et de craie

le paysage à l'ingénieur, PORTRAITS ET REVES
Sergueï Tchougounnikov
in SEZIM 2, le monstre, aux éditions la fraternelle, Saint-Claude 2003

Remerciements :

Ce travail a été réalisé au sein du Service Matériaux et Procédés du CEA de Grenoble. Je remercie Gilles Leblevennec, puis François Le Naour, de m'y avoir accueillie et soutenue.

Je tiens à remercier les membres du jury dont, en premier lieu, André Pineau, qui m'a fait l'honneur de présider ce jury et de catalyser ce travail au cours de ces trois années avec dynamisme, efficacité et disponibilité. Je garderai grâce à lui un très bon souvenir de ma soutenance.

Je remercie vivement Nicole Clément en tant que rapporteur, mais également pour le soutien qu'elle m'a apporté tout au long de la thèse. Je lui suis très reconnaissante de son enthousiasme communicatif.

Éric Andrieu, également rapporteur, s'est aussi penché avec bienveillance sur mon manuscrit. Je le remercie pour l'intérêt minutieux qu'il a porté à mon travail.

Je tiens à remercier Pierre Caron pour avoir accepté de faire partie de ce jury et pour les remarques et les corrections rigoureuses qu'il a apportées au manuscrit.

Merci à Hélène Burlet pour avoir dirigé cette thèse avec rigueur et pour le temps qu'elle a consacré à la relecture du mémoire.

Je tiens particulièrement à remercier Raphaël Couturier, responsable de cette thèse au CEA de Grenoble. Je lui suis très reconnaissante de m'avoir guidée, soutenue, et encouragée avec autant de rigueur scientifique que de gentillesse. Il est en grande partie responsable du bon déroulement de cette étude et de son aboutissement.

Ce travail est le fruit d'une coopération et je tiens à associer l'ensemble du laboratoire à ce résultat. J'ai eu beaucoup de plaisir à apprendre de chacun, dans les différents domaines abordés dans ce travail.
En premier lieu, je remercie Laure Guétaz pour l'aide constante qu'elle m'a apportée concernant l'étude de la plasticité de l'Udimet 720. J'ai pu grâce à elle découvrir la sympathique communauté de la Plasticité et, par ce biais, enrichir grandement mes analyses. J'exprime ainsi mes remerciements à Brigitte Décamps, Joël Douin, et l'équipe du CEMES : Sonia Raujol, Florence Petinari et Armand Coujou.
Je suis également très reconnaissante à Laurent Briottet pour son aide patiente et amicale à l'utilisation du code SiDoLo et, plus généralement, pour les nombreux éclaircissements qu'il m'a fournis. Sa rigueur dans les raisonnements physiques m'a été d'un grand enseignement.
Le bon déroulement des essais mécaniques est dû à Bruno Riccetti, Denis Vincent et José Calapez. Je les remercie pour leur grande disponibilité. Je remercie également Isabelle Chu et Patrick Lemoine pour m'avoir fait profiter de leurs compétences dans leurs domaines respectifs des préparations métallographiques et des traitements thermiques.
Je suis très reconnaissante à Sébastien Bégot, stagiaire INSA, pour avoir notamment étudié les subtilités des attaques chimiques de l'Udimet 720. Son travail et sa coopération m'ont été très utiles. Laurence Simonet et Sofiane Terzi se sont également attelés à l'étude de l'Udimet 720 lors de leurs stages de fin d'étude. Je les remercie pour la qualité des travaux qu'ils ont fournis.

J'adresse de sincères remerciements à tous ceux qui ont rendu agréables ces trois années au CEA. Je pense plus particulièrement à Sylviane Di Folco, secrétaire du laboratoire, à mes voisins François Bruchon et Christian Grandjacques et à Stéphane Di Iorio, « cher collègue thésard et néanmoins ami ! ».

Enfin, j'associe Robin à ces remerciements pour son aide précieuse et ses encouragements, ainsi que ma famille et mes amis pour leurs nombreux témoignages d'affection et de soutien durant ma thèse.

INTRODUCTION ET CONTEXTE DE L'ETUDE

1 Contexte de l'étude : les Réacteurs à Haute Température (RHT) 1

1.1 Caractéristiques du réacteur RHT 2

2 Cahier des charges de la turbine du RHT 3

2.1 Cahier des charges du matériau des aubes 4

2.2 Cahier des charges du matériau du disque 4

2.2.1 Dimensions et température 5
2.2.2 Chargement mécanique 6
2.2.3 Environnement sous hélium impur et aspect nucléaire 6
2.2.4 Retour d'expérience 7

3 Choix du matériau pour disque de turbine RHT 7

3.1 Objectifs de la thèse 8

CHAPITRE 1 : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

1 Caractéristiques des superalliages pour disques de turbines 10

1.1 Bref aperçu sur l'historique des superalliages 10

1.2 Principaux alliages pour disques de turbines 12

1.3 Procédés d'élaboration des disques de turbines 12

1.3.1 Voie lingot-forgeage 13
1.3.2 Métallurgie des Poudres 13
1.3.3 Traitements thermiques et microstructure 14

1.4 Élaboration et microstructure de l'Udimet 720 15

1.4.1 Faisabilité d'un disque de turbine de RHT en Udimet 720 15
1.4.2 Traitements thermiques de l'Udimet 720 16
1.4.2.1 Traitement thermique HS 16
1.4.2.2 Traitement thermique CR 18
1.4.3 Adaptations possibles des traitements HS et CR 19

1.5 Contrôle de la taille de grain et de la précipitation γ' 19

1.5.1 Influence de la température de mise en solution sur les précipités γ' 19
1.5.2 Matériaux MdP et croissance de grain 20

2 Mécanismes de déformation de fluage des superalliages 24

2.1 Généralités sur le fluage 24

2.1.1 Définition 24

2.2 Approche macroscopique 25

2.2.1 Modèles de prédiction du temps à rupture ou de la déformation critique 25
2.2.1.1 Relation de Monkman-Grant 25
2.2.1.2 Modèles de type Larson-Miller 26
2.2.2 Modèles basés sur la vitesse de déformation stationnaire 26

2.3 Approche microscopique 28

2.3.1 Les différents mécanismes de fluage 28

2.3.1.1 Fluage-dislocations 29
2.3.1.2 Fluage-diffusion et glissement intergranulaire 32
2.3.1.3 Influence de la taille de grain 36
2.3.2 Carte d'Ashby 37
2.3.3 Modèles de comportement de fluage 39
2.3.3.1 Modèles de fluage basés sur mécanique d'endommagement continu (CDM) 39
2.3.3.2 Comparaison des lois CDM avec d'autres méthodes de prédiction 46
2.4 Description des modes de franchissement des précipités γ' 49
2.4.1 Les différents mécanismes 49
2.4.1.1 Contournement 49
2.4.1.2 Cisaillement 50
2.4.2 Transition entre les mécanismes 54
2.4.2.1 Approche de Bhowal, Wright et Raymond 55
2.4.2.2 Approche de Jackson et Reed 56
2.4.2.3 Approche de Locq, Marty et Caron 58
2.5 Récapitulatif 60

CHAPITRE 2 : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

1 Matériau de l'étude 62
1.1 Composition et mise en œuvre 62
1.2 Traitements thermiques 64
1.3 Les différentes microstructures obtenues 64
1.3.1 Comparaison de l'Udimet 720 HS et CR 64
1.3.2 Relation entre le traitement thermique et la croissance de la taille de grain 66

2 Mode opératoire des essais mécaniques 69
2.1 Essais sur éprouvettes lisses 69
2.1.1 Essais de traction 70
2.1.2 Essais de fluage 70
2.1.3 Essais de relaxation 70
2.2 Essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées 72

3 Synthèse 73

CHAPITRE 3 : RESULTATS DES ESSAIS MECANIQUES

1 Essais de traction à 20°C, 650°C, 700°C et 750°C 75

2 Essais de fluage 77
2.1 Bilan des essais de fluage menés à rupture 77
2.2 Exploitation macroscopique des résultats 86
2.2.1 Évolution du temps à rupture en fonction de la contrainte : Représentation de Larson-Miller 86
2.2.2 Sensibilité de la vitesse à la contrainte : diagramme de Norton. 87

3 Essais de relaxation à 650°C, 700°C et 750°C 89

4 Essais de fluage sur éprouvettes axisymétriques entaillées 91

4.1 Bilan des essais 91
4.2 Effet de l'entaille sur le temps à rupture 93

5 Synthèse 95

CHAPITRE 4 : OBSERVATION DES MECANISMES DE DEFORMATION ET D'ENDOMMAGEMENT

1 Observations au MET des mécanismes de franchissement des dislocations aux premiers stades de déformation en fluage 96

1.1 Bilan des essais de fluage interrompus à 650°C et 750°C 96
1.2 Observations au MET de la structure de dislocations après fluage à 650°C ... 98
1.2.1 Udimet 720 HS déformé de 1,3% et 3,5% (650°C, 750 MPa) 98
1.2.2 Udimet 720 CR déformé de 1,6% (650°C, 750 MPa) 102
1.3 Observations au MET de la structure de dislocations après fluage à 750°C . 103
1.3.1 Udimet 720 HS déformé de 1% (750°C, 140 MPa) et de 3% (750°C, 280 MPa) 103
1.3.2 Udimet 720 CR déformé de 1% (750°C, 140 MPa) 104

2 Observation de l'endommagement 106

2.1 Observation de l'endommagement à 650°C 106
2.1.1 Faciès de rupture 106
2.1.2 Coupes longitudinales 107
2.2 Observation de l'endommagement à 750°C 110
2.2.1 Faciès de rupture 110
2.2.2 Coupes longitudinales 111
2.3 Observation des éprouvettes entaillées 114

3 Synthèse 117

CHAPITRE 5 : DISCUSSION

1 Aptitude de l'Udimet 720 à répondre au cahier des charges du disque RHT 118

1.1 Stabilité de la microstructure 118
1.1.1 Suivi de dureté 118
1.1.2 Observations au MET 120
1.1.3 Conséquences du vieillissement de l'Udimet 720 HS sur les propriétés mécaniques ..122
1.1.3.1 Essais de traction sur l'Udimet 720 HS vieilli 122
1.1.3.2 Essais de fluage sur l'Udimet 720 HS vieilli 124
1.2 Ductilité 130
1.3 Critère de résistance au fluage pour atteindre 0,2 % et 1% de déformation en 60 000 h 134

2 Origines du stade tertiaire de fluage 136

2.1 Définitions 136
2.2 Cavitation 137
2.3 Coalescence des précipités 139

2.4 Augmentation de la contrainte vraie au cours de l'essai 141

3 Modes de déformation et comportement 144

3.1 Mécanismes de déformation dans le domaine des contraintes intermédiaires et fortes 145

3.2 Mécanismes de déformation dans le domaine des contraintes faibles 150

3.3 Essais de relaxation à 650°C, 700°C, et 750°C 151

3.4 Écart au modèle classique de contournement des précipités 154

3.5 Origines possibles de l'adoucissement observé en fluage 650°C et 700°C pour des contraintes intermédiaires 156

3.5.1 Adoucissement par localisation de la déformation 156

3.5.2 Lien entre le cisaillement et l'adoucissement 158

3.5.2.1 Augmentation de la densité de dislocations mobiles 158

3.5.2.2 Effet d'une pré-déformation avant fluage 161

3.6 Conclusions sur les mécanismes de déformation de fluage 163

4 Modèle de comportement de type Dyson et McLean 165

4.1 Détermination des paramètres 165

4.1.1 Grandeurs mesurables 165

4.1.1.1 Le volume d'activation, V 165

4.1.1.2 L'énergie d'activation intrinsèque $\Delta G_{0=}\Delta G + \sigma V$ 167

4.1.2 Paramètres ajustables 169

4.1.2.1 $\dot{\varepsilon}_0$ 169

4.1.2.2 H, variable d'écrouissage 169

4.1.2.3 Paramètres de dommage 169

4.1.3 Critère de rupture dans le domaine de fluage tertiaire de structure 170

4.2 Comparaison entre résultats expérimentaux et simulation 171

4.2.1 Fluage de type tertiaire de structure dans le domaine des contraintes fortes 172

4.2.1.1 Fluage à 650°C et à 700°C de **l'Udimet 720 CR** 172

4.2.1.2 Fluage à 650°C et à 700°C de **l'Udimet 720 HS à forte contrainte** 173

4.2.1.3 Essais de traction 175

4.2.2 Fluage de type tertiaire précoce dans le domaine des contraintes intermédiaires 176

4.2.3 Fluage de type tertiaire précoce dans le domaine des contraintes faibles 178

4.2.3.1 Fluage à 750°C de **l'Udimet 720 CR** 178

4.2.3.2 Fluage à 750°C sur **l'Udimet 720 HS** 179

5 Conclusions 181

CONCLUSION ET PERSPECTIVES 184

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 187

Annexe A : Mécanismes de durcissement et composition des superalliages cités dans la thèse

Annexe B : Indexation des dislocations

Annexe C : Composition de l'Udimet 720 LI de l'étude et méthodes de polissage et d'attaques utilisées

Annexe D : Géométrie des éprouvettes utilisées

Annexe E : Résultats des essais mécaniques

INTRODUCTION
ET CONTEXTE DE L'ETUDE

1 Contexte de l'étude : les Réacteurs à Haute Température (RHT)

Les Réacteurs à Haute Température (RHT) présentent des caractéristiques uniques de sûreté passive, de rendement et de souplesse dans le choix du cycle du combustible. L'association de trois spécificités essentielles leur confère leurs caractéristiques : un combustible à particules particulièrement confinant et réfractaire, un refroidissement par circulation d'un gaz inerte tel que l'hélium et, enfin, l'utilisation de grandes quantités de graphite comme modérateur et matériau de structure.

Développés dans les années 1960-70, les RHT sont condamnés dans les années 80 suite aux difficultés rencontrées lors du passage du prototype à l'échelle industrielle. Depuis, les progrès réalisés dans l'industrie des turbines à gaz et les matériaux haute température ont réouvert la voie aux RHT à cycle direct, offrant des perspectives nouvelles de rendement thermodynamique élevé. La figure I1 illustre l'évolution du rendement des réacteurs en fonction de la température d'entrée du fluide dans la turbine, de 32% pour les réacteurs à eau pressurisée à 47% pour les RHT.

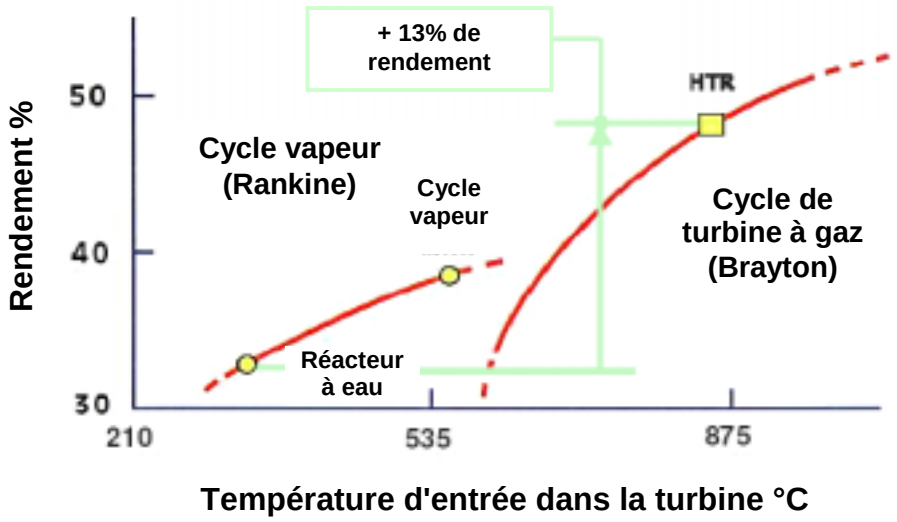


Figure I1 : *Rendement du réacteur en fonction de la température d'entrée du fluide dans la turbine [Muga 2002]*

Aujourd'hui, la filière des réacteurs à caloporteur gaz est de nouveau considérée à travers des programmes nationaux et internationaux de R&D :

- le GT-MHR ("Gas Turbine Modular Helium Reactor"), conçu par General Atomics et développé par un consortium internationnal,
- le PBMR ("Pebble Bed Modular Reactor") développé par ESCOM en Afrique du Sud,
- des réacteurs de recherche, en Chine (HTR10) et au Japon HTTR ("High Température engineering Test Reactor") et le projet GTHTR-300.

Le projet GT-MHR est financé principalement par les gouvernements américains et russes ; Framatome y participe depuis 1995 via un projet européen. Le choix du GT-MHR s'explique par son aptitude à consommer du plutonium, d'où le projet de construire un réacteur en Sibérie pour résorber une partie du plutonium provenant de la désactivation de missiles russes, tout en produisant de l'énergie électrique. Le GT-MHR est considéré comme un

concept de référence des RHT à cycle direct, car c'est un projet pour lequel on dispose d'un design relativement avancé.

1.1 Caractéristiques du réacteur RHT

Un module de GT-MHR est schématisé sur la figure I2. Il est constitué de deux enceintes : une cuve de réacteur renfermant le cœur et une enceinte de conversion d'énergie incluant l'alternateur, deux compresseurs (haute et basse pression) et la turbine, le tout monté sur un arbre unique supporté par des paliers magnétiques. L'enceinte de conversion d'énergie comporte également un échangeur récupérateur hélium/hélium et deux échangeurs eau/hélium.

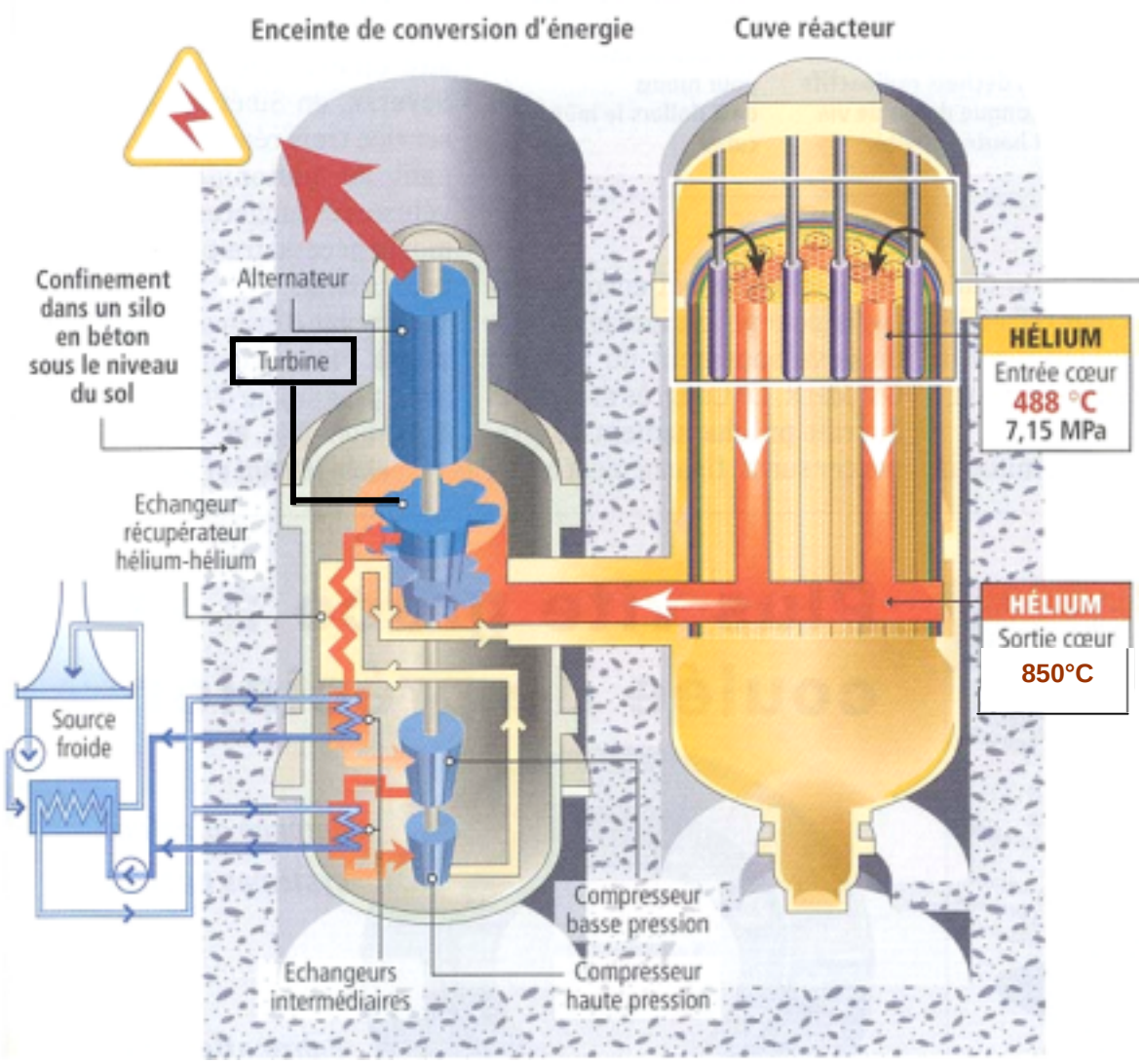


Figure I2 : *Coupe d'un module du réacteur GT-MHR [Jemain 1999]*

L'hélium, porté à 850°C et environ 70 bars dans le cœur, passe dans l'enceinte de conversion d'énergie. Il se détend directement dans la turbine qu'il met ainsi en action. L'échangeur récupérateur permet d'utiliser une partie de l'énergie thermique en sortie de turbine pour préchauffer l'hélium avant qu'il ne pénètre à nouveau dans le cœur, après passage dans les compresseurs. Afin d'augmenter le rendement, la température à l'entrée des compresseurs est abaissée à l'aide des échangeurs intermédiaires, reliés à une source froide externe.

La caractéristique principale des RHT est l'utilisation d'un **caloporteur gazeux**. Le choix de l'hélium présente les avantages suivants :

- possibilité de choisir la température de fonctionnement indépendamment de la pression,
- absence de changement de phase,
- bon coefficient de transfert thermique,
- transparence aux neutrons,
- bonne compatibilité à toute température avec les matériaux métalliques,
- quasiment pas d'activation sous rayonnement.

Néanmoins, le choix d'un cycle direct avec de l'hélium implique des difficultés techniques à traiter :

- l'hélium est un moins bon caloporteur que l'eau,
- la haute température en sortie de cœur rend le choix des alliages de structure difficile,
- la forte pression induit des problèmes de dimensionnement des pièces,
- l'hélium, qui est un gaz léger, a tendance à fuir facilement et il est chargé en impuretés, ce qui entraîne des problèmes de corrosion et d'oxydation.

Les RHT sont en outre caractérisés par un **combustible céramique**. Il est constitué de particules millimétriques sphériques comprenant un noyau d'oxydes d'uranium et/ou de plutonium revêtu de couches de protection à base de graphite et de carbure de silicium. Ce revêtement permet d'obtenir un taux de combustion de 700 000 MW.jour/tonne, contre 50 000 avec un gainage métallique dans les réacteurs à eau pressurisée. Les particules sont agglomérées dans une matrice de graphite, sous forme de bâtonnets cylindriques pour le GT-MHR. Les qualités exceptionnelles du combustible des RHT confèrent aux réacteurs la propriété d'être intrinsèquement sûrs.

L'autre avantage décisif du RHT est son **rendement énergétique exceptionnel,** espéré de 47%, dû à son fonctionnement selon un cycle thermodynamique direct (cycle de Brayton). Un module de RHT est conçu pour fournir une puissance électrique de 285 MW à partir de la puissance thermique dégagée par la chaudière de 600 MW. Grâce à ce rendement accru, la quantité de déchets de haute activité à longue durée, rapportée à la puissance, est notablement diminuée.

2 Cahier des charges de la turbine du RHT

On s'intéresse au cahier des charges des matériaux du premier étage de la turbine du GT-MHR, qui est le plus contraignant. Les principales caractéristiques sont les suivantes :

- la température d'entrée de l'hélium est fixée à 850°C,
- l'intervalle d'inspection est de 60 000 h (~7 ans),
- la turbine est en rotation à 3000 tours/minute (50Hz),
- le diamètre du disque mesure environ 1,5 m.

Les caractéristiques d'une turbine RHT sont comparées, dans le tableau I1, à celles de deux turbines aéronautiques et d'une turbine terrestre. Ce tableau permet de mettre en évidence les spécificités d'une turbine RHT en termes de dimension, de température de fonctionnement, de

conditions de chargement et d'environnement. Chacun de ces aspects est développé dans les paragraphes suivants.

Type	**RHT**		**terrestre**	**aéronautique**	
	GT-MHR		MS9001F (GE)	CFM-56-5C (A340)	M88-2 (rafale)
puissance	286 MWe		226 MWe	Poussée 140-150 kN	poussée 75kN
Gaz	**He**		**air**	**air**	**air**
Cycle thermodynamique	récupérateur+ refroidisseur intermédiaire		simple		
TET (°C)	**850**		**1288**	**1350**	**1577**
taux de compression	2.7		15	38.3	24.5
Débit massique (kg/s)	317		613	483	65
arbre nombre orientation vitesse (tr/min)	 1 vertical 3000		 1 horizontal 3000	 2	 2
Compresseur nombre d'étages ∅max pales (m) P basse (MPa)	 16BP+24HP 1.780 2.55		 18 2.515 0.1	 4BP+ ?HP	 3BP+6HP
turbine nombre d'étages ∅ max disque (m) v aubes (m/sec) Tmax aubes	 12 **1.5** 273 800-850		 3 **2.3** 510	 5BP+1HP **0.65** 1100	 1HP+1BP **0.6** 1100
refroidissement	non	oui	aube/disque	aube/disque	aube/disque
Tmax disque (°C)	**800**	**700**	**600**	**650**	**600**
Intervalle de maintenance (h)	**~ 60 000**		**~ 10 000**	**~ 5 000**	**~ 100**

TET : Température d'Entrée du gaz dans la Turbine

Tableau I1 : *Comparaison de différents types de turbinomachine, d'après [Burlet 2002]*

2.1 Cahier des charges du matériau des aubes

Les aubes seront portées à une température légèrement inférieure à 850°C. Cette température est compatible avec les températures de fonctionnement habituelles des turbines à gaz. Le matériau de l'aube sera sélectionné dans la gamme des superalliages à base de nickel, la spécificité nucléaire interdisant de considérer les alliages à base de cobalt. Les matériaux retenus sont des alliages à base de nickel à solidification dirigée couramment utilisés dans les turbines terrestres.
Un revêtement permet de protéger les aubes de l'environnement (érosion et corrosion).

2.2 Cahier des charges du matériau du disque

Contrairement à celui des aubes, le cahier des charges du disque de turbine de RHT est particulièrement sévère et comporte des points spécifiques à l'application. Un schéma-type du disque du GT-MHR est présenté sur la figure I3 (le design définitif n'est toujours pas connu).

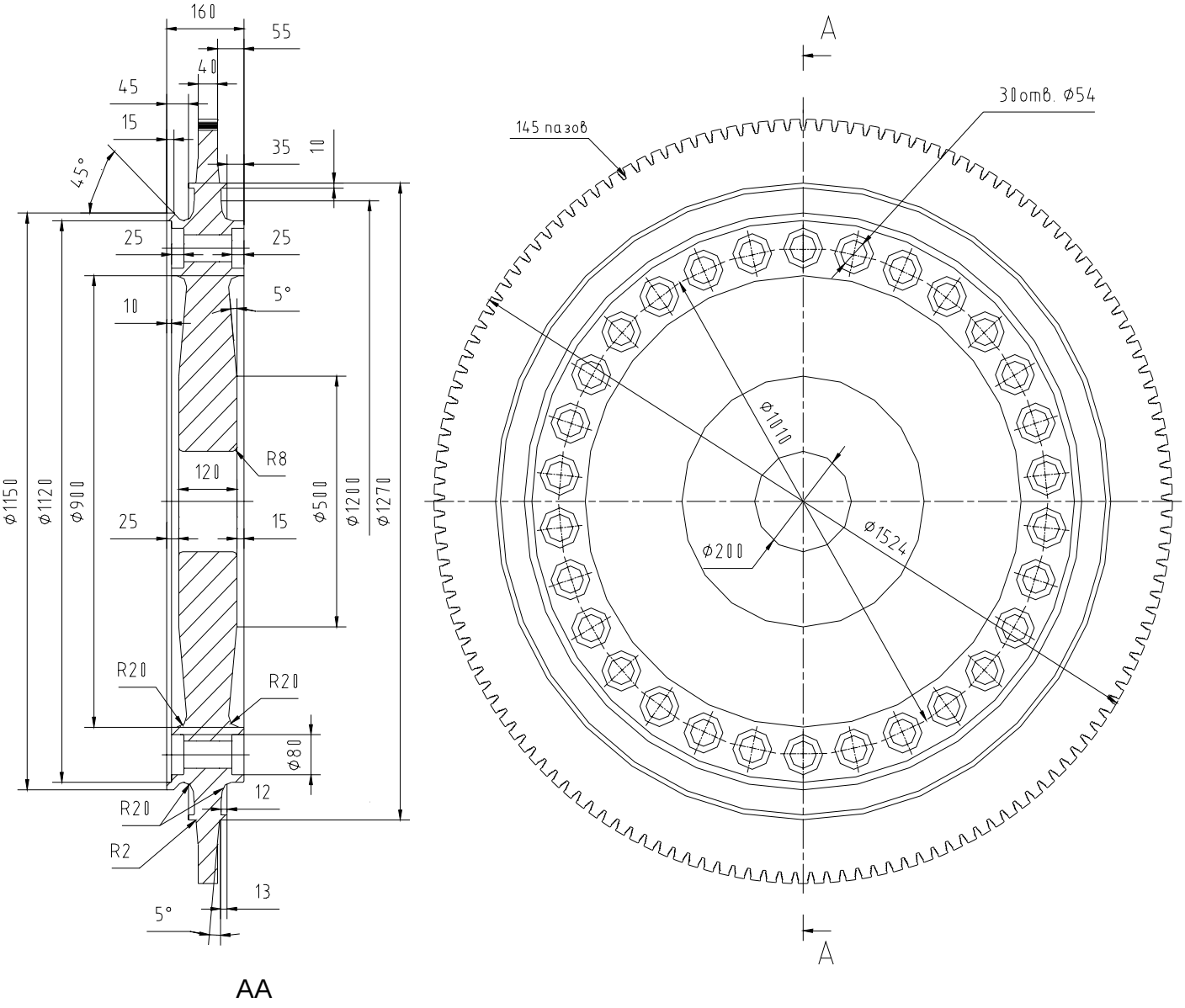


Figure I3 : *Schéma du disque du premier étage de turbine du GT-MHR [Romantsov 2002]*

2.2.1 Dimensions et température

Le tableau I1 fait apparaître que, bien que la TET (Température Entrée Turbine) du RHT soit basse par rapport aux autres turbines à gaz, la température maximale du disque est supérieure aux températures habituelles des turbines industrielles ayant des dimensions et des chargements comparables. Pour le GT-MHR, le refroidissement du disque est envisagé, en prélevant du gaz en sortie des compresseurs pour refroidir les parties mobiles les plus chaudes. Les options de conception avec ou sans refroidissement sont étudiées [Romantsov 2002] :

- sans refroidissement, la température maximale du disque est maintenue à 800°C,
- avec refroidissement du disque, la température maximale du disque est abaissée à 700°C.

La conception sans refroidissement est intéressante pour optimiser le rendement de la turbomachine, mais aucun matériau n'est actuellement disponible pour répondre à de telles contraintes de fonctionnement. **Ainsi, nous ne considérerons dans cette étude que l'option de conception avec refroidissement, bien qu'elle occasionne une perte de 0,5 à 1% du rendement.** La carte des températures calculées atteintes pour le 1er étage du disque de turbine à 100% de puissance est présentée sur la figure 1.4. La température peut atteindre 700°C lors de fonctionnements en régime transitoire.

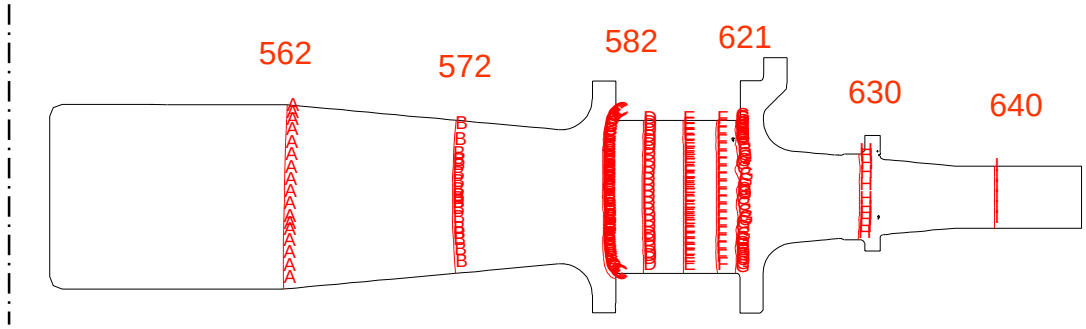


Figure I4 : *Température du disque sur une coupe du 1er étage du disque de turbine, selon l'option de conception avec refroidissement et pour une puissance de 100% [Romantsov 2002]*

2.2.2 Chargement mécanique

Le chargement d'une turbine RHT diffère à la fois du chargement des turbines aéronautiques et des turbines terrestres. En effet, une turbine aéronautique subit beaucoup de cycles arrêt/démarrage, correspondant aux différentes phases de vols. Les disques sont donc dimensionnés en fatigue oligo-cyclique. Quant aux turbines terrestres, les intervalles de temps sans maintenance sont de l'ordre 10 000 h, soit des durées beaucoup plus faibles que pour les turbines de RHT. Comme le nombre de cycles arrêt/démarrage est important, la fatigue est aussi le critère de dimensionnement, bien que la questions du fluage commence à se poser. Le nombre de cycles arrêt/démarrage de la turbine RHT n'est pas encore fixé, mais la durée de vie de 60 000 h sans maintenance, imposée par les difficultés d'intervention en environnement nucléaire, implique de dimensionner d'abord le disque en fluage.

2.2.3 Environnement sous hélium impur et aspect nucléaire

L'environnement sous hélium chargé d'impuretés, issues du graphite et du dégazage des structures, induit une atmosphère à faible potentiel d'oxydation, carburante ou décarburante en fonction de sa teneur précise en H_2, CO/(CO_2) CH_4, N_2 et H_2O. La corrosion des alliages pour disque dans cet environnement spécifique doit donc être étudiée.
Les particules présentes dans le gaz entraînent un risque d'érosion des aubes ou des disques. Pour une application en cycle direct, la présence de cobalt est donc un problème, car des particules érodées contenant du cobalt pourraient circuler dans le cœur et s'activer pour former du cobalt 60. L'utilisation ou non d'alliage contenant du cobalt pour réaliser les disques de turbine est une question toujours ouverte.

2.2.4 Retour d'expérience

L'étude des RHT a commencé en Angleterre en 1964 par le projet Dragon. Le développement s'est ensuite poursuivi de façon symétrique en Allemagne (AVR et THTR300) et aux États-Unis (Peach Bottom et Fort St Vrain) du milieu des années 60 au début des années 80.
Soit le fonctionnement du réacteur était testé sans turbine en cycle vapeur indirect (Fort St Vrain et THTR300), soit la turbine était testée sans cœur dans une boucle d'hélium (projets HHV et EVO). Dans le projet HHV, la température maximale du disque était inférieure à 400°C et les disques étaient réalisés en alliages austénitiques ou ferritiques.
Ces prototypes n'ont pas permis de tester la turbine dans des conditions de chargement correspondant au cahier des charges du GT-MHR (suite à des problèmes mécaniques, les prototypes n'ont pas fonctionné longtemps à haute température). Cependant, des études portant sur le fluage sous air et sous hélium impur de l'IN713 LC ont montré que la dispersion des temps à rupture en fluage était similaire pour les deux environnements [Jakobeit 1984].

3 Choix du matériau pour disque de turbine RHT

Au regard du cahier des charges actuel, le choix du matériau pour disque de turbine RHT repose sur les critères suivants :

- une bonne résistance en fluage jusqu'à 700°C,
- un bon comportement sous environnement de type hélium impur,
- une mise en œuvre possible sous forme d'un disque de 1,5 m de diamètre.

Les seuls matériaux existants pouvant répondre au cahier des charges de la turbine RHT sont des superalliages à base de nickel, et parmi eux, les **superalliages durcis par précipités γ'**.

Le choix des superalliages durcis par précipités γ' pour réaliser un disque de turbine résulte d'un compromis en termes de propriétés mécaniques et de mise en œuvre :

- les alliages ODS (pour "Oxide Dispersion-Strengthened alloys") présentent des propriétés de fluage plus élevées, mais leur élaboration par filage est délicate et conduit à des pièces de taille limitée et possédant des propriétés anisotropes.
- les alliages durcis par solution solide possèdent une forgeabilité et des propriétés mécaniques médiocres vis-à-vis de l'application. De plus, leur microstructure est instable à haute température.
- les superalliages renforcés par précipitation γ' et γ'' sont plus facilement forgeables que les superalliages durcis par précipités γ', mais ils possèdent une moins bonne stabilité microstructurale.

Ainsi, l'Udimet 720 LI[1], durci par précipités γ', présente aujourd'hui un très bon compromis en termes de résistance au fluage et de mise en œuvre, même si un disque de 1,5 m de diamètre n'a jamais été réalisé.

Les mécanismes de durcissement et les compositions des principaux superalliages élaborés par forgeage ou par métallurgie des poudres sont exposés dans l'annexe A. La composition de tous les superalliages évoqués dans la thèse se trouve dans cette annexe.

[1] UDIMET est une marque déposé de Special Metals Corporation. L'équivalent AFNOR est le NC17KTDAW.

3.1 Objectifs de la thèse

Un disque en Udimet 720 LI peut être élaboré soit par voie traditionnelle lingot-forgeage, soit par voie Métallurgie des Poudres (MdP). L'Udimet 720 élaboré par voie traditionnelle a déjà été éprouvé selon des spécificités aéronautiques, mais l'élaboration et le forgeage d'un lingot d'une taille suffisante pour l'application RHT nécessitent des développements technologiques. C'est pourquoi nous avons décidé d'étudier la nuance MdP. Elle présente les avantages d'obtenir des pièces sans macro-ségrégations et près des cotes. En outre, elle permet de s'affranchir des effets de taille de pièce, du moins jusqu'à l'étape des traitements thermiques.

Dans le cadre de cette étude, les objectifs de la thèse sont les suivants :

- Étudier l'influence des paramètres microstructuraux sur les mécanismes de déformation et d'endommagement en fluage à 650°C, 700°C et 750°C de l'Udimet 720 LI élaboré par CIC. Pour cela, des essais de fluage sont réalisés sur deux microstructures issues de deux traitements thermiques différents. Pour enrichir la gamme de sollicitation, des essais de traction et de relaxation sont également réalisés.

- Déterminer l'aptitude de l'Udimet 720 élaboré par CIC à répondre au cahier des charges du disque RHT, au regard des résultats des essais mécaniques.

- Développer un modèle décrivant le comportement en intégrant les paramètres physiques jugés pertinents pour prédire toute la courbe de fluage. En effet, compte tenu du comportement de fluage particulier de l'Udimet 720 LI, les modèles de prédiction classiques sont inappropriés.

Le mémoire s'articule en cinq chapitres :

- Le premier chapitre constitue une synthèse de la bibliographie présentant d'abord les caractéristiques des superalliages pour disque de turbine, puis les mécanismes de déformation de fluage des superalliages.

- Le deuxième chapitre est consacré d'une part à la caractérisation microstructurale du matériau de l'étude après deux traitements thermiques différents, d'autre part à la présentation des techniques expérimentales utilisées au cours de l'étude. Le choix de la gamme de températures et de contraintes à laquelle ont été réalisés les essais est également explicité dans ce chapitre.

- Le troisième chapitre présente les résultats des essais de fluage, de traction et de relaxation.

- Le quatrième chapitre est dédié à l'observation des mécanismes de déformation et d'endommagement en fluage.

- Le cinquième chapitre est consacré à la discussion. Ce chapitre propose une interprétation des résultats présentés dans les chapitres précédents. La première partie est consacrée à la confrontation des résultats mécaniques de l'Udimet 720 aux critères requis pour le disque de turbine de RHT. La deuxième partie s'attache à la compréhension du comportement de fluage, qui varie en fonction de la microstructure et

de la gamme de températures et de contraintes appliquée. Enfin, la troisième partie est dédiée à la modélisation des essais de fluage à partir d'un modèle de type Dyson et McLean incluant les paramètres physiques pertinents mis en évidence dans la deuxième partie de ce chapitre.

CHAPITRE 1

Etude bibliographique

Ce chapitre présente une synthèse bibliographique articulée en deux parties.
La première partie, consacrée aux superalliages à base de nickel pour disques de turbines, est principalement dédiée à la famille des superalliages durcis par précipités γ', à laquelle appartient l'Udimet 720. Après une présentation des principaux superalliages pour disques de turbines et de leurs procédés d'élaboration, l'Udimet 720 est plus particulièrement décrit. Enfin, l'influence de la mise en œuvre et des traitements thermiques sur le contrôle de la taille de grain et de la distribution des précipités γ' est développée.
La seconde partie est consacrée aux mécanismes de déformation de fluage des superalliages polycristallins. Le classement des différents domaines de fluage est abordé selon une approche macroscopique puis microscopique. Les équations du stade stationnaire de fluage de chaque domaine sont données. Des modèles de fluage spécifiques sont ensuite présentés pour décrire le comportement des superalliages pendant toute la durée de vie en fluage. Enfin, les modes de franchissement des précipités γ' sont exposés.

1 Caractéristiques des superalliages pour disques de turbines

1.1 Bref aperçu sur l'historique des superalliages

Le développement des superalliages a commencé dans les années 1930 en Europe (Angleterre, France, Allemagne) et aux États-Unis, mû par le besoin d'alliages pour les turbomachines plus résistants à haute température [Sims 1987]. Les superalliages sont présents dans les réacteurs nucléaires, sous-marins, usines à vapeur, usines chimiques, mais les turbines à gaz terrestres et aéronautiques en constituent l'utilisation la plus répandue. Le développement des superalliages a été particulièrement dominé par les besoins des turbines aéronautiques, dont les exigences en termes de propriétés mécaniques à chaud sont les plus sévères.

Le Nimonic 80 constitue l'un des premiers superalliages développés à partir des alliages Ni-20%Cr dans les années 1941-42. Le Nimonic 80 est à l'origine de la famille des superalliages durcis par précipitation de phase γ' à laquelle appartient l'Udimet 720. Il est renforcé par une solution solide de chrome dans le nickel et par du titane formant des carbures aux joints de grains et une faible proportion de précipités γ'. Les développements ultérieurs des superalliages ont d'abord consisté à augmenter la proportion de précipités γ' en ajoutant du titane, de l'aluminium, du tantale, du niobium et du cobalt et en diminuant la teneur en chrome. Pour remplacer le chrome en solution solide, des éléments comme le cobalt, le molybdène, le tungstène, et le vanadium ont été ajoutés. Ensuite, les éléments bore et zirconium ont été ajoutés pour augmenter la formation de carbures aux joints de grains. L'évolution de la résistance en température des superalliages entre 1940 et 1990 est portée sur la figure 1.1. Les effets des différents éléments d'addition sont résumés dans le tableau 1.1.

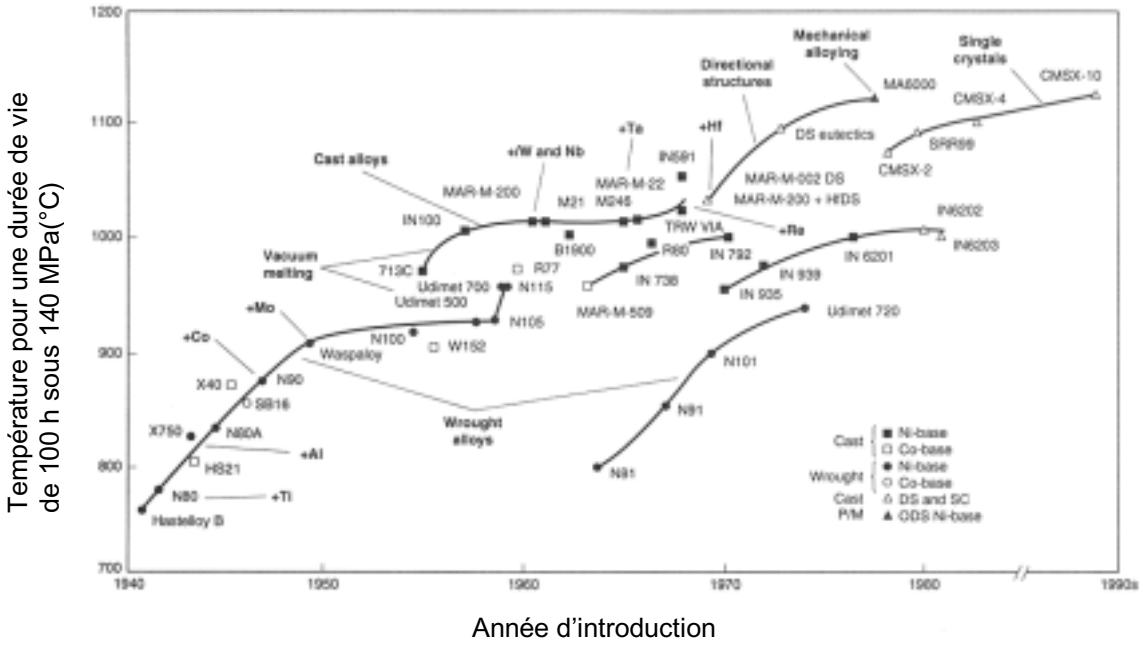


Figure 1.1 : *Évolution de la tenue en température de superalliages en fonction de leur année d'introduction [Furrer 1999]*

Éléments	Renforcement de la matrice	Augmentation de la fraction volumique de précipités γ'	Joints de gains	Autres effets
Cr	Modéré	Modéré	$M_{23}C_6$ et M_7C_3	Améliore la résistance à la corrosion Favorise les phases TCP
Mo	Fort	Modéré	M6C et MC	Augmente la densité
W	Fort	Modéré		Favorise les phases TCP* σ et μ
Ta	Fort	Importante (+γ'')		
Nb	Fort	Importante (+γ'')	NbC	Favorise les phases γ' et δ
Ti	Modéré	Très importante	TiC	
Al	Modéré	Très importante		Al augmente la résistance à l'oxydation
Fe		γ'-> β, η, γ'' ou δ		Diminue la résistance à l'oxydation Favorise les phases TCP σ et de Laves
Co	Léger	Modéré pour certains alliages		Élève le solidus ; peut élever ou abaisser le solvus
Re	Modéré			Retarde la coalescence des γ' Augmente le "misfit" γ'/ γ
C	Modéré		Carbures	
B, Zr	Modéré			Inhibe la coalescence des carbures Augmente la résistance du joint de grains Augmente la résistance en fluage et la ductilité

Tableau 1.1 : *Effets des principaux éléments d'alliages dans les superalliages à base de nickel [Durand-charre 1997]*
** TCP = "Topologycally closed-packed phases" que l'on traduit par "phases topologiquement compactes".*

L'Udimet 720 est une illustration récente du type d'évolutions apportées à la composition d'un superalliage. Introduit vers 1975, l'Udimet 720 a évolué en 1980 vers l'Udimet 720 LI (pour Low Interstitial) en diminuant les teneurs en carbone et en bore pour faciliter le forgeage et la teneur en chrome pour restreindre la formation de phase σ topologiquement compacte (TPC) lors du maintien à haute température [Jackson 1999]. La composition des deux nuances est donnée dans le tableau 1.2. L'Udimet 720 LI est utilisé majoritairement aujourd'hui.

Alliage	Cr	Ni	Co	Mo	W	Ti	Al	C	B	Zr
Udimet 720	18	55	14,8	3	1,25	5	2,5	0,035	0,033	0,03
Udimet 720 LI	16	57	15,0	3	1,25	5	2,5	0,025	0,018	0,03

Tableau 1.2 : *Composition (pourcentage massique) de l'Udimet 720 et de l'Udimet 720 LI [Furrer 1999]*

1.2 Principaux alliages pour disques de turbines

Pour les turbines terrestres de gros diamètre, l'alliage IN 706 a été développé au milieu des années 1980 pour remplacer les aciers faiblement alliés utilisés dans les pièces tournantes des turbomachines. L'alliage 706 est dérivé de l'alliage IN 718, par réduction de la teneur en niobium, pour diminuer la propension de l'alliage à former des ségrégations et permettre ainsi la production de disques de grands diamètres. Mais l'augmentation de la forgeabilité de l'alliage se fait au détriment de sa résistance au fluage et de sa stabilité microstructurale à plus haute température. Pour répondre à l'élévation continuelle des performances des turbines, l'utilisation de l'alliage IN 718 a été de nouveau envisagée et a nécessité d'importants développements technologiques.

Les superalliages pour disques de turbines les plus utilisés aujourd'hui sont l'IN 718 et l'IN 706, durcis par précipitation de phases γ' et γ''. Il est possible de fabriquer par voie lingot-forgeage des disques de ces deux nuances pouvant atteindre 2 m de diamètre. Leur température d'utilisation maximale est de 600°C.

Le choix d'autres alliages pour disques dépend des conditions de fonctionnement :

- pour des fonctionnements à plus haute température, le Waspaloy, durci par précipitation de phases γ', est utilisé. Il est possible de réaliser des disques forgés de plus de 1 m de diamètre de cette nuance. Comme l'IN 718, le Waspaloy est utilisé pour réaliser à la fois des disques de turbines terrestres et aéronautiques.

- pour des fonctionnements à de plus fortes contraintes et de plus hautes températures, sont utilisés :
  - l'Udimet 720, sous forme de disques forgés de diamètres maximum de 0,85 m,
  - et principalement pour des applications militaires, des superalliages élaborés par Métallurgie des Poudres : le N 18, le René 88, le Merl 76, le René 95, l'EP 741 et l'Astroloy. Le diamètre maximal de ces disques est compris entre 0,4 m et 1 m.

1.3 Procédés d'élaboration des disques de turbines

Il existe deux voies conventionnelles pour élaborer des superalliages : la voie lingot suivie d'un forgeage et la voie métallurgie des poudres éventuellement associée à des traitements

thermomécaniques. Aujourd'hui, seule l'industrie aéronautique (majoritairement militaire) utilise des pièces issues de la métallurgie des poudres, les disques de turbines terrestres de diamètre supérieur à 1 m étant coulés et forgés.

1.3.1 Voie lingot-forgeage

Plus un superalliage est allié, plus il est résistant et plus il y a des risques de ségrégations pendant la solidification du lingot. L'essor des superalliages s'est donc produit concomitamment à la maîtrise des procédés d'élaboration sous vide et de refusion. Le four à induction sous vide (VIM pour "Vacuum Induction Melting") a permis d'introduire dans les alliages des teneurs significatives en titane et aluminium, très réactifs à l'air. En revanche, les structures de solidification à l'issue du procédé VIM sont moins favorables qu'après une élaboration classique. Deux opérations ultérieures de refusion sont donc indispensables : sous laitier (ESR pour "Electroslag Remelting") et/ou sous vide (VAR pour "Vacuum Arc Remelting") [Dumont 2000].

La gamme complète de fabrication des superalliages pour disque nécessite donc la succession des étapes suivantes :

- triple-fusion du lingot "VIM/ESR/VAR" : la première fusion sous vide permet une bonne maîtrise de la composition chimique de l'alliage, puis la refusion sous laitier et la refusion sous vide conduisent à un meilleur contrôle de la solidification et de la pureté.
- refoulement du demi-produit,
- contrôle par ultrason,
- matriçage du disque (pièce au plus près des cotes finales),
- contrôle par ultrason,
- usinage.

1.3.2 Métallurgie des Poudres

La MdP permet d'élaborer des superalliages très fortement chargés et qui présentent un fort risque de ségrégation en cours de solidification. Les ségrégations dues à l'élaboration par MdP correspondent aux dendrites de solidification des particules de poudre. La taille des hétérogénéités n'excède donc pas le micron.

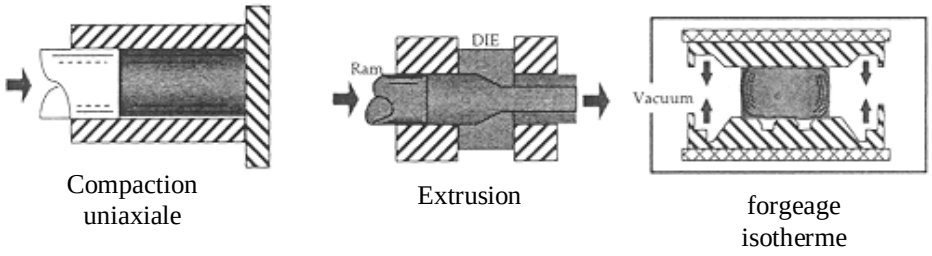
Le procédé de fabrication MdP comporte les étapes suivantes :

- la poudre est obtenue par atomisation sous gaz inerte, ou par pulvérisation centrifuge. L'atomisation consiste à désintégrer le métal liquide par un jet de gaz sous pression. Le liquide se désintègre en fines gouttelettes qui prennent une forme sphérique sous l'effet de la tension superficielle.

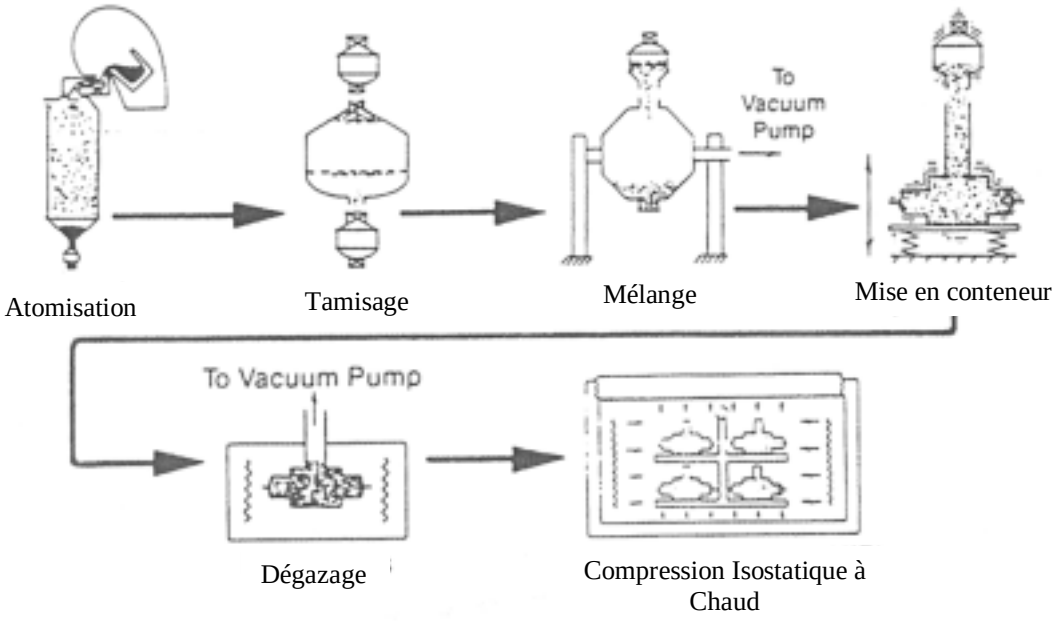
- deux voies de densification et de mise en œuvre sont ensuite couramment employées :
  - extrusion puis forgeage isotherme (la poudre peut également être pré-densifiée avant extrusion par une compaction uniaxiale). La figure 1.2a schématise ces étapes de densification et de mise en œuvre.

  - compression Isostatique à Chaud (CIC) puis forgeage (isotherme ou non). La figure 1.2b représente les étapes de la CIC : après atomisation, la poudre est mise en conteneur par l'intermédiaire d'un queusot de remplissage. Le dégazage permet ensuite de faire le vide entre les particules de poudre et d'éliminer une partie des

espèces chimiques adsorbées en surface. Le conteneur est ensuite rendu étanche par soudage des queusots, puis transféré dans l'enceinte de CIC pour l'étape de consolidation de la pièce.



(a)



(b)

Figure 1.2 *: (a) Étapes du procédé de mise en œuvre du superalliage René 88 [Backman 2003], (b) Étapes du procédé de Compression Isostatique à Chaud [Conway 1993]*

Les superalliages MdP les plus usités aujourd'hui sont élaborés à partir de poudres atomisées sous argon et densifiées par extrusion puis forgeage isotherme ; c'est le cas du N18 [Honnorat 1991, Guedou 1993]. Les disques aéronautiques "brut de CIC" compactés à partir de poudres atomisées à l'électrode tournante sont encore peu utilisés, à l'exception des disques pour des moteurs militaires russes en alliage type 741 [Garibov 1996].

1.3.3 Traitements thermiques et microstructure

Les propriétés mécaniques des superalliages à base de nickel peuvent être améliorées par l'optimisation de la composition chimique et des procédés d'élaboration, mais également par les traitements thermiques.

Les traitements thermiques des superalliages sont constitués d'une mise en solution, suivie d'un ou de deux paliers de vieillissement.

L'objectif de la mise en solution est de mettre en solution la phase durcissante γ', précipitée parfois de façon incontrôlée en fin de forgeage ou de la CIC. La température de la mise en solution influe sur la taille de grain et la distribution des précipités γ'. Il existe deux familles courantes de traitements de mise en solution :

- mise en solution subsolvus, à une température inférieure à la température de dissolution des précipités γ' ($T_{\gamma'solvus}$). Ce traitement a pour but de conserver une taille de grain très fine, pour optimiser les propriétés de traction et de fatigue, au détriment de la tenue en fluage.

- mise en solution supersolvus, à une température située entre la température de dissolution des précipités γ' ($T_{\gamma'solvus}$) et la température de brûlure de l'alliage. Ce traitement permet de dissoudre les précipités γ', entraînant le grossissement de la taille de grain. La tenue en fluage est alors améliorée.

La vitesse de refroidissement lors de la trempe est également un facteur majeur de la répartition des précipités γ'. Plus la vitesse de refroidissement est élevée, plus la précipitation γ' est fine, mais plus les risques de tapures et de création de contraintes internes générant des déformations en cours d'usinage ou des amorçages de fatigue prématurés augmentent [Raisson 1990, Bhowal 1990, Mons M1 165].

Les traitements de vieillissement ont pour but de précipiter le maximum de phases durcissantes, de carbures et de borures et d'optimiser leur morphologie. L'objectif étant d'obtenir des précipités stables pour des applications de longues durées.

L'influence sur la microstructure des traitements thermiques spécifiques appliqués à l'Udimet 720 sera développé au paragraphe 1.4.2. Des exemples issus d'autres superalliages complèteront cette analyse.

1.4 Élaboration et microstructure de l'Udimet 720

1.4.1 Faisabilité d'un disques de turbines de RHT en Udimet 720 par voie lingot-forgeage et par CIC

La taille maximale des disques de turbines d'Udimet 720 forgés s'élève aujourd'hui à environ 0,85 m. La gamme de forgeage d'un disques de turbines en Udimet 720 ayant une taille similaire à un disque de RHT pourrait être la suivante [A&D Alliages 2003] :

- élaboration (triple fusion VIM/ESR/VAR) et refoulement d'un lingot de plus d'une tonne pour obtenir une billette de 0,35[1] m de diamètre. Ces étapes paraissent réalisables par rapport aux billettes élaborés couramment. L'homogénéité de la microstructure et la taille de grain finale dépendent fortement de ces étapes.

- matriçage du disque, réalisable sur une presse conventionnelle de capacité 65 000 t (mais pas sur une presse isotherme),

[1] Le diamètre du demi-produit a été calculé pour obtenir un disque final de 1,5 m de diamètre par forgeage avec une presse de capacité 65 000 tonnes.

- traitement thermique, critique par rapport à la taille de grain souhaitée. Une grande maîtrise de l'homogénéité de la température de traitement thermique est nécessaire sur toute la hauteur de la pièce.

Par rapport à la voie lingot-forgeage, la MdP permet de pallier les problèmes de ségrégations inhérents à la solidification du lingot. L'homogénéité de la microstructure après la densification permet de mieux contrôler la taille de grain. En outre, l'effet de taille de la pièce n'est pas critique pour réaliser un demi-produit.

Le procédé de densification par CIC est préféré à la voie extrusion et forgeage, car il semble mieux adapté pour réaliser des pièces de grandes dimensions.
Le principal paramètre critique actuel est la taille de l'enceinte nécessaire pour introduire l'ébauche de diamètre supérieur à 1,5 m, en tenant compte de la réduction en volume d'environ 30% après densification et de l'épaisseur du conteneur. La plus grande enceinte aujourd'hui disponible se trouve aux États-Unis, elle possède un diamètre de 1,625 m. Cette dimension dépend cependant de la température à laquelle doit être réalisée la CIC, car les résistances de chauffe empiètent sur la zone utile de l'enceinte. Il faut donc vérifier si le cycle de CIC est compatible avec le diamètre de la pièce. Toutefois, si aucune enceinte de CIC ne semble aujourd'hui assez grande pour réaliser une ébauche de disque, un demi-produit cylindrique brut de CIC peut être réintroduit dans la gamme de procédé de forgeage au niveau du matriçage. La forgeabilité d'une telle ébauche d'Udimet 720 n'est cependant pas encore démontrée.

Choix d 'élaboration de l'Udimet 720 dans le cadre de la thèse

La géométrie du disque de RHT a évolué entre le cahier des charges défini en 1998 [OKBM 1998] et celui défini en 2002 [Romantsov 2002]. La conception initiale prévoyait un disque de 1,4 m de diamètre. Un disque brut de CIC semblait alors envisageable par rapport à la taille des enceintes de CIC existantes. Le choix pour la thèse, commencée en 2000, a donc porté sur l'étude de l'Udimet 720 brut de CIC.

1.4.2 Traitements thermiques de l'Udimet 720

Deux types de traitements thermiques standards sont généralement appliqués à l'Udimet 720 forgé [Sczerzenie 1988]. Il s'agit d'un traitement appelé **"High Strength" (HS),** conduisant à un matériau à grain fin optimisé pour la traction et la fatigue, et d'un traitement appelé **"Creep Resistant" (CR)** conduisant à un matériau à gros grains optimisé pour le fluage. Les traitements thermique HS et CR diffèrent essentiellement par leurs températures de mise en solution. Ainsi, au cours du traitement thermique supersolvus **CR**, les précipités γ' primaires, issus de la solidification du lingot, sont dissous, permettant un grossissement de la taille de grain austénitique. Dans le cas du traitement **HS,** la croissance des grains austénitiques est bloquée par les précipités γ' primaires non dissous. La température $T_{\gamma'solvus}$ de l'Udimet 720 forgé est mesurée à 1147°C par analyse thermique différentielle (ATD) [Sczerzenie 1988]. L'influence des deux traitements HS et CR est détaillée dans les deux paragraphes suivants.

1.4.2.1 Traitement thermique HS

Le traitement thermique HS est constitué d'un palier de mise en solution et de deux vieillissements [Sczerzenie 1988] :

- mise en solution subsolvus ($T< T_{\gamma'solvus}$) à 1110°C pendant 4 h, suivie d'une trempe à l'huile,
- vieillissement à 650°C pendant 24 h, suivi d'un refroidissement à l'air,
- vieillissement à 760°C pendant 16 h, suivi d'un refroidissement à l'air.

Pendant le palier de mise en solution subsolvus, les précipités γ' primaires sont partiellement dissous : seuls les précipités γ' intragranulaires, les plus fins, sont dissous. Les gros précipités γ' primaires situés aux joints de grains sont peu affectés et limitent la croissance du grain (ancrage de type Zener).
La cinétique de précipitation des fins précipités γ' intragranulaires varie selon les auteurs : pour Sczerzenie, la trempe à l'huile restreint la précipitation de fins précipités γ' pendant le refroidissement. La précipitation de très fins précipités γ' se produit pendant le premier palier de vieillissement à 650°C. Pour Jackson en revanche, la phase γ' précipite pendant la trempe et grossit pendant les vieillissements [Jackson 1999].
Durant la trempe, des carbures et des borures précipitent aux joints de grains.
Les étapes du traitement thermique HS sont données en figure 1.3.

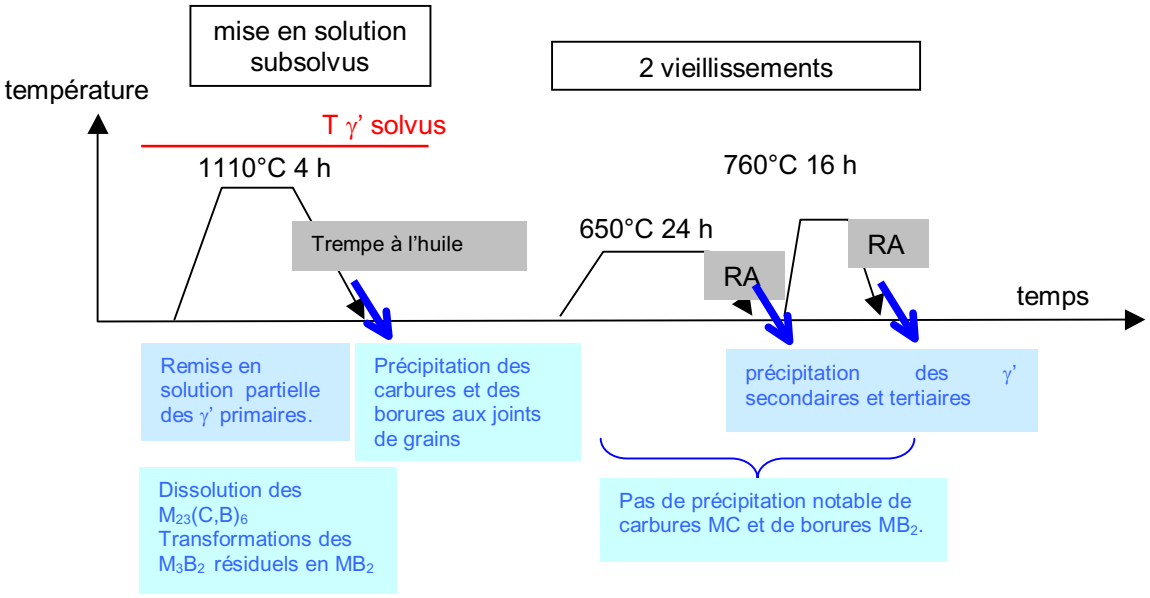


Figure1.3 : *Étapes du traitement thermique* ***High Strength (HS)****, d'après [Scerzernie 1988]*
RA : refroidissement à l'air

Un schéma de la microstructure de l'Udimet 720 forgé à l'issue du traitement thermique HS est représenté sur la figure 1.4. La taille de grain austénitique varie entre 5 µm et 20 µm. Les précipités γ' primaires, situés aux joints de grains, mesurent entre 1 µm et 10 µm de diamètre. Jackson distingue deux populations de précipités γ' intragranulaires en fonction de leur taille : les précipités γ' secondaires possèdent un diamètre compris entre 70 nm et 120 nm et les précipités γ' tertiaires entre 15 nm et 50 nm [Jackson 1999]. Ces mesures ont été réalisées à partir de répliques extractives observées au MET.
La taille des précipités γ' décroît à chaque nouvelle étape du traitement thermique à cause de la déplétion en aluminium et en titane qui s'opère à chaque précipitation [Radavich 1991].

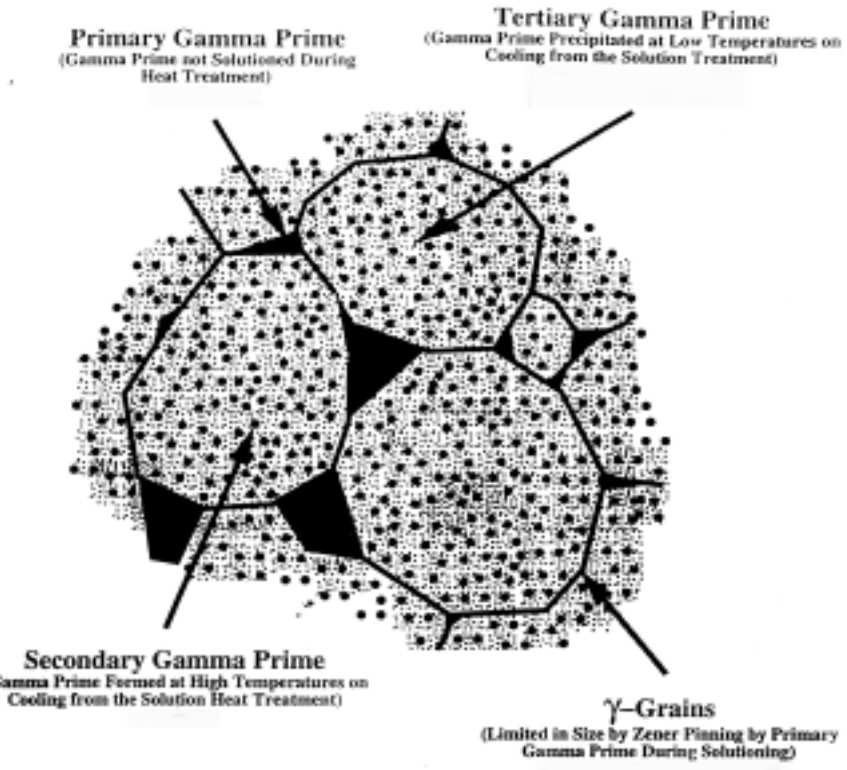


Figure 1.4 : *Schéma de la microstructure de l'Udimet 720 forgé HS* [Jackson 1999]

1.4.2.2 Traitement thermique CR

Le traitement thermique CR est constitué de deux paliers de mise en solution et de deux vieillissements [Sczerzenie 1988] :

- mise en solution supersolvus ($T > T_{\gamma'solvus}$) à 1170°C pendant 4 h, suivie d'une trempe à l'air,
- mise en solution subsolvus ($T < T_{\gamma'solvus}$) à 1080°C pendant 4 h, suivie d'une trempe à l'air,
- vieillissement à 845°C pendant 24 h, suivie d'un refroidissement à l'air,
- vieillissement à 760°C pendant 16 h, suivi d'un refroidissement à l'air.

Pendant le palier de remise en solution supersolvus, les gros précipités γ' primaires et les carboborures $M_{23}(C,B)_6$ sont presque tous remis en solution. La croissance des grains austénitiques est donc rendue possible. La taille de grain après le traitement CR est comprise entre 180 µm et 350 µm. Une répartition fine et uniforme de précipités γ' secondaires intragranulaires se forme pendant la trempe à l'air.
Au cours de la seconde mise en solution les précipités γ' secondaires grossissent. Simultanément, des carbures MC et des borures MB_2 précipitent, principalement aux joints de grains.
Pendant les deux paliers de vieillissement, la phase de précipités γ' tertiaires intragranulaires précipite et les carbures grossissent. La précipitation des précipités γ' tertiaires pourrait également se produire pendant le refroidissement suivant le palier de mise en solution à 1080°C d'après Jackson [Jackson 1999].
Les étapes du traitement thermique CR sont données en figure 1.5.

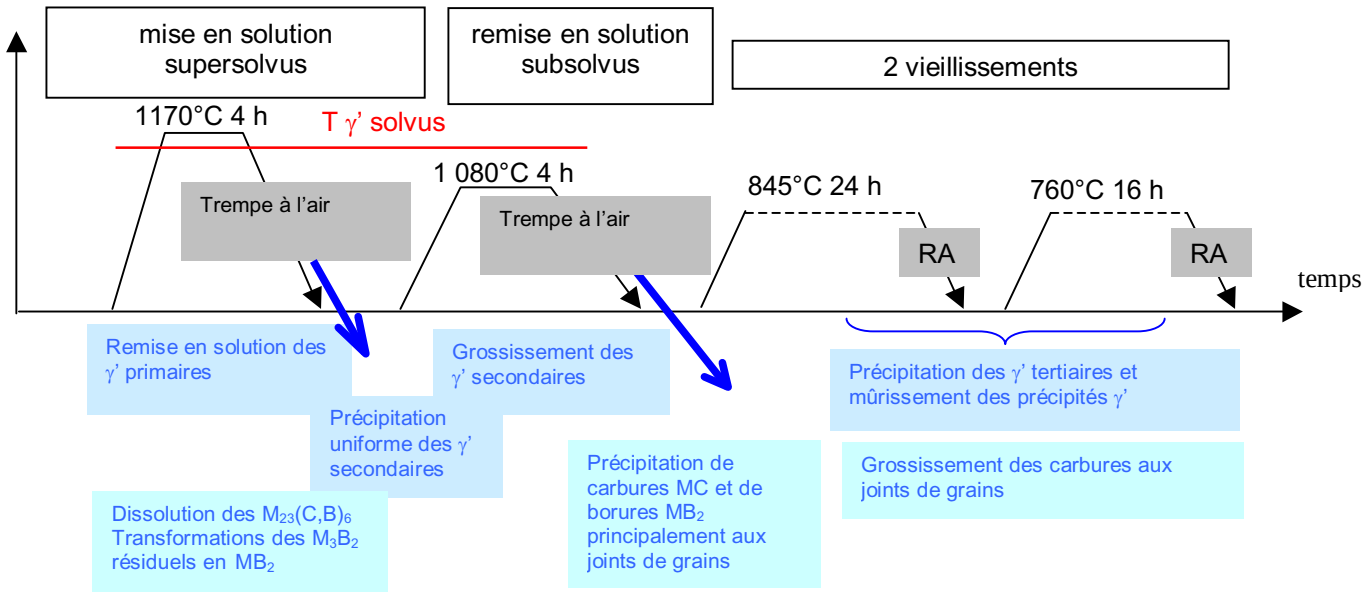


Figure 1.5 : *Étapes du traitement thermique* ***Creep Resistant (CR)*** *d'après [Scerzernie 1988]*
RA : refroidissement à l'air

1.4.3 Adaptations possibles des traitements HS et CR

Dans son étude de l'Udimet 720 forgé, Jackson remet en cause l'intérêt des deux vieillissements du traitement thermique HS préconisés par Sczerzenie pour la nuance initiale d'Udimet 720, car les deux vieillissements survieilliraient la nuance LI et altèreraient ses propriétés en fluage. Il montre en effet qu'un unique vieillissement de 24 h à 700°C augmente les propriétés de fluage à 750°C de l'Udimet 720 LI.

Furrer confirme qu'un unique palier de vieillissement est suffisant et plus pertinent pour l'Udimet 720 LI forgé ou CIC [Furrer 2000]. Cependant, il propose un vieillissement à 760°C. De plus, pour obtenir des propriétés mécaniques optimales, Furrer recommande un traitement thermique supersolvus suivi d'une trempe avec palier isotherme à $T < T_{\gamma' solvus}$ pour favoriser la formation de joints de grains dentelés et de fins précipités γ'. Koul rappelle également que les joints de grains dentelés possèdent un effet bénéfique sur le temps à rupture en fluage de l'IN 738 et sur la vitesse de propagation de fissure de l'Udimet 720 [Koul 1993]. Les dentelures aux joints de grains permettent de limiter le glissement intergranulaire et de mieux redistribuer les contraintes.

1.5 Contrôle de la taille de grain et de la précipitation γ'

1.5.1 Influence de la température de mise en solution sur les précipités γ'

L'influence de la température de mise en solution sur la taille de grain γ et sur la répartition et la taille des précipités γ' a été mise en évidence par Jackson et Reed sur l'Udimet 720 LI forgé [Jackson 1999] et par Locq sur le NR3 élaboré par CIC suivie d'une extrusion à chaud et d'un forgeage isotherme [Locq 2000].
La figure 1.6 représente la variation de taille de grain et le pourcentage de précipités γ' primaires de l'Udimet 720 LI forgé [Jackson 1999] et du NR3 [Locq 2000] en fonction de la température de mise en solution.

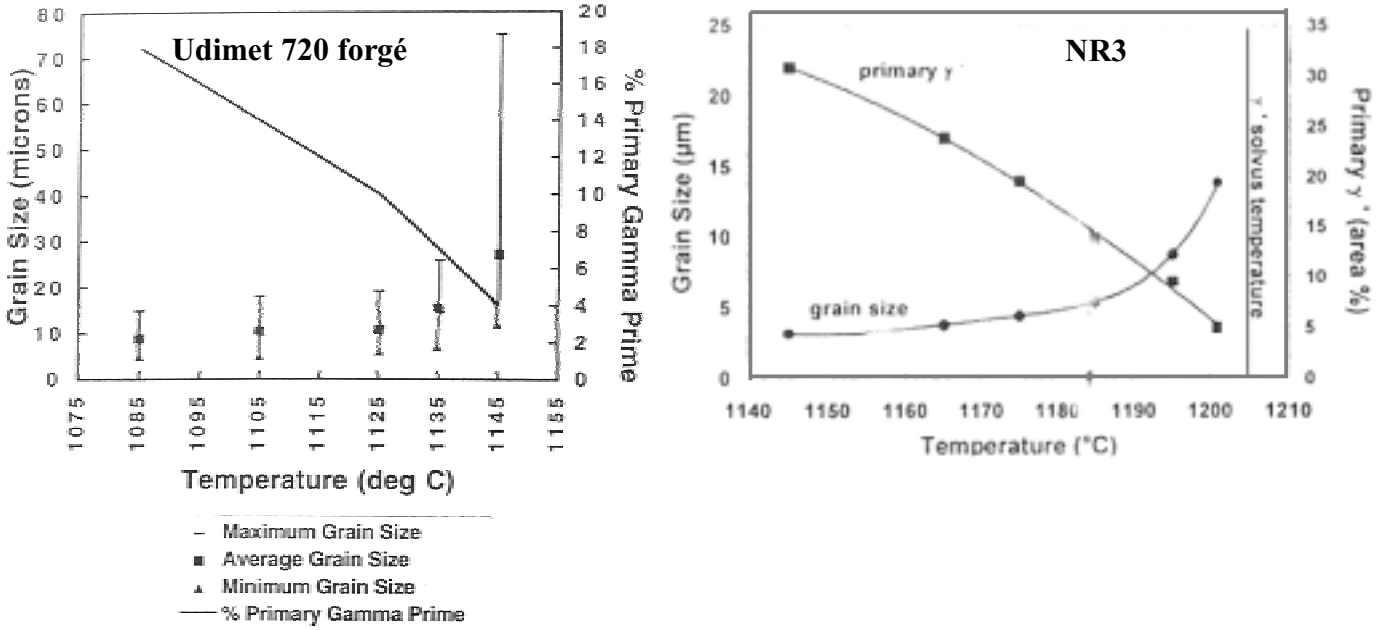


Figure 1.6 : *Variation de la taille de grain et de la fraction de précipités γ' primaires de l'Udimet 720 forgé [Jackson 1999] et de la fraction surfacique de précipités γ' primaires du NR3 [Locq 2000] en fonction de la température de mise en solution*

Dans les deux cas, la gamme de températures de mise en solution étudiée est inférieure à $T_{\gamma'solvus}$. Pour les deux alliages, quand la température de mise en solution augmente, la taille de grain augmente et la fraction résiduelle des précipités γ' primaires diminue. On peut noter que la dispersion des tailles de grains mesurées dans l'Udimet 720 forgé est de plus en plus grande quand la température de remise en solution augmente : après une mise en solution à 1145°C, soit 10°C sous $T_{\gamma'solvus}$, la taille de grain de l'Udimet 720 LI forgé atteint 70 µm, tout en conservant des grains d'une dizaine de microns. La dispersion de la mesure de la taille de grain n'est pas mentionnée pour le NR3, mais on peut noter que l'accroissement de la taille de grain avec la température est de moindre amplitude que pour l'Udimet 720 LI.

Ces deux exemples montrent qu'en changeant la taille de grain avec la température de mise en solution, la taille des précipités γ' primaires est également modifiée.

1.5.2 Matériaux MdP et croissance de grain

La taille de grain de l'Udimet 720 forgé après le traitement thermique CR est comprise entre 180 µm et 350 µm. En revanche, pour l'Udimet 720 élaboré par CIC à partir de poudre atomisée sous argon et tamisée à 53 µm, la taille de grain après le même traitement est comprise entre 10 µm et 20 µm [Moll 2000 et Furrer 2000]. Le mode d'élaboration influe donc fortement sur la croissance des grains austénitiques.

En effet, les poudres atomisées au gaz sont contaminées par de l'oxygène disponible en faible teneur dans l'enceinte d'atomisation (~ 100 ppm) [Couturier 1999]. La couche d'oxyde sert ensuite de site de germination aux précipités de type carbures, nitrures ou oxy-carbo-nitrures pendant la consolidation [Gessinger 1984]. La frontière entre les particules de poudres ainsi décorée est désignée par le sigle anglais PPB pour "Prior Particles Boundary". La densité de précipités conditionne l'aptitude du matériau à la croissance des grains lors des traitements

thermiques. Par ailleurs, on constate que les matériaux élaborés par MdP possèdent presque toujours une taille de grain inférieure à celle du même matériau élaboré par forgeage. Cet effet a été particulièrement étudié dans le cas des superalliages, car le grossissement du grain est recherché pour les applications à haute température.

L'influence du mode d'élaboration sur la capacité de croissance des grains a été mise en évidence sur le superalliage IN 100 [Larson 1974]. La figure 1.7 présente l'évolution de la taille de grain de ce matériau issu de différents modes d'élaboration en fonction de la température de mise en solution. Seul le matériau issu de poudres élaborées par électrode tournante (REP pour "Rotating Electrode Process") présente une évolution de taille de grain similaire au matériau moulé/forgé (C&W pour "Cast and Wrought"). A l'issue des deux autres procédés d'atomisation, sous argon (AA pour "argon Atomised") ou sous hydrogène dissous (DHP pour "Dissolved Hyrogen Process") la croissance de grain semble limitée à 20 µm à partir de 1200°C. Ce phénomène s'explique par la différence de précipitation aux PPB. Le procédé REP engendre une précipitation peu marquée aux PPB alors que les PPB des matériaux AA et DHP sont décorés de précipités fins et peu espacés. L'étude réalisée par Lu sur l'Astroloy issu de poudres AA ou REP aboutit aux mêmes conclusions [Lu 1987].

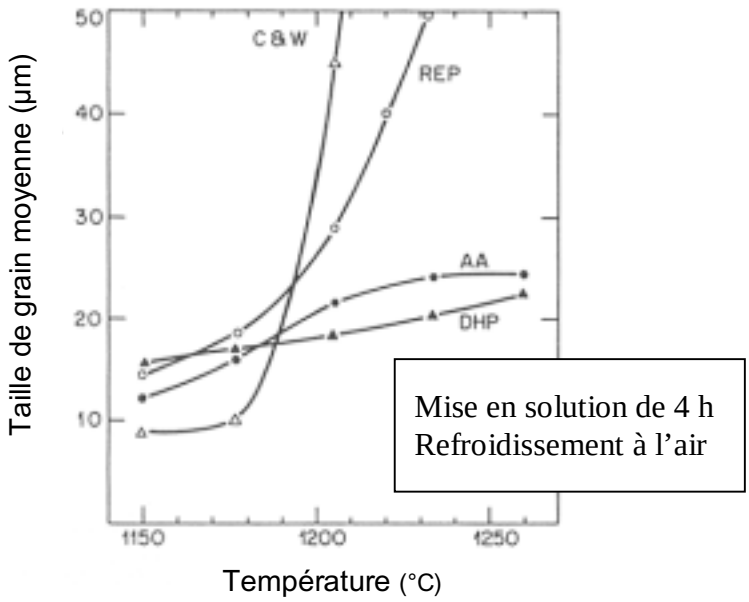


Figure 1.7 : *Évolution de la taille de grain lors d'un traitement thermique post-CIC Superalliage base nickel IN 100, REP : Rotating Electrode Process), AA : Argon Atomised, DHP : Dissolved Hydrogen Process, C&W : Cast and Wrought [Larson 1974]*

La nocivité des précipités aux PPB est double vis-à-vis de l'application haute température : d'une part, la croissance de grain est bloquée, d'autre part, la coïncidence des joints de grains et du réseau de précipités aux PPB favorise l'initiation des cavités lors de l'endommagement à chaud. Différents traitements, thermiques ou thermo-mécaniques, peuvent être effectués à chaque étape de l'élaboration par MdP pour diminuer l'effet délétère des précipités aux PPB.

<u>- sur la poudre elle-même par un mode d'atomisation plus propre des particules</u>
L'intérêt de poudres élaborées par électrode tournante vient d'être évoqué d'après les travaux de Larson et Lu. Cependant, ce procédé ne permet pas une grande capacité de production et le coût de la fabrication est très élevé.

- avant la consolidation, par un traitement thermique

Davidson propose d'appliquer un prétraitement thermique, sous pression ou non, sur la poudre avant la compaction [Davidson 1994]. Appliquée à l'Astroloy, dont le diamètre moyen de la poudre est inférieur à 75 µm, cette technique permet d'obtenir une taille de grain comprise entre 130 µm et 250 µm.

Ce type de prétraitement également utilisé pour le N18 a permis d'augmenter la taille de grain entre 565 µm et 800 µm [Raisson 1990]. La figure 1.8 montre l'influence de la taille de grain sur la durée de vie en fluage à 650°C, 750°C et 830°C. L'amélioration de la résistance au fluage avec l'augmentation de la taille de grain est d'autant plus marquée que la température est élevée et la contrainte faible.

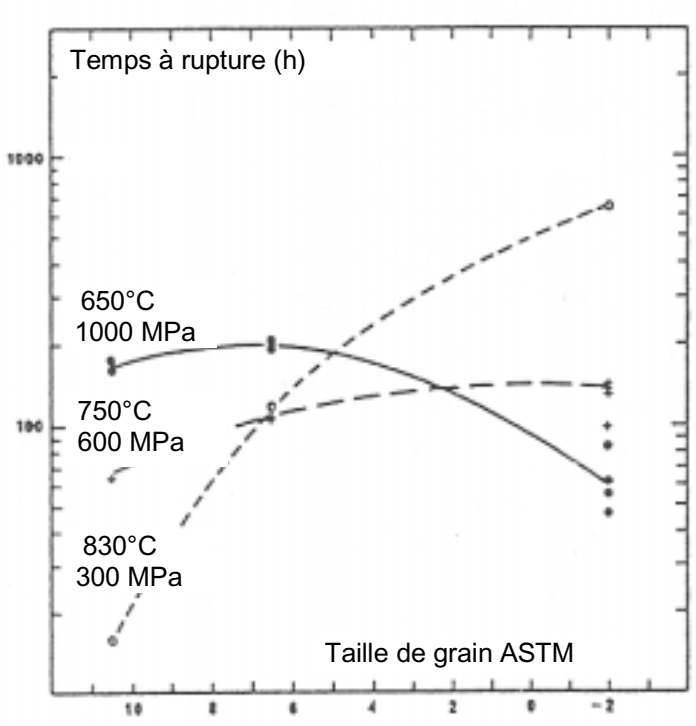


Figure 1.8 : *Influence de la taille de grain sur la durée de vie en fluage du N18 à 650°C-1000 MPa, 750°C-600 MPa et 830°C-300 MPa [Raisson 1990]*

- par un cycle de CIC sub-solidus

Il est également possible de faire grossir la taille du grain austénitique en augmentant la température du cycle de CIC. Pierron a fait varier la température de CIC de 1120°C ($T_{\gamma'solvus}$) jusqu'à 1270°C (légèrement sous la température de solidus) de lopins de poudre d'Udimet 720 atomisée sous gaz neutre et tamisée à 100 µm (mesh –140) [Pierron 2000]. Ces traitements conduisent à une augmentation significative de la taille de grain, de 20 µm à 80 µm, comme le montre la figure 1.9. Ce traitement subsolidus permet de dissoudre une grande partie des précipités présents aux PPB. Un deuxième avantage en découle puisque la forgeabilité s'en trouve améliorée, bien que la taille de grain de l'Udimet 720 augmente.

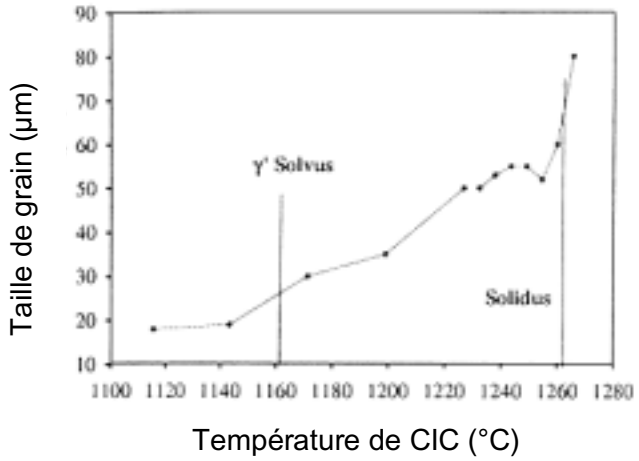


Figure 1.9 : *Effet de la température de CIC sur la taille de grain de l'Udimet 720 [Pierron 2000].*

- par un traitement thermomécanique post-consolidation

Ce traitement consiste à disperser les précipités aux PPB pour créer une répartition plus homogène des défauts.

Jain a montré l'influence de la température de forgeage isotherme après CIC et de la température du palier de mise en solution sur la taille de grain de l'Udimet 720 [Jain 2000]. Les résultats sont reportés sur le graphique de la figure 1.10. Pour des températures de forgeage inférieures à la température de dissolution des précipités γ', l'influence de la température de forgeage est faible. Au delà de 1155°C, la taille de grain est d'autant plus élevée que la température de forgeage est haute.

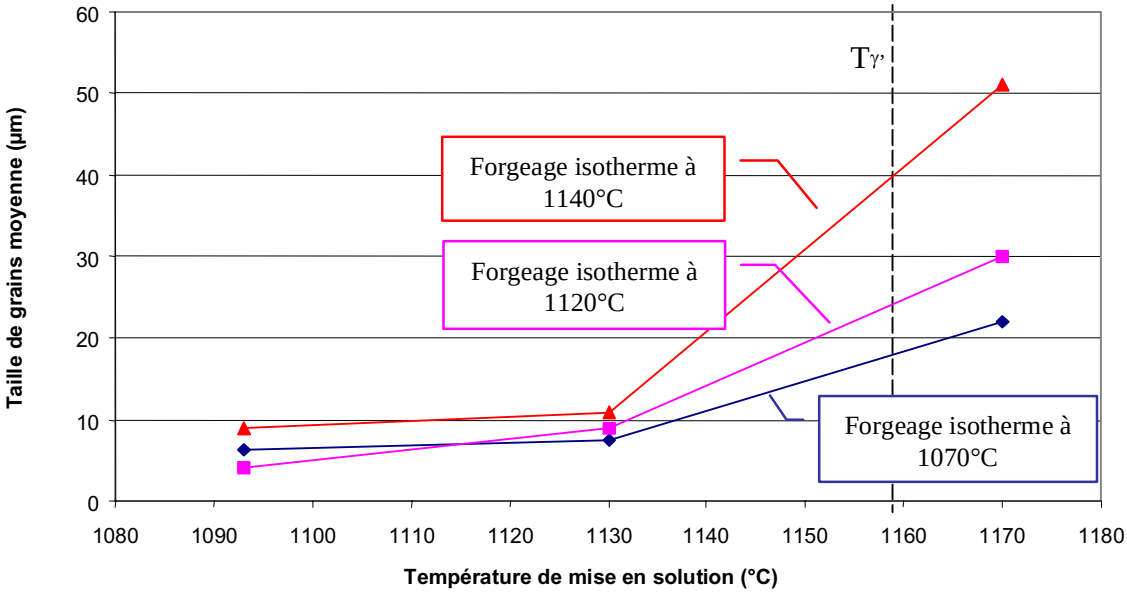


Figure 1.10 : *Évolution de la taille de grain avec la température de mise en solution pour trois températures de forgeage isotherme (1070 °C, 2 h, 1120°C, 4 h, 1130°C, 2 h) Udimet 720 CIC, d'après [Jain 2000]*
Taille de grain moyenne après CIC : 4 µm.

2 Mécanismes de déformation de fluage des superalliages

L'essentiel de cette partie est dédié aux mécanismes de déformation à haute température des superalliages. Le comportement de fluage classique d'un matériau est d'abord décrit, puis les lois de fluage sont abordées d'un point de vue macroscopique puis microscopique. Le principe des différents mécanismes de déformation est également donné et les modèles y afférents sont ensuite présentés. Pour clore ce chapitre, la fin de cette deuxième partie est consacrée aux mécanismes et aux modèles spécifiques de déformation des superalliages.

2.1 Généralités sur le fluage

2.1.1 Définition

À haute température, un matériau se déforme plastiquement sous l'application d'une contrainte constante, même si elle est inférieure à la limite d'élasticité. Ce phénomène est appelé fluage. Le domaine "haute température" correspond à un rapport T/T_f (T_f : température de fusion) supérieur à 0,3. Pour un matériau donné, la résistance au fluage dépend du domaine de température, du niveau de contrainte appliquée et des paramètres microstructuraux.
Une expérience de fluage consiste à appliquer une charge à l'extrémité d'une éprouvette, l'autre extrémité étant maintenue solidaire d'un bâti fixe. On mesure au cours du temps le déplacement de l'extrémité libre de l'éprouvette. Une courbe type de fluage, exprimant la déformation en fonction du temps, est représentée en figure 1.11. On distingue trois stades, primaire, secondaire et tertiaire définis par Andrade depuis 1910 :

Pendant le **stade primaire**, la vitesse de fluage diminue fortement, la résistance du matériau augmente. Un mécanisme d'écrouissage prédomine, des sous-structures stables de dislocations se forment.
Pendant le **stade secondaire**, la vitesse de déformation atteint sa valeur minimale et reste constante. Ce régime permanent d'écoulement plastique résulte d'un équilibre entre le durcissement dû à la déformation et la restauration favorisée par la température et la contrainte. Il est qualifié de "stade stationnaire".
Pendant le **stade tertiaire**, la vitesse de fluage augmente jusqu'à la rupture. La forme de la courbe de fluage tertiaire reflète l'accumulation d'endommagement sous forme de cavités internes.

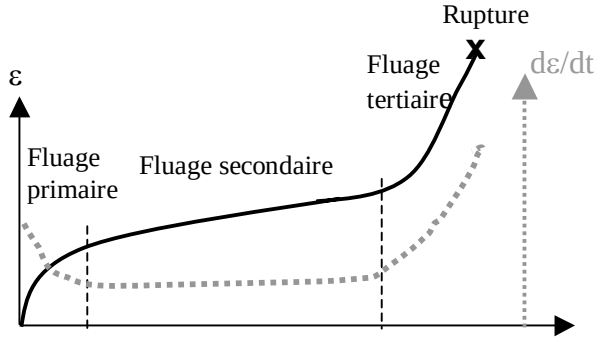


Figure 1.11: *Courbe classique de fluage*

L'étendue des trois stades de fluage varie en fonction des conditions d'essai et du matériau, mais en général, le stade primaire n'excède pas 1% de déformation. Cette déformation est de l'ordre de grandeur de la déformation tolérée pour les disques et les aubes de turbine. Toutefois, l'amplitude de la déformation de fluage diffère en fonction de la position sur la pièce. La contrainte moyenne peut valoir 1/100 du module d'Young dans une pièce et atteindre localement 1/10 du module d'Young aux zones de concentration de contraintes. La relaxation de cette contrainte requiert alors jusqu'à 10% de déformation plastique. Ainsi, la déformation s'étend dans les stades stationnaires et tertiaires de fluage [Nabarro 1995].

La durée de vie des disques de turbines varie en fonction de l'application, entre quelques centaines d'heures pour des moteurs d'avions militaires et plusieurs dizaines de milliers d'heures pour les centrales électriques. Des essais de fluages de plus de 50 000 heures sont rares et onéreux, c'est pourquoi des méthodes d'extrapolation ont été mises en œuvre pour extrapoler les résultats d'essais conduits à plus fortes contraintes.
Le stade stationnaire constitue généralement une grande partie des courbes de fluage. Beaucoup d'études portent donc sur ce domaine et la vitesse de fluage stationnaire constitue un paramètre caractéristique, appelé parfois abusivement vitesse de fluage. L'analyse du comportement en fluage revient donc souvent à déterminer une équation qui relie les sollicitations exercées sur le système à la vitesse du régime permanent. Ces relations peuvent être recherchées selon trois approches : phénoménologique, empirique et physique. Les lois **phénoménologiques** permettent d'écrire les équations d'états à partir des variables macroscopiques. Une relation **empirique** est le résultat de l'ajustement d'une courbe mathématique à des résultats expérimentaux, sans que les coefficients ne représentent des grandeurs physiques définies. Toutefois, la relation devient semi-empirique lorsqu'elle résulte de certaines hypothèses générales sur les mécanismes. Ces lois sont souvent le préambule à la recherche d'une loi physique. La loi **physique** relie mathématiquement toutes les variables utiles à la description du comportement, et seulement celles-ci, à partir de raisonnements basés sur des analyses fines des mécanismes. Les relations empiriques et phénoménologiques sont fréquemment utilisées par les ingénieurs pour le dimensionnement de structure, mais leurs extrapolations aux longues durées peuvent être dangereuses si elles ne reposent pas sur des bases physiques.

2.2 Approche macroscopique

Les modèles semi-empiriques, bâtis à partir des variables macroscopiques tirées d'un essai, sont les plus utilisés dans les sciences de l'ingénieur pour extrapoler la durée de vie sur un large domaine de températures et contraintes. C'est le cas des modèles de Monkman-Grant et de Larson-Miller.

2.2.1 Modèles de prédiction du temps à rupture ou de la déformation critique

2.2.1.1 Relation de Monkman-Grant

De nombreux matériaux obéissent à la relation définie par Monkman-Grant en 1956 telle que [Monkman 1956] :

$$\dot{\varepsilon}_s t_r = \text{constante}$$

L'application de cette relation suppose que les mécanismes mis en jeu sont inchangés dans la plage de température et de contrainte considérée.

D'après cette relation, le temps à rupture t_r est inversement proportionnel à la vitesse de fluage stationnaire $\dot{\varepsilon}_s$. Cette hypothèse revient à considérer que le fluage est assimilable au stade stationnaire, en négligeant les stades primaire et tertiaire. Elle permet donc de prévoir le temps à rupture à partir du début du fluage dès que le stade stationnaire est atteint.

2.2.1.2 Modèles de type Larson-Miller

La construction d'un diagramme de Larson-Miller consiste à représenter le logarithme de la contrainte de fluage appliquée en fonction du paramètre de Larson-Miller P défini par :

- $P=T(C+\log(t_r))$, pour estimer le temps à rupture.
- ou $P=T(C+\log(t_{a\%}))$, pour estimer le temps mis pour atteindre a% de déformation.

C une constante (de l'ordre de 20 pour les superalliages).

Cette représentation permet de prévoir la durée de vie d'un essai à partir d'une courbe maîtresse intégrant des résultats provenant d'essais à différentes températures et contraintes. Les hypothèses de cette méthode reposent sur la relation de Monkman-Grant et sur un mécanisme de fluage thermiquement activé.
La figure 1.12 représente le diagramme de Larson-Miller de l'Udimet 720 HS forgé établi pour le temps à rupture et le temps pour atteindre une déformation de fluage de 0,2 % [Sczerzernie 1988].

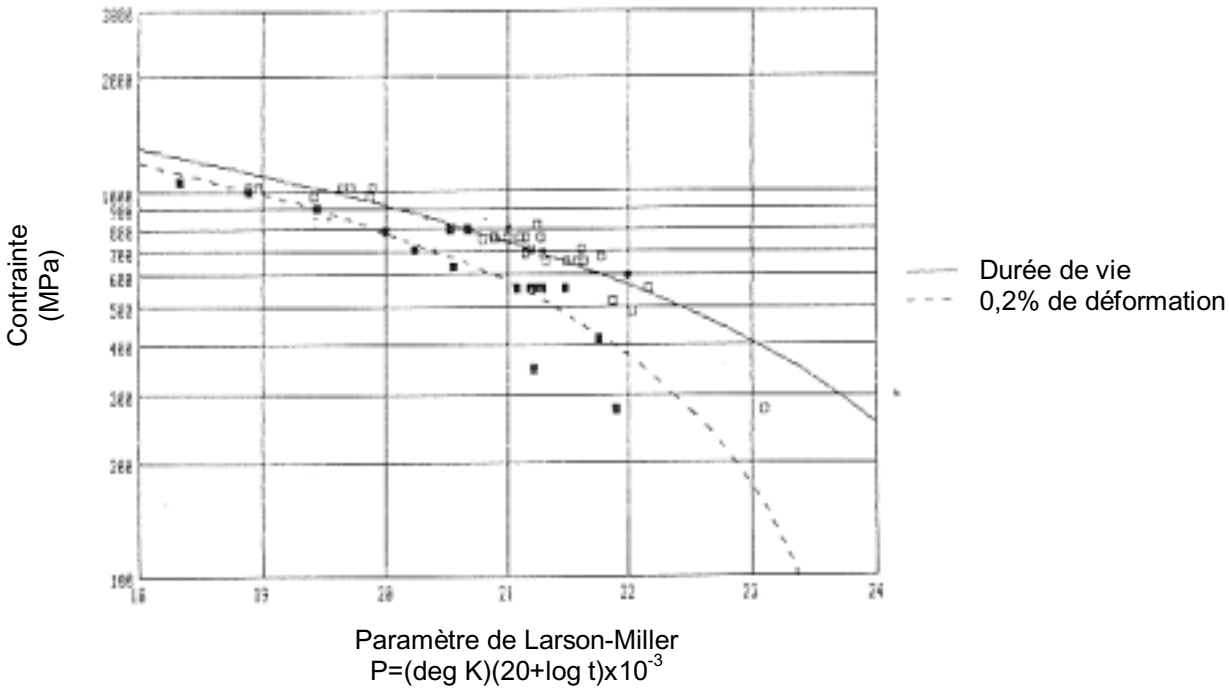


Figure 1.12 : *Diagramme de Larson-Miller de l'Udimet 720 HS forgé établi pour le temps à rupture et le temps pour atteindre une déformation de 0,2 % [Sczerzernie 1988]*

2.2.2 Modèles basés sur la vitesse de déformation stationnaire

Un classement des résultats de fluage est souvent établi en fonction de la sensibilité de la vitesse de déformation par rapport à la contrainte appliquée en traçant ces deux variables en représentation logarithmique.
Sur un large éventail de contraintes, il apparaît trois domaines décrits par des lois de comportement distinctes :
- À **basses contraintes**, la majorité des matériaux répond de manière linéaire, ainsi $\dot{\varepsilon} \propto \sigma$.
- Aux **contraintes intermédiaires**, le comportement est décrit par une loi-puissance (dite loi de Norton), $\dot{\varepsilon} \propto \sigma^n$, avec n généralement compris entre 3 et 5.
- A plus **fortes contraintes**, le matériau suit une loi exponentielle.

Le stade stationnaire de fluage constitue en général une grande partie des courbes de fluage. Il a donc été beaucoup étudié. Comme la vitesse de déformation est en général proportionnelle au coefficient d'auto-diffusion D, il est possible de regrouper sur un même graphique les résultats d'essais réalisés à différentes températures en normant la vitesse de fluage avec D et la contrainte avec le module de cisaillement de chaque température (ou le module d'Young). Une telle représentation, donnée sur la figure 1.13, permet de balayer un large spectre de vitesse de déformation. La figure a été obtenue d'après divers résultats de fluage menés sur l'aluminium pur rassemblés par Wu et Sherby [Nabarro 1995].

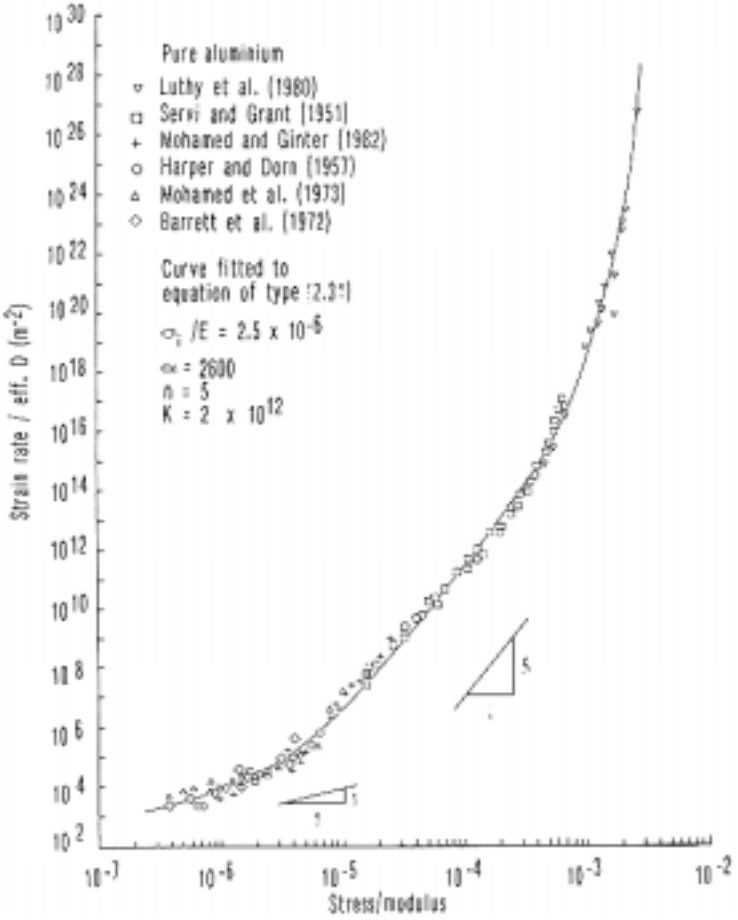


Figure 1.13 : *Vitesse de déformation stationnaire de l'aluminium sur une large gamme de contraintes, d'après Wu et Sherby, [Nabarro 1995]*

Cas des superalliages

Les superalliages et plus généralement les alliages métalliques à dispersoïdes possèdent des coefficients de sensibilité à la contrainte très élevés par rapport aux métaux purs et aux solutions solides : n est supérieur à 5 et peut atteindre des valeurs de 50 à 70 [Saint-Antonin 1995, Poirier 1976]. Pour expliquer cet écart, il a été suggéré que la vitesse de déformation ne dépendait pas de la contrainte appliquée, mais de la contrainte effective donnée par $\sigma_{eff} = \sigma - \sigma_i$, avec σ_i la contrainte interne représentant l'ensemble des effets au sein du matériau qui s'opposeraient au déplacement des dislocations [Lasalmonie 1975]. La contrainte effective correspond alors au supplément de contrainte nécessaire au franchissement des précipités par les dislocations après leur blocage. La loi-puissance est toujours applicable en remplaçant σ par σ_{eff} , et les valeurs de n sont plus faibles. Pour le N18, Provendier-Aubourg a estimé, d'après des essais de fluage avec sauts de charge réalisés à 625°C et 650°C, que la contrainte interne représentait 80 à 90 % de la contrainte appliquée (qui vaut 950 MPa et 1000 MPa dans son cas) [Provendier-Aubourg 1994].

L'allure des équations donnant la vitesse stationnaire en fonction de la contrainte appliquée a ici été établie empiriquement ou semi-empiriquement sans lien avec la réalité physique du fluage. Le paragraphe suivant vise à expliquer les mécanismes physiques correspondants.

2.3 Approche microscopique

2.3.1 Les différents mécanismes de fluage

Il existe deux grandes classes de mécanismes à l'origine de la déformation plastique à haute température : le fluage-dislocation et le fluage-diffusion. La déformation du matériau est gouvernée par l'un ou l'autre des mécanismes, en fonction de la température ou de la contrainte appliquée. Nous exposerons ici les mécanismes prédominants par ordre croissant de température, ce qui correspond à un ordre décroissant de la contrainte [Poirier 1976, Nabarro 1995]. La figure 1.14 présente schématiquement les différents modes de déformation.

- fluage-dislocation contrôlé par le glissement thermiquement activé,
- fluage-dislocation contrôlé par la restauration ou la montée,
- fluage-diffusion aux joints de grains ou dans la matrice. Le fluage-diffusion est associé à un mécanisme de glissement intergranulaire pour assurer la cohésion de la déformation aux joints de grains.

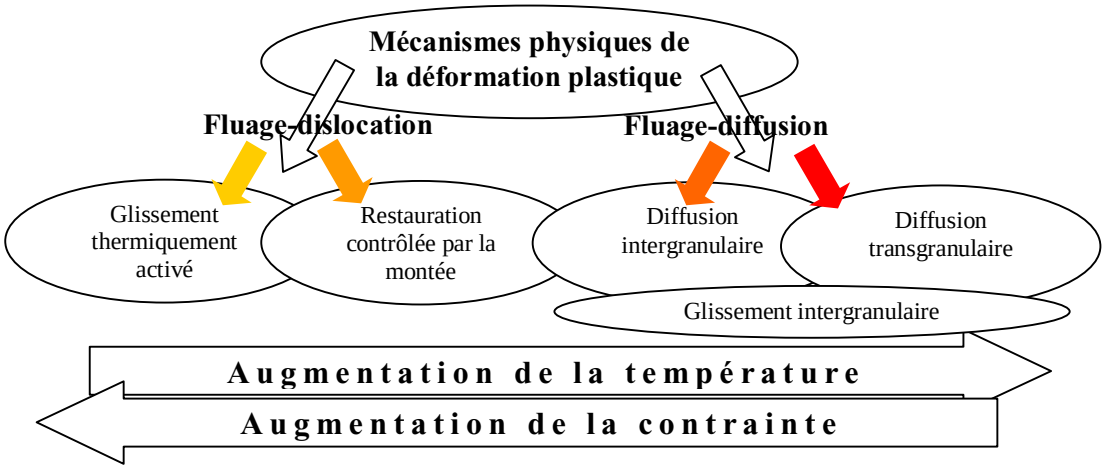


Figure 1.14 : *Représentation schématique des modes de déformation en fonction de la température*

2.3.1.1 Fluage-dislocations

a) Contrôlé par le glissement

Ce mécanisme prédomine aux températures intermédiaires et aux fortes contraintes. Pour le nickel pur, ce domaine correspond à $T/T_f<0,5$ et $10^{-4}<\sigma_s/\mu<5.10^{-3}$ (σ_s, contrainte de cisaillement et μ, module de cisaillement), comme le montre la carte d'Ashby présentée figure 1.20a, que nous expliciterons ultérieurement [Frost 1982]. Il est contrôlé par le passage thermiquement activé des obstacles au glissement des dislocations.

L'expression **physique de la loi d'écoulement** de ce domaine a été développée par Kocks et Mecking [Kocks 1976, 1987, 2001, Mecking 1981, Estrin 1996] .

La vitesse secondaire de déformation est définie à partir de l'expression d'Orowan.

$$\dot{\gamma} = \rho_m v b \qquad (1)$$

$\dot{\gamma}$ la vitesse de déformation en cisaillement,

ρ_m la densité de dislocations mobiles,
b le vecteur de Burgers,
v la vitesse des dislocations, liée au franchissement des obstacles et dépendant fortement de la contrainte et de la température. v peut donc s'écrire à partir du formalisme de l'activation thermique.

$$v = d\nu \exp\left(-\frac{\Delta G}{kT}\right) \qquad (2)$$

k la constante de Boltzman
d la distance à parcourir pour dépasser l'obstacle
ν la fréquence de saut des dislocations
ΔG l'énergie d'activation apparente, qui se décompose en deux termes :

$$\Delta G = \Delta G_0 - W \qquad (3)$$

ΔG_0 l'énergie d'activation intrinsèque, i.e. l'énergie totale nécessaire au franchissement des obstacles
W l'énergie fournie par la contrainte, produit de τ^*, la contrainte effective, et de V*, le volume d'activation.
V* le produit de l'aire balayée par une dislocation lors d'un évènement d'activation et de b le vecteur de Burgers. Il représente approximativement le nombre d'atome n impliqués dans le processus ($V^* \approx nb^3$).
La contrainte effective τ^* se déduit de la valeur expérimentale de la contrainte appliquée τ suivant :

$$\tau^* = \tau - \tau_\mu \qquad (4)$$

τ_μ la contrainte athermique, due aux contributions des mécanismes de franchissement qui ne sont pas thermiquement activés. On peut remarquer que cette définition de la contrainte effective est plus précise que celle donnée au début du paragraphe 2.2.2, pour définir une loi-puissance adaptée aux superalliages.

En reprenant l'expression d'Orowan, il vient :

$$\dot{\gamma} = \rho_m b d \nu \exp\left(-\frac{\Delta G_0 - (\tau - \tau_\mu)V^*}{kT}\right) \qquad (5)$$

Si l'on sous-entend que la résistance du matériau dépend uniquement des interactions entre dislocations, $\tau_\mu = \alpha\mu b\sqrt{\rho_f}$, avec ρ_f la densité de dislocations arrêtées, dites de la forêt [Basinski 1979].

$$\dot{\gamma} = \rho_m b d \nu \exp\left(-\frac{\Delta G_0 - \left(\tau - \alpha\mu b\sqrt{\rho_f}\right)V^*}{kT}\right) \quad (6)$$

La vitesse de déformation dépend donc de la densité de dislocations mobiles ρ_m et de la densité de dislocations arrêtées, ρ_f, qui constituent l'essentiel de la population. On estime généralement que la densité de dislocations mobiles atteint très vite son état stationnaire et on considère donc qu'elle est constante pendant l'essai de fluage. Ainsi, la plupart des modèles assimilent l'évolution de la densité de dislocations totale à l'évolution de la densité de dislocations de la forêt.
Pendant le stade stationnaire de fluage, la vitesse de déformation est constante lorsque la densité de dislocations de la forêt a atteint son état stationnaire dû à un équilibre entre le stockage et l'annihilation des dislocations.

La dépendance de la vitesse en exponentielle avec la contrainte correspond bien à la description réalisée semi-empiriquement dans le domaine des fortes contraintes. Si la contrainte est faible, il faut tenir compte de l'existence de sauts en retour en remplaçant l'exponentielle par un sinus hyperbolique.

On retrouve également une forme phénoménologique classique de la loi d'écoulement en ré-écrivant l'équation 5 sous la forme suivante [Rauch 1993, Fivel 1997] :

$$\dot{\gamma} = \rho_m b d \nu \exp\left(-\frac{\Delta G_0 - \tau_\mu\left(\frac{\tau}{\tau_\mu} - 1\right)V^*}{kT}\right) \qquad (7)$$

En supposant que $\tau^* << \tau_\mu$, un développement limité d'ordre 1 en $\left(\frac{\tau}{\tau_\mu} - 1\right)$ de cette expression conduit à :

$$\dot{\gamma} = \rho_m b d \nu \exp\left(-\frac{\Delta G_0}{kT}\right)\left(\frac{\tau}{\tau_\mu}\right)^{\frac{\tau_\mu V^*}{kT}} \qquad (8)$$

En posant

$m = \tau_\mu V^*/kT$,

$\dot{\gamma}_0 = \rho_m b d \nu \exp\left(-\frac{\Delta G_0}{kT}\right)$,

on obtient alors la formulation classique en loi puissance :

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0 \left(\frac{\tau}{\tau_\mu} \right)^{1/m} \qquad (8)$$

b) Contrôlé par la montée, ou fluage restauration

Pour le nickel pur, ce domaine correspond à $0{,}5<T/T_f<1$ et $10^{-5}<\sigma_s/\mu<5.10^{-3}$ [Frost 1982]. Toutes ces lois aboutissent à des expressions de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de la contrainte en loi puissance, dite également loi de Norton.

Modèles issus de la relation d'Orowan

Pour des températures plus élevées où la diffusion devient un mécanisme important, les dislocations peuvent monter lorsque le glissement est bloqué. Le régime stationnaire résulte d'un équilibre dynamique entre blocage et déblocage, ce qui revient à dire que le glissement entre deux obstacles est contrôlé par la montée ou le glissement dévié au niveau des obstacles. Le modèle de **Barrett et Nix de 1955** est le plus célèbre de cette catégorie : le glissement des dislocations vis génère la déformation, mais leur mouvement est gêné par la présence de crans sessiles qui ne peuvent suivre que par montée. Ces crans se déplacent par émission ou absorption de lacunes sous l'action de la contrainte appliquée. La force motrice du glissement est donc la contrainte appliquée. Un régime d'équilibre est atteint quand la force de traînage des crans est compensée par la force résultante de la contrainte appliquée. La vitesse de déformation est de la forme :

$$\dot{\varepsilon} = D_{vol}\sigma^3 \sinh\left(\frac{\sigma b^2 \lambda}{kT} \right),$$

tendant vers $\dot{\varepsilon} = D_{vol}\sigma^4$ pour les basses contraintes

D_{vol} est le coefficient de diffusion en volume,
λ la distance entre les crans.

Modèles fondés sur l'équilibre durcissement-restauration

Ces modèles dérivent de l'idée de **Bayley émise en 1926**. Il propose que le régime stationnaire est atteint lorsque l'écrouissage est compensé par la restauration des dislocations. Il montre alors que la vitesse de déformation stationnaire correspond au rapport de la vitesse de restauration r sur le taux de consolidation h. En effet, en posant que la vitesse de fluage est constante si la contrainte interne du matériau est constante au cours du temps, il vient :

$$\frac{d\sigma_i}{dt} = \left.\frac{\partial \sigma_i}{\partial \varepsilon}\right|_{\sigma_i} \dot{\varepsilon} - \left.\frac{\partial \sigma_i}{\partial t}\right|_{\varepsilon} = 0$$

le terme $\left.\frac{\partial \sigma_i}{\partial \varepsilon}\right|_{\sigma_i}$ correspond au taux de consolidation h et $\left.\frac{\partial \sigma_i}{\partial t}\right|_{\varepsilon}$ correspond à la vitesse de restauration r, et finalement, $\dot{\varepsilon} = \frac{r}{h}$.

Dans le modèle de Nabarro (1967), la diminution de la contrainte interne (restauration) est causée par l'augmentation de la taille d'un réseau tridimensionnel obtenue par un mécanisme de montée des arcs de dislocations. L'élaboration du modèle reprend la démarche de fluage-diffusion Nabarro-Herring pour lequel les sources de lacunes sont des dislocations et non les joints de grains (cf. le paragraphe 2.3.1.2 consacré au fluage-diffusion).

Un état d'équilibre est défini quand la vitesse de production de dislocations est égale à leur vitesse d'annihilation par montée. La taille d'équilibre du réseau est alors atteinte et la vitesse de déformation stationnaire s'exprime :

Dans le cas où le transport de matière se fait entre boucles :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{D_{vol} b \sigma^3}{\pi k T \mu^2} \frac{1}{\log\left(\frac{4\mu}{\pi\sigma}\right)}$$

où D_{vol} est le coefficient de diffusion en volume.

Et dans le cas où le transport de matière se fait par diffusion au cœur des dislocations :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{4 D_c b \sigma^5}{\pi^4 k T \mu^4}$$

où D_c est le coefficient de diffusion au cœur des dislocations.

Poirier montre cependant l'équivalence entre l'expression de la vitesse de fluage calculée à partir de l'hypothèse de l'équilibre durcissement-restauration et l'expression calculée à partir de la relation d'Orowan. Pour cela, il démontre qu'en exprimant les termes de restauration et de durcissement calculés dans un modèle microscopique de dislocations, on peut obtenir une expression de type Orowan.
Nous allons maintenant examiner le cas où la déformation est due aux déplacements de matière sans l'intervention de dislocations.

2.3.1.2 Fluage-diffusion et glissement intergranulaire

À plus haute température, la vitesse de déformation est uniquement contrôlée par la vitesse de diffusion des lacunes.

En 1948, Nabarro propose que le gradient de concentration de lacunes entre deux surfaces d'un cristal soumis à un champ de contraintes non hydrostatique conduit à un flux de lacunes entre les surfaces, donc à un flux de matière en sens opposé. Ceci conduit à une déformation plastique du cristal.

La fraction atomique d'équilibre des lacunes formées proche des surfaces en tension s'écrit :

$$n_+ = \exp - \left(\frac{\Delta G_f - \sigma b^3}{kT} \right)$$

Et proche des surfaces en compression.

$$n_{-} = \exp -\left(\frac{\Delta G_f + \sigma b^3}{kT} \right)$$

ΔG_f est l'énergie libre de formation des lacunes.

Le nombre de lacunes transportées par seconde vers la face en tension de surface d^2 est défini d'après la première loi de Fick par :

$$\Phi = D_L d^2 \left(\frac{n_{+} - n_{-}}{\alpha d} \right)$$

D_L est le coefficient de diffusion des lacunes et α un coefficient numérique.

La sortie d'une lacune de la face en tension correspond à un allongement de b^3/d^2. Pour ϕ atomes par seconde, la vitesse de déformation dans le cristal s'écrit donc :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{2\alpha D}{d^2} \sinh\left(\frac{\sigma b^3}{kT} \right)$$

$D = D_L n_0$, avec n_0 la fraction atomique de lacunes

Et en linéarisant pour de faibles contraintes, $\dot{\varepsilon} \propto \frac{D\sigma b^3}{d^2 kT}$.

Deux principaux modèles découlent de cette description : le modèle de Coble est consacré à la diffusion aux joints de grains et le modèle de Nabarro-Herring décrit la diffusion de matière en volume à plus forte température. Pour le nickel pur, le domaine de fluage Coble correspond à $0,4<T/T_f<0,8$ et $10^{-6}<\sigma_s/\mu<10^{-4}$, tandis que le domaine de fluage Nabarro-Herring correspond à $0,8<T/T_f<1$ et $10^{-6}<\sigma_s/\mu<10^{-5}$ [Frost 1982]. Historiquement, la loi de diffusion transgranulaire a été formulée la première.

a) diffusion transgranulaire

Le modèle de **Nabarro-Herring (1950)** considère non-plus un monocristal, mais le cas plus général de polycristaux. La démarche de Herring diffère de celle de Nabarro, car il utilise les potentiels chimiques des atomes à la place des concentrations de défauts. Le mouvement des lacunes dans un grain sous contrainte est représenté sur la figure 1.15.
La vitesse de déformation stationnaire contrôlée par la diffusion en volume s'écrit :

$$\dot{\varepsilon} = B \frac{D_{vol} \Omega}{d^2 kT} \sigma$$

D_{vol} le coefficient de diffusion en volume,
Ω le volume atomique,
d la taille moyenne des grains,
B un coefficient dépendant de la forme des grains et des conditions aux limites choisies aux joints.

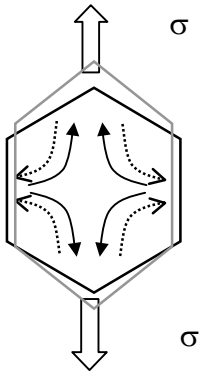
b) diffusion intergranulaire

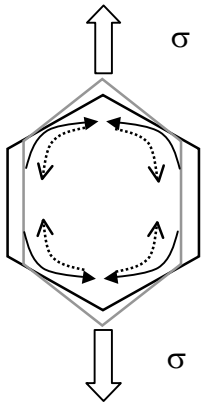
Le modèle de fluage de **Coble (1963)** devient prédominant pour des polycristaux de petite taille de grain, présentant donc une grande proportion d'interfaces. Comme Herring, la démarche de Coble est basée sur le calcul du flux de lacunes, non plus dans les grains, mais

dans les joints de grains. Le mouvement des lacunes le long des joints de grains d'un grain sous contrainte est représenté sur la figure 1.16. La relation obtenue est la suivante :

$$\dot{\varepsilon} = 148 \frac{D_{jdg} \delta \sigma \Omega}{\pi d^3 kT}$$

Avec un paramètre supplémentaire par rapport à Herring, δ la largeur du joint, et l'intervention du coefficient de diffusion aux joints de grains, D_{jdg}.





Les flèches en pointillées représentent le flux des lacunes et les flèches pleines représentent le flux d'atomes

Figure 1.15 : *Schémas de déformation par fluage-diffusion transgranulaire*

Figure 1.16 : *Schémas de déformation par fluage-diffusion intergranulaire*

On peut noter que la dépendance avec la taille de grain est en d^{-3} au lieu de d^{-2} pour le fluage Nabarro-Herring.

Nous pouvons remarquer que les équations de la vitesse de déformation stationnaire, formulées d'après les mécanismes de diffusion, aboutissent à des relations linéaires avec la contrainte. Ceci concorde donc avec les relations établies empiriquement à forte température. À la différence des relations obtenues pour décrire le fluage–dislocation, la taille de grain intervient dans les équations de fluage du domaine du fluage-diffusion. Plus la taille de grain du matériau est grande, plus la vitesse de fluage stationnaire diminue.

c) Compatibilité de la déformation aux joints de grains

Les modèles de Herring et Coble ne tiennent pas compte du fait que les grains doivent rester en contact au cours de la déformation (en l'absence d'endommagement), comme le schématise la figure 1.17. Pour cela, le fluage diffusionnel doit être accompagné de glissement aux joints de grains.

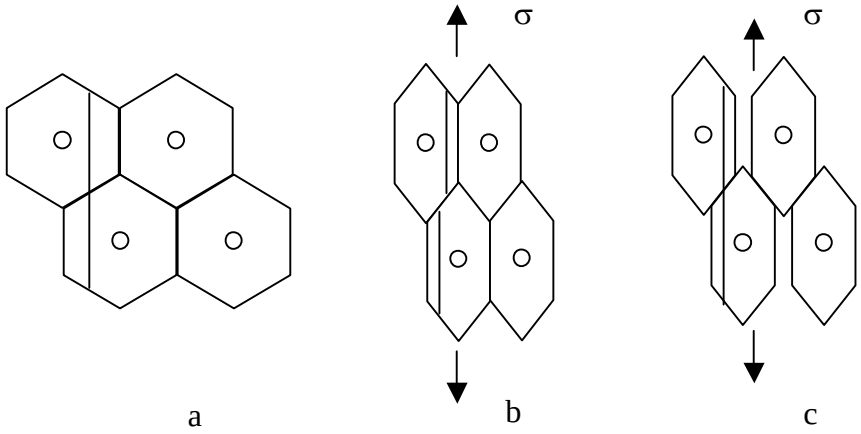


Figure 1.17 : *Fluage diffusionnel de quatre grains (a), accommodé (b) ou non (c) par le glissement aux joints [Dherbey 2000]*

En 1971, Raj et Ashby élaborent un modèle où le glissement des grains se fait par diffusion à la fois en volume et dans les joints de grains. La figure 1.18 illustre les mécanismes d'accommodation aux joints.

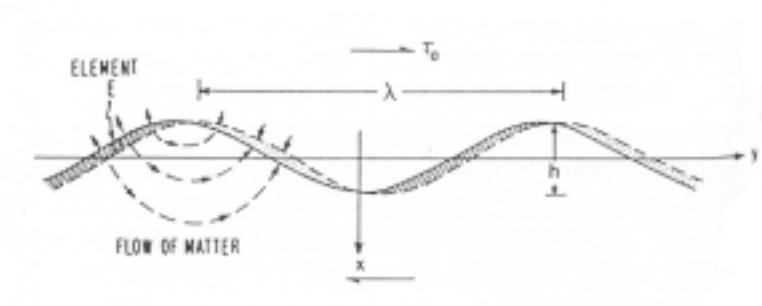


Figure 1.18 : *Joint glissant avec accommodation par diffusion, d'après Raj et Ashby, 1971 [Poirier 1976]*

En approximant la forme des joints à deux sinusoïdes, la vitesse de déformation est donnée par :

$$\dot{\varepsilon} = 40\frac{\sigma\Omega}{kT}\frac{1}{d^2}D_{vol}\left[1+\frac{\pi\delta}{\lambda}\frac{D_{jdg}}{D_{vol}}\right]$$

δ la largeur du grain,
λ la longueur d'onde de la sinusoïde, et d/2 son amplitude.

Dans les cas limites où la diffusion est faite uniquement aux joints de grains ou en volume, l'équation de Raj et Ashby se ramène à celles de Coble et Herring respectivement.

La plupart des modèles de fluage décrivent la déformation par glissement des joints de grains en considérant que la contribution mécanique des joints de grains est équivalente à un fluide Newtonien ($\dot{\varepsilon} \propto \sigma$). Cependant, Langdon et Vastava (1982) ont mis en évidence des contradictions entre des résultats expérimentaux de glissement aux joints de grains et ces

modèles [Nabarro 1995]. L'exposant de la contrainte est souvent plus proche de 3. Les modèles combinés de Ball et Hutchinson (1969) et Langdon (1970) rendent plausible l'idée d'un exposant égal à 3 en faisant intervenir la contrainte exercée par les dislocations empilées contre les joints de grains.

2.3.1.3 Influence de la taille de grain

Une grande taille de grain est souvent recherchée pour obtenir de bonnes propriétés en fluage. Cependant Lasalmonie et Strudel ont montré l'existence d'une taille de grain optimale pour laquelle la vitesse de déformation stationnaire est la plus faible [Lasalmonie 1986]. Au-delà de cette taille optimale la vitesse de déformation croît avec la taille de grain. Les auteurs expliquent cet effet, observé dans plusieurs alliages métalliques, par l'ambivalence du rôle des joints de grains : ceux-ci, soit possèdent un effet durcissant, selon la loi de Hall et Petch, soit agissent comme des chemins préférentiels de déformation. La figure 1.19 schématise un exemple de ce comportement.

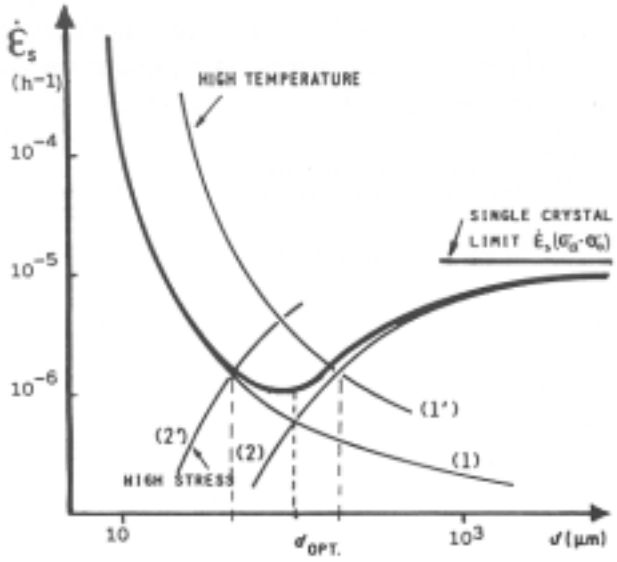


Figure 1.19 : *Existence d'une taille de grain optimale pour laquelle la vitesse de déformation stationnaire est minimale [Lasalmonie 1986]*

La courbe 1 représente la contribution du glissement intergranulaire et la courbe 2, la contribution dislocationnelle. La courbe dessinée en gras est la somme des deux contributions. Ainsi, l'augmentation de la taille de grain est favorable dans le domaine du glissement intergranulaire, car le nombre de chemins préférentiels à la déformation est diminué. En revanche, lorsque la taille de grain est supérieure à la taille de grain optimale, l'augmentation de la taille de grain est défavorable aux mécanismes de déformation intragranulaire. À très forte taille de grain, cette vitesse de déformation tend vers une valeur de saturation.
À plus forte température, courbe 1', la taille de grain optimale est repoussée vers les fortes tailles de grain. À l'inverse, à forte contrainte, courbe 2', la taille de grain optimale est repoussée vers les petites tailles de grain.

Nous avons montré que l'allure des lois empiriques déterminées pour différents domaines de température et contrainte pouvait être expliquée par des raisonnements basés sur les mécanismes de déformations microscopiques des métaux purs, dont nous avons exposé les

principaux modèles. Il existe une méthode permettant de représenter les régions de température et de contrainte où un des mécanismes est prédominant. Il s'agit des cartes d'Ashby.

2.3.2 Carte d'Ashby :

En 1982, Frost et Ashby regroupent sur leur carte (σ,T) les principaux mécanismes de déformation de fluage. Elles sont construites pour un matériau et une taille de grain donnés. Les domaines de prédominance de chaque mécanisme sont tracés en fonction des axes normalisés : [contrainte de cisaillement (σ_s) / module de cisaillement (μ)] et [température / température de fusion (T_m)]. Les courbes des isovitesses sont également portées sur ce diagramme [Frost 1982].

Il n'existe pas de carte d'Ashby pour tous les matériaux, notamment pour les plus récents. Nous présentons donc d'abord la carte d'Ashby du nickel pur, figure 1.20a, puis deux cartes du superalliage Mar-M 200, seules cartes de superalliage disponibles, établies pour deux tailles de grains différentes (figures 1.20b et c). Nous étudierons d'une part l'effet des éléments d'addition et d'autre part l'effet de la taille de grain pour un matériau donné.

Les différents domaines de fluage exposés au paragraphe 2.4 sont portés sur les cartes. On retrouve à forte contrainte et basse température le domaine de fluage-dislocation appelé également loi-puissance ("power-law creep"). Dans ce domaine, Ashby fait la distinction entre les basses températures (LT) où glissement et montée interviennent, et le fluage haute température (HT) où la montée prévaut. À forte température et basse contrainte le fluage-diffusion prédomine : en volume pour les plus hautes températures (fluage de type Nabarro-Herring) et aux joints de grains pour des températures plus faibles (fluage de type Coble).

Ashby situe pour exemple le domaine de fonctionnement d'une aube de turbine sur les cartes du nickel pur et du MAR-M200 de taille de grain 100 µm et 1 cm. Pour le **nickel pur**, les conditions de fonctionnement de la turbine recouvrent le domaine de loi-puissance. Les vitesses de déformation stationnaires associées s'élèvent jusqu'à 1 s^{-1}. Ces conditions sont rédhibitoires pour l'application. Grâce aux mécanismes de renforcement introduits dans le MAR-M200, la vitesse de déformation de l'aube est réduite d'un facteur 10^5. De plus, le mécanisme dominant de fluage a évolué vers le fluage-diffusion intergranulaire. Dans ce domaine de fluage, un autre moyen pour réduire la vitesse de déformation consiste à augmenter la taille de grain. En passant de 100 µm à 1 cm de taille de grain, la vitesse de déformation atteint un niveau très faible, inférieur à $10^{-10}s^{-1}$. En augmentant la taille de grain, le domaine de loi-puissance s'étend au détriment du domaine de diffusion intergranulaire car les mécanismes intragranulaires sont favorisés. De même, le domaine de fluage-diffusion intragranulaire est repoussé vers les basses températures.

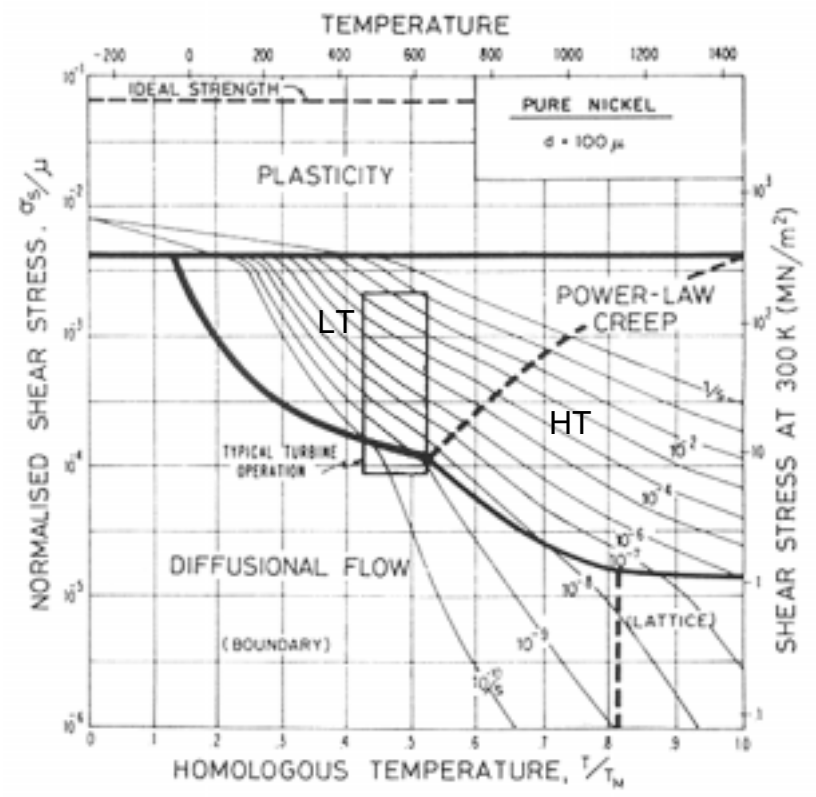


Figure 1.20a: *Carte des mécanismes de déformation dans le cas du nickel pur de 100 µm de taille de grain [Frost 1982]*

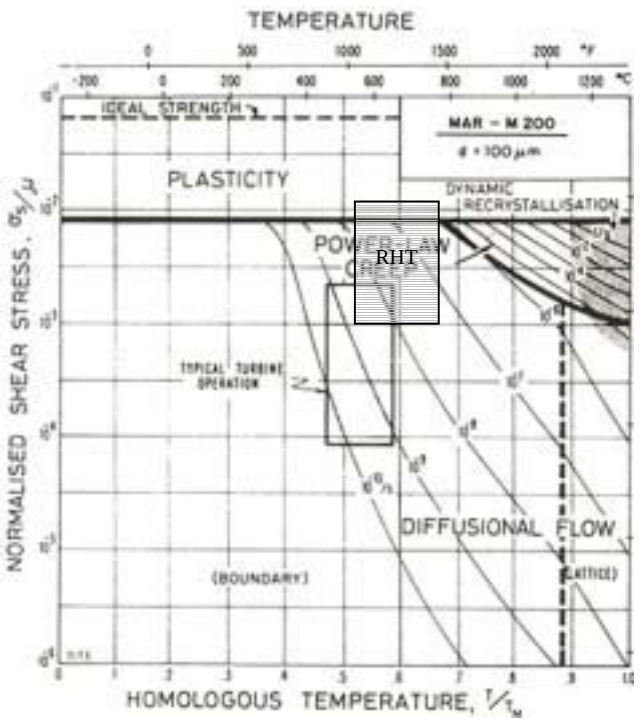


Figure 1.20b: *Carte des mécanismes de déformation dans le cas du MAR-M200 de 100 µm de taille de grain [Frost 1982]*

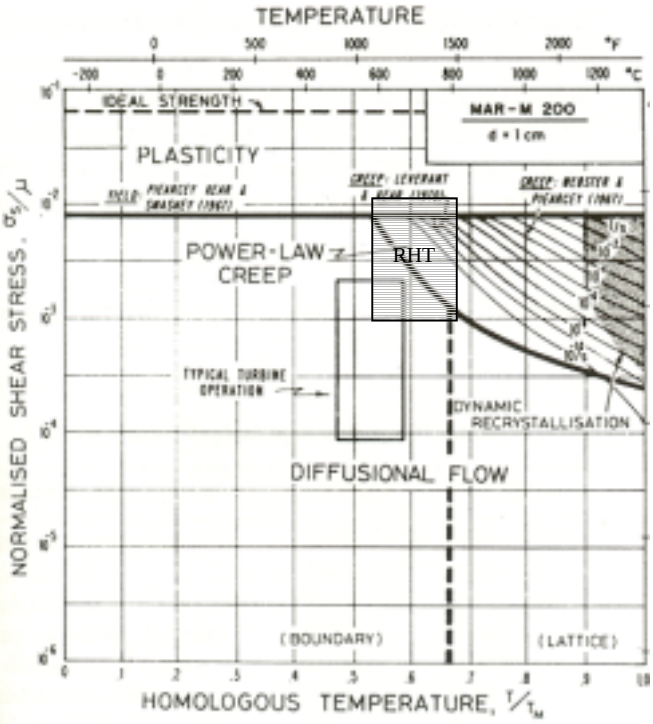


Figure 1.20c : *Carte des mécanismes de déformation dans le cas du MAR-M200 de 1 cm de taille de grain [Frost 1982]*

Nous avons également indiqué sur les cartes du MAR-M200, les conditions de fonctionnement du disque de la turbine de RHT, d'après le cahier des charges défini dans le chapitre introductif. Sur la carte du superalliage à petits grains, le repère se situe dans le domaine du fluage-diffusion aux joints de grains et déborde légèrement sur le domaine de fluage contrôlé par le glissement thermiquement activé. Aux plus fortes contraintes, ces deux mécanismes peuvent donc intervenir conjointement. Dans le cas de la carte du MAR-M200 à gros grains, les conditions d'utilisation du disque recouvrent trois domaines de mécanismes de fluage : fluage-diffusion aux joints de grains, fluage contrôlé par le glissement thermiquement activé, comme pour le matériau à grains fins, et également le fluage-dislocation.

Même s'il n'existe pas de carte d'Ashby pour l'Udimet 720, ces cartes donnent une première idée du mécanisme de fluage qui pourrait être prépondérant pour l'application considérée. En l'occurrence, il semble que plusieurs mécanismes interviendraient concomitamment dans un disque de RHT.

2.3.3 Modèles de comportement de fluage

Les modèles de fluage élaborés pour chaque mécanisme physique de fluage décrivent la vitesse stationnaire de fluage. Ces modèlent conviennent donc pour la majorité des matériaux qui possèdent un stade stationnaire prédominant. Cependant, certains alliages possèdent un comportement particulier : le stade primaire est directement suivi du stade tertiaire. Les modèles classiques ne sont alors plus adaptés. Ce type de comportement de fluage, où le stade tertiaire est prépondérant, a été observé sur divers alliages industriels tels que des aciers, des alliages d'aluminium et des superalliages à base de nickel [Dyson 2000], dont le N18 [Provendier-Aubourg 1994] et l'Udimet 720 forgé [Chateau 1999].

Des lois spécifiques ont donc été développées depuis les années 1975 pour décrire les courbes complètes de fluage, permettant ainsi de déterminer des critères de dimensionnement plus pertinents. Parmi ces lois, les approches basées sur la mécanique d'endommagements continus (CDM pour "Continuum Damage Mechanics") seront d'abord décrites, puis comparées à trois autres méthodes de prédictions utilisées dans l'industrie : méthode du paramètre Ω, méthode de projection θ et approche de Chaboche.

2.3.3.1 Modèles de fluage basés sur la mécanique d'endommagement continu (CDM)

Le principe de l'approche de la mécanique d'endommagement continu (CDM) consiste à prendre en compte des mécanismes de **dommage** du stade tertiaire dans la loi de comportement du matériau. Le terme **dommage**, issu de l'anglais "damage", est introduit dans la formulation des CDM par autant de paramètres sans dimension que l'on dénombre de types de dommages. Ce terme recouvre des mécanismes très différents. Soit une diminution progressive réelle de la section, par l'augmentation de la fraction volumique de cavités, soit une diminution progressive effective, par coalescence des précipités durcissants. Le paramètre de dommage désigne également tout procédé d'adoucissement augmentant la vitesse de déformation intrinsèque, via l'augmentation de la densité de dislocations mobiles par exemple. Ainsi, nous utiliserons par la suite le terme de **dommage**, plus générique que le terme d'endommagement habituellement réservé aux mécanismes de cavitation.

a) Modèle de Kachanov/Rabotnov

La base empirique des CDM revient à Kachanov et Rabotnov dans les années 1950 [Dyson 2000]. Bien que la diminution de résistance du matériau soit due à différents mécanismes de dégradation, Kachanov propose de quantifier ces changements par un unique paramètre

empirique, D. La loi de fluage est décrite par une loi–puissance, couplée à une équation traduisant l'évolution du dommage, également en loi puissance :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \left(\frac{\sigma}{\sigma_0 (1 - D)} \right)^n$$

$$\dot{D} = \dot{D}_0 \left(\frac{\sigma}{\sigma_0 (1 - D)} \right)^\upsilon$$

Dans ce modèle, un seul paramètre de dommage est utilisé. Ceci présente l'avantage de simplifier l'implantation du modèle dans un code de calcul, mais rend impossible la description du comportement d'alliages soumis à des sollicitations complexes. De plus, l'utilisation de lois-puissance apparaît insuffisante pour quantifier un comportement sur un large spectre de contraintes et de températures.

b) Modèle de Dyson et McLean

Plus récemment, Dyson et Osgerby (1993) proposent une loi en sinus hyperbolique, d'après le formalisme de l'activation thermique (cf. paragraphe 2.3.1.1), pour décrire la vitesse de déformation des alliages durcis par précipités, sans introduire de paramètre de dommage. Le paramètre H (pour Hardening) représente l'évolution du matériau pendant le stade primaire.

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \sinh\left(\frac{\sigma(1 - H)}{\sigma_0} \right)$$

$$\dot{H} = \frac{h'}{\sigma} \left(1 - \frac{H}{H^*} \right) \dot{\varepsilon}$$

H une mesure de la contrainte interne générée par les contraintes distribuées autour des particules non déformables plastiquement.
H* la valeur de saturation de H,
h' une constante du matériau proportionnelle à la fraction volumique de particules et au module d'Young.

Les paramètres $\dot{\varepsilon}_0$ et σ_0 sont fonctions des propriétés physiques fondamentales du matériau : coefficient de diffusion, densité de dislocations crans, paramètres de mailles, fraction volumique et répartition des particules.

Afin de décrire la courbe complète de fluage, un paramètre de dommage D (pour Damage) sera introduit dans le modèle de Dyson et Osgerby. L'identification et la formulation de ce paramètre D reposent sur des travaux réalisés auparavant par Ashby et Dyson [Ashby 1984].

Ayant défini les paramètres d'écrouissage, H, et d'endommagement, D_i, les CDM sont formulées par le système d'équations différentielles couplées suivant :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}(\sigma, T, H, D_i)$$

$$\dot{H} = \dot{H}(\sigma, T, H, D_i)$$

$$\dot{D}_i = \dot{D}_i(\sigma, T, H, D_i)$$

Le développement des lois de dommage D_i repose sur quatre étapes :

- identifier les différents mécanismes de dommage,
- définir les variables adimensionnelles de dommage de chaque mécanisme,
- incorporer les variables D_i dans les équations d'écoulement et d'écrouissage,
- développer la loi d'évolution de chaque variable.

En 1984, Ashby et Dyson identifient quatre catégories de dommage en fluage : la réduction de section externe, la diminution de section interne, la dégradation de la microstructure et l'attaque par l'environnement gazeux. En 1988, Dyson propose une nouvelle classification, basée sur les différentes cinétiques de dommage. Il dégage trois grandes classes :

- le dommage induit par la contrainte, dont la loi cinétique est alors $\dot{D} = \dot{D}(\sigma, T, H, D)$,
- le dommage thermiquement induit, $\dot{D} = \dot{D}(T, D)$,
- le dommage dû à l'environnement, $\dot{D} = \dot{D}(\sigma, T, H, D, R)$ ou $\dot{D} = \dot{D}(T, D, R)$ avec R le rayon de l'éprouvette.

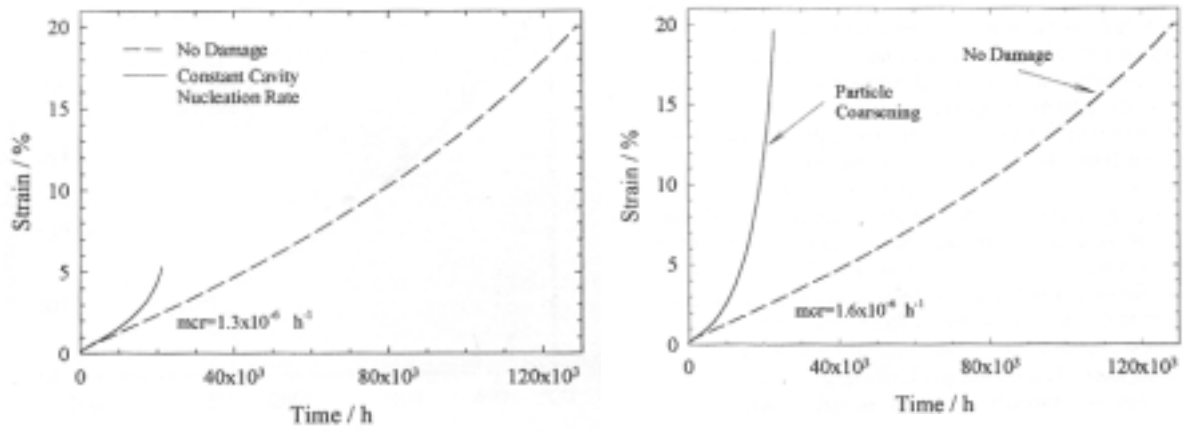
En 1998, Dyson et McLean ont regroupé les différentes formulations de l'endommagement et défini un modèle de fluage donnant donc, **à chaque instant**, la vitesse de déformation [Dyson 1998] et [McLean 2000]. Le tableau 1.3 recense les différentes formulations du modèle en fonction du type de dommage.

Catégorie de dommage en fluage	Mécanisme de dommage	Paramètre dommage	Vitesse du dommage	Vitesse de fluage
Déformation $\dot{D} = \dot{D}(\sigma,T,H,D)$	Nucléation de cavités	$D_N = \frac{\pi d^2 N}{4}$	$\dot{D}_N = \frac{k_N}{\varepsilon_{r,u}} \dot{\varepsilon}$	$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \sinh\left(\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0(1-D_N)}\right)$
	Croissance des cavités	$D_N = \frac{\pi d^2 N}{4}$ $D_G = \left(\frac{r}{l}\right)^2$	$\dot{D}_N = 0$ $\dot{D}_G = \frac{d}{2lD_G} \dot{\varepsilon}$	$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \sinh\left(\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0(1-D_N)}\right)$
	Croissance dynamique du sous-grain	$D_{sg} = 1-\left(\frac{r_{sg,i}}{r_{sg}}\right)$	?	?
	Multiplication des dislocations mobiles	$D_d = 1-\left(\frac{\rho_i}{\rho}\right)$	$\dot{D}_d = C(1-D_d)^2 \dot{\varepsilon}$	$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\varepsilon}_0}{1-D_d} \sinh\left(\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0}\right)$
Thermique $\dot{D} = \dot{D}(T,D)$	Coalescences des particules	$D_p = 1-\left(\frac{P_i}{P}\right)$	$\dot{D}_P = \frac{K_P}{3}(1-D_P)^4$	$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \sinh\left(\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0(1-D_N)}\right)$
	Déplétion des éléments en solution solide	$D_s = 1-\left(\frac{\bar{c}_t}{c_0}\right)$	$\dot{D}_s = K_s D_s^{1/3}(1-D_s)$	$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\varepsilon}_0}{(1-D_s)} \sinh\left(\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0}\right)$
Environnement $\dot{D} = \dot{D}(\sigma,T,H,D,R)$	Fracture en surface des produits de corrosion	$D_{corr} = \frac{2x}{R}$	$\dot{D}_P = \frac{1}{R}\left(\frac{K_c \dot{\varepsilon}}{\varepsilon^*}\right)^{1/2}$	$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \sinh\left(\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0(1-D_{ox})}\right)$
$\dot{D} = \dot{D}(T,D,R)$	Oxydation interne	$D_{ox} = \frac{2x}{R}$	$\dot{D}_P = \frac{K_{ox}}{R^2 D_{ox}}$	$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \sinh\left(\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0(1-D_{ox})}\right)$

Tableau 1.3 : *Récapitulatif de l'évolution des lois pour différents types de dommages [Dyson 1998]*

D : paramètre d'endommagement
l : espacement entre cavités
P : espacement entre particules
σ : contrainte uniaxiale
$\varepsilon_{r,u}$: déformation uniaxiale à la rupture
K_p : vitesse constante de coalescence des précipités
T : température
k_N : constante de cavitation ⩽ 1/3
$\bar{c}_t$: concentration en W et/ou Mo dans la matrice au temps t
R : rayon de l'éprouvette
r_{sg} : rayon des sous-grains
$\bar{c}_o$: concentration en W et/ou Mo dans la matrice à t=0
d : taille de grain
ρ : densité de dislocations
N : densité de cavités aux joints de grains
C : constante du matériau
c : rayon des cavités
K_s : vitesse constante de précipitation de particules
x : épaisseur de la phase oxydée/corrodée
K_c : vitesse constante de corrosion en surface
ε^* : déformation nécessaire pour fracturer le produit de corrosion
K_{ox} : vitesse constante d'oxydation interne

Les figures 1.21a et b représentent deux exemples de simulations effectuées à partir des équations de Dyson et McLean, donnant la déformation de fluage en fonction du temps d'essais conduits à 150 MPa sous 850°C sur de l'IN 738 LC. Ces exemples illustrent la différence entre un dommage de type nucléation de cavités (figure 1.21a) et un dommage de type coalescence des précipités (figure 1.21b). La courbe en traits pointillés correspond dans les deux cas à la déformation en fluage sans endommagement, avec la seule contribution de l'écrouissage et de l'augmentation de la contrainte vraie [Dyson 2000].



a b

Figure 1.21 : *Simulation de la déformation en fluage à 150 MPa sous 850°C de l'IN 738 LC avec endommagement par nucléation de cavités (a) ou par coalescence des précipités (b). La courbe en pointillée correspond dans les deux cas à la déformation en fluage sans dommage [Dyson 2000]*

Ainsi, il est possible d'intégrer au sein d'une même équation un paramètre d'écrouissage et plusieurs paramètres de dommage, comme l'augmentation du flux de dislocations mobiles, D_d, la coalescence des précipités γ', D_p, et l'endommagement par cavitation, D_c :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \frac{1}{(1-D_d)} \sinh\left(\frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0 (1-D_p)(1-D_c)} \right)$$

D_d, D_p et D_c, représentent les paramètres des différentes contributions de l'endommagement. En général, plusieurs mécanismes opèrent simultanément, avec seulement un ou deux mécanismes prédominants : le fluage de courte durée est contrôlé par un type d'endommagement (par exemple l'accumulation de dislocations) et le fluage de longue durée par un second (par exemple la cavitation).
L'expression des constantes matériau $\dot{\varepsilon}_0$ et σ_0 a évolué en fonction des dates des articles et des auteurs. Les diverses formulations recensées dans la littérature sont regroupées dans le tableau 1.4.

	$\dot{\varepsilon}_0$	σ_0
Dyson et McLean, 1998[1]	$\dot{\varepsilon}_0 = k'\rho_m \frac{1-\Phi_p}{\Phi_p} c_j D_{vol}$	$\sigma_0 = \frac{kT}{\alpha\mu b^3}\sigma_{or}$
	Dépend de la fraction volumique de précipités par une approche "assez grossière"	Dépend de la contrainte de contournement d'Orowan
Dyson, 2000[2]	$\dot{\varepsilon}_0 = k'\rho_m \sqrt{\Phi_p}(1-\Phi_p)(1-\sqrt{\Phi_p})c_j D_{vol} \times \exp-\frac{Q}{RT}$	$\sigma_0 = \frac{kTF(\Phi_p)}{\alpha\mu b^3}\sigma_{or} \times \left(\left[1-\exp-\frac{\Delta H}{RTs}\left(\frac{Ts}{T}-1\right)\right]\right)$
	Dépend de la fraction volumique de précipités par une expression plus fine et introduit l'énergie d'activation de la diffusion et de la formation des dislocations coin.	La fonction F(Φp) tient compte de la redistribution des contraintes sur les précipités γ' et tient compte de la diminution de la fraction volumique de précipité avec la température.
Basaolalto, Dyson et McLean, 2003[3]	$\dot{\varepsilon}_0 = \frac{2\rho_m\sqrt{\Phi_p}}{M}(1-\Phi_p)(\sqrt{\frac{\pi}{4}}-\sqrt{\Phi_p})c_j D_{vol} \times \exp-\frac{Q}{RT}$	$\sigma_0 = \frac{MkT}{\lambda_p b^2}\left(\left[1-\exp-\frac{\Delta H}{RTs}\left(\frac{Ts}{T}-1\right)\right]\right)$
	Défini k' à partir de la densité de dislocations mobiles	Défini la contrainte de contournement d'Orowan en fonction de la distance entre les précipités λp
Mannonukul 2002[4]	$\dot{\varepsilon}_0 = \frac{2\rho_n\rho_i\left(\left(\frac{4\pi}{3\Phi_p}\right)^{1/3}-2\right)}{\left(\frac{4\pi}{3\Phi_p}\right)^{1/3} M} b^2 \nu \exp-\frac{\Delta F}{kT}$	$\sigma_0 = \frac{MkT}{\Delta V}$
	Diffère de l'équation de base de Dyson en considérant que la génération des dislocations glissiles ne dépend pas de la fraction volumique de précipités.	Dépend du mode de franchissement des précipités via le volume d'activation.

k' et α sont des constantes proches de 1
Φ_p est la fraction volumique de particules,
c_j la densité de dislocations coin,
σ_{or} la contrainte d'Orowan,
Q, l'énergie d'activation de la diffusion et de la formation des dislocations coins
M le facteur de Taylor
Ts la température de dissolution des précipités γ'
ν la fréquence de saut des dislocations
ΔH l'enthalpie (empirique)
ΔF l'énergie libre d'Helmoltz
ΔV le volume d'activation apparent
D_{vol} le coefficient de diffusion en volume

Tableau 1.4 : *Expressions des variables $\dot{\varepsilon}_0$ et σ_0 des modèles de type Dyson et McLean*
[1] [Dyson 1998], [2] [Dyson 2000], [3] [Basolalto 2003], [4] [Mannonukul 2002]

Le caractère physique des paramètre des modèles CDM cités précédemment permet de minimiser le nombre de variables d'ajustement en déterminant physiquement les paramètres pertinents qui gouvernent le comportement de fluage. On peut dénombrer le nombre de variables nécessaires pour décrire la vitesse de déformation à partir de l'expression suivante :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \exp(-\frac{Q}{RT}) \frac{1}{(1-D_d)} \sinh\left(\frac{\sigma(1-H)\Delta V}{MkT(1-D_p)(1-D_c)} \right)$$

- T et σ sont données par les conditions expérimentales,
- Q et ΔV peuvent être déterminés expérimentalement,
- $\dot{\varepsilon}_0$ est une constante du matériau.
- l'évolution de la variable d'écrouissage H, décrite par $\dot{H} = \frac{h'}{\sigma}\left(1 - \frac{H}{H^*}\right)\dot{\varepsilon}$, requiert l'identification des deux paramètres, h' et H*.

Le nombre total de variables d'ajustement dépend ensuite du nombre de paramètres de dommage introduits, chaque paramètre comportant entre une et deux variables (tableau 1.4). Ainsi, si le comportement de fluage peut être entièrement décrit par un paramètre de dommage, le nombre de variables d'ajustement est de quatre ou cinq.

Si l'on compare cette dernière équation de la vitesse de déformation à la formulation du modèle proposée par Estrin et Kubin [Estrin 1986] (issue des travaux de Kocks et Mecking exposés au paragraphe 2.3.1.1), on constate qu'elles sont similaires :

Le modèle d'Estrin et Kubin permet de décrire les stades primaires et secondaires de la courbe de fluage, uniquement à partir des variations de densité des dislocations mobiles et des dislocations de la forêt. La vitesse de déformation s'écrit :

$$\dot{\varepsilon} = A\rho_m \exp\left(\frac{\sigma - \sigma_f}{kT} \Delta V \right)$$

σ_f prend en compte la densité de dislocations de la forêt ρ_f par la relation $\sigma_f = \alpha\mu b\sqrt{\rho_f}$. Ce terme est donc comparable à la variable d'écrouissage H du modèle de Dyson et McLean.

ρ_m est la densité de dislocations mobiles. Son évolution dépend de mécanismes de multiplication et d'annihilation et de la densité de dislocations de la forêt. L'évolution de ces deux densités peut alors être décrite par deux équations différentielles couplées :

$$\frac{1}{\rho_m v b}\frac{d\rho_m}{dt} = \frac{C_1}{b^2}\left(\frac{\rho_f}{\rho_m}\right) - C_2\rho_m - \frac{C_3}{b}\sqrt{\rho_f}$$

$$\frac{1}{\rho_m v b}\frac{d\rho_f}{dt} = C_2\rho_m + \frac{C_3}{b}\sqrt{\rho_f} - C_4\rho_f$$

C_1 est un terme de multiplication,
C_2 un terme d'annihilation entre dislocations (restauration dynamique),

C_3 représente l'immobilisation des dislocations sur la forêt,
C_4 représente le réarrangement de la forêt par montée.

C_1 et C_3 sont des constantes et C_2 et C_4 sont thermiquement activées.

Chaque constante C décrit un type d'interaction entre dislocations, générant soit une multiplication, soit une immobilisation, soit une annihilation, tel que $\frac{1}{\rho_m vb}\frac{d\rho_m}{dt} = \frac{C}{b\Lambda}$, avec Λ le libre parcours moyen inhérent à chaque mécanisme. Lorsque Λ dépend de la réaction des dislocations entre elles, comme dans le cas de la restauration dynamique, $\frac{1}{\rho_m vb}\frac{d\rho_m}{dt}$ est alors proportionnel à la densité de dislocations.

Ainsi, le paramètre pré-exponentiel ρ_m peut être rapproché du paramètre d'endommagement pré-exponentiel $1/(1-D_d)$ proposé par Dyson et McLean tel que $\dot{D} = C(1-D)^2\dot{\varepsilon}$, où C est une constante (cf. tableau 1.3).

2.3.3.2 Comparaison des lois CDM avec d'autres méthodes de prédiction

a) Méthode de projection θ [Evans 1992]

La méthode de projection θ a été introduite par Evans et Wilshire pour extrapoler avec précision les données de fluage d'essais de courtes durée à des données de dimensionnement à long terme. Elle s'applique pour un couple (température-contrainte) donné. Chaque courbe de fluage est alors décrite par deux paramètres (θ_1 et θ_2) pour décrire la vitesse de déformation du stade primaire $\dot{\varepsilon}_p$ et deux paramètres (θ_3 et θ_4) pour la vitesse du stade tertiaire $\dot{\varepsilon}_t$. Ainsi,

$$\dot{\varepsilon}_p = \theta_1\theta_2\, e^{-\theta_2 t} = \theta_2(\theta_1 - \varepsilon_p)$$
$$\dot{\varepsilon}_t = \theta_3\theta_4\, e^{\theta_4 t} = \theta_4(\theta_3 + \varepsilon_t)$$

Cette écriture suppose que θ_1 et θ_2 sont indépendants de θ_3 et θ_4, et que la cinétique des mécanismes de dommage du stade tertiaire est indépendante du stade primaire.

En considérant que la déformation totale de fluage peut s'écrire comme la somme de la déformation du stade primaire et du stade tertiaire, on obtient :

$$\varepsilon = \theta_1(1-e^{-\theta 2t}) + \theta_3(e^{-\theta 4t}-1)$$

Les quatre paramètres θ dépendent chacun de la température et de la contrainte, selon la fonction logarithmique suivante :

$$\log\theta_i = \alpha_i + \sigma\beta_i + T\gamma_i + \delta_i\sigma T \quad (i=1,\ldots 4)$$

où α_i, β_i, γ_i et δ_i sont des constantes du matériau.

Ainsi, seize paramètres sont requis pour prédire la déformation en fonction du temps d'un essai à température et à contrainte constantes, plus un paramètre pour prédire le temps à

rupture à ductilité constante. La complexité de l'approche peut être justifiée par la grande précision que confère sa méthode d'extrapolation sur des temps très longs.
Cette méthode ne peut pas s'appliquer directement à des chargements complexes pour lesquels la température et la contrainte évoluent dans le temps.

b) Méthode du paramètre Ω [Prager 1995]

La méthode du paramètre Ω a été développée pour prédire la durée de vie restante de matériaux en service. La vitesse de déformation est considérée proportionnelle à l'exponentiel de la déformation multipliée par Ω, un paramètre d'endommagement "composite" :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_i \exp \Omega\varepsilon$$

tel que :

$$\dot{\varepsilon}_i = \dot{\varepsilon}_0 (\sigma / \sigma_0)^n ,$$
$$\Omega = n+p+c,$$

$n \propto p$ dans le cas d'un dommage par cavitation
c une constante permettant de prendre en compte des évolutions de microstructure.

La plupart des hypothèses formulées par Prager rejoignent celles des CDM, mais dans la méthode du paramètre Ω, le stade tertiaire est principalement décrit par un phénomène de cavitation sans tenir compte de l'influence du vieillissement microstructural sur la durée de vie.

c) Approche de Chaboche [Lemaître 1988, Dyson 2000]

Le modèle de Chaboche repose sur deux approches phénoménologiques. L'évolution de la surface d'écoulement est décrite par un terme d'écrouissage isotrope et par un terme d'écrouissage cinématique. La loi d'écoulement s'écrit en uniaxial :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 f(|\sigma - \sigma_k| - \sigma_{is}) \operatorname{sgn}(\sigma - \sigma_k)$$

f fonction généralement en loi puissance,
σ_k terme d'écrouissage cinématique,
σ_{is} terme d'écrouissage isotrope.

L'évolution de ces deux variables est décrite sous chargement uniaxial par les équations suivantes :

$$\dot{\sigma}_k = \alpha\dot{\varepsilon} - \beta\sigma_k|\dot{\varepsilon}|$$
$$\dot{\sigma}_{is} = \gamma(\sigma^*_{is} - \sigma_{is})|\dot{\varepsilon}|$$

α, β, γ et σ^*_{is} sont des constantes du matériaux pour une température donnée.

Dans l'approche de Chaboche, la description de l'évolution des variables d'écrouissage est empirique et ne tient pas compte des bases physiques pour décrire les paramètres de dommage.

Une synthèse des modèles de fluage présentés dans cette partie est proposée dans le tableau 1.5 en indiquant pour chaque modèle le mécanisme physique dont il est issu.

Auteur	Mécanisme	Vitesse de déformation
Expression de la vitesse stationnaire de fluage		
Fluage-dislocation		
Barrett et Nix (1965)	Déformation contrôlée par le glissement des dislocations vis	$\dot{\varepsilon}_s \propto D\sigma^3 \sinh\left(\frac{\sigma b^2 \lambda}{kT}\right)$
Nabarro (1967)	Équilibre durcissement-restauration	$\dot{\varepsilon} = \frac{D_{vol} b \sigma^3}{\pi k T \mu^2} \frac{1}{\log\left(\frac{4\mu}{\pi\sigma}\right)}$
Fluage-diffusion		
Coble (1963)	Diffusion intergranulaire	$\dot{\varepsilon}_s \propto D_{GB} \frac{Gb}{kT}\left(\frac{b}{d}\right)^3 \frac{\sigma}{G}$
Herring-Nabarro (1960)	Diffusion transgranulaire	$\dot{\varepsilon}_s \propto D \frac{Gb}{kT}\left(\frac{b}{d}\right)^2 \frac{\sigma}{G}$
Raj et Ashby (1971)	Glissement des joints de grains	$\dot{\varepsilon}_s \propto D \frac{\sigma}{kT}\left(\frac{1}{d}\right)^2\left[1+\frac{\pi\delta}{\lambda}\frac{D_{GB}}{D}\right]$
Expression de la vitesse de déformation avec mécanismes d'endommagement continus		
Katchanov (1958)	Le stade tertiaire est décrit par une variable interne d'endommagement ω	$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 (\sigma/\sigma_o)^n [1/(1-\omega)]^n$ $\dot{\omega} = \dot{\omega}_0 (\sigma/\sigma_o)^m [1/(1-\omega)]^m$
Dyson-Mclean (1984-2003)	Le stade primaire est décrit par un paramètre d'écrouissage H, et le stade tertiaire par un ou plusieurs paramètres de dommage D_i	$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\varepsilon}_0}{1-D_x} \sinh \frac{\sigma(1-H)}{\sigma_0 (1-D_y)(1-D_z)}$ $\dot{H} = \dot{H}(\sigma, T, H, D_i),\ \dot{D}_i = \dot{D}_i(\sigma, T, H, D_i)$
Estrin (1986)	Le comportement de fluage est uniquement décrit par la variation de la densité de dislocations mobiles ρ_m.	$\dot{\varepsilon} = A\rho_m \exp\left(\frac{\sigma - \sigma_i}{kT}\Delta V\right)$
Evans (1992)	Projection θ : la déformation totale de fluage s'écrit comme la somme de la déformation primaire + tertiaire	$\varepsilon = \theta_1(1-e^{-\theta_2 t}) + \theta_3(e^{\theta_4 t}-1)$
Prager (1995)	Paramètre Ω : un paramètre d'endommagement "composite" décrit le stade tertiaire	$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_i \exp \Omega\varepsilon$
Chaboche (1977)	Description de l'évolution de la vitesse par des variables d'écrouissages isotrope et cinématique	$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 f(\lvert\sigma - \sigma_k\rvert - \sigma_{is})\,\mathrm{sgn}(\sigma - \sigma_k)$

Tableau 1.5 *: S*ynthèse des modèles de fluage présentés

2.4 Description des modes de franchissement des précipités γ'

2.4.1 Les différents mécanismes

La dispersion des précipités γ' est responsable du renforcement des superalliages à base de nickel. Soumis à une déformation, les précipités γ' peuvent être soit contournés, soit cisaillés par les dislocations. Le mécanisme de franchissement dépend du mode de sollicitation (température et contrainte), de la composition chimique de l'alliage et de leur distribution spatiale. Cette partie bibliographique recense les analyses les plus récentes concernant les mécanismes de cisaillement et présente des méthodes de prédiction du mode de franchissement des précipités γ' (par cisaillement ou par contournement) à partir d'observations sur des superalliages monocristallins et sur des superalliages polycristallins élaborés par métallurgie des poudres dont la composition est proche de celle de l'Udimet 720.

2.4.1.1 Contournement

Les précipités γ' peuvent être franchis par contournement : la dislocation se courbe entre les précipités jusqu'à une position critique semi-circulaire, qui lui permet de passer de l'autre côté du précipité en laissant autour de celui-ci une boucle, dite d'Orowan. La figure 1.22 montre ce mécanisme observé dans le Waspaloy [Guimier 1970].

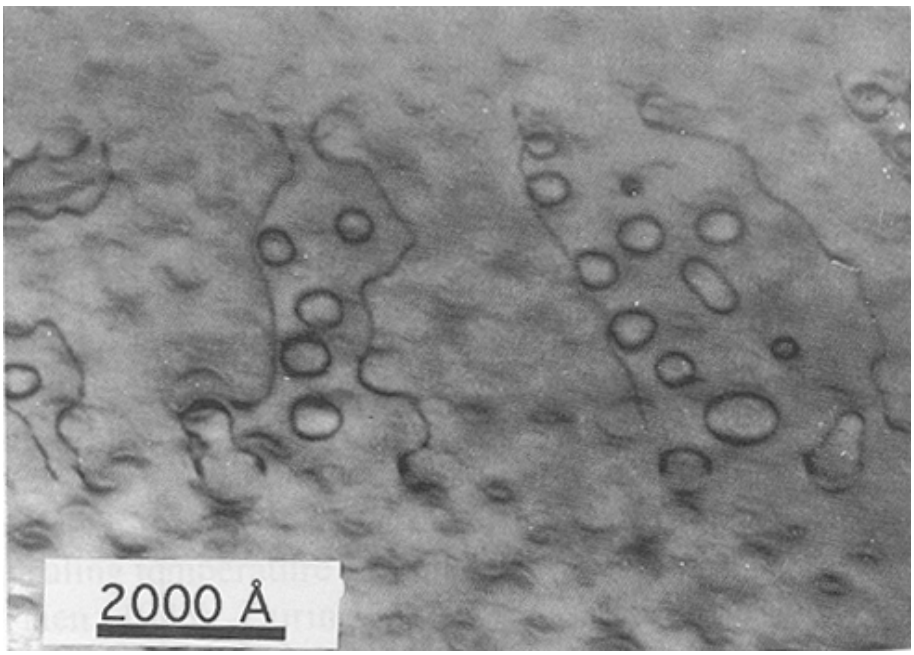


Figure 1.22 : *Boucles d'Orowan de dislocations parfaites entourant les précipités γ' du Waspaloy déformé à 1,5 % à 650°C à une vitesse de 2.10^{-3} s^{-1} [Guimier 1970]*

La contrainte de cisaillement nécessaire au franchissement par contournement est donnée par la forme suivante :

$$\tau = \frac{\mu b}{D}$$

D la distance entre précipités
À une fraction volumique Φ_p donnée, en considérant que les précipités sont répartis de manière homogène et qu'ils possèdent tous le même rayon, R, on a $R = \sqrt{\Phi_p}.D/2$.
On obtient alors :

$$\tau = \frac{\mu b}{2R}\sqrt{\Phi_p}$$

Ainsi, plus les précipités sont fins à fraction volumique constante, plus la contrainte nécessaire au contournement est élevée ; le franchissement par cisaillement peut alors devenir favorable.

2.4.1.2 Cisaillement

Depuis les années 1970, la littérature propose de nombreuses études concernant les mécanismes de cisaillement des précipités γ' et plus particulièrement la détermination de la nature des défauts d'empilement. Ce type de caractérisation, complexe, est souvent réalisé sur des superalliages monocristallins. De plus, l'analyse au MET du contraste des défauts et des dislocations ne suffit pas pour discriminer la nature de la faute et nécessite l'utilisation de programmes informatiques de simulation du contraste.

Lorsque les précipités γ' sont traversés par une dislocation, une marche est créée due au supplément d'énergie d'interface. Une paroi d'antiphase d'énergie γ est également créée si deux atomes de même nature deviennent premiers voisins. La contrainte de cisaillement nécessaire au franchissement s'écrit de la forme suivante [Guyot 1971] :

$$\tau = \frac{K\gamma^{3/2}\sqrt{\phi}}{b\sqrt{\mu b^2}}\sqrt{R}$$

La mise en évidence du cisaillement des précipités γ' peut être appréhendée de différentes manières. Il peut être directement observable au MET dans des alliages possédant une faible fraction volumique de précipités γ', si de nombreuses dislocations cisaillent le précipité le long du même plan de glissement. Le cisaillement des précipités γ' est clairement visible sur le cliché MET donné en exemple sur la figure 1.23 [Nabarro 1995].

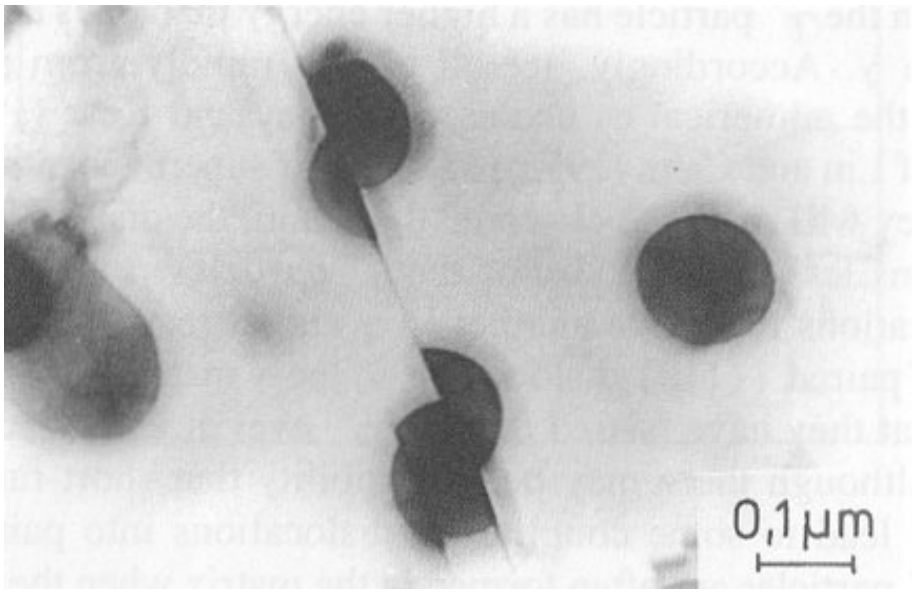


Figure 1.23 : *Précipités γ' cisaillés dans un superalliage γ/γ' à faible teneur en γ' déformé à 2% en traction. Cliché de Gleiter et Hornbogen, 1965 [Nabarro 1995]*

Une autre mise en évidence du cisaillement résulte de la présence de défauts d'empilement ou de parois d'antiphase dans les précipités γ' ou dans la matrice. L'observation de nombreux défauts (alors qu'ils sont absents avant déformation) indique que des précipités ont été cisaillés par des dislocations non parfaites pour la structure $L1_2$. Cependant, l'absence de défaut n'exclut pas le cisaillement, mais peut signifier que les dislocations se sont déplacées par paire, et donc que les précipités ont été cisaillés par des dislocations parfaites de super-réseau.

Plusieurs auteurs ont cherché à formaliser les processus de cisaillement :

Leverant et coll. (1970, 1974) et Caron et Khan (1983) ont d'abord montré que les mécanismes de déformation dépendaient de la température pendant le fluage primaire [Décamps 1991]. À haute température, le cisaillement se produit par des dislocations de type (a/2)<112> couplées par une paroi d'antiphase de forte énergie (APB pour "Anti-phase Boundary"). À des températures intermédiaires, le cisaillement implique des dislocations (a/3)<112> séparées par des fautes d'empilement intrinsèques de super-réseaux (SISFs, pour "Superlattice Intrinsic Stacking Faults") ou des fautes d'empilement extrinsèques de super-réseaux (SESFs pour "Superlattice Extrinsic Stacking Faults").
- Les raisons de ce changement de mécanisme avec la température ont été proposées par Leverant et coll. (1971) à partir de la variation d'énergie d'APB et de SF ("Stacking Fault") mais cette hypothèse n'a pas encore été vérifiée. Le cisaillement des précipités γ' avec formation de SISFs ou de SESFs reste aujourd'hui un des mécanismes de déformation prépondérants [Décamps 1991].
- Depuis les années 1970 (Kear et coll. (1968, 1969, 1970, 1974)), la formation de fautes d'empilement de super-réseau est expliquée à partir de la dissociation de dislocations (a/2)<112> de la matrice.
- La validité de ce modèle n'est remise en cause que depuis 1985 par Huis in't Veldet et coll. (1985), Décamps et coll. (1986-1987) et Caron et coll. (1988), d'après des observations par MET en champ faible. Les dislocations de matrice observées, impliquées dans le cisaillement ont alors été identifiées de type (a/2)<110> et non plus (a/2)<112>.
- En 1987, Condat et Décamps proposent un mécanisme de cisaillement original impliquant la nucléation de partielles de Shockley pour former des fautes d'empilement [Condat 1987].

Nous présentons ici deux modèles de cisaillement récents [Décamps 1991] et [Zhang 2001] établis à partir de dislocations de matrice (a/2)<110>.

a) Mécanisme de Décamps et Morton [Decamps 1991] :

Dans son article, Décamps propose un mécanisme original de cisaillement par une dissociation de dislocations de matrice (a/2)<110> et nucléation de partielles de Shockley. Les superalliages à base de nickel de l'étude sont des monocristaux d'AM1 et d'AM3[2]. les précipités γ' représentent 65 % de la fraction volumique de l'alliage et leur taille moyenne est de 450 nm. Différents types d'essais sont réalisés sur des monocristaux sollicités selon l'orientation <001> : de la traction et de la compression à 950°C, du fluage-traction (760°C/750MPa), du fluage-compression (810°C/650MPa et 750°C/680MPa). Les essais sont interrompus à moins de 1,5% de déformation (stade primaire de fluage) et des lames minces prélevées dans le fût des éprouvettes sont observées au MET en conditions de faisceau faible et en champ clair. Les observations sont associées à de la simulation de contraste pour pouvoir indexer les dislocations.

[2] Composition en pourcentage pondéral du superalliage AM1 : Ni-balance/Co-6.5/Cr-7.5/Al-5.3/W-5.5/Ta-8/Mo-2/Ti-1.2 et de l'AM3 : Ni-balance/Co-5/Cr-6.5/Al-6/W-4.5/Ta-4.2/Mo-2.3/Ti-2/V-0.5.

Les dislocations sont nommées d'après les notations de Thompson reportées dans l'annexe B.

L'analyse du processus de cisaillement observé **en compression** est schématisée sur la figure 1.24A. La dislocation de matrice **DB** se dissocie en deux partielles **αB** et **Dα**. La contrainte résolue tend à augmenter la largeur entre les deux partielles, i.e. la force est plus importante sur la partielle de tête (a). Si la contrainte est suffisamment forte, la partielle **Dα** pénètre en premier dans le précipité suivie par la partielle **αB** et forme une APB (b). S'il y a suffisamment d'énergie, une partielle de Shockley va nucléer sur la partielle de queue (c) et effacer l'APB suivant la relation : **αC** + **αB** = **Dα**. Une SESF se forme, amenant la configuration (d). Après franchissement du précipité, il subsiste une boucle de dislocation **Cα** autour du précipité.
Le cas du **fluage en traction** est schématisé figure 1.24B. La contrainte résolue tend à diminuer la largeur de la dissociation de **BD** (a). Ainsi, à l'opposé du cas de la compression, la force appliquée sur la partielle de tête est insuffisante pour franchir l'interface. Les partielles se recombinent et s'inversent amenant la configuration (b). Une partielle de Shockley nuclée sur la partielle de queue **Bα** (**Cα** + **Bα** = **αD**) (c) et engendre une SISF (d). Cet arrangement requiert moins d'énergie que dans le cas de la compression (c). Après franchissement du précipité, il subsiste une boucle de dislocation **αC** autour du précipité.

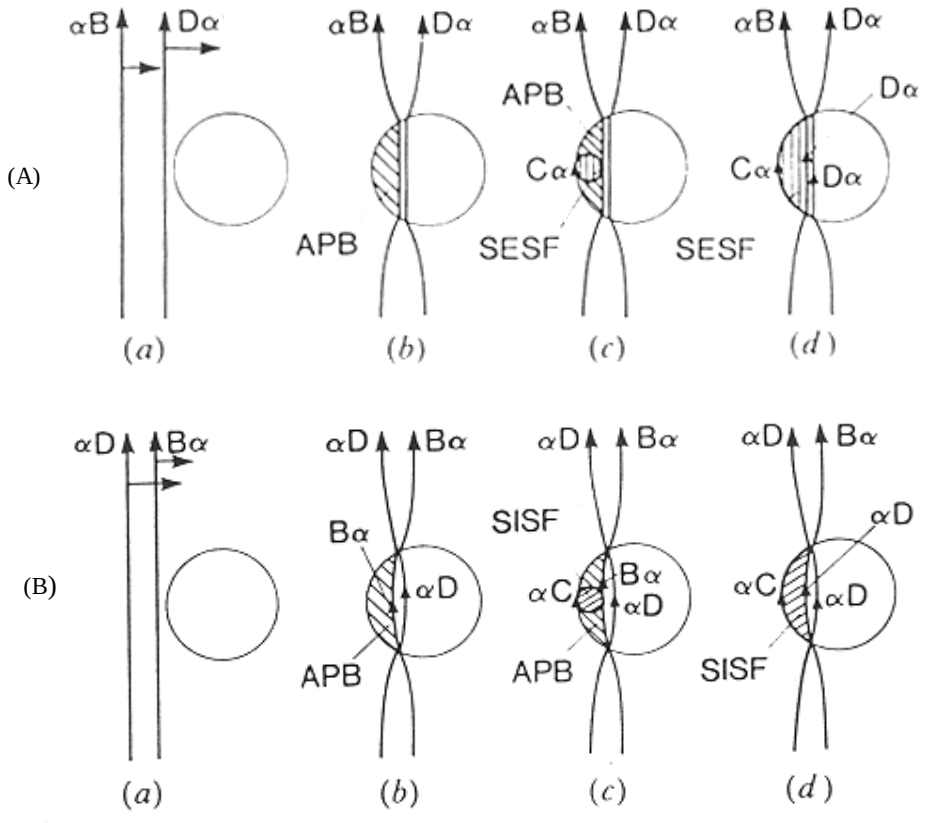


Figure 1.24 : (A) *Modèle de cisaillement engendrant une faute extrinsèque de super-réseau d'après les observations effectuées sur l'AM1 soumis en compression à 950°C à une vitesse de 0,05 mm/min,* **(B)** *Modèle de cisaillement engendrant une faute intrinsèque de super-réseau d'après les observations effectuées sur l'AM3 soumis en fluage-traction à 760°C sous 650 MPa et 680 MPa respectivement [Décamps 1991]*

b) Modèle de Zhang, Chen et Knowles [Zhang 2001]

Les travaux de Zhang ont pour but d'étudier les mécanismes de déformation en fluage du superalliage polycristallin C263 élaboré par forgeage. La taille de grain γ est de 104 µm et la fraction volumique de précipités γ' est de 10% avec un diamètre moyen des précipités de 20 nm. Les essais de fluage sont réalisés à 800°C sous 120 MPa et 250 MPa et interrompus dans la partie stationnaire du fluage. Les méthodes d'investigations sont identiques à celles de Décamps.

La figure 1.25 permet de suivre les étapes du franchissement des précipités γ' pendant le stade stationnaire de fluage, telles qu'elles ont été observées pour tous les échantillons analysés. Quand une dislocation de la matrice (a/2)<110> approche des précipités γ', elle est bloquée par la création d'une paroi d'antiphase de forte énergie dans les précipités. Il est énergiquement plus favorable qu'elle se dissocie en a/2<110>= (a/3)<112> + (a/6)<112>. La partielle de tête (a/3)<112> balaye alors à la fois les précipités et la matrice, introduisant des fautes d'empilement dans les deux phases (SESF dans l'étude présentée). La seconde partielle (a/6)<112> est en revanche épinglée à l'interface entre les précipités et la matrice. Le seul mouvement possible consiste à former une boucle autour de chaque précipité. Simultanément, le glissement de la dislocation (a/6)<112> dans la matrice élimine la faute d'empilement de la phase γ. Il subsiste une boucle de dislocation (a/6)<112> autour de chaque précipité "fauté".

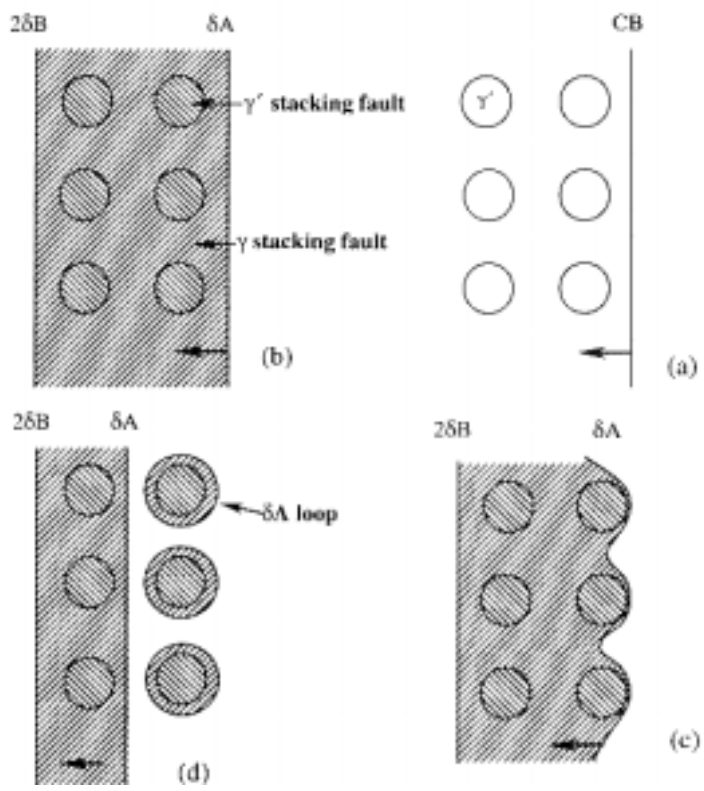
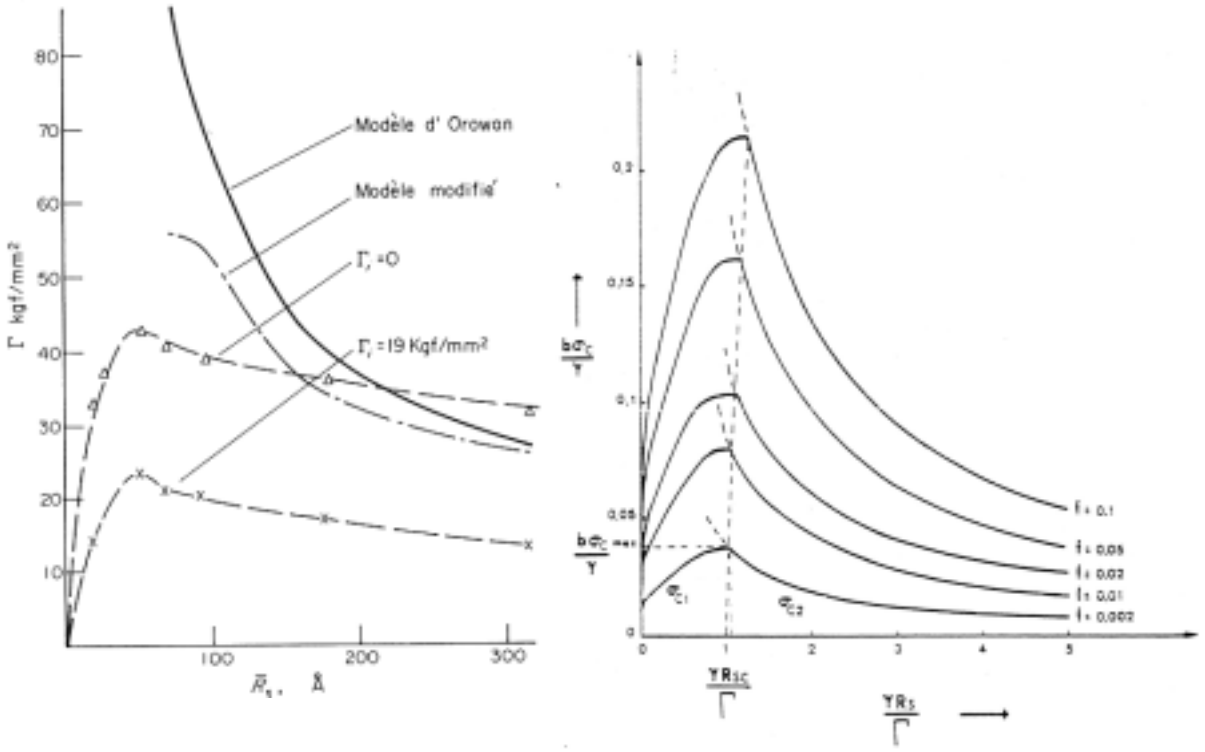


Figure 1.25 : *Étapes du franchissement des précipités γ' pendant le stade stationnaire de fluage de l'alliage C263 (800 °C/120 à 250 MPa) [Zhang 2001]*

Cette première partie décrit les approches permettant d'expliquer les mécanismes de franchissement des précipités γ' par cisaillement, mais ces précipités peuvent également être contournés. Le second paragraphe regroupe les modèles analysant la transition entre les mécanismes de franchissement pouvant être mis en jeu.

2.4.2 Transition entre les mécanismes

La transition entre contournement et cisaillement dépend de la résistance de l'obstacle et de la fraction volumique de phase γ'. Les contraintes critiques de cisaillement et de contournement sont décrites par les modèles de Pineau et de Guyot, en tenant compte de la distribution aléatoire du rayon et de l'espacement des précipités [Pineau 1969 et Guyot 1971]. On retrouve sur les courbes des figures 1.26 a et b, la forme de l'évolution de la contrainte d'écoulement en √R pour le cisaillement et en 1/R pour le contournement.



a b

Figure 1.26 : *Mise en évidence de la transition entre le cisaillement et le contournement – évolution de la contrainte d'écoulement en fonction du rayon des précipités :*
(a) Comparaison entre le modèle d'Orowan et le modèle de Pineau prenant en compte le cisaillement des précipités et la contrainte exercée par le durcissement de la solution solide (Γ) [Pineau 1969].
(b) Modèle de Guyot montrant l'influence de la fraction volumique de précipités (f) [Guyot 1971].

Des publications récentes concernent spécifiquement les modes de déformations en fluage de superalliages forgés [Jackson 1999] ou élaborées par métallurgie des poudres [Bhowal 1990 et Locq 2000]. Les observations de lames minces issues d'éprouvettes de fluage interrompu révèlent la présence de bandes de cisaillement ou de dislocations isolées autour des précipités. Trois interprétations sont ici proposées pour décrire les mécanismes de déformation en fonction des paramètres microstructuraux du superalliage.

2.4.2.1 Approche de Bhowal, Wright et Raymond (1990) [Bhowal 1990]

L'étude porte sur le superalliage RENE 95[3] élaboré à partir de poudre compactée, extrudée, puis mis en forme par forgeage isotherme. Le but de l'article est de déterminer l'effet de la vitesse de refroidissement après le palier de remise en solution et de la morphologie des précipités γ' sur son comportement en fluage à 650°C sous une contrainte variant de 850 MPa à 965 MPa. Différents traitements thermiques (deux températures de mise en solution et quatre vitesses de refroidissement) sont mis en œuvre pour faire varier la taille de grain et la répartition des précipités γ'. Il s'avère qu'en fonction de la microstructure, le mécanisme de déformation en fluage est différent :

- lorsque la largeur des couloirs de matrice γ entre les précipités γ' secondaires est inférieure à 50 nm, les précipités sont cisaillés. Ce cas correspond à une vitesse de refroidissement rapide.
- lorsque l'espacement entre les précipités γ' est supérieur à 50 nm, les dislocations observées forment des boucles autour des précipités γ'. Ces éprouvettes résultent d'un traitement thermique avec une vitesse de refroidissement lente.

La figure 1.27 illustre le cas de la microstructure intermédiaire entre les deux modes de déformation pour laquelle les deux types de mécanismes sont observés. La prépondérance de chaque mode varie d'une zone à une autre avec la distribution de la largeur des couloirs de matrice.

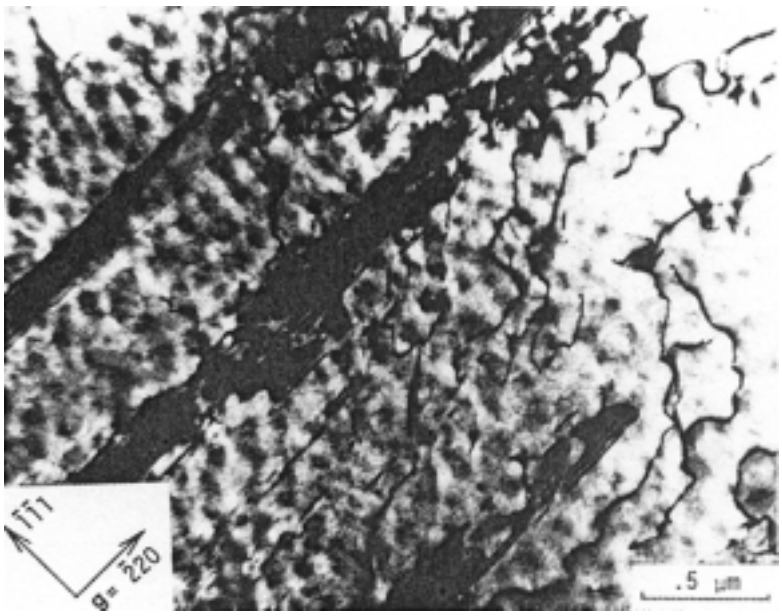


Figure 1.27 : *Mécanisme de déformation mixte observé en fluage à 650°C sous 850 MPa sur le superalliage RENE 95 élaboré par métallurgie des poudres – MET, image prise proche d'un axe [112] [Bhowal 1990]*

L'analyse des contrastes de diffraction montre que les fautes d'empilement se trouvent dans des plans {111} associés à des déplacements de type <112>, conformément à la littérature. L'observation de défauts étendus à toute la lame indiquerait le passage de partielles de tête

[3] Composition en pourcentage pondéral du superalliage RENE 95 : Ni-balance/Co-8.0/Cr-14/Fe-0.7/Mo-3.5/W-3.5/Nb-3.5/Ti-2.5/Al-3.5/C-0.03/B-0.01/Zr-0.05

(a/3) <112> à travers γ et γ' laissant derrière les partielles de queue. Les dislocations formant des boucles autour des précipités γ' sont indexées (a/2)<110>.
En parallèle des essais interrompus, des essais menés à rupture montrent les répercussions des modifications microstructurales sur le comportement global de fluage et sur la durée de vie. Dans le cas de précipités γ' fins et rapprochés, les stades primaires et stationnaires sont très réduits et la durée de vie est prolongée par rapport au cas où les précipités sont espacés. Bhowal explique que lorsque les précipités sont resserrés, la mobilité des dislocations est très réduite et qu'elles se multiplient peu. La résistance en fluage est donc accrue. Au contraire, lorsque les précipités sont éloignés, le mécanisme d'Orowan favorise la multiplication de dislocations, conduisant à des stades primaire et stationnaire marqués et à une résistance en fluage plus faible.
Bhowal précise que les précipités γ' tertiaires de diamètre 10 nm à 20 nm présents entre les précipités γ' secondaires sont aisément cisaillés par la dislocation de tête d'une faute ou par les dislocations de matrice (a/2)<110>. D'après lui, les précipités γ' tertiaires n'ont donc pas un rôle important dans le processus de déformation en fluage.

La transition entre les deux mécanismes peut être mise en équation à partir du mécanisme de franchissement d'Orowan. Connaissant la contrainte appliquée, il est possible de déterminer la largeur de couloir à partir de laquelle les boucles d'Orowan deviennent le mécanisme prépondérant. La relation s'écrit :

$$\tau_0 = \frac{0.4\mu b}{\pi \cdot l_S} \times \frac{\ln\left(2 \times r_S / b\right)}{\sqrt{1-\nu}}$$

τ_o la contrainte de cisaillement seuil,
μ le module de cisaillement,
ν le module de Poisson,
r_s le rayon moyen des précipités dans un plan de glissement (111),

tel que $r_s = \sqrt{\frac{2}{3}}.r$, avec r rayon moyen des précipités γ' secondaires,

l_s la distance moyenne entre les précipités (en admettant qu'ils sont disposés selon un réseau carré) ,

telle que $l_S = \left(\sqrt{\frac{\pi}{f}} - 2\right) r_S$. On peut noter que le rayon moyen des précipités se mesure plus facilement que la largeur des couloirs de matrice, c'est pourquoi l_s est calculée à partir de r_s et de f la fraction volumique de précipités γ'.

Cette relation appliquée au RENE 95 donne un espacement critique de 50 nm à partir duquel peut se produire le contournement par boucles d'Orowan, pour une contrainte de fluage appliquée de 850 MPa. Cette valeur est cohérente avec leurs observations expérimentales précédentes.

2.4.2.2 Approche de Jackson et Reed [Jackson 1999]

L'article de Jackson et Reed porte sur l'influence de la microstructure de l'Udimet 720 forgé sur ses propriétés en traction et en fluage. Les mécanismes de franchissement sont discutés en terme de contrainte de cission résolue critique nécessaire au déplacement des dislocations dans les plans {111}. Deux cas sont envisagés, le cisaillement de petits précipités par des

paires faiblement couplées et le cisaillement de plus gros précipités par des paires fortement couplées. Jackson ne traite pas du contournement par mécanisme d'Orowan, car il considère que les boucles de contournement ont rarement été observées dans les superalliages pour disques de turbines[4].

Dans le cas de **paires faiblement couplées,** les dislocations d'une même paire sont séparées par une bande de petits précipités contenant des fautes d'empilement. L'énergie de paroi d'antiphase crée une force attirant les deux dislocations qui s'oppose donc à la répulsion élastique. La contrainte de cission critique est donnée par :

$$\tau_0 = \frac{1}{2}\left(\frac{\Gamma}{b}\right)^{3/2}\left(\frac{bdf}{T}\right)^{1/2} A - \frac{1}{2}\left(\frac{\Gamma}{b}\right) f$$

Γ est l'énergie de paroi d'antiphase des précipités γ' dans les plans {111},
b le vecteur de Burgers de la dislocation de matrice a/2<110>,
d le diamètre des précipités,
f la fraction volumique de précipités,
T la tension de ligne,
A un facteur numérique lié à la morphologie des particules, valant 0,72 pour les sphères.

Dans le cas de **paires fortement couplées,** les deux dislocations appairées traversent ensemble la même particule. La contrainte de cisaillement critique est donnée par :

$$\tau_0 = \left(\frac{1}{2}\right) 1.72 \frac{Tf^{1/2} w}{bd}\left(\frac{bdf}{T}\right)^{1/2}\left(1.28\frac{d\Gamma}{wT}\right)^{1/2}$$

w est une constante prenant en compte l'énergie élastique de répulsion entre les dislocations fortement couplées. w ~ 1.
Ces équations de base régissant les interactions entre les dislocations et les particules ont été décrites d'après Brown et Ham en 1971 [Brown 1971].

Les paramètres d et b sont mesurés expérimentalement, T est calculée par la relation $T=0.5\mu b^2$ (μ, le module de cisaillement) et Γ est déterminée par une méthode de simulation. La variation de τ_o peut donc être tracée en fonction du diamètre d des précipités. La figure 1.28 représente la contrainte de cisaillement résolue critique en fonction du diamètre des précipités γ'. La transition entre le mécanisme de cisaillement par des paires faiblement couplées et fortement couplées se produit autour de 40 nm pour l'Udimet 720 forgé.

[4] Guimier et Strudel ont pourtant observé des boucles de dislocations parfaites dans le Waspaloy déformé à 1,5% en traction à 600°C [Guimier 1970]

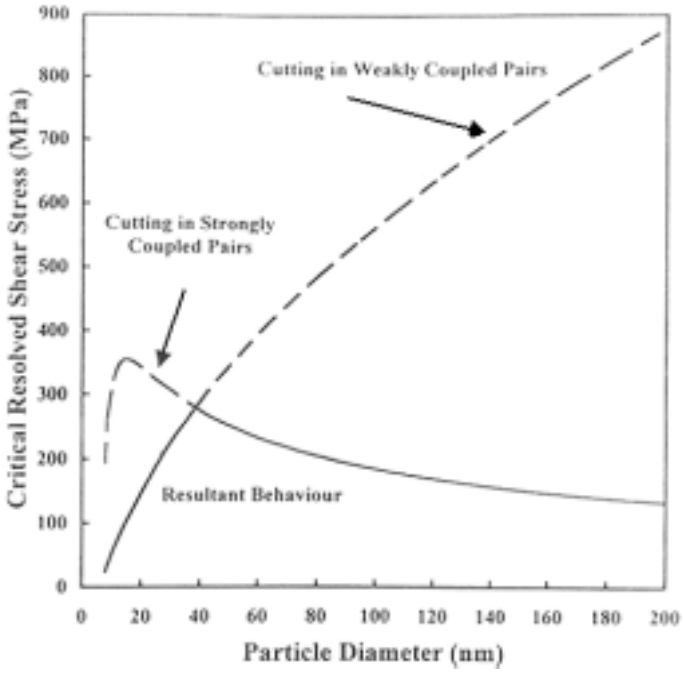


Figure 1.28 : *Contrainte de cisaillement critique résolue théorique à 700°C pour deux mécanismes de déformation en fonction du diamètre des précipités γ' de l'Udimet 720 forgé [Jackson 1999]*

2.4.2.3 Approche de Locq, Marty et Caron [Locq 2000]

Ce travail porte sur l'optimisation des propriétés mécaniques du superalliage pour disques de turbines NR3 élaboré par Métallurgie des Poudres. Ce matériau, proche de l'Udimet 720 par sa composition, est élaboré à partir de poudre densifiée et mise en forme par extrusion à chaud suivi d'un forgeage isotherme. Des essais de traction à 400°C et 700°C et de fluage à 700°C sous 700 MPa sont réalisés sur des éprouvettes présentant différentes microstructures. Les variations de la taille de grain, de la répartition et de la taille des précipités γ' primaires, secondaires et tertiaires sont obtenues à partir de températures de remise en solution et de vieillissement différentes.

Les résultats de traction montrent que la microstructure la plus résistante se caractérise par une taille de grain faible (~12 µm), et par une fine répartition de précipités γ' secondaires et tertiaires (~130 nm et ~10 nm respectivement). Ces expériences confirment de plus le rôle prépondérant des précipités γ' tertiaires en traction, précédemment énoncés par Jackson et Reed dans le cas de l'Udimet 720 forgé [Jackson 1999].

En fluage, des observations MET sur des éprouvettes déformées présentent toutes un mode mixte de déformation similaire à celui observé par Bhowal [Bhowal 1990]. Locq note que même si les fautes d'empilement sont très présentes parmi l'arrangement de dislocations, ce n'est pas forcément le mécanisme prépondérant. En effet, la densité de dislocations de type <112> associées aux fautes est faible comparée à la densité de dislocations de matrice (a/2)<110>. Le déplacement des dislocations (a/2)<110> est freiné par les précipités γ' tertiaires.

A la différence de Bhowal, Locq confère aux précipités γ' tertiaires un rôle important dans le comportement en fluage. En effet, leur taille et leur densité va déterminer le mode de franchissement des dislocations entre les précipités secondaires. Lorsque les précipités γ' tertiaires sont fins et rapprochés, ils peuvent être cisaillés par une paire de dislocations (a/2) <110> fortement couplée ou faiblement couplée [Jackson 1999]. Comme aucune paire de dislocations n'a été observée, les précipités sont probablement cisaillés par une paire faiblement couplée.
Une autre analyse est proposée par Raujol, d'après une étude fine des mécanismes de franchissement des précipités γ' dans cet alliage [Raujol 2003]. Elle indique que deux mécanismes de cisaillement interviennent préférentiellement en fonction de la largeur des couloirs de matrice austénitique. Lorsque les couloirs sont suffisamment larges (mais insuffisamment pour que les précipités soient contournés), les précipités sont cisaillés par une dislocation parfaite, avec création d'une SISF, d'après la description de Décamps et Condat [Condat 1987]. En revanche, lorsque les couloirs sont plus étroits, un nouveau mécanisme est observé : les parfaites ne peuvent se courber, car leur vecteur de Burgers est trop grand, donc elles se décorrèlent en deux partielles. La figure 1.29 illustre le contraste de dislocations observé.

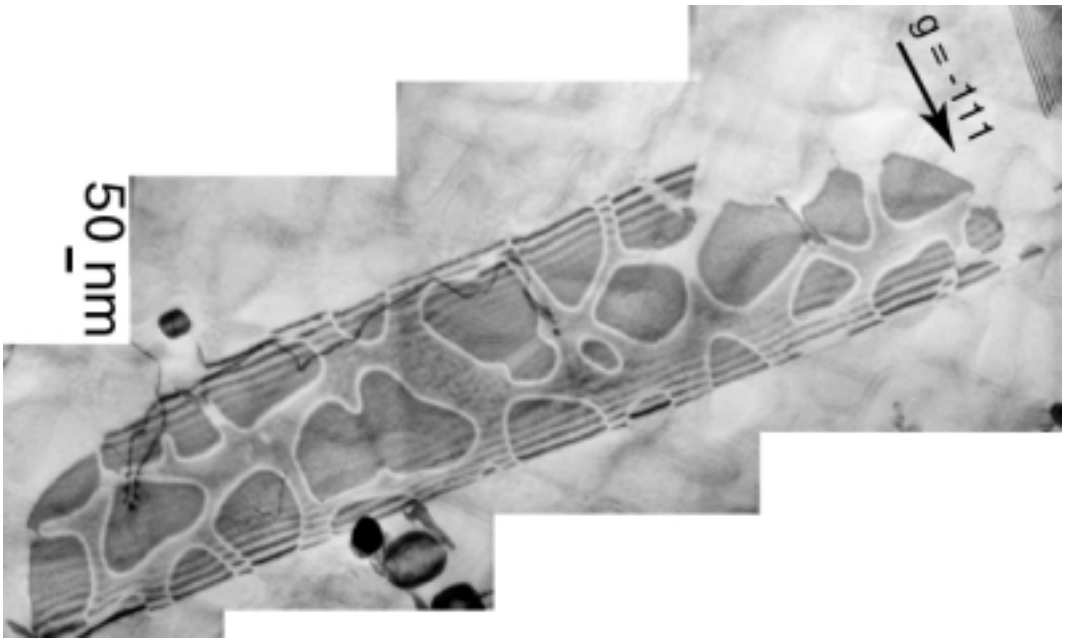


Figure 1.29 : Faute d'empilement observée dans le superalliage NR3 déformé de 0,2 % en fluage à 750°C sous 650 MPa [Raujol 2003]

On peut noter que la contrainte nécessaire pour le cisaillement augmente avec la taille des précipités jusqu'à une taille critique. La vitesse de fluage la plus faible correspond à une forte fraction volumique de précipités γ' tertiaires vieillis, légèrement coalescés. En effet, l'énergie de paroi d'anti-phase est proportionnelle à la taille des précipités γ'. En revanche, lorsque les précipités γ' tertiaires ont fortement coalescé pendant un vieillissement thermique, la vitesse de déformation de fluage est plus élevée. Cette perte de résistance peut être associée à un changement de mécanisme de franchissement. Au-delà d'une taille critique (à fraction volumique constante), les précipités sont suffisamment espacés pour pouvoir être contournés

par un mécanisme de type Orowan combinant glissement et montée de dislocations (a/2)<110>.

2.5 Récapitulatif

Les transitions entre les mécanismes de franchissement par contournement ou par cisaillement sont schématisées sur la figure 1.30 [Reppich 1993]. Cette représentation regroupe les différents modèles de franchissement exposés dans ce paragraphe : contournement d'Orowan, cisaillement par paires de dislocations fortement et faiblement couplées. Les courbes théoriques et les résultats expérimentaux sont représentés, tous deux normés par rapport à la fraction volumique de précipités.

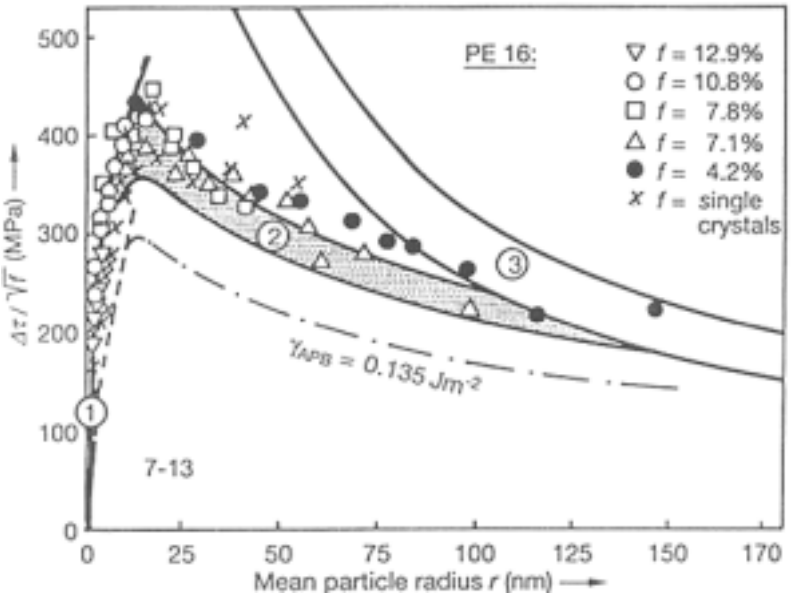


Figure 1.30 : *Évolution de la contrainte de cission critique résolue en fonction du rayon des précipités γ' du Nimonic PE 16. Cette représentation illustre la transition entre les différents mécanismes de franchissement : les courbes théoriques et les résultats expérimentaux sont représentés, tous deux normés par rapport à la fraction volumique de précipités [Reppich 1993].*
Courbe 1 : Contrainte de cisaillement par des dislocations faiblement couplées,
Courbes 2 : Contrainte de cisaillement par des dislocations fortement couplées,
Courbes 3 : Contrainte d'Orowan.

Un récapitulatif synthétique des différentes études citées ci-dessus est réalisé dans le tableau 1.6. Les intérêts et les limites de chaque approche par rapport à la thèse sont également mentionnés.

	Superalliage/ Sollicitation	Cisaillement		Contour-nement	Expression de la cission résolue critique	Par rapport à la thèse :	
		Mécanisme	Dislocations /fautes d'empilement			Intérêt	Limites
Bhowal 1990	René 95-*CIC+ extrusion+forgeage* Fluage (650°C/650MPa)		1/3<112> + ?	a/2<110>	$\tau_0 = \frac{0.4\mu b}{\pi \cdot l_s} \times \frac{\ln\left(2 \times r_s/b\right)}{\sqrt{1-\nu}}$	Approche quantitative de la transition entre contournement et cisaillement	-Ne tient pas compte des précipités γ' tertiaires -Ne met pas en équation le cisaillement
Décamps 1991	AM1-*monocristal* Compression (950°C)	1/2<110>→ 1/6<112>+1/6<112>	1/6<112> + SESF	Non observé		Analyse très fine de l'arrangement des dislocations	-Matériau "modèle" monocristallin avec précipités homogènes , donc difficilement transposable à l'U 720 -Pas d'effet de taille des γ'
	AM3-*monocristal* Fluage (810/750°C-650/680MPa)	1/2<110>→ 1/6<112>+1/6<112>	1/6<112> + SISF	Non observé			
Jackson 1999	Udimet 720-*forgé* Traction (20°C) Fluage (700°C/180MPa)	Paire de 1/2<110> Faiblement couplée		"contournement rare dans les superalliages pour disques"	$\tau_0 = \frac{1}{2}\left(\frac{\Gamma}{b}\right)^{3/2}\left(\frac{bdf}{T}\right)^{1/2} A - \frac{1}{2}\left(\frac{\Gamma}{b}\right) f$	Distingue le cas des paires fortement couplées et faiblement couplées	-Ne traite pas du contournement -N'analyse que les modes de déformation en traction
		Paire de 1/2<110> Fortement couplée			$\tau_0 = \left(\frac{1}{2}\right) 1.72 \frac{Tf^{1/2} w}{bd}\left(\frac{bdf}{T}\right)^{1/2}\left(1.28\frac{d\Gamma}{wT}\right)^{1/2}$		
Locq 2000	NR3-*CIC+ extrusion+forgeage* Fluage (700°C/700MPa)		1/3<112> + ?	1/2<110>		Importance des γ' tertiaires d'un superalliage similaire à l'Udimet 720	Pas d'approche quantitative
Raujol/ Décamps 2003	Fluage (700°C/ 550-650 MPa)	1/2<110>→1/3<112>+1/6<112> Ou 1/6<112>→1/3<112>+1/6<112>	1/6<112>+ SISF 1/6<112>+ SESF			Analyse très fine de l'arrangement des dislocations	Étude des mécanismes au début du stade primaire
Zhang 2001	C263-*forgé* Fluage (800°C/120-250 MPa)	1/2<110>→ 1/6<112>+1/3<112>	1/6<112> + SESF	Non observé		Analyse précise de l'arrangement des dislocations	Pas d'approche quantitative

Tableau 1.6 : *Récapitulatif des modèles de déformation en fluage et en traction de superalliages à base de nickel utilisés en aéronautique.*

CHAPITRE 2

Matériaux et techniques expérimentales

La première partie de ce chapitre présente le matériau Udimet 720 de l'étude. Les étapes de son élaboration et des traitements thermiques appliqués sont d'abord données. Sont ensuite présentées des observations à l'échelle du microscope optique, du Microscope Electronique à Balayage (MEB) et du Microscope Electronique en Transmission (MET). L'objectif consiste à comparer les microstructures issues des deux traitements thermiques High Strength (HS) et Creep Resistant (CR) (définis au chapitre 1) : taille de grain, distribution des précipités γ', précipités aux anciennes frontières de particules de poudre.
La seconde partie de ce chapitre expose les conditions opératoires des essais de traction, de fluage et de relaxation réalisés sur le matériau.

1 Matériau de l'étude

1.1 Composition et mise en œuvre

L'Udimet 720 de l'étude est élaboré par Métallurgie des Poudres (MdP). La poudre utilisée est atomisée sous argon par Special Metals Corporation.

La figure 2.1 représente la distribution des diamètres des particules de poudre. Le diamètre des particules mesure en moyenne 30 µm, et il est compris entre 10 µm et 90 µm.

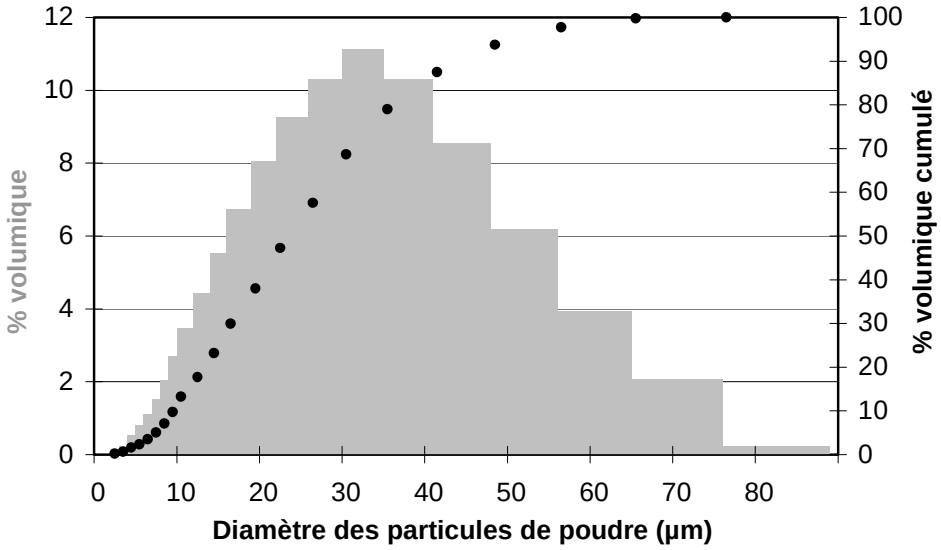
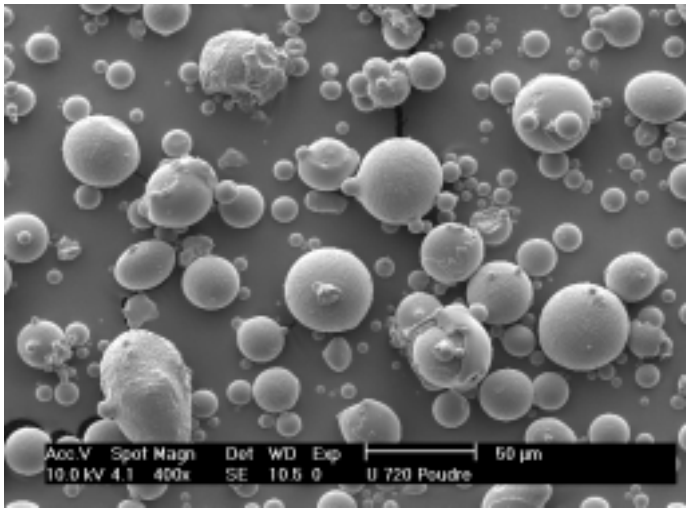


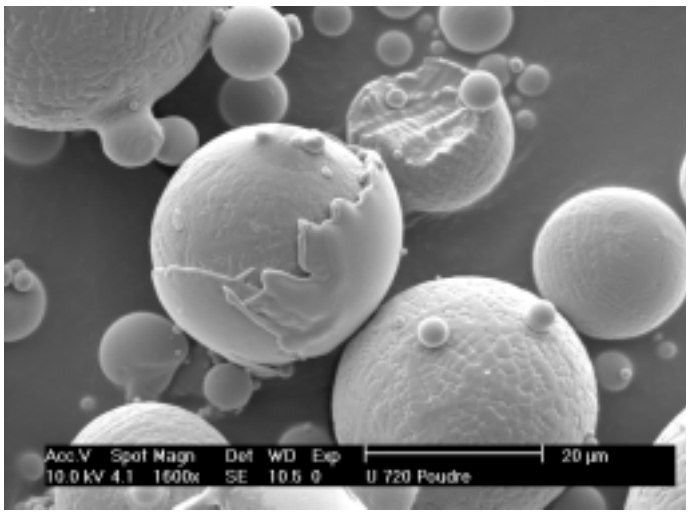
Figure 2.1 : *Distribution de la poudre par granulométrie laser par voie humide*

La figure 2.2 présente un échantillon de la poudre observé au MEB. La plupart des particules possèdent une forme sphérique (a). Cependant, l'atomisation sous gaz inerte produit également des formes variées à cause des collisions dans le jet de métal entre les particules en cours de solidification. Dans le milieu turbulent de l'enceinte, certaines particules peuvent donc se souder ou s'imbriquer entre elles (b et c), et sont alors appelées "splats". Deux types de structures superficielles sont observés : dendritique pour les plus grosses particules (d) et cellulaire pour le reste du spectre granulométrique. La transition entre cellule et dendrite est fonction du gradient thermique et de la concentration des éléments d'addition dans le liquide en avant de l'interface solide-liquide.

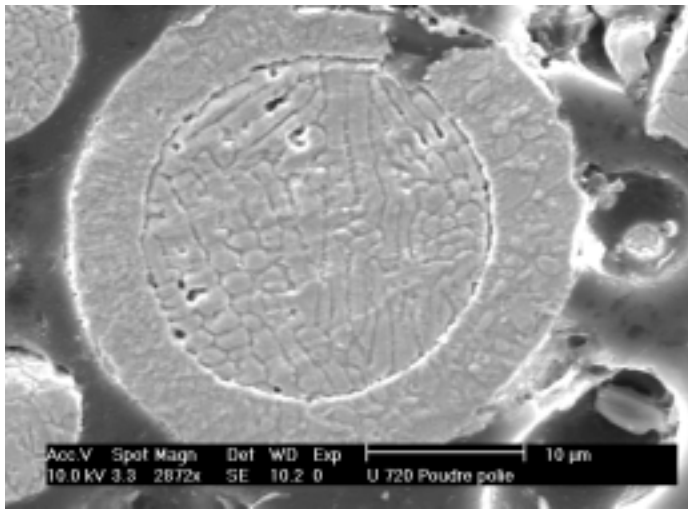
La compression isostatique à chaud (CIC) a été réalisée par Tecphy selon un cycle de 1100°C sous 1400 bar pendant 4 h.



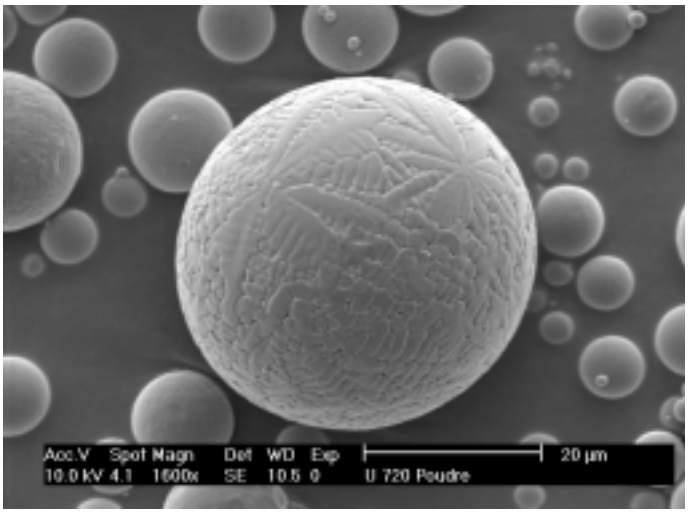
(a) Échantillon de poudre d'Udimet 720



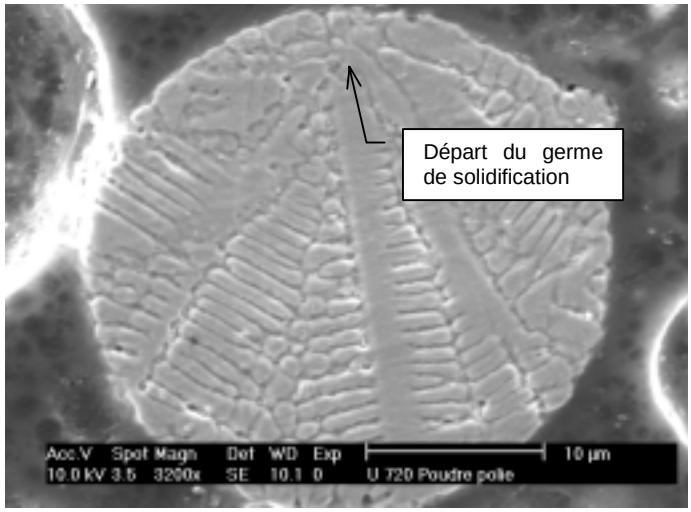
(b) "splats" et petites particules soudées à des plus grosses



(c) "splat" vu en coupe polie



(d) structure dendritique



(e) structure dendritique vue en coupe polie

Figure 2.2 : *Observation d'un échantillon de poudre d'Udimet 720 au MEB*

La composition chimique de la poudre est donnée dans le tableau C1 de l'annexe C. Comme précisé dans le chapitre bibliographique, l'Udimet 720 étudié correspond à la nuance LI, caractérisée par de faibles teneurs en carbone et en bore. L'Udimet 720 LI est aujourd'hui majoritairement utilisé ; pour simplifier nous l'appellerons Udimet 720 dans la suite du mémoire.

Le tableau 2.1 regroupe les principales propriétés physiques de l'Udimet 720.

$T_{\gamma' solvus}$ [a] (°C)	T_{fusion} [a] (°C)	T (°C)	E (GPa) [b]	Coefficient de dilatation [b] (10^{-6}/°C)	Densité [b] (kg/m^3)
1153	1343	20	227	12,1	8,08
		650	176	14,6	7,86
		700	171	14,9	7,84
		750	165	15,2	7,81

Tableau 2.1 *: Propriétés physiques de l'Udimet 720 à température ambiante et aux températures des essais mécaniques*
a) déterminées par ATD au laboratoire sur l'Udimet 720 HS [Bégot 2002]
b) données issues de la bibliographie, établies pour l'Udimet 720 forgé CR [Scerzernie 1998]. On utilisera ces valeurs pour l'Udimet 720 élaboré par CIC.

1.2 Traitements thermiques

Les traitements thermiques standards HS et CR, définis précédemment (chapitre 1, paragraphe 1.4.2) sont appliqués à l'Udimet 720 brut de CIC. Les traitements thermiques sont effectués dans un four de trempe sous vide PYROX sur des ébauches de diamètre 13 mm. On veille à toujours réaliser les traitements sur le même nombre d'ébauches pour garantir une vitesse de trempe reproductible après les paliers de mise en solution. La vitesse de trempe est contrôlée par le four en insufflant de l'air entre les résistances et les parois du tube en quartz. Après le palier de mise en solution, le thermocouple placé contre les ébauches indique une vitesse de refroidissement de 50°C à 75°C par minute. Cette vitesse est représentative des vitesses de refroidissement estimées au cœur des disques [Brite BIMETAL 1998].

1.3 Les différentes microstructures obtenues

1.3.1 Comparaison de l'Udimet 720 HS et CR

Les méthodes de polissage, d'attaques et d'observation sont détaillées en annexe C.
Les observations de Udimet 720 HS et CR à l'échelle du microscope optique, du MEB et du MET sont regroupées figure 2.3.

Les métallographies prises au **microscope optique** révèlent les joints de grains, les précipités γ' primaires de l'Udimet 720 HS et les précipités γ' secondaires de l'Udimet 720 CR. La taille de grain de l'Udimet 720 HS est comprise entre 1 µm et 10 µm et la taille de grain de l'Udimet 720 CR entre 10 µm et 30 µm. Les précipités γ' primaires apparaissent en clair sur les métallographies après attaque électrolytique.

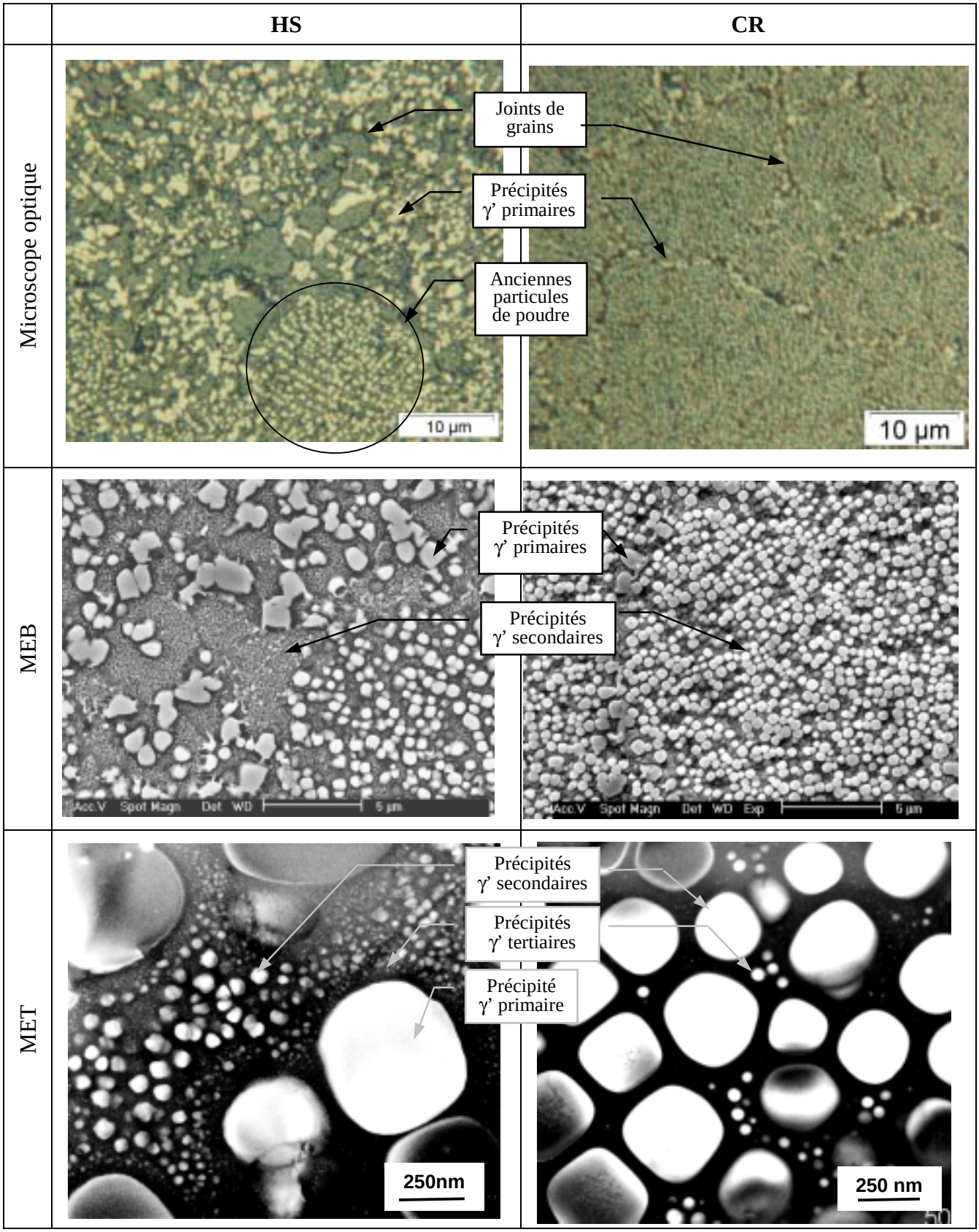


Figure 2.3 : *Comparaison des microstructures de l'Udimet 720 HS et CR à l'échelle du microscope optique, du MEB et du MET*

La fraction surfacique de précipités γ' primaires de l'Udimet 720 HS est de 36%, leur diamètre moyen est de 450 nm. Ces précipités sont soit répartis aux joints de grains γ, soit alignés au sein d'une particule de poudre selon les directions privilégiées des anciennes dendrites de solidification de poudre. Dans l'Udimet 720 CR, le traitement thermique de remise en solution supersolvus a dissous les précipités γ' primaires[1].

Le **MEB** permet d'observer la population de précipités γ' secondaires dont le diamètre est compris entre 35 nm et 45 nm pour l'Udimet 720 HS et compris entre 250 nm et 350 nm pour l'Udimet 720 CR. La répartition des précipités γ' est plus homogène dans l'Udimet 720 CR que dans l'Udimet 720 HS. En effet, la remise en solution supersolvus appliquée à l'Udimet 720 CR "efface" la structure issue de la poudre. Les précipités γ' secondaires situés aux joints de grains ou aux frontières de particules de poudre possèdent cependant une taille supérieure aux précipités intragranulaires.

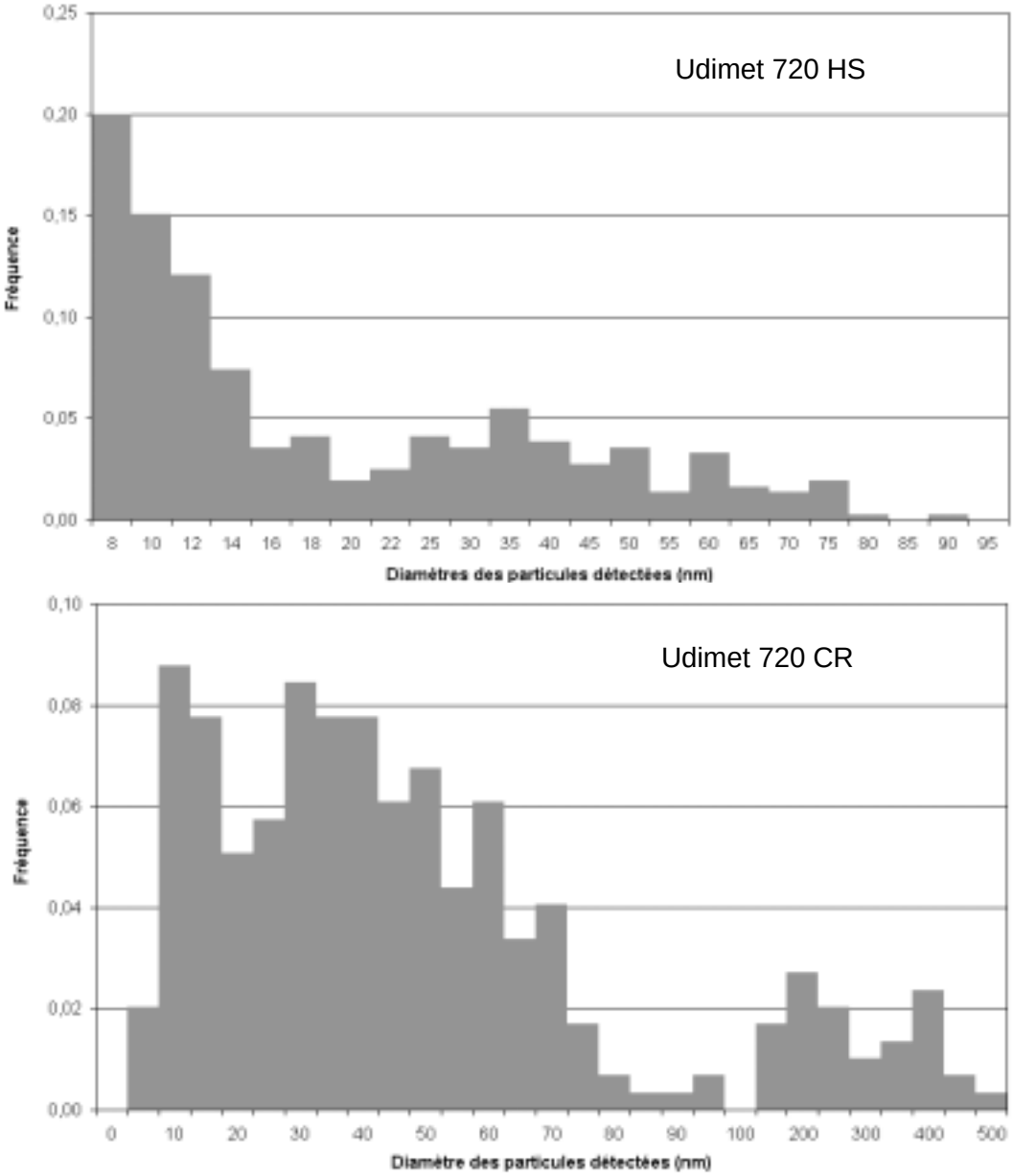
Les observations au **MET** permettent de déterminer la répartition des trois populations de précipités γ' et notamment celle des très fins précipités γ' tertiaires. Pour cela, les clichés MET sont analysés par traitement d'images sous LabView, dont les résultats sont représentés sur la figure 2.4. Dans la microstructure HS, les précipités γ' tertiaires de diamètre compris entre 5 nm et 15 nm sont principalement répartis autour des γ' primaires. Dans cette microstructure, la densité de précipités γ' tertiaires est très forte. En revanche, dans l'Udimet 720 CR, les précipités γ' tertiaires de diamètre compris entre 30 nm et 40 nm se logent entre les précipités γ' secondaires de façon moins dense. Les fractions surfaciques des précipités γ' secondaires et surtout des tertiaires sont sûrement surestimées car l'analyse des micrographies tient compte de la présence de précipités γ' dans toute l'épaisseur de la lame mince.

Conformément à la revue bibliographique du premier chapitre (paragraphe 1.5.1), ces observations montrent clairement que la température de mise en solution supersolvus n'a pas pour seule conséquence d'augmenter la taille de grain γ. En effet, la répartition des précipités γ' est fortement influencée par le palier de mise en solution subsolvus ou supersolvus. Le traitement CR permet une remise en solution des précipités γ' primaires, donc la taille des précipités γ' secondaires et tertiaires est plus élevée que dans l'Udimet 720 HS.

1.3.2 Relation entre le traitement thermique et la croissance de la taille de grain austénitique

Après le traitement thermique HS, la taille de grain γ est limitée à 10 µm par les précipités γ' primaires non dissous par le traitement thermique subsolvus. Après le traitement thermique CR, la taille de grain est comprise entre 10 µm et 30 µm ; la remise en solution supersolvus a donc permis de faire grossir le grain austénitique grâce à la dissolution des précipités γ' primaires.
Cette analyse est confirmée par des observations au MEB, présentées figure 2.5, d'un échantillon ayant subi un traitement thermique de 4 h à 1170°C puis trempé à l'eau. La trempe à l'eau permet d'éviter la précipitation des phases γ' et de mettre davantage en évidence les joints de grains au MEB. Après attaque électrochimique, les joints de grains apparaissent en noir et les précipités aux frontières des particules de poudre en blanc. Des micro-analyses X au MET des précipités aux PPB ont révélé la présence d'oxydes contenant de l'aluminium, du silicium, du zirconium et du chrome.

[1] D'après l'Analyse Thermique Différentielle réalisée au laboratoire, la température de dissolution des précipités γ' primaires est de 1153°C pour notre alliage.



	Diamètre moyen (nm)	Fraction surfacique (%)	Fraction de précipités/ population totale (%)
HS (1 µm <ϕ γ < 10 µm)			
γ' primaires	450 ± 50	36	12
γ' secondaires	40 ± 5	11	40
γ' tertiaires	10 ± 5	1	48
CR (10 µm <ϕ γ < 30 µm)			
γ' secondaires	300 ± 50	46	21
γ' tertiaires	35 ± 5	2	79

Figure 2.4 : *Résultats du traitement d'images réalisé sur les Udimet 720 HS et CR, à partir d'images MET*

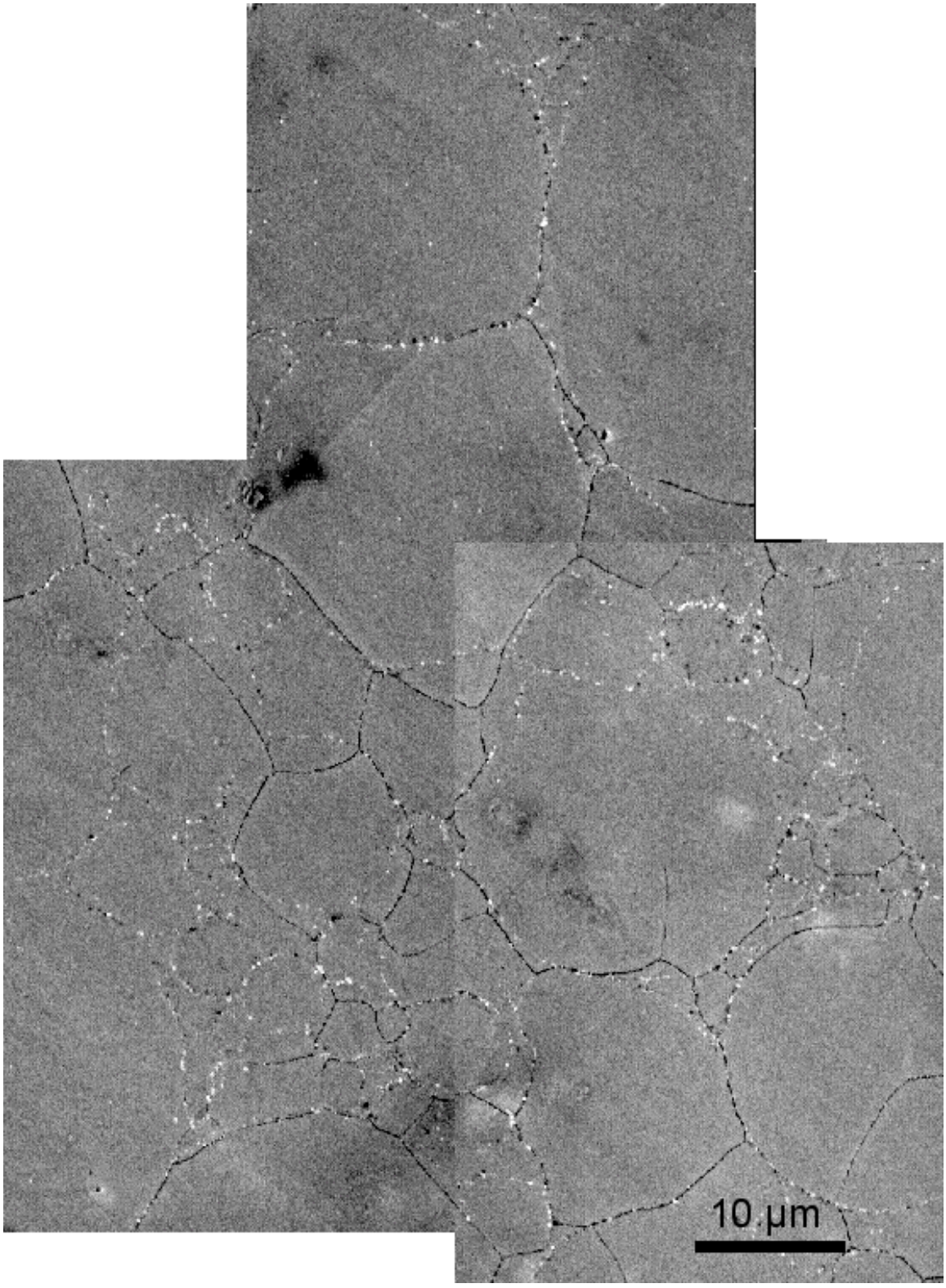


Figure 2.5 : *Udimet 720 après traitement thermique de 4 h à 1170°C puis trempé à l'eau. Les précipités situés aux frontières de particules de poudre apparaissent en blanc et les joints de grains en noir -MEB*

L'observation d'une large zone montre une forte coïncidence entre les joints de grains et les frontières entre particules de poudre. Après un traitement thermique de 4 h à 1200°C, la taille de grain reste également bloquée à 30 µm. Nous pouvons donc conclure que la taille de grain de l'Udimet 720 élaboré par CIC est limitée par la présence des oxydes formés sur les particules de poudre dans l'enceinte de CIC. L'éventail des procédés permettant d'"effacer" les spécificités microstructurales dues à la métallurgie des poudres a été exposé dans le chapitre d'étude bibliographique, paragraphe 1.5.2. D'après ce recensement, un simple traitement thermique post-CIC ne permet pas aux joints de grains de franchir la limite des anciennes particules de poudre.

2 Mode opératoire des essais mécaniques

Deux types d'essais sont réalisés sur les éprouvettes lisses d'Udimet 720 HS et CR :

- des essais de traction et de fluage menés à rupture et de essais de relaxation jusqu'à une centaine d'heures pour obtenir une base de données macroscopiques sur le comportement plastique et viscoplastique du matériau et sur les mécanismes d'endommagement observés au microscope optique et au MEB.

- des essais de traction et de fluage interrompus destinés aux observations des modes de déformation de l'alliage au microscope électronique en transmission.

Des essais de fluage sont également réalisés sur des éprouvettes axisymétriques entaillées (AE) pour étudier spécifiquement l'influence de la triaxialité[2] des contraintes sur les mécanismes d'endommagement.

Choix des températures d'essais

D'après les spécifications du cahier des charges du disque de turbine avec refroidissement exposées en introduction, le premier étage de disque du turbine est porté à une température maximale de 700°C. Les essais sont donc menés à 650°C et à 700°C pour couvrir le niveau de température de l'application et le domaine classique des températures des disques de turbine. En outre, des essais sont conduits à 750°C pour explorer le comportement de l'Udimet 720 CIC à plus haute température, en situation de vieillissement accéléré. Par ailleurs une étude de l'Udimet 720 forgé a déjà été effectuée à 850°C et montre que le comportement et l'endommagement en fluage sont pilotés principalement par des mécanismes d'oxydations et de coalescences des précipités γ' [Chateau 1999]. Pour éviter de prendre en compte les effets de l'environnement, nous nous limiterons donc à 750°C.

La majorité des essais sur les éprouvettes AE a été réalisée à 750°C, car l'endommagement observé sur des demi-coupes polies d'éprouvettes lisses est plus marqué à cette température qu'à 700°C et 650°C.

2.1 Essais sur éprouvettes lisses

Les éprouvettes utilisées en traction et en fluage sont de type axisymétriques avec collerettes, de longueur utile 20 mm et de diamètre 4 mm. Le plan des éprouvettes est donné en annexe D.

[2] la triaxialité est le rapport entre la contrainte moyenne (σ_m=1/3 σ_{ii}) et la contrainte équivalente de Von Misès.

2.1.1 Essais de traction

Les essais de traction sont réalisés sur une machine Adamel DY36 équipée d'un extensomètre de longueur utile 20 mm. Ils sont conduits à 20°C, 650°C, 700°C et 750°C. Les essais sont pilotés par le logiciel TestWorks. La vitesse de déplacement imposé standard est de 0,6 mm/min, ce qui correspond à une vitesse de déformation de $5.10^{-4}s^{-1}$. Des essais sont également réalisés à des vitesses de déformation allant de 5.10^{-6} s^{-1} à 10^{-1} s^{-1} pour étudier l'influence de la vitesse de sollicitation sur les mécanismes de déformation et d'endommagement.

2.1.2 Essais de fluage

Les essais ont été réalisés sous air sur des machines MAYES de capacité 20 kN. La figure 2.6 présente un schéma de principe des machines de fluage.
Après mise en place de l'éprouvette, la ligne de charge est tendue par une pré-charge[3] et trois thermocouples sont positionnés sur la zone utile de l'éprouvette pour contrôler la température à ± 3°C. Le four est ensuite mis en température, puis stabilisé pendant une heure à la température désirée, avant d'effectuer la mise en charge[4]. L'essai de fluage est réalisé à charge constante, et non à contrainte constante. L'enregistrement de la température et de la déformation est démarré au début de la mise en chauffe. L'acquisition des données est réalisée par deux ordinateurs et une table traçante.
La figure 2.6 montre également la photo d'une machine lors d'un essai interrompu, réalisé sous charge en soulevant rapidement le four pour figer les structures de dislocations développées en cours d'essai.
L'allongement de l'éprouvette est mesuré par un capteur LVDT fixé aux tringles d'extensométries accrochées aux collerettes. La précision des capteurs est inférieure à 0,15 µm pour une course de ± 5 mm. La non-linéarité du capteur sur l'étendue de la mesure est inférieure à 0,05%.

Le choix des contraintes appliquées est évalué d'après un diagramme de Larson-Miller, défini au paragraphe 2.2.1.1 du chapitre 1, pour que les essais les plus longs soient compatibles avec la durée de la thèse. La gamme de contraintes choisie conduit ainsi à des essais dont la durée est comprise entre une dizaine d'heures et huit mois :

- à 650°C, les contraintes sont comprises entre 600 MPa et 900 MPa,
- à 700°C, les contraintes sont comprises entre 400 MPa et 850 MPa,
- à 750°C, les contraintes sont comprises entre 140 MPa et 350 MPa.

2.1.3 Essais de relaxation

Les essais de relaxation sont réalisés à l'aide d'une machine hydraulique MTS.
Le schéma des éprouvettes oligo-cycliques employées est donné en annexe D.
La température du four est mesurée à l'aide d'un thermocouple placé sur l'éprouvette.

[3] La norme ASTM E139-83 § 9.7 recommande une pré-charge inférieure à 10 % de la charge appliquée finale [ASTM 1998].
[4] D'après la norme ASTM E139-83 § 9.7, le chargement doit être effectué aussi vite que possible, mais sans à-coups. Concrètement, la vitesse de mise en charge est d'environ 100 N toutes les 30 secondes.

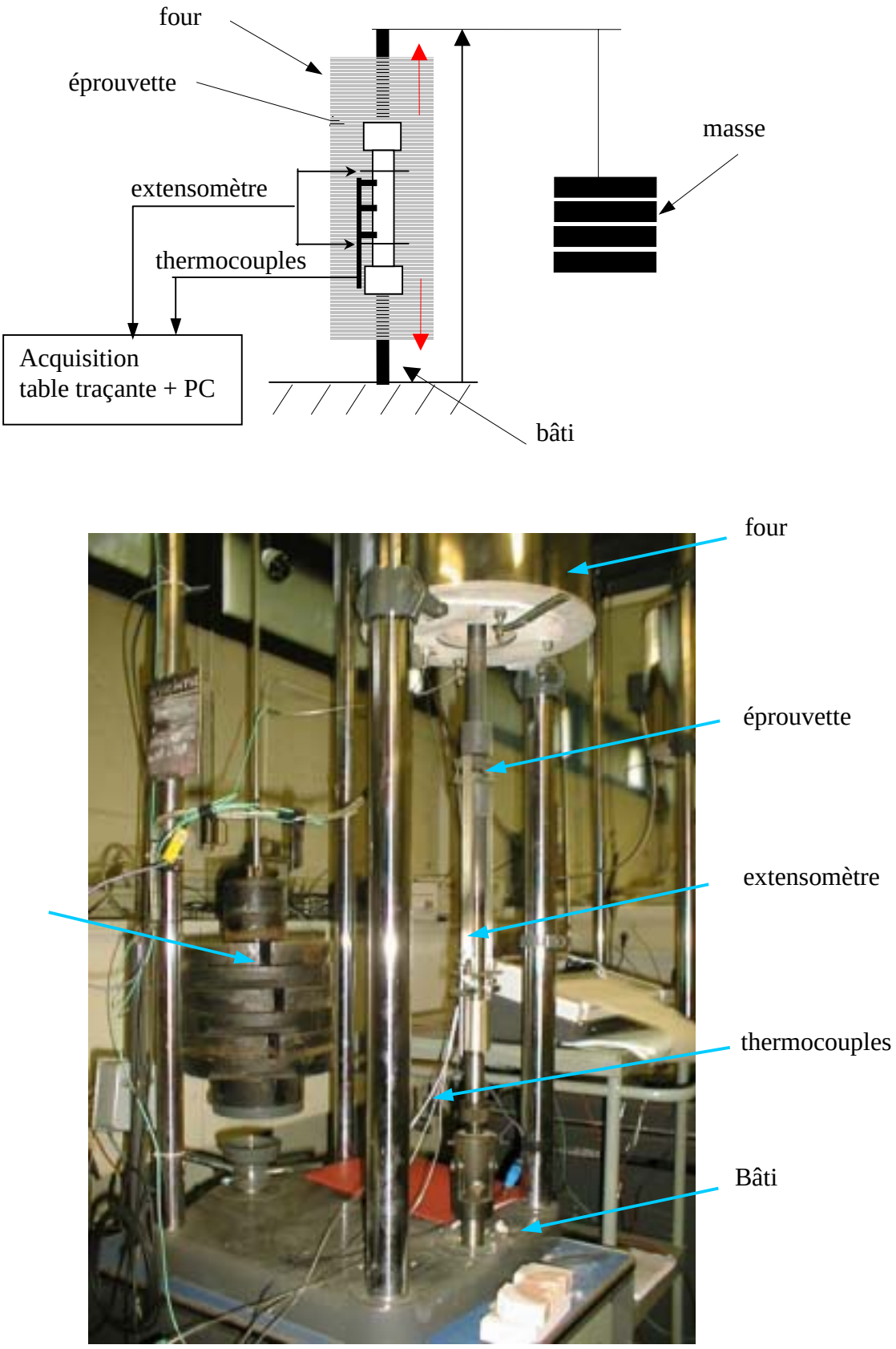


Figure 2.6 : *Schéma et photographie de la machine de fluage*

Afin de s'affranchir des problèmes de rigidité de la machine, le maintien de la déformation est piloté à l'aide d'un extensomètre placé sur l'éprouvette. Cet extensomètre, constitué de jauges, est sensible à la température : une variation de température pourrait fausser le pilotage en déformation. Pour remédier à cela, l'extensomètre est muni d'un système de refroidissement à l'eau à température constante et la salle d'essai est climatisée.

L'essai est piloté à l'aide du logiciel MTS TestWare SX et se compose de trois étapes :

- une rampe de déformation jusqu'à la déformation maximale imposée. Cette déformation est la déformation totale et non la déformation plastique de l'éprouvette. Pour la déterminer, on se base sur les courbes de traction à $\dot{\varepsilon} = 5.10^{-4} s^{-1}$, sur lesquelles on détermine la déformation totale correspondant à la déformation plastique voulue. La déformation plastique initiale est fixée à 2%.

- le maintien de cette déformation totale est ensuite piloté par l'extensomètre, et l'ordinateur fait l'acquisition de la force et de la déformation.

2.2 Essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées

Les éprouvettes axisymétriques entaillées (AE) sont utilisées pour identifier un modèle d'endommagement multiaxial. Cette démarche est qualifiée de locale, car elle repose sur l'approche physique de l'endommagement du matériau associée aux calculs par éléments finis. Elle s'articule selon trois étapes :

- 1ère étape : les éprouvettes AE sont sollicitées en fluage et l'endommagement obtenu est analysé. Parallèlement, des essais de fluage sont réalisés sur des éprouvettes lisses. Ils permettent de déterminer une loi de comportement uniaxial.
- 2ème étape : pour identifier le modèle de comportement en sollicitation multiaxiale, en intégrant l'endommagement, les résultats des essais sur les éprouvettes AE sont alors calculés par éléments finis pour déterminer les champs mécaniques en tout point des éprouvettes.
- 3ème étape : l'endommagement mesuré est corrélé aux champs mécaniques calculés.

Le calcul des éprouvettes AE n'ayant pas été abordé dans le cadre de la thèse, nous nous contenterons de donner quelques résultats.
Trois types d'éprouvettes AE présentant des taux de triaxialité différents sont choisis. Les géométries des éprouvettes sont présentées en annexe D. Elles présentent toutes un diamètre hors entaille de 6 mm, un diamètre en fond d'entaille de 4 mm et des rayons d'entaille de 0,8 mm pour l'AE 0.8, de 1,2 mm pour l'AE 1.2 et de 4 mm pour l'AE 4. Les éprouvettes à géométries multi-entailles ont été choisies car elles permettent d'observer l'endommagement de fluage sur une entaille rompue et sur des entailles non rompues à un stade proche de la rupture [Chabaud-Reytier 1999, Bouche 2000].
Les taux de triaxialité moyens de chacune des éprouvettes peuvent être évalués d'après la formule de Bridgman telle que [Bridgman 1943] :

$$\chi = 1/3 + \ln(1+a/2R)$$

a le rayon de la section en fond d'entaille,
R le rayon de courbure de l'entaille.

Les taux de triaxialité des éprouvettes utilisées sont portés dans le tableau 2.2.

Géométrie	χ
AE 0.8	1,14
AE 1.2	0,94
AE 4	0,56
Lisse	0,33

Tableau 2.2 : *Taux de triaxialité des éprouvettes utilisées*

Deux grandeurs spécifiques aux essais réalisés sur les éprouvettes AE sont utilisées :

- la contrainte nominale définie par le rapport entre le poids appliqué P à la section initiale en fond d'entaille : $\sigma_{nom} = 4P/\pi\phi_o^2$,
- la déformation diamétrale moyenne à rupture ε_d donnée à partir de la variation de diamètre en fin d'essai $\Delta\phi$ et du diamètre initial : $\varepsilon_d = 2\ln(\phi_o / (\phi_o+\Delta\phi))$.

La plupart des essais a été réalisée à 750°C à des contraintes nominales comprises entre 200 MPa et 310 MPa. Deux essais ont été réalisés à 650°C sur des AE4 à 800 MPa. L'allongement entre deux collerettes de part et d'autre d'une entaille est enregistré en cours d'essai. La déformation à rupture n'est pas toujours mesurée au niveau de l'entaille rompue, car il n'est pas possible de prévoir quelle entaille rompra en premier !

3 Synthèse

La première partie de ce chapitre dresse un bilan microstructural de l'Udimet 720 HS et CR indispensable pour pouvoir corréler par la suite les propriétés en fluage avec les paramètres microstructuraux. Les observations ont mis en évidence les caractéristiques suivantes :

- *Le couplage entre la taille de grain et la répartition des précipités γ' : il n'est pas possible de changer la taille de grain sans modifier les précipités γ'.*
- *La microstructure de l'Udimet 720 CR est plus homogène que l'Udimet 720 HS. Les hétérogénéités de l'Udimet 720 HS correspondent à la distribution des précipités γ' inhérente à la solidification des particules de poudre.*
- *La taille de grain maximale de l'Udimet 720 élaboré par CIC est limitée à 30 µm, taille moyenne des particules de poudre.*
- *La deuxième partie de ce chapitre donne les conditions expérimentales des essais de traction et de fluage, réunies dans le tableau 2.3 ci-dessous.*

Essai	Température (°C)	Contrainte (MPa)	Vitesse (s^{-1})
Fluage	650	*Éprouvettes lisses :* de 600 à 900	
		AE : 800	
	700	*Éprouvettes lisses :* de 400 à 850	
	750	*Éprouvettes lisses :* de 140 à 350	
		AE : de 200 à 310	
Relaxation	650 (HS et CR)		Vitesse imposée = 5.10^{-4} (ε_p initiale = 2%)
	700 (HS)		
	750(HS et CR)		
Traction	20		5.10^{-4}
	650		de 5.10^{-6} à 10^{-1}
	700		5.10^{-4}
	750		de 5.10^{-6} à 10^{-1}

Tableau 2.3 : *Conditions expérimentales des essais mécaniques*

CHAPITRE 3

Résultats des essais mécaniques

Ce chapitre présente les résultats des essais de traction, de fluage et de relaxation réalisés sur l'Udimet 720 HS et CR. Les essais de traction et de fluage décrits dans ce chapitre ont été menés à rupture. Le choix des températures et des contraintes appliquées en fluage a été explicité au chapitre 2, en fonction du cahier des charges du disque de turbine de RHT.

Les essais de **traction** permettent d'évaluer des grandeurs caractéristiques de ces deux microstructures : limite d'élasticité, contrainte maximale, capacité d'écrouissage, ductilité.
Les essais de **fluage** permettent d'étudier l'Udimet 720 selon le mode de sollicitation prépondérant pour l'application.
Les essais de **relaxation** permettent de balayer une gamme de vitesses de déformation plus large qu'en fluage et notamment d'atteindre rapidement de faibles vitesses.

L'étude des microstructures HS et CR permet de comparer l'influence des paramètres microstructuraux, taille de grain et distribution des précipités γ', sur le comportement en traction, en fluage et en relaxation.

La première partie du chapitre regroupe les résultats de traction, de fluage et de relaxation sur les éprouvettes lisses, et la seconde, les résultats de fluage sur les éprouvettes entaillées.

Les conditions opératoires sont définies au chapitre 2, et l'ensemble des essais mécaniques réalisés est répertorié dans l'annexe E.
Les résultats seront interprétés et discutés au chapitre 5, en corrélation avec les observations métallographiques du chapitre 4.

1 Essais de traction à 20°C, 650°C, 700°C et 750°C

La figure 3.1 présente les courbes de traction de l'Udimet 720 HS et CR pour chaque température, à une vitesse de chargement de 5.10^{-4} s^{-1}. La bonne reproductibilité des essais a été démontrée précédemment dans une autre étude sur l'Udimet 720 élaboré par CIC, en doublant les essais à toutes les températures [Couturier 2002]. Les essais présentés ici n'ont donc pas été doublés. Des essais interrompus ont néanmoins confirmé la bonne reproductibilité des essais de traction.

Les principales données extraites de l'analyse des courbes de traction figurent dans le tableau 3.1.

L'examen des courbes de traction permet de dégager plusieurs commentaires :

- les deux microstructures s'écrouissent peu, sauf à température ambiante,
- la ductilité de l'Udimet 720 CR est supérieure à celle de l'Udimet 720 HS, sauf à 750°C,
- la résistance à la traction de l'Udimet 720 HS est supérieure à celle de l'Udimet 720 CR aux quatre températures d'essai. Les meilleures propriétés de l'Udimet 720 HS sont cohérentes avec la petite taille de grain et la répartition fine des précipités γ' issues du traitement thermique HS.

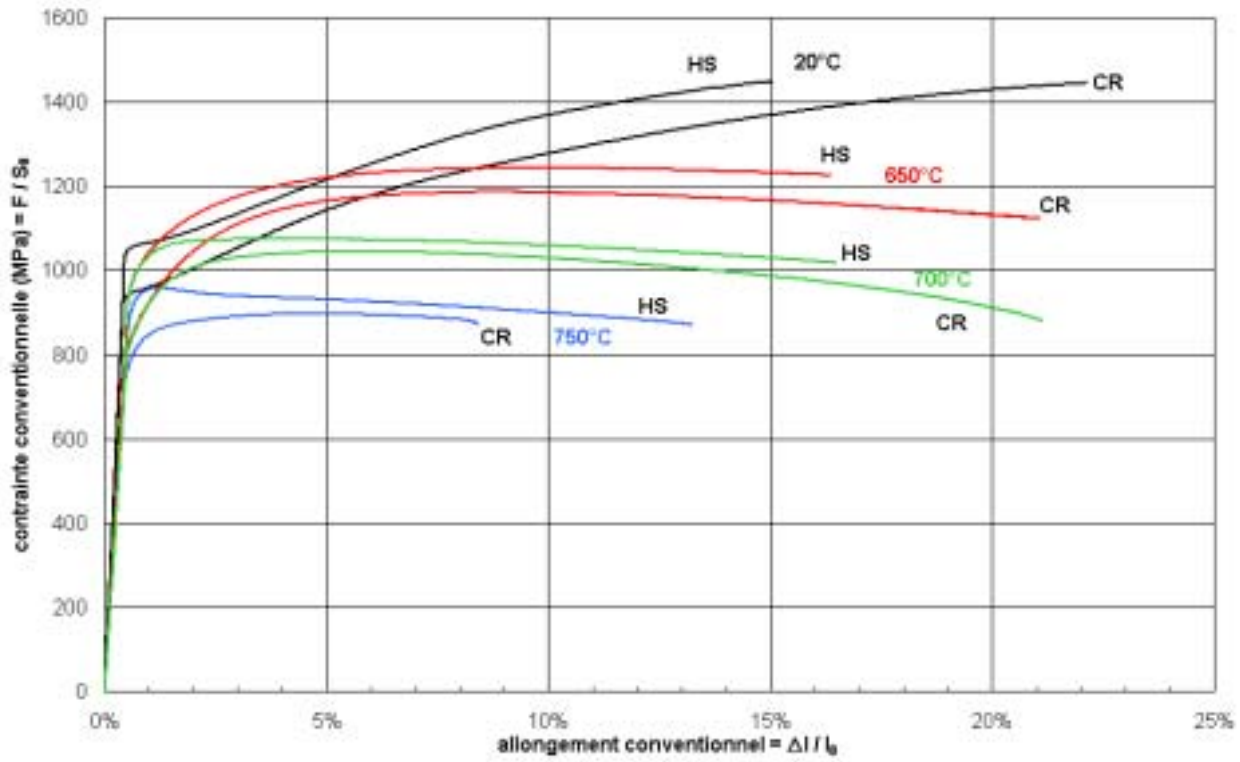


Figure 3.1 : *Essais de traction à 20°C, 650°C, 700°C, 750°C de l'Udimet 720 HS et CR, vitesse de chargement de $5.10^{-4}s^{-1}$ – Représentation conventionnelle*

T(°C)	nuance	σ 0.2% (MPa)	σ max (MPa)	σ rupture (MPa)	Allongement à rupture (%)	Allongement réparti (%)	Striction (%)
20	HS	1050	1445	1445	14	14	17
650		990	1230	1230	16	9	9
700		1015	1070	1020	16	4	13
750		940	950	860	13	<1	14
20	CR	910	1445	1445	21	21	15
650		730	1170	1125	20	7	19
700		785	1045	880	21	5	28
750		670	890	860	8	4	10

$\sigma_{0.2\%}$ = contrainte à 0.2% de déformation plastique
σ_{max} = contrainte maximale
Allongement réparti : déformation plastique associée à la contrainte maximale

Tableau 3.1 : *Caractéristiques principales des essais de traction à 20°C, 650°C, 700°C et 750°C de l'Udimet 720 HS et CR (vitesse de chargement de $5.10^{-4}s^{-1}$)*

A 20°C et à 650°C, l'Udimet 720 HS et l'Udimet 720 CR possèdent des comportements similaires. Mais à partir de 700°C, les courbes de traction des deux microstructures ne sont plus "parallèles". Ainsi, l'Udimet 720 HS s'adoucit dès le début du domaine plastique, alors que l'Udimet 720 CR continue de s'écrouir. La présence d'un allongement réparti précoce pour l'Udimet 720 HS peut s'expliquer par la fine taille de grain du matériau (1 µm à 10 µm) et la fraction volumique importante de précipités γ' (~50%). La distance de glissement des dislocations est ainsi très limitée, et le taux de génération des dislocations sature rapidement [Blum 1993]. Les dislocations se restaurent donc plus rapidement.
Le comportement particulier de l'Udimet 720 HS, visible uniquement à partir de 700°C, peut s'expliquer par une plus grande mobilité des dislocations à haute température, qui peuvent donc se restaurer plus rapidement. Les dislocations s'annihilent alors plus vite qu'elles ne sont nucléées. Cette allure spécifique de la courbe de traction n'est pas observée à 650°C pour la série d'essais réalisés à une vitesse de sollicitation de 5.10^{-4} s^{-1}.
En revanche, un palier d'adoucissement apparaît sur la courbe de traction réalisée à 650°C à $5.10^{-6}s^{-1}$, soit à une vitesse 100 fois plus faible[1]. À 650°C, la vitesse de restauration des dislocations étant plus faible, il paraît cohérent que le palier apparaisse pour une vitesse de déformation moins élevée qu'à 700°C et 750°C.

2 Essais de fluage

2.1 Bilan des essais de fluage menés à rupture

Pour chaque température, sont présentées :

- les courbes classiques de fluage :
  - déformation en fonction du temps sur les figures 3.2, 3.5 et 3.8.
  - vitesse de déformation en fonction du temps sur les figures 3.3, 3.6 et 3.9,
  - vitesse de déformation en fonction de la déformation sur les figures 3.4, 3.7 et 3.10.

- les courbes de vitesses de déformation normées par rapport à la vitesse de déformation minimale en fonction du temps normé par rapport au temps à rupture sur les figures 3.11, 3.12, 3.13. Ces courbes normalisées mettent plus en évidence les différentes allures des courbes, quelle que soit la contrainte appliquée.

La déformation et la durée de mise en charge ne sont pas représentées sur les courbes.

Les principales données extraites des courbes de fluage sont répertoriées dans le tableau 3.2.

[1] Les résultats de traction à d'autres vitesses de chargement sont présentés au chapitre 5.

T(°C)	nuance	σ (MPa)	tr (h)	A (%)	striction (%)	Vitesse mini (s^{-1})	$t_{0.5\%}$ (h)	$t_{1\%}$ (h)	$t_{2\%}$ (h)	$t_{5\%}$ (h)
650	HS	900	59	7	10	2.10^{-7}	1	7	19	48
		850	209	7	8	5.10^{-8}	19	48	95	180
		800	492	8	7	2.10^{-8}	80	170	280	440
		750	780	6	9	4.10^{-9}	150	300	490	750
		600	4600	7	7	5.10^{-10}	1600	2320	3100	1240
	CR	850	49	14	14	5.10^{-7}	<1	<1	2	18
		800	90	7	13	6.10^{-7}	2	6	17	65
		800	115	7	8	1.10^{-7}	1	5	17	70
		700	920	6	6	1.10^{-8}	8	26	128	760
		750	300	8	12	5.10^{-8}	4,5	14	54	214
700	HS	850	8	11	14	2.10^{-6}	1	1,5	2,6	5,5
		800	9	9	13	5.10^{-7}	3	5	9	15
		650	90	8	5	5.10^{-8}		35	52	79
		600	165	6	1	3.10^{-8}	63	98	152	
		500	546	8	4	4.10^{-9}	147	225	333	486
		400	1296	7	8	4.10^{-9}	287	464	787	1167
	CR	750	14	9	9	1.10^{-6}	<1	<1	2	9
		700	22	7	5	6.10^{-7}	<1	1	4	7
		600	136	5	4	6.10^{-8}	5	15	57	
750	HS	350	103	8	4	9.10^{-8}	15	30	53	90
		280	459	10	13	2.10^{-8}	50	108	190	350
		220	950	18	10	10^{-8}	109	200	344	607
		140	4270	45	31	8.10^{-9}	95	190	380	860
	CR	280	635	10	9	3.10^{-8}	2	13	60	320
		220	1290	5	13	5.10^{-9}	200	430	790	1260
		140	5915	10	24	5.10^{-9}	1090	1900	3000	4900

Tableau 3.2 : *Résultats de fluage extraits des essais menés à rupture*

650°C

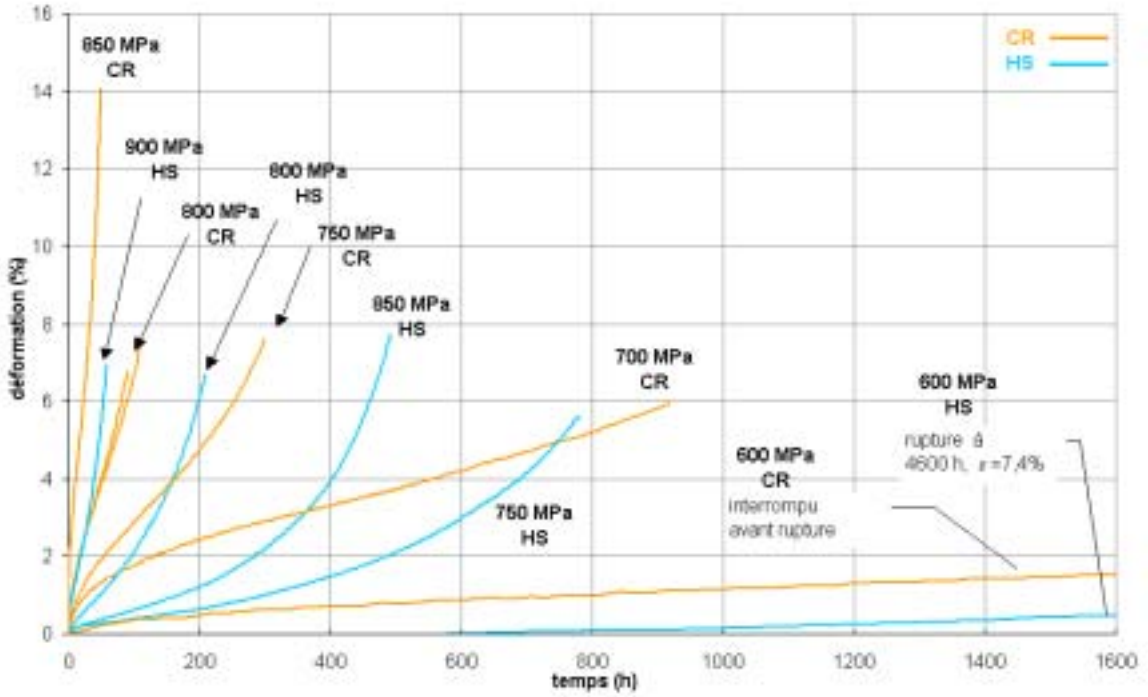


Figure 3.2 : *Déformation de fluage en fonction du temps de l'Udimet 720 HS et CR, pour des contraintes de 600 à 900 MPa à* ***650°C***

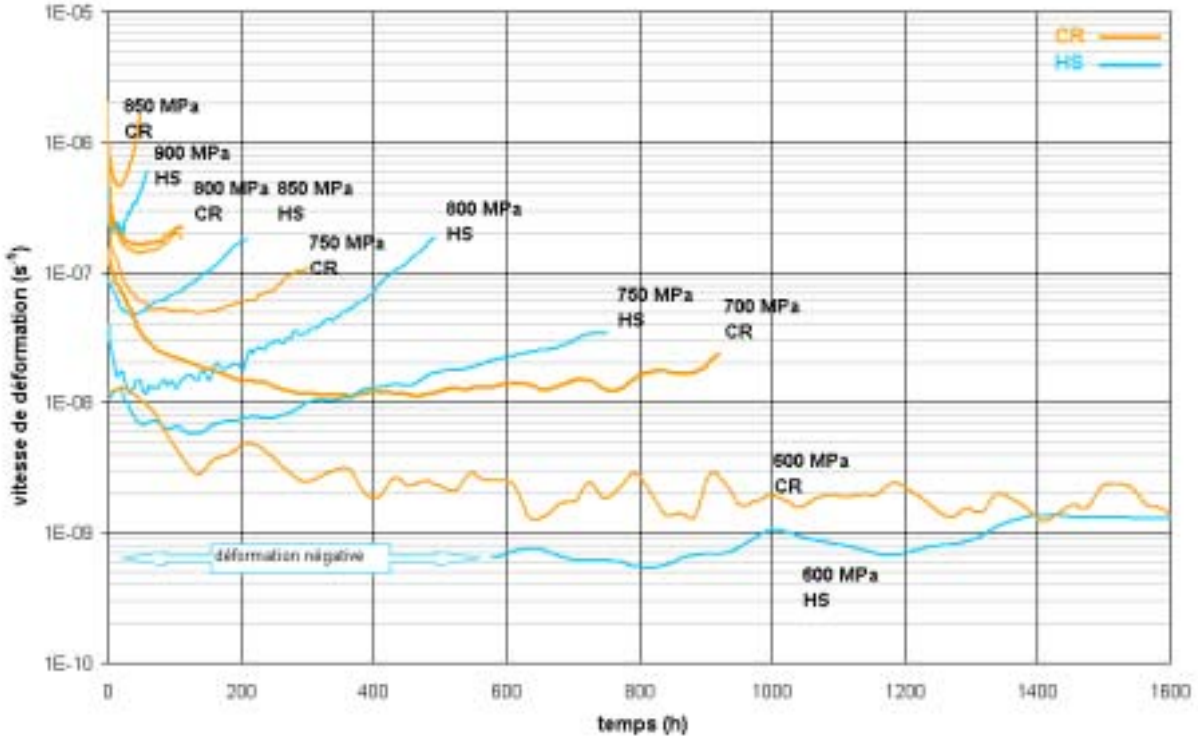


Figure 3.3 : *Vitesse de déformation en fonction du temps de l'Udimet 720 HS et CR, pour des contraintes variant de 600 MPa à 900 MPa à* ***650°C***

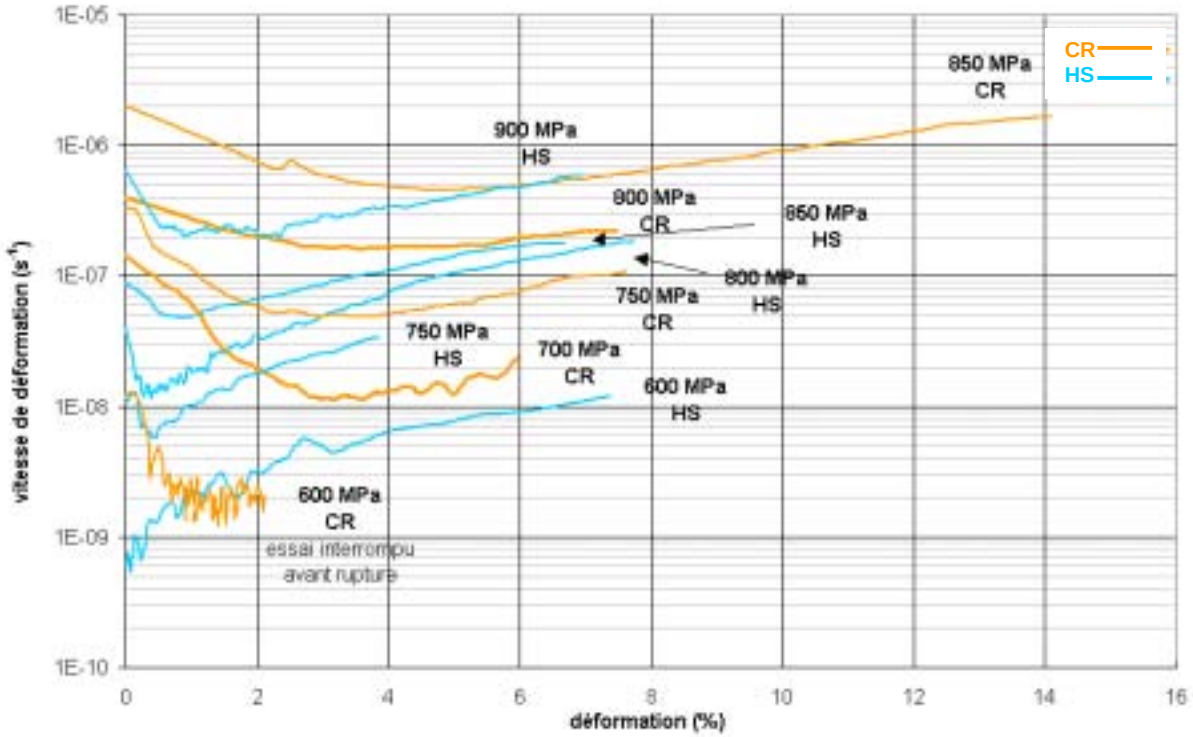


Figure 3.4 : *Vitesse de déformation en fonction de la déformation de l'Udimet 720 HS et CR, pour des contraintes variant de 600 MPa à 900 MPa à* ***650°C***

700°C

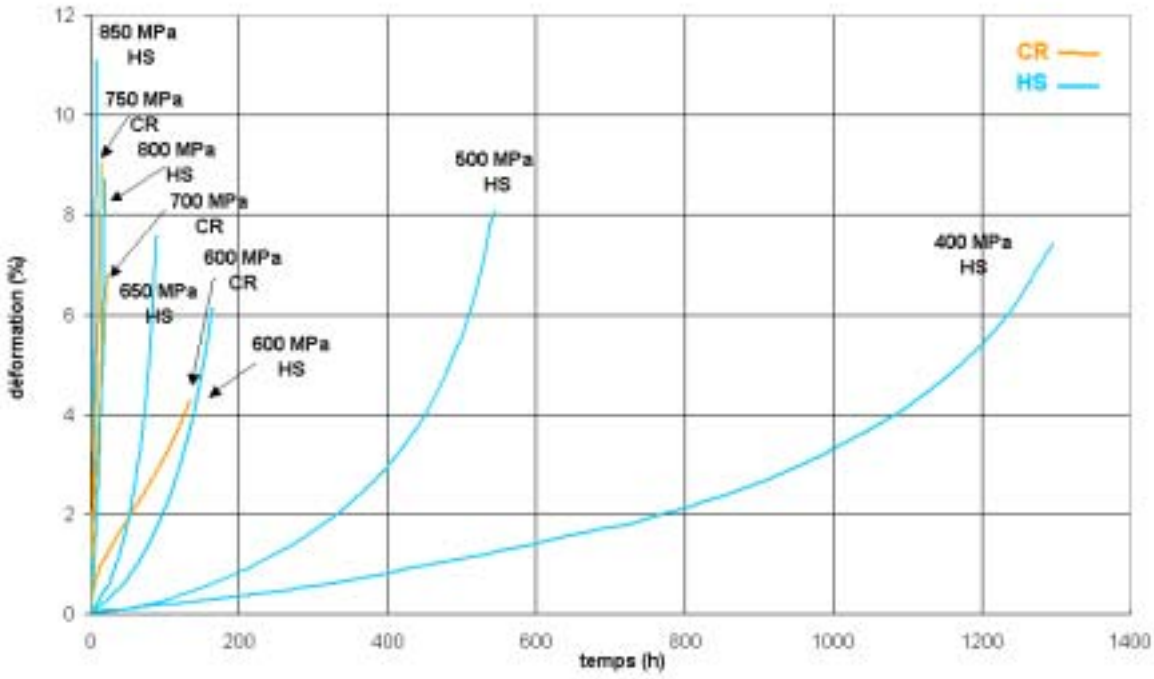


Figure 3.5 : *Déformation de fluage en fonction du temps de l'Udimet 720 HS et CR, pour des contraintes variant de 400 MPa à 850 MPa à* ***700°C***

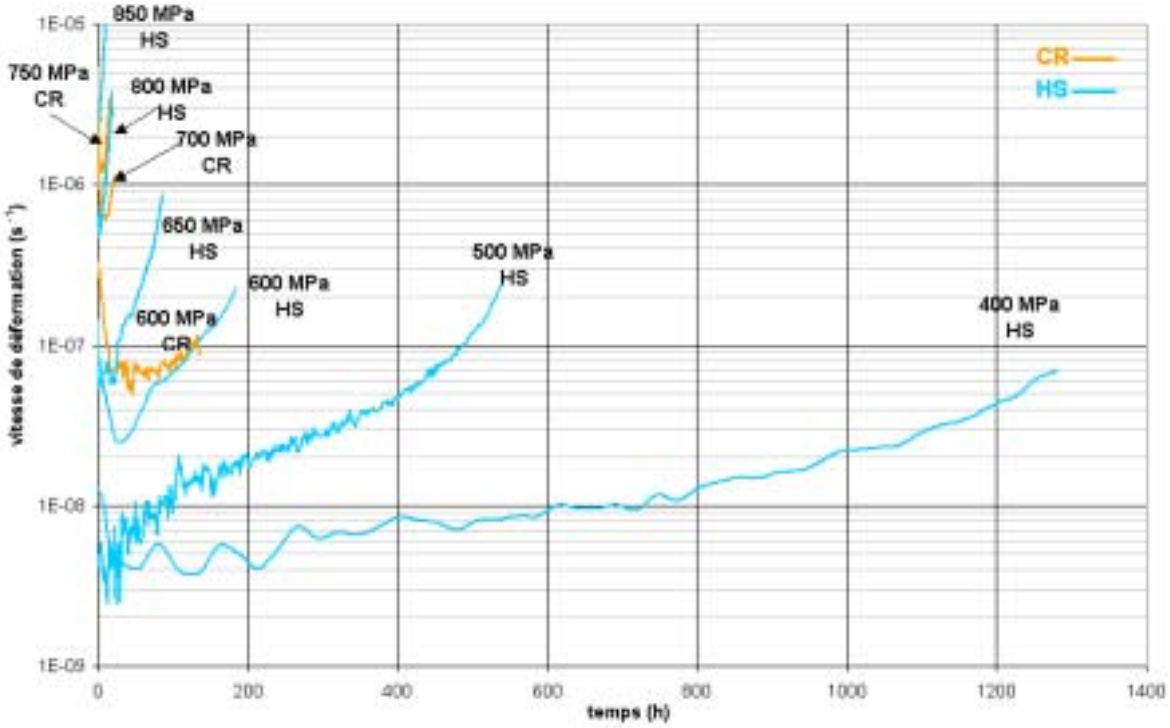


Figure 3.6 : *Vitesse de déformation en fonction du temps de l'Udimet 720 HS et CR, pour des contraintes variant de 400MPa à 850 MPa à* ***700°C***

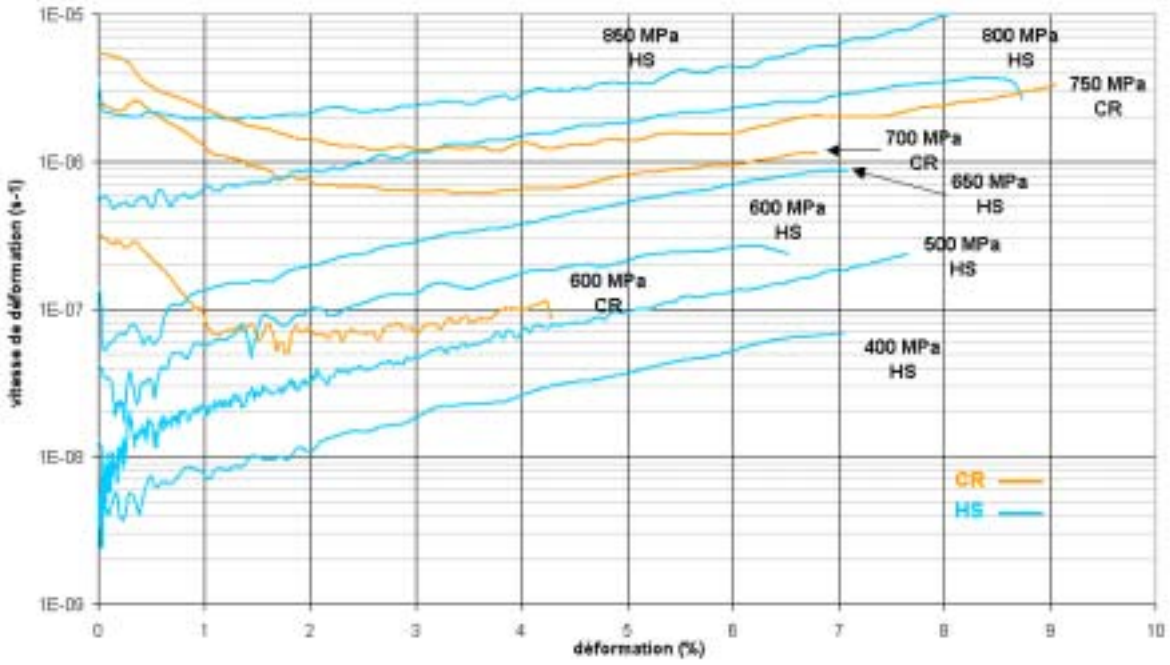


Figure 3.7 : *Vitesse de déformation en fonction de la déformation de l'Udimet 720 HS et CR, pour des contraintes variant de 400 MPa à 850 MPa à* ***700°C***

750°C

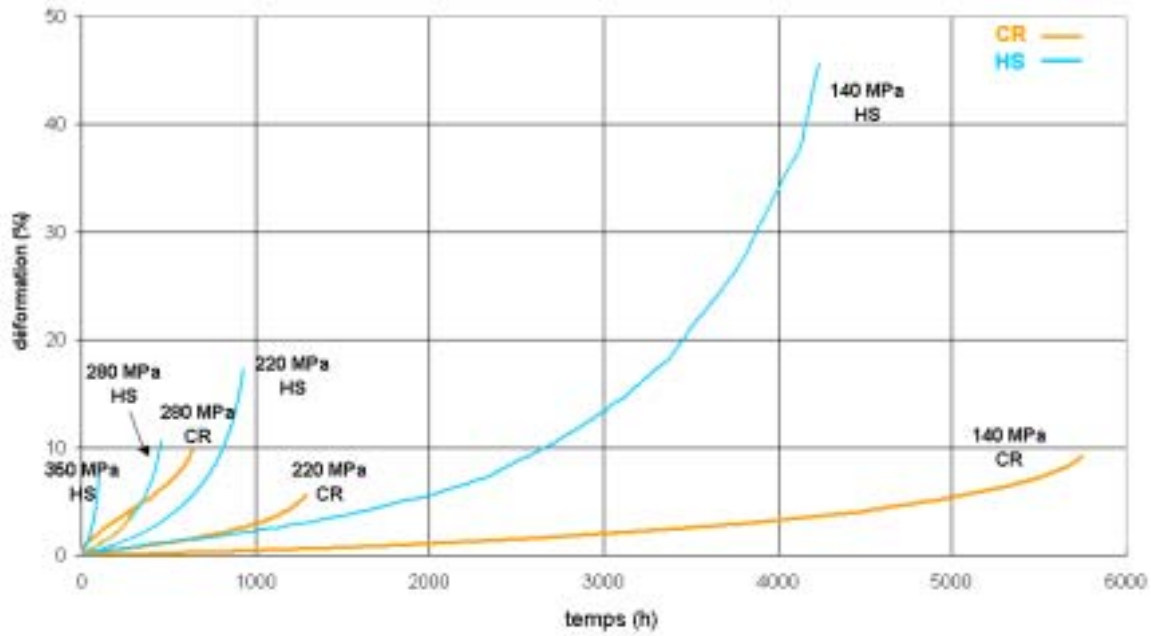


Figure 3.8 : *Déformation de fluage en fonction du temps de l'Udimet 720 HS et CR, pour des contraintes variant de 140 MPa à 350 MPa à* ***750°C***

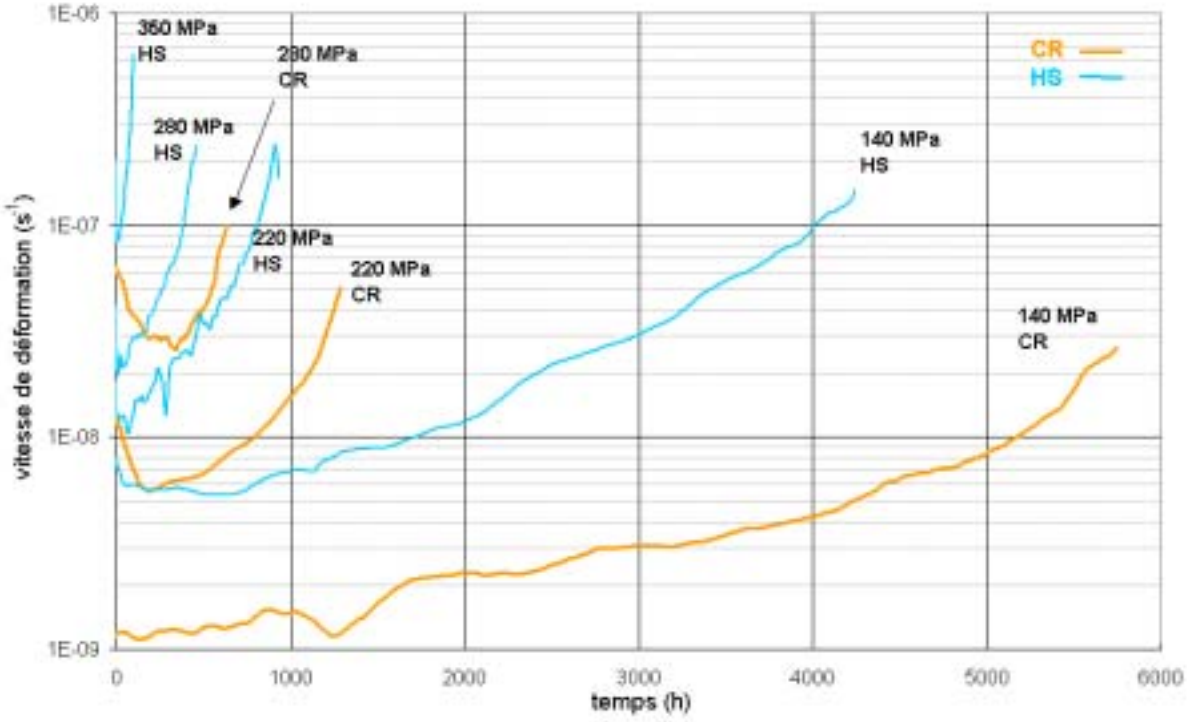


Figure 3.9: *Vitesse de déformation en fonction du temps de l'Udimet 720 HS et CR, pour des contraintes variant de 140 MPa à 350 MPa à* ***750°C***

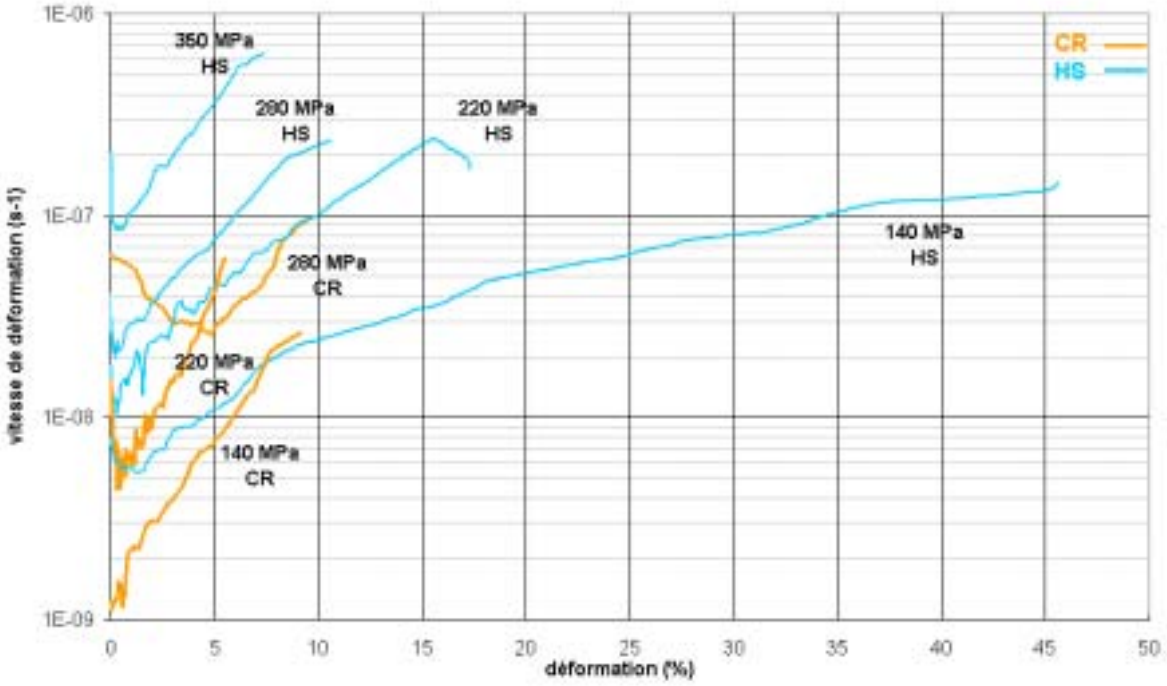


Figure 3.10 : *Vitesse de déformation en fonction de la déformation de l'Udimet 720 HS et CR, pour des contraintes de 140 à 350 MPa à* ***750°C***

Courbes normées

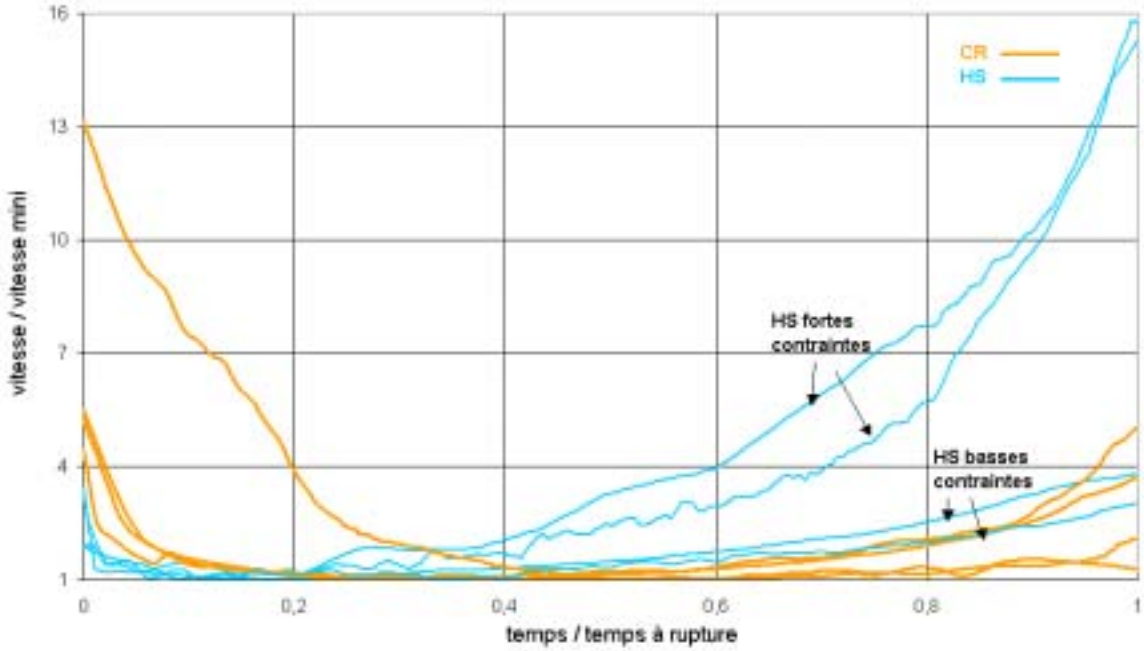


Figure 3.11 : *Vitesse de déformation normalisée par rapport à la vitesse de déformation minimale en fonction du temps normalisé par rapport au temps à rupture de l'Udimet 720 HS et CR, pour des contraintes variant de 600 MPa à 750 MPa (faibles contraintes) et de 800 MPa à 900 MPa (fortes contraintes) à* ***650°C***

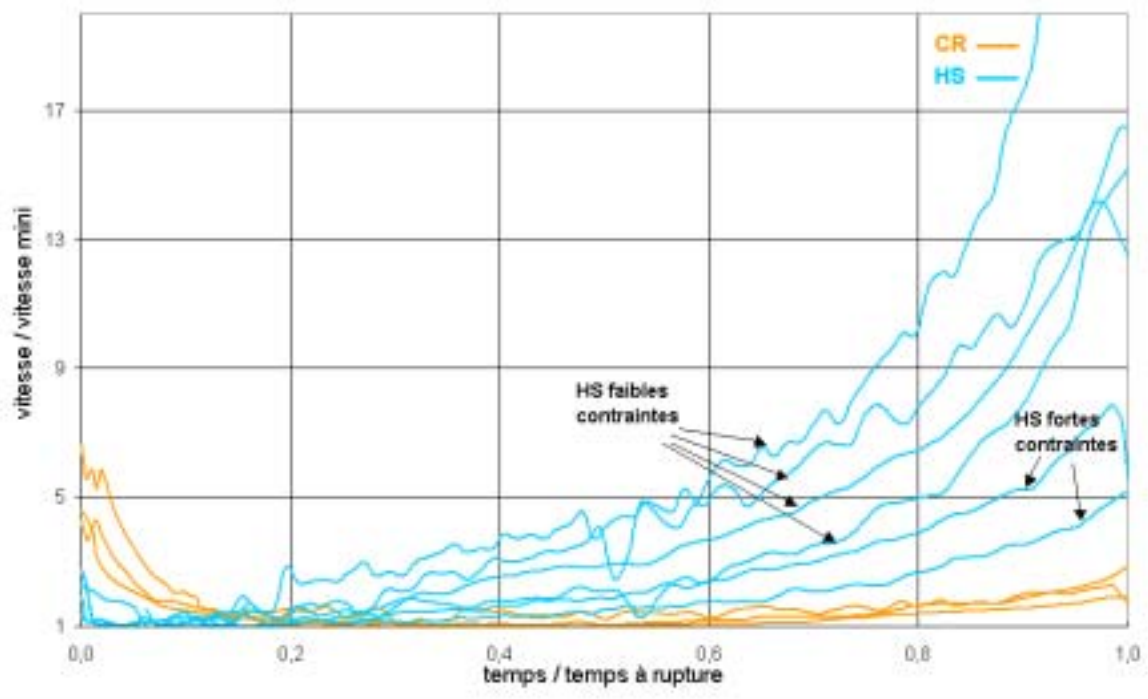


Figure 3.12 : *Vitesse de déformation normalisée par rapport à la vitesse de déformation minimale en fonction du temps normalisé par rapport au temps à rupture de l'Udimet 720 HS et CR, pour des contraintes variant de 400 MPa à 600 MPa (faibles contraintes) et de 800 MPa à 850 MPa à* ***700°C***

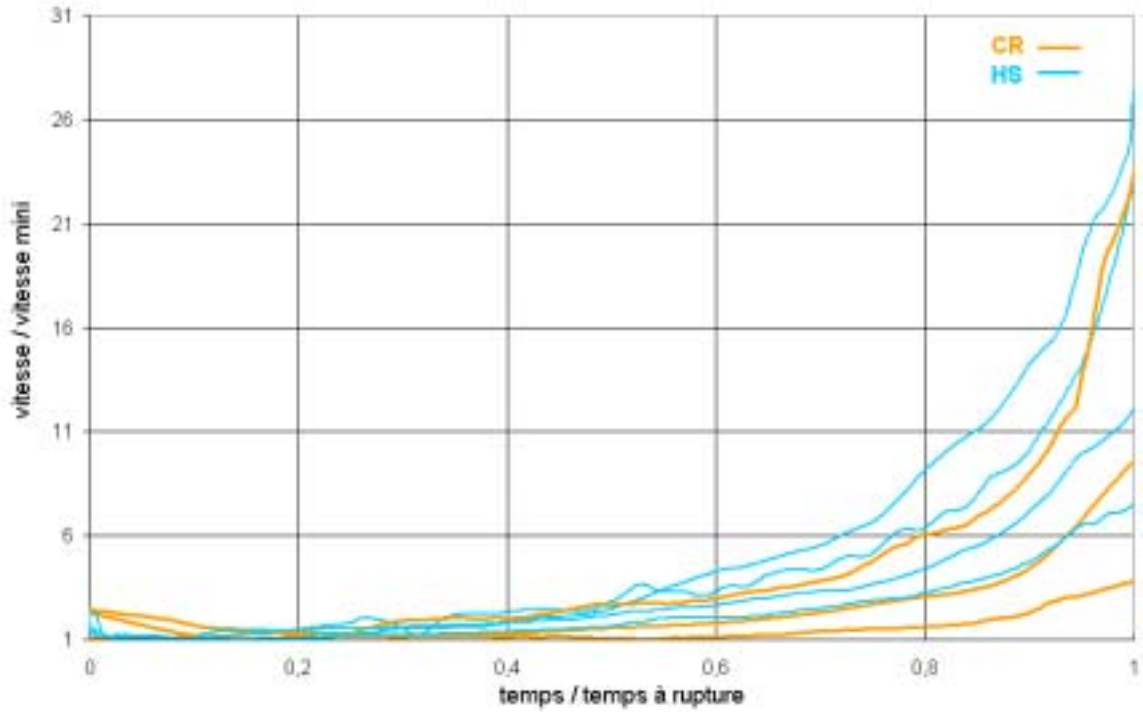


Figure 3.13 : *Vitesse de déformation normalisée par rapport à la vitesse de déformation minimale en fonction du temps normalisé par rapport au temps à rupture de l'Udimet 720 HS et CR, pour des contraintes variant de 140 MPa à 350 MPa à* ***750°C***

L'examen de ces courbes permet de dégager plusieurs conclusions :

Essais à 650°C et 700°C

L'Udimet 720 **CR** possède un comportement classique de fluage, comportant les stades primaire, stationnaire et tertiaire définis au paragraphe 2.1.1 du chapitre 1. Le stade primaire s'étend jusqu'à environ 3% de déformation à 650°C et 2% de déformation à 700°C (figures 3.4 et 3.7) et représente 1/5 de la durée de vie de l'essai (figures 3.11 et 3.12). En outre, il ressort des courbes de vitesse en fonction du temps, que le stade tertiaire est peu étendu. Il représente environ 1/5 de la durée de vie de l'essai (figures 3.3 et 3.6).

La description du comportement de la microstructure **HS** amène à définir deux domaines de contraintes :

- dans le domaine des fortes contraintes (à partir de 850 MPa à 650°C et de 800 MPa à 700°C), le comportement est analogue à celui de la microstructure CR avec cependant un stade primaire moins étendu. Le stade primaire constitue moins de 0,5 % de la déformation et moins de 1/20 de la durée de vie de l'essai (figure 3.7 et 3.12).

- dans le domaine des plus faibles contraintes en revanche, les courbes ne présentent pas de stade stationnaire pendant lequel la vitesse de fluage serait constante, et le stade primaire se trouve réduit à moins de 1/10 de la durée de vie. Sur les courbes de vitesse de déformation en fonction du temps ou de la déformation, la vitesse commence par décroître de façon plus abrupte qu'aux fortes contraintes, pour atteindre une vitesse minimale, puis la vitesse augmente jusqu'à rupture. Ce type de comportement de fluage est caractérisé par un stade tertiaire prépondérant, comme exposé au paragraphe 2.3.3 du chapitre 1.

À partir de 1 % de déformation, les courbes de vitesses de déformation en fonction de la déformation sont "parallèles", quelle que soit la contrainte appliquée.

La transition entre le comportement de fluage classique et sans stade stationnaire de l'Udimet 720 HS est mise en exergue sur les courbes normalisées à 650°C et 700°C des figures 3.11 et 3.12. L'allure de la courbe de fluage de l'Udimet 720 HS à fortes contraintes est similaire à celle de l'Udimet 720 CR. Le rapport entre la vitesse de déformation à rupture et la vitesse de déformation minimale est notablement plus important pour l'Udimet 720 HS à faible contrainte qu'à forte contrainte. Pour l'Udimet 720 CR, ce rapport est du même ordre de grandeur que celui de l'Udimet 720 HS à faible contrainte à 650°C, mais est plus petit à 700°C.

Allure des courbes à 750°C

La différence de comportement entre les deux microstructures est moins marquée (figures 3.8 et 3.9). Seul l'essai réalisé sur l'Udimet 720 CR sous 280 MPa présente un stade primaire marqué, et un court stade stationnaire. Les autres essais se caractérisent par un fluage tertiaire.

Temps à rupture

- À **650°C**, à contrainte identique, la durée de vie de la microstructure HS est supérieure (de plus du double) à la durée de vie de la microstructure CR.

- À l'inverse, à **750°C**, la durée de vie de la microstructure CR est plus longue que celle de la microstructure HS.
- A **700°C**, l'essai à 600 MPa ne montre pas de différence sensible entre la durée de vie de l'Udimet 720 HS et CR.

Ductilité

- À 650°C, l'allongement à rupture est globalement équivalent entre les deux microstructures. Il est compris entre 6 et 8 % pour toutes les contraintes, sauf pour la plus forte contrainte appliquée à l'Udimet 720 CR où l'allongement à rupture vaut 14 %.
- À 700°C, l'allongement à rupture est compris entre 6 et 11 % pour l'Udimet 720 HS et entre 4 et 6 % pour l'Udimet 720 CR.
- À 750°C, les valeurs d'allongement sont plus dispersées. Elles sont comprises entre 8% et 45% pour l'Udimet 720 HS. On remarque que la ductilité augmente lorsque la contrainte appliquée diminue. Pour l'Udimet 720 CR, la ductilité est comprise entre 5% et 10%.

2.2 Exploitation macroscopique des résultats

2.2.1 Évolution du temps à rupture en fonction de la contrainte : Représentation de Larson-Miller

Pour comparer les propriétés en fluage de notre nuance d'Udimet 720 élaboré par CIC et l'Udimet 720 élaboré par forgeage, les résultats des essais sont représentés sur la figure 3.14 dans un diagramme de Larson-Miller. Les données bibliographiques de l'Udimet 720 forgé sont fournies par Sczerzenie [Sczerzenie 1988] et par Chateau à 850°C [Chateau 1999]. Le diagramme de Larson-Miller, défini au paragraphe 2.2.1.1 du chapitre 1, relie la contrainte appliquée, représentée sur échelle logarithmique, en fonction du paramètre de Larson-Miller, établi à partir de la température et de la durée de vie en fluage.

Selon cette représentation, la durée de vie en fluage de l'Udimet 720 élaboré par CIC est similaire à la durée de vie de l'Udimet 720 forgé HS pour les deux microstructures, dans le domaine des fortes contraintes (essais réalisés à 650°C et à 700°C). En revanche, dans le domaine des faibles contraintes (essais réalisés à 700°C et à 750°C), la durée de vie de l'Udimet 720 élaboré par CIC est plus basse que celle du forgé. Quelle que soit le mode d'élaboration, la microstructure CR possède une plus grande durée de vie que la microstructure HS, pour une même contrainte appliquée, sauf à 650°C et à 700°C, où la durée de vie de l'Udimet 720 HS CIC est supérieure à celle de l'Udimet 720 CR CIC.
L'écart de durée de vie entre l'Udimet 720 forgé et l'Udimet 720 élaboré par CIC peut s'expliquer par la différence de taille de grain à l'issue des traitements thermiques. La taille de grain de la microstructure HS atteint 10 µm s'il est élaboré par CIC, et 20 µm s'il est forgé. Pour la microstructure CR, la différence de taille de grain est plus prononcée entre les deux modes d'élaboration, la taille de grain de l'Udimet 720 CIC est bloquée à 30 µm (cf. chapitre 2, § 1.3.2), alors qu'elle atteint 500 µm pour le forgé.

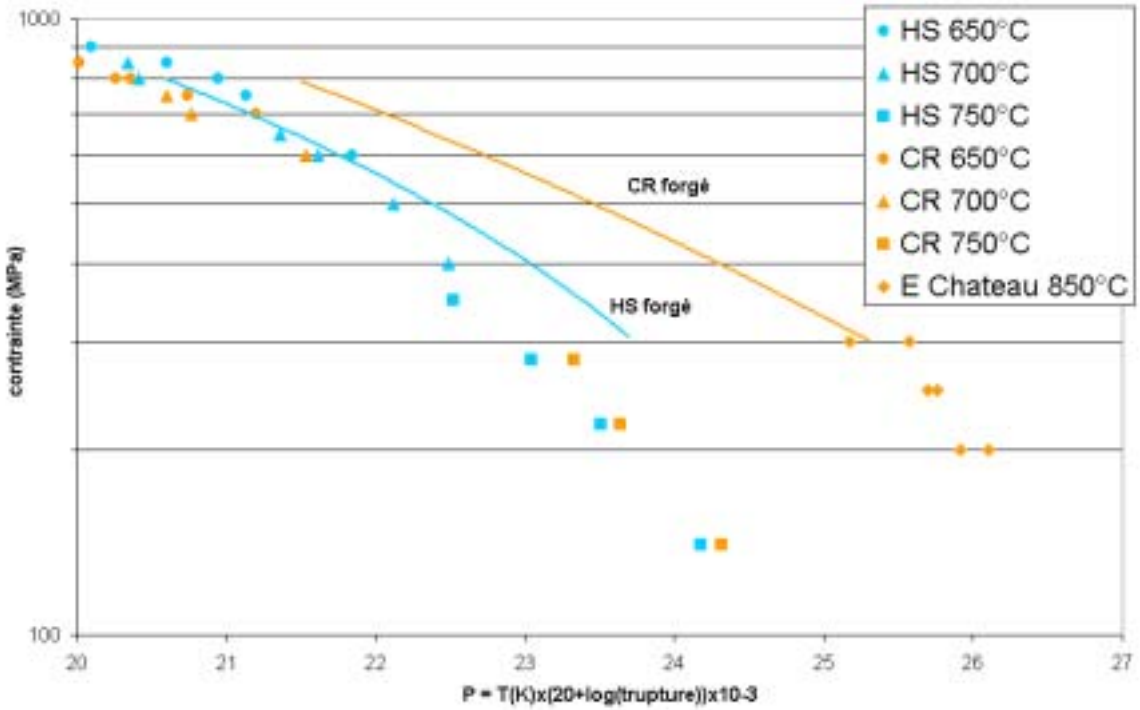


Figure 3.14 : *Diagramme de Larson-Miller des résultats de fluage à 650°C, 700°C et 750°C de l'Udimet 720 HS et CR de l'étude, comparé à l'Udimet 720 forgé entre 400°C et 900°C (en trait plein) [Scerzernie 1988] et [Château 1999] à 850°C*

2.2.2 Sensibilité de la vitesse à la contrainte : diagramme de Norton.

Le diagramme de Norton relie la vitesse de déformation à la contrainte appliquée en échelles logarithmiques (figure 3.15). Cette représentation permet de visualiser la sensibilité de la vitesse à la contrainte. En supposant que la vitesse de déformation s'écrive selon la relation $\dot{\varepsilon} = A\sigma^n$ (loi explicitée au paragraphe 2.3.1.1 du chapitre 1), il est possible d'évaluer le coefficient de Norton n.

- Pour l'Udimet 720 **CR**, tous les points peuvent être décrits par une seule droite à chaque température. La valeur de n est donc constante sur chaque intervalle de contraintes étudié : le coefficient n vaut 17 à 650°C, 14 à 700°C et 3 à 750°C.

- Pour l'Udimet 720 **HS :**
  - la sensibilité est représentée par une droite à **750°C** et n vaut 2.
  - à **650°C** cependant, les points semblent s'aligner selon deux domaines de sensibilité différents : n vaut 24 pour des contraintes variant de 850 MPa à 900 MPa, et 11 pour des contraintes variant de 600 MPa à 800 MPa.
  - à **700°C**, les points semblent s'aligner selon trois domaines de sensibilité différents : n vaut 23 pour des contraintes variant de 800 MPa à 850 MPa, 9 pour des contraintes variant de 700 MPa à 600 MPa, et 2 pour des contraintes variant de 400 MPa à 500 MPa.

À 650°C et 700°C, le coefficient de Norton dans le domaines des fortes contraintes a été évalué uniquement à partir de deux contraintes, ces résultats seront donc discutés au chapitre 5.

Les valeurs des coefficients de Norton sont groupés dans le tableau 3.3 en fonction de la température et du domaine de contraintes.

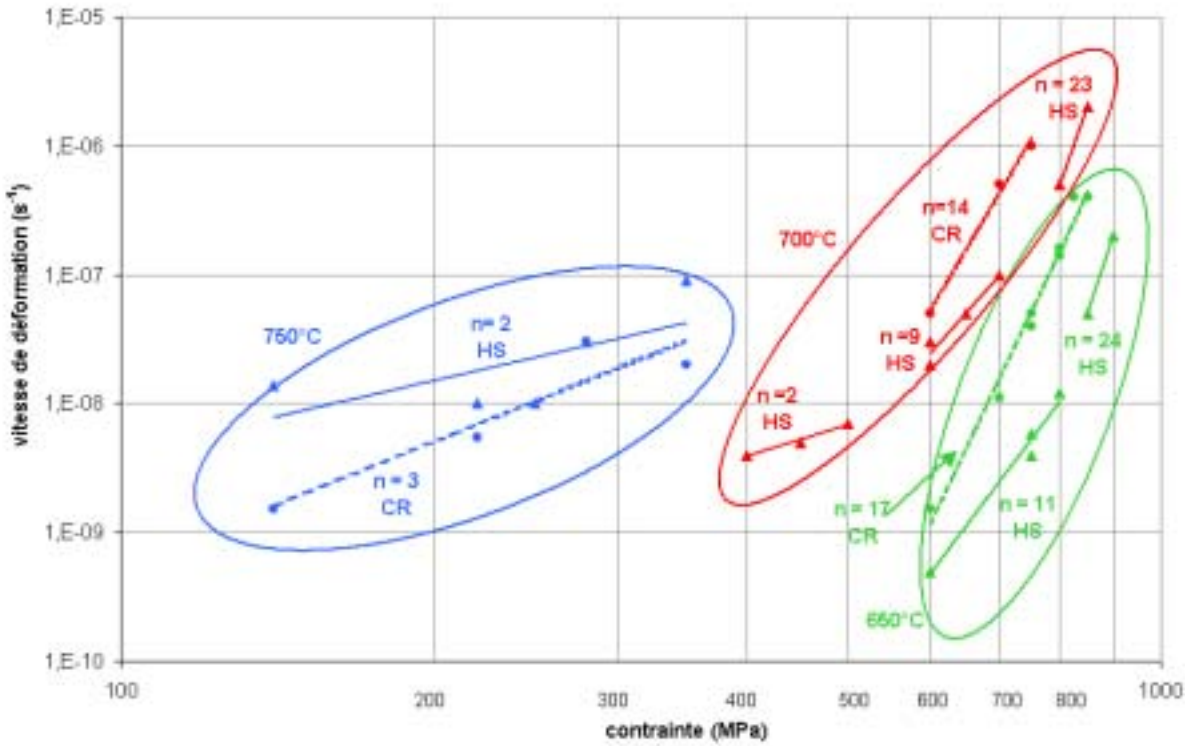


Figure 3.15: *Représentation de la sensibilité de la vitesse à la contrainte : Évolution de la vitesse de déformation minimale ou stationnaire en fonction de la contrainte pour chaque température.*

	Contraintes appliquées			
Température	**HS**			**CR**
650°C	De 600 à 800 MPa **n= 11**		De 850 à 900 MPa **n= 24**	De 700 à 850 MPa **n= 17**
700°C	De 400 à 500 MPa **n= 2**	De 600 à 700 MPa **n= 9**	De 800 à 850 MPa **n= 23**	À 600 et 700 MPa **n=14**
750°C	De 140 à 350 MPa **n= 2**			De 140 à 350 MPa **n= 3**

Tableau 3.3 : *Bilan des valeurs du coefficient de Norton n en fonction de la température et du domaine de contraintes appliquées*

La détermination des coefficients de Norton amène plusieurs commentaires :

- le changement de valeurs de n de l'Udimet 720 **HS** à **650°C et 700°C** entre les domaines des fortes et des faibles contraintes correspond au changement de comportement de fluage observé au paragraphe 2.1. Aux fortes contraintes l'Udimet 720 HS possède un comportement classique de fluage, alors qu'aux faibles contraintes, il possède un comportement caractérisé par l'absence de stade stationnaire.

- les valeurs de n sont particulièrement élevées à **650°C et 700°C** dans les domaines des fortes contraintes. En effet, pour la grande majorité des solides la valeur de n se situe entre 3 et 5 et de nombreux modèles tiennent compte de cette valeur. Les valeurs supérieures à 10 sont cependant en accord avec les résultats prévus par la bibliographie pour les alliages à phase dispersée (cf. chapitre 1, § 2.2.2) . Elles sont caractéristiques des mécanismes intragranulaires du fluage-dislocation. Dans ce domaine, les précipités γ' jouent donc un rôle prépondérant sur les mécanismes de fluage.

- à **750°C**, les valeurs du coefficient de Norton trouvées pour l'Udimet 720 HS et CR sont beaucoup plus faibles. Elles sont caractéristiques des mécanismes de fluage intergranulaires. L'allongement particulièrement important de l'Udimet 720 HS observé pour l'essai conduit à 140 MPa laisse à penser que le glissement intergranulaire devient un mécanisme de déformation prépondérant à forte contrainte et à haute température. L'effet du glissement intergranulaire est sans doute plus marqué pour la microstructure HS que pour la microstructure CR, car la taille de grain est plus petite (entre 1 µm à 10 µm pour HS et 10 µm à 30 µm pour CR).

- le fait que des mécanismes intragranulaires prédominent à 650°C à fortes contraintes est cohérent avec la durée de vie supérieure de l'Udimet 720 HS à cette température. En effet, la présence de fins précipités γ' tertiaires renforce davantage les grains de l'Udimet 720 HS. A 750°C en revanche, les mécanismes intergranulaires favorisent la tenue de l'Udimet 720 CR à gros grain.

3 Essais de relaxation à 650°C, 700°C et 750°C

La figure 3.16 représente les résultats des essais de relaxation de l'Udimet 720 HS et CR menés à 650°C, 700°C et 750°C. La déformation plastique initiale est de 2% pour tous les essais, obtenue à une vitesse de traction de 5.10^{-4} s^{-1}.
L'examen des courbes de décroissance de la contrainte avec le temps amène plusieurs remarques :

- les essais doublés (Udimet 720 HS à 750°C et Udimet 720 CR à 650°C) montrent une bonne reproductibilité des essais,
- l'allure des courbes de relaxations des deux microstructures est similaire,
- la contrainte ne semble pas tendre vers une contrainte limite aux temps longs.

Représentation des courbes en $\log \dot{\varepsilon} = f(\sigma)$
Cette représentation permet de mettre en évidence la sensibilité de la vitesse avec la contrainte sur plusieurs décades de vitesses. Le dépouillement de cet essai est réalisé à partir des relations suivantes :

En cours de relaxation, la déformation totale est constante, on a donc :

$$\varepsilon_t = \varepsilon_e + \varepsilon_p = \text{cste}$$

En dérivant l'expression précédente par rapport au temps, on obtient [Saint Antonin 1997] :

$$\dot{\varepsilon}_t = \dot{\varepsilon}_e + \dot{\varepsilon}_p = 0 \text{ , ou encore } \dot{\varepsilon}_p = -\dot{\varepsilon}_e$$

Avec $\dot{\varepsilon}_t$, $\dot{\varepsilon}_e$ et $\dot{\varepsilon}_p$ vitesses de déformation totale, élastique et plastique.

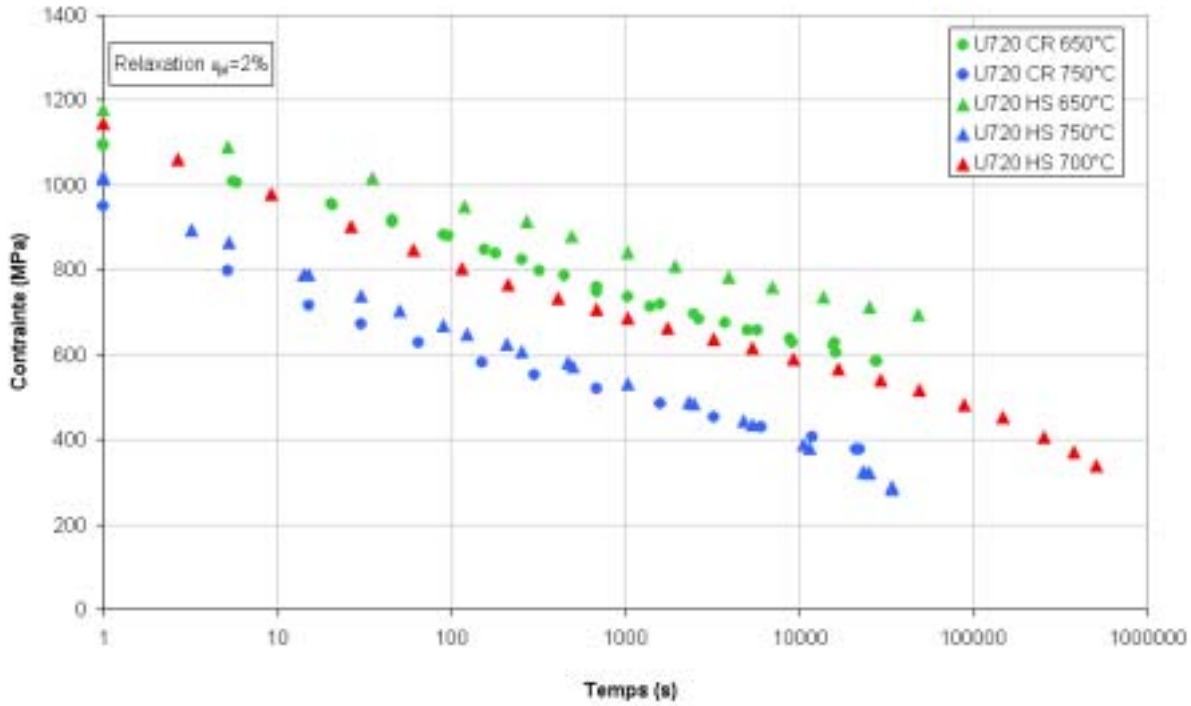


Figure 3.16 : *Essais de relaxation de l'Udimet 720 HS à 650°C, 700°C et 750°C et de l'Udimet 720 CR à 650°C et 750°C représentant la contrainte en fonction du temps*

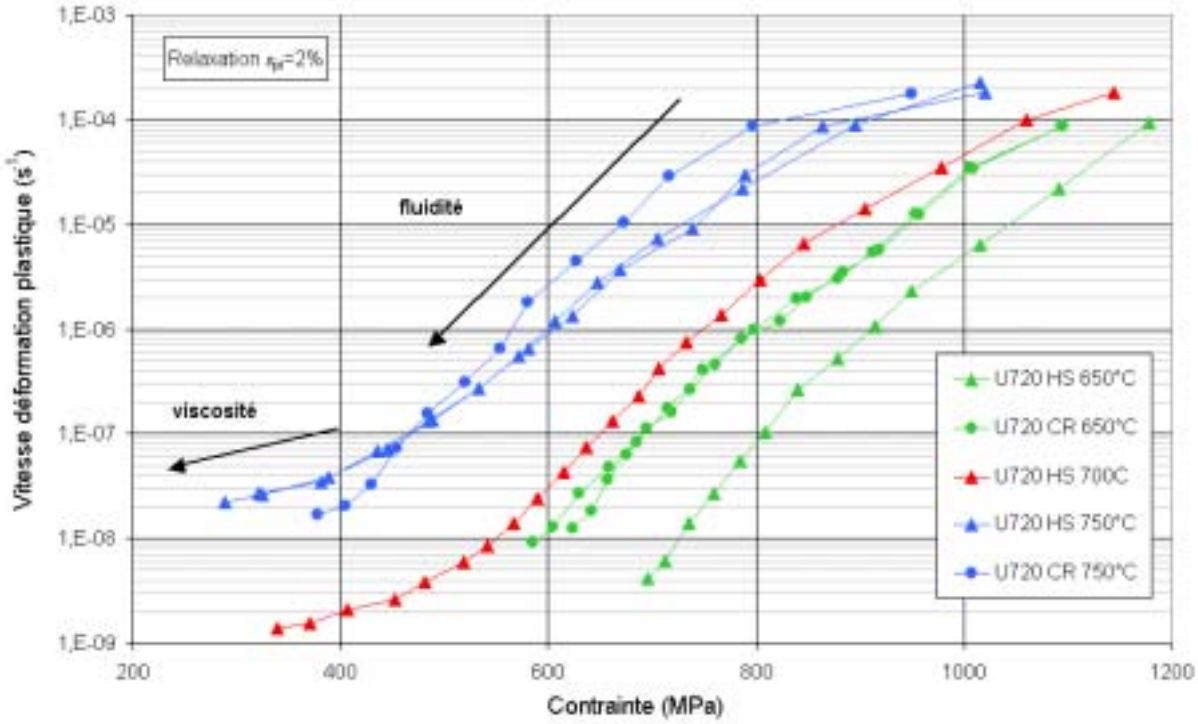


Figure 3.17 : *Essais de relaxation de l'Udimet 720 HS à 650°C, 700°C et 750°C et de l'Udimet 720 CR à 650°C et 750°C représentant la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte*

Pendant la relaxation, la déformation plastique croît aux dépens de la déformation élastique.

En introduisant la loi de Hooke ($\varepsilon_e = \frac{\sigma}{E}$), la vitesse de relaxation est donnée par :

$$\dot{\varepsilon}_p = -\frac{\dot{\sigma}}{E}$$

Les résultats des courbes donnant la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte sont représentés sur la figure 3.17.

À 700°C et 750°C, il apparaît trois stades de relaxation pendant lesquels la pente des courbes $\log\dot{\varepsilon} = f(\sigma)$ est constante. Suite à des problèmes de stabilité thermique et de parasitage électrique, les essais à 650°C ne sont pas exploitables pour des vitesses inférieures à 10^{-8} s^{-1} pour l'Udimet 720 CR et à 4.10^{-9} s^{-1} pour l'Udimet 720 HS. Les courbes des essais à 650°C ne présentent que deux stades de relaxation dans le domaine exploitable.

La pente de la courbe $\dot{\varepsilon} = f(\sigma)$ est directement reliée au volume d'activation : $V = RT\left.\frac{\partial \ln\dot{\varepsilon}}{\partial\sigma}\right|_{T,\mu S}$, grandeur que nous expliciterons plus en détail dans le chapitre Discussion.

Plus la pente des courbes est faible, plus le volume d'activation est faible et plus le matériau est visqueux. À l'inverse, plus la pente est raide, plus le volume d'activation est élevé et plus le matériau est fluide.

À 700°C et à 750°C, cette analyse indique que l'Udimet 720 est visqueux pour des contraintes supérieures à environ 800 MPa, fluide pour des contraintes comprises entre environ 500 MPa et 800 MPa puis de nouveau visqueux aux contraintes plus faibles.

Habituellement, le comportement en relaxation est caractérisé par deux stades de viscosité : le matériau est fluide à forte contrainte et visqueux à faible contrainte. Néanmoins, le type de comportement de l'Udimet 720 caractérisé par un premier stade visqueux aux fortes contraintes a été observé par V. Provendier-Aubourg sur le N18 dans le cas d'essais de relaxation à 600°C, 625°C et 650°C pré-déformé plastiquement à plus de 1,4% [Provendier-Aubourg 1994]. À ce niveau élevé de déformation, Provendier-Aubourg montre que l'on sous-estime la valeur réelle de V à forte contrainte si l'on ne tient pas compte de la contrainte interne résultant de la plastification du matériau. Par la suite, nous ne considèrerons donc que les résultats de relaxation déterminés à des contraintes inférieures à 800 MPa.

4 Essais de fluage sur éprouvettes axisymétriques entaillées

4.1 Bilan des essais

Des essais de fluage menés à rupture sont également réalisés à 650°C et 750°C sur des éprouvettes entaillées présentant des taux de triaxialité différents. Les géométries des éprouvettes et les grandeurs mesurées sont définies au paragraphe 2.2 du chapitre 2. Ces essais étant dédiés à l'étude de l'endommagement, ils sont principalement réalisés à 750°C, température à laquelle l'endommagement est le plus marqué d'après les observations réalisées sur les éprouvettes lisses, présentées au chapitre 3.

L'ensemble des essais menés sur les éprouvettes entaillées est regroupé dans le tableau 3.4, et les courbes de fluage donnant le déplacement axial en fonction du temps sont présentées sur les figures 3.18 et 3.19.

T(°C)	nuance	σ nominale (MPa)	géométrie	Triaxialité	tr (h)	Déplacement axial entre collerettes (mm)	ε_d en fin d'essai entaille rompue	ε_d en fin d'essai entaille non rompue 1	ε_d en fin d'essai entaille non rompue 2	ε mise en charge (µm)
750	HS	200	r=0,8	1,14	2130	0,81	0,18	0,12	0,11	12
		280	r=4	0,56	511	**0,41**	0,12	0,05	_	7
		280	r=4	0,56	534	**0,41**	0,11	0,01	_	8
		310	r=0,8	1,14	534	0,28	0,06	0,02	0,05	7
		310	r=0,8	1,14	557	**0,37**	0,05	0,04	0,05	8
	CR	280	r=4	0,56	972	0,24	0,06	0,02	_	25
		280	r=1,2	0,56	1347	**0,27**	0,13	0,01	0,01	18
		310	r=0,8	1,14	870	0,11	0,11	0,005	0,005	20
650	HS	800	r=4	0,56	1380	**0.07**	0.08	0.03	_	30
	CR	800	r=4	0,56	755	**0,09**	0,07	0,01	_	50

Tableau 3.4 : *Résultats de fluage extraits des essais menés à rupture*
La déformation entre collerettes est en gras lorsque l'entaille a rompu entre les collerettes.

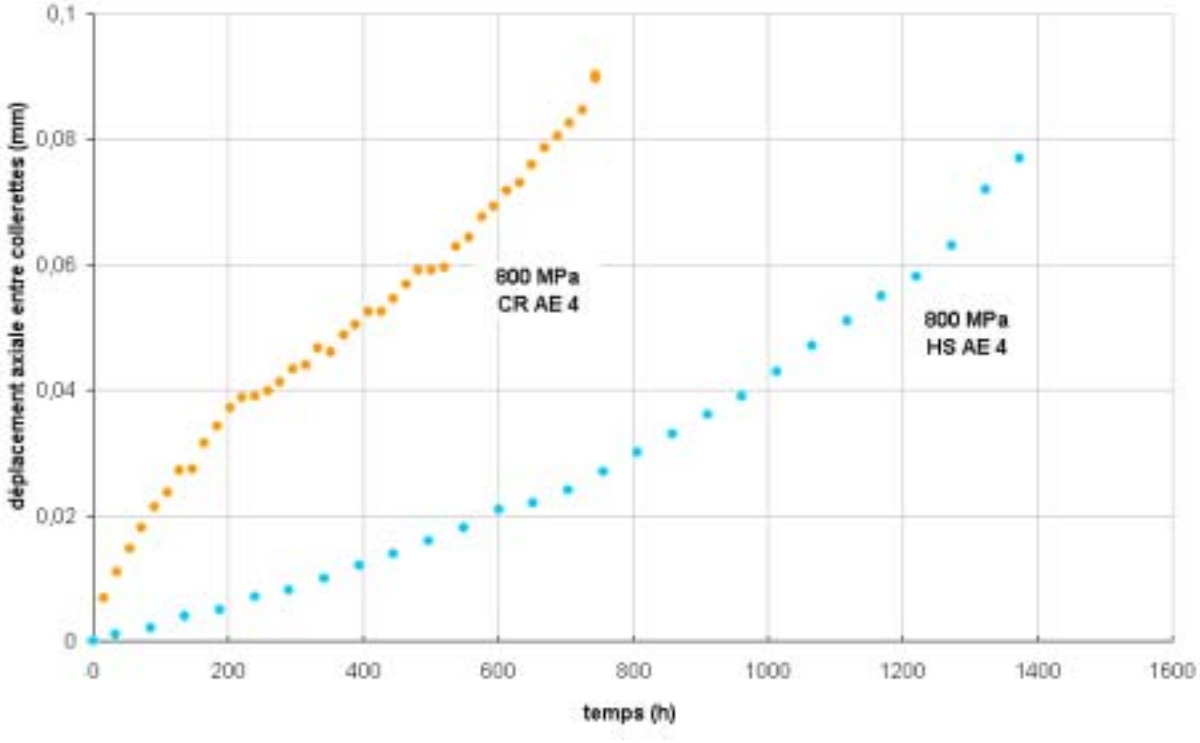


Figure 3.18: *Déformation de fluage en fonction du temps d'éprouvettes entaillées d'Udimet 720 HS et CR à* ***650°C***

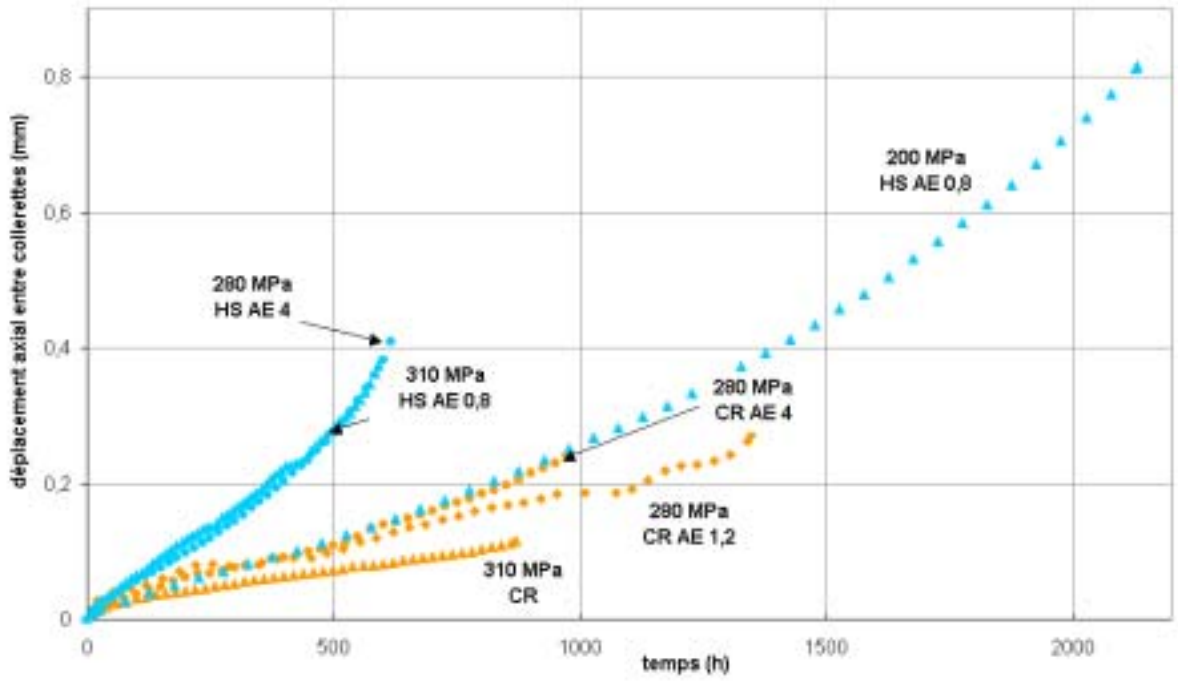


Figure 3.19 : *Déformation de fluage en fonction du temps d'éprouvettes entaillées d'Udimet 720 HS et CR à* ***750°C***

Les quatre essais qui ont été doublés montrent une bonne reproductibilité (à 750°C sur deux éprouvettes AE4 d'Udimet 720 HS pour une contrainte nominale de 280 MPa et sur deux éprouvettes AE 0.8 d'Udimet 720 HS pour une contrainte nominale de 310 MPa).

On retrouve les mêmes tendances que celles observées sur les éprouvettes lisses :

- à 750°C, le temps à rupture de l'Udimet 720 CR est supérieur à celui l'Udimet 720 HS pour une même contrainte nominale appliquée. De plus, la ductilité de l'Udimet 720 HS augmente lorsque la contrainte nominale diminue.
- à 650°C sous 800 MPa, le temps à rupture de l'Udimet 720 HS est supérieur à celui l'Udimet 720 CR pour une même contrainte nominale appliquée.
- l'allure des courbes est moins bien définie que les éprouvettes lisses car l'amplitude de la déformation mesurée est faible par rapport à la précision du capteur. Toutefois, la différence de comportement observée entre l'Udimet 720 et CR est similaire à celle observée sur les éprouvettes lisses.

Certains essais présentent une déformation diamétrale assez homogène pour toutes les collerettes, alors que pour d'autres, la déformation se localise dans une seule entaille. Il n'a pas été établi de lien entre l'acuité de l'entaille, la contrainte nominale et la localisation ou non de la déformation.

4.2 Effet de l'entaille sur le temps à rupture

La tenue au fluage à 650°C et 750°C est représentée figure 3.20 dans un graphique semi-logarithmique donnant la contrainte nominale en fonction du temps à rupture. Les trois géométries et les éprouvettes lisses sont représentées. On note un allongement de la durée de

vie en fluage avec l'augmentation de l'acuité de l'entaille. En effet, plus l'entaille est sévère, plus la contrainte de Von Misès[2] moyennée est faible sur la section minimale de l'éprouvette, et donc plus la vitesse de déformation plastique est faible. Donc l'apparition de l'endommagement est également retardée.

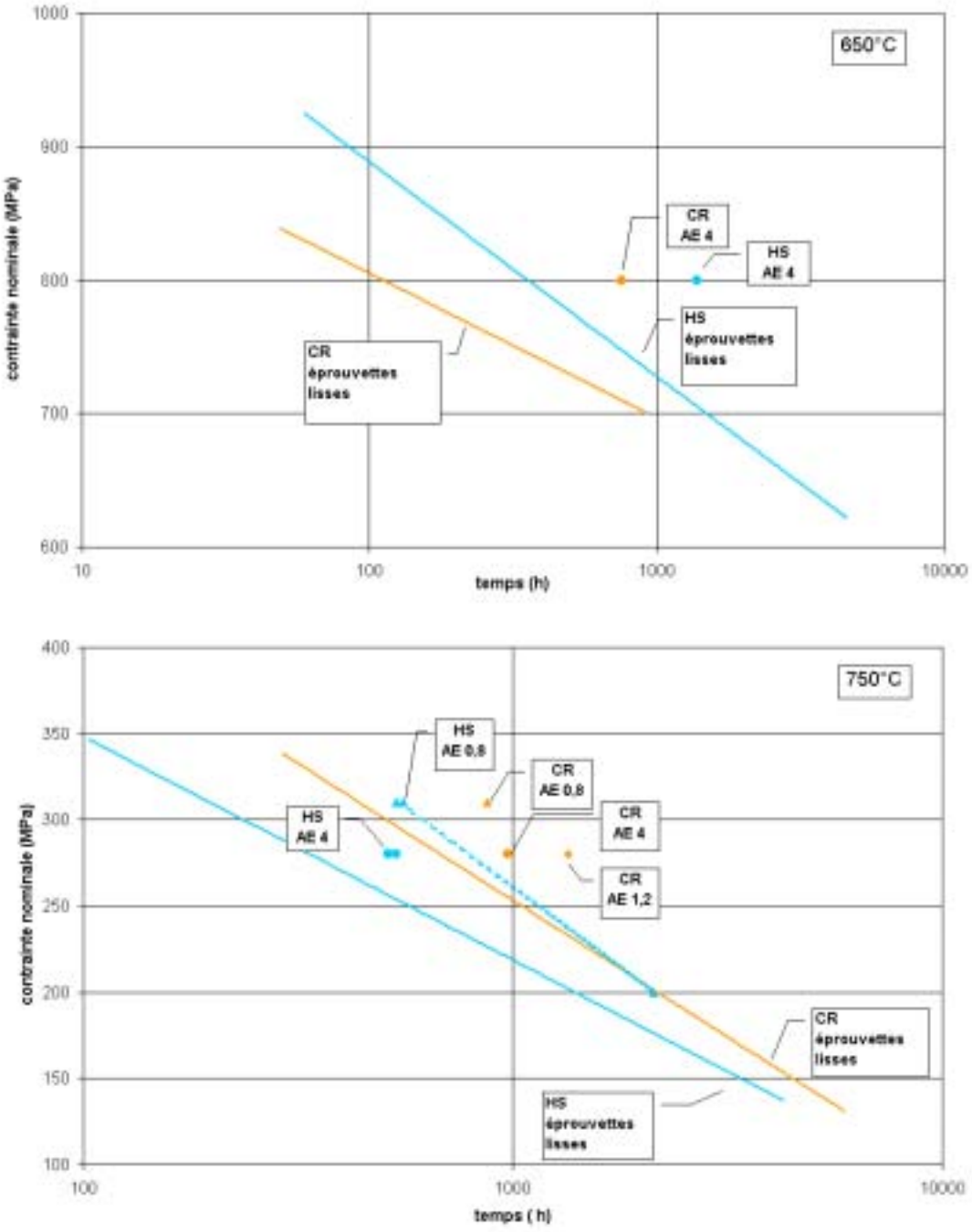


Figure 3.20 : *Comparaison de la tenue en fluage en fonction de la géométrie de l'éprouvette à 750°C et 650°C*

[2] $\sigma_{Von\ Misès}=\sqrt{(^2/_3(\boldsymbol{\sigma'}:\boldsymbol{\sigma'}))}$, avec $\boldsymbol{\sigma}$ ' le tenseur déviateur des contraintes.

À cause de l'effet de renforcement, déjà observé par Chabeau-Reytier sur l'acier inoxydable AISI 321 [Chabeau-Reytier 1999] et par Bouche sur le 316 [Bouche 2000], nous avons chargé plus fortement l'éprouvette la plus sévèrement entaillée (AE 0.8) pour obtenir des essais à rupture de durées équivalentes et s'affranchir ainsi de l'effet du vieillissement.

5 Synthèse

Les essais de traction et de fluage menés à 650°C, 700°C et 750°C apportent les conclusions suivantes :

- *les résultats de traction montrent une faible capacité d'écrouissage des deux microstructures à haute température. L'allongement réparti est particulièrement précoce pour l'Udimet 720 HS.*

- *les résultats des essais de fluage sur les éprouvettes lisses mettent en évidence différents domaines de mécanismes de déformation en fonction de la température, des contraintes appliquées et de la microstructure :*

  - *à 650°C, et 700°C pour des contraintes inférieures à 600 MPa, les valeurs élevées de la sensibilité à la contrainte, n, sont caractéristiques des mécanismes de déformation intragranulaires.*
  - *en revanche, à 750°C, et à 700°C pour des contraintes inférieures à 500 MPa, les faibles valeurs de n sont compatibles avec des mécanismes intergranulaires, comme le glissement intergranulaire.*
  - *pour l'Udimet 720 HS à 650°C et 700°C, où prédominent des mécanismes intragranulaires, deux domaines de sensibilité et deux comportements sont à distinguer. Aux plus fortes contraintes, les valeurs de n sont plus élevées et correspondent à un comportement classique de fluage. Aux plus faibles contraintes, les valeurs de n sont plus faibles et coïncident avec un comportement de fluage caractérisé par l'absence de stade stationnaire et un stade tertiaire prépondérant.*
  - *pour l'Udimet 720 CR à 650°C et 700°C, le comportement de fluage est identique sur tout le domaine de contraintes et correspond à un comportement classique de fluage.*
  - *les essais de relaxation à 700°C et 750°C mettent en évidence un comportement visqueux aux contraintes supérieures à environ 500 MPa, et fluide aux contraintes plus faibles.*

- *les essais de fluage réalisés sur les éprouvettes AE mettent en évidence un fort effet de renforcement avec l'augmentation de l'acuité de l'entaille.*

CHAPITRE 4

Observation des mécanismes de déformation et d'endommagement

Nous avons vu dans le chapitre 3 que le comportement de fluage de l'Udimet 720 dépendait de la microstructure et du domaine de contraintes et de températures appliquées. Dans ce chapitre, l'accent est porté sur l'analyse des modes de déformation et d'endommagement en fluage des microstructures HS et CR. L'observation des mécanismes de déformation est réalisée au MET aux premiers stades de la déformation de fluage et l'observation des mécanismes d'endommagement est réalisée au microscope optique et au MEB sur les éprouvettes rompues.

1 Observations au MET des mécanismes de franchissement des dislocations aux premiers stades de déformation en fluage

L'analyse macroscopique de l'ensemble des essais de fluage présenté dans le chapitre précédent a permis de mettre en évidence des comportements de fluage différents en fonction de la microstructure, de la contrainte et de la température :

- il apparaît qu'à 650°C et 700°C, dans le domaine où les mécanismes intragranulaires sont prépondérants (valeurs de n supérieures à 9) le comportement de fluage de l'Udimet 720 CR est classique, alors que le comportement de l'Udimet 720 HS est caractérisé par l'absence de stade stationnaire lorsque la contrainte appliquée est inférieure à 800 MPa à 650°C et à 700 MPa à 700°C. La figure 4.1 schématise le comportement des deux microstructures dans cette gamme de sollicitation. Aux plus fortes contraintes, le comportement de l'Udimet 720 HS est similaire à celui de l'Udimet 720 CR. Ce phénomène sera analysé dans le chapitre Discussion.

- à 700°C et à 750°C, dans le domaine où les mécanismes intergranulaires semblent prépondérants (n compris entre 2 et 3), la différence de comportement est moins marquée entre les deux microstructures ; le fluage est caractérisé par l'absence de stade stationnaire.

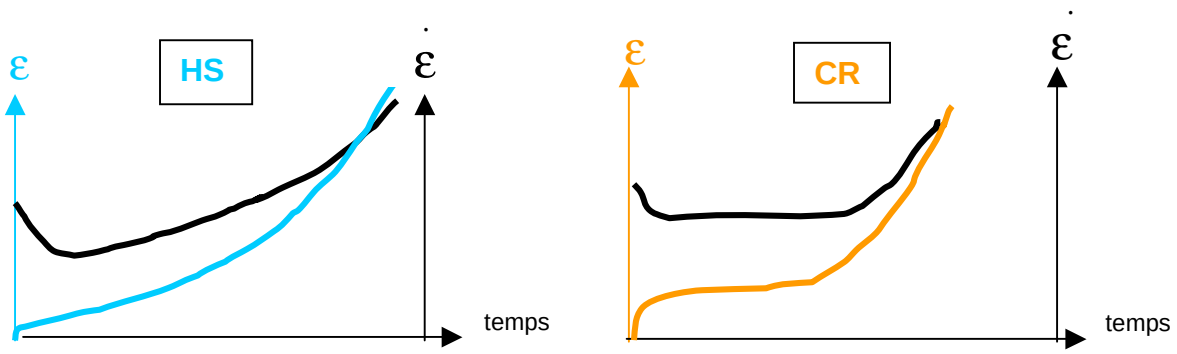


Figure 4.1 : *Courbes schématiques de la déformation et de la vitesse de déformation en fluage en fonction du temps de l'Udimet 720 HS (pour σ<800 MPa à 650°C et σ<700 MPa à 700°C) et de l'Udimet 720 CR*

1.1 Bilan des essais de fluage interrompus à 650°C et 750°C

Les observations au MET sont réalisées sur des lames minces prélevées dans le fût des éprouvettes de fluage interrompu à différents pourcentages de déformation.
La méthode de préparation des lames minces et les conditions d'observations sont détaillées dans l'annexe C.

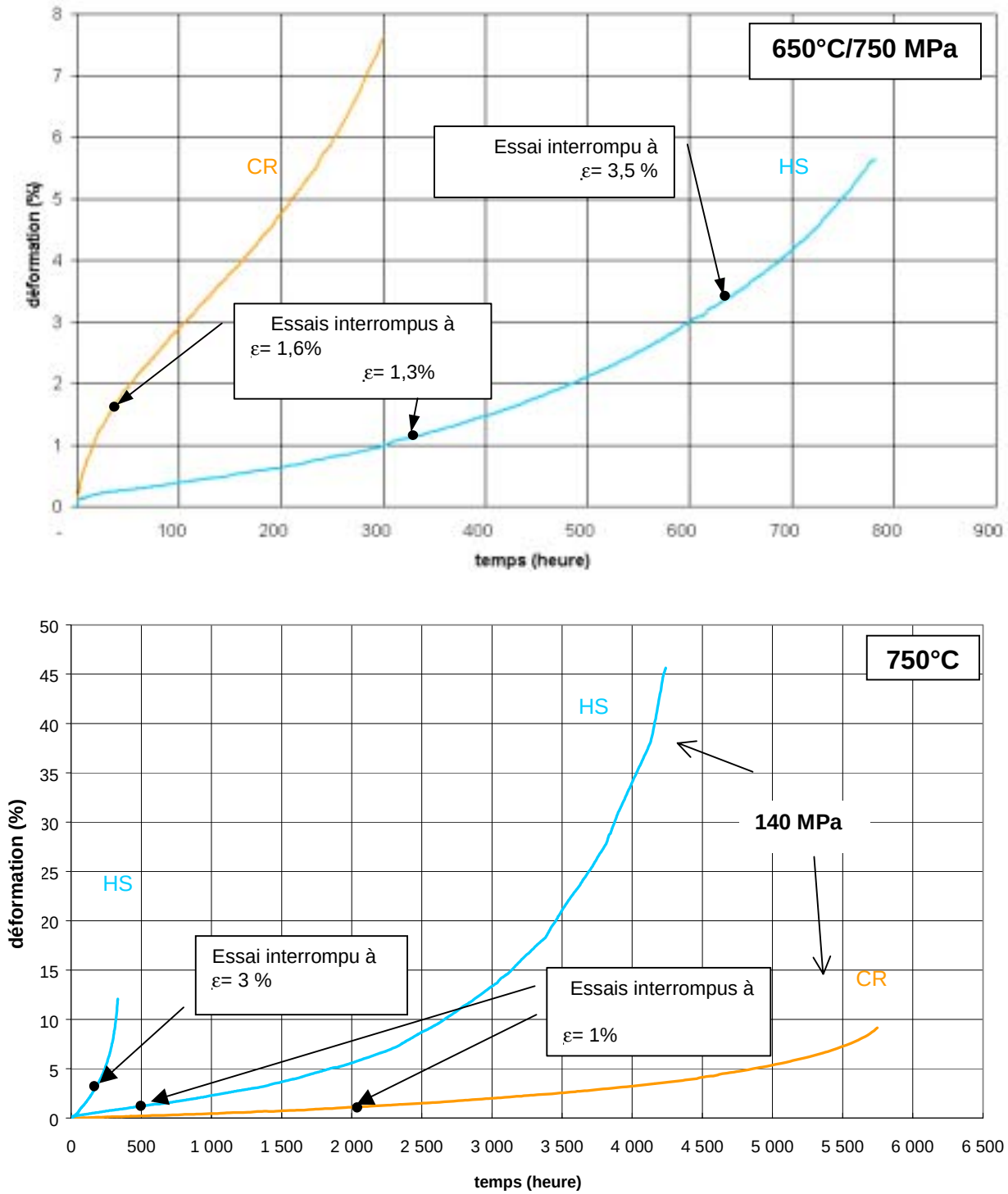


Figure 4.2 : *Représentation des niveaux de déformations auxquels les essais de fluage ont été interrompus pour observer la structure de dislocations au MET, placés sur les essais de fluage menés à rupture réalisés à 650°C/750 MPa et 750°C/140MPa sur les microstructures HS et CR, et 750°C/280 MPa sur l'Udimet 720 HS seule*

La figure 4.2 illustre l'ensemble des essais de fluage interrompus pour observation. Les graphiques représentent les courbes des essais de fluage menés à rupture à 650°C sous 750 MPa et à 750°C sous 140 MPa et 280 MPa et les niveaux de déformations auxquels les essais ont été interrompus. Le niveau de déformation choisi pour interrompre les essais correspond soit au début du stade stationnaire lorsque le comportement est classique, soit au début du stade tertiaire quand la vitesse de déformation n'est jamais stationnaire au cours de l'essai :

- à 650°C sous 750 MPa
  - sur l'Udimet 720 CR, dont le comportement de fluage est classique : les observations ont été menées après 1,6% de déformation de fluage,
  - sur l'Udimet 720 HS, dont le comportement de fluage est caractérisé par l'absence de stade stationnaire : les observations ont été menées après 1,3% et 3,5% de déformation de fluage.

- à 750°C, le comportement de fluage des deux microstructures est caractérisé par l'absence de stade stationnaire.
  - sur l'Udimet 720 CR : les observations ont été menées après 1% de déformation de fluage sous 140 MPa,
  - sur l'Udimet 720 HS : les observations ont été menées après 1% de déformation de fluage sous 140 MPa et après 3% de déformation de fluage sous 280 MPa.

1.2 Observations au MET de la structure de dislocations après fluage à 650°C

1.2.1 Udimet 720 HS déformé de 1,3% et 3,5% (650°C, 750 MPa)

La figure 4.3 illustre l'arrangement des dislocations présent dans l'Udimet 720 HS déformé de 1,3% à 650°C sous une contrainte de 750 MPa. Les observations montrent que :

- la densité de dislocations est élevée,
- des contrastes de franges sont présents dans les précipités γ', et aussi dans la matrice.

Les contrastes de franges observés le long des plans {111} des précipités γ' indiquent que les précipités γ' ont été cisaillés par des dislocations non parfaites pour la structure $L1_2$. Elles laissent ainsi après leur passage un défaut plan dans le précipité, donnant lieu à un contraste de frange. Il existe trois types de défauts plans dans les structures $L1_2$, qui dépendent de la nature de la dislocation à l'origine du cisaillement, comme schématisé sur la figure 4.4 :

- le passage de dislocations de vecteur de burgers 1/2<110> crée des parois d'antiphase (APB),
- le passage de dislocations de vecteur de burgers 1/6<112> crée des fautes d'empilement complexes (CSF),
- le passage de dislocations de vecteur de burgers 1/3<112> crée des fautes d'empilement intrinsèques de super-réseau (SISF), les fautes extrinsèques étant plus rares.

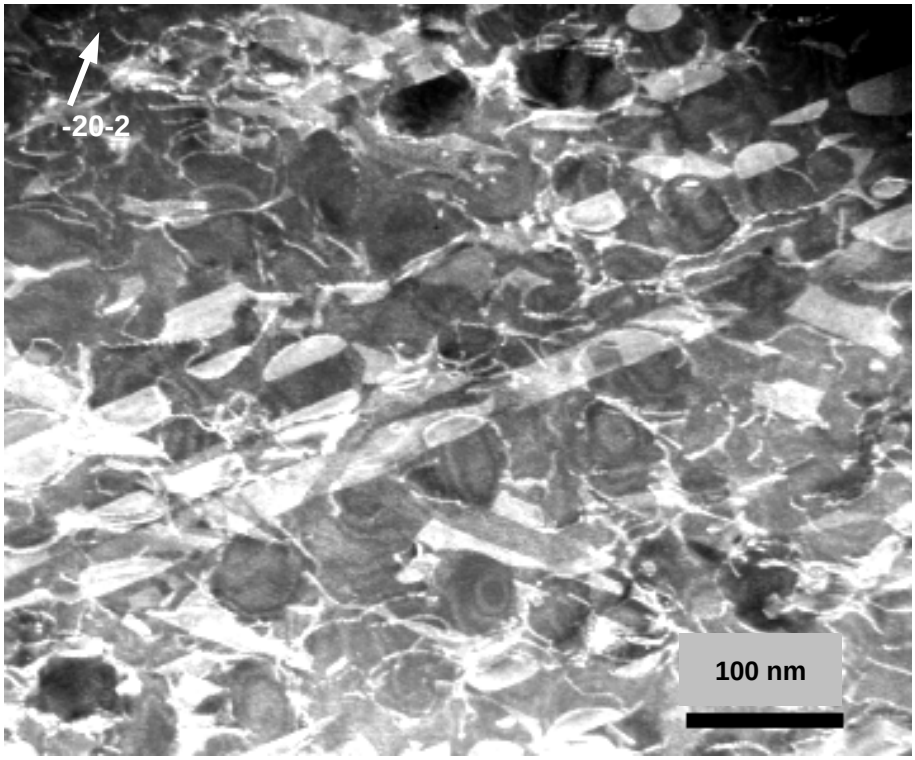


Figure 4.3 : *Structure de dislocations observée dans **l'Udimet 720 HS** interrompu à 1,3% de déformation en fluage à **650°C sous 750 MPa** – MET, faisceau faible (g,3g) proche d'un axe de zone [010]*

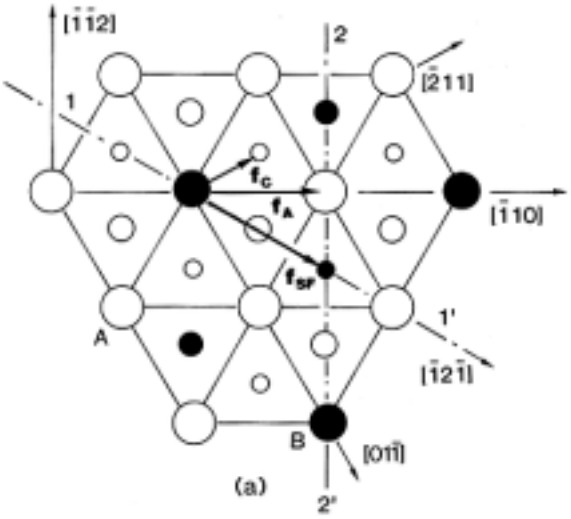


Figure 4.4 : *Arrangement atomique d'un composé de type A_3B de structure $L1_2$ selon les plans (111) [Umakoshi 1992]*

Les cercles de diamètres gros, moyens et petits représentent respectivement les plans A,B et C. La séquence d'empilement représentée est de type ABCABC.

- lorsque le plan A se déplace d'un vecteur $\mathbf{f_A}$ = 1/2<110>, la configuration des atomes voisins change créant une paroi d'anti-phase (APB).

Le déplacement du plan A d'un vecteur $\mathbf{f_{SF}}$ = 1/3<112> produit une faute d'empilement intrinsèque de super-réseau (SISF), i.e. un plan atomique disparaît par rapport à la séquence ABCABC. La nature des proches voisins n'est pas modifiée dans le cas d'une SISF.

- Une faute d'empilement complexe (CSF) se forme quand un plan A se déplace du vecteur **fc** = 1/6<112>. La CSF est une faute d'empilement modifiant la configuration des atomes voisins.

Une même zone, présentée sur la figure 4.5, est observée sous plusieurs conditions de diffraction :

- en champ sombre à partir d'une tache de sur-structure des précipités γ'
- en champ sombre faiblement excité à partir de deux vecteurs de diffractions $g=(-202)_\gamma$, et $g=(-200)_\gamma$.

La zone observée est représentative de la distribution des trois populations de précipités γ' de la nuance HS, mise en évidence sur la figure 4.5a.

La figure 4.5b montre que des défauts d'empilements sont visibles le long de deux plans de glissements {111}. Les défauts d'empilement traversent les précipités γ' primaires, secondaires et tertiaires.
La plupart du temps, seuls des précipités γ' sont fautés le long du plan de glissement, mais on peut également observer des plans le long desquels seule la matrice est fautée.

La figure 4.5c montre que les contrastes de franges des défauts d'empilement sont éteints et que seules les dislocations sont visibles. Dans ces conditions d'observation, il apparaît que certains précipités γ' sont entourés de boucles de dislocations.

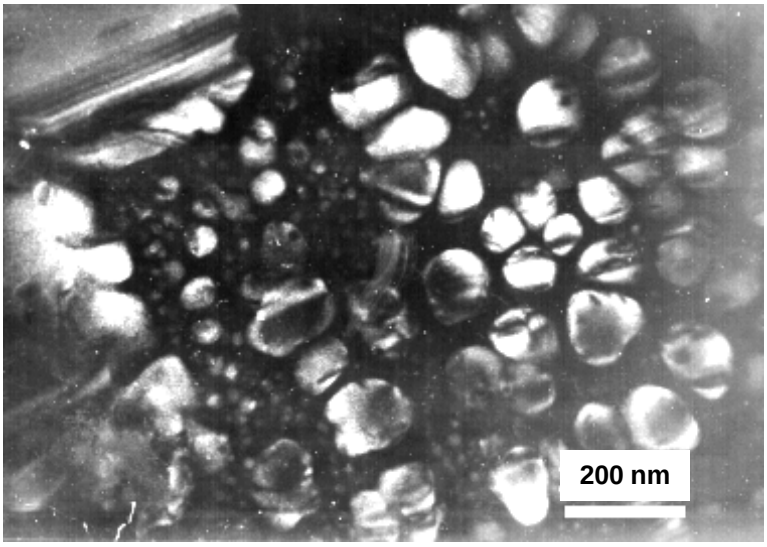
La condition d'extinction des défauts d'empilement selon l'orientation $g=(-200)_\gamma$ permet de déterminer que les défauts plans ne sont pas des parois d'antiphase. Cependant, elle ne permet pas de discriminer les fautes d'empilement complexes des fautes d'empilement de super-réseau intrinsèques ou extrinsèques. Il est cependant probable qu'il s'agisse de fautes de type SISF, qui sont fréquemment observées dans la phase γ'.

La présence de boucles de dislocations résiduelles autour des précipités cisaillés est en accord avec les mécanismes proposés par Décamps [Décamps 1991] ou Zhang [Zhang 2001], développés au paragraphe 2.4.1. du chapitre 1. Les étapes du cisaillement observé pourraient donc être du type :

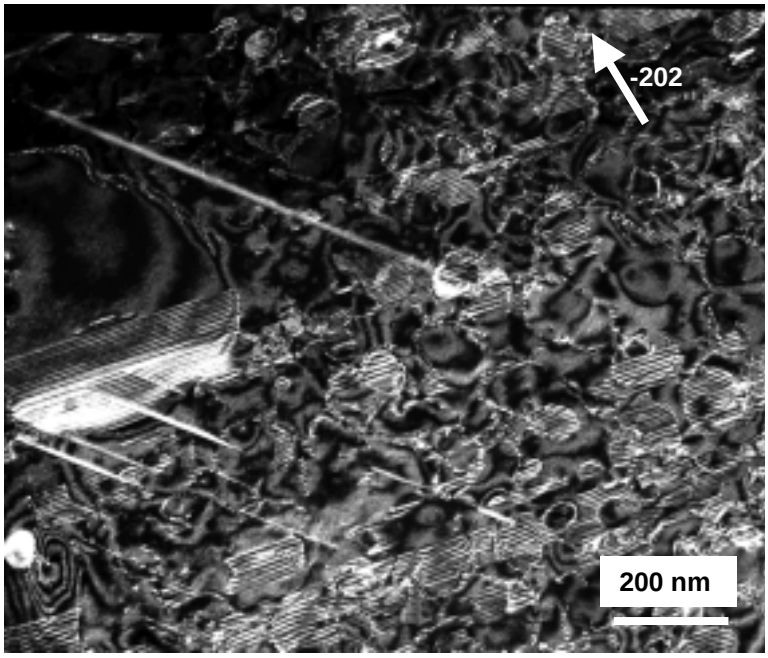
- dissociation d'une dislocation de matrice de type (a/2)<110> en deux partielles de Shockley de type (a/6)<112> (Décamps) ou une partielle de Shockley de type (a/6)<112> et une super-partielle (a/3)<112> (Zhang),
- création d'un défaut d'empilement intrinsèque ou extrinsèque de super-réseau dans le précipité,
- nucléation d'une partielle de Shockley restant autour du précipité.

La présence des défauts plans occupant seulement les couloirs de matrice, sans fauter les précipités γ', peut s'expliquer par la dissociation d'une dislocation parfaite de la matrice 1/2 <110> en deux partielles 1/6 <112>. La différence de caractère des deux partielles induit une différence de leur tension de ligne, les dislocations coins ayant une tension de ligne supérieures aux dislocations vis. Ainsi, la partielle ayant la plus faible rigidité pourra contourner les précipités γ', l'autre restant bloquée sur les précipités. La partielle de tête génère un défaut d'empilement qui pourra être effacé par la partielle de queue.

(a) champ sombre sur les taches de surstructures proche d'un axe [100]$_\gamma$ de zone selon g=(011)$_\gamma$.



(b) faisceau faible proche d'un axe de zone [010]$_\gamma$ selon g=(-202)$_\gamma$.



(c) faisceau faible proche d'un axe de zone [011]$_\gamma$ selon g=(-200)$_\gamma$.

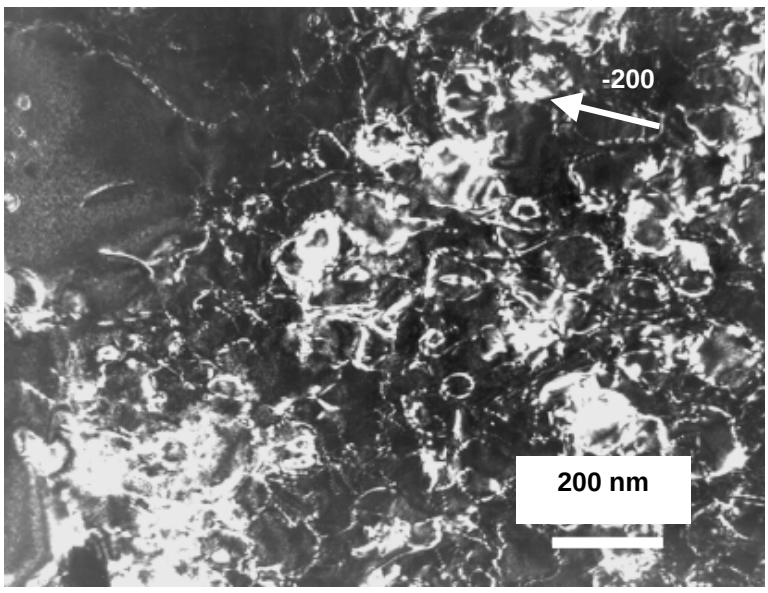


Figure 4.5 : *Distribution des précipités γ' et structure de dislocations d'une même zone dans* ***l'Udimet 720 HS*** *interrompu à 1% de déformation en fluage à* ***650°C sous 750 MPa*** *- MET*

On peut remarquer qu'il n'a pas été observé de contrastes similaires à ceux observés par S. Raujol dans le NR3, où à la fois la matrice et les précipités γ' sont cisaillés [Raujol 2003]. Les conditions de fluage du NR3, proches de celles de l'Udimet 720, ont été exposées au paragraphe 2.4.2.3 du chapitre bibliographique.

La figure 4.6 illustre le type de structures de dislocations observées dans la microstructure HS à un plus fort niveau de déformation (ε=3,5%). Les observations révèlent une plus forte densité de dislocations et de défauts d'empilement que dans l'éprouvette déformée de 1,3%. On peut remarquer la présence de défauts d'empilement traversant plusieurs grains.

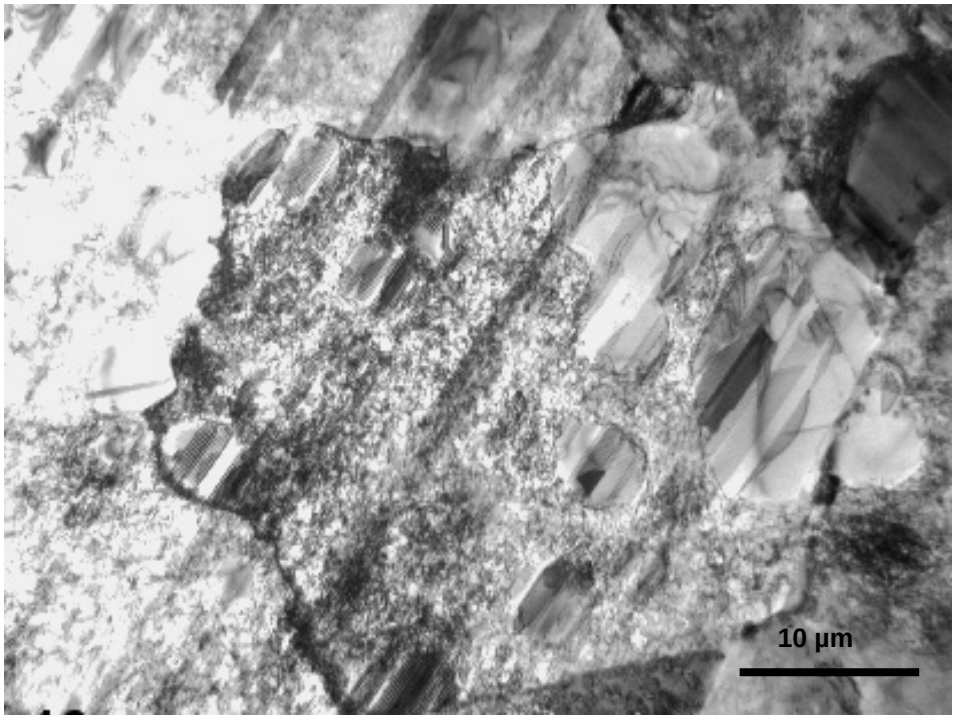


Figure 4.6 : *Structure de dislocations observée dans **l'Udimet 720 HS** interrompu à 3,5% de déformation en fluage à **650°C sous 750 MPa** - MET*

1.2.2 Udimet 720 CR déformé de 1,6% (650°C, 750 MPa)

La figure 4.7 illustre l'arrangement des dislocations présent dans l'Udimet 720 CR déformé de 1,6% à 650°C sous une contrainte de 750 MPa. Les observations amènent les conclusions suivantes :

- des dislocations forment des boucles autour des précipités γ' tertiaires,
- quelques dislocations sont présentes dans les précipités γ' secondaires, mais la plupart des dislocations semblent bloquées à l'interface entre les précipités γ' secondaires et la matrice.

L'absence de défaut d'empilement et la présence de boucles autour des précipités γ' indiquent que les précipités γ' tertiaires de l'Udimet 720 CR ont été contournés par un mécanisme d'Orowan par des dislocations de type (a/2)<110>.

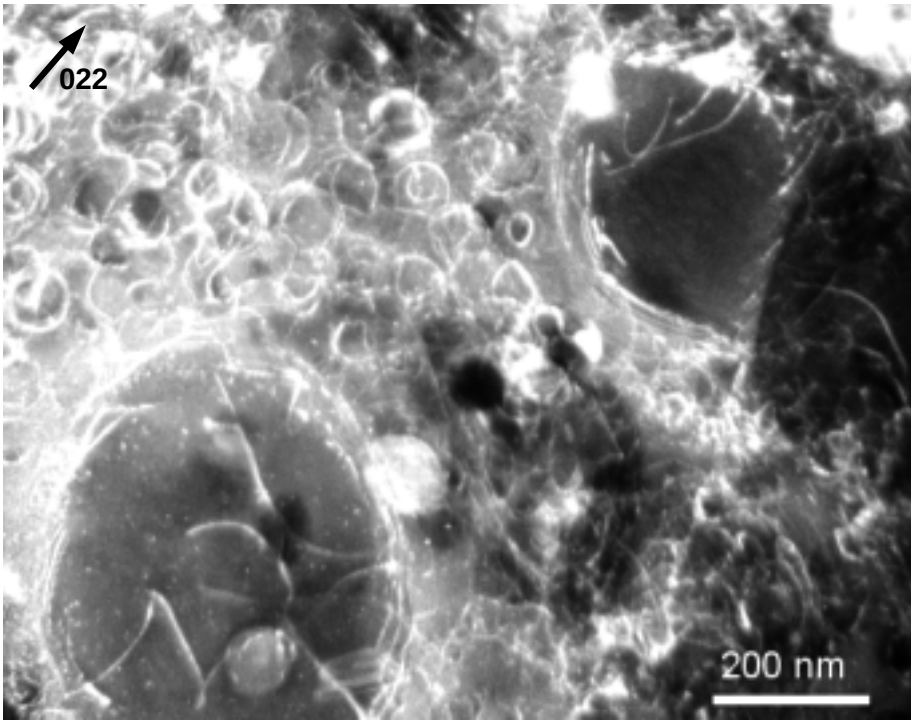


Figure 4.7 : *Structure de dislocations observée dans **l'Udimet 720 CR** interrompu à 1% de déformation en fluage à **650°C sous 750 MPa** – MET, faisceau faible (g,3g) proche d'un axe de zone [1-11]*

Pour conclure sur les modes de franchissement des précipités γ' à 650°C, l'arrangement des dislocations observé au début du stade stationnaire de l'Udimet 720 CR (ε=1,6 %) est différent de celui observé au début du stade tertiaire survenant directement après le stade primaire de l'Udimet 720 HS déformé de 1,3% en fluage à 650°C sous 750 MPa. Dans l'Udimet 720 CR, les précipités γ' tertiaires sont contournés, alors que dans l'Udimet 720 HS, les précipités γ' primaires, secondaires et tertiaires sont cisaillés.

1.3 Observations au MET de la structure de dislocations après fluage à 750°C

1.3.1 Udimet 720 HS déformé de 1% (750°C, 140 MPa) et de 3% (750°C, 280 MPa)

La figure 4.8 illustre le type de structures de dislocations présentes dans l'Udimet 720 HS après 1% de déformation à 750°C sous 140 MPa. Les observations conduisent aux conclusions suivantes :

- la densité de dislocations observée est plus faible que dans les lames minces issues d'éprouvettes déformées à 650°C sous 750 MPa.
- la plupart des dislocations sont arrangées par paires, principalement autour ou dans les précipités γ' primaires.

La présence de dislocations appairées et l'absence de fautes d'empilement dans les précipités γ' secondaires et tertiaires indiquent qu'ils ont été cisaillés par des paires de dislocation de type 1/2<110>.

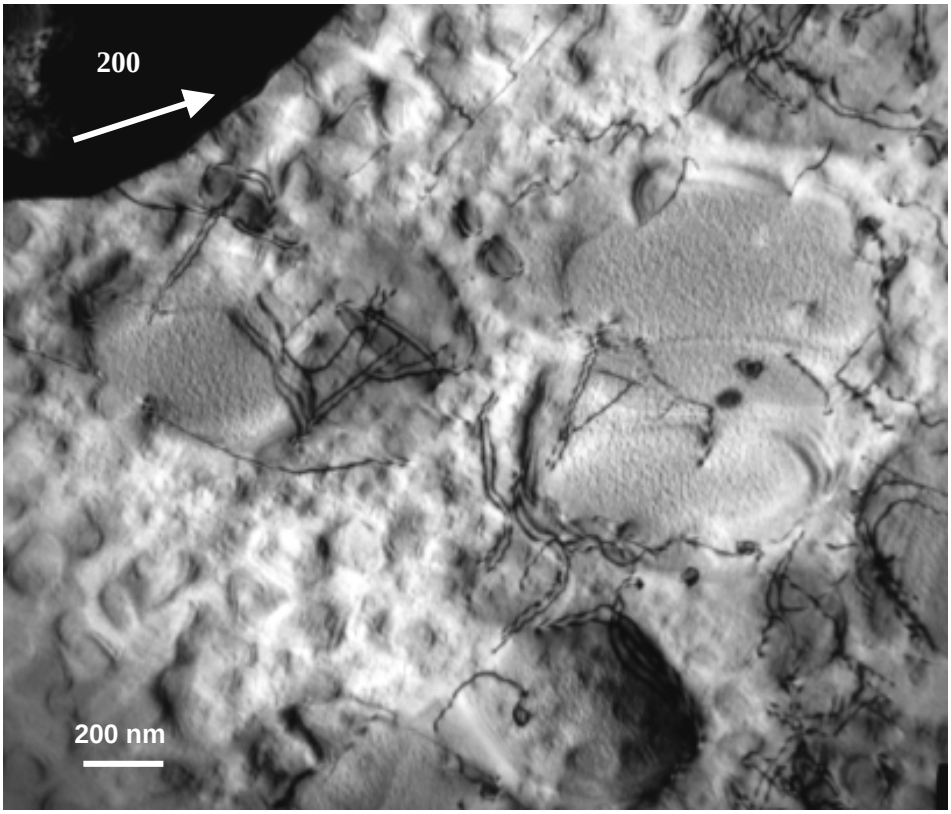


Figure 4.8: *Structure de dislocations observée dans **l'Udimet 720 HS** interrompu à 1% de déformation en fluage à **750°C sous 140 MPa** – MET, champ clair*

L'observation des lames minces issues d'éprouvettes déformées de 3% sous 280 MPa a également montré une faible densité de dislocations et l'absence de défaut d'empilement.

1.3.2 Udimet 720 CR déformé de 1% (750°C, 140 MPa)

La figure 4.9 illustre le type de structures de dislocations présentes dans l'Udimet 720 CR après 1 % de déformation à 750°C sous 140 MPa. Les observations[1] apportent les conclusions suivantes :

- la densité de dislocations est faible,
- la plupart des dislocations sont arrangées par paires, principalement autour ou dans les précipités γ' primaires,
- des boucles de dislocations se trouvent autour de quelques précipités γ', sans distinction de taille.

La présence de dislocations appairées et l'absence de fautes d'empilement dans les précipités γ' secondaires et tertiaires indiquent que certains précipités ont été cisaillés par des paires de dislocations de type 1/2<110>, comme dans l'Udimet 720 HS. La présence de boucles de dislocations résiduelles indique que des précipités γ' ont été contournés par un mécanisme d'Orowan.

[1] Ces observations ont été réalisées dans le cadre du stage de DEA de S. Terzi [Terzi 2003].

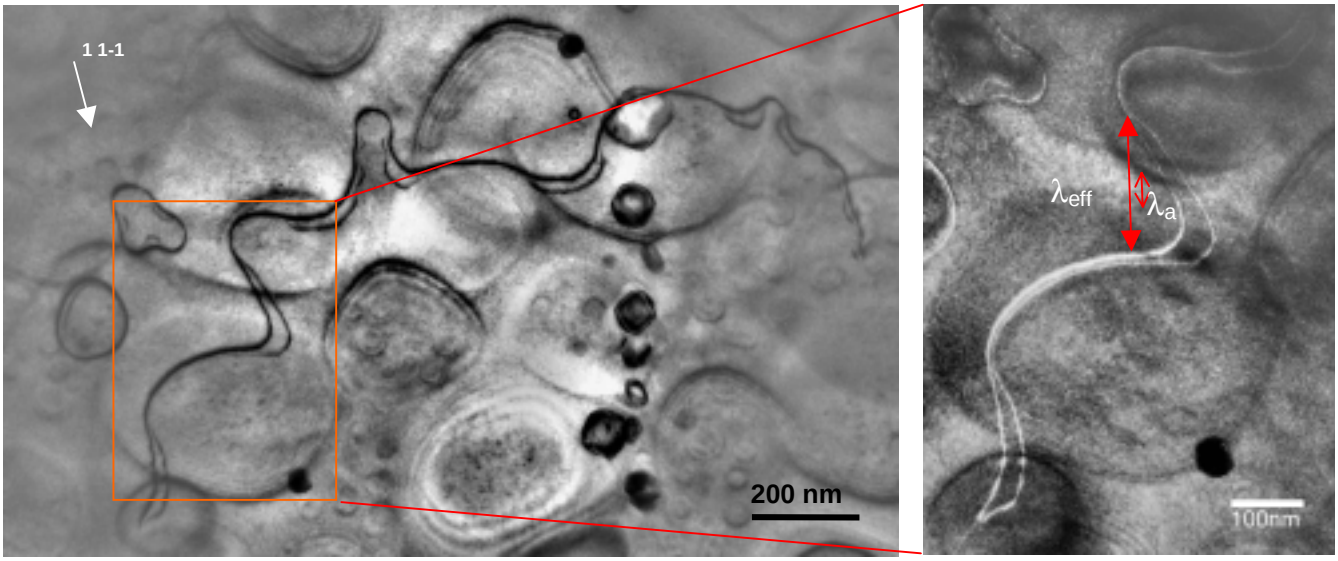


Figure 4.9: *Structure de dislocations observée dans **l'Udimet 720 CR** interrompu à 1% de déformation en fluage à **750°C sous 140 MPa** – MET, champ clair, proche d'un axe de zone [110], et détail en faisceau faible (g,3g)*

Le mode de franchissement des précipités γ' dépend de la largeur de couloir de matrice entre les précipités γ'. Lorsque les couloirs sont larges, les précipités γ' peuvent être contournés, et lorsque les couloirs sont plus étroits, les précipités sont cisaillés par des paires de dislocations. On peut d'ailleurs remarquer que la largeur apparente des couloirs observée sur les images en champ clair est différente de la largeur effective "vue" par les dislocations. En effet, les dislocations appairées sont écartées dans la matrice alors qu'elles sont très proches dans les précipités pour limiter l'énergie de la paroi d'antiphase. Ceci est particulièrement visible sur le détail en faisceau faible de la figure 4.9, indiquant que les dislocations sont écartées sur une distance (λ_{eff}) plus importante que la distance apparente observée entre les précipités (λ_a). L'écart observé est dû à l'épaisseur de la lame : les précipités sont vus en projection, mais la dislocation ne se trouve pas forcément dans le même plan que celui correspondant aux dimensions maximales du précipité. La largeur apparente des couloirs γ donne donc une borne minimale de l'espacement entre les précipités.
Pour obtenir la distance effective des précipités dans un plan cisaillé, S. Raujol propose d'effectuer cette mesure à partir d'images de plans fautés [Raujol 2003].

À 750°C, l'arrangement des dislocations observé dans l'Udimet 720 HS au début du stade tertiaire survenant directement après le stade primaire (ε=1 % et 3%) est assez proche de celui de l'Udimet 720 CR (ε=1 %) :

- *dans les deux microstructures, la densité de dislocations est beaucoup plus faible que celle observée à 650°C,*
- *dans l'Udimet 720 HS et CR, les précipités γ' sont cisaillés par des dislocations appairées de type 1/2<110>,*
- *dans l'Udimet 720 CR, on observe également des boucles de dislocations autour de précipités, contournés selon un mécanisme d'Orowan.*

2 Observation de l'endommagement

Cette partie présente l'analyse des mécanismes d'endommagement conduisant à la rupture du matériau. Chaque éprouvette de fluage menée à rupture est observée au microscope optique (demi-coupe polie) et au MEB (demi-coupe polie et faciès de rupture).
Les méthodes d'observations des demi-coupes polies sont détaillées dans l'annexe C.

2.1 Observation de l'endommagement à 650°C

2.1.1 Faciès de rupture

La figure 4.10 représente le faciès de rupture d'une éprouvette d'Udimet 720 HS rompue après 492 h de fluage à 650°C sous 800 MPa. Le centre du faciès est plat et des lèvres de cisaillement sont observées sur le pourtour. Il semble donc que l'endommagement se développe d'abord à cœur, et que la rupture finale conduise à la formation de ces lèvres.

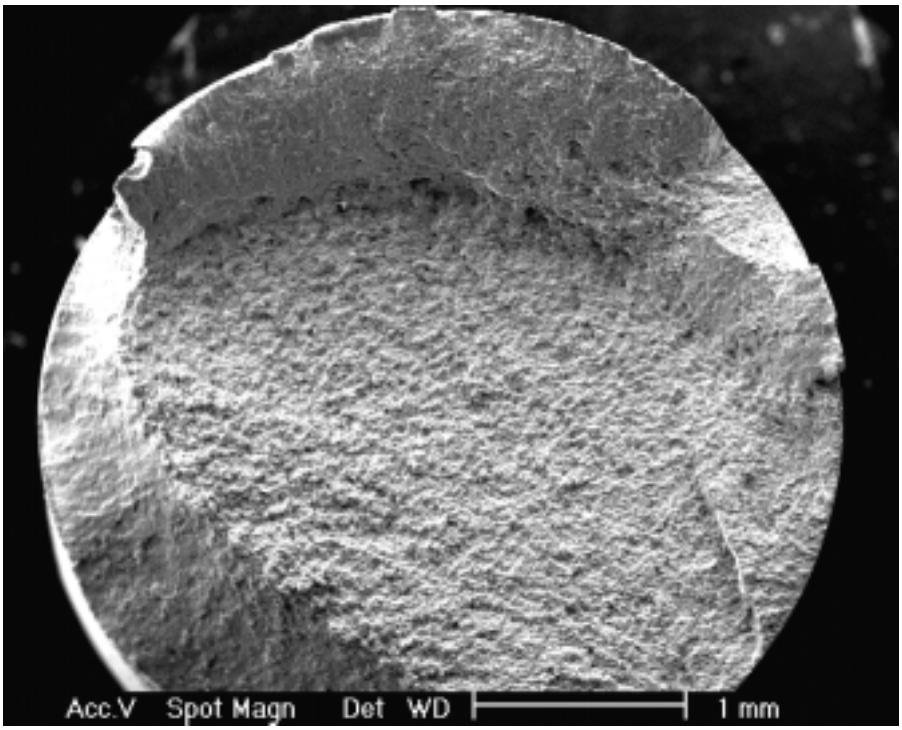


Figure 4.10 : *Faciès de rupture en fluage de* ***l'Udimet 720 HS à 650°C sous 800 MPa****, t_r=492 h - MEB à faible grossissement*

La figure 4.11 présente le même faciès de rupture à plus fort grossissement. Il apparaît nettement des particules de poudre, saillantes ou sous forme de cratères sphériques. On n'observe pas de cupules. La microstructure étant très fine (les grains austénitiques mesurant au maximum quelques 10 µm pour l'Udimet 720 HS), il est difficile de conclure sur le caractère plutôt intergranulaire ou interparticulaire de la rupture.

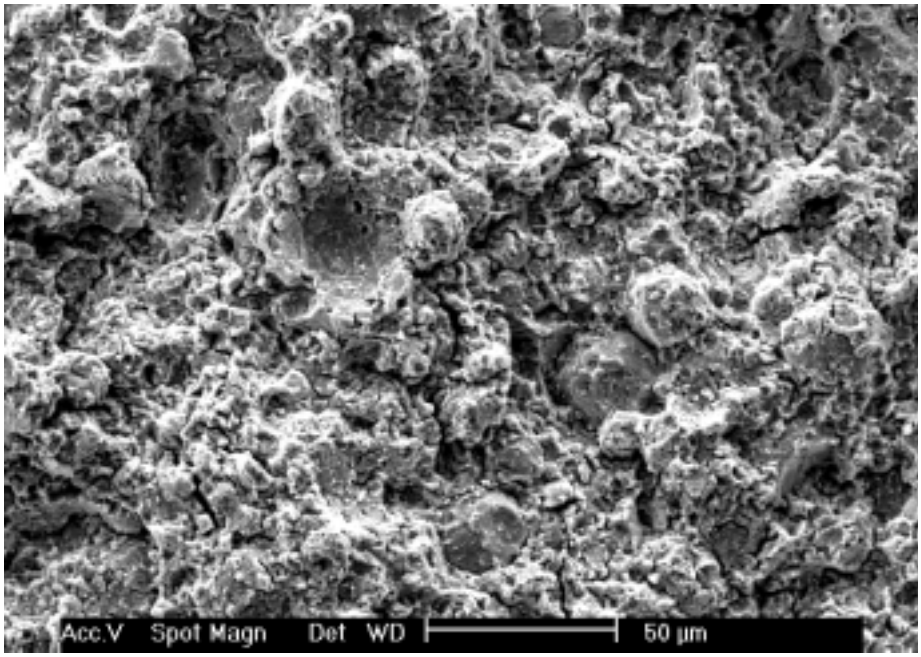


Figure 4.11 ***:*** *Faciès de rupture en fluage de* ***l'Udimet 720 HS à 650°C sous 800 MPa****,* t_r*=492 h - MEB*

À 650°C, les éprouvettes d'Udimet 720 HS et CR présentent toutes le même type de faciès, quelque soit le temps à rupture.

2.1.2 Coupes longitudinales

Les demi-coupes polies sont préparées de deux manières. Elles sont soit attaquées légèrement pour révéler les joints de grains austénitiques, soit polies en terminant par une solution SPM. Cette dernière méthode permet de révéler les contrastes cristallographiques des grains austénitiques.

Au microscope optique, la surface de la rupture semble découpée surtout selon des particules de poudre, mais il est difficile d'observer l'endommagement interne à cette échelle de grandissement. Au MEB, nous observons que la zone endommagée est proche de la surface de rupture. La figure 4.12 représente une demi-coupe polie d'une éprouvette d'Udimet 720 HS rompues après 1400 h de fluage à 650°C sous 750 MPa, observée au MEB après une légère attaque.
L'attaque ne permet pas de différencier les joints de grains des frontières entre particules de poudre. Cependant la forme arrondie de certaines fissures indique qu'elles sont localisées aux frontières entre particules de poudre
À plus de 50 µm de la surface de rupture, il n'apparaît plus d'endommagement.

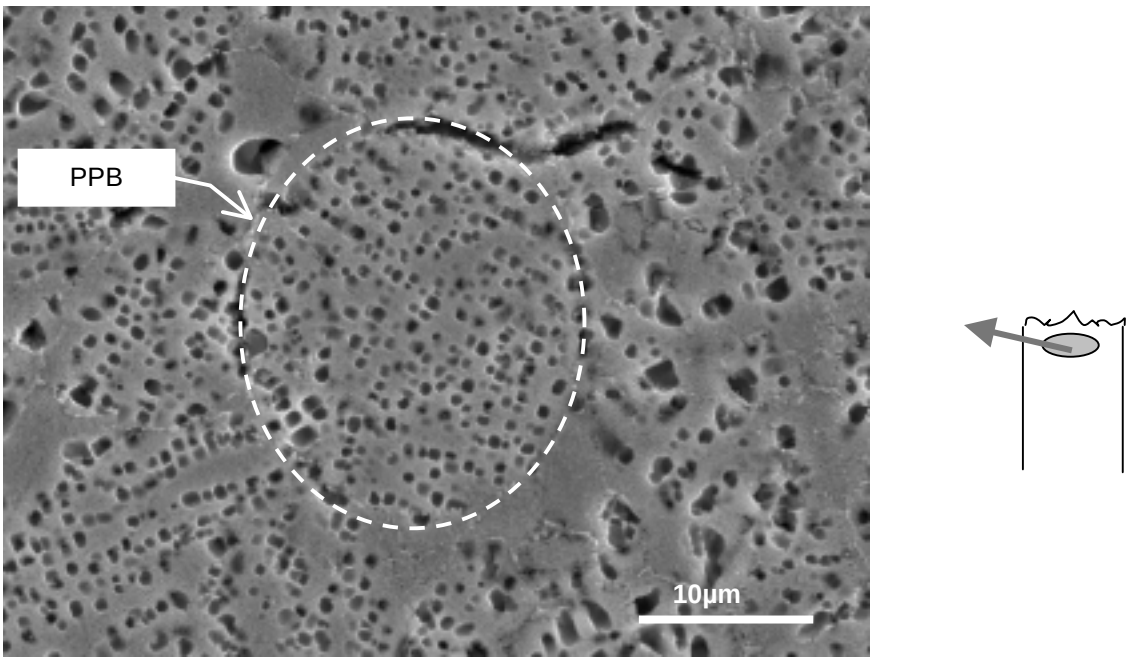


Figure 4.12 : *Demi-coupe polie attaquée proche du faciès de rupture de* ***l'Udimet 720 HS****,* ***650°C sous 750 MPa****,* t_r*=1400h*[2] *- MEB*

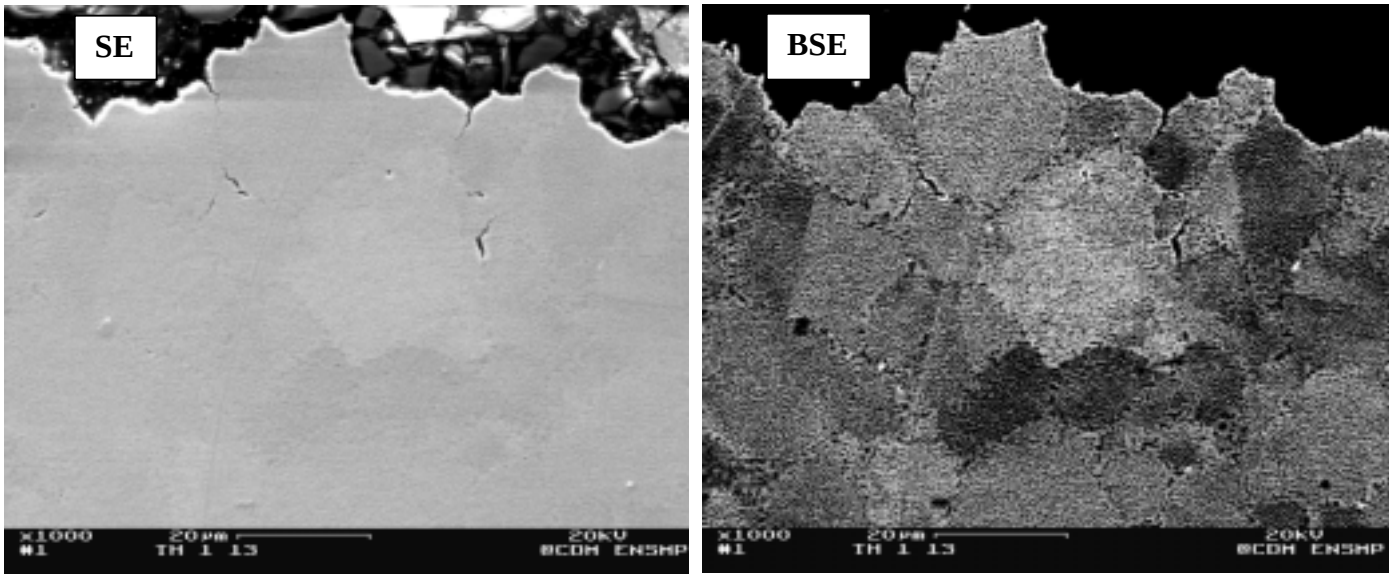


Figure 4.13 ***:*** *Demi-coupe polie proche du faciès de rupture de* ***l'Udimet 720 CR, 650°C sous 800 MPa****,* t_r*=90 h - MEB : cliché de gauche pris en électrons secondaires (SE) et cliché de droite pris en électrons rétrodiffusés (BSE)*

[2] Cet essai n'est pas référencé ailleurs dans la thèse, car il a été réalisé sur une éprouvette issu d'un lopin d'Udimet 720 CIC (C4528) différent de ceux utilisés au cours de la thèse.

La figure 4.13 représente une demi-coupe polie (jusqu'à l'étape de polissage avec la solution SPM) proche du faciès de rupture d'une éprouvette d'Udimet 720 CR rompue après 90 h de fluage à 650°C sous une contrainte de 800 MPa. Comme pour la nuance HS, la zone endommagée se situe proche de la surface de rupture. Le cliché MEB pris en SE (pour "Secondary Electron") permet de localiser les cavités et les fissures et le cliché MEB pris en BSE (pour "Back Scattering Electron") sur la même zone permet de visualiser la différence d'orientation cristalline entre les grains. Ainsi il est possible de localiser les cavités par rapport aux joints de grains. Les observations révèlent que les cavités sont surtout présentes aux joints de grains. Le caractère intergranulaire de l'endommagement a été confirmé par des mesures d'angles de désorientation prises en EBSD[3] (pour "Electron Back Scattering Diffraction") de part et d'autre des cavités et des fissures.
Une étude concernant les mécanismes de rupture en fluage d'un acier austénitique élaboré par MdP a montré que 10% des joints de grains austénitiques coïncidaient avec des frontières de particules de poudre et que 40% des cavités se trouvaient sur ces joints de coïncidence [Norell 1996]. L'observation de la microstructure CR a montré qu'il y avait une forte coïncidence entre les joints de grains et les frontières entre particules de poudres. L'endommagement pourrait donc se situer préférentiellement lorsqu'il y a coïncidence des deux "joints".

La figure 4.14 présente un détail de la surface du fût d'une éprouvette d'Udimet 720 HS rompue après 1400 h de fluage à 650°C sous 750 MPa. La surface est recouverte d'une couche d'oxyde d'environ 3 µm. En outre, les joints de grains paraissent déchaussés sur quelques microns.

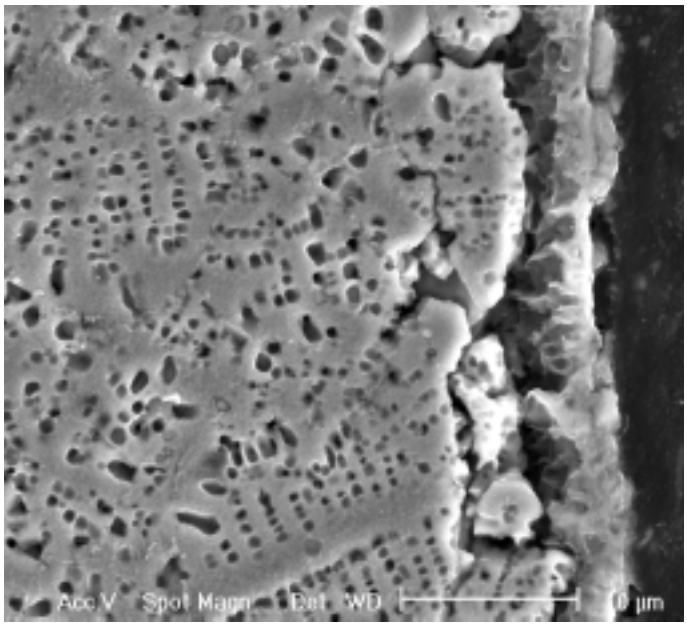


Figure 4.14 : *Demi-coupe polie attaquée du fût de* ***l'Udimet 720 HS****, rompue en fluage à* ***650°C sous 750 MPa****,* t_r*=1400h*[1] *- MEB*

[3] Les observations d'EBSD ont été réalisées au Centre des Matériaux de l'École des Mines de Paris avec A.F. Gourgues.

En considérant que la couche d'oxyde et l'épaisseur de la zone affectée mesurent 10 µm, la diminution de la section effective induite s'élève à 1% à rupture. Pour une contrainte initiale de 750 MPa, l'oxydation conduit à une contrainte à rupture de 757 MPa.
L'oxydation contribue certes à augmenter la contrainte au cours d'un essai de fluage, mais la présence de lèvre de cisaillement indique toutefois que l'endommagement se développe surtout à cœur. À 650°C, l'oxydation ne semble pas influer sur le comportement de fluage de l'Udimet 720.

À 650°C, l'endommagement est réparti uniquement près de la surface de rupture. Il est de type intergranulaire ou interparticulaire. Quelque soit la méthode d'observation, il est difficile de décorréler le rôle de joints de grains et des frontières entre les particules de poudre. La coïncidence des deux "joints" pourrait être un site privilégié d'amorçage.

2.2 Observation de l'endommagement à 750°C

Seules des photos d'endommagement à 750°C sont présentées. Les observations des faciès et les demi-coupes polies après fluage à 700°C montrent les mêmes sites d'endommagement qu'à 750°C.

2.2.1 Faciès de rupture

A 750°C, les lèvres de cisaillement sont beaucoup moins marquées qu'à 650°C, comme l'illustre la figure 4.15. Il apparaît nettement à plus fort grossissement des particules de poudre, saillantes ou sous forme de cratères sphériques. La finesse de la taille des grains austénitiques ne permet pas de conclure sur le caractère intragranulaire ou interparticulaire de la rupture.

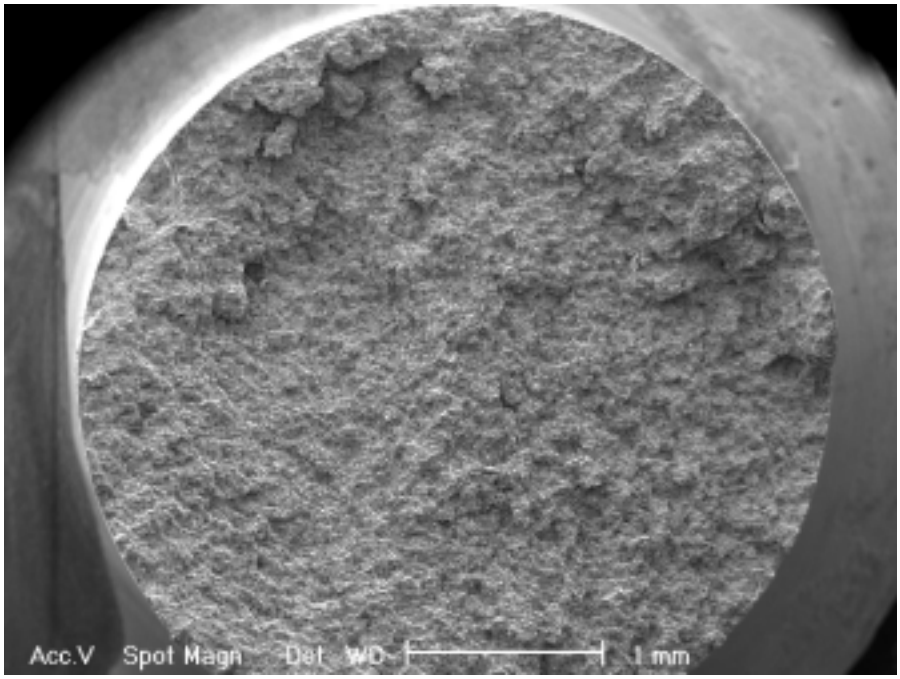


Figure 4.15 : *Faciès de rupture en fluage de* ***l'Udimet 720 HS à 750°C sous 280 MPa****, t_r=333 h - MEB à faible grossissement*

2.2.2 Coupes longitudinales

La figure 4.16 représente une demi-coupe polie proche du faciès de rupture d'une éprouvette d'Udimet 720 HS rompue après 2500 h de fluage à 750°C sous 140 MPa, observée au MEB après une légère attaque. À la surface de rupture, l'endommagement sous forme de fissure se trouve surtout entre des particules de poudre. À la différence des observations à 650°C, des fissures et des cavités sont présentes dans tout le volume de l'éprouvette. Ceci est particulièrement visible en mode électrons rétrodiffusés (BSE). Proche de la zone de rupture, l'endommagement apparaît sous la forme de fissures entre les particules de poudre ou entre les joints de grains. Dans le volume de l'éprouvette, l'endommagement est présent sous forme de cavités.

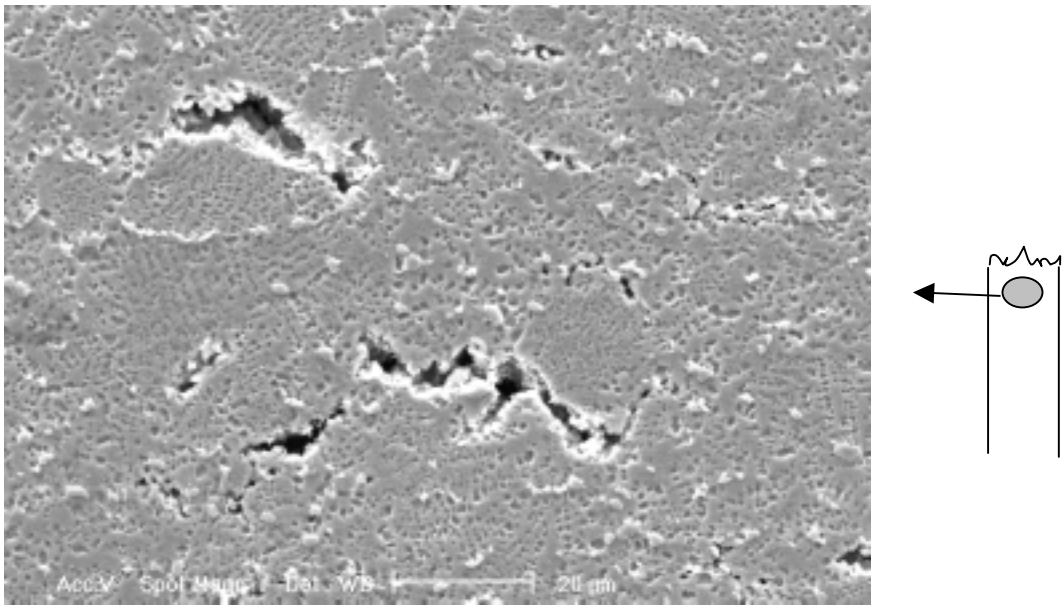


Figure 4.16 : *Demi-coupe polie attaquée proche du faciès de rupture de* ***l'Udimet 720 HS, 750°C sous 140 MPa****, t_r = 2500 h* [4] *– MEB*

La figure 4.17 représente une demi-coupe d'Udimet 720 HS rompue après 4270 h de fluage à 750°C sous 140 MPa, polie cette fois avec une solution SPM. La même zone est observée en SE et BSE. Une demi-coupe polie d'Udimet 720 CR rompue après 5915 h de fluage à 750°C sous 140 MPa est présentée figure 4.18 dans les mêmes conditions d'observation.
Dans les deux cas, les contrastes de grains austénitiques indiquent que les fissures et les cavités se trouvent aux joints de grains, qui peuvent être contiguës avec des frontières de particules de poudres . Comme à 650°C, des mesures d'angles de désorientation ont été prises en EBSD de part et d'autre des cavités et des fissures. Les résultats confirment que la cavitation est intergranulaire.

[4] Cet essai n'est pas référencé ailleurs dans la thèse, car il a été réalisé sur une éprouvette issu d'un lopin d'Udimet 720 CIC (C4528) différent de ceux utilisés au cours de la thèse.

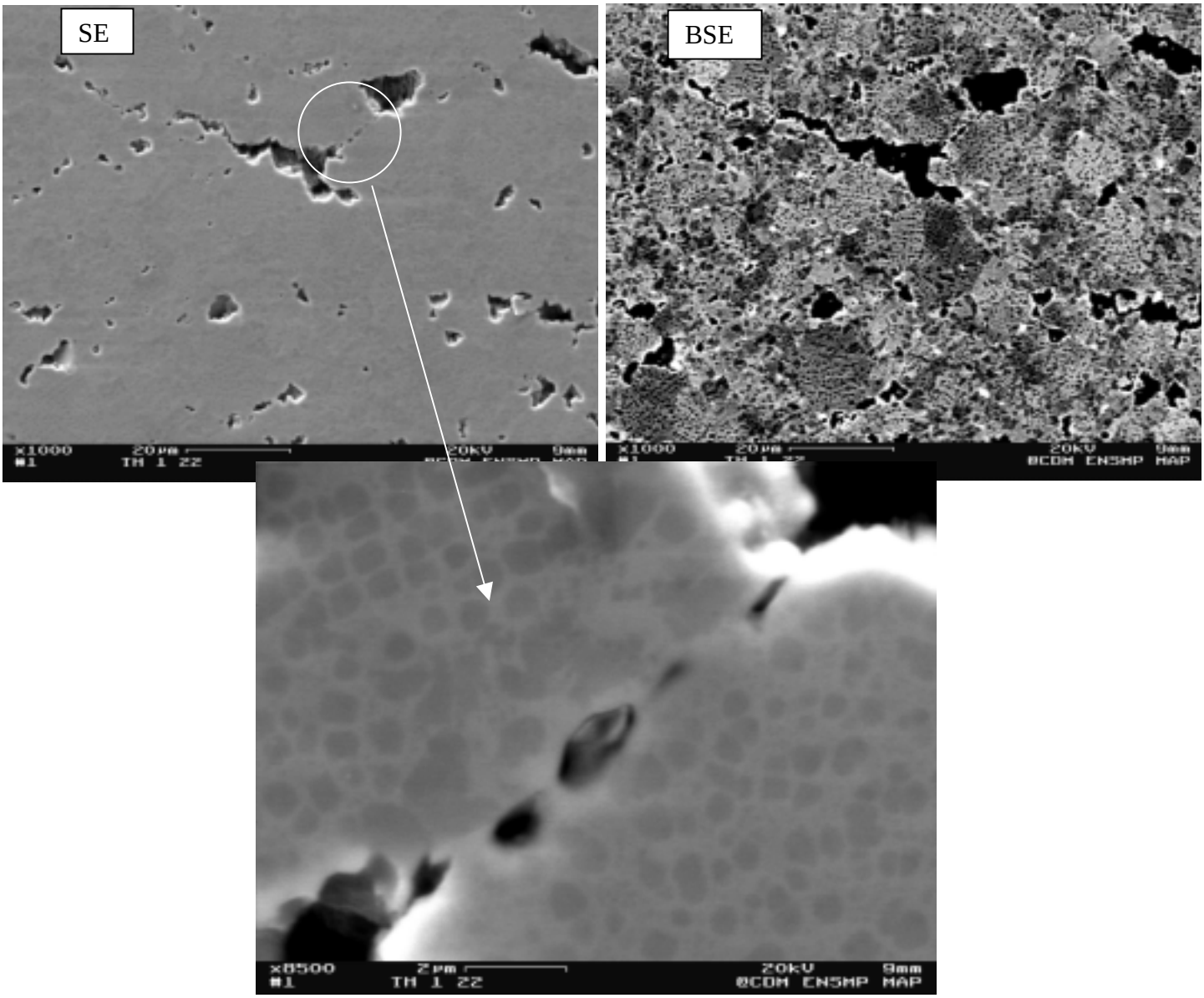


Figure 4.17 : *Détail d'une demi-coupe polie proche du faciès de rupture de* ***l'Udimet 720 HS, 750°C sous 140 MPa****, t_r = 4270 h – MEB*

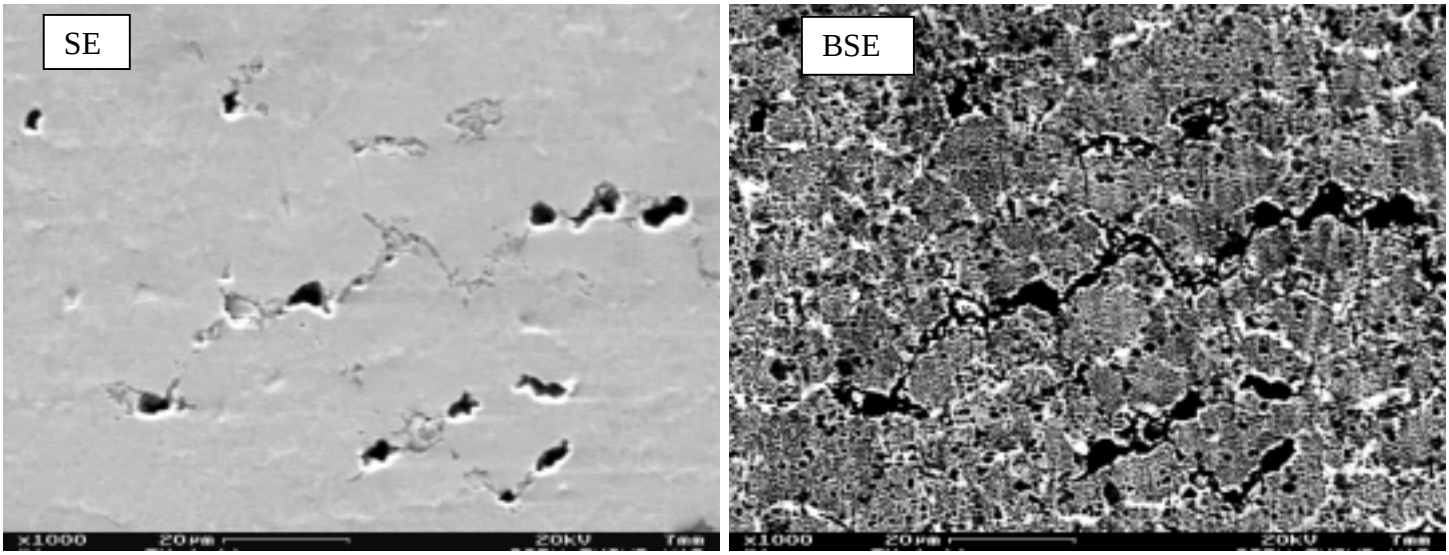


Figure 4.18 : *Détail d'une demi-coupe polie proche du faciès de rupture de* ***l'Udimet 720 CR****,* ***750°C sous 140 MPa****,* t_r *= 5915 h – MEB*

La figure 4.19 présente un détail de la surface du fût d'une éprouvette d'Udimet 720 HS rompues après 2500 h de fluage à 750°C sous 140 MPa. La surface est recouverte d'une couche d'oxyde d'environ 5 µm. On observe une zone affectée par l'oxydation, caractérisée par l'absence de précipités γ' sur une profondeur d'une dizaine de microns. À 750°C, après 2500 h de fluage, l'oxydation affecte la surface de l'éprouvette sur environ 15 µm, ce qui représente une diminution de 1,5% de la section effective, soit une contrainte à rupture de 142 MPa.

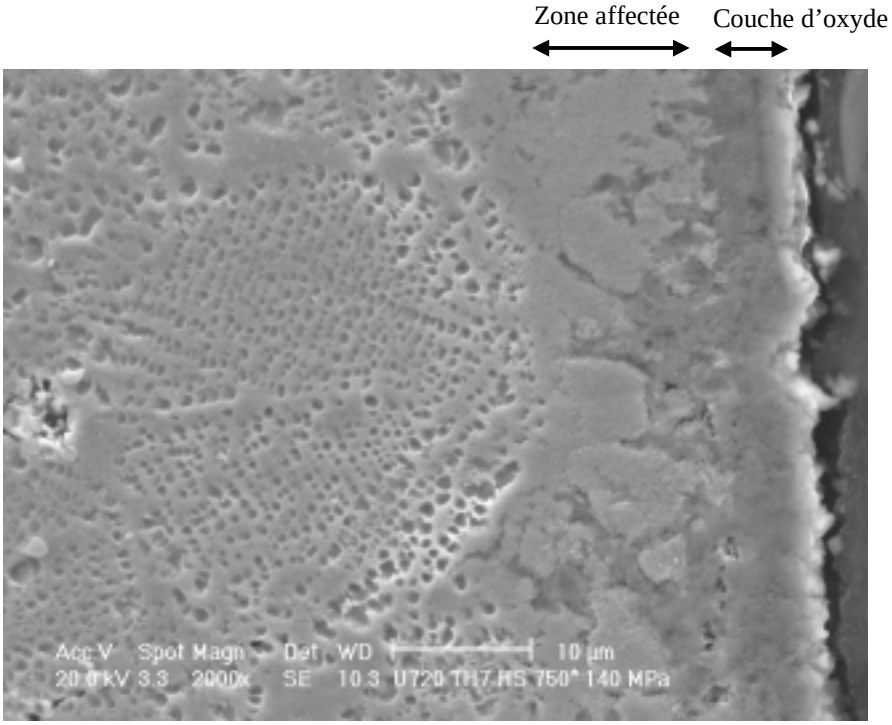


Figure 4.19 : *Détail d'une demi-coupe polie attaquée du fût de* ***l'Udimet 720 HS,*** *rompue en fluage à* ***750°C sous 140 MPa****,* t_r *= 2500 h – MEB*

À 750°C, l'endommagement en volume est important, mais l'absence de lèvres de cisaillement sur les faciès de rupture indique que l'endommagement s'est également développé en surface.

À 750°C, l'endommagement est réparti dans tout le volume de l'éprouvette, au niveau des joints de grains et des frontières de particules de poudre.

2.3 Observation des éprouvettes entaillées

De premières observations ont été réalisées sur des éprouvettes axisymétriques entaillées. Le but de ces observations est de corréler l'apparition de l'endommagement, à partir de mesures quantitatives, aux champs mécaniques calculés. Ce paragraphe présente uniquement une étude qualitative de l'endommagement, travail préliminaire à de futures études.

Le choix de la géométrie, du chargement et de la température a été explicité au paragraphe 2.2 du chapitre 2. Deux éprouvettes axisymétriques AE 0.8 multi-entaillées d'Udimet 720 HS et d'Udimet 720 CR rompues en fluage à 750°C sous 310 MPa ont été observées. L'intérêt des éprouvettes AE multi-entaillées réside en effet dans le fait de pouvoir observer dans les entailles non rompues une cartographie de l'endommagement présent dans l'éprouvette peu avant rupture.

Les faciès de rupture sont similaires à ceux observés sur des éprouvettes lisses après rupture en fluage à 750°C ; ils ne présentent pas de lèvres de cisaillement.
L'endommagement interne est observé sur des demi-coupes polies prélevées au niveau d'une entaille non rompue.

Les figures 4.20 et 4.21 présentent les demi-coupes polies des éprouvettes AE 0.8 d'Udimet 720 HS et CR, au niveau d'une entaille non rompue. On observe que pour les deux microstructures, l'endommagement par fissures et par cavités est localisé à proximité du fond de l'entaille. En outre, les joints de grains ou les frontières de particules de poudres endommagés sont majoritairement perpendiculaires à l'axe de sollicitation. Ce résultat est attendu, car plus l'entaille est sévère, plus la déformation est localisée proche de l'entaille.

Pour les éprouvettes AE 0.8 d'Udimet 720 HS et CR, sollicitées selon les mêmes conditions de chargement, l'endommagement par fissures et par cavités est localisé en fond d'entaille.

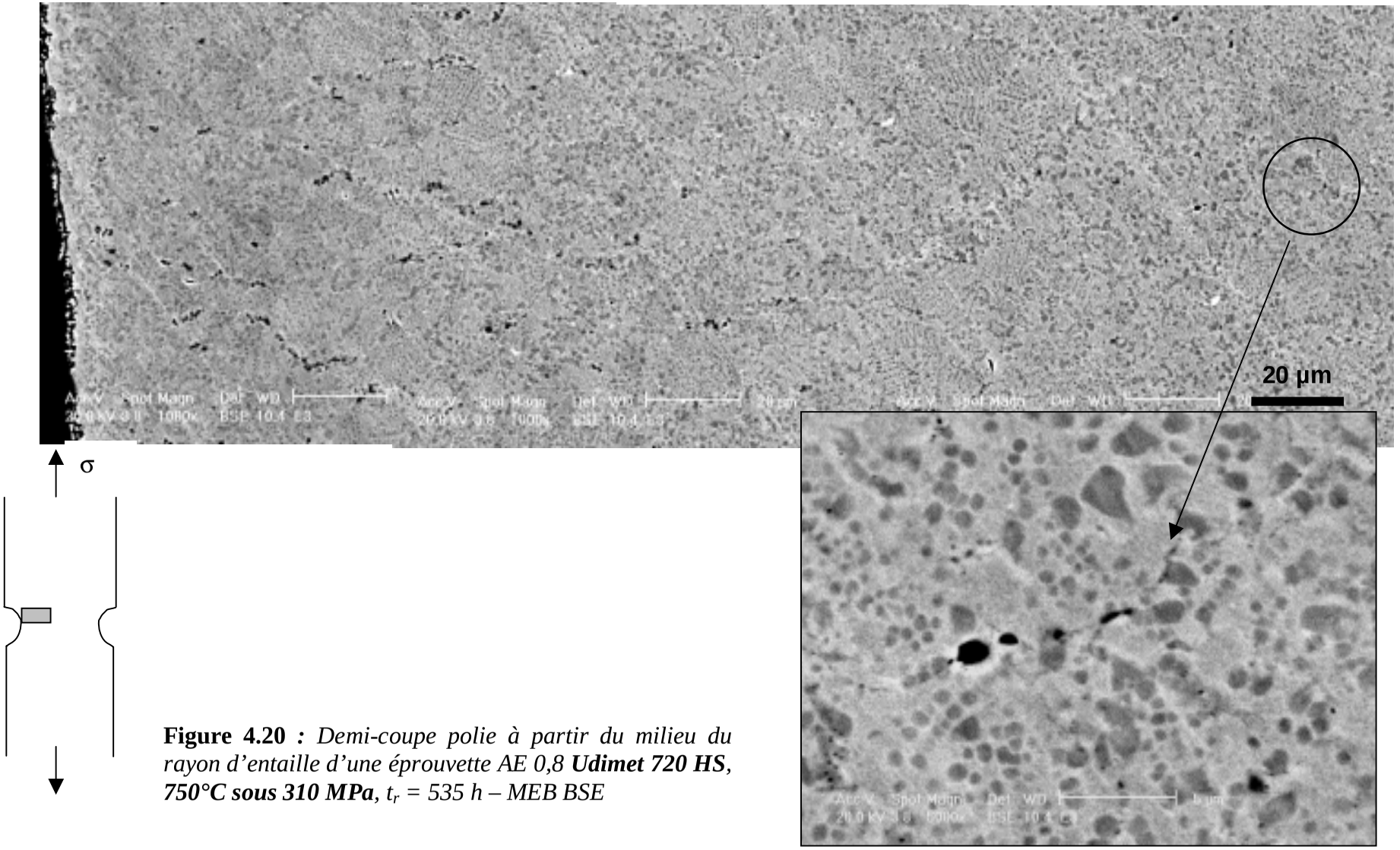


Figure 4.20 ***:*** *Demi-coupe polie à partir du milieu du rayon d'entaille d'une éprouvette AE 0,8* ***Udimet 720 HS****,* ***750°C sous 310 MPa****,* t_r *= 535 h – MEB BSE*

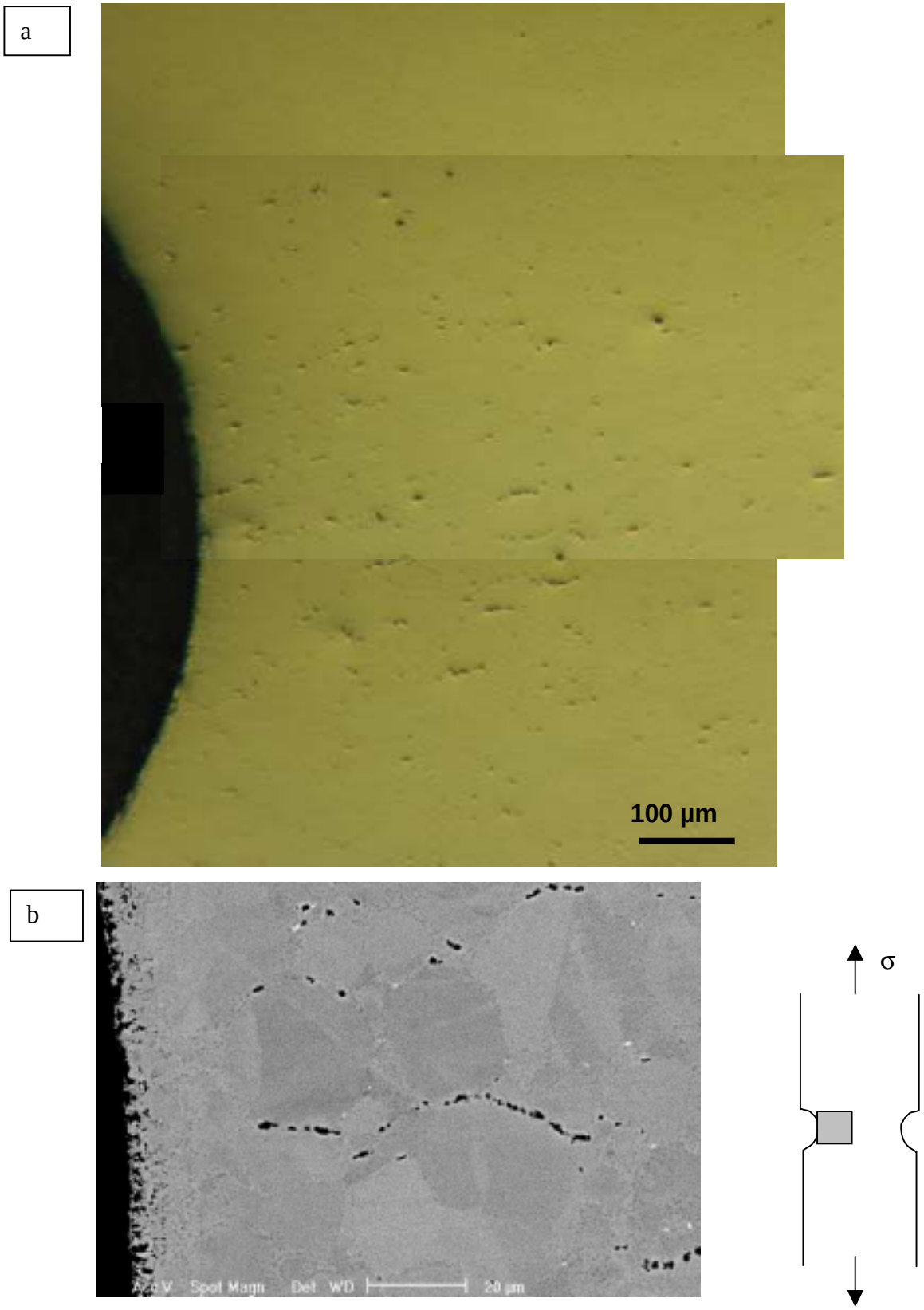


Figure 4.21 : *Demi-coupe polie à partir du milieu du rayon d'entaille d'une éprouvette AE 0,8* ***Udimet 720 CR, 750°C sous 310 MPa****, t_r = 870 h – a) microscope optique, b) MEB BSE*

3 Synthèse

L'observation au MET des lames minces prélevées dans les fûts d'éprouvettes de fluage d'Udimet 720 HS et CR a permis de mettre en évidence différents mécanismes de déformation en fonction de la température et de la contrainte appliquée :

- *à 650°C sous 750 MPa*
  - *dans l'Udimet 720 CR, au début du stade stationnaire, les précipités γ' tertiaires sont contournés,*
  - *dans l'Udimet 720 HS, au début du stade tertiaire survenant directement après le stade primaire, les précipités γ' primaires, secondaires et tertiaires sont cisaillés.*

- *à 750°C sous 140 MPa et 280 MPa*
  - *dans les deux microstructures, la densité de dislocations est beaucoup plus faible que celle observée à 650°C,*
  - *dans l'Udimet 720 HS et CR, au début du stade tertiaire survenant directement après le stade primaire, les précipités γ' sont cisaillés par des dislocations appairées de type 1/2<110>. Dans l'Udimet 720 CR, on observe également des boucles de dislocations autour des précipités, contournés selon un mécanisme d'Orowan.*

L'observation au microscope optique et au MEB des éprouvettes d'Udimet 720 HS et CR rompues a montré que :

- *l'endommagement est localisé à proximité du faciès de rupture à 650°C, alors qu'il est présent dans tout le volume de l'éprouvette à 700°C et 750°C,*

- *les sites d'amorçage de l'endommagement se situent aux joints de grains et aux frontières de particules de poudre, les joints de grains coïncidant aux frontières de particules de poudres étant des sites d'amorçages privilégiés,*

- *les fûts des éprouvettes rompues sont recouverts d'une couche d'oxyde :*
  - *à 650°C, la présence de lèvres de cisaillement indique que l'endommagement s'est principalement développé à cœur. L'oxydation ne semble donc pas influer sur le comportement de fluage de l'Udimet 720.*
  - *à 700°C et 750°C, l'endommagement en volume est important, mais l'absence de lèvres de cisaillement sur les faciès de rupture indique que l'endommagement s'est également développé en surface. À ces température, l'oxydation peut dont influer sur le comportement de fluage de l'Udimet 720.*

CHAPITRE 5

Discussion

Ce chapitre propose une interprétation des résultats présentés aux chapitres précédents. Dans une première partie, nous confrontons les résultats obtenus sur l'Udimet 720 élaboré par CIC avec les critères requis pour dimensionner un disque de turbine, en particulier celui d'un GT-MHR, d'après l'ébauche de cahier des charges disponible aujourd'hui. Puis nous évaluons dans la deuxième partie les origines possibles de la différence de comportements en fluage observée entre l'Udimet 720 HS et CR, et plus particulièrement l'origine de l'absence de fluage stationnaire de l'Udimet 720 HS. La troisième partie est consacrée à la modélisation des essais de fluage à partir d'un modèle de type Dyson et McLean incluant les paramètres physiques mis en évidence dans la deuxième partie.

1 Aptitude de l'Udimet 720 à répondre au cahier des charges du disque de RHT

1.1 Stabilité de la microstructure

L'utilisation d'un matériau à haute température entraîne généralement un vieillissement de sa microstructure conduisant à une dégradation de ses propriétés mécaniques. Il est donc essentiel de connaître la cinétique de vieillissement de l'Udimet 720 et ses conséquences sur son comportement en fluage, la durée de fonctionnement sans maintenance étant fixée à 60 000 heures à la température maximale de 700°C.
Des mesures de dureté et des observations au MET de l'Udimet 720 HS et CR ont donc été réalisées sur des échantillons vieillis à 650°C, 700°C et 750°C pour des durées atteignant 5000 h, afin d'observer si la distribution des précipités γ' était modifiée et si des phases fragilisantes apparaissaient dans la matrice. Les vieillissements réalisés à 650°C et 700°C permettent de suivre la cinétique de vieillissement de l'Udimet 720 dans la gamme de températures maximales prévues pour la turbine, mais pour un temps limité par rapport à l'application. C'est pourquoi des vieillissements ont également été lancés à 750°C pour accélérer la cinétique de vieillissement.

1.1.1 Suivi de dureté

Des mesures de dureté ont été réalisées sur des échantillons d'Udimet 720 HS prélevés à différents temps de vieillissement.
Ces mesures montrent que la dureté de l'**Udimet 720 HS**, initialement de 420 HV_{30}[1], n'est pas affectée par des vieillissements de 5000 h à 650°C et 700°C. En revanche, elle diminue légèrement après une centaine d'heures à 750°C, et atteint 400 HV_{30} après 5000 h. Les mesures de dureté réalisées sur l'**Udimet 720 CR,** au cours du vieillissement thermique à 750°C, montrent une légère augmentation de la dureté, de 380 HV_{30} initialement, à 410 HV_{30} après 5000 h.

Les faibles variations de la dureté observées au cours du vieillissement thermique ne permettent pas de conclure à une modification de la microstructure de l'Udimet 720.

[1] Chaque valeur est moyennée à partir de 6 mesures.

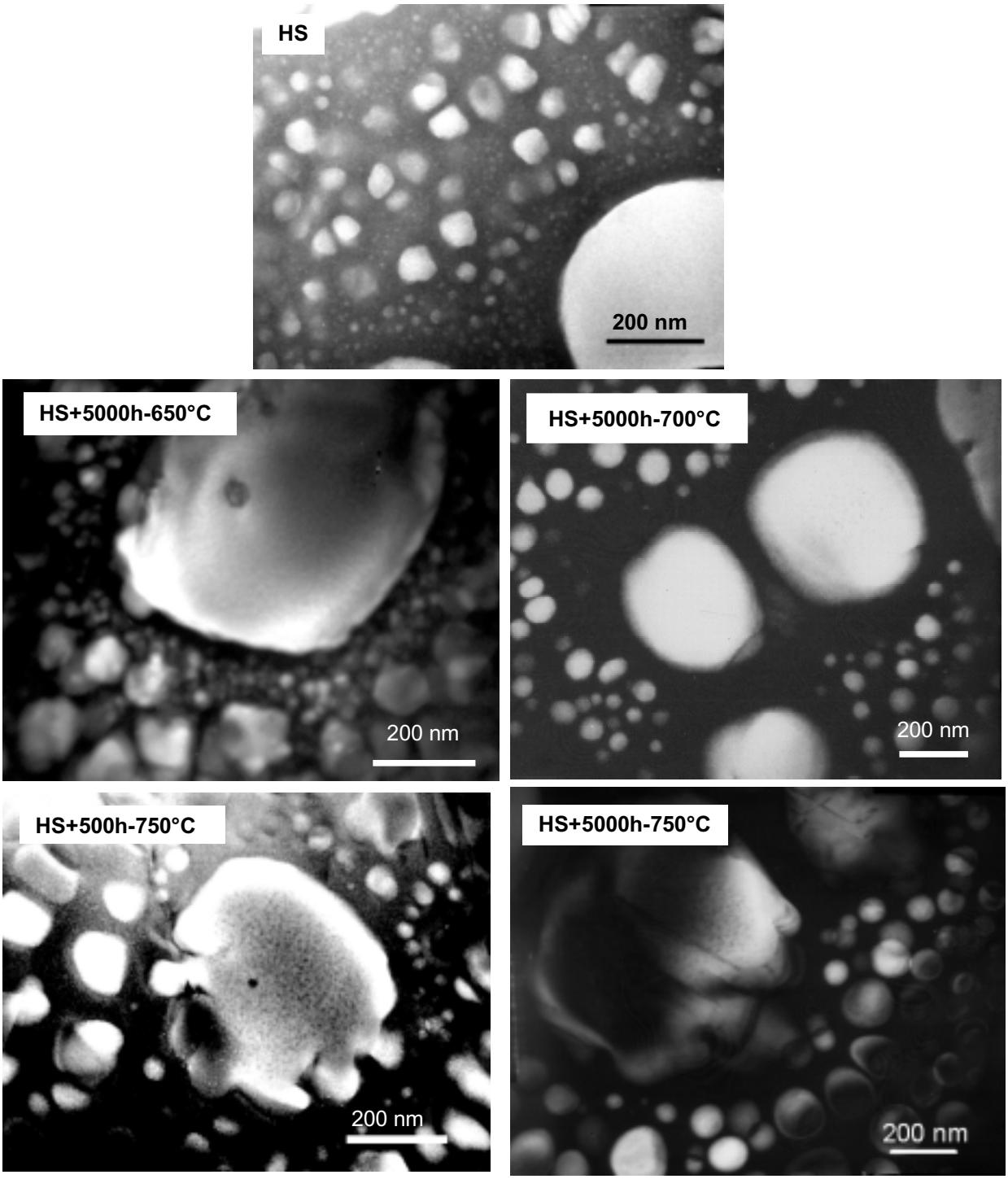


Figure 5.1 : *Distribution des précipités γ' de l'Udimet 720 HS non vieilli et vieilli à 650°C-5000h, 700°C-5000h et 750°C-500h et 5000h - MET, champ sombre sur les taches de surstructure proche d'un axe de zone [100]$_\gamma$ selon g=(011)$_{\gamma'}$*

1.1.2 Observations au MET

Des observations aux MET ont été réalisées sur des lames minces prélevées dans les échantillons d'Udimet 720 vieilli pour examiner directement d'éventuels changements microstructuraux.
La figure 5.1 compare les microstructures de l'Udimet 720 HS obtenues après vieillissements de 5000 h à 650°C, de 5000 h à 700°C et de 500 h et 5000 h à 750°C.

Les observations permettent d'établir les conclusions suivantes :

Pour l'**Udimet 720 HS** :

- après 5000 h à 650°C, aucune modification de la distribution des trois populations de précipités γ' n'a été observée,
- après 5000 h à 700°C, les précipités γ' tertiaires sont remis en solution et les précipités γ' secondaires ont coalescé,
- après 500 h à 750°C, les précipités γ' tertiaires sont remis en solution et les précipités γ' secondaires et primaires intragranulaires ont coalescé. Après 5000 h le phénomène de coalescence est plus prononcé.

L'apparition de phases TCP n'a pas été détectée dans les différents états de vieillissement.

Pour **l'Udimet 720 CR**, après 5000 h de vieillissement à 750°C, c'est-à-dire dans les conditions de vieillissement les plus sévères de l'étude, aucune modification microstructurale n'a été observée.

L'instabilité des précipités γ' tertiaires de l'Udimet 720 HS peut s'expliquer par le fait que les précipités sont fins (~10 nm de diamètre) et ne sont peut-être pas stabilisés à l'issue des paliers de vieillissement du traitement thermique HS réalisés à des températures proches (650°C-24h et 760°C-16h) des vieillissements de longue durée. En revanche, dans l'Udimet 720 CR, les précipités γ' tertiaires, stables, sont plus gros (~35 nm de diamètre) et les paliers de vieillissement du traitement CR (845°C-24h et 760°C-16h) sont réalisés à plus haute température que les vieillissements de longue durée.

Nous pouvons remarquer que les changements microstructuraux observés à l'échelle du MET ne se traduisent pas par une variation de dureté. Jackson, sur l'Udimet 720 forgé [Jackson 1999] et Locq sur le NR3 [Locq 2000], ont pourtant montré que les essais de dureté permettaient de suivre les modifications microstructurales de superalliages renforcés par des précipités γ' en fonction des traitements thermiques. Cependant, leurs études ont porté sur l'effet des paliers de vieillissements après le stade de mise en solution, et non sur des vieillissements de longues durées réalisés sur les matériaux ayant vu un cycle de traitement thermique complet.

Une estimation de l'équivalence temps-température peut être obtenue grâce au paramètre d'Hollomon, utilisé pour extrapoler des temps de vieillissement à haute température à des temps de vieillissement plus longs à plus basse température [Rösler 2002]. L'expression du paramètre d'Hollomon P a été établie à partir de nombreuses données expérimentales en

considérant que les vieillissements microstructuraux étaient gouvernés par des processus thermiquement activés [Hollomon 1945] :

$$P = T(20+\log t)$$

t représente la durée (en heures) et T la température (en Kelvin).

Les résultats des estimations d'Hollomon sont donnés dans le tableau 5.1. Il apparaît qu'un vieillissement de 5000h à 750°C est équivalent à un vieillissement de 80 000 h à 700°C. Pour l'application RHT, on peut donc obtenir à court terme une idée de l'évolution de la structure de l'Udimet 720 entre deux maintenances : les micrographies ont montré que dans l'Udimet 720 HS vieilli 5000 h à 750°C, les précipités γ' tertiaires sont remis en solution et les précipités γ' secondaires et primaires intragranulaires ont coalescé, on peut donc en déduire que la microstructure de l'Udimet 720 HS sera similaire après 80 000 h à 700°C. Quant à l'Udimet 720 CR, sa microstructure devrait rester stable d'après les observations réalisées après 5 000 h de vieillissement à 750°C.

Température du vieillissement	**750 °C**		**700°C**
Durée du vieillissement (h)	500	5 000	5 000
Durée équivalente (h) à **700°C**	7 300	~ 80 000	-
Durée équivalente (h) à **650°C**			100 000

Tableau 5.1 : *Équivalence temps-température des vieillissements thermiques réalisés sur l'Udimet 720 estimée à partir du paramètre d'Hollomon*
Compte tenu du caractère empirique de la formule d'Hollomon, on choisit de ne pas établir d'équivalence temps-température pour des sauts de température de plus de 50°C.

Apparition de phases fragilisantes

Les extrapolations temps-température sont toutefois critiquables, car, si l'approche d'Hollomon permet d'estimer l'évolution de la distribution des précipités γ', elle ne tient pas compte de la cinétique de formation de nouvelles phases qui peuvent fragiliser l'alliage. D'après le diagramme Temps-Température-Précipitation (TTP) de la phase σ réalisé pour l'Udimet 720 forgé et présenté sur la figure 5.2, le début de la précipitation est estimé à 1000 h à 750°C pour l'Udimet 720 LI. On peut noter l'influence de la composition chimique sur la stabilité des deux nuances d'Udimet 720 et l'amélioration apportée par la composition LI (cf. paragraphe 1.1 du chapitre 1) qui permet de retarder le "nez de précipitation".
Cependant, nous n'avons pas observé de telles phases sur notre matériau vieilli 5000 h à 750°C. D'après le diagramme TTP, la température d'usage de l'Udimet 720 LI devrait être inférieure à 730°C pour ne pas former de phase σ, ce qui est compatible avec l'application RHT. Mais il faut être prudent, car il n'existe pas de diagramme TTP pour toutes les phases fragilisantes susceptibles de se former dans l'Udimet 720, comme il en existe pour l'Inconel 718 [Sims 1987]. De plus, le diagramme TTP a été établi pour l'Udimet 720 forgé et non pour l'Udimet 720 élaboré par CIC ; les teneurs en bore, carbone et oxygène spécifiques à la MdP ne sont pas prises en compte.

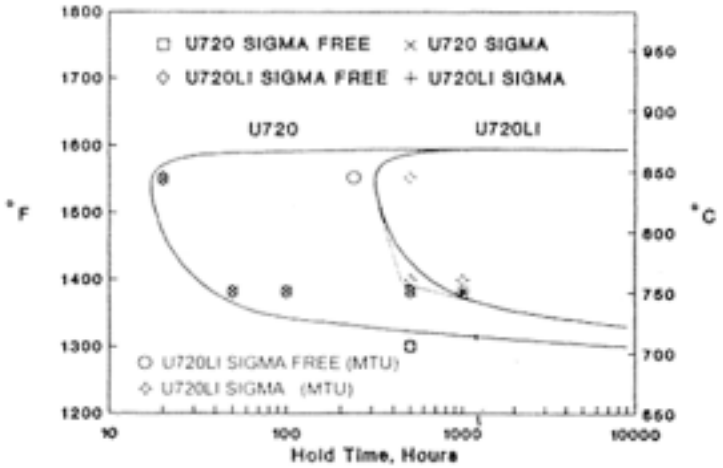


Figure 5.2 : *Diagramme de début de précipitation de la phase σ dans l'Udimet 720 HS forgé. Comparaison entre la composition Udimet 720 initiale et de celle de Udimet 720 LI [Keefe 1992]*

Les élaborateurs évaluent également la propension d'un superalliage à former de la phase σ à partir d'un critère empirique MdT. Ce critère est établi à partir de la composition atomique de l'alliage[2], en fonction des orbitales électroniques et de la taille des atomes [Durand-Charre 1997]. La valeur critique du critère MdT pour la formation de la phase σ est de 0,991. Pour l'Udimet 720, la valeur de MdT calculée est de 0,97, il est donc considéré comme stable.

Les observations réalisées sur l'Udimet 720 vieilli amènent les conclusions suivantes :

- la microstructure de l'Udimet 720 HS est stable après 5000 h à 650°C, et instable à partir de 5000 h à 700°C.
- l'Udimet 720 CR est stable aux trois températures étudiées.
- il n'y pas de formation de phases fragilisantes après 5000 h à 750°C.

1.1.3 Conséquences du vieillissement de l'Udimet 720 HS sur les propriétés mécaniques

Après avoir examiné les conséquences de vieillissements thermiques sur la microstructure de l'Udimet 720 HS au MET, nous allons maintenant déterminer leur influence sur les propriétés en traction et en fluage.

1.1.3.1 Essais de traction sur l'Udimet 720 HS vieilli

Deux essais de traction ont été réalisés à une vitesse de sollicitation de 5.10^{-4} s^{-1} sur l'Udimet 720 HS vieilli :

- un essai à 700°C sur une éprouvette issue d'une ébauche vieillie 5000 h à 700°C,
- un essai à 750°C sur une éprouvette issue d'une ébauche vieillie 500 h à 750°C.

Il n'a pas été réalisé d'essai sur des échantillons vieillis à 650°C, car il n'a pas été observé de dégradation de la microstructure à cette température. Les résultats des essais sont présentés sur la figure 5.3 .

[2] MdT=0,717Ni+1,142Cr+1,90Al+1,655W+1,55Mo+0,777Co+2,271Ti+2,224Ta+2,11Nb+1,267Re, en utilisant le pourcentage atomique de chaque élément [Durand-Charre 1997].

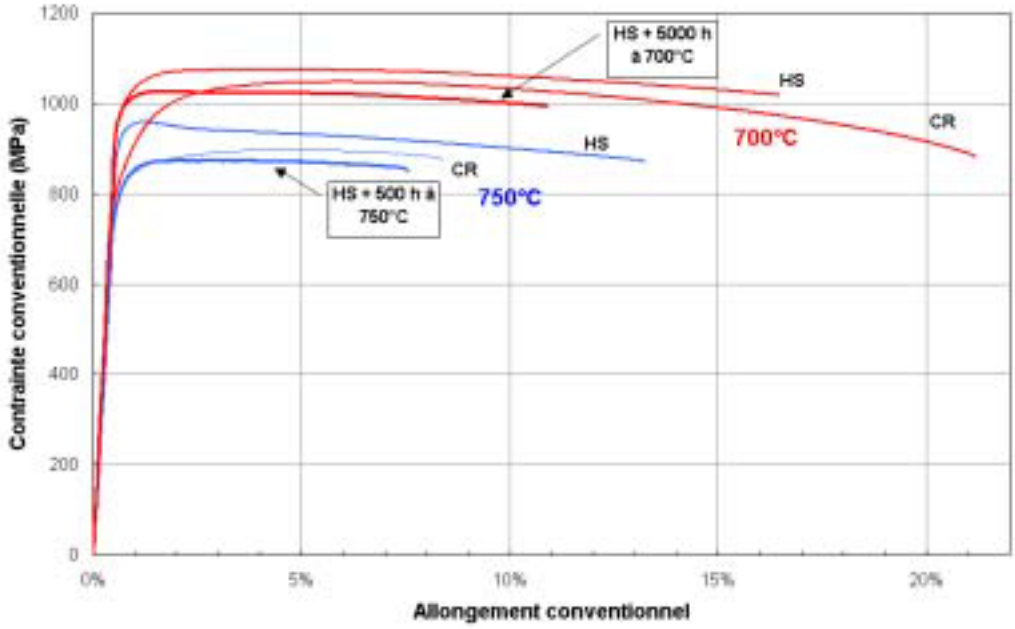


Figure 5.3 : *Résultats de traction ($d\varepsilon/dt = 5.10^{-4}\ s^{-1}$) à 700°C et 750°C sur l'Udimet 720 HS et CR non vieilli et sur l'Udimet 720 HS vieilli 5000 h à 700°C et 500 h à 750°C*

- à **700°C**, le comportement de l'Udimet 720 vieilli est similaire à celui de l'Udimet 720 non vieilli, mais présente toutefois une diminution de la limite d'élasticité à 0,2%[3] de 1015 MPa à 990 MPa et une diminution de la résistance à la traction de 1070 MPa à 1030 MPa. En outre, la contrainte maximale de l'Udimet 720 vieilli est légèrement inférieure à la contrainte maximale de l'Udimet 720 CR (1045 MPa). L'allongement réparti est aussi faible pour l'Udimet 720 HS vieilli que non vieilli.

- à **750°C**, le comportement de l'Udimet 720 HS vieilli est proche de celui de l'Udimet 720 CR. La capacité d'écrouissage est cependant sensiblement différente ; la résistance à la traction de l'Udimet 720 HS vieilli est plus faible que celle de l'Udimet 720 CR (respectivement 870 MPa et 895 MPa) et l'allongement réparti est plus faible.

- aux deux températures, la ductilité de l'Udimet 720 HS vieilli est diminuée.

Ces résultats indiquent que les propriétés de traction de l'Udimet 720 HS sont affectées par un vieillissement thermique préalable. D'après la démarche d'Hollomon, le vieillissement de 500 h à 750°C est équivalent à un vieillissement d'environ 7000 h à 700°C, donc les deux essais de traction sont réalisés sur des éprouvettes dans des états vieillis similaires. On remarque que dans les deux cas le comportement de l'Udimet 720 HS vieilli tend vers le comportement de l'Udimet 720 CR, en conservant toutefois un allongement réparti plus faible.
En effet, le vieillissement thermique a pour effet de dissoudre les précipités γ' tertiaires de l'Udimet 720 HS et d'entraîner la coalescence des précipités γ' secondaires et primaires.

[3] On compare ici les valeurs de $\sigma_{0,2\%}$ et non les valeurs de limite d'élasticité σ_y, car le dépouillement de cette dernière est moins fiable.

Ainsi, la distribution des précipités γ' de l'Udimet 720 HS tend vers celle de l'Udimet 720 CR au cours du vieillissement thermique, comme l'illustrent les micrographies de la figure 5.4

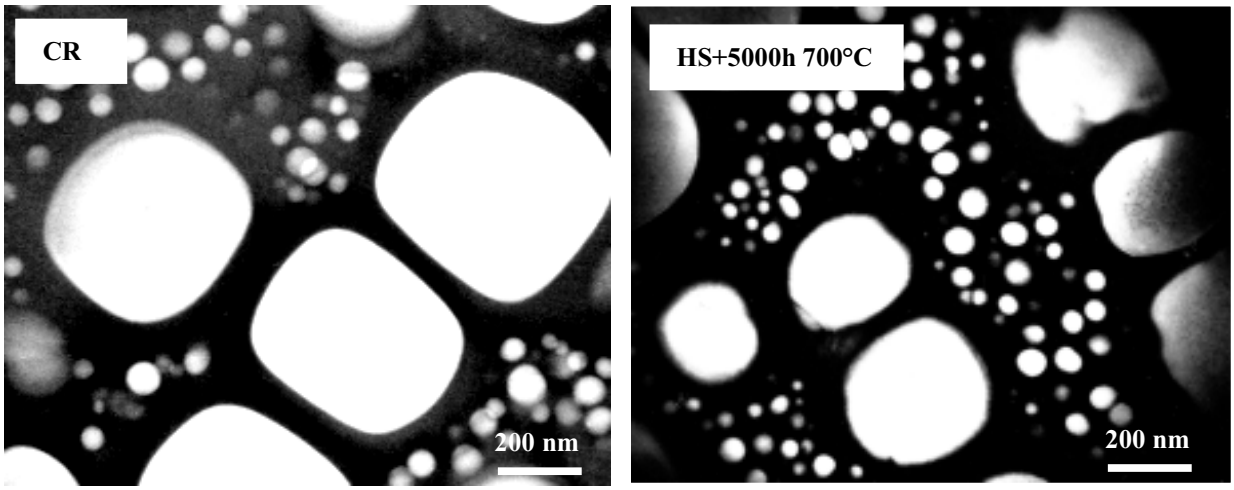


Figure 5.4 : *Distribution des précipités γ' de l'Udimet 720 CR non vieilli et de l'Udimet 720 HS vieilli à 700°C pendant 5000h - MET, champ sombre sur les taches de surstructures proche d'un axe de zone [100]$_\gamma$ selon g=(011)$_{\gamma'}$*

En considérant que les microstructures de l'Udimet 720 HS vieilli 500 h à 750°C ou 7000 h à 700°C diffèrent essentiellement de la microstructure de l'Udimet 720 CR par la taille de grain, on peut en déduire que :

- la taille de grain de l'Udimet 720 a peu d'influence sur la limite d'élasticité (à une vitesse imposée de 5.10^{-4} s^{-1}), mais joue surtout sur la capacité d'écrouissage : l'allongement réparti de l'Udimet 720 CR est plus grand que celui de l'Udimet 720 HS.
- l'absence de précipité γ' tertiaire, dissous pendant les vieillissements, contribue à diminuer la limite d'élasticité de l'Udimet 720 HS.

1.1.3.2 Essais de fluage sur l'Udimet 720 HS vieilli

Pour observer directement l'influence du vieillissement sur le comportement en fluage, différents essais ont été réalisés[4] :

- à 700°C sous 600 MPa sur des éprouvettes issues d'ébauches d'Udimet 720 HS vieillies 1000 h et 5000 h à 700°C,
- à 750°C sous 220 MPa sur une éprouvette issue d'une ébauche d'Udimet 720 HS vieillie 1000 h à 750°C.

a) Pré-vieillissement à **700°C**

Les résultats de fluage à 700°C sont représentés sur les graphiques de la figure 5.5 donnant la déformation et la vitesse de déformation en fonction du temps, ainsi que la vitesse de déformation en fonction de la déformation. Les courbes sont comparées à celles de l'Udimet 720 HS et CR non vieillis, flués dans les mêmes conditions.

[4] Ces essais ont été réalisés dans le cadre du stage de fin d'études de Sébastien Bégot (avril-août 2002).

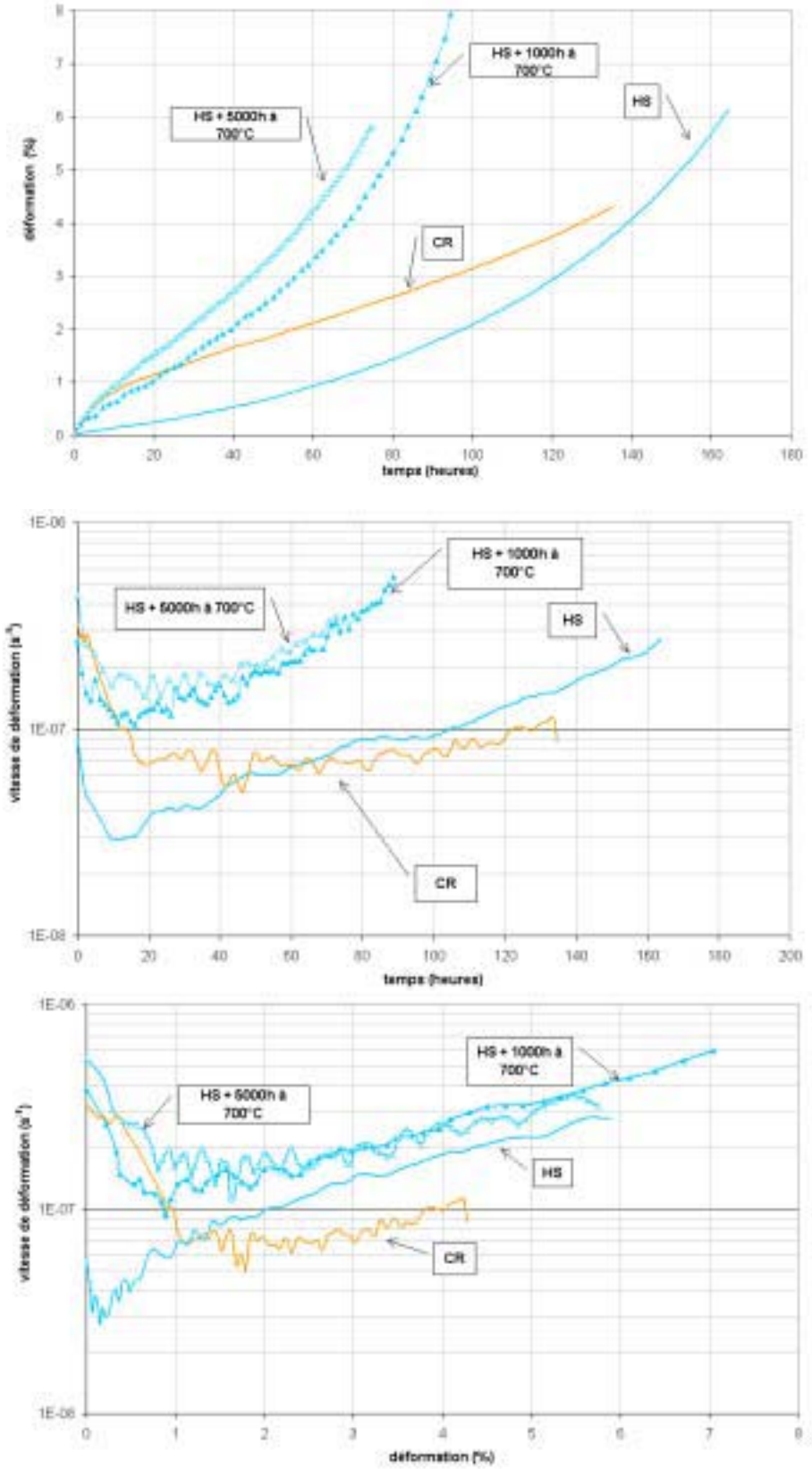


Figure 5.5 : *Résultats de fluage à 700°C-600 MPa de l'Udimet 720 HS et CR comparés à l'Udimet 720 HS pré-vieilli 1000 h et 5000h à 700°C. Les deux premiers graphiques représentent la déformation et la vitesse de déformation en fonction du temps, et le dernier, la vitesse de déformation en fonction de la déformation.*

Deux principales différences apparaissent entre l'Udimet 720 HS et l'Udimet 720 HS pré-vieilli :

- la durée de vie de l'Udimet 720 vieilli est diminuée de moitié par rapport au matériau non vieilli.
- l'allure des courbes de fluage des éprouvettes vieillies est sensiblement différente de la courbe de l'Udimet 720 HS non vieilli. Ce changement est particulièrement visible sur la courbe de vitesse de déformation en fonction de la déformation de la figure 5.5, où **apparaît un stade secondaire stationnaire pour les éprouvettes vieillies**. Le comportement de l'Udimet 720 HS vieilli est donc proche de celui de l'Udimet 720 CR, sauf pendant le stade primaire, qui est plus prononcé pour l'Udimet 720 CR.

La différence de comportement entre les éprouvettes vieillies 1000 h et 5000 h est peu marquée. Ce résultat semble indiquer que ces deux éprouvettes se trouvent dans le même état microstructural. Comme on a observé que les précipités γ' tertiaires étaient dissous après 5000 h de vieillissement à 700°C, on peut penser qu'ils le sont également dans l'éprouvette vieillie 1000 h à 700°C.

Ces essais de fluage à 700°C sur éprouvettes pré-vieillies montrent que la vitesse de déformation minimale et le comportement en fluage sont gouvernés par la distribution des précipités γ'. Quand les précipités γ' tertiaires de l'Udimet 720 HS sont dissous, son comportement est proche de l'Udimet 720 CR. Seuls diffèrent les stades primaires, reflétant les capacités d'écrouissage différentes des deux microstructures, déjà observées en traction.

b) Pré-vieillissement à **750°C**

Les résultats de fluage à **750°C** sont représentés et comparés à l'Udimet 720 HS et CR non vieilli sur les graphiques de la figure 5.6 donnant la déformation en fonction du temps et la vitesse de déformation en fonction du temps.

- la durée de vie de l'Udimet 720 vieilli a peu diminué par rapport à l'Udimet 720 non vieilli, et l'allongement à rupture est identique. En translatant les courbes de l'essai sur éprouvette vieillie de manière à faire coïncider les temps à rupture, on remarque que leurs comportements diffèrent uniquement sur les deux cents premières heures.

- la vitesse minimale de déformation de l'Udimet 720 HS vieilli est légèrement plus élevée que celle de l'Udimet 720 HS non vieilli, toutes deux étant plus élevées que celle de l'Udimet 720 CR, comme l'ont montré les autres essais réalisés à 750°C (cf. chapitre 3, paragraphe 2.1). En outre, l'Udimet 720 HS vieilli semble présenter un stade de déformation stationnaire, comme l'Udimet 720 CR.

- le graphique de la figure 5.7 permet de comparer l'allure des courbes de fluage en fonction de la déformation et non plus du temps. Il apparaît que le stade stationnaire de l'Udimet 720 CR correspond à une grande déformation, alors que le stade stationnaire de l'Udimet 720 HS vieilli correspond à une moindre déformation.

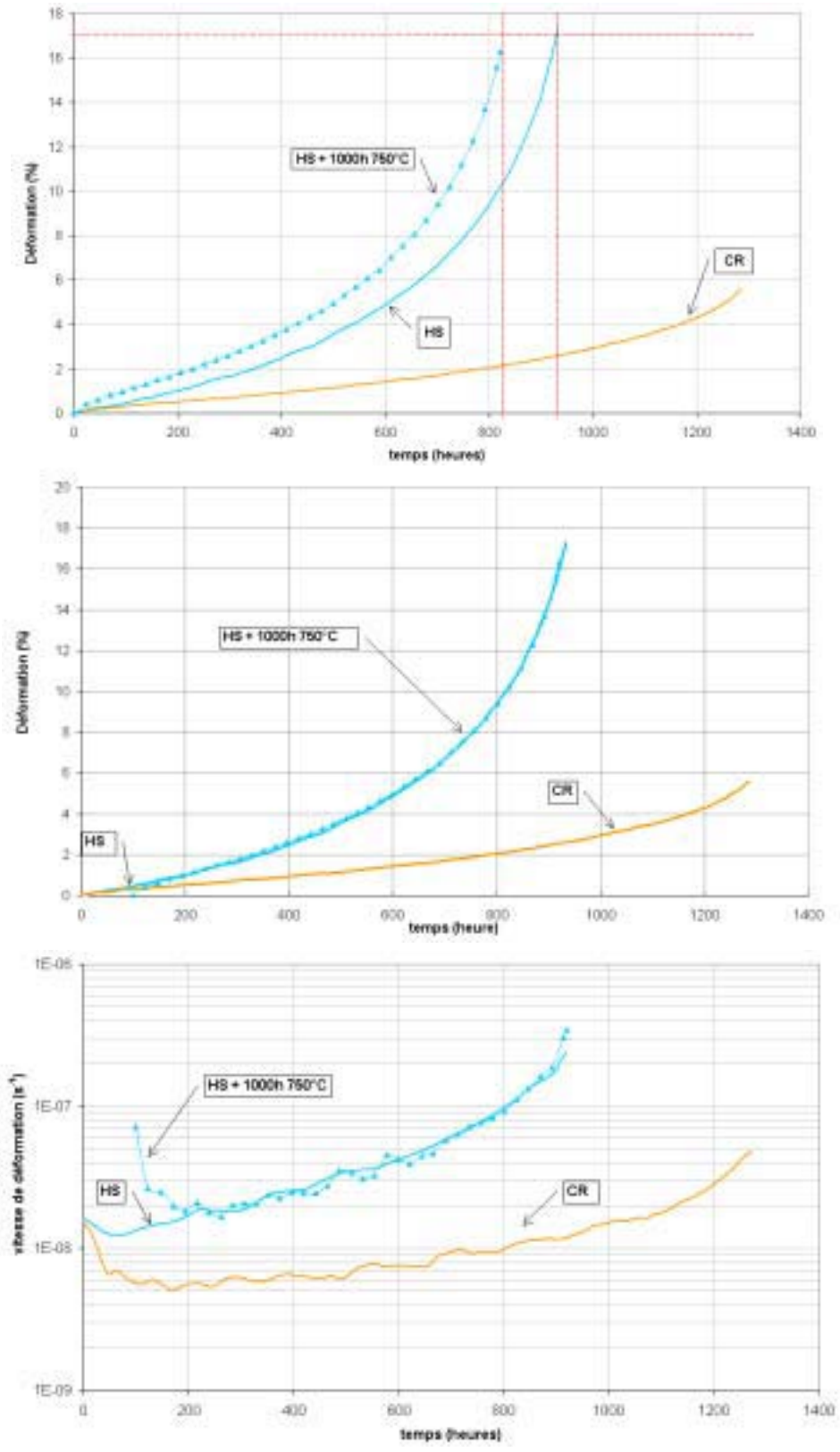


Figure 5.6 : *Résultats de fluage à 750°C-220 MPa de l'Udimet 720 HS et de l'Udimet 720 HS vieilli 1000 h à 750°C. Les deux premiers graphiques représentent la déformation en fonction du temps et le troisième la vitesse de déformation en fonction du temps. Sur les deux derniers graphiques, la courbe de déformation de l'éprouvette vieillie est translatée pour faire coïncider les temps à rupture.*

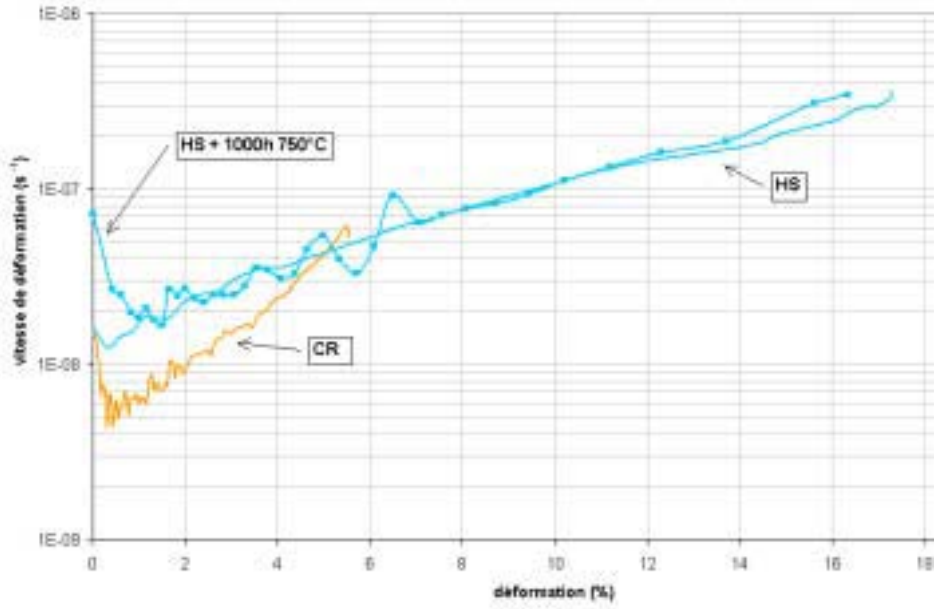


Figure 5.7 : *Résultats de fluage à 750°C-220 MPa de l'Udimet 720 HS et de l'Udimet 720 HS vieilli 1000 h à 750°C. La vitesse de déformation est représentée en fonction de la déformation.*

c) Remarques concernant les essais de fluage sur éprouvettes pré-vieillies

Le vieillissement préalable à 700°C et 750°C des éprouvettes d'Udimet 720 HS modifie leur comportement. Pour une comparaison plus aisée, les résultats sont normalisés par rapport à la vitesse de déformation minimale et au temps à rupture. Les courbes correspondantes sont regroupées en figure 5.8.

Cette représentation permet de confirmer que le comportement de l'Udimet 720 HS vieilli comporte un stade stationnaire et qu'il est similaire à celui de l'Udimet 720 CR flué dans les mêmes conditions. Toutefois, l'ampleur de la déformation n'est pas visible sur ce graphique, et masque le fait qu'à 750°C, l'Udimet 720 CR se déforme beaucoup moins que l'Udimet 720 HS vieilli (5% contre 18%).

L'effet du vieillissement est plus marqué dans le cas de l'essai à **700°C**. Les durées de vieillissement sont en effet 5 à 25 fois plus longues que la durée de l'essai réalisé sur l'éprouvette non vieillie. Pendant un essai de moins de 200 h à 700°C, l'éprouvette non vieillie ne subit pas de changements microstructuraux significatifs. À l'opposé, dans les échantillons pré-vieillis 1000 h et 5000 h, les précipités γ' tertiaires ont déjà été dissous. Donc, la répartition des précipités γ' des éprouvettes vieillies et non vieillies est différente dès le début de l'essai. L'influence du vieillissement à **700°C** pourrait ainsi être complétée par un essai à plus basse contrainte pour obtenir une durée d'essai de l'ordre de la durée du vieillissement.

À **750°C** en revanche, la durée du vieillissement est comparable à la durée de vie des essais. Les observations des microstructures vieillies à 750°C ont montré qu'après 500 h les précipités γ' tertiaires commencent à se dissoudre. Donc, pendant un essai de fluage de 1000 h, l'échantillon subit un vieillissement thermique significatif. Dans l'essai de fluage

réalisé sur une éprouvette pré-vieillie 1000 h, les précipités γ' ont déjà été dissous avant l'essai, alors que la dissolution des précipités γ' de l'éprouvette non vieillie se produit au cours de l'essai. Après quelques centaines d'heures, les matériaux vieillis et non vieillis se trouvent dans le même état microstructural et leurs comportements sont proches.

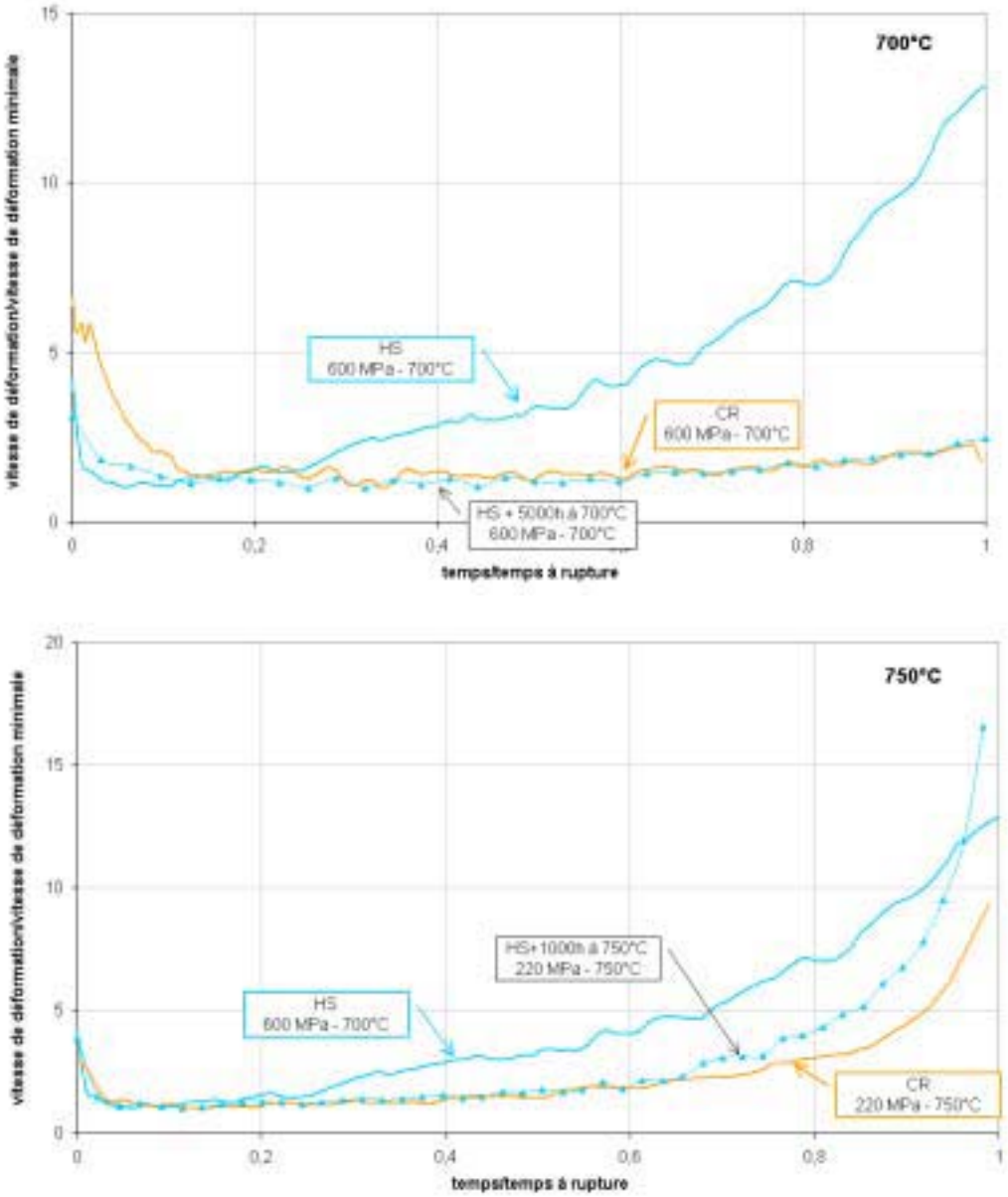


Figure 5.8 : *Synthèse des essais de fluage réalisés sur l'Udimet 720 HS non vieilli et préalablement vieilli à 700°C et 750°C. La vitesse de déformation est normée par rapport à la vitesse de déformation minimale et le temps est normé par rapport au temps à rupture.*

Ces résultats confirment l'influence des fins précipités γ' tertiaires de l'Udimet 720 HS sur les propriétés mécaniques en traction et en fluage de l'alliage. Lorsque les précipités γ' tertiaires sont dissous, le comportement de l'Udimet 720 HS vieilli est alors proche de celui de l'Udimet 720 CR et possède un stade de déformation secondaire stationnaire.

Si l'on attribue à la taille de grain les différences de comportement qui subsistent entre l'Udimet 720 HS vieilli 1000 h à 700°C ou 500 h à 750°C et l'Udimet 720 CR, on peut conclure :

- *que la capacité d'écrouissage en traction et le stade primaire en fluage (surtout à 700°C et sous forte contrainte) sont plus marqués quand la taille de grain est grande.*
- *qu'à 750°C, l'allongement à rupture augmente quand la taille de grain augmente.*

1.2 Ductilité

Provendier-Aubourg indique que les disques des turbomachines aéronautiques sont dimensionnés de telle sorte que la déformation totale ne dépasse pas 0,6 % de déformation à aucun moment et en aucun endroit du disque [Provendier-Aubourg 1994]. De plus, les critères de sélection des alliages pour disques ne sont donnés que pour des faibles déformations (0,2 % et 1% [OKBM 1998]). Cependant, il est intéressant de mener à rupture des essais de fluage pour connaître la ductilité d'un alliage. En effet, le niveau de ductilité, dont les valeurs sont reportées au paragraphe 2.1 du chapitre 3, reflète la capacité du matériau à résister à l'endommagement. Les essais à rupture sont d'autant plus utiles à réaliser que le comportement de fluage ne possède pas ou peu de stade stationnaire, la fin du stade stationnaire marquant habituellement le début de l'endommagement.

Un moyen d'évaluer la capacité d'un matériau à se déformer sans s'endommager est de déterminer la constante de Monkman-Grant, car elle correspond par définition à la déformation de fluage sans endommagement (cf. paragraphe 2.2.1.1 du chapitre 1). On observe généralement que la ductilité diminue quand la contrainte augmente [Auzoux 2002]. Pour étudier l'influence de la vitesse de déformation sur la ductilité de l'Udimet 720, on réalise donc des essais de traction à différentes vitesses, pour étoffer la base de données à basses vitesses fournie par les essais de fluage.
Les essais de traction sont réalisés à 650°C et 750°C à des vitesses de sollicitation variant de 5.10^{-6} s^{-1} à 10^{-1} s^{-1}. Les résultats sont portés sur la figure 5.9 et le tableau récapitulatif des essais est donné en annexe E.

- à 650°C, la limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique est constante, quelle que soit la vitesse de traction, $\sigma_{0,2\%}$= 1000 ± 10 MPa. A cette température, la ductilité est comprise entre 15% et 25% entre 5.10^{-5} s^{-1} et 10^{-1} s^{-1} de vitesse de déformation, et chute à 7% pour la plus basse vitesse testée (5.10^{-6} s^{-1}).

- à 750°C, $\sigma_{0,2\%}$= 970 ± 20 MPa pour la gamme de vitesses de traction variant entre 5.10^{-3} s^{-1} et 5.10^{-4} s^{-1}. A plus basse vitesse, $\sigma_{0,2\%}$ décroît sensiblement avec la vitesse, $\sigma_{0,2\%}$ = 760 MPa à 5.10^{-5} s^{-1} et $\sigma_{0,2\%}$= 620 MPa à 5.10^{-6} s^{-1}.

À ces deux températures, le domaine plastique se présente sous la forme d'un plateau pendant lequel la contrainte est quasiment constante. La contrainte du plateau augmente avec la vitesse de déformation.

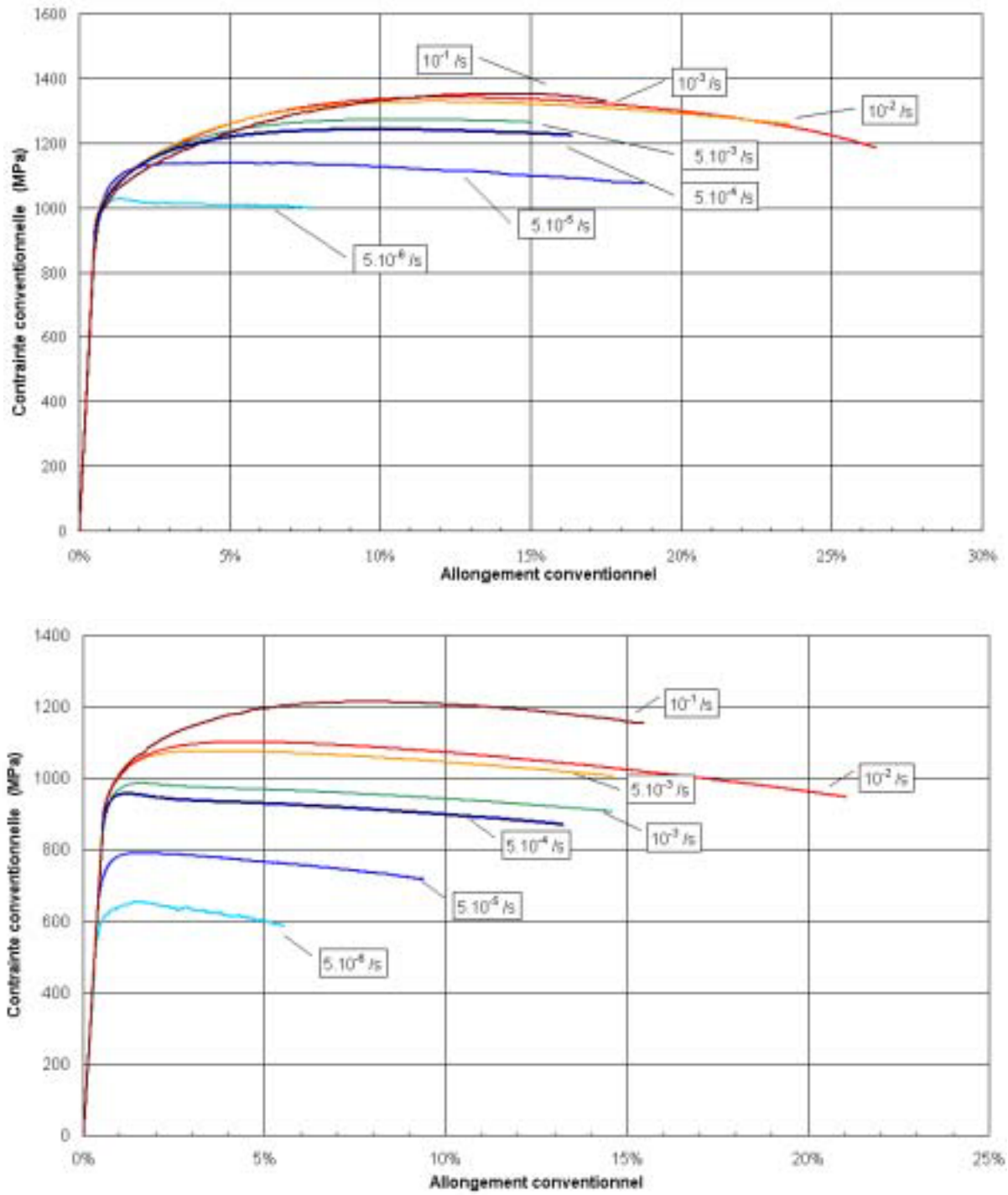


Figure 5.9 : *Courbes de traction à 650°C et 750°C de l'Udimet 720 HS sollicité à des vitesses de déformation comprises entre 5.10^{-6} et 10^{-2} s^{-1}.*

Cette représentation permet de mettre en évidence deux constantes de Monkman-Grant, séparées par un domaine de transition étendue sur trois décades de vitesses. Le seuil de la transition varie en fonction de la température ; il est décalé vers les hautes vitesses à 750°C.

Les résultats de traction et de fluage réalisés à 650°C et 750°C sont regroupés dans le graphique de la figure 5.10 représentant la constante de Monkman-Grant en fonction de la vitesse de déformation. Par analogie aux dépouillements des essais de fluage, la vitesse de déformation du stade stationnaire correspond en traction à la vitesse de déformation imposée.

- aux basses vitesses, la constante de Monkman-Grant est identique à 650°C et 750°C et vaut 4% de 10^{-8} s^{-1} à 10^{-6} s^{-1}. À plus basses vitesses, la constante de Monkman-Grant semble dessiner un autre plateau à 650°C et vaut alors 1%.
- pour des vitesses de déformation supérieures à 10^{-3} s^{-1}, la constante de Monkman-Grant vaut 27% à 650°C et 22% à 750°C.

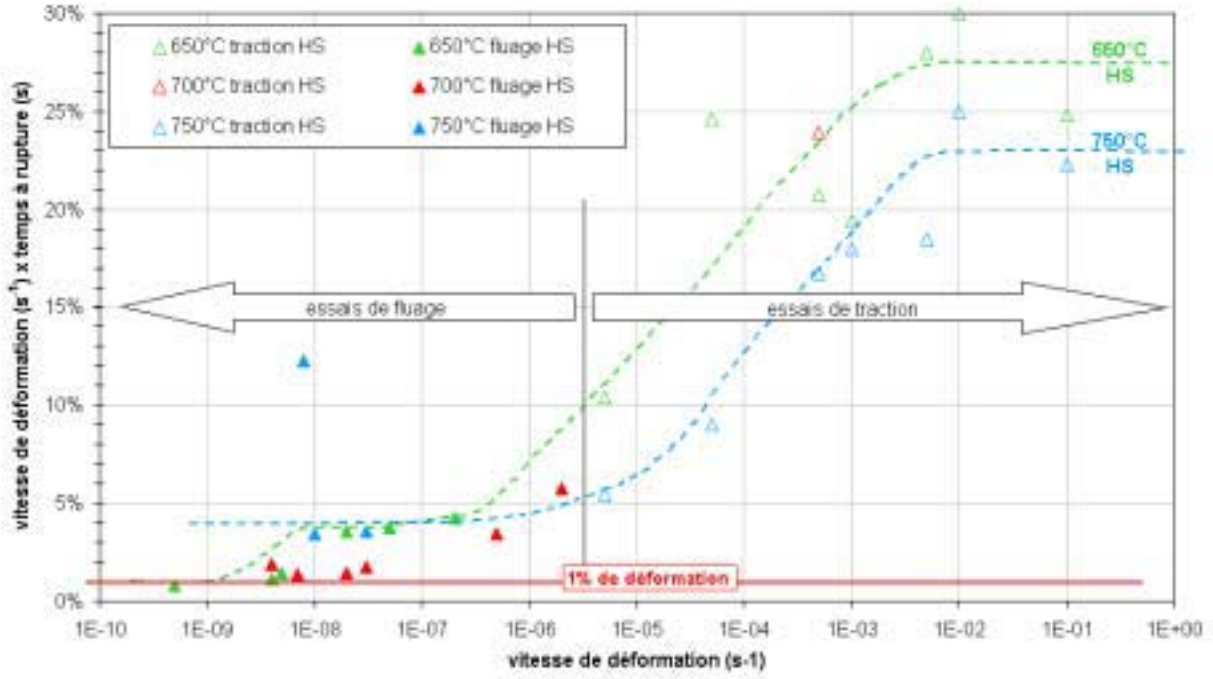


Figure 5.10 : *Représentation semi-logarithmique de la constante de Monkman-Grant (vitesse de déformation x temps à rupture) en fonction de la vitesse de déformation à partir des essais de traction et de fluage réalisé à 650°C, 700°C et 750°C sur l'Udimet 720 HS*

Cette représentation amène plusieurs commentaires :

L'allure de la courbe de la constante de Monkman-Grant en fonction de la vitesse de déformation est similaire à celle obtenue par Auzoux sur un acier inoxydable 316. La diminution de la ductilité avec la vitesse de déformation est souvent reliée à un changement de mécanisme de rupture, de type intragranulaire-ductile à haute vitesse, à intergranulaire-fragile à basses vitesses.
Les observations des faciès de rupture et des demi-coupes polies des éprouvettes de fluage ont révélé que l'endommagement était préférentiellement situé aux joints de grains et aux frontières de particules de poudre (cf. chapitre 4). Ceci est donc cohérent avec la faible valeur de la constante de Monkman-Grant à basse vitesse. Les essais de traction réalisés à basses vitesses se situent dans le domaine de transition entre mécanismes de rupture intergranulaire et intragranulaire, et les essais réalisés à des vitesses supérieures à 10^{-3} s^{-1} se situent dans le domaine intragranulaire. Nous n'avons cependant pas observé au MEB de différence entre les faciès d'éprouvettes de fluage et les faciès d'éprouvettes de traction sollicitées à 10^{-1} s^{-1} et

5.10^{-4} s^{-1} : les faciès de traction présentent tous deux des lèvres de cisaillement, et les observations à fort grossissement, exposées sur la figure 5.11, indiquent des sites d'endommagement similaires.

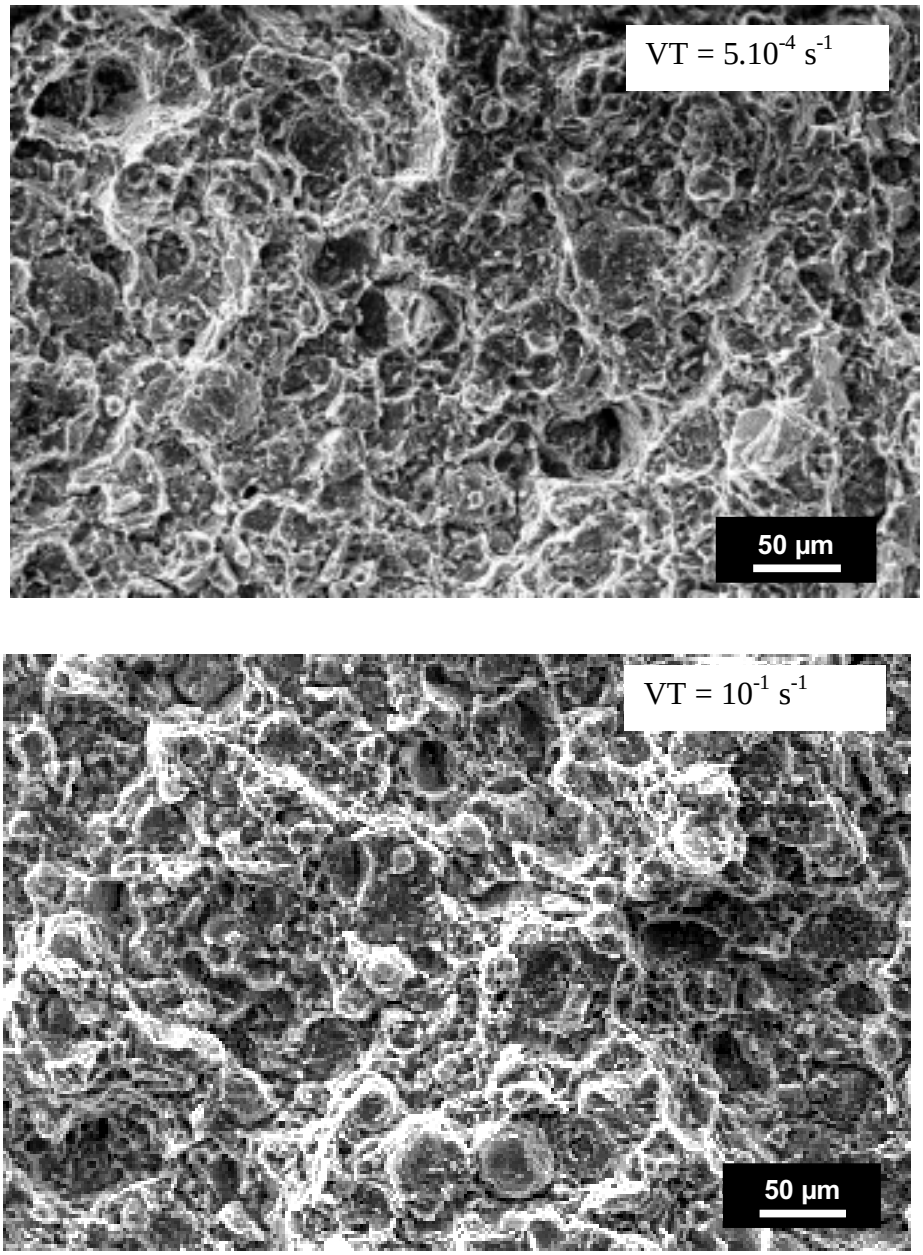


Figure 5.11 : *Faciès de rupture en traction à 750°C de l'Udimet 720 HS sollicité à une vitesse de 5.10^{-4} et de 10^{-1} s^{-1}*

Un point de fluage à 750°C sort de la courbe de tendance évaluée à partir de tous les essais. Ce résultat correspond à l'essai de fluage mené à 140 MPa, dont la déformation à rupture a atteint 45%. Ce fort allongement, observé uniquement pour la plus faible contrainte est sans doute associé à un mécanisme de glissement intergranulaire, dont l'ampleur n'est pas prise en compte par l'approche de Monkman-Grant.

Les essais de fluage conduits aux plus faibles contraintes induisent une constante de Monkamn-Grant de l'ordre de 1%. Cette valeur semble donc indiquer que le matériau se

déforme seulement de 1% sans s'endommager, ce qui laisse peu de marge par rapport au critère de dimensionnement de 0,6 %. Cependant, l'analyse de Monkman-Grant est adaptée au matériau présentant un comportement classique de fluage, avec un stade stationnaire. Or, nous verrons par la suite que l'Udimet 720 HS est capable de se déformer sans endommagement par cavité au-delà du niveau de déformation correspondant à la vitesse de déformation minimale. Dans ce cas, la constante de Monkman-Grant ne reflète pas la capacité du matériau à se déformer sans endommagement.

L'approche de Monkman-Grant permet de mettre en évidence deux domaines de mécanismes d'endommagement en fonction de la vitesse de déformation : les essais de fluage sont associés à des mécanismes intergranulaires et à une rupture fragile, alors que les essais de traction sont associés à des mécanismes intragranulaires et à une rupture ductile. Ces analyses viennent compléter les observations au MEB difficilement interprétables des faciès de rupture.

1.3 Critère de résistance au fluage pour atteindre 0,2 % et 1% de déformation en 60 000 h

Les équipes travaillant sur la conception du projet GT-MHR ont procédé à des calculs de champ de contraintes subies par les zones les plus exposées des disques de turbines. Ils ont ainsi déterminé la résistance au fluage nécessaire pour 0,2% et 1% de déformation sur la base de 60 000 heures de fonctionnement sans maintenance. Les valeurs des contraintes requises à 650°C et 700°C (cas des disques refroidis) sont présentées dans le tableau 5.2 [Romantsof 2002].

Température (°C)	**$\sigma^{T}_{60\ 000h/0,2\%}$ (MPa)**	**$\sigma^{T}_{60\ 000h/1\%}$ (MPa)**
650	270	295
700	170	200

Tableau 5.2 : *Valeurs de la résistance au fluage requise pour le disque de turbine du GT-MHR pour 0,2% ($\sigma^{T}_{60\ 000h/0,2\%}$) et 1% ($\sigma^{T}_{60\ 000h/1\%}$) de déformation en 60 000 heures à 650°C et 700°C [Romantsof 2002]*

Ces critères de sélection à 0,2% et 1% de déformation en 60 000 h correspondent respectivement à des vitesses moyennes de 9.10^{-12} s^{-1} et de 4.10^{-11} s^{-1}. Ces vitesses sont plus faibles que les vitesses minimales ou stationnaires mesurées lors des essais de fluage.

Pour extrapoler les vitesses de déformation obtenues à 1% de déformation lors des essais de fluage, on trace la contrainte appliquée en fonction du paramètre de Larson-Miller déterminé à 1% de déformation. Cette représentation permet en effet de déduire la vitesse d'un essai court à haute température de celle d'un essai plus long à basse température.

Le diagramme de Larson-Miller à 1% de déformation est présenté sur la figure 5.12 ; les résultats de nos essais de fluage sont comparés aux deux points du critère et aux résultats de l'Udimet 720 CR élaboré par forgeage[5].
Nous n'avons pas tracé le diagramme de Larson-Miller à 0,2% de déformation, car, à ce niveau de déformation, les essais ne se trouvent pas tous dans le même domaine de fluage : certains essais sont dans le stade primaire, d'autres dans le stade stationnaires, voire dans le stade tertiaire. Après 1 % de déformation, la plupart des essais se situent dans le stade stationnaire ou au début du stade tertiaire.

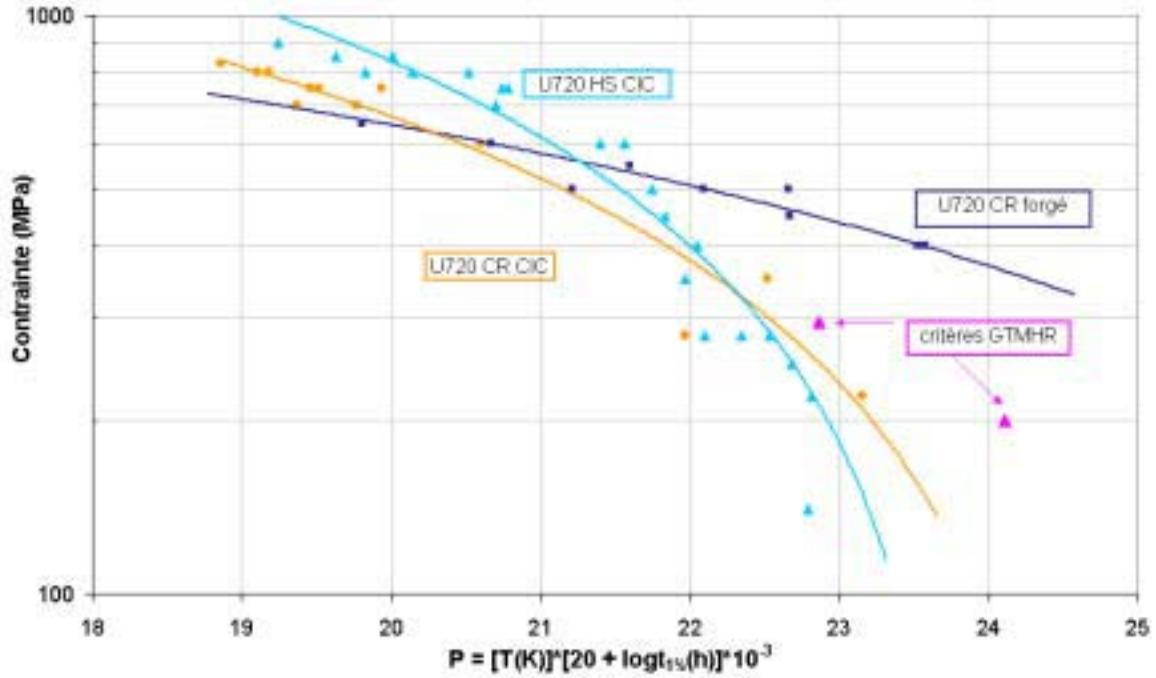


Figure 5.12 : *Diagramme de Larson-Miller des résultats de fluage à 1% de déformation de l'Udimet 720 HS et CR élaborés par CIC (à 650°C, 700°C, 750°C) et de l'Udimet 720 CR élaboré par forgeage (à 750°C) [Simonet 2003], comparés au critère du cahier des charges du GT-MHR [Romantsof 2002]*

Comme nous l'avons déjà observé sur le diagramme de Larson-Miller en prenant en compte le temps à rupture (chapitre 3, paragraphe 2.2.1), la résistance au fluage de l'Udimet 720 HS est meilleure que celle de l'Udimet 720 CR à forte contrainte, tandis que cette tendance s'inverse à faible contrainte.

Le point du critère à 295 MPa se trouve légèrement au-dessus des courbes décrites par les points de fluage de l'Udimet 720 CIC HS et CR. Le point du critère correspondant à 200 MPa se place quant à lui bien au-dessus des courbes extrapolées de l'Udimet 720 CIC. Cela signifie que, pour les deux contraintes du critère, l'Udimet 720 CIC atteint 1% de déformation plus tôt que ce qu'exige le critère. Le critère n'est donc pas respecté.

[5] Les essais sur l'Udimet 720 CR élaboré par forgeage ont été réalisés par Laurence Simonet dans le cadre de son stage de fin d'études. La taille de grain de l'Udimet 720 CR forgé est comprise entre 10 µm et 500 µm. [Simonet 2003]

L'extrapolation de la courbe de fluage de l'Udimet 720 CR forgé vers les faibles contraintes, la situe au dessus des points du critère : il se déforme moins vite que ce qu'impose le critère. L'Udimet 720 forgé CR respecte les conditions de résistance au fluage données par la modélisation des disques refroidis.

Les deux microstructures HS et CR d'Udimet 720 élaboré par CIC ne répondent pas au critère de déformation préconisé par le cahier des charges. La taille de grain de l'Udimet 720 CIC, limitée à 30 µm par les précipités aux PPB, est effectivement préjudiciable à la résistance au fluage dans le domaine des faibles contraintes, où les mécanismes de déformation intergranulaire sont prépondérants.
À faible contrainte, l'influence de la taille de grain est en effet très marquée : la résistance de l'Udimet 720 CR forgé, dont la taille de grain maximale est de 500 µm, est meilleure que celle de l'Udimet 720 CIC.
Aux fortes contraintes en revanche, les mécanismes de déformation sont pilotés par la distribution des précipités γ' et en particulier celle des précipités γ' tertiaires. Cet effet est également visible sur le graphique : la résistance au fluage étant d'autant plus élevée que les précipités γ' tertiaires sont petits (5 nm à 15 nm pour l'Udimet 720 HS CIC, 30 nm à 40 nm pour l'Udimet 720 CIC CR et 45 nm à 55 nm pour l'Udimet 720 CR).

2 Origines du stade tertiaire de fluage

Comme nous l'avons explicité dans le chapitre 1, le dimensionnement d'un disque de turbine destiné à fonctionner sans maintenance pendant plusieurs années nécessite de déterminer des lois pour extrapoler le comportement de fluage à long terme à partir de paramètres établis sur des essais accélérés. En outre, la complexité de la géométrie d'un disque requiert l'utilisation de codes de calcul pour intégrer les modèles de déformation multiaxiaux. La plupart de ces modèles est basée sur la vitesse de déformation stationnaire de fluage et le démarrage de l'endommagement est repéré par le début du stade tertiaire de fluage. Le comportement de fluage de l'Udimet 720 ne possédant pas toujours de stade stationnaire, il est nécessaire de déterminer d'une part, les conditions de sollicitation (à basse vitesse ou à haute vitesse) et microstructurales (HS ou CR) conduisant à un comportement classique ou à un fluage essentiellement tertiaire, et d'autre part, de sélectionner un modèle approprié incluant des paramètres physiques sensibles à la microstructure et à la gamme de sollicitation.

2.1 Définitions

Nous nous proposons d'abord de définir les termes employés dans la suite du texte pour différencier les stades de fluage tertiaires observés sur l'Udimet 720 HS et CR.

Fluage tertiaire de structure : après le stade primaire, le stade stationnaire est piloté par l'augmentation de la contrainte vraie et la vitesse augmente jusqu'à rupture par striction.

Fluage tertiaire précoce : après un court stade primaire, la courbe de fluage décrit directement un stade tertiaire, sans passer par un stade stationnaire pendant lequel la vitesse de déformation est constante. L'augmentation de la vitesse est due à un mécanisme d'***adoucissement***.

L'absence de stade stationnaire de fluage constatée sur certains alliages a été attribuée à diverses origines dans la littérature : les hypothèses d'adoucissement invoquées sont soit un endommagement précoce par **cavitation**, soit les effets du **vieillissement** de la microstructure,

soit l'augmentation de la **contrainte vraie** au cours des essais de fluage conduits à charge constante. Nous étudierons la pertinence de chacune de ces hypothèses pour l'Udimet 720 dans les paragraphes suivants. Dans la troisième partie, nous nous intéresserons plus particulièrement au lien entre les modes de déformation par les dislocations et l'adoucissement observé dans cet alliage.

2.2 Cavitation

Le début du stade tertiaire de fluage peut s'expliquer par l'apparition d'endommagement de type cavitation dans le matériau. L'absence de stade stationnaire de l'Udimet 720 HS pourrait donc être liée à une apparition précoce d'endommagement. À 650°C, les observations réalisées sur des demi-coupes polies d'éprouvettes de fluage rompues (présentées au paragraphe 2.1 du chapitre 4) ont montré que l'endommagement était localisé près de la surface de rupture. L'absence d'endommagement réparti dans le volume de l'éprouvette rend peu vraisemblable un processus lent de germination et de croissance de cavités et donc écarte l'hypothèse d'un endommagement précoce à 650°C.
À 700°C et 750°C en revanche, des cavités et des micro-fissures sont présentes dans tout le volume des éprouvettes observées à rupture. Un essai spécifique a donc été mené à 750°C pour déterminer si l'accélération de la vitesse de déformation au cours de l'essai était due à un endommagement précoce irréversible ou à une évolution microstructurale. Pour cela, une remise en solution est réalisée sous vide sur une éprouvette après un temps de fluage représentant une fraction significative de la durée de vie. Le palier de remise en solution permet d'"effacer" le vieillissement et la structure de dislocations, mais pas de refermer d'éventuelles cavités. Puis l'essai de fluage est redémarré selon les mêmes conditions. Le taux de déformation choisi pour effectuer la remise en solution est évalué à partir d'essais menés à rupture dans les mêmes conditions de température et de contrainte.

Deux hypothèses se présentent alors pour l'essai après "rajeunissement" :

- si, après remise en solution, l'essai redémarre avec une vitesse de déformation comparable à celle du matériau vierge, cela signifie que l'augmentation de la vitesse pendant le stade tertiaire est due à une évolution microstructurale et non à un endommagement de type cavitation.
- si, après remise en solution, l'essai redémarre avec une vitesse de déformation plus forte qu'avant interruption, on peut penser que la remise en solution n'a pas permis de restaurer le matériau endommagé de manière irréversible (par des fissures ou des cavités).

Cet essai spécifique a été réalisé à 750°C sous une contrainte de 280 MPa ; il est comparé sur la figure 5.13a à un essai complet à rupture. L'essai est interrompu à 70% de la durée de vie prévue, puis l'éprouvette subit à nouveau le traitement thermique HS complet et l'essai de fluage est relancé dans les conditions initiales.
Si on translate la courbe de fluage après remise en solution à t = 0 h (cf. Figure 5.13b), on constate qu'elle se superpose à celle de l'essai avant remise en solution. Ainsi, après remise en solution, le fluage redémarre comme avec une éprouvette vierge. Cette expérience montre qu'à 70% de la durée de vie d'un essai, représentant 5 % de déformation à 280 MPa, le matériau ne présente pas d'endommagement irréversible.

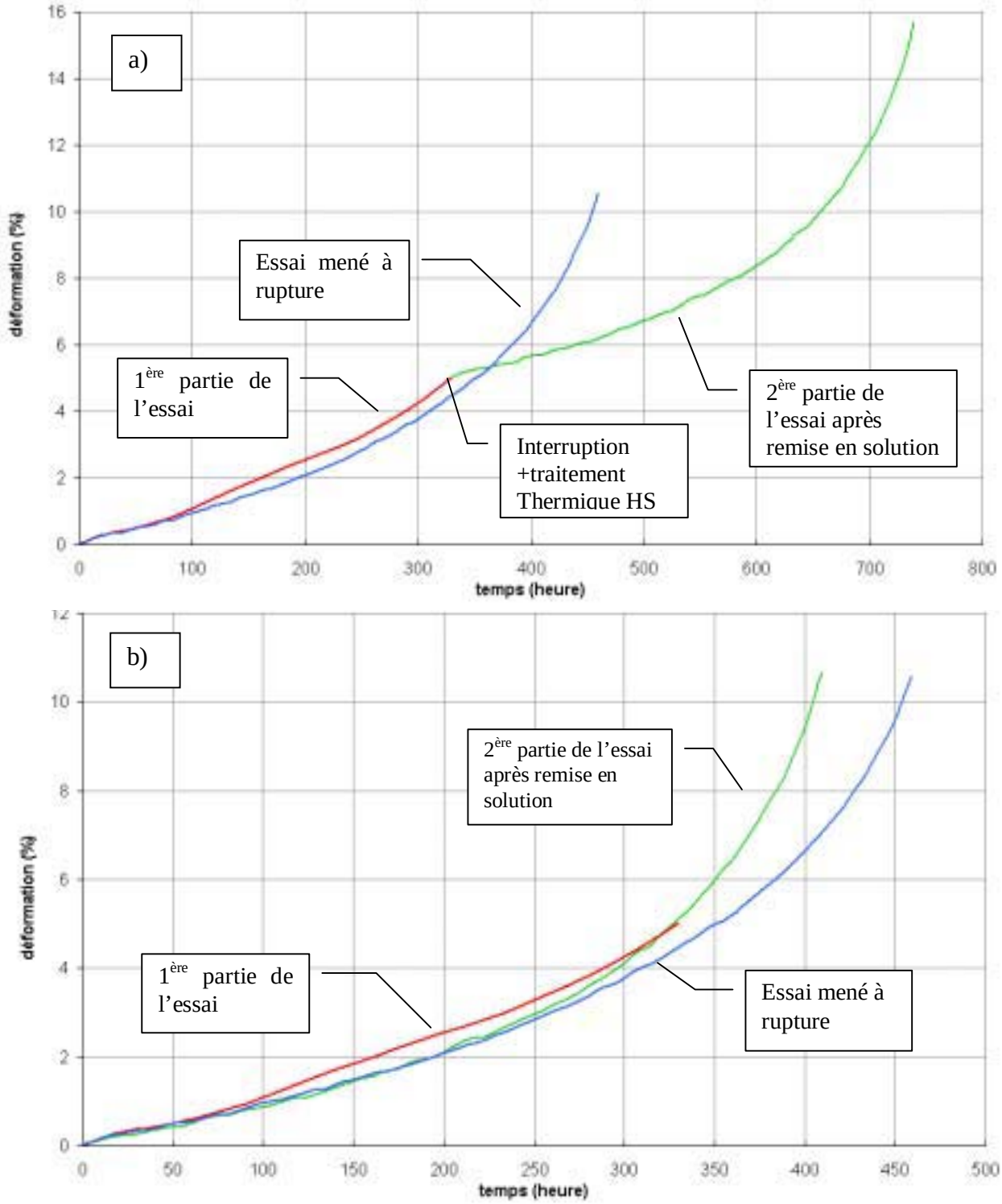


Figure 5.13 : *(a) Représentation des étapes de l'essai de fluage avec remise en solution intermédiaire de l'Udimet 720 HS à 750°C/280 MPa*

(b) La courbe de fluage après remise en solution est translatée à t = 0 h dans le second graphique.

Grâce au traitement de remise en solution, la microstructure du superalliage est restaurée et la durée de vie peut être prolongée. Ce procédé de "rajeunissement", utilisé plusieurs fois, comme illustré sur la figure 5.14, est une voie proposée pour augmenter la durée de vie des aubes [James 2001]. Il évite de remplacer les pièces prématurément. En fonction du type de superalliage à base de nickel, différents procédés sont utilisés :

- Pour des alliages à forte proportion de précipités γ', on procède à une remise en solution pour restaurer la distribution des précipités γ' et éventuellement dissoudre les phases TCP.
- Pour les alliages à faible proportion de précipités γ', un recuit à la température de l'essai de fluage peut suffire à résorber de petites cavités. Si la taille des cavités est supérieure à une taille critique, le recuit est associé à un cycle de CIC.

Après de tels procédés de rajeunissement, les pièces conservent cependant la déformation engendrée en fluage, l'impact des distorsions sur le fonctionnement de la turbine doit être évalué.

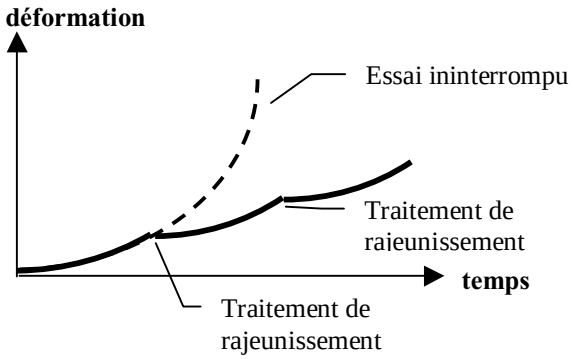


Figure 5.14 : *Représentation schématique de l'effet de traitements de rajeunissement sur la durée de vie en fluage, d'après [James 2001]*

L'essai de fluage avec remise en solution indique que l'augmentation de la vitesse de déformation après le stade primaire ne peut être expliquée par de l'endommagement précoce par cavitation.

2.3 Coalescence des précipités

La coalescence des précipités γ' est souvent invoquée pour expliquer le comportement de fluage tertiaire observé dans des superalliages renforcés par des précipités γ'. En effet, le phénomène de grossissement et la coalescence des précipités γ', appelé "mûrissement d'Ostwald", entraîne, à fraction volumique constante, une augmentation de la largeur des couloirs de matrice γ induisant une diminution de la contrainte d'écoulement. La cinétique de coalescence des particules a été mise en équation depuis les années 1960 et relie la dimension moyenne des particules à la racine cubique du temps de vieillissement [Sims 1987] :

$$h^3 - h_0^3 = \frac{64\gamma_e D C_e V_m^2}{9RT} t$$

γ_e l'énergie libre spécifique de l'interface γ/γ',
D le coefficient de diffusion de γ' en solution dans γ,
C_e la concentration à l'équilibre de γ' en solution dans γ,
V_m le volume molaire de γ',
h la dimension moyenne des particules de phase γ',
h_o la dimension moyenne des particules de phase γ' dans le matériau non vieilli.

Ce phénomène peut être introduit dans le modèle de Norton à l'aide d'un paramètre σ_o (contrainte interne) dépendant de la taille des précipités, tel que $\dot{\varepsilon} \propto (\sigma - \sigma_0)^n$. Le grossissement des particules d'un alliage thermiquement instable induit une diminution de σ_o provoquant l'augmentation progressive de la vitesse de fluage.

Les analyses effectuées sur des ébauches vieillies thermiquement, présentées au paragraphe 1.1, nous ont apporté les conclusions suivantes :

- à 650°C, la distribution des précipités γ' sur des échantillons vieillis d'Udimet 720 HS est stable jusqu'à 5000 h de vieillissement,
- à 700°C, un mûrissement des précipités γ' de l'Udimet 720 HS est visible après 5000 h de vieillissement, et d'après le comportement de l'essai de fluage réalisé sur une éprouvette d'Udimet 720 vieilli 1000 h, il semble que les précipités γ' tertiaires soient dissous après 1000 h à 700°C,
- à 750°C en revanche, le mûrissement des précipités γ' de l'Udimet 720 HS est observable dès 500 h et les essais de fluage réalisés sur des éprouvettes pré-vieillies ont montré que la microstructure vieillissait bien en cours d'essai,
- pour l'Udimet 720 CR, les précipités γ' sont stables jusqu'à 5000 h à 750°C.

L'effet pressenti du vieillissement sur les essais de fluage est :

- pas d'incidence sur les essais de fluage de l'Udimet 720 HS à 650°C et 700°C. La durée de vie des essais présentant un fluage tertiaire précoce étant inférieure à 5000 h à 650°C et à 1000 h à 700°C, l'origine de l'adoucissement observé n'est donc pas due au mûrissement des précipités γ'.
- à 750°C, la coalescence des précipités γ' peut expliquer le fluage tertiaire précoce de l'Udimet 720 HS observé à cette température. Dyson a toutefois démontré que le grossissement des précipités γ' ne suffisait pas à rendre compte du fluage tertiaire précoce de ce type d'alliage [Dyson 1983]. L'Udimet 720 CR présente également un comportement de fluage tertiaire précoce alors que sa microstructure est stable. L'origine de l'adoucissement de l'Udimet 720 CR à 750°C ne peut donc être expliquée par le vieillissement des précipités γ'.

Nous pouvons remarquer que le vieillissement de la microstructure de l'Udimet 720 HS est marqué à 750°C, alors que pour la gamme de contraintes appliquées à cette température, le fluage semble gouverné par des mécanismes de déformation intergranulaire. Le mûrissement des précipités γ' a alors peu d'incidence. À l'opposé, à 650°C et 700°C, pour la gamme de contraintes appliquées à cette température, le fluage semble gouverné par des mécanismes de déformation intragranulaire. Le comportement est sensible à la distribution des précipités γ', mais l'Udimet 720 HS ne vieillit pas dans ces conditions.

En conclusion, l'influence du vieillissement microstructural semble donc faible pour l'Udimet 720 dans nos conditions d'étude.

Influence de la contrainte sur la cinétique de vieillissement

La cinétique de vieillissement des précipités γ' a été observée sur les éprouvettes vieillies en four, donc non soumises à une contrainte. Dans ces conditions, la vitesse de mûrissement a pu être sous-estimée en négligeant le phénomène de coalescence orientée, ou "mise en radeau", observé dans des superalliages possédant plus de 50% de précipités γ' en fraction volumique. Cependant, Chateau n'a pas mesuré d'accélération de la cinétique de coalescence des précipités γ' de l'Udimet 720 forgé à 850°C entre des vieillissements statiques et des vieillissements sous contrainte de fluage [Chateau 1999].

Nous considérons donc que la contrainte appliquée en fluage n'accélère pas le vieillissement de l'Udimet 720 CIC par rapport aux analyses effectuées sur les ébauches vieillies sans charge à 650°C, 700°C et 750°C.

2.4 Augmentation de la contrainte vraie au cours de l'essai

Les essais de fluage sont réalisés à force appliquée constante, mais pas à contrainte constante. La déformation répartie dans l'éprouvette entraîne une réduction de section engendrant une augmentation de la contrainte, et donc une accélération de la vitesse. Le solide étant incompressible, la contrainte vraie est définie par :

$$\sigma_{vraie} = \sigma_0 \exp(\varepsilon_{vraie})$$

σ_0 la contrainte initiale,
ε_{vraie} la déformation vraie ($d\varepsilon_{vraie} = dl/l$, soit $\varepsilon_{vraie} = \ln(1+\varepsilon_{conv})$)
$\varepsilon_{conv} = \Delta l/l_0$: la déformation conventionnelle.

Pour déterminer la contribution en cours d'essai de l'augmentation de la contrainte vraie sur l'augmentation de la vitesse de déformation, on trace sur le graphique de la figure 5.15 les résultats des essais de fluage réalisés à 650°C, 700°C et 750°C sous la forme de la vitesse de déformation vraie en fonction de la contrainte vraie, en suivant la démarche proposée par Maldini [Maldini 1999].
Sont également représentées sur ce graphique les courbes représentant le modèle de Norton ($\dot{\varepsilon}_S = A\sigma^n$), avec les valeurs de n déterminées au chapitre 3, paragraphe 2.2.2.

Dans ce graphique, chaque essai de fluage est représenté intégralement. Après le stade primaire pendant lequel la vitesse décroît et la contrainte vraie commence à augmenter, deux types de comportements différents apparaissent dans cette représentation:

1er comportement : les points expérimentaux sont superposés jusqu'à la rupture à la courbe du modèle de Norton prédisant la vitesse de déformation stationnaire. Dans ce cas, le stade de fluage observé après le stade primaire correspond à un stade stationnaire pendant lequel l'augmentation apparente de la vitesse de déformation est uniquement due à l'augmentation de la contrainte vraie. Ce type de comportement est qualifié de **tertiaire de structure**, au sens où la géométrie de la structure, ici l'éprouvette, pilote la vitesse de déformation jusqu'à la rupture.

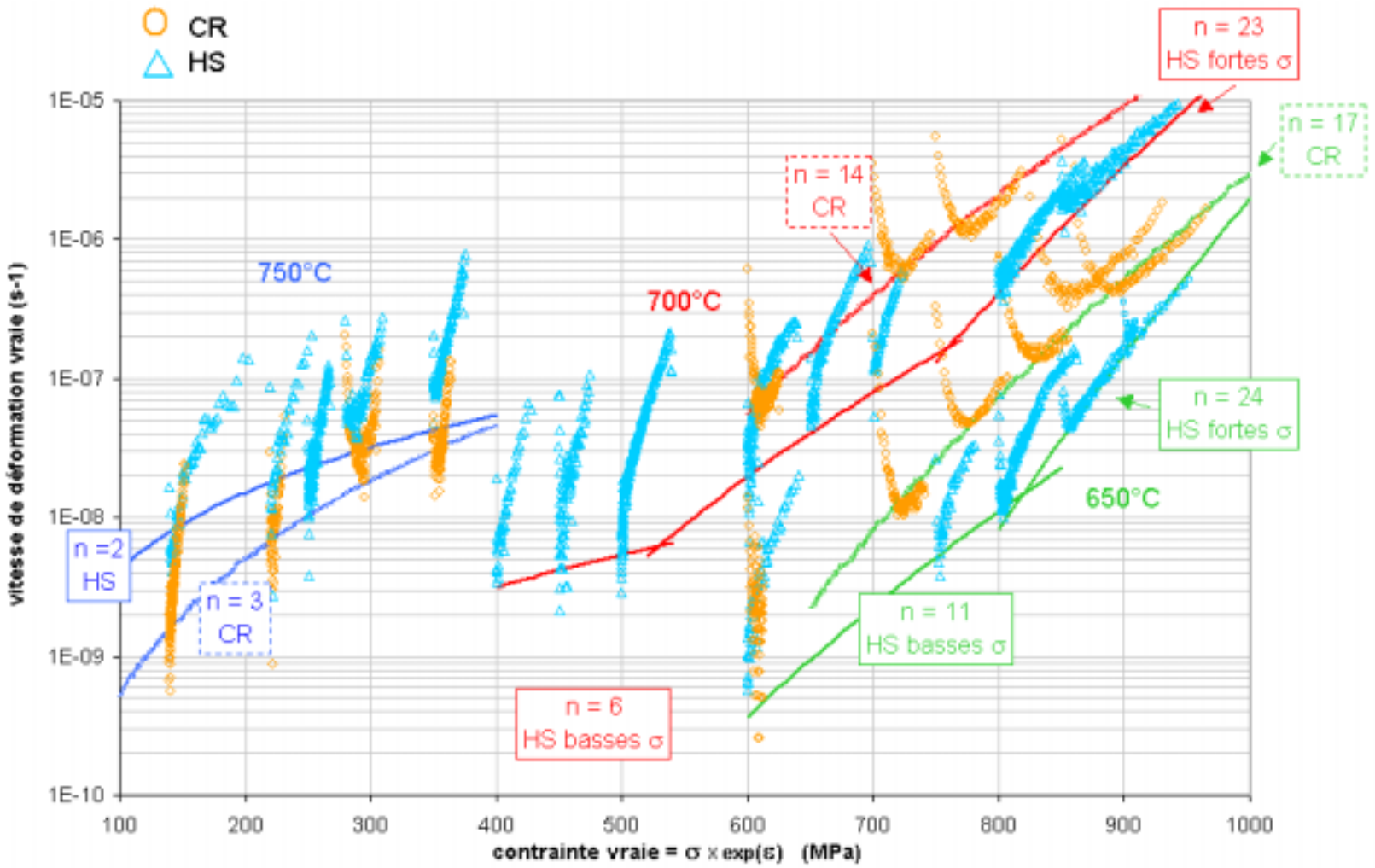


Figure 5.15 : *Représentation des essais de fluage menés à rupture à 650°C, 700°C et 750°C – La vitesse de déformation vraie est tracée en fonction de la contrainte vraie*

2ème comportement : les points expérimentaux rejoignent le modèle de Norton uniquement au point correspondant au minimum de la vitesse de déformation, puis la vitesse de déformation augmente plus vite que ne le prédit le modèle. Dans ce cas, l'augmentation de la contrainte vraie ne suffit donc pas à décrire l'augmentation de la vitesse de déformation ; le matériau s'adoucit par un mécanisme supplémentaire.

D'après l'analyse en contrainte vraie proposée par Maldini, on peut associer chaque domaine d'essai de fluage à un comportement de fluage :

Les essais de fluage réalisés à **650°C et 700°C sur l'Udimet 720 CR et sur l'Udimet 720 HS aux fortes contraintes** (entre 850 MPa et 900 MPa à 650°C et entre 800 MPa et 850 MPa à 700°C) correspondent à un comportement de **fluage tertiaire de structure**. Sur les courbes de fluage donnant la déformation en fonction du temps, présentées au paragraphe 2.1 du chapitre 3, ces essais présentaient un comportement classique de fluage. **Le stade tertiaire apparent peut désormais être associé à un fluage tertiaire de structure.**
Pour l'Udimet 720 CR, les essais de fluage réalisés sous 600 MPa à 650°C et 700°C semblent s'écarter du comportement de type fluage tertiaire de structure. Comme nous n'avons pas mené d'essais à plus faible contrainte à ces températures, nous pouvons uniquement supposer que le comportement de fluage de l'Udimet 720 CR amorce une transition pour des contraintes inférieures à 650 MPa.

Les essais réalisés **à 650°C et 700°C aux contraintes intermédiaires sur l'Udimet 720 HS** (entre 600 MPa et 800 MPa à 650°C et entre 600 MPa et 700 MPa à 700°C) correspondent à un comportement de **fluage tertiaire précoce**, déjà observé sur les courbes de fluage donnant la déformation en fonction du temps, présentées au paragraphe 2.1 du chapitre 3. L'augmentation de la contrainte vraie ne suffit pas à décrire l'augmentation de la vitesse de déformation après le stade primaire. L'Udimet 720 HS s'adoucit donc par un mécanisme supplémentaire, qui n'est, d'après les analyses menées aux paragraphes précédents, ni de l'endommagement par cavitation, ni de la coalescence des précipités.

À 750°C, et à 700°C aux basses contraintes (entre 400 MPa et 500 MPa), aucune courbe ne suit la loi de Norton après le stade primaire, les essais correspondent à un comportement de **fluage tertiaire précoce**. D'après les analyses menées aux paragraphes précédents, l'adoucissement ne peut pas être expliqué par de l'endommagement par cavitation.
La coalescence des précipités peut être invoquée comme origine possible de l'adoucissement pour l'Udimet 720 HS, mais pas pour l'Udimet 720 CR.

Par souci de clarté, la figure 5.16 présente uniquement des essais de fluage à 650°C. On peut remarquer que, si l'on prolonge vers les faibles contraintes les courbes représentant le modèle de Norton tracées pour les fortes contraintes (respectivement pour n=24 et n=23), la vitesse minimale déterminée expérimentalement est plus grande que la vitesse minimale prévue par le modèle de Norton. Ce comportement met en exergue le danger d'extrapoler des modèles de fluage bâtis sur des essais courts à des essais de longue durée. La compréhension des mécanismes de fluage sur une large gamme de contrainte est donc nécessaire.

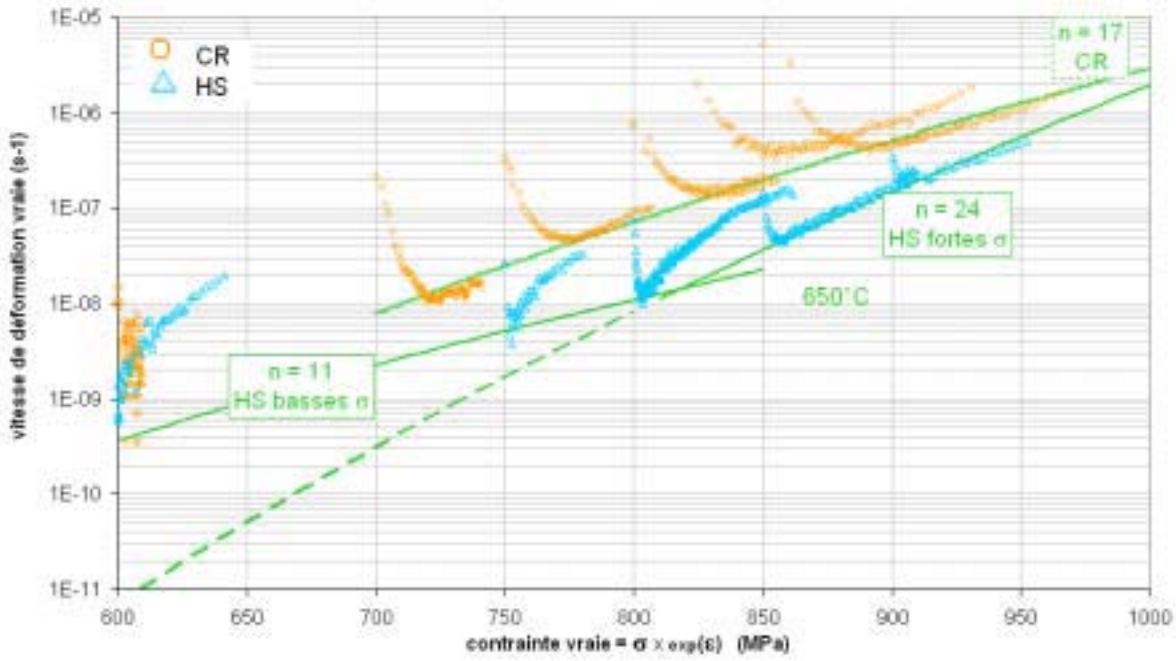


Figure 5.16 : *Représentation des essais de fluage menés à rupture à 650°C - La vitesse de déformation vraie est tracée en fonction de la contrainte vraie*

À 650°C et 700°C, le stade tertiaire de l'Udimet 720 CR et de l'Udimet 720 HS à fortes contraintes est un stade tertiaire de structure, uniquement piloté par la contrainte vraie.

D'après les hypothèses étudiées dans les trois paragraphes précédents, l'origine du fluage tertiaire précoce observé aux contraintes intermédiaires sur l'Udimet 720 HS à 650°C et 700°C ne peut être expliquée ni par de l'endommagement précoce par cavitation, ni par un mûrissement des précipités γ', ni par l'augmentation de la contrainte vraie en cours d'essai.

À 750°C, et à 700°C aux basses contraintes, ni la contribution de l'augmentation de la contrainte vraie, ni l'endommagement précoce par cavitation ne permettent d'expliquer le stade tertiaire précoce. De plus, le vieillissement de la microstructure de l'Udimet 720 HS à 750°C ne semble pas être un facteur d'adoucissement suffisant pour expliquer le stade tertiaire précoce.

3 Modes de déformation et comportement

Pour poursuivre l'analyse des origines du comportement de fluage tertiaire précoce de l'Udimet 720, nous examinons maintenant les mécanismes de déformation par les dislocations et leurs liens avec le comportement observé, en dissociant les résultats des essais effectués aux contraintes intermédiaires et fortes (à 650°C et 700°C) de ceux effectués aux contraintes faibles (à 750°C et à 700°C).

3.1 Mécanismes de déformation dans le domaine des contraintes intermédiaires et fortes

Aux contraintes intermédiaires, l'Udimet 720 HS possède un comportement de fluage tertiaire précoce, alors que l'Udimet 720 CR possède un comportement de fluage tertiaire de structure. Des observations ont été réalisées au MET pour examiner si la différence de comportement était associée à un changement de mécanisme de déformation.

La comparaison entre la structure de dislocations de l'Udimet 720 HS et CR après 1% de déformation en fluage à 650°C sous 750 MPa a été effectuée au chapitre 4, paragraphe 1.2. A cette contrainte, il apparaît que dans l'Udimet 720 HS, les précipités γ' sont cisaillés par des dislocations partielles laissant des fautes d'empilement, alors que dans l'Udimet 720 CR, les précipités γ' sont contournés par un mécanisme d'Orowan.

Si l'on associe l'analyse de la contribution de la contrainte vraie, exposée sur les figures 5.15 et 5.16 aux observations MET, on peut relier :

- le fluage tertiaire de structure de l'Udimet 720 CR à un mécanisme de franchissement par contournement.
- le fluage tertiaire précoce de l'Udimet 720 HS aux contraintes intermédiaires à un mécanisme de cisaillement.

La différence de mode de franchissement peut s'expliquer par la différence de largeur des couloirs de matrice γ. La figure 5.17 représente schématiquement la contrainte d'écoulement en fonction du rayon des précipités γ', dont la fraction volumique est constante. Ainsi, dans l'Udimet 720 HS, la présence de très fins précipités γ' tertiaires favorise le mode de franchissement par cisaillement, alors que dans l'Udimet 720 CR, les précipités γ' tertiaires plus gros peuvent être contournés par des boucles de dislocations.

Aux fortes contraintes, le comportement de fluage de l'Udimet 720 HS est associé à du fluage de structure, similaire au comportement de l'Udimet 720 CR. Pour déterminer si le changement de comportement de l'Udimet 720 HS à fortes contraintes est lié à un changement de mécanisme de dislocations, des observations ont été réalisées sur des lames minces prélevées dans le fût d'une éprouvette déformée de 1,6 % en traction à 650°C à une vitesse de 5.10^{-4} s^{-1}. Cet essai, rapide à mettre en œuvre, permet d'investiguer les modes de déformation à hautes vitesses en s'affranchissant des effets de la mise en charge d'un essai de fluage, effets d'autant plus difficiles à maîtriser que la charge à appliquer est importante.

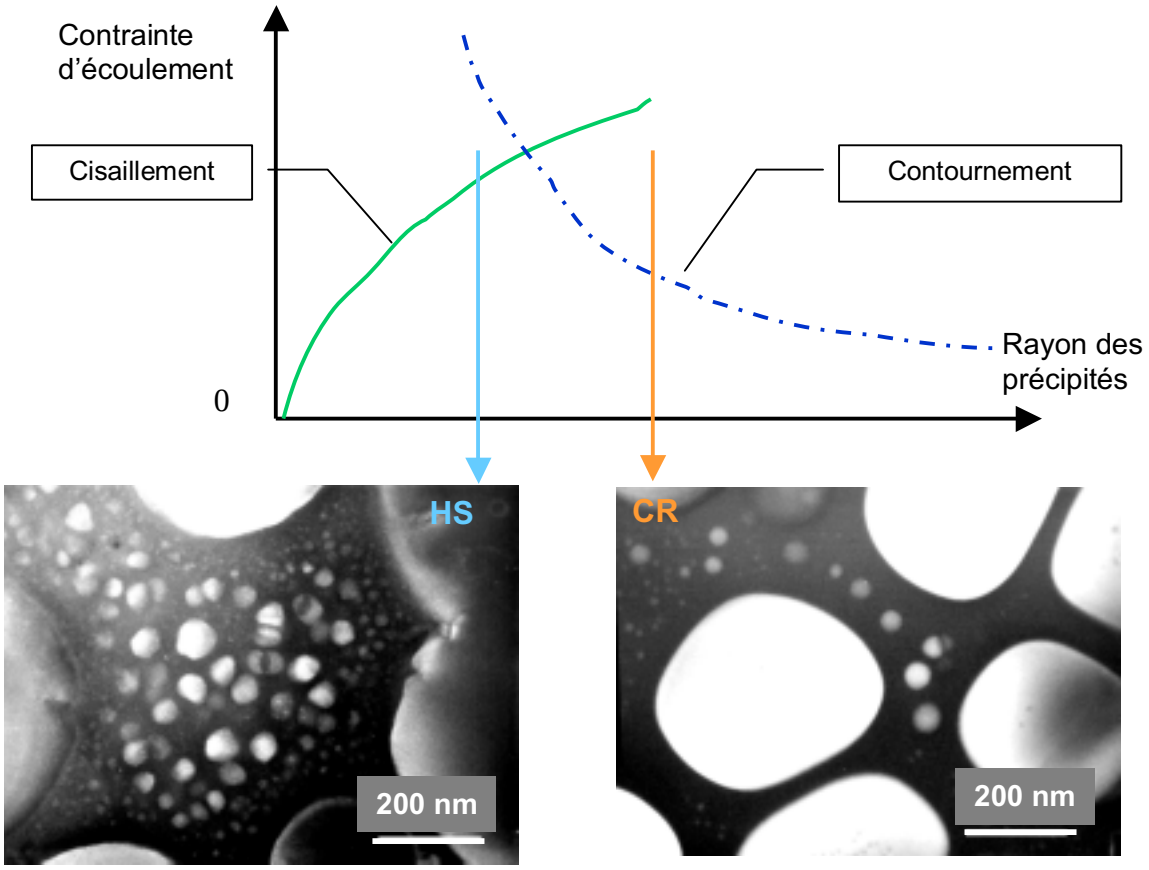


Figure 5.17 : *Schéma de principe montrant la transition entre les mécanismes de cisaillement et de contournement en fonction du rayon des précipités γ'*

La structure de dislocations observée dans l'Udimet 720 HS déformé de 1,6 % en traction est présentée sur la figure 5.18 :

- les dislocations forment des boucles autour des précipités γ' secondaires et tertiaires.
- des défauts d'empilement sont également présents. L'image des fautes (champ faible) et l'image des précipités (champ sombre) d'une même zone d'observation sont superposées sur la figure 5.19. Il apparaît que les défauts d'empilement occupent seulement les couloirs de matrice et ne cisaillent pas les précipités γ'. La présence des défauts plans peut s'expliquer par la dissociation d'une dislocation parfaite de la matrice 1/2 <110> en deux partielles 1/6 <112>, comme observée dans l'Udimet 720 HS déformé en fluage à 650°C sous 750 MPa (cf. chapitre 4, paragraphe 1.2.1).

À 650°C, l'arrangement des dislocations dans l'Udimet 720 HS est donc différent entre les hautes vitesses et les basses vitesses :

- à $\dot{\varepsilon} = 5.10^{-4}\ s^{-1}$ (en traction), les précipités sont contournés par les dislocations
- à $\dot{\varepsilon} = 4.10^{-9}\ s^{-1}$ (vitesse de déformation minimale de fluage à 750 MPa), les précipités sont cisaillés.

Aux fortes contraintes, à 650°C, le comportement de **fluage tertiaire de structure de l'Udimet 720 HS** peut donc être corrélé, d'après les observations au MET, à un mécanisme de franchissement des précipités γ' par **contournement**.

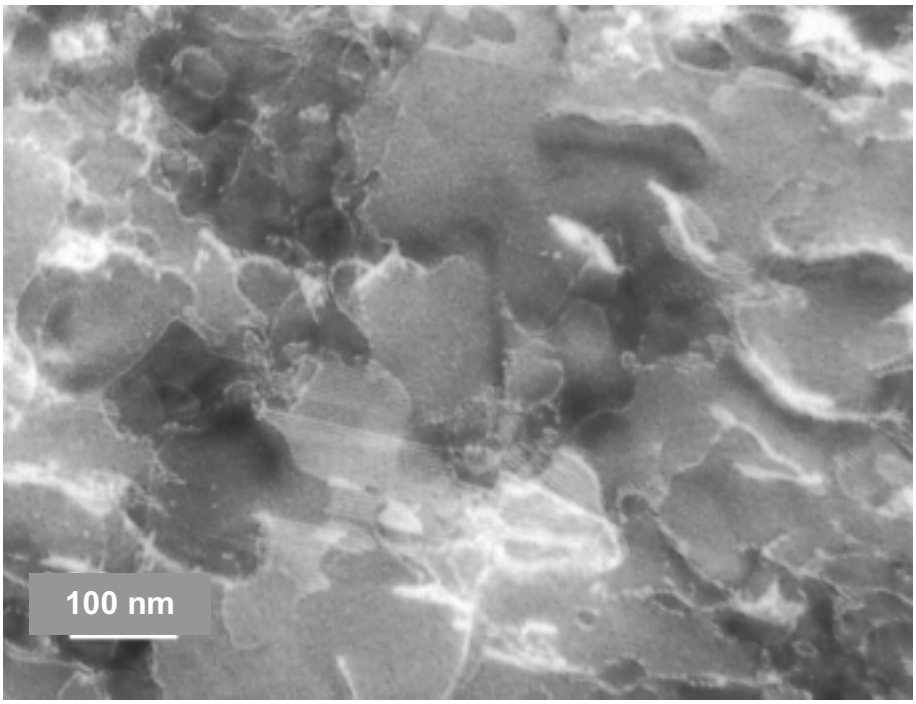


Figure 5.18 : *Structure de dislocations observée dans l'Udimet 720 HS déformé de 1,6 % en traction à 650°C ($\dot{\varepsilon}$ =5.10^{-4} s^{-1}) - champ faible*

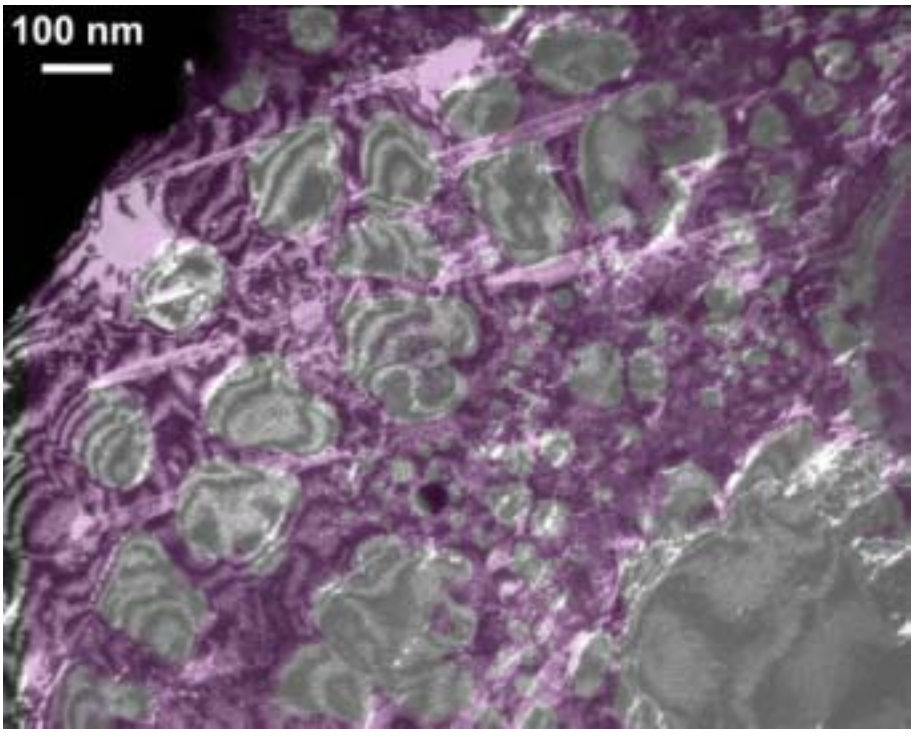


Figure 5.19 : *Superposition d'une image en champ sombre sur les taches de surstructures (en violet) et d'une image de la même zone en champ faible.*

L'hypothèse de l'analogie entre les mécanismes de déformation des essais de traction et des essais de fluage à fortes contraintes est confirmée par la représentation, sur les figures 5.20 (Udimet 720 HS) et 5.21 (Udimet 720 CR), des résultats de fluage et de traction sur un même diagramme de type Norton. Les essais effectués à 650°C, 700°C et 750°C sont portés sur le même graphique. Pour s'affranchir de l'effet de la température, la vitesse de déformation est normée par rapport au coefficient d'auto-diffusion du nickel et la contrainte est normée par rapport au module d'Young. Les valeurs utilisées pour normer les contraintes et les vitesses de déformation sont reportées dans le tableau 5.3. Pour les essais de traction, la contrainte prise en compte est la contrainte maximale, la courbe conventionnelle décrivant un plateau dans le domaine plastique.

T (°C)	E (GPa)	D (m²/s)	HS		CR	
			σ_y (Mpa) ($\dot{\varepsilon}=5.10^{-4}s^{-1}$)	σ_y/E	σ_y (Mpa) ($\dot{\varepsilon}=5.10^{-4}s^{-1}$)	σ_y/E
650	176	$1,58\ 10^{-20}$	925	$5,2\ 10^{-3}$	740	$4,2\ 10^{-3}$
700	171	$1,06\ 10^{-19}$	915	$5,3\ 10^{-3}$	755	$4,4\ 10^{-3}$
750	165	$5,89\ 10^{-19}$	870	$5,2\ 10^{-3}$	725	$4,3\ 10^{-3}$

Tableau 5.3 : *Valeurs utilisées pour normer les essais de fluage et de traction par rapport à la température*

Les valeurs du module d'Young correspondent au module dynamique donné par SMC [Sczerernie 1988].
Le coefficient de diffusion pris comme référence est le coefficient d'auto-diffusion du nickel, tel que $D = D_0 \exp(-Q/RT)$, avec $D_0 = 1,9.10^{-4}$ m/s et Q = 284 kJ/mol [Frost 1982].
La limite d'élasticité est déterminée à partir des essais de traction réalisés à une vitesse imposée de $5.10^{-4}s^{-1}$.

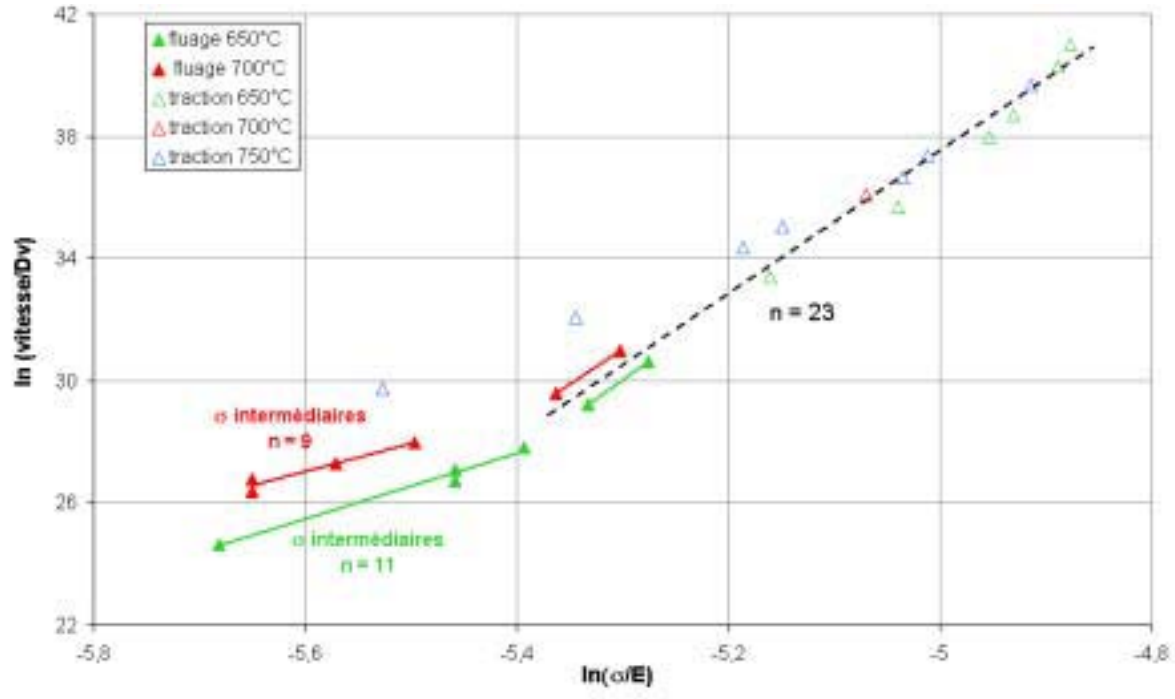


Figure 5.20 : *Diagramme de Norton de **l'Udimet 720 HS** dans le domaine des contraintes fortes et intermédiaires établi à partir des essais de fluage et de traction*

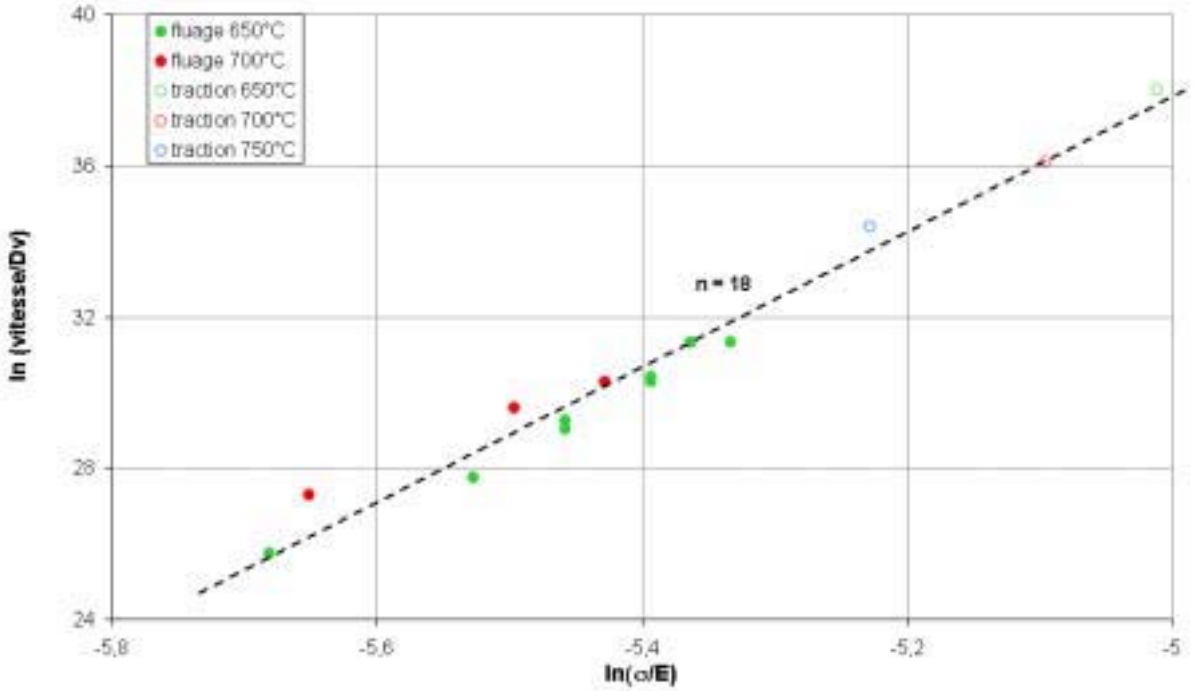


Figure 5.21 : *Diagramme de Norton de **l'Udimet 720 CR** dans le domaine des contraintes fortes et intermédiaires établi à partir des essais de fluage et de traction*

Selon les diagrammes de Norton normés, les points des essais de traction à 650°C, 700°C et 750°C et des essais de fluage à forte contrainte à 650°C et 700°C sont regroupés sur une seule droite. En déterminant la constante de Norton à partir de tous ces résultats, on trouve :

- n = 18 pour l'Udimet 720 CR,
- n = 23 pour l'Udimet 720 HS à fortes contraintes.

Les valeurs du coefficient de Norton déterminées ici sont légèrement différentes des valeurs déterminées au paragraphe 2.2.2 du chapitre 3, car les points de traction sont également pris en compte.

Aux contraintes intermédiaires, les points des essais de fluage à 650°C et 700°C se regroupent selon une même tendance linéaire. La constante de Norton est comprise entre 9 et 10 pour l'Udimet 720 HS dans ce domaine de contraintes.

D'après le diagramme de Norton normé, le comportement de l'Udimet 720 HS à 650°C aux fortes contraintes et aux contraintes intermédiaires est similaire au comportement de l'Udimet 720 HS à 700°C. On peut donc conclure, d'après les analyses effectuées en fonction de la contrainte vraie (paragraphe 2.4) et d'après les observations réalisées au MET à 650°C que :

- *aux fortes contraintes, le comportement de fluage tertiaire de structure de l'Udimet 720 HS et l'Udimet 720 CR à 650°C et 700°C est associé à un mécanisme de franchissement des précipités γ' par contournement.*
- *aux contraintes intermédiaires, le comportement de fluage tertiaire précoce de l'Udimet 720 HS à 650°C et 700°C est associé à un mécanisme de franchissement des précipités γ' par cisaillement.*

3.2 Mécanismes de déformation dans le domaine des contraintes faibles

Dans le domaine des contraintes faibles, l'Udimet 720 HS et l'Udimet 720 CR possèdent un comportement de fluage tertiaire précoce. Les observations au MET de lames minces prélevées dans des éprouvettes déformées de 1% en fluage à 750°C d'Udimet 720 HS et CR sous 140 MPa présentées au paragraphe 1.3 du chapitre 4 montrent des différences par rapport aux paysages de dislocations observés à 650°C :

- la densité de dislocations est beaucoup moins forte qu'à 650°C, dans l'Udimet 720 HS et CR.
- dans l'Udimet 720 HS, les précipités sont cisaillés par des paires de dislocations 1/2<110>. Le mode de franchissement par cisaillement dans l'Udimet 720 HS à 750°C est donc différent de celui observé à 650°C dans l'Udimet 720 HS
- dans l'Udimet 720 CR, les précipités sont franchis par cisaillement ou par contournement.

La figure 5.22 représente le diagramme de Norton normé par rapport à la température des essais de fluage réalisés à basse contrainte à 700°C et 750°C. La faible valeur du coefficient de Norton à 750°C pour les deux microstructures (n=3 pour l'Udimet 720 CR et n=2 pour l'Udimet 720 HS) semble indiquer que la déformation de fluage est gouvernée par un mécanisme intergranulaire. Cette hypothèse est compatible avec la faible densité de dislocations observée à cette température.

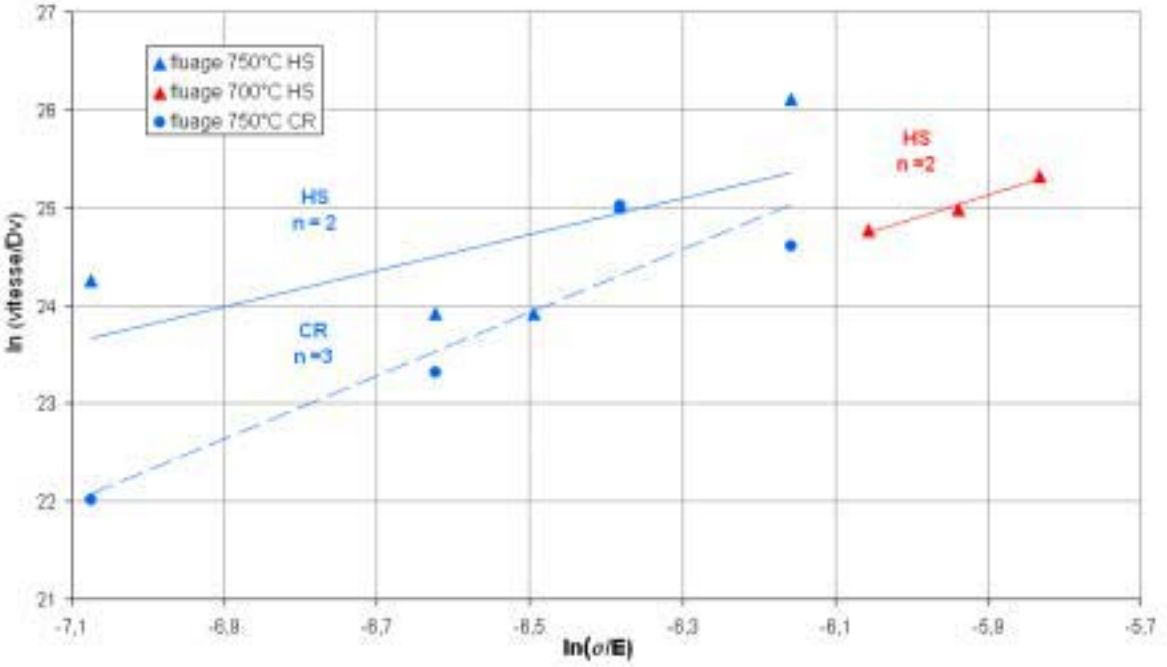


Figure 5.22 : *Diagramme de Norton de **l'Udimet 720 HS et CR** dans le domaine des contraintes faibles établi à partir des essais de fluage*

Pour observer l'effet du glissement intergranulaire dans ce domaine de contraintes, des essais ont été réalisés sous vide sur des éprouvettes plates d'Udimet 720 CR sur lesquelles ont été gravées des microgrilles de pas 5 µm et d'épaisseur 600 nm[6]. Toutefois, la finesse de la taille de grain et les faibles taux de déformation testés induisent des déformations faibles à l'échelle des grains austénitiques par rapport à la largeur des mailles des microgrilles. Ces essais n'ont pas permis de mettre en évidence le glissement intergranulaire.

Aux faibles vitesses de déformation à 700°C et 750°C, la déformation de fluage semble gouvernée par des mécanismes intergranulaires, qui n'ont pas été mis en évidence expérimentalement.

3.3 Essais de relaxation à 650°C, 700°C, et 750°C

L'essai de relaxation, dont les conditions expérimentales sont données au paragraphe 2.1.3 du chapitre 3, permet de mettre en évidence rapidement les mécanismes de déformation qui opèrent sur une grande gamme de vitesses de déformation à une température donnée. Ces essais sont donc intéressants, d'une part pour compléter l'analyse des domaines de mécanismes observés en fluage et d'autre part pour atteindre rapidement des faibles vitesses de déformation et étoffer les résultats de fluage à faible contrainte. Néanmoins, ils sont assez difficiles à mettre en œuvre, car ils demandent une grande stabilité thermique du four et un pilotage précis de l'essai pendant une centaine d'heures.

[6] Ces essais dédiés, à l'étude du glissement intergranulaire à 750°C, ont été réalisés au cours du stage de DEA de S. Terzi [Terzi 2003].

La figure 5.23 regroupe les résultats de traction, de fluage et de relaxation de l'Udimet 720 **CR** sur un même diagramme de Norton.

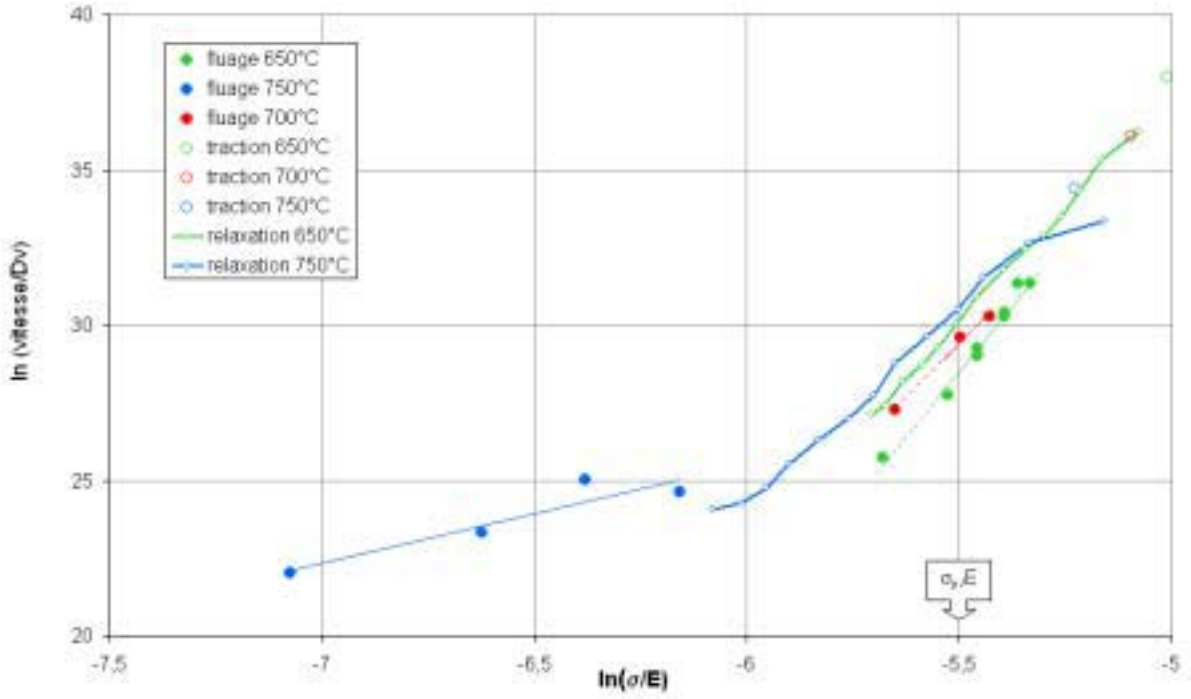


Figure 5.23 *: Diagramme de Norton de **l'Udimet 720 CR** à 650°C, 700°C et 750°C établi à partir des essais de fluage, de traction et de relaxation*

Les points à haute vitesse de l'essai de relaxation à **650°C** coïncident avec les résultats de traction à 650°C, 700°C et 750°C et de fluage à 650°C et 700°C. L'essai de relaxation n'est pas exploitable[7] pour des vitesses inférieures à 10^{-8} s^{-1}, donc il ne permet pas d'observer s'il se produit à basse vitesse un changement de pente de la vitesse avec la contrainte.

Les points à haute vitesse de la courbe de relaxation à **750°C** coïncident avec les points des essais de fluage réalisés à 650°C et 700°C, des essais de traction réalisés à 650°C, 700°C et 750°C et de l'essai de relaxation réalisé à 650°C. Puis, à plus basse vitesse (inférieures 2.10^{-8} s^{-1}), la courbe de relaxation à 750°C semble amorcer un changement de pente au niveau des résultats de fluage à 750°C, marquant une transition autour de 410 MPa. Ce résultat permet de faire l'hypothèse qu'il existe une transition entre les mécanismes de déformation pour l'Udimet 720 CR à 750°C, qui n'apparaissait pas avec les essais de fluage.

La figure 5.24 regroupe les résultats de traction, de fluage et de relaxation de l'Udimet 720 **HS** sur un même diagramme de Norton normé par rapport à la température.

[7] Des problèmes de stabilité thermique et de parasitage électrique n'ont pas permis de dépouiller les essais de relaxation sur toute leur durée.

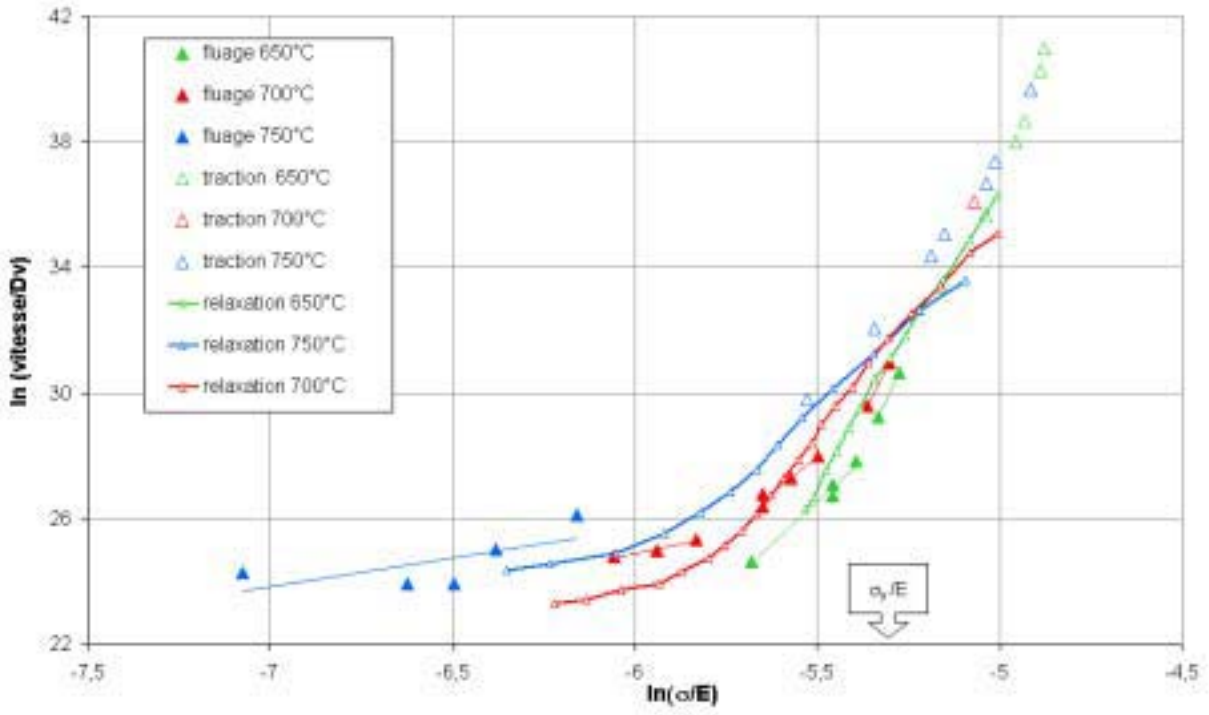


Figure 5.24 *: Diagramme de Norton de **l'Udimet 720 HS** à 650°C, 700°C et 750°C établi à partir des essais de fluage, de traction et de relaxation*

Les points à haute vitesse des essais de relaxation **à 650°C, 700°C et 750°C** coïncident avec la tendance décrite par les résultats de traction à 650°C, 700°C et 750°C et de fluage à forte contrainte à 650°C et 700°C.

À **650°C**, l'essai de relaxation n'est pas exploitable[7] aux basses vitesses (inférieures à 4.10^{-9} s^{-1}), donc il ne permet pas d'observer s'il se produit à basse vitesse un changement de pente de la vitesse avec la contrainte.

À basse vitesse à **700°C et 750°C**, les points de relaxation décrivent un changement de pente. La pente de la vitesse avec la contrainte des points de relaxation à basse vitesse est similaire à celle décrite par les points de fluage à 750°C et à basse contrainte à 700°C. La transition entre les deux domaines de relaxation se produit autour de 500 MPa à 700°C et autour de 400 MPa à 750°C. Ce résultat met en évidence un changement de mécanisme de déformation entre les hautes vitesses et les basses vitesses.

En conclusion, les essais de relaxation ont permis :

- *de retrouver les vitesses de déformation stationnaire ou minimale déterminées lors des essais de fluage et de traction.*

- *de conforter l'hypothèse que des domaines de mécanismes de déformations sont communs à 650°C, 700°C et 750°C, et dépendent de la gamme de contraintes :*
  - *aux fortes contraintes, le coefficient de Norton est de l'ordre de 20 pour l'Udimet 720 CR et l'Udimet 720 HS. Le mécanisme de déformation associé à ce domaine de fluage a été identifié au MET comme étant du contournement d'Orowan. De plus, grâce à l'analyse de la contribution de la contrainte vraie, le comportement de*

fluage après le stade stationnaire a pu être identifié comme du fluage tertiaire de structure.

- *aux faibles contraintes, le coefficient de Norton est de 2 pour l'Udimet 720 HS et de 3 pour l'Udimet 720 CR. Le mécanisme associé à ce domaine de fluage est supposé de type intergranulaire, compte tenu du peu de dislocations observées au MET. Le comportement de fluage est de type tertiaire précoce.*

Cependant, les essais de relaxation n'ont pas permis :

- *de mettre en évidence le changement de mécanisme identifié en fluage sur l'Udimet 720 HS aux contraintes intermédiaires, alors que les observations au MET ont montré que les précipités γ' étaient contournés à fortes contraintes et cisaillés aux contraintes intermédiaires.*
- *d'atteindre des vitesses de déformation plus faibles que celles obtenues en fluage à faible contrainte.*

3.4 Écart au modèle classique de contournement des précipités

La transition entre le mécanisme de contournement et le mécanisme de cisaillement est généralement reliée à un changement de microstructure. Un tel changement peut être dû soit à un vieillissement entraînant une augmentation de la taille des précipités, soit à l'effet d'une trempe plus ou moins rapide après le palier de remise en solution, entraînant une variation de la taille des précipités γ'. Cependant, le cas de l'Udimet 720 HS ne correspond pas à la description classique de transition entre contournement et cisaillement en fonction de la taille des précipités γ', car la transition est observée pour une même microstructure, mais pour des contraintes appliquées différentes.

Si le cisaillement des précipités n'est observé qu'à basse vitesse de déformation, ce mode de déformation pourrait être lié à un mécanisme thermiquement activé. D'après les analyses réalisées par Décamps, exposées au paragraphe 2.4.1.2 de la bibliographie, les mécanismes de cisaillement des précipités γ' sont complexes et peuvent nécessiter la nucléation d'une partielle de Shockley, mécanisme thermiquement activé.

L'hypothèse du cisaillement thermiquement activé pour l'Udimet 720 HS semble confirmée par les essais de traction réalisés à différentes vitesses à **750°C**, présentés précédemment sur la figure 5.9. On peut en effet estimer que l'évolution de la limite d'élasticité reflète l'évolution de la contrainte de franchissement des précipités γ', car la limite d'élasticité peut se décomposer en trois termes liés aux différentes contributions de durcissement :

$$\sigma_y = \sigma_{ss} + \sigma_{H\text{-}P} + \sigma_f$$

σ_{ss} le durcissement dû à la solution solide,
$\sigma_{H\text{-}P}$ le durcissement dû à la taille de grain (loi de Hall et Petch),
σ_f la contrainte de franchissement des précipités γ'.
Avec σ_{ss} et $\sigma_{H\text{-}P}$ considérés constants à température et microstructure constante.

À haute vitesse, de 5.10^{-4} s^{-1} à 10^{-1} s^{-1}, la limite d'élasticité est constante quelle que soit la vitesse imposée, donc le mécanisme de déformation n'est pas thermiquement activé. Ceci est cohérent avec les boucles de dislocations observées en traction autour des précipités γ', car le

contournement des précipités par un mécanisme d'Orowan n'est pas thermiquement activé [Hisch 1970].

À basse vitesse, à 5.10^{-5} s^{-1} et à 5.10^{-6} s^{-1}, la limite d'élasticité diminue lorsque la vitesse de déformation diminue. Ceci indique que le mécanisme de déformation est thermiquement activé à basse vitesse. Sur le diagramme de Norton de la figure 5.24, les essais de traction à 750°C à basse vitesse s'écartent d'ailleurs de la pente définie par les essais de fluage et de traction à haute vitesse. L'analyse des essais de traction à basse vitesse permet de faire l'hypothèse que le franchissement des précipités γ' par cisaillement est thermiquement activé.

On peut remarquer qu'à 650°C, pour la même gamme de vitesse qu'à 750°C, la limite d'élasticité ne change pas. Ceci peut s'expliquer par le fait qu'à plus basse température, la transition entre le contournement et le cisaillement est décalée vers les basses vitesses.

En conclusion, le schéma présenté précédemment sur la figure 5.17 peut être modifié en tenant compte des hypothèses déduites des essais de traction à différentes vitesses à 750°C :

- la limite d'écoulement en contournement est un mécanisme athermique.
- la limite d'écoulement en cisaillement augmente lorsque la vitesse de déformation augmente, car le mécanisme de cisaillement est thermiquement activé.

Ainsi, comme l'illustre le schéma de la figure 5.25, **si le cisaillement est favorable à basse vitesse de déformation, il devient défavorable à haute vitesse, au profit du contournement.**

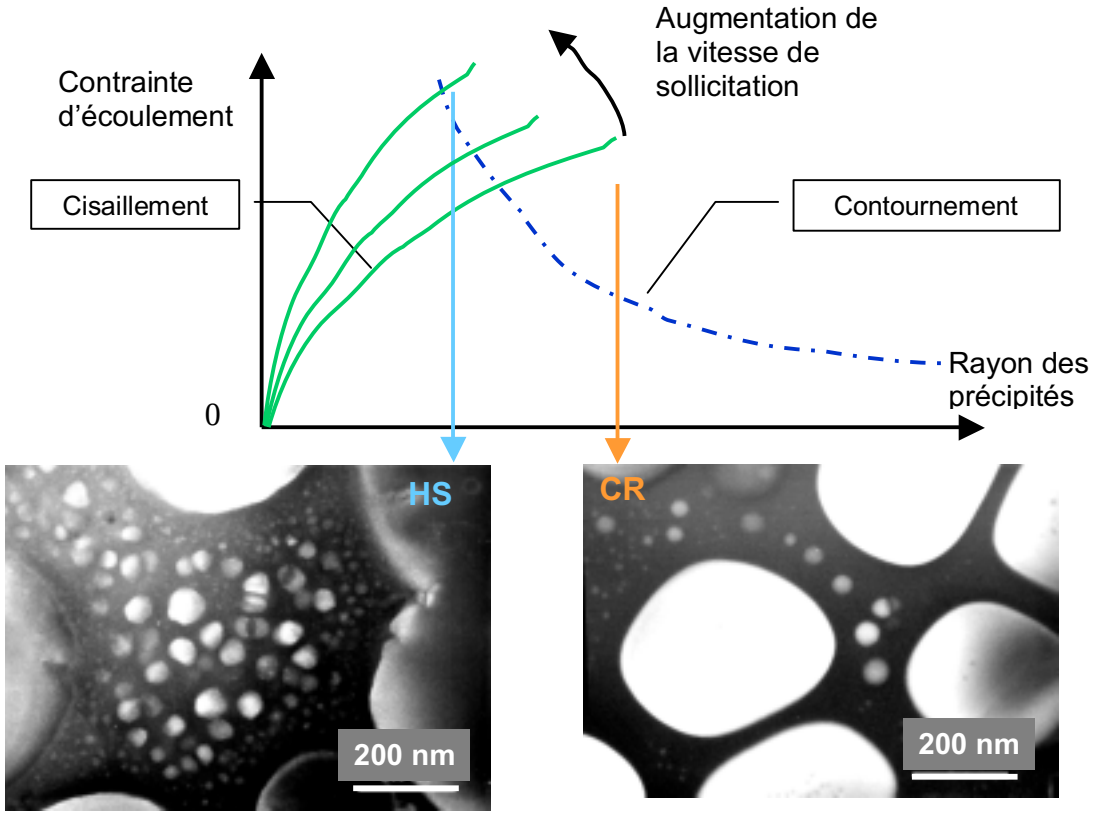


Figure 5.25 : *Schéma de principe montrant l'influence de la vitesse de sollicitation sur la transition entre les mécanismes de cisaillement et de contournement en fonction de la largeur des couloirs de matrice γ entre les précipités γ'*

La limite d'élasticité normée ($\frac{\sigma_y}{E}$, avec σ_y déterminée aux hautes vitesses) est portée sur les graphiques des figures 5.23 et 5.24, en utilisant les valeurs portées sur le tableau 5.3.

- Pour l'Udimet 720 HS, $\frac{\sigma_y}{E}$ se trouve au niveau de la transition observée à 650°C et 700°C entre le domaine de fluage tertiaire de structure à forte contrainte et le domaine de fluage tertiaire précoce aux contraintes intermédiaires.

- Pour l'Udimet 720 CR, $\frac{\sigma_y}{E}$ se trouve au niveau de la limite à faible contrainte du fluage tertiaire de structure. Seulement deux essais de fluage ont été réalisés à des contraintes inférieures à la limite d'élasticité. D'après l'analyse en contrainte vraie réalisée au paragraphe 2.4, ces deux essais semblent s'écarter du domaine de fluage tertiaire de structure. Mais nous n'avons pas suffisamment d'essais de fluage sur l'Udimet 720 CR aux contraintes intermédiaires pour proposer l'hypothèse que le comportement de fluage de l'Udimet 720 CR change lorsque la contrainte appliquée est inférieure à la limite d'élasticité, comme le suggère le comportement de l'Udimet 720 HS dans la même gamme de contraintes.

La transition observée en fluage dans le domaine des contraintes fortes et intermédiaires permet *a posteriori* de comprendre le saut de constante de Monkman-Grant observé sur le diagramme de Monkman-Grant présenté sur la figure 5.10. La faible valeur de la constante observée aux basses vitesses pour l'Udimet 720 HS peut être corrélée au changement de mécanisme de dislocations. Comme on a pu établir au paragraphe 2.2 que le stade tertiaire précoce de l'Udimet 720 HS n'était sans doute pas lié à un endommagement par cavitation, la constante de Monkman-Grant ne reflète pas la capacité de l'Udimet 720 à se déformer sans endommagement par cavitation.

3.5 Origines possibles de l'adoucissement observé en fluage 650°C et 700°C pour des contraintes intermédiaires

Après avoir déterminé que la transition observée dans le comportement de fluage de l'Udimet 720 HS était liée à un mécanisme de franchissement des précipités par contournement aux fortes contraintes ($\sigma>\sigma_y$) et à un mécanisme de franchissement des précipités par cisaillement aux contraintes intermédiaires, il s'agit maintenant de comprendre pourquoi le cisaillement est associé à un adoucissement de l'Udimet 720 HS.

3.5.1 Adoucissement par localisation de la déformation

Le cisaillement des précipités entraîne à chaque passage d'une dislocation la création d'une marche de cisaillement. Comme la surface du précipité devient plus petite dans le plan de cisaillement, l'énergie nécessaire pour cisailler une nouvelle fois le précipité sur le même plan diminue. Il en résulte un adoucissement selon ce plan pouvant conduire à une localisation de la déformation. Cependant cette hypothèse paraît peu probable pour expliquer l'adoucissement de l'Udimet 720 HS, pour deux raisons :

- nous avons observé des boucles de dislocations résiduelles autour des précipités cisaillés, qui pourraient au contraire bloquer le passage d'une seconde dislocation et entraîner un durcissement.

- lorsque l'on compare une lame mince prélevée dans une éprouvette après 3 % de déformation à une lame mince prélevée dans une éprouvette après 1% de déformation en fluage à 650°C sous 750 MPa, nous observons une plus grande densité de défauts d'empilement répartis de façon homogène dans l'état le plus déformé ; la déformation ne s'est donc pas localisée le long des premières bandes de cisaillement.

Une autre hypothèse d'adoucissement par le cisaillement des précipités est souvent évoquée : au cours de la déformation de fluage, le passage répété des dislocations finit par créer des défauts d'empilement tellement énergétiques que le gain en énergie de volume γ_v n'est plus suffisant par rapport à l'énergie de surface et que les précipités se dissolvent. Ce phénomène a été notamment observé dans un alliage d'aluminium sollicité en fatigue [Bréchet 1987]. Des équations simples permettent de comprendre ce phénomène :

Il est possible de décrire le bilan énergétique de la stabilité d'un précipité cisaillé à partir de la formule classique de création d'un précipité. La création d'un précipité de rayon R demande une enthalpie libre $\Delta G(R)$ donnée par :

$$\Delta G(R) = -\frac{4}{3}\pi R^3 \gamma_v + 4\pi R^2 \gamma_s$$

Lorsque le précipité est cisaillé, cette formule devient :

$$\Delta G(R) = -\frac{4}{3}\pi R^3 \tilde{\gamma}_v + 4\pi R^2 \tilde{\gamma}_s$$

$$\tilde{\gamma}_s = \gamma_s\left(1-\frac{\pi}{8}\varepsilon\right)$$

$$\tilde{\gamma}_v = \gamma_v\left(1-\frac{3\gamma_a}{8b\gamma_v}\varepsilon\right)$$

γ_v l'énergie de volume
γ_a l'énergie d'un défaut d'empilement
γ_s l'énergie de la marche à l'interface précipité/matrice.
ε la déformation plastique.

Quand le rayon d'un précipité est inférieur au rayon critique $R_{co} = 2\gamma_s/\gamma_v$, il tend à disparaître ; inversement, quand il est supérieur à R_{co}, la taille du précipité augmente.

Le rayon critique dépend alors de la déformation et s'écrit : $R_c = R_{co}\dfrac{1+\dfrac{\pi\varepsilon}{8}}{1-\dfrac{\varepsilon}{\varepsilon_c}}$

ε_c est la déformation plastique critique à partir de laquelle R_c diverge et les précipités, quels que soient leur taille, se dissolvent.
R_c croît avec la déformation ; ainsi, plus la déformation augmente, plus le rayon critique est élevé et des précipités de plus en plus gros sont dissous.

Cependant, sur les zones déformées observées au MET, les précipités γ' tertiaires ne sont pas dissous. Ce procédé n'opère donc pas dans l'Udimet 720 HS.

Le cisaillement des précipités γ' n'est donc pas le mécanisme directement responsable de l'adoucissement, mais il doit être relié à un processus entraînant un adoucissement.

3.5.2 Lien entre le cisaillement et l'adoucissement

3.5.2.1 Augmentation de la densité de dislocations mobiles

Les analyses menées précédemment pour déterminer l'origine du fluage tertiaire précoce n'ont pas permis de mettre en évidence un mécanisme contribuant à augmenter la vitesse des dislocations. On peut donc penser que l'augmentation de la vitesse de déformation est plus probablement liée à une augmentation de densité de dislocations mobiles au cours de l'essai, comme l'a proposé Dyson [Dyson 1983].

En reprenant l'expression utilisée pour décrire la vitesse de déformation :

$$\dot{\gamma} = \rho_m b d \nu \exp\left(-\frac{\Delta G_0 - (\tau - \tau_\mu)V^*}{kT}\right)$$

explicitée au paragraphe 2.3.1.1 du chapitre 1, on constate que l'on peut donc décrire l'augmentation de la vitesse de fluage soit par une augmentation de la densité de dislocations mobiles, soit par une augmentation de la vitesse moyenne des dislocations à travers une diminution de la contrainte effective (*i.e.* une diminution de la densité de dislocations de la forêt lorsque $\tau_\mu = \alpha\mu b\sqrt{\rho_f}$)

En général, on néglige l'évolution de ρ_m et on considère que l'évolution de la vitesse de déformation lors d'un essai de fluage est pilotée par l'évolution de la densité de dislocations de la forêt ρ_f. Ceci se justifie par le fait que l'évolution de ρ_m est beaucoup plus rapide que ρ_f, sauf lorsque l'on a affaire à des changements rapides de régime de vitesse, comme des sauts de vitesse ou des instabilités en traction de type Portevin-Le Chatelier.

Pour notre alliage, on peut concevoir le mécanisme qui conduit à l'augmentation de la densité de dislocations mobiles de la façon suivante :

Après le stade primaire, les dislocations sont organisées en réseau, formé de segments de longueur Λ. La déformation se produit par la mobilité des segments dont la longueur est supérieure à Λ_c , tel que $\Lambda_c = \mu b/\sigma_{\text{appliquée}}$. Les mécanismes de restauration des dislocations tendent à augmenter la longueur des mailles du réseau, tandis que les dislocations mobiles viennent se bloquer sur le réseau, entraînant une diminution de Λ. Ainsi, au cours du stade stationnaire, ces deux mécanismes se compensent, ce qui conduit à une densité de dislocations mobiles constante.
Cependant, si les dislocations mobiles ne peuvent se déplacer que lentement, comme c'est le cas pour un mécanisme thermiquement activé, on peut penser que la restauration sera plus rapide que le blocage des dislocations mobiles sur le réseau. Ainsi, la maille du réseau s'agrandit, libérant de plus en plus de dislocations de longueur supérieure à Λ_c et la densité de dislocations mobiles peut alors augmenter.

Pour décrire l'évolution de la vitesse de déformation en fonction des densités de dislocations dans le cas du mécanisme de cisaillement thermiquement activé, l'évolution de la densité de dislocations mobiles ne peut plus être négligée. L'évolution de la densité de dislocations mobiles peut être prise en compte à partir des équations décrivant l'évolution des densités de dislocations mobiles et statiques. Les équations couplées utilisées par Kubin et Estrin pour

décrire l'effet Portevin-Le Chatelier, développées à partir de leurs travaux précédents exposés au paragraphe 2.3.3.1 du chapitre 1, sont les suivantes [Kubin 1990] :

$$\frac{1}{\rho_m v b}\frac{d\rho_m}{dt} = \frac{C_1}{b^2} - C_2\rho_m - \frac{C_3}{b}\sqrt{\rho_f}$$
$$\frac{1}{\rho_m v b}\frac{d\rho_f}{dt} = C_2\rho_m + \frac{C_3}{b}\sqrt{\rho_f} - C_4\rho_f$$

Chaque constante C décrit un type d'interaction entre dislocations, générant soit une multiplication, soit une immobilisation, soit une annihilation.
C_1 est un terme de multiplication,
C_2 un terme d'annihilation entre dislocations mobiles,
C_3 représente l'immobilisation des dislocations mobiles sur la forêt,
C_4 représente la restauration dynamique de la forêt avec les dislocations mobiles.

Pour adapter ces équations à la description du comportement de l'Udimet 720, on peut ajouter un terme correspondant au blocage des dislocations sur les précipités, qui sera donc de la forme Cor/b<D>, <D> étant la distance moyenne entre les précipités. De plus, on peut remplacer le terme de restauration dynamique, C_4, par un terme de restauration statique, C_5, qui peut être important en fluage. Les deux équations précédentes deviennent alors :

$$\frac{1}{\rho_m v b}\frac{d\rho_m}{dt} = \frac{C_1}{b^2} - C_2\rho_m - \frac{C_3}{b}\sqrt{\rho_f}$$
$$\frac{1}{\rho_m v b}\frac{d\rho_f}{dt} = C_2\rho_m + \frac{C_3}{b}\sqrt{\rho_f} + C_5\rho_f^{\,2} + \frac{Cor}{b<D>}$$

On se propose de simuler le cas du franchissement par contournement et par cisaillement. On peut considérer que ce qui différencie les mécanismes de cisaillement et de contournement sera principalement la vitesse des dislocations, v :

- dans le cas du contournement, la vitesse est limitée par la friction du réseau de la phase γ,.
- dans le cas du cisaillement, la vitesse est limitée par un phénomène thermiquement activé.

La vitesse des dislocations sera donc plus faible dans le cas du cisaillement que dans le cas du contournement. De plus, dans le cas du contournement, un grand nombre de dislocations est bloqué par les précipités γ', donc le terme de blocage décrit par Cor est considéré plus important dans le cas du cisaillement. Ces équations sont résolues à l'aide du logiciel Mathematica en considérant les valeurs des constantes proposées par Kubin et Estrin [Kubin 1990] et en posant que C_2 dépend de v [Douin 2003]:

$\rho_{mi} = 10^{10}$ m^{-2} et $\rho_{fi} = 10^{11}$ m^{-2} (densités de dislocations initiales)
$C_1/b=10^{15}/3$
$C_2=6{,}06\ 10^{10}$xv
$C_3/b=10^{8}/3{,}3$

Et en considérant :

$C_5=10^{-20}$.
- dans le cas du cisaillement : $v=10^{-10}$ et $Cor/<D> = 10^3$
- dans le cas du contournement : $v=10^{-8}$ et $Cor/<D> = 10^4$

Les évolutions des densités de dislocations en fonction du temps obtenues sont reportées sur la figure 5.26 dans le cas du cisaillement et sur la figure 5.27 dans le cas du contournement.

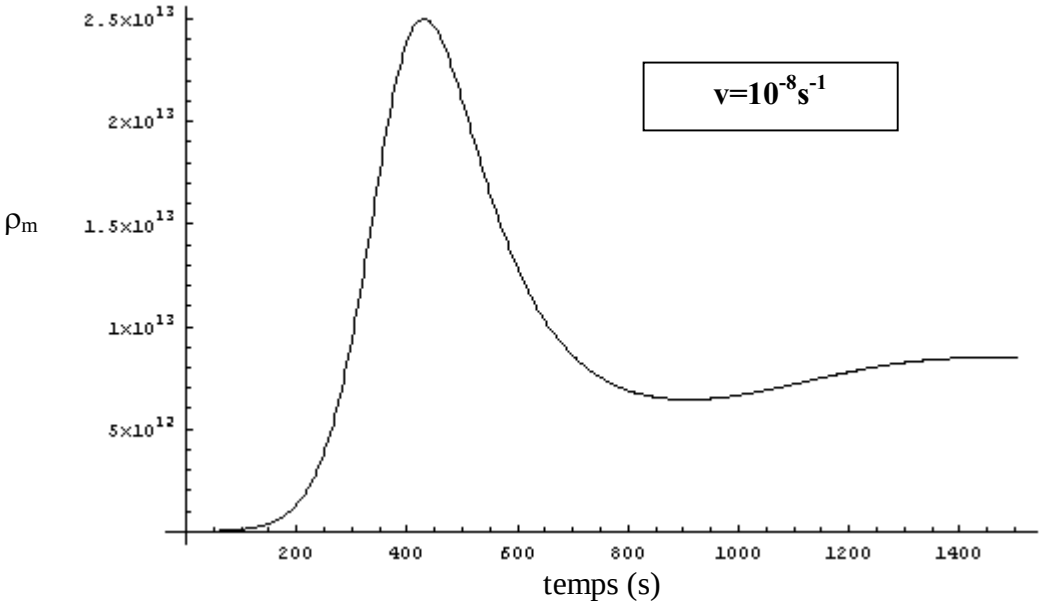


Figure 5.26 : *Évolution de la densité de dislocations mobiles en fonction du temps, calculée dans le cas du* ***cisaillement****.*

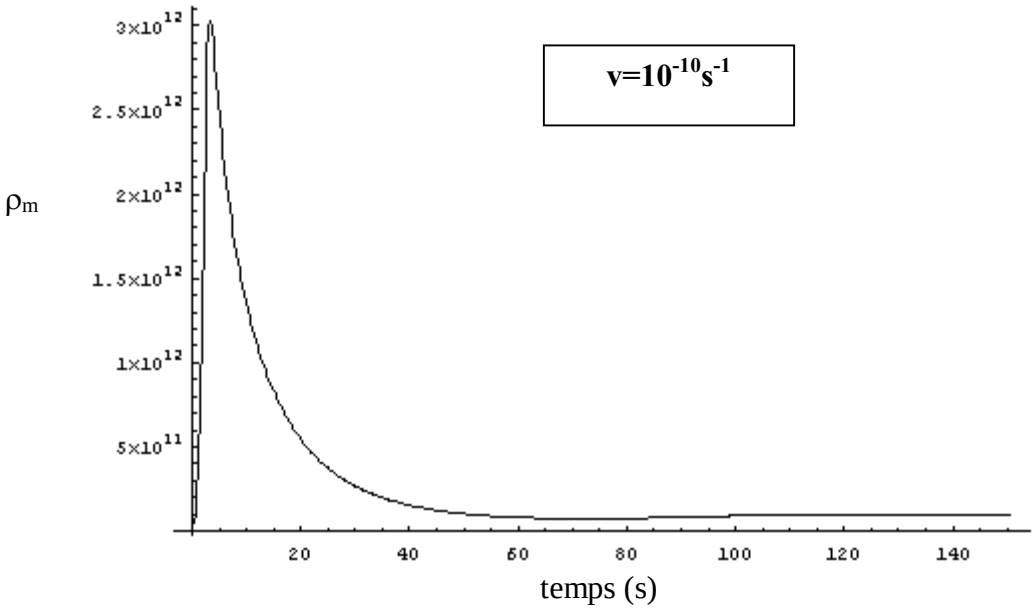


Figure 5.27 : *Évolution de la densité de dislocations mobiles en fonction du temps, calculée dans le cas du* ***contournement****.*

Dans le cas du cisaillement, on obtient bien une valeur minimale de ρ_m suivie d'une augmentation, tandis que dans le cas du contournement ρ_m atteint tout de suite une valeur stationnaire.

L'allure des courbes décrivant les évolutions des densités obtenues sur les figures 5.26 et 5.27 est discutable, car elle dépend des valeurs données aux constantes, qui ne sont pas déterminées expérimentalement. Cependant, les courbes obtenues mettent en évidence que dans certaines conditions, à cause du couplage entre les deux densités de dislocations, ρ_m et ρ_f, il peut se produire une augmentation de la densité de dislocations mobiles au cours d'un essai de fluage. Il semble en outre que la vitesse des dislocations joue un rôle important dans l'apparition de cet état. Nous pouvons aussi remarquer que cette augmentation de la vitesse de déformation est suivi d'un stade stationnaire, comme observé expérimentalement à 650°C sous 800 MPa (figure 5.16).

Pour modéliser le comportement des courbes de fluage de l'Udimet 720 HS et CR, nous retiendrons la forme simplifiée du modèle utilisé par Dyson qui ne prend pas en compte ces équations couplées :

- dans le cas du contournement par un mécanisme d'Orowan, l'évolution en fonction du temps de la densité de dislocations mobiles est considérée comme rapide et n'est pas prise en compte, donc la vitesse de déformation pourra être décrite uniquement par la densité de dislocations de la forêt par l'intermédiaire du paramètre d'écrouissage H.
- en revanche, dans le cas du franchissement des précipités par cisaillement thermiquement activé, l'évolution en fonction du temps de la densité de dislocations mobiles sera prise en compte par l'intermédiaire d'un seul paramètre de dommage.

3.5.2.2 Effet d'une pré-déformation avant fluage

La densité de dislocations mobiles semble être un paramètre pertinent pour décrire l'augmentation de la vitesse de déformation. Pour observer l'effet de la densité de dislocations initiales sur le comportement en fluage, une éprouvette est déformée plastiquement de 2,8 % en traction à 650°C ($\dot{\varepsilon}=5.10^{-4}$ s^{-1}) avant d'être soumise au fluage à 650°C sous 800 MPa. Dans ces conditions de contrainte et de température, l'Udimet 720 HS présente un comportement de fluage tertiaire précoce (cf. figure 5.15 ou 5.16).

La figure 5.28 représente la déformation et la vitesse de déformation en fonction du temps de cet essai, comparées à l'Udimet 720 HS et CR flués dans les mêmes conditions. La durée de vie de l'Udimet 720 HS pré-déformé a diminué d'une centaine d'heures par rapport à l'Udimet 720 HS. De plus, le comportement de l'Udimet 720 HS pré-déformé est modifié par rapport à celui de l'Udimet 720 HS : le stade primaire de l'Udimet 720 HS pré-déformé est plus marqué et la vitesse décrit un stade stationnaire pendant environ 50 heures.

La figure 5.29 représente la vitesse de déformation vraie en fonction de la contrainte vraie de ces trois essais. Cette représentation permet de mettre en évidence qu'après le stade primaire la courbe de l'Udimet 720 HS pré-déformé rejoint la courbe de l'Udimet 720 HS, sans décrire de stade pendant lequel la vitesse de déformation diminue fortement. Le fait qu'après le stade primaire la vitesse de déformation de l'échantillon pré-déformé rejoigne celle de l'échantillon non déformé pour un même taux de déformation de fluage semble indiquer que la densité de dislocations mobiles sature, quelque soit la densité initiale de dislocations.

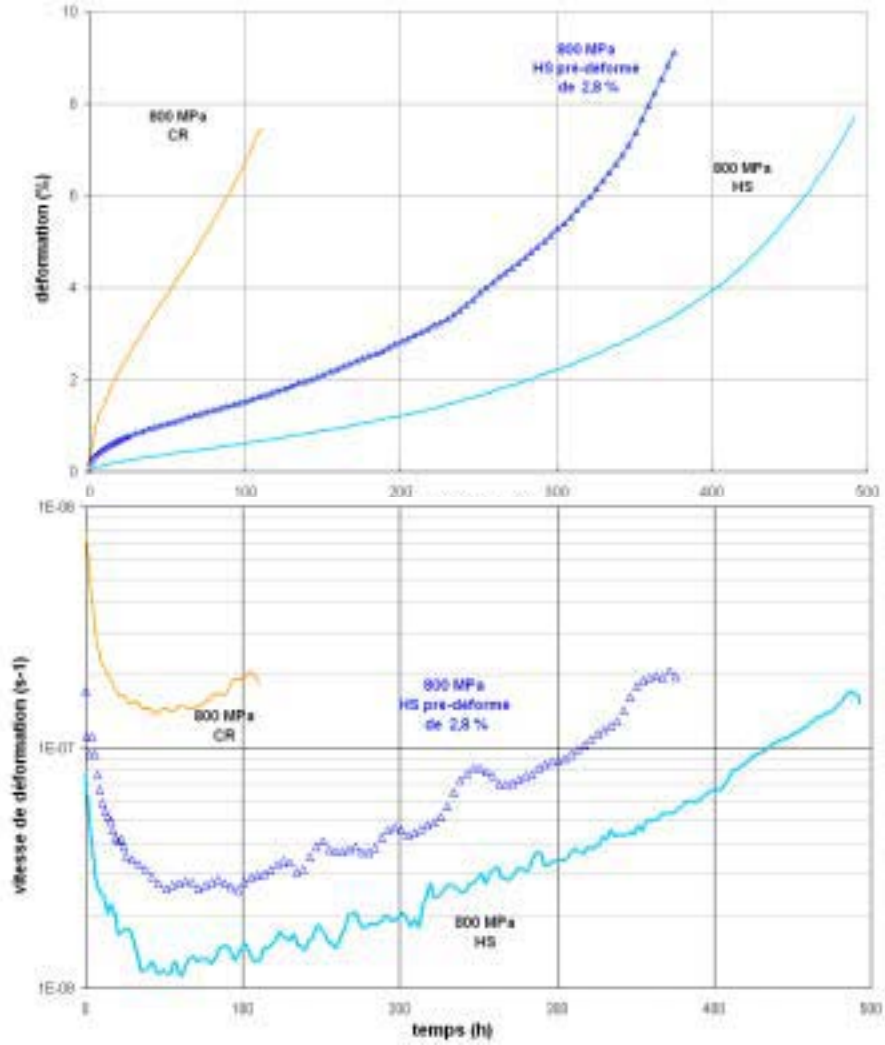


Figure 5.28 : *Déformation et vitesse de déformation de fluage en fonction du temps à 650°C/800 MPa de l'Udimet 720 HS et CR et de l'Udimet 720 HS pré-déformé plastiquement de 2,8% en traction à 650°C ($5.10^{-4}\ s^{-1}$)*

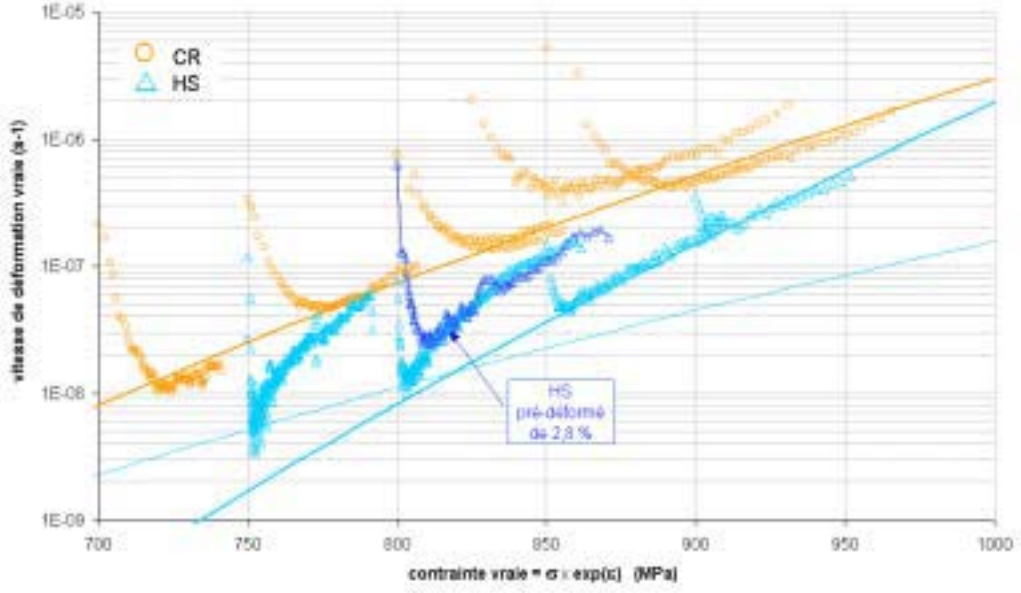


Figure 5.29 : *Représentation des essais de fluage menés à rupture à 650°C et de l'essai sur l'Udimet 720 HS pré-déformé plastiquement de 2,8% en traction à 650°C ($5.10^{-4}\ s^{-1}$) - La vitesse de déformation vraie est tracée en fonction de la contrainte vraie*

L'apport de dislocations générées par la pré-déformation modifie donc le comportement de fluage de l'Udimet 720 HS. La vitesse de déformation minimale est plus forte dans l'échantillon pré-déformé, contrairement à l'effet d'écrouissage observé habituellement dans les alliages monophasés. L'apport initial de dislocations contribue donc à augmenter la densité de dislocations mobiles (plutôt qu'à écrouir l'alliage). Cet essai semble donc confirmer l'influence des dislocations mobiles sur le comportement en fluage de l'Udimet 720.
L'influence d'une pré-déformation a déjà été étudiée par McLean [McLean 1999] : Une pré-déformation[8] du superalliage Nimonic 80A à 750°C sous 154 MPa entraîne une diminution de la durée de vie de fluage, alors qu'une pré-déformation de l'alliage sans précipitation γ' Nimonic 75 conduit classiquement à un allongement de la durée de vie.

L'augmentation de la densité de dislocations lors d'un pré-écrouissage se traduit donc dans le cas classique par une augmentation de la densité de la forêt de dislocations et dans le cas de l'Udimet 720 HS par une augmentation de la densité de dislocations mobiles.

3.6 Conclusions sur les mécanismes de déformation de fluage

Pour les métaux, le changement de sensibilité de la vitesse avec la contrainte observé en fluage est lié à une transition de mécanisme de déformation : d'intragranulaire à haute vitesse, à intergranulaire à basse vitesse. Dans le cas de l'Udimet 720, le changement de valeurs de coefficient de Norton observé correspond à un changement de mécanisme dislocationnel, mais toujours dans le domaine intragranulaire. Nos résultats diffèrent également de l'interprétation de Maldini sur l'Udimet 720 forgé, attribuant le comportement de fluage à basse vitesse à de la montée et à haute vitesse à du cisaillement ou du contournement [Maldini 1999].

Les tableaux 5.4 et 5.5 synthétisent les types de comportements observés en fonction de la microstructure et de la gamme de contraintes et de températures.

Le comportement de fluage **à forte contrainte** de l'Udimet 720 HS et CR a été identifié au paragraphe 2.4 comme étant du fluage tertiaire de structure conduisant à la rupture par striction. La vitesse de déformation est gouvernée par le franchissement des précipités γ' selon un mécanisme d'Orowan. Ce mécanisme est identique à celui des essais de traction.

Le comportement de fluage de l'Udimet 720 HS **aux contraintes intermédiaires** est caractérisé par un stade primaire suivi d'un stade tertiaire précoce pendant lequel la vitesse de déformation augmente rapidement, puis l'augmentation de vitesse de déformation sature et devient similaire à celle des essais à fortes contraintes. La vitesse de déformation est gouvernée par le cisaillement des précipités γ'. L'adoucissement observé après le stade primaire ne semble pas directement lié au cisaillement, mais plutôt à une augmentation de la densité de dislocations mobiles au cours de l'essai. Ceci pourrait résulter de la faible vitesse des dislocations, pilotée par le mécanisme de cisaillement thermiquement activé.
L'endommagement par cavitation apparaît peu avant la rupture de l'éprouvette et la coalescence des précipités γ' n'est pas observée dans nos conditions d'essai.

Aux faibles contraintes, le comportement des deux microstructures est caractérisé par un fluage tertiaire précoce. La faible densité de dislocations observée, la faible sensibilité à la

[8] L'auteur ne précise pas si la pré-déformation est réalisée en traction ou en fluage.

contrainte et l'influence de la taille de grain sur la taux de déformation, indiquent que les mécanismes intergranulaires sont prépondérants. L'augmentation de la vitesse de déformation après le stade primaire ne peut pas s'expliquer par de l'endommagement précoce par cavité, et le vieillissement microstructural (uniquement observé pour l'Udimet 720 HS) semble avoir une influence faible sur le comportement de l'alliage.

	Gamme de contraintes	**σ fortes** $\frac{\sigma}{E}>5.10^{-3}$	**σ intermédiaires** $5.10^{-3}>\frac{\sigma}{E}>3.10^{-3}$	**σ faibles** $\frac{\sigma}{E}<3.10^{-3}$
	Gamme de vitesses	$\frac{\dot{\varepsilon}_{min}}{D} > 10^{11}\ m^2$		$\frac{\dot{\varepsilon}_{min}}{D} <10^{11}\ m^2$
	Coefficient de Norton	**n=23**	**n=9 à 11**	**n=2**
	Comportement *Mécanisme*	**Tertiaire de structure** *Contournement d'Orowan*	**Tertiaire précoce** *Cisaillement*	**Tertiaire précoce** *Intergranulaires, GI* ?*
Type de dommage	Augmentation de la contrainte vraie	Oui	Oui	Oui
	Coalescence des précipités	Non**	Non**	Oui
	Cavitation	Non	Non	Si oui, tardivement
	Augmentation du flux de dislocations mobiles	Non	Oui ?	Non ?

* GI : Glissement Intergranulaire.
** pas à l'échelle de temps des essais de fluages réalisés

Tableau 5.4 : *Synthèse des types de dommages responsables du stade tertiaire de* ***l'Udimet 720 HS*** *en fonction de la gamme de températures et contraintes testée*

	gammes de contraintes	$\frac{\sigma}{E}>3.10^{-3}$	$\frac{\sigma}{E}<3.10^{-3}$
	Gamme de vitesses	$\frac{\dot{\varepsilon}_{min}}{D} > 1.10^{11}\ m^2$	$\frac{\dot{\varepsilon}_{min}}{D} <1.10^{11}\ m^2$
	Coefficient de Norton	**18**	**3**
	Comportement *Mécanisme*	**Tertiaire de structure** *Contournement d'Orowan*	**Tertiaire précoce** *Intergranulaires, GI* ?*
Type de dommage	Augmentation de la contrainte vraie	Oui	Oui
	Coalescence des précipités	Non	Non
	Cavitation	Non	Si oui, tardivement
	Augmentation du flux de dislocations mobiles	Non	Non ?

* GI : Glissement Intergranulaire.
** pas à l'échelle de temps des essais de fluages réalisés

Tableau 5.5 : *Synthèse des types de dommages responsables du stade tertiaire de* ***l'Udimet 720 CR*** *en fonction de la gamme de températures et contraintes testée*

4 Modèle de comportement de type Dyson et McLean

Le modèle retenu pour décrire le comportement de fluage de l'Udimet 720 HS et CR est de type Dyson et McLean, décrit au chapitre 1, paragraphe 2.3.3. Ce modèle, basé sur la mécanique d'endommagement continu permet d'introduire des variables physiques.

La vitesse de déformation de fluage s'écrit :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\varepsilon}_0}{(1-D_d)}\exp(-\frac{\Delta G_0}{kT})\sinh\left(\frac{\sigma(1-H)\Delta V}{kT(1-D_c)(1-D_p)}\right)$$

$$\dot{H} = \frac{h'}{\sigma}\left(1-\frac{H}{H^*}\right)\dot{\varepsilon}$$

$$\dot{D}_d = M(1-D_d)^2\dot{\varepsilon}$$

$$\dot{D}_p = K\exp-\left(\frac{Q}{RT}\right)(1-D_d)^4$$

$$\dot{D}_c = C\dot{\varepsilon}$$

La signification des différents paramètres est rappelée au paragraphe 2.3.3 du chapitre 1.

4.1 Détermination des paramètres

4.1.1 Grandeurs mesurables

Le dépouillement des essais de fluage et de relaxation permet de déterminer les deux paramètres V et ΔG_0.

4.1.1.1 Le volume d'activation, V

Le volume d'activation est une grandeur mesurable expérimentalement à partir des essais de fluage et de relaxation.

En relaxation : Comme exposé au paragraphe 3 du chapitre 3, le volume d'activation est directement accessible à partir des pentes des courbes donnant la vitesse de déformation en fonction de la contrainte. Nous nous appuierons sur la figure 3.12 du chapitre 3.

En fluage : Nous utilisons une méthode différentielle à partir de deux essais réalisés à température identique, mais à contraintes distinctes, tels que $V = RT\frac{\ln(\dot{\varepsilon}_1/\dot{\varepsilon}_2)}{\sigma_1-\sigma_2}$. La méthode différentielle est opposée à la méthode intégrale qui consiste à appliquer des sauts de charges pendant un même essai. Cette technique est délicate à mettre en œuvre, *a fortiori* lorsque le comportement de fluage ne possède pas de stade stationnaire.

La figure 5.30 regroupe les courbes V=f(σ) obtenues à partir des essais de relaxation pour chaque microstructure aux trois températures.

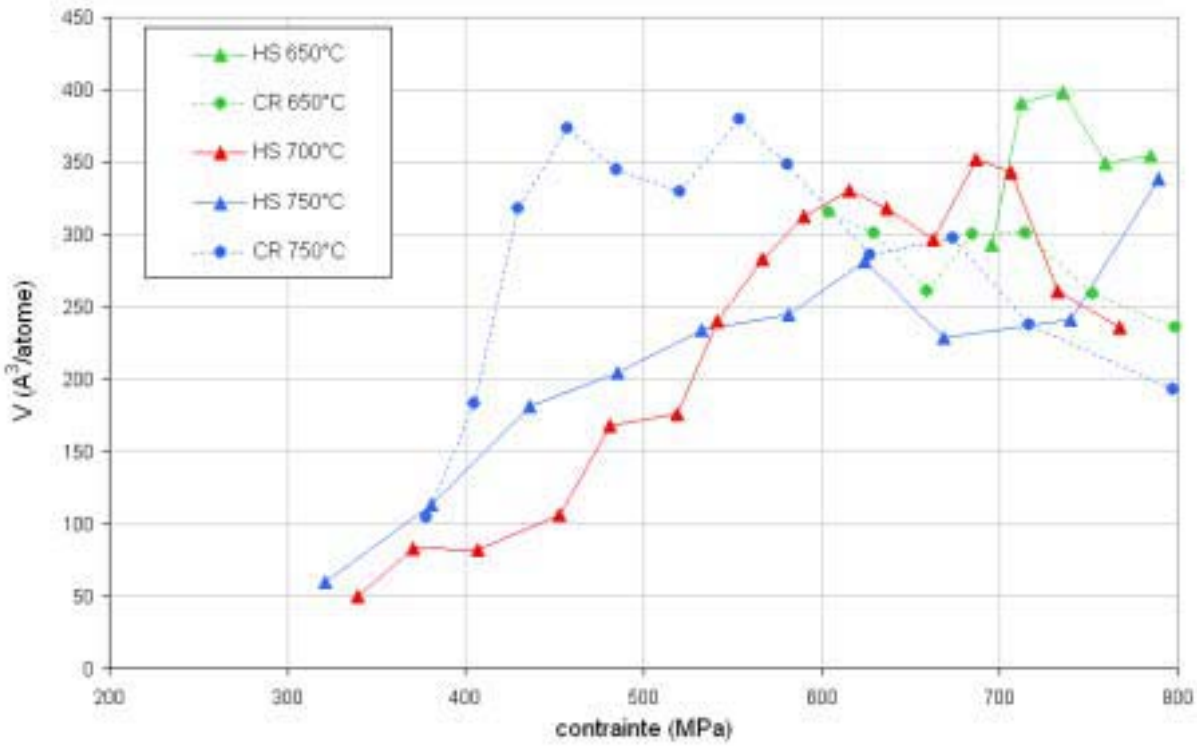


Figure 5.30 : V*olumes d'activation en fonction de la contrainte, déterminés par méthode intégrale à partir des essais de relaxation à 650°C, 700°C et 750°C sur l'Udimet 720 HS et CR*

Les courbes V=f(σ) de l'Udimet 720 **HS**, obtenues à partir des essais de relaxation à 650°C, 700°C et 750°C, ont la même allure : elles décrivent un plateau entre 600 MPa et 800 MPa où le volume d'activation est compris entre 200 Å^3/atome[9] et 350 Å^3/atome. Entre 400 MPa et 600 MPa, d'après les essais de relaxation effectués à 700°C et 750°C (l'essai à 650°C n'est pas exploitable à faible contrainte), le volume d'activation décroît pour atteindre environ 50 Å^3/atome autour de 300 MPa.

Les courbes V=f(σ) de l'Udimet 720 **CR**, obtenues à partir des essais de relaxation à 650°C et 750°C, décrivent un plateau entre 450 MPa et 800 MPa où le volume d'activation est compris entre 200 Å^3/atome et 350 Å^3/atome. Puis le volume décroît d'activation à plus basse contrainte.

Les valeurs des volumes d'activation obtenues à partir des essais de fluage à température identique sont fortement dispersées et assez éloignées des résultats obtenus à partir des essais de relaxation. En effet, le volume d'activation est calculé à partir des vitesses de déformation minimales ou stationnaires de fluage, atteintes pour des déformations plastiques variables. Le volume d'activation est donc calculé à partir d'essais correspondant à des états microstructuraux différents.

[9] Le volume d'activation est donnée en Å^3/atome plutôt qu'en b^3/atome car le vecteur de Burgers varie en fonction du mécanisme de déformation.

Les essais de relaxation nous paraissent les plus appropriés pour déterminer les volumes d'activation.

4.1.1.2 L'énergie d'activation intrinsèque $\Delta G_0 = \Delta G + \sigma V$

ΔG_0, l'énergie d'activation intrinsèque dépend du mécanisme de franchissement des précipités γ' par les dislocations et va donc varier en fonction de la microstructure et de la gamme de contraintes et de température. L'énergie d'activation intrinsèque est reliée à l'énergie d'activation apparente par $\Delta G_0 = \Delta G + \sigma V$ et ΔG est reliée à la vitesse de déformation stationnaire de déformation et à la température par l'expression suivante :

$$\Delta G = -R \left. \frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial (1/T)} \right|_{\sigma}$$

Cette grandeur est mesurable expérimentalement par des essais de fluage et de relaxation.

En fluage : Comme pour le volume d'activation, nous utilisons la méthode dite intégrale, consistant à comparer deux essais de fluage à contrainte imposée identique pour deux températures T_1 et T_2, tels que $\Delta G = - R \frac{\ln(\dot{\varepsilon}_1 / \dot{\varepsilon}_2)}{(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2})}$.

Seuls deux couples d'essais de fluage sur l'Udimet 720 **HS** à 650°C et 700°C permettent d'évaluer ΔG :

- à 600 MPa, dans le domaine où le fluage est de type tertiaire précoce,
- à 850 MPa, dans le domaine où le fluage est de type tertiaire de structure.

L'énergie d'activation de l'Udimet 720 **CR** à 650°C et 700°C peut être vérifiée par deux essais à 700 MPa et 750 MPa, dans le domaine où le fluage est de type tertiaire de structure : ΔG est comprise entre 450 kJ/mol et 610 kJ/mol.

Les résultats sont donnés dans le tableau 5.6.

Microstructure et contrainte		**$\dot{\varepsilon}$ (650°C) (s^{-1})**	**ΔG (kJ/mol)**	**$\dot{\varepsilon}$ (700°C) (s^{-1})**	**ΔG (kJ/mol)**	**$\dot{\varepsilon}$ (750°C) (s^{-1})**
HS	400 MPa			2.10^{-9}	500	4.10^{-8}
	600 MPa	**5.10^{-10}**	**610**	**3.10^{-8}**	580	10^{-6}
	700 MPa	5.10^{-9}	650	4.10^{-7}	470	7.10^{-6}
	850 MPa	**5.10^{-8}**	**550**	**2.10^{-6}**		
CR	**700 MPa**	**10^{-8}**	**610**	**10^{-6}**		
	750 MPa	**5.10^{-8}**	**450**	**6.10^{-7}**		

Tableau 5.6 : *Calcul de l'énergie d'activation apparente à partir des essais de relaxation et de **fluage** de l'Udimet 720 HS à 650°C, 700°C et 750°C par la méthode dite différentielle*

En relaxation : Les valeurs de ΔG obtenues à partir des essais de relaxation réalisés dans les mêmes conditions mais pour des températures variant de 50°C sont reportées dans le tableau 5.6.

L'ordre de grandeur des résultats obtenus à partir des essais de relaxation est cohérent avec ceux trouvés en fluage. Les résultats sont dispersés :

- pour l'Udimet 720 HS dans le domaine des fortes contraintes, ΔG est comprise entre 550 kJ/mol et 650 kJ/mol.
- pour l'Udimet 720 HS dans le domaine des contraintes faibles, ΔG vaut 500 kJ/mol.

Compte-tenu de la dispersion des résultats, nous ne pouvons relier un domaine de fluage à un niveau donné d'énergie d'activation. On peut cependant remarquer que ΔG a une valeur élevée par rapport à l'énergie d'activation correspondant à l'énergie d'auto-diffusion du nickel, qui est de l'ordre de 300 kJ/mol [Frost 1982]. C'est généralement le cas dans les alliages à base de nickel. Provendier-Aubourg a également déterminé des énergies d'activation apparentes élevées dans le N18, atteignant 555 kJ/mol entre 650°C et 675°C [Provendier-Aubourg 1994].

Ayant déterminé les volumes d'activation au paragraphe précédent, nous pouvons déterminer l'ordre de grandeur de l'énergie d'activation intrinsèque ΔG_0. Compte tenu de la dispersion des résultats, on considère seulement deux domaines de comportement :

- pour des contraintes supérieures à 600 MPa :
  - V~300 $Å^3$/atome, le mécanisme de déformation est fluide,
  - ΔG~500kJ/mol, ainsi ΔG_0 vaut 610 kJ/mol pour une contrainte appliquée de 600 MPa.

- pour des contraintes inférieures à 400 MPa,
  - V~50 $Å^3$/atome, le mécanisme de déformation est visqueux,
  - ΔG~500kJ/mol, ainsi ΔG_0 vaut 510 kJ/mol pour une contrainte appliquée de 400 MPa.

D'après les estimations de ΔG et de V, la contribution au franchissement des obstacles de la partie mécanique (σV) par rapport à la partie thermique (ΔG) représente :

- $\sigma V/\Delta G_0$=35% à forte contrainte (pour σ= 700 MPa),
- $\sigma V/\Delta G_0$=2% à faible contrainte (pour σ= 300 MPa).

Aux faibles contraintes, l'énergie fournie par la contrainte est faible par rapport à l'énergie d'activation thermique. Ces résultats permettent donc de confirmer le caractère thermiquement activé du mécanisme de franchissement dans le domaine des basses contraintes.

L'énergie d'activation et le volume d'activation peuvent être évalués expérimentalement, mais comme les résultats sont dispersés, nous nous permettrons d'ajuster ces grandeurs, tout en respectant l'ordre de grandeur estimé par les essais.

4.1.2 Paramètres ajustables

4.1.2.1 $\dot{\varepsilon}_0$

$\dot{\varepsilon}_0$ est défini selon différentes formulations données dans le tableau 1.4 du 1er chapitre. Il dépend de paramètres microstructuraux, dont des densités de dislocations, paramètres difficilement mesurables. $\dot{\varepsilon}_0$ est introduit dans le modèle par le terme $\dot{\varepsilon}_0 \exp(-\frac{\Delta G_0}{RT})$. Comme les valeurs de ΔG_0 sont dispersées, nous considérons le terme $\dot{\varepsilon}_0 \exp(-\frac{\Delta G_0}{RT})$ comme un paramètre ajustable appelé $\dot{\varepsilon}'$. Il dépend donc de la microstructure et du mécanisme de déformation.

4.1.2.2 H, variable d'écrouissage

H est défini par les paramètres h' et H*. h' permet de faire varier la vitesse d'écrouissage du matériau et H* la capacité d'écrouissage. Qualitativement, nous attribuons donc à l'Udimet 720 HS une valeur de h' plus élevée qu'à l'Udimet 720 CR et une valeur de H* plus basse qu' à l'Udimet 720 CR pour rendre compte de la plus faible capacité d'écrouissage de l'Udimet 720 HS observée en traction et en fluage durant le stade primaire.

Sans introduire de paramètre de dommage, 4 paramètres ajustables, dont le volume d'activation, suffisent donc à décrire l'évolution de la vitesse en fonction du temps.

4.1.2.3 Paramètres de dommage

Le choix des paramètres de dommage à introduire en fonction de la température, de la contrainte et de la microstructure est effectué en fonction des analyses concernant l'origine de l'adoucissement observé en fluage de l'Udimet 720 (tableaux 5.4 et 5.5).

<u>Évolution de la densité de dislocations mobiles, D_d</u>

Le terme D_d est défini par Dyson par $\dot{D}_d = M(1-D_d)^2\dot{\varepsilon}$. Ce terme permet de décrire l'augmentation de la densité de dislocations avec la déformation à partir de $D_d = 1-\rho_i/\rho_m$. Cependant, dans l'Udimet 720 HS, aux contraintes intermédiaires, l'évolution de la densité de dislocations mobiles semble saturer en fin d'essai, comme le montre l'allure des courbes de fluage de la figure 5.15 ou 5.16. Nous proposons donc d'introduire un terme d'annihilation des dislocations rendant compte de cette saturation tel que :

$$d\rho_m/dt = Mv\rho_m - Av^2\rho^2_m$$

Cette expression est très simplifiée par rapport aux modèles de Kubin et Estrin exposés au paragraphe 3.5.2.1, puisqu'elle utilise uniquement un terme de multiplication M (correspondant à C_1) et un terme d'annihilation A (correspondant à C_2).

D_d étant défini par Dyson par $D_d = 1-\rho_i/\rho_m$, avec ρ_i la densité de dislocations initiales, on peut écrire que :

$$\dot{D}_d = \rho_i/\rho_m^2(Mv\rho_m - Av^2\rho^2_m)$$

Soit, en introduisant $\dot{\varepsilon} = \rho_m vb$,

$$\dot{D}_d = \rho_i/\rho_m^2(M\dot{\varepsilon}/b - Av\rho_m\dot{\varepsilon}/b^2)$$
$$\dot{D}_d = M(1-D_d)^2\dot{\varepsilon}/(b\rho_i) - A(1-D_d)v\dot{\varepsilon}/b^2$$
$$\dot{D}_d = m(1-D_d)^2\dot{\varepsilon} - a(1-D_d)\dot{\varepsilon}$$

Dans cette équation, le premier terme "$m(1-D_d)^2\dot{\varepsilon}$" correspond bien à l'expression initiale de Dyson. Ce calcul nous a donc permis d'une part de retrouver l'origine physique de l'expression $\dot{D}_d$ et d'autre part d'introduire un deuxième terme décrivant la saturation de la densité de dislocations mobiles en fonction du temps.

Évolution de la coalescence des précipités γ', D_p et de la cavitation, D_c

Les constantes K et C des paramètres de dommage par coalescence des précipités et par cavitation sont ajustées pour reproduire au mieux les courbes expérimentales.

4.1.3 Critère de rupture dans le domaine de fluage tertiaire de structure

Dans le cas du comportement de fluage de type tertiaire de structure, la vitesse de déformation s'écrit en fonction de la contrainte vraie σ_v (après le stade primaire) :

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma_v^n,$$

comme $\varepsilon_v = \ln\frac{l}{l_0}$,

on peut écrire que $\dot{\varepsilon}_v = \frac{\dot{l}}{l} = -\frac{\dot{S}}{S} = \frac{\dot{\sigma}}{\sigma}$,

d'où : $\frac{\dot{\sigma}_v}{\sigma_v} = A\sigma_v^n$

En intégrant cette équation, on obtient [Bensussan 1986] :

$$\sigma_v = \frac{\sigma_0}{1 - n\dot{\varepsilon}_s t}$$

σ_0 la contrainte vraie au début du stade stationnaire, considérée égale à la contrainte appliquée, en négligeant la déformation du stade primaire,
$\dot{\varepsilon}_s$ la vitesse de déformation stationnaire.

On considère qu'il y a rupture lorsque la contrainte vraie tend vers l'infini, c'est-à-dire lorsque $(1-n\dot{\varepsilon}_s t)$ tend vers 0. **Cette condition correspond à $\dot{\varepsilon}_s t_r = 1/n$, expression mettant en relation la constante de Monkman-Grant avec le coefficient de Norton**.

Pour simuler les essais présentant un comportement de type fluage tertiaire de structure uniquement, nous intègrerons donc la constante de Norton dans le jeu de paramètres du modèle pour déterminer un critère d'arrêt à partir de la vitesse de déformation minimale atteinte. Dans les domaines correspondant à un fluage tertiaire précoce, ce critère n'est pas approprié et ne sera donc pas pris en compte.

4.2 Comparaison entre résultats expérimentaux et simulation

Les jeux de paramètres utilisés pour les simulations présentées sont regroupés dans le tableau 5.7.

paramètres	T (K)	E (GPa)	n	$\dot{\varepsilon}$ '(s^{-1})	V ($Å^3$/atome)	h' (MPa)	H*	Q (kJ/mol)	K	m	a	C
CR 0D	923	177	17	3,88 10^{-15}	319	5890	0,15	300	0	0		0
HS 0D	923	177	23	8,28 10^{-18}	374	58357	0,08	300	0	0		0
HS Dd	923	177	23	5,65 10^{-18}	378	58357	0,08	300	0	1600	300	0
CR 0D	973	177	17	2,24 10^{-13}	323	*5890*	0,15	300	0	0		0
HS 0D	973	171	23	2,62 10^{-14}	319	58357	0,08	300	0	0		0
HS Dd	973	171	12	1,81 10^{-14}	319	58357	0,08	300	0	400	380	0
CR Dc	1023	162	3	1,08 10^{-11}	503	5890	0,15	300	0	0	0	1,5 10^{-8}
HS Dc+Dp	1023	162	2	1,10 10^{-11}	458	58357	0,08	300	10^9	0	0	8 10^{-9}

OD, pas de dommage introduit,
Dd, introduction d'un paramètre de dommage par augmentation du flux de dislocations mobiles,
Dc, introduction d'un paramètre de dommage par cavitation,
Dp, introduction d'un paramètre de dommage par coalescence des précipités γ',

Tableau 5.7 : *Jeux de paramètres retenus en fonction de la microstructure et du type de dommage introduit*

L'ensemble des calculs présentés a été réalisé en utilisant le logiciel de simulation numérique SiDoLo développé au Centre des Matériaux de l'École des Mines de Paris. L'intégration numérique des différentes équations du modèle est réalisée par un algorithme de type Runge-Kutta à pas adaptatif. Les valeurs des paramètres sont optimisées par rapport aux résultats expérimentaux à partir d'un module d'optimisation des coefficients. Le logiciel utilise pour cela un algorithme qui combine trois méthodes classiques de minimisation, méthode du gradient, méthode de Newton-Raphson et de Levenberg-Marquartdt.

Pour chaque essai de fluage ou de traction que l'on veut simuler, on définit le chargement appliqué en fonction du temps sur les variables observables (la contrainte en fluage et la déformation en traction).

- En fluage, le chargement est défini en trois instants :

	Temps (s)	Contrainte (MPa)
Début de l'essai	0	0
Fin de la mise en charge	durée de la mise en charge	contrainte appliquée
Rupture	durée à vie	contrainte appliquée

- En traction, le chargement est défini en deux instants

	Temps (s)	Déformation totale vraie
Début de l'essai	0	0
Rupture ou striction	durée de vie ou durée avant striction	déformation à rupture ou allongement réparti

4.2.1 Fluage de type tertiaire de structure dans le domaine des fortes contraintes

Pour simuler les essais de fluage possédant un comportement de type tertiaire de structure, **aucun paramètre de dommage** n'est introduit.
Les courbes présentées représentent :

- en fluage, la déformation totale (i.e. la somme de la déformation élastique de la mise en charge et de la déformation de fluage) vraie en fonction du temps
- en traction, la contrainte vraie en fonction de la déformation totale vraie

*4.2.1.1 Fluage à 650°C et à 700°C de **l'Udimet 720 CR***

La comparaison des courbes expérimentales avec les courbes simulées est réalisée sur les figures 5.31 et 5.32.

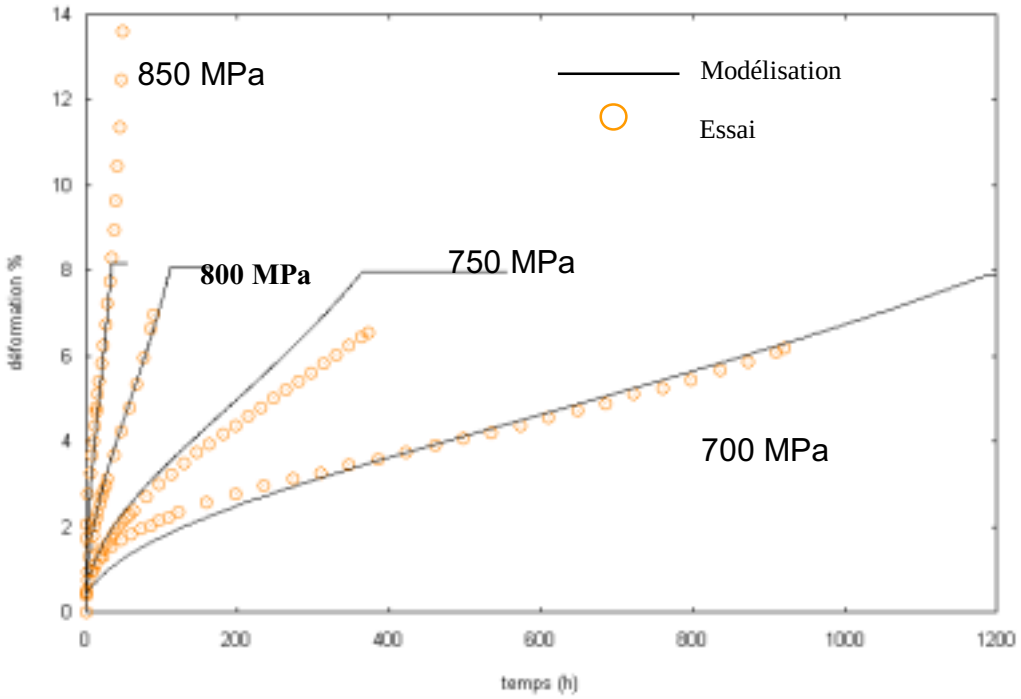


Figure 5.31 : *Comparaison des courbes expérimentales et simulées de l'**Udimet 720 CR** en fluage à **650°C** - Déformation totale vraie en fonction du temps*
Pas de paramètre de dommage

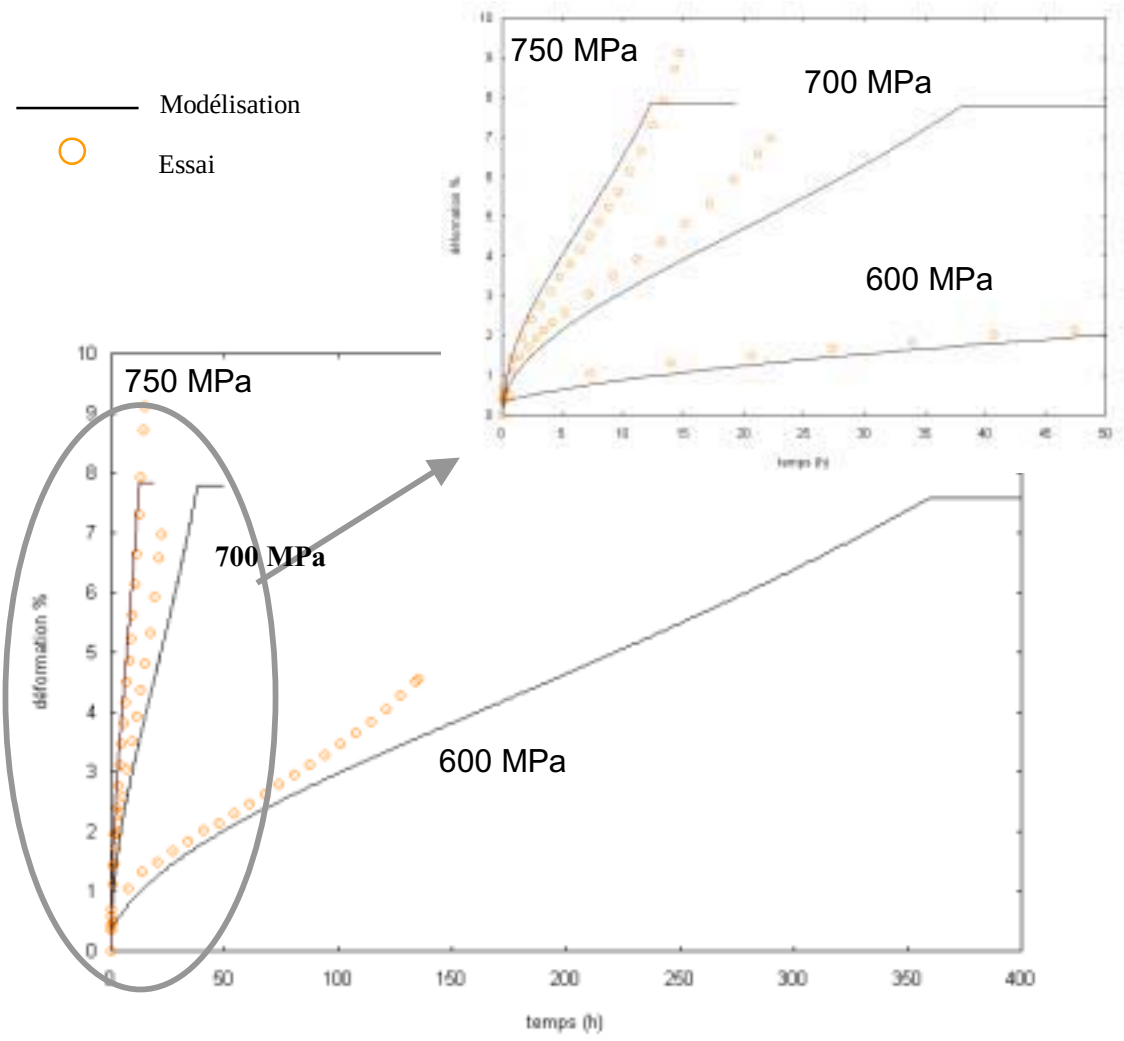


Figure 5.32 : *Comparaison des courbes expérimentales et simulées de l'**Udimet 720 CR** en fluage à **700°C** - Déformation totale vraie en fonction du temps*
Pas de paramètre de dommage

Les courbes simulées permettent de reproduire l'allure des courbes expérimentales pour toute la gamme de contraintes correspondant au domaine de fluage tertiaire. La prédiction de la durée de vie par le critère de Monkmann-Grant/Norton donne également une bonne concordance avec l'expérience.
Ces simulations montrent que le modèle permet de bien décrire le comportement de fluage tertiaire de l'Udimet 720 CR à 650°C et 700°C. À 700°C, la différence entre la prédiction et l'expérience de l'essai à 600 MPa peut s'expliquer car l'éprouvette a rompu précocement au niveau d'une collerette.

*4.2.1.2 Fluage à 650°C et à 700°C de **l'Udimet 720 HS aux fortes contraintes***

La comparaison des courbes expérimentales avec les courbes simulées est réalisée sur les figures 5.33 et 5.34.

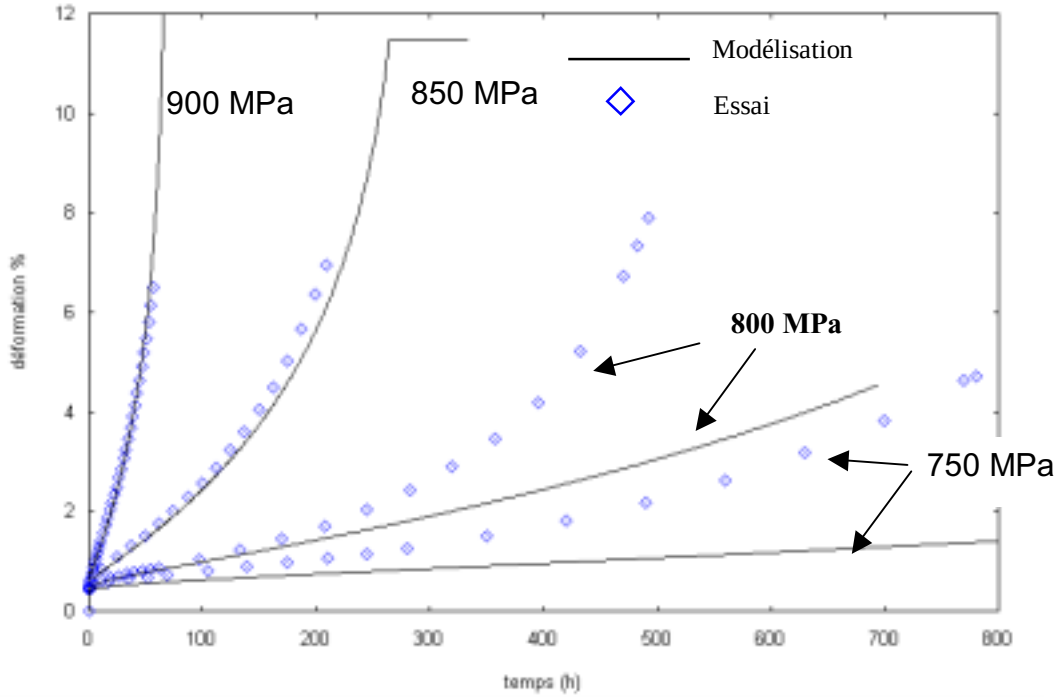


Figure 5.33 : *Comparaison des courbes expérimentales et simulées de l'**Udimet 720 HS** en fluage à **650°C** - Déformation totale vraie en fonction du temps*
Pas de paramètre de dommage

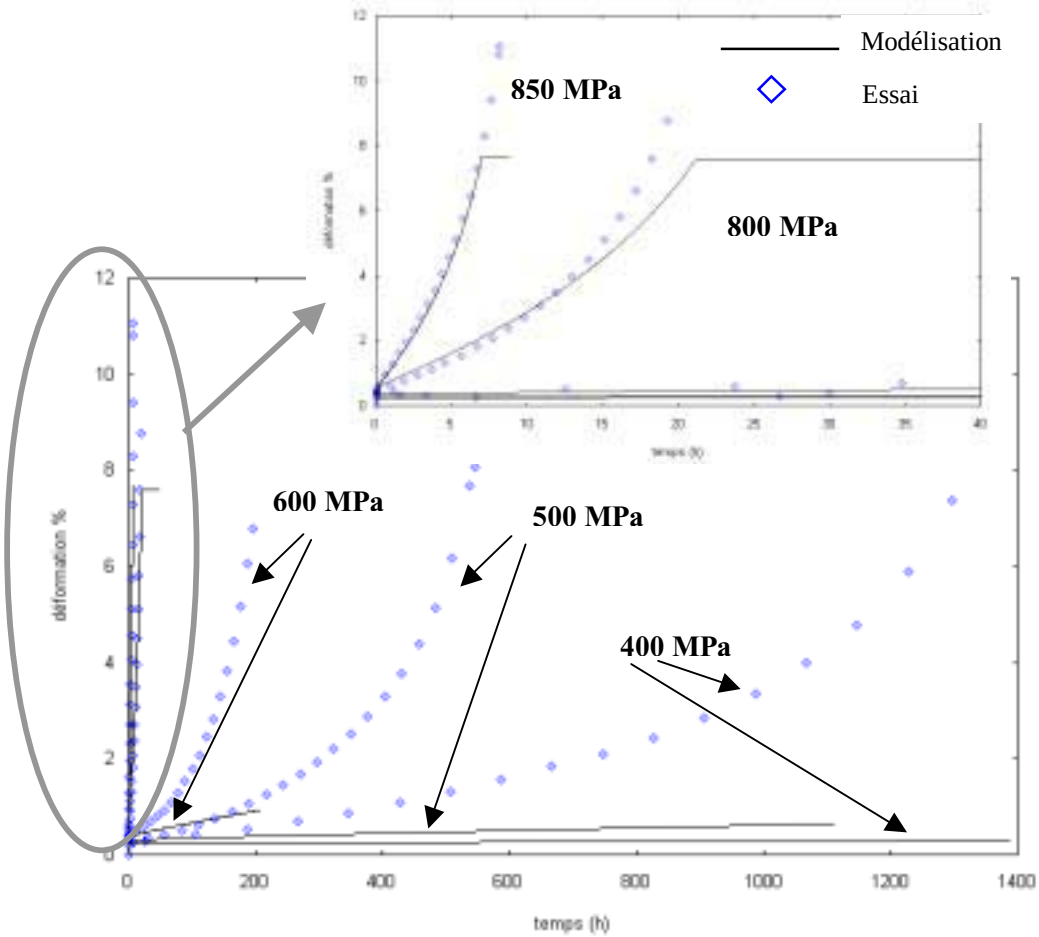


Figure 5.34 : *Comparaison des courbes expérimentales et simulées de l'**Udimet 720 HS** en fluage à **700°C** - Déformation totale vraie en fonction du temps*
Pas de paramètre de dommage

Dans la gamme des fortes contraintes, les courbes simulées permettent de reproduire l'allure des courbes expérimentales. La prédiction de la durée de vie par le critère de Monkman-Grant/Norton donne également une bonne concordance avec l'expérience. Aux contraintes intermédiaires, la simulation ne reproduit pas l'accélération de la déformation observée.
Comme pour l'Udimet 720 CR, le modèle permet de bien décrire le comportement de fluage de l'Udimet 720 HS dans le domaine de fluage tertiaire. En revanche, aux contraintes intermédiaires, l'adoucissement dû à l'augmentation de la densité de dislocations mobiles n'est pas pris en compte dans le modèle, donc la simulation surestime la résistance au fluage de l'alliage.

Dans le domaine de fluage correspondant au tertiaire de structure, le modèle nous permet de décrire non seulement le comportement, mais également la rupture de l'Udimet 720.

4.2.1.3 Essais de traction

L'analyse des modes de déformation réalisée précédemment a montré que les mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations étaient identiques en traction en en fluage à fortes contraintes. Nous avons donc simulé les essais de traction **en conservant les valeurs des coefficients identifiés en fluage** dans le domaine des fortes contraintes.
Les figures 5.35 et 5.36 présentent la comparaison des courbes expérimentales de traction avec les courbes simulées à 650°C et 750°C. Les courbes simulées permettent de reproduire correctement l'allure des courbes expérimentales.

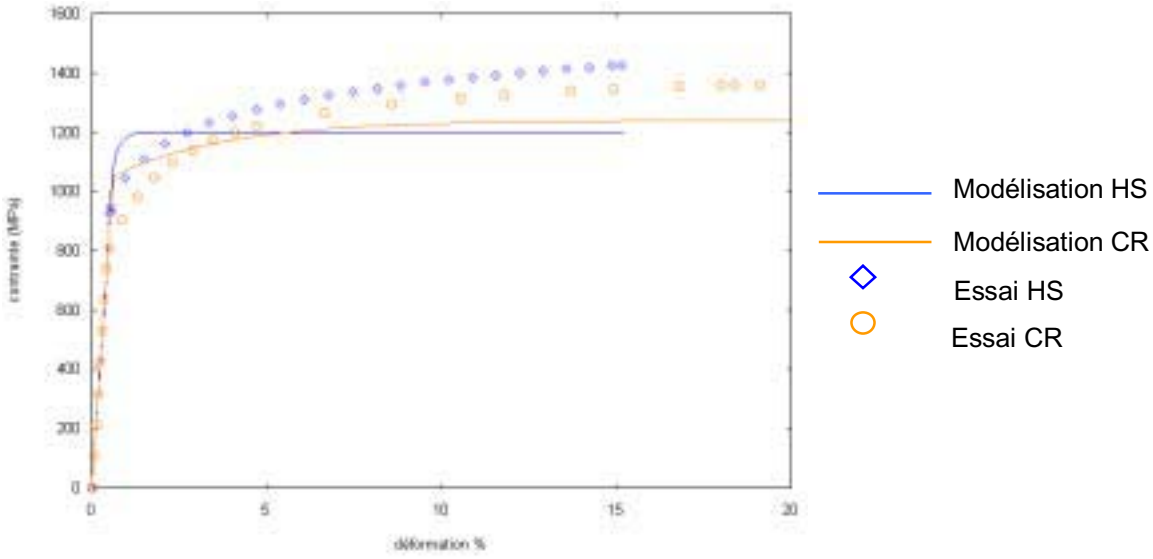


Figure 5.35 : *Comparaison des courbes expérimentales et simulées de l'**Udimet 720 HS et CR** en traction à **650°**– Contrainte vraie en fonction de la déformation vraie*
Pas de paramètre de dommage

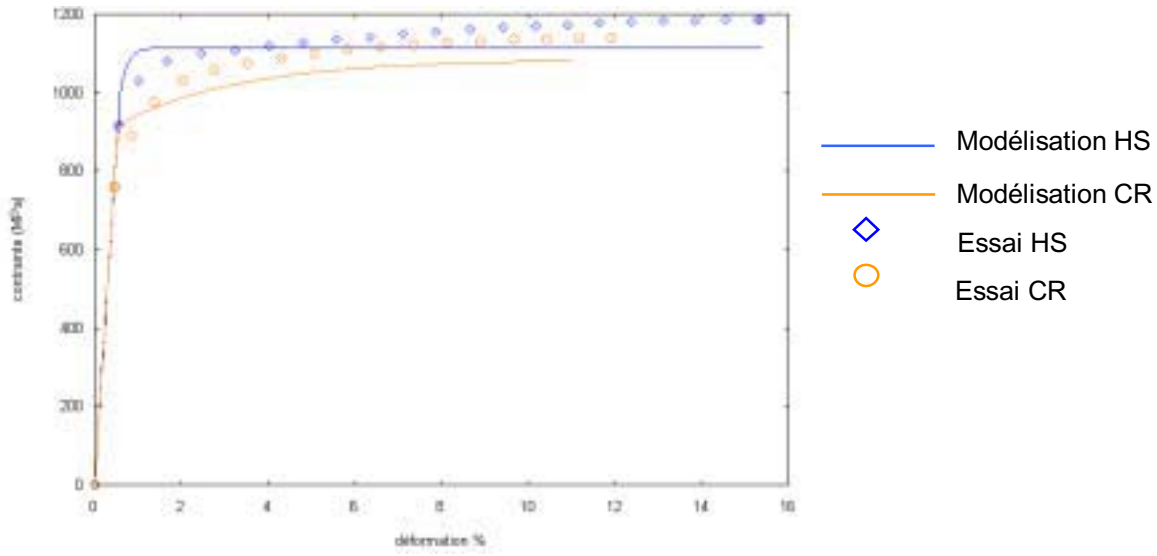


Figure 5.36 : *Comparaison des courbes expérimentales et simulées de l'**Udimet 720 HS et CR** en traction à **700°C** – Contrainte vraie en fonction de la déformation vraie*
Pas de paramètre de dommage

Ces résultats montrent que le modèle permet également de bien décrire le comportement des essais de traction. Nous pouvons noter que le paramètre d'écrouissage H identifié en fluage pour l'Udimet 720 HS et CR convient pour rendre compte des capacités d'écrouissage différentes de l'Udimet 720 HS et CR en traction.

En conclusion, dans le cas du fluage tertiaire de structure, où la déformation est uniquement pilotée par l'augmentation de la contrainte vraie au cours de l'essai, le modèle de Dyson permet de décrire à la fois le comportement de l'Udimet 720 HS et CR en fluage, et en traction. Le critère d'arrêt défini à partir de la constante de Monkman-Grant et du coefficient de Norton est en bon accord avec les durées de vie déterminées expérimentalement.

4.2.2 Fluage de type tertiaire précoce dans le domaine des contraintes intermédiaires

Dans le domaine des contraintes intermédiaires, l'absence de stade stationnaire a été reliée à l'augmentation de la densité de dislocations mobiles, d'après les analyses du paragraphe 3.5.2. Pour décrire ce comportement de fluage, on introduit donc dans le modèle le paramètre de dommage permettant de décrire **l'augmentation du flux de dislocations mobiles**. Dans un premier temps, les simulations sont réalisées avec le paramètre de dommage D_d défini par Dyson, et dans un deuxième temps, avec le paramètre D_d "optimisé" que nous proposons.

Les courbes de fluage à 650°C de l'Udimet 720 HS sont comparées aux courbes simulées sur la figure 5.37.

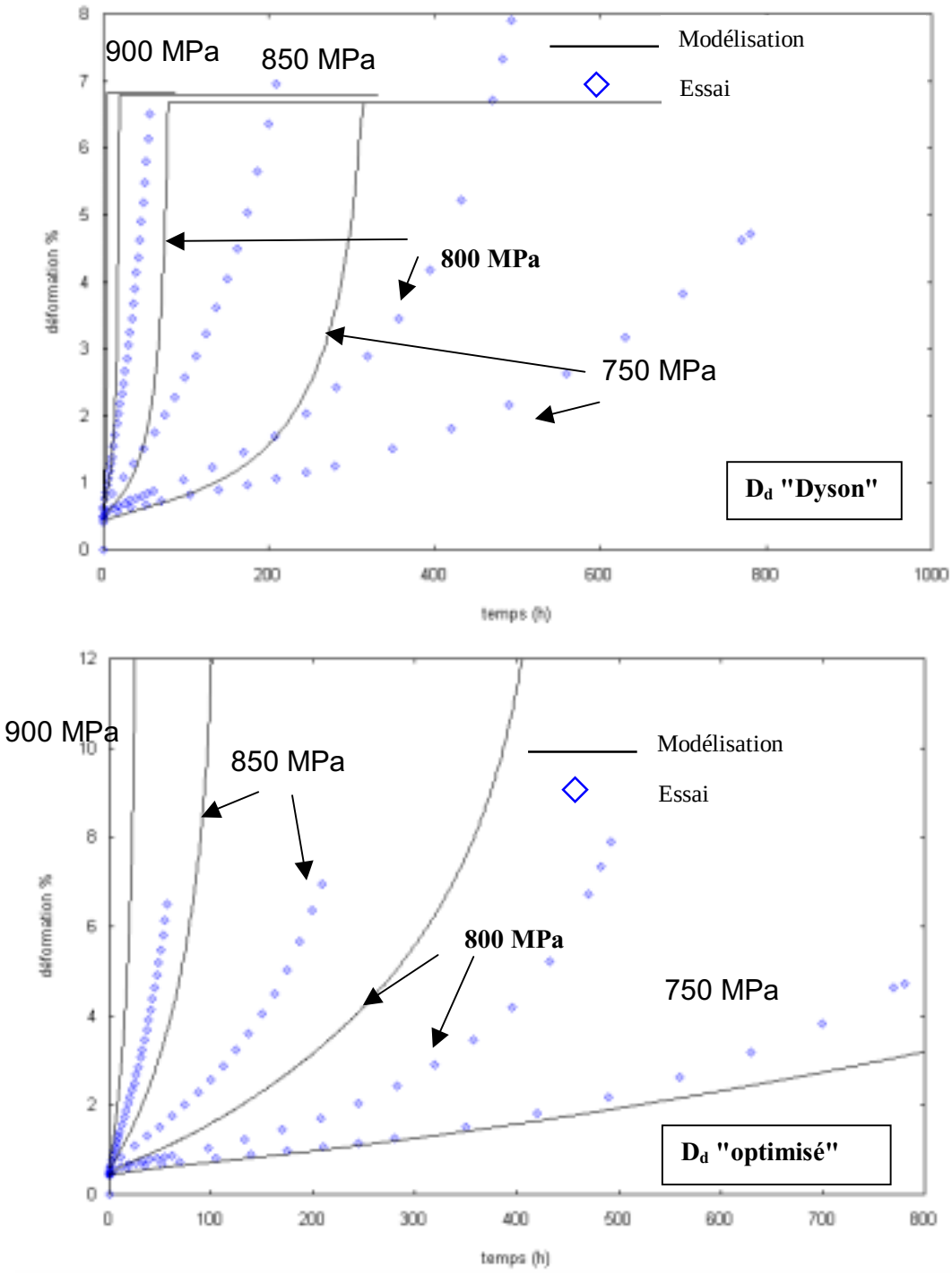


Figure 5.37 : *Comparaison des courbes expérimentales et simulées de l'**Udimet 720 HS** en fluage à **650°C** - Déformation totale vraie en fonction du temps*
Paramètre de dommage : augmentation de la densité de dislocations mobiles grâce au paramètre D_d défini par Dyson (en haut) et par D_d "optimisé" (en bas)

Quel que soit le paramètre D_d introduit, les courbes simulées reproduisent mal l'allure des courbes expérimentales à 650°C comme à 700°C.

- aux fortes contraintes, dans le domaine correspondant au fluage tertiaire de structure, l'écart entre la prédiction et la courbe expérimentale est attendu car le comportement de fluage tertiaire de structure ne nécessite justement aucun paramètre de dommage. La simulation avec le paramètre D_d sous-estime donc la résistance au fluage de l'alliage.
- aux contraintes intermédiaires, l'introduction de D_d, optimisé ou non, ne permet pas de décrire assez finement l'augmentation rapide de la densité de dislocations mobiles après le stade primaire. Le paramètre optimisé permet toutefois de mieux décrire l'allure des courbes expérimentales, mais ne permet pas de retrouver l'évolution de la vitesse de déformation pour chaque contrainte appliquée.

L'utilisation d'un modèle du type Kubin-Estrin serait nécessaire pour décrire plus finement l'évolution de la densité de dislocations mobiles. Cependant, comme nous l'avons écrit au paragraphe 3.5.2.1, l'expression retenue pour décrire la vitesse de déformation dans le cas de l'Udimet 720 dépend de huit constantes à ajuster. Outre le nombre élevé de paramètres ajustables, ce modèle permet uniquement de décrire l'évolution de la densité de dislocations, et ne permet pas d'introduire d'autres paramètres de dommage. Ce type de modèle ne semble donc pas approprié pour décrire le comportement de fluage dans une large gamme de contraintes nécessitant différents paramètres de dommage.

4.2.3 Fluage de type tertiaire précoce dans le domaine des faibles contraintes

Aux faibles contraintes, les mécanismes de déformation ne semblent plus être de type dislocationnel comme aux contraintes plus élevées. La description du stade stationnaire est donc simulée à partir d'un paramètre de dommage par cavitation pour les deux microstructures et également d'un paramètre de coalescence des précipités γ' pour l'Udimet 720 HS.

*4.2.3.1 Fluage à 750°C de **l'Udimet 720 CR***

L'endommagement par **cavitation** n'apparaît pas précocement dans l'Udimet 720 HS et CR, d'après les analyses présentées au paragraphe 2.2. Le paramètre D_c est donc introduit lorsque la déformation est supérieure à 5%. Ce seuil a été établi à partir de l'essai de fluage avec remise en solution, mettant en évidence l'absence d'endommagement par cavitation avant 5% de déformation. Ce critère volontairement simplifié permet d'observer l'effet du paramètre D_c sur la qualité de la description de nos essais de fluage.

Les résultats sont présentés sur la figure 5.38, comparant les courbes simulées avec ou sans paramètre de dommage. Les prédictions du modèle obtenues avec le meilleur jeu de paramètres apparaissent peu satisfaisantes.

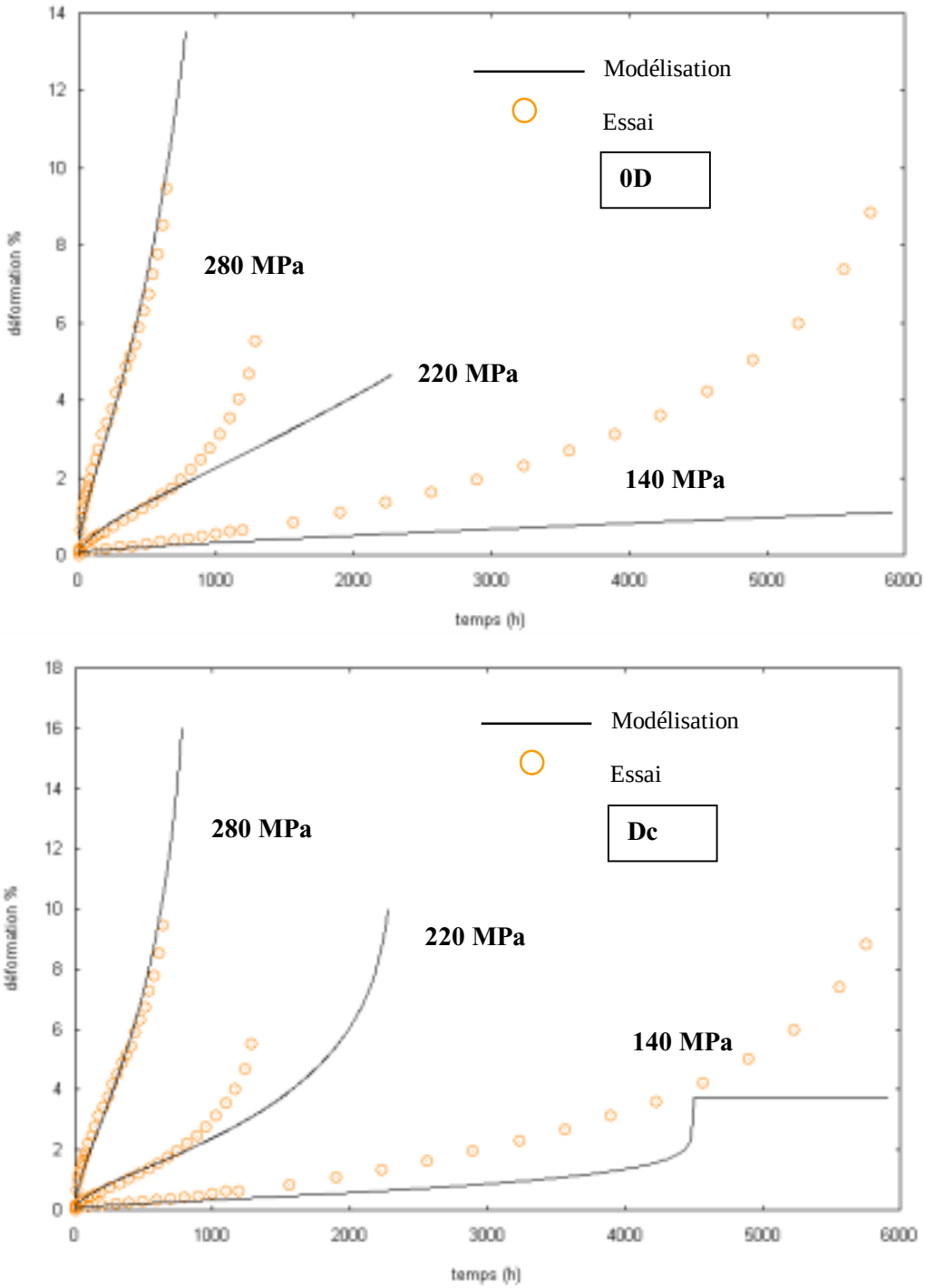


Figure 5.38 : *Comparaison des courbes expérimentales et simulées de l'**Udimet 720 CR** en fluage à **750°C** - Déformation totale vraie en fonction du temps*
***Sans paramètre de dommage** (en haut)*
***Paramètre de dommage** : cavitation (en bas)*

*4.2.3.2 Fluage à 750°C de **l'Udimet 720 HS***

Le paramètre d'endommagement par **cavitation** D_c est introduit comme pour l'Udimet 720 CR. Comme les précipités γ' sont instables à cette température, le paramètre de dommage D_p par **coalescence des précipités γ'** est ajouté au modèle.

Les résultats sont présentés sur la figure 5.39, comparant les courbes simulées avec ou sans paramètre de dommage. Les courbes simulées permettent de reproduire correctement l'allure des courbes aux fortes contraintes, mais, à plus faible contrainte, l'écart entre la prédiction et les courbes expérimentales augmente. Ceci était prévisible, car les mécanismes de déformation intergranulaire ne sont pas pris en compte par le modèle.

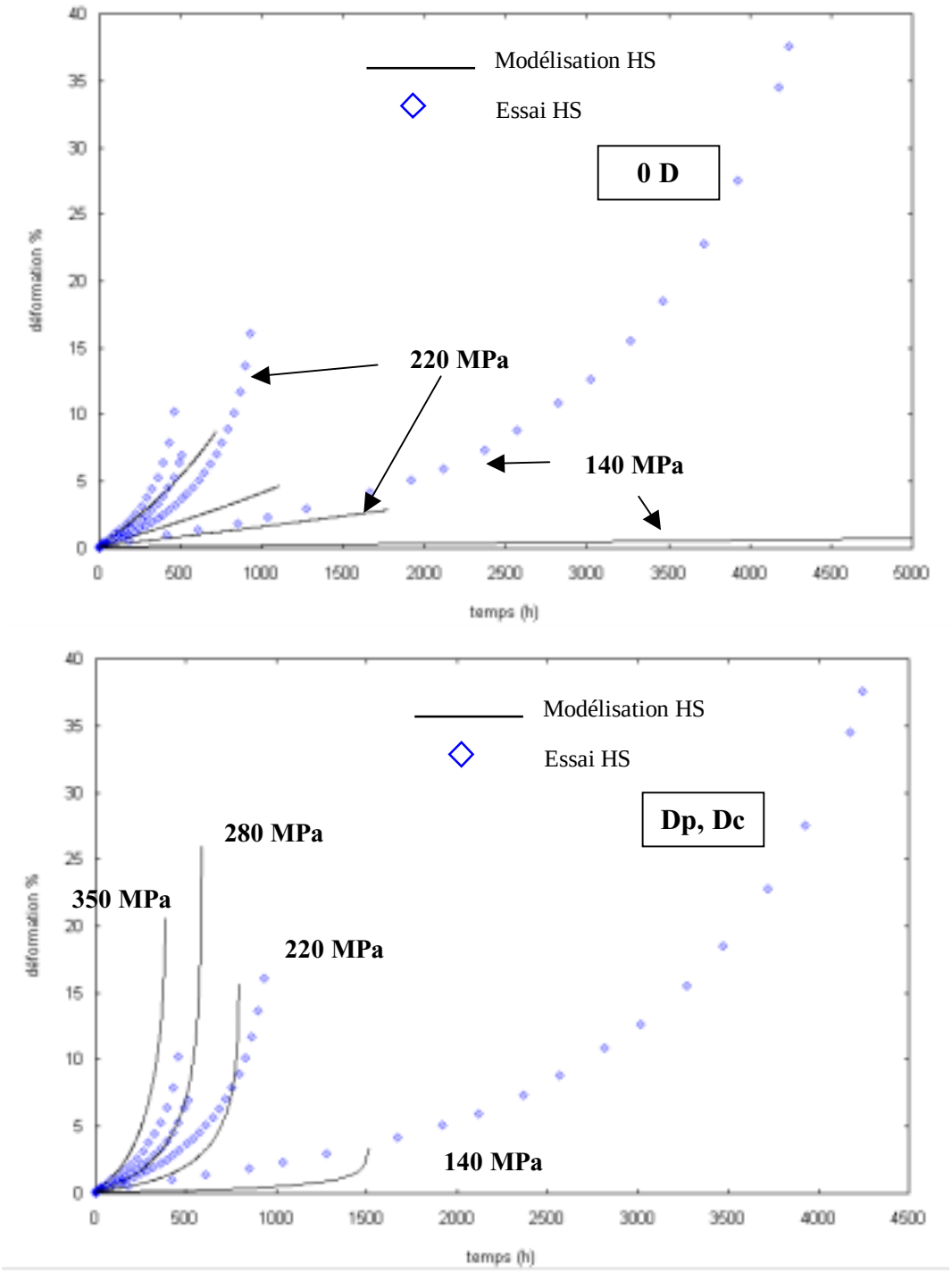


Figure 5.39 : *Comparaison des courbes expérimentales et simulées de l'**Udimet 720 HS** en fluage à **750°C** - Déformation totale vraie en fonction du temps*
***Paramètre de dommage** : cavitation et coalescence des précipités γ'*

Dans le domaine des faibles contraintes, l'endommagement par cavitation est à prendre en compte et la microstructure devient instable pour l'Udimet 720 HS. La modélisation du comportement de l'Udimet 720 à cette température nécessite également de prendre en compte les mécanismes de déformation intergranulaire, ce qui n'est pas prévu dans le modèle de Dyson.

5 Conclusions

L'analyse du comportement et de l'endommagement de l'Udimet 720 HS et CR, menée à partir de l'ensemble des essais de traction, de fluage et de relaxation réalisés à 650°C, 700°C et 750°C, a permis de mettre en évidence trois domaines de comportements, communs aux trois températures.

Dans le **domaine des fortes contraintes** (entre 850 MPa et 900 MPa à 650°C et entre 800 MPa et 850 MPa à 700°C), les courbes de fluage ont une allure classique dans un graphique représentant la déformation en fonction du temps. Cependant, l'augmentation de la vitesse de déformation pendant le stade tertiaire apparent ne correspond pas à l'apparition d'endommagement par cavitation : la vitesse de déformation est uniquement pilotée par l'augmentation de la contrainte vraie. Ce comportement est appelé **fluage tertiaire de structure**. Dans ce domaine, le coefficient de Norton est élevé, il vaut 18 pour l'Udimet 720 CR et 23 pour l'Udimet 720 HS. Le mode de déformation associé à ce comportement est le franchissement des précipités γ' par un **mécanisme d'Orowan** ; la résistance de l'Udimet 720 HS, dont les précipités γ' tertiaires sont fins (5 nm à 15 nm de diamètre) est supérieure à celle de l'Udimet 720 CR, dont les précipités γ' tertiaires mesurent entre 30 nm et 40 nm. Dans le cas du fluage tertiaire de structure, la **rupture se produit par striction** de l'éprouvette.

Dans le **domaine des contraintes intermédiaires** (entre 600 MPa et 800 MPa à 650°C et entre 600 MPa et 700 MPa à 700°C), les courbes de fluage de l'Udimet 720 HS représentant la déformation en fonction du temps n'ont pas de stade stationnaire. L'origine du fluage tertiaire précoce, caractérisé par l'augmentation de la vitesse de déformation après le stade primaire, est reliée au mode de déformation : les précipités γ' sont cisaillés par un procédé thermiquement activé générant une augmentation de la densité de dislocations mobiles. Dans ce domaine, le coefficient de Norton est moins élevé, de l'ordre de 10 pour l'Udimet 720 HS. Il semble que le stade d'adoucissement, pendant lequel la vitesse de déformation augmente fortement, soit provisoire, car avant rupture, la vitesse de déformation augmente de manière similaire à celle des essais appartenant au domaine de fluage tertiaire de structure. La rupture pourrait donc être due à la striction de l'éprouvette, l'endommagement par cavitation étant d'ailleurs uniquement observé près de la surface de rupture, comme dans le domaine des fortes contraintes.

La transition de comportement observé pour l'Udimet 720 HS entre les fortes contraintes et les contraintes intermédiaires correspond à la limite d'élasticité mesurée à haute vitesse, lorsque les précipités sont contournés par un mécanisme d'Orowan. Cette transition n'a pas été clairement mise en évidence pour l'Udimet 720 CR. Comme les précipités γ' tertiaires de l'Udimet 720 CR sont plus gros que ceux de l'Udimet 720 HS, sa limite d'élasticité dans le domaine des hautes vitesses est plus faible. Or nous ne disposons pas de suffisamment d'essais de fluage sur l'Udimet 720 CR aux contraintes intermédiaires pour observer clairement une éventuelle transition.

En outre, l'hypothèse d'un changement de comportement de l'Udimet 720 CR aux contraintes intermédiaires ne peut être étayée par les essais de relaxation, car pour l'Udimet 720 HS, ces essais ne révèlent pas la transition pourtant observée en fluage. Ceci peut être expliqué par le fait que le comportement de fluage, lié au cisaillement des précipités γ' dépend fortement de la l'évolution en fonction du temps de la densité de dislocations mobiles, celle-ci étant différente entre un essai de fluage et un essai de relaxation.

Dans le **domaine des contraintes faibles** (entre 400 MPa et 500 MPa à 700°C et entre 140 MPa et 350 MPa à 750°C), les courbes de fluage de l'Udimet 720 HS et de l'Udimet 720 CR représentant la déformation en fonction du temps n'ont pas de stade stationnaire. Le mode de déformation associé à ce comportement de fluage tertiaire précoce ne semble pas gouverné par des mécanismes dislocationnels, compte tenu de la faible densité de dislocations observées et de la faible valeur du coefficient de Norton, 2 pour l'Udimet 720 HS et 3 pour l'Udimet 720 CR. Les mécanismes de déformation intergranulaires paraissent être prédominants, bien que le glissement intergranulaire n'ait pu être mis en évidence. La résistance en fluage de l'Udimet 720 CR, dont la taille de grain est comprise entre 10 µm et 30 µm est supérieure à celle de l'Udimet 720 HS, dont la taille de grain est comprise entre 1 µm et 10 µm. A rupture, l'endommagement observé est présent dans tout le volume de l'éprouvette.
Dans ce domaine, la microstructure de l'Udimet 720 HS vieillit en cours d'essai ; elle est instable à partir de 1000 h à 700°C et à partir de 500 h à 750°C. Au cours du vieillissement, la distribution des précipités γ' de l'Udimet 720 HS tend vers celle de l'Udimet 720 CR. Entre les deux microstructures, seule perdure la différence de taille de grain.

Pour prendre en compte les mécanismes de déformation et de dommage spécifiques à chaque domaine, un modèle de type Dyson et McLean a été retenu :

- dans le domaine des fortes contraintes, le modèle permet de décrire l'intégralité des courbes de fluage, jusqu'à la rupture, ainsi que les courbes de traction.
- dans le domaine de fluage tertiaire précoce, l'adoucissement de l'Udimet 720 HS par l'augmentation de la densité de dislocations mobiles n'est pas décrit de façon satisfaisante par le paramètre D_d, ni dans la version de McLean, ni dans la version affinée que nous avons proposée.
- dans le domaine des faibles contraintes, l'endommagement par cavitation est à prendre en compte et il faut tenir compte du fait que la microstructure de l'Udimet 720 HS devient instable. La modélisation du comportement de l'Udimet 720 à cette température nécessite également de prendre en compte l'influence de la taille de grain, ce qui n'est pas prévue dans le modèle de Dyson.

Ce travail a permis de faire une première analyse de l'intérêt des modèles de type Dyson pour décrire le comportement de l'Udimet 720.
La description de l'augmentation de la densité de dislocations mobiles est à affiner, en s'inspirant des modèles uniquement basés sur l'évolution de la densité de dislocations mobiles et de la forêt, mieux adaptés à décrire la finesse des mécanismes dislocationnels qui pilotent le comportement de l'Udimet 720 HS.
L'étape suivante au développement du modèle est de l'implanter en tridimensionnel dans un code de calcul par éléments finis pour prédire le comportement de structures complexes. Il s'agirait d'abord de valider le modèle sur des éprouvettes axisymétriques entaillées, pour prédire ensuite le comportement d'un disque de turbine. Bien que ce travail n'ait pas été réalisé pendant la thèse, on peut penser que la conversion de ce modèle est réalisable. En

effet, la conversion de modèles uniaxiaux à plusieurs variables de dommages a été proposée par Hayhurst [Hayhurst 2001].

Confrontation au cahier des charges

Au regard du cahier des charges du disque de turbine, il apparaît que :

- l'Udimet 720 élaboré par CIC ne remplit pas les critères de sélection établis à partir de la résistance au fluage à 60 000 h à 0,2% et 1% de déformation.
- la microstructure de l'Udimet 720 CR semble stable pour une durée de 60 000 h, correspondant à un intervalle de fonctionnement entre deux maintenances, cependant la microstructure de l'Udimet 720 HS apparaît "sous-vieillie" par rapport à la température de fonctionnement maximale de 700°C.
- la constante de Monkmann-Grant est inférieure à 5% en fluage pour les essais à faible contrainte (vitesses inférieures à $10^{-8}s^{-1}$), ce qui indique une faible capacité de l'Udimet 720 à se déformer durant le stade stationnaire.

Voies d'amélioration possibles de l'Udimet 720 élaboré par CIC

Les très fins précipités γ' améliorent certes les propriétés de traction et de fluage à fortes contraintes, mais leur effet est négligeable aux faibles contraintes et ils sont instables à partir de 700°C. De plus, aux contraintes intermédiaires, le cisaillement des précipités γ' entraîne un adoucissement de la microstructure. Des vieillissements de type du traitement thermique CR semblent plus appropriés, afin d'obtenir un matériau dont la microstructure est correctement stabilisée.

D'après les conclusions établies dans ce chapitre, il apparaît que pour des applications de fluage de longues durées, la faible taille de grain de l'Udimet 720 élaboré par CIC est préjudiciable. Pour permettre à la taille de grain de grossir au delà des PPB, les traitements thermiques supersolvus sont insuffisants. Une voie d'amélioration de l'Udimet 720 élaboré à partir de poudre résiderait donc dans l'optimisation du cycle de CIC, permettant d'augmenter la taille de grain austénitique tout en conservant les avantages de la métallurgie des poudres en terme d'homogénéité de la structure.

CONCLUSIONS

Le travail présenté concerne l'analyse du comportement et de l'endommagement du superalliage Udimet 720 élaboré par Compression Isostatique à Chaud (CIC). Cette nuance est envisagée pour la réalisation de disques de turbines des futurs Réacteurs à Haute Température (RHT).

Concernant l'étude de la microstructure, deux traitements thermiques "High Strength" et "Creep Resistant" habituellement utilisés pour l'Udimet 720 forgé ont été appliqués à l'Udimet 720 CIC. À l'issue des traitements thermiques HS et CR, les deux microstructures diffèrent par la taille de grain et la répartition des précipités γ'.
Ces différents paramètres ont été observés à l'échelle du microscope optique, du MEB, et du MET pour accéder à la plus petite population de précipités γ', de quelques dizaines de nanomètres de diamètre. Il s'avère que la taille de grain maximale obtenue après le palier supersolvus du traitement CR est d'environ 30 µm, car les précipités aux frontières des anciennes particules de poudres bloquent la croissance des grains.
Des observations au MET d'Udimet 720 vieilli à 650°C, 700°C et 750°C ont permis de réaliser un suivi de la cinétique de vieillissement. L'instabilité des précipités γ' tertiaires à partir de 1000 h à 700°C et 500 h à 750°C a ainsi été mise en évidence dans l'Udimet 720 HS. Lors des vieillissements thermiques réalisés, la distribution des précipités γ' de l'Udimet 720 HS tend vers celle de l'Udimet 720 CR. En revanche, la microstructure de l'Udimet 720 CR demeure stable après 5000 h à 750°C.
L'apparition de phases fragilisantes n'a pas été observée dans les différentes conditions de vieillissement étudiées.

En ce qui concerne l'analyse du comportement et de l'endommagement en fluage de l'Udimet 720, des essais de fluage ont été réalisés à 650°C, 700°C et 750°C sur les deux microstructures HS et CR, complétés par des essais de traction et de relaxation.
Nous nous sommes particulièrement intéressés aux origines des différents stades tertiaires de fluage observés. Pour cela, différentes approches ont été mises en œuvre. Trois domaines de comportements, communs aux trois températures, ont ainsi été identifiés en fonction de la gamme de contraintes appliquée.
Dans le domaine des fortes contraintes (fort ratio $\sigma/E(T)$), le comportement des deux microstructures est similaire. Il est caractérisé par un stade primaire suivi d'un stade stationnaire piloté par l'augmentation de la contrainte vraie. Ce type de comportement est appelé fluage tertiaire de structure. Les analyses réalisées au MET des mécanismes de déformation ont permis de relier ce domaine de fluage à un mode de franchissement des précipités γ' par contournement selon un mécanisme d'Orowan commun aux essais de traction.
Dans le domaine des contraintes intermédiaires (ratio $\sigma/E(T)$ intermédiaire), le comportement de l'Udimet 720 CR est différent de celui de l'Udimet 720 HS. L'Udimet 720 CR possède encore un comportement de fluage tertiaire de structure, alors que le comportement de l'Udimet 720 HS est caractérisé par l'absence de stade stationnaire et un stade tertiaire qualifié de précoce. L'adoucissement observé pour l'Udimet 720 HS a pu être corrélé au cisaillement des précipités γ' analysés au MET, générant une augmentation de la densité de dislocations mobiles.
Dans le domaine des contraintes faibles (faible ratio $\sigma/E(T)$), le comportement des deux microstructures présente un fluage tertiaire précoce. Cependant, les mécanismes de déformation de ce domaine ne semblent pas être pilotés par des mécanismes dislocationnels comme à plus forte contrainte, mais plutôt par des mécanismes intergranulaires.

L'endommagement observé au MEB sur les éprouvettes de fluage rompues est intergranulaire ou interparticulaire ; la coïncidence des joints de grains et des frontières de particules de poudre étant un site d'amorçage privilégié. Dans le cas du fluage tertiaire de structure, la rupture se produit par striction de l'éprouvette. Les éprouvettes menées à rupture présentent des fissures et des cavités uniquement à proximité de la surface de rupture. Dans le domaine des faibles contraintes, l'endommagement est réparti dans tout le volume de l'éprouvette.
Nous avons observé que le début du stade tertiaire apparent n'était pas lié à l'apparition d'endommagement par cavitation. Les méthodes d'extrapolation habituelles basées sur la vitesse de déformation minimale ne peuvent donc pas être appliquées.

Un modèle de type Dyson et McLean a été adapté pour décrire toute la courbe de fluage de l'Udimet 720 en intégrant les paramètres microstructuraux spécifiques à l'Udimet 720 HS et CR et les paramètres physiques liés aux mécanismes de déformation et d'endommagement.
Dans le domaine de fluage tertiaire de structure, les courbes expérimentales sont en bonne adéquation avec le modèle, pour les deux microstructures étudiées.
Dans le cas du fluage tertiaire précoce de l'Udimet 720 HS aux contraintes intermédiaires, l'augmentation de la densité de dislocations mobiles n'est par décrite par un paramètre suffisamment fin pour décrire l'allure des courbes expérimentales.
Dans le domaine des contraintes faibles, des premières simulations ont montré que l'introduction de paramètres décrivant la cavitation et la coalescence des précipités γ' pour l'Udimet 720 HS semblait une voie de développement prometteuse. Toutefois, le modèle ne décrit pas les courbes expérimentales de manière satisfaisante, car les mécanismes de déformation intergranulaire ne sont pas pris en compte.

Au vu de l'ensemble des résultats présentés, les perspectives pour une poursuite de cette étude peuvent être regroupées selon deux domaines d'intérêts.

Le **premier domaine** concerne directement la compréhension plus fine des mécanismes de déformation analysés à l'échelle du MET dans ce travail.

La modélisation du comportement de l'Udimet 720 HS dans le domaine correspondant au cisaillement des précipités γ' a mis en évidence la nécessité d'affiner la description de l'évolution de la densité de dislocations mobiles et de la forêt au cours du temps. L'approche de Kubin et Estrin qui consiste à prendre en compte l'évolution de la vitesse de déformation en fonction d'équations couplées décrivant l'évolution de la densité de dislocations mobiles et de la forêt semble devoir permettre de mieux prédire le mécanisme de cisaillement des précipités.
Une première analyse des mécanismes de déformation à faible contrainte à 750°C a montré un mécanisme de cisaillement différent de celui observé aux contraintes intermédiaires. De plus, il semble que la déformation soit pilotée par un mécanisme de déformation intergranulaire, bien que les premiers essais dédiés à l'observation du glissement intergranulaire n'aient pas permis de le mettre en évidence. Ce type d'essai mérite néanmoins d'être poursuivi. En effet, si le glissement intergranulaire apparaît être un mécanisme de déformation prépondérant dans ce domaine de contraintes, il serait intéressant d'adapter les traitements thermiques pour optimiser la résistance des joints de grains en terme de morphologie (joints de grains dentelés), d'orientation et de types de carbures. Pour cela, les conditions expérimentales des essais dédiés au glissement intergranulaire pourraient être améliorées en gravant des grilles suffisamment fines par rapport à la taille de grain, et en augmentant la qualité du vide ou même en réalisant les essais sous atmosphère réductrice de type argon hydrogéné pour limiter la formation d'oxyde de chrome.

Les essais de relaxation, utilisés dans le cadre de l'étude pour étoffer la basse de données de fluage sur un large panel de vitesses, pourraient également être complétés et utilisés pour mieux définir les conditions d'essais de fluage en déterminant *a priori* les différents domaines de sensibilité de la vitesse à la contrainte en fonction de la température. Des essais de relaxation interrompus peuvent également être réalisés pour observer la structure de dislocations des différents domaines.
Pour prédire le comportement de structures complexes comme un disque de turbine, le modèle proposé devra être étendu à des chargements multiaxiaux avant d'être intégré dans un code de calcul par éléments finis. Ceci implique sans doute une étape intermédiaire qui consiste à valider le modèle sur des éprouvettes axisymétriques entaillées, puis à définir un critère de rupture.

Le **deuxième domaine** a trait à l'utilisation potentielle de ce matériau pour réaliser des disques de turbines d'un futur RHT.

Tout d'abord, il s'agit de vérifier l'impact de l'environnement spécifique aux RHT. En effet, les essais de fluage ont été réalisés sous air et non sous hélium impur. Des études réalisées dans les années 1970 sur un alliage à base de nickel ont montré que les essais de fluage réalisés sous air et sous hélium présentaient des temps à rupture similaires. Cependant, le comportement peut être modifié et le matériau peut devenir fragile s'il est décarburé.
Pour des applications de fluage de longues durées, correspondant au fonctionnement du disque durant 60 000 h sans maintenance à une température maximale de 700°C, la faible taille de grain de l'Udimet 720 brut de CIC est préjudiciable. Il faut donc faire grossir la taille de grain via par exemple l'optimisation du cycle de CIC. En plus d'améliorer la résistance en fluage, augmenter la taille de grain permet de découpler les joints de grains des frontières de particules de poudre, considérés comme des sites potentiels d'amorçage d'endommagement. Cependant, il faut trouver une taille de grain optimale et homogène pour ne pas trop diminuer la tenue en fatigue.
La stabilité microstructurale requise pour le disque nécessite l'utilisation d'un traitement thermique de type CR, permettant d'assurer la stabilité des précipités γ'. L'étude de l'Udimet 720 HS a en effet montré que l'utilisation d'une microstructure sous-vieillie optimisée pour la traction n'était pas adaptée au fluage à basse contrainte. De plus, il faut garantir que le vieillissement sous contrainte n'induit pas une accélération de la cinétique de vieillissement.
Les analyses du comportement de fluage de l'Udimet 720 CIC demandent à être étendues aux autres propriétés à chaud, telle que la fatigue. La fréquence des cycles d'arrêt/démarrage du disque de RHT n'est pas encore précisément connue, mais la sollicitation cyclique du disque est toutefois à prendre en compte. L'essai de fluage réalisé sur une éprouvette pré-déformée en traction a d'ailleurs montré un fort effet d'une pré-déformation sur le comportement et la durée de vie en fluage. Il serait donc intéressant de regarder l'effet du couplage entre fatigue et fluage. Les essais de relaxation sont également utiles pour appréhender la capacité du matériau à relaxer les contraintes dans les zones de concentration présentes dans les disques. En outre, pour tester la tolérance aux dommages du matériau, des essais spécifiques dédiés à l'étude de la propagation de fissure doivent être réalisés.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

A&D Alliage, 2003, *Fabrication de disques de turbine en superalliage. Gammes et pratiques industrielles, outils et installations, limites pratiques*, Exposé de J. Montagnon, séminaire "disques de turbines", CEA-Grenoble, 13 et 14 mai 2003.

ASTM, 1998, Annual book of ASTM Standards, section 3, vol. 03.01, E139-83.

Ashby M.F., Dyson B.F., 1984, *Creep damage mechanism and micromechanism*, Advances in fracture research, Ed. Pergamon Press.

Auzoux Q., Allais L., Pineau A., Gourgues A.F., 2002, *Reheat cracking in austenitic stainless steels*, Fracture mechanics beyond 2000, ECF 14, ed. A. Neimitz, I.V. Rokach, D. Kocanda, K. Golos, 8-13 septembre 2002, Cracow, Emas, p. 137-144.

Backman D.G., Mourer D.P., Bain K.R., Walston W.S., 2003, *AIM : a new methodology for developing disk materials*, Advanced Materials and Processes for Gas Turbine, TMS, pp. 255-263.

Basinski S.J. et Z.S., 1979, in Dislocations in solids, Ed. F.R.N Nabarro, North Holland Publishing compay.

Basoalto H.C., Dyson B.F., McLean M., *A quantitative physics-based approach to creep and LCF prediction : application to nickel-base superalloys*, to be published.

Bégot S., 2002, *Fluage d'un superalliage pour disque de turbines–Influence du vieillissement thermique sur la durée de vie*, Rapport de stage de fin d'études.

Bensussan P., 1986, *Approches mécaniques globale et locale de l'amorçage et de la propagation de fissures par fluage dans l'alliage léger aluminium-cuivre 2219*, Thèse de doctorat, Université d'Orsay.

Bhowal P.R., Wright E.F., Raymond E.L., 1990, *Effects of cooling rate and γ' morphology on creep and stress-rupture properties of a powder metallurgy superalloy*, Metallurgical transaction A, vol. 21A, pp. 1709-1717.

Blum W., 1993**,** *High temperature deformation and creep of crystalline solids***,** Materials science and technology, vol. 6 , Edited by Cahn, Haasen, Kramer.

Bouche G., 2000, *Modélisation de l'endommagement à haute température dans le métal d'apport des joints soudés d'acier inoxydable austénitique*, Thèse de doctorat, ENSMP.

Bréchet Y., 1987, *Fatigue des alliages binaires aluminium-lithium : un exemple de localisation de la déformation plastique*, thèse de doctorat, INPG.

Brite BIMETAL, *Mechanics on Bimetallic Discs*, programme Brite-Euram III, 1998.

Brown L.M, Ham R.K., 1971, *Dislocation-particle interactions*, Strengthening methods in Cristals, A.Kelly and Nicholoson R.B Ed, Elsevier; Amsterdam.

Bridgman P.W., 1943, *The stress distribution at the neck of a tension specimen*, Transaction of the American society of metals, vol. 32, pp553-574.

Burlet H., 2002, *Technologie des turbines à gaz*, Réacteurs à haute température : un nouvel essor ? Conférence nationale de la SFEN, décembre 2002, Paris.

Chateau E., 1999, *Comportement et endommagement en fluage à haute température du superalliage forgé à base nickel Udimet 720*, Thèse de doctorat, ENSMP.

Chabaud-Reytier M., 1999, *Etude de la fissuration différée par la relaxation d'un acier inoxydable austénitique stabilisé au titane*, Thèse de doctorat, ENSMP.

Condat M, Décamps B., 1987, *Shearing of γ' precipitates by single a/2 <110> matrix dislocations in a γ/γ' Ni-based superalloy*, Scripta metallurgica, vol. 21, n°5, pp. 607-612.

ConwayJ.J., Moll J.H., 1993, *Current status of powder metallurgy near net shapes by Hot Isostatic Pressing*, ASM international third Conference on Near Shapes manufacturing, Pittsburgh, PA, USA, 27-29 September 1993, pp. 125-131.

Couturier R., 1999, *Etude des propriétés mécaniques de l'acier 316 LN élaboré par Compression Isostatique à Chaud. Influence des paramètres de fabrication*, Thèse de doctorat, ENSMP.

Couturier R., Calapez J., Riccetti B., Scheer N., Guétaz L., 2002, *Matériaux de turbine pour Réacteurs à Caloporteurs Gaz*, Synthèse des travaux expérimentaux en 2001, NT DTEN n°2002-28.

Davidson J., 1994, *Process of grain enlargement in consolidated alloy powders*, United States Patent, n°5,395,464.

Décamps B., Morton A.J., Condat M., 1991, *On the mechanism of shear of γ' precipitates by single (a/2)<110> dissociated matrix dislocations in Ni-based superalloys*, Philosophical Magazine, A, vol. 64, n°3, pp. 641-668.

Dherbey F., 2000, *Déformation à chaud du dioxyde d'uranium polycristallin : des mécanismes microscopiques au comportement cristallin*, Thèse de doctorat, INPG

Douin J., Guétaz L., 2003, communication privée.

Dumont C., Petie P., Georges E., Lescuyer D., Mazuel P et Page G., 2000, *Élaboration et mise en forme de pièces pour turbine*, 42^{e} colloque de métallurgie à l'INSTN, Journal de Physique IV, vol. 10, pp.4-9 à 4-15.

Durand-Charre M., 1997, *The microstructure of superalloys*, Gordon and Breach Science Publishers.

Dyson B.F., McLean M, 1983, *Particle-coarsening, σ_0 and tertiary creep*, Acta Metallurgica, vol. 31, n°1, pp. 17-27.

Dyson B.F., McLean M., 1998, *Microstructural evolution and its effects on the creep performance of high temperature alloys*, conference Microstructural stability of creep resistant alloys for high temperature plant application, UK nov. 1997, pp. 371-393.

Dyson B.F., 2000, *Use of CDM in materials modeling and component creep life prediction*, Journal of Pressure Vessel Technology, vol. 122, pp. 281-296.

Estrin Y., Kubin L.P., 1986, *Local strain hardening and non-uniformity of plastic deformation*, Acta Metallurgica, vol. 34, n°12 pp.2455-2464.

Estrin Y., 1996, *Dislocation-density-related constitutive modelling*, Unified constitutive laws of plastic deformation, Academic Press, pp.69-105.

Evans R.W., Parker J.D., Wilshire B., 1992, *The τ Projection concept : a model-based approach to design and life extension of engineering plant*, International Journal of Pressure vessels and piping, vol. 50, n° 1-3, pp. 147-160.

Fivel M., 1997, *Études numériques à différentes échelles de la déformation plastique des monocristaux de structure cfc*, Thèse de doctorat, INPG.

Frost H.J., Ashby M.F., 1982, *Deformation mechanism maps*, The plasticity and creep of Metals and Ceramics, Pergamon Press.

Furrer D. U., Fecht H-J, 1999, *Ni-based superalloys for turbine discs*, JOM, vol. 51, n°1, pp. 14-17.

Furrer D.U., Fecht H-J., 2000, *Microstructure and mechanical property development in superalloy U720 LI*, Superalloys 2000, TMS, pp. 415-425.

Garibov G.S., 1996, *Large-size discs made from new superalloys by direct HIP only*, Advances in powder metallurgy and particulate materials, Washington 16-21 juin 1996.

Gessinger G.H., 1984, *Powder metallurgy of superalloy*, Ed. Butterworths.

Guedou J.Y., Lautridou J.C., Honnorat Y., 1993, *N 18, powder metallurgy superalloy for disks : development and application*, Journal of materials engineering and performance, vol. 2 n°4, p. 551-556.

Guimier A., Strudel J.L., 1970, *Stacking fault formation and mechanical twinning process in a nickel base superalloy during tensile deformation at high temperature*, Paper from second international conference on the strength of metals & alloys, ASM, Metals Park, pp. 1145-1149.

Guyot P., 1971, *Hardening by ordered coherent precipitates related to the statistical theory*, Phil. Mag, 24-190, pp. 987-993.

Hayhurst D.R., 2001, *High temperature creep deformation and rupture model, Handbook of Materials Behavior Model,Ed. Academic Press*, section 9.6, pp. 835-848.

Hirsch P.B., Humphreys F.R.S. & F.J.**,** 1970, *The deformation of single crystals of copper and copper-zinc alloys containing alumina particles, I-Macroscopic properties and workhardening therory*, Proceedings of the Royal Society of London, A. 318, pp. 45-72.

Hirth J.P., Lothe J., *1982, Theory of dislocations (2nde edition)*, Wiley interscience publiction, John Wiley & sons Editors.

Hollomon J.H., Jaffe L.D., 1945, *Time-temperature relation in tempering steel*, Transactions of AIME, vol. 162, p.223-249.

Honnorat Y., 1991, *N18, un superalliage de nickel tolérant aux dommages pour les disques de moteurs d'avions de comba*t, Matériau et techniques (Paris), vol. 79, pp.19-29.

Jackson M.P., Reed R.C., 1999, *Heat treatment of Udimet 720LI : the effect of microstructure on properties*, Materials Science and Engineering, A259, n°1, pp. 85-97.

Jain S.K., Ewing B.A., Yin C.A., 2000, *The development of improved performance PM Udimet 720 turbine disks*, Superalloys 2000, TMS, pp. 785-793.

Jakobeit W., Pfeifer J.P., Ullrich G**.**, 1984, *Evaluation oh high temperature alloys for helium gas turbine*, Nuclear technology, vol. 66, n°1, pp. 195-206.

James A, 2001, *Review of rejuvenation process for nickel base superalloys*, Materials Science and technology, vol. 17, n°7, pp.481-486.

Jemain A., Caillau, J., 1999, Usine nouvelle, 4 novembre 1999, pp.78-80.

Keefe P.W., Mancuso S.O., Maurer G.E., 1992, *Effects of heat treatment and chemistry on the long-term phase stability of a high strength nickel-based superalloy*, Superalloys 1992, pp. 487-496.

Koul A.K., Castillo R., 1993, *Creep behavior of industrial turbine blade materials*, Materials Congress Materials Week'93, October 17-21, Pittsburgh, Pennsylvania, chap. 6, pp. 95-125.

Kocks U.F., 1976, *Laws for Work-Hardening and Low-Temperature Creep*, J. Eng. Mater. Technol., 98, n°1, 76-85.

Kocks U.F., 1987, in *Unified constitutive equations for creep and plasticity*, Ed. A.K. Miller, Elsevier pp. 1-88.

Kocks U.F., 2001, *Realistic constitutive relations for metal plasticity*, Materials Science and Engineering, A317, n°1-2, pp. 181-187.

Kubin L.P., Estrin Y., 1990, *Evolution of dislocations densities and the critical conditions for the Portevin-Le Chatelier effect*, Acta metall. et mater., vol. 38, n°5, pp. 607-708.

Lasalmonie A., Strudel J.L., 1975, *Interfacial Dislocation Networks Around Gamma Prime Precipitates in Ni-Base Alloys*, Phil Mag, 31, n°115, pp. 937-949.

Lasalmonie A., Strudel J.L., 1986, *Review : influence of grain size on the mechanical behaviour of some high strength materials*, Journal of Materials Science, 21, n°6, pp. 1837-1852.

Larson J.M., 1974, *Powder metallurgy IN-100 : Processing, microstructure and mechanical properties*, Modern development in powder metallurgy, vol.8, pp.547-566.

Lemaitre J., Chaboche J.L., 1988, Mécanique des matériaux solides, Ed. Dunod.

Locq D., Marty M., Caron P., 2000, *Optimisation of the mechanical properties of a new PM superalloy for disk applications*, Superalloys 2000, TMS, pp. 395-403.

Lu T.C., 1987, *Structure superficielle des poudres de superalliages base nickel, et mécanismes intervenant au cours de la solidification*, Thèse de doctorat, ENSMP.

McLean M., Dyson B.F., 2000, *Modeling the effects of damage and microstructural evol.ution on the creep behavior of engineering alloys*, Journal of Engineering Materials and Technology, vol. 122, n°3, pp. 273-278.

Maldini M., Lupinc V., 1999, *Modelling of creep behaviour of a wrought Ni base superalloy in a wide range of stress/temperature conditions*, Life assessment of hot section gas turbine component, Proceedings of a conference Held at Heriot Watt University Edinburgh UK, pp. 109-118.

Manonukul A, Dunne FPE, Knowles D, 2002, *Physically-based model for creep in nickel-base superalloy C263 both above and below the gamma solvus*, Acta Materiala 50, pp. 2917-2931.

Mecking H., Kocks U.F, Fischer H., 1976, Hardening, recovery and creep in FCC monocrystals and polycristals, Proc. 4th Int. Conf. On the Strength of metals and alloys, Nancy, France, pp. 334-359.

Moll J.H., Conway J.J., 2000, *Characteristics and properties of as-HIPed P/M Alloy 720*, Superalloys 2000, TMS, pp. 135-142.

Monkman F.C., Grant ,1956, Proceedings of the American Society of testing materials.

Mons C, *Traitements thermiques des superalliages*, Techniques de l'ingénieur M1 165.

Muga FP, 2002, *Features of direct cycle gas turbine*, High Temperature Reactor School, 4-8 novembre 2002, Cadarache France.

Nabarro FRN, de Villiers H.L., 1995, *The physics of Creep*, Ed. Taylor&Francis.

Norell M., 1996, *Influence of segregants on creep fracture of Powder Metallurgical martensic stainless steel*, PhD Thesis, Chamlers University of Technology, Göteborg, Sweden.

OKBM (sigle russe pour "Experimental design bureau of machine building"), 1998, *Conceptual design report*, Task PL9, Prod, PL9-4, Rev0.

Poirier J.P., 1976, *Plasticité à haute température des solides cristallins*, Ed. Eyrolles.

Pierron X., Banik A., Maurer GE, Lemsky J, Furrer DU, Jain S., 2000, *Sub-solidus process for P/M conventional billet conversion*, Superalloys 2000, TMS, pp. 425-433.

Pineau A., Lecroisey F, Castagne J.L., Sindzingre M., 1969, *Étude de la limite élastique d'un alliage durci par précipitation cohérente et ordonnée*, Acta Materiala, vol. 17, pp. 905-913.

Prager M., 1995, *Development of the MPC Omega method for life assessment in the creep range*, Journal of Pressure Vessel Technology, vol. 117, n°2, pp. 95-103.

Provendier-Aubourg V., 1994, *Bases physiques d'un modèle de comportement viscoplastique pour un superalliage base nickel*, Thèse de doctorat, ENSMP.

Radavich JF, 1997, *Electron metallography of alloy 718*, Superalloys 718, 625, 706 and various derivative, the Minerals, Metals and Materials Society, pp. 353-365.

Radavich J.F., Hyzak J., 1991, *Effects of processing and thermal treatments on alloy 720*, Proceedings of the Tenth International Conference on Vacuum Metallurgy., Vol. I., Special Melting, Beijing, China. Metallurgical Industry Press (Peoples Republic of China), pp. 42-53.

Raisson G., Davidson J.H., 1990, *N18, a new generation PM superalloy for critical turbine components*, Conference on high temperature materials for power engineering 1990, part 2, Liège, Kluwer Academic Publishers, pp. 1405-1416.

Rauch E.F., 1993, *Étude de l'écrouissage des métaux : Aspects microstructuraux et lois de comportement*, Thèse d'Habilitation, INPG.

Raujol S., 2003, *Effet du vieillissement sur les mécanismes de déformation en fluage du superalliage pour disque NR3 élaboré par MdP*, Exposé du séminaire "disques de turbines", CEA-Grenoble, 13 et 14 mai 2003.

Reppich B., 1993, *Particle strengthening*, Materials Science and Technology, vol. 6 , Ed. by Cahn, Haasen, Kramer.

Romantsov A.A., 2002, *Testing and investigations of materials for turbocompressor High - temperature components*, Report fot ISTC Project # 1313-2001.

Rösler J., Böttger B., Wolske M., Penkalla H.J., 2002, Berger C., *Wrought Ni-base alloys for advanced gas turbine disc and USC steam turbine rotor applications*, 7th Liège conference, Materials for advanced power engineering, sept 02, pp. 89-103.

Saint-Antonin F., 1997, *Essais de relaxation isotherme,* Techniques de l'ingénieur M141, vol. MB2.

Saint-Antonin F., 1995, *Essais de fluage,* Techniques de l'ingénieur, M140, vol. M 1II.

Scerzernie F.E., Mancuso S.O., Keefe F.W., Mauer G.E., Boesch W.J., 1988, *Udimet Alloy 720*, Special Metals Corporation.

Simonet L., 2003, *Comportement à haute température et stabilité du superalliage Udimet 720 élaboré forgé à gros grains*, Stage de fin d'études d'ingénieur, Rapport Technique CEA DTEN/DL/2003/064.

Sims C.T., 1987, *Superalloys : Genesis and character*, Superalloys II, High temperature materials for aerospace and industrial power, ed. John Wiley & Sons, pp. 3-26.

Terzi S., 2003, *Matériaux pour disques de turbines RCG, Étude du glissement intergranulaire d'un superalliage Udimet 720 élaboré par métallurgie des poudres*, Stage de DEA, Rapport Technique CEA DTEN/DL/2003/064.

Umakoshi Y., 1992, *Deformation of Intermetallic Compounds*, Materials Science and Technology, vol. 6, Ed. Cahn, Haasen, Kramer, pp. 251-310.

Zhang Y.H., Chen Q.Z., Knowles D.M.**,** 2001**,** *Mechanism of dislocation shearing of γ' in fine precipitate strengthened superalloy*, Materials Science and Technology, vol. 17, n°12, pp.1551-1555.

ANNEXES

Mécanismes de durcissement

Plusieurs mécanismes de durcissement sont utilisés dans les superalliages à base de nickel, à la fois dans la matrice et aux joints de grains [Durand-Charre 1997].

La matrice austénitique à base de nickel peut être renforcée par :

(a) des éléments en **solution solide** tel que Co, Cr, W, Mo et V

(b) une **dispersion de particules inertes,** thermodynamiquement stables jusqu'à la température de fusion de l'alliage. Il s'agit de généralement d'oxydes de types ThO_2, Al_2O_3, Y_3O_2 ou MgO. Ces alliages sont appelés "**ODS**" pour Oxide Dispersion-Strengthened alloy.

(c) une **précipitation de particules intermétalliques cohérentes** $(Ni,Co)_3(Al, Ti, Ta, Nb)$ appelées **γ'**, dont la structure $L1_2$ est schématisée sur la figure A1a. Ce durcissement est efficace jusqu'à la température à laquelle les précipités sont dissous ($T_{\gamma solvus}$), soit à environ 100°C sous la température de fusion. Les précipités γ' constituent un obstacle majeur aux dislocations. Ils peuvent être franchis par cisaillement ou par contournement. Ces mécanismes sont exposés au paragraphe 2 du chapitre 1. La figure A1b représente une dislocation de la matrice bloquée dans un précipité par une paroi d'anti-phase.

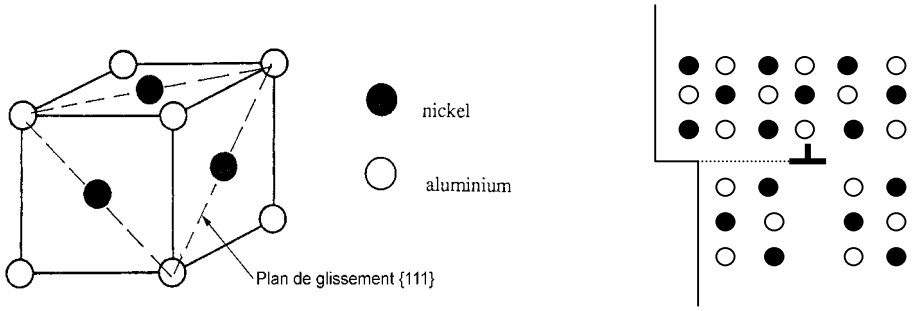


Figure A1: *(a) Structure des précipités γ' ($L1_2$) (b) Dislocation bloquée dans un précipité*

(d) une **précipitation des phases γ' et γ'' :** en plus des précipités γ', des précipités γ'' de composition $Ni_3(Nb,Al)$, se forment dans les alliages enrichis en niobium et tantale. Ils précipitent sous forme de lamelles cohérentes avec la matrice de structure tétragonale centrée DO_{22}. Cette phase est métastable et se transforme en phase δ orthorhombique après vieillissement au-delà de 650°C.

Pour éviter la déformation à chaud par glissement intergranulaire, les joints de grains peuvent être renforcés par **précipitation de carbures** contenant du Ti, Cr, W, Mo, V, Co, Ta, Zr et Hf.

Composition des superalliages cités dans la thèse

La tableau A1 répertorie les compositions des principaux superalliages élaborés par forgeage ou par métallurgie des poudres [Durand-Charre 1997] ainsi que les superalliages évoqués dans la thèse. Le mode de durcissement prédominant est également indiqué d'après les lettres définies ci-dessus (de a à d).

Élaboration par voie lingot

Alliage	Mode de renforcement principal	**Ni**	**Cr**	**Co**	**Ti**	**Mo**	**Al**	**W**	**B**	**Zr**	**C**	**Mn**	**Si**	**Fe**	**Nb**
Nimonic 75[1]	a	76	19,5		0,4						0,10	0,3	0,3	3,3	
Nimonic 80A	c	75	19,5	1,1	2,5		1,3				0,06	0,1	0,7		
IN 750	c	73	15		2,5		0,8				0,04	0,7	0,3	6,8	0,9
Nimonic 90	c	57	19,5	18	2,4		1,4				0,07	0,5	0,7		
Waspaloy	c	58	19	13,5	3	4,2	3		0,006	0,06	0,04				
U-500	c	53	18	18,5	3	4,0	1,4		0,006	0,06	0,04				
IN 706	d	41	16		1,7		0,1		0,0045					38	3
IN 718	d	54	18		0,9	3	0,5				0,05			18	5,2
U-700	c	53	15	18,5	3,5	5,2	4,3		0,03		0,08				
U-720	c	55	18	15	5	3	2,5	1,25	0,035	0,03	0,03				
C263[2]	c	50	20	20	2,15	5,8	0,45				0,06	0,6	0,4	0,7	

Élaboration par métallurgie des poudres

Alliage	Mode de renforcement principal	**Ni**	**Cr**	**Co**	**Ti**	**Mo**	**Al**	**W**	**B**	**Zr**	**C**	**Fe**	**Ta**	**Nb**	**Y_2O_3**	**Hf**
Astroloy[3]	c	55	15	16,9	3,5	5,05	3,85		0,027	0,06		0,17				
N 18	c	57	11,2	15,6	4,4	6,5	4,4		0,015	0,03	0,02	0,13				0,50
Rene 88 DT	c	57	16	12,7	3,7	4	2,15	4	0,015	0,05	0,05			0,7		
MA 754	b	79	20		0,5		0,3				0,05				0,6	
MA 6000	b	69	15		2,5	2	4,5	4	0,01	0,15	0,05		2		1,1	
NR3[4]	c	61	11,8	14,6	5,5	3,3	3,65		0,013	0,05	0,02					0,33
René 95[5]	c	61	14	8,0	2,5	3,5	3,5	3,5	0,01	0,05	0,03	0,7		3,5		
MERL 76	c	55	12,4	18,5	4,3	3,2	5.0		0,02	0,06	0,02			1,4		0,4
741[6]	c	56	8,7	15,7	1,72	3,7	5,12	5,4	0,016	0,02		0,10		2,8		0,23

Élaboration par solidification dirigée

Alliage	Mode de renforcement principal	**Ni**	**Cr**	**Co**	**Ti**	**Mo**	**Al**	**W**	**B**	**Zr**	**Ta**	**C**
MAR-M 200	c	61	9	10	2		5	12,5	0,015	0,05		0,15
IN 738	c	62	16	8,5	3,4	1,7	3,4	2,6	0,01	0,05	1,7	0,11
IN 100	c	60	8	10	4,7	6	5,5		0,014	0,06,		0,18

Elaboration sous forme de monocristal

Alliage	Mode de renforcement principal	**Ni**	**Cr**	**Co**	**Ti**	**Mo**	**Al**	**W**	**Ta**
AM1	c	64	7,8	6,5	1,1	2	2,5	5,7	7,9

Tableau A1 : *Composition (pourcentage massique) de superalliages à base de nickel forgés ou élaborés par métallurgie des poudres, d'après [Durand-Charre 1997], [1][Sims 1987], [2][Zhang 2001], [3][Lu 1987], [4][Locq 2000], [5][Bhowal 1990], [6][A&D Alliage 2003]*

Dans les matériaux c.f.c.

Les figures B1 et B2 introduisent les notations de Thompson définissant l'indexation cohérente des dislocations parfaites et des Shockley qui leur sont associées.

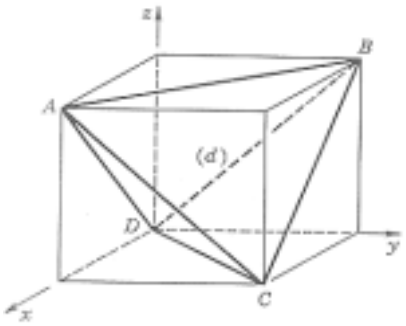


Figure B1 *: Tétraèdre de Thompson défini selon les axes cristallographiques <111> d'un cube de coté a/2 [Hirth 1982]*

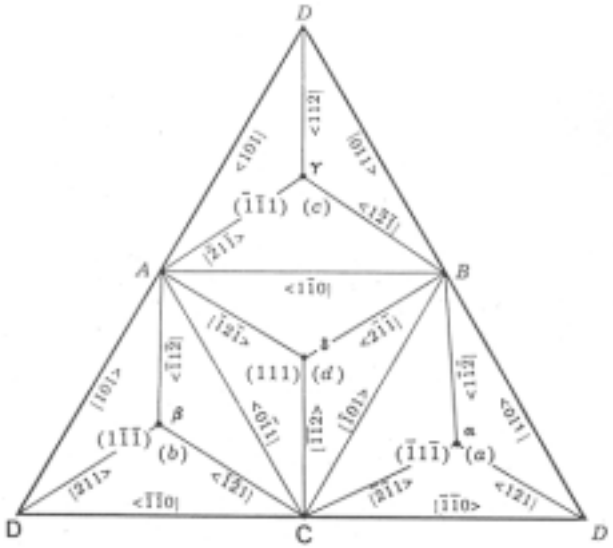


Figure B2 *: Tétraèdre de Thompson déplié à partir du sommet D.*
AB *correspond au vecteur a/2[-110].*
Les partielles associées sont δB et Aδ, soit a/6[-211] et a/6[–12-1] [Hirth 1982]

L'arrangement des partielles bordant un défaut d'empilement est établi par l'axiome suivant :
En regardant la dislocation parfaite (BC par exemple, figure B3) depuis l'extérieur du tétraèdre et dans le sens positif de la ligne, la faute d'empilement intrinsèque est construite en plaçant la partielle « grecque-romane » δB sur la gauche et la partielle Cδ sur la droite. Vu depuis l'intérieur du tétraèdre, l'arrangement intrinsèque est réalisé en plaçant la partielle « grecque–romane » Cδ sur la gauche et δB sur la droite.
Depuis l'extérieur du tétraèdre, la dislocation parfaite peut être représentée selon un vecteur pointant vers la droite (a) ou vers la gauche (b). Dans les deux cas les lettres grecques sont positionnées à l'extérieur.

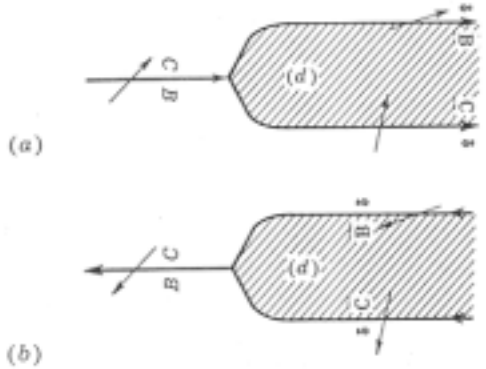


Figure B3 *: Deux vues de la dislocation BC depuis l'extérieur du tétraèdre [Hirth 1982]*

Composition de la poudre d'Udimet 720 LI de l'étude

Ni	**Cr**	**Co**	**Ti**	**Mo**	**Al**	**W**	**Fe**	**Zr**	**C**	**Cu**	**B**
Balance	16,2	15,3	5,18	3,06	2,47	1,33	0,06	0,039	0,023	0,02	0,018
Si	**S**	**Mn**	**P**	**N_2** (ppm)	**O_2** (ppm)						
0,007	0,003	0,002	0,001	31	18						

Tableau C1 : *Composition chimique (% massique) de la poudre d'Udimet 720 LI – lot Tecphy BN00003*

Métallographie optique et MEB

Étapes de polissage	**Support**	**Remarques/ observations en microscopie optique et en microscopie électronique à balayage**
I	*Papier SiC sous eau* Granulométries successives : 320-500-800-1200-2400-4000	
II	*Feutre sous suspension colloïdale diamantée* Granulométrie 1 µm	Permet une finition miroir
II	*Feutre sous solution SPM* diluée dans 3 volumes d'eau distillée	Ne pas utiliser d'éthanol pour rincer, seulement de l'eau distillée Permet un état de surface nécessaire - pour observer les sites d'endommagement (cavités, fissures) et le contraste des grains γ - pour pratiquer une attaque

Attaques pour observations en microscopie optique et Electronique à Balayage	**Réactifs**	**Remarques**
Précipités γ', joints de grains, PP [Radavich 1997]	*Attaque électrolytique* 50% (vol) méthanol 50% (vol) H_2SO_4,	t =15 s V= à 20V T = ambiante
Joints de grains de l'Udimet 720 CR [Durand-Charre 1997]	*Attaque Kalling* 100 mL d'éthanol, 100 mL de HCl, 5 g de $CuCl_2$	t =15 s T = ambiante

Types d'observations	**Conditions au microscope optique**	**Conditions au MEB**
Endommagement[1] (après polissage SPM)	Lumière rasante	Électrons secondaires => mise en évidence des cavités Électrons rétrodiffusés => différences d'orientation cristalline
Microstructure (après attaque)	Conventionnelles	50% électrons secondaires/50% rétrodiffusés

Observations au MET

Préparation pour observations au Microscope Electronique en Transmission	**Polissage**	**Perçage**
Polissages des lames minces	*Polissage mécanique* d'une plaquette d'Udimet 720 pour atteindre une épaisseur de 300 µm. (papier SiC grade 800) *Poinçonnage en pastilles* de 3 mm de diamètre *Polissage mécanique* pour atteindre une épaisseur de 70 µm (papier SiC grade 1200)	*Polissage électrolytique* : 10% d'acide perchlorique 90 % d'éther mono butylique d'éthylène glycol. Réglage du Ténupol V = 18 V flux des doubles jets = 3 sensibilité de la cellule photoélectrique = 4

Types d'observations	**Conditions**	**Remarques**
Microstructure générale	Deux ondes	
Répartition des précipités γ'	Champ sombre sur les taches de surstructures	Meilleur contraste proche d'un axe [100] selon une direction (220)
Arrangement des dislocations	Champ faible (g,3g)	

Tableau C2 : *Méthodes de polissage et d'attaque*

[1] les observations sont réalisées sur des "demi-coupes" polies, obtenues par un découpage longitudinal des éprouvettes suivi d'un polissage mécanique utilisé pour découvrir le plan médian.

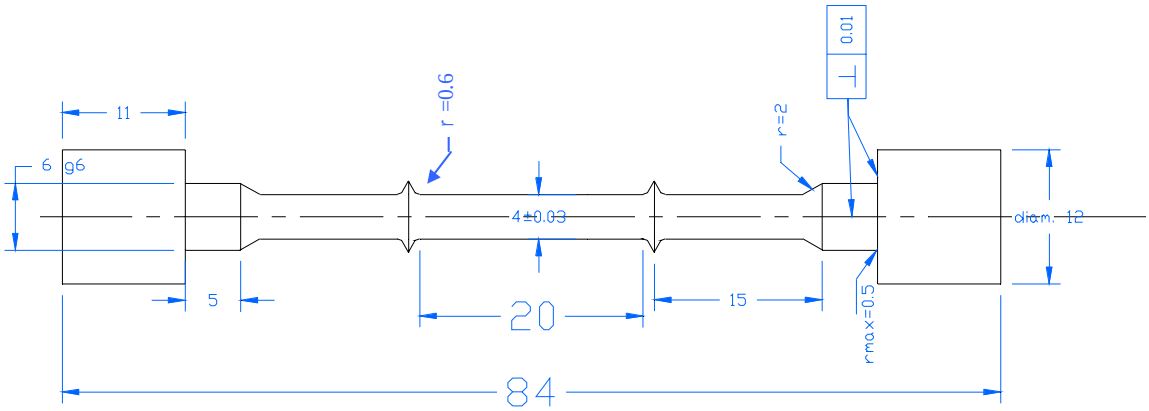


Figure D1 : *Plan d'une éprouvette axisymétrique avec collerettes utilisée en traction et fluage*

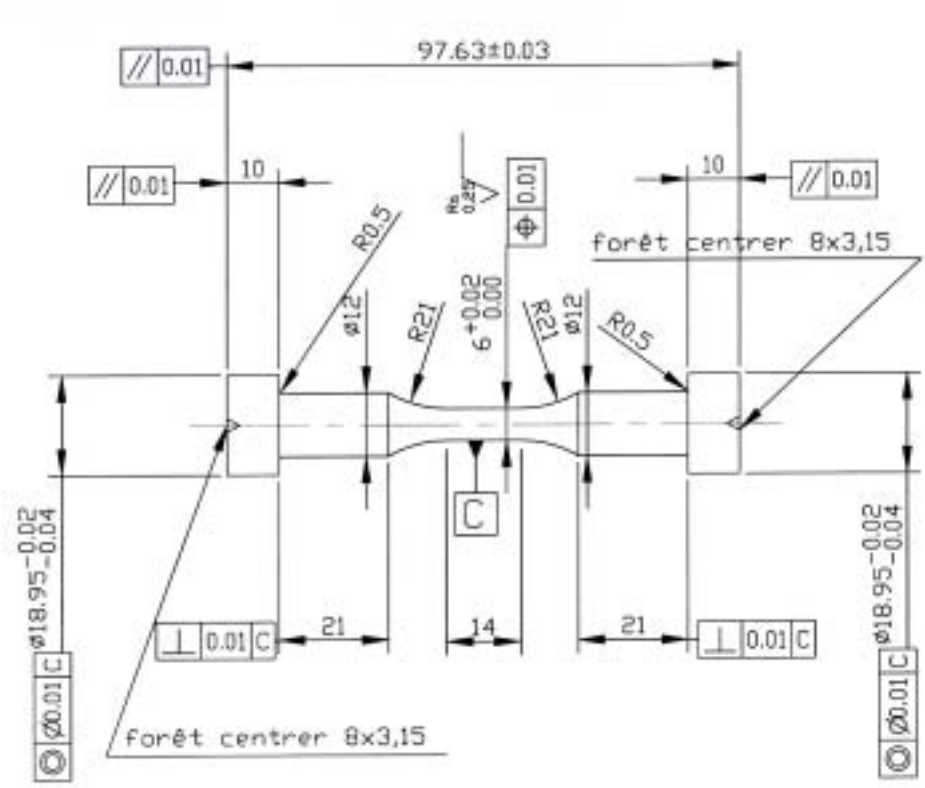


Figure D2 : *Plan d'une éprouvette utilisée en relaxation*

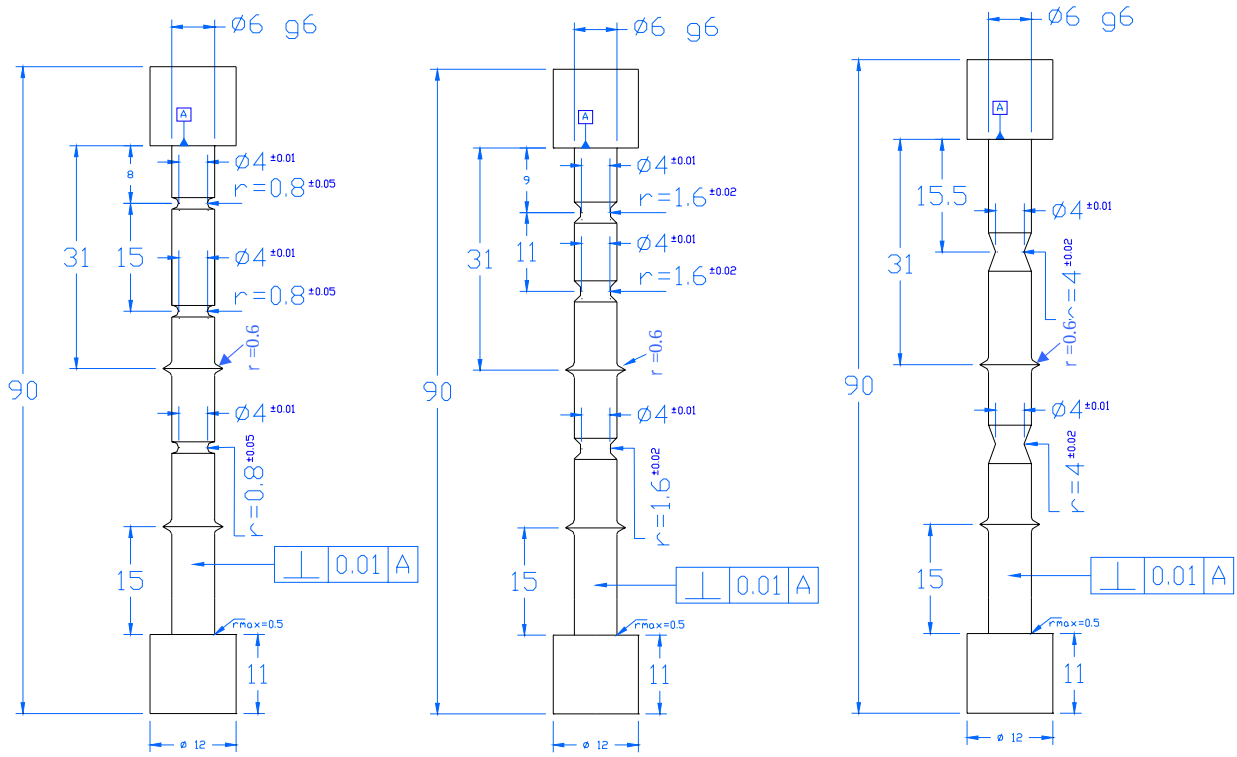


Figure D3 : *Plans des éprouvettes axisymétriques entaillées AE 0.8, AE 1.6 et AE 4 avec collerettes utilisées en fluage*

Essais de fluage

T(°C)	micro-structure	σ (MPa)	validité	réf épr.	Nom du fichier	t_r (h)	A_r (%)	Z (%)	Vitesse mini (s-1)	$t_{1\%}$ (h)	$t_{2\%}$ (h)	$t_{5\%}$ (h)	Pré charge (N)	MEC (min)	A_{MEC} (%)
650	HS	900	OK	TH2-27	03-029	59	7	10	$2\ 10^{-7}$	7	19	48	100	4	0,5
		850	OK	TH1-04	02-021	209	7	8	$5\ 10^{-8}$	48	95	180	100	4	0,5
		800	OK	TH1-08	01-084	492	8	7	$2\ 10^{-8}$	170	280	440	100	4	0,4
		750	rupt collerette	TH1-25	02-018	804	4	5	$6\ 10^{-10}$	327	527		50	4	0,4
		750	OK	TH6-06	03-061	780	6	9	$4\ 10^{-9}$	300	490	750	100	3	0,4
		600	rupt collerette	TH2-15	03-062	4600	7	7	$5\ 10^{-10}$	2320	3100	1240	100	4	0,3
	HS + prédéf en traction à 2,8%	800	OK	Th4-10	03-056	377	3+9	12	$3\ 10^{-8}$	47	147	292	100	4	0,5
	CR	850	OK	TH2-23	02-106	49	14	14	$5\ 10^{-7}$		2	18	100	4	0,5
		825	OK	TH2-25	03-025	53	13	18	$4\ 10^{-7}$	2,7	6	25	100	4	0,4
		800	OK	TH1-12	01-093	90	7	13	$6\ 10^{-7}$	6	17	65	100	4	0,4
		800	OK	TH1-13	01-094	115	7	8	$1\ 10^{-7}$	5	17	70	100	4	0,4
		750	OK	TH3-33	03-058	300	8	12	$5\ 10^{-8}$	14	54	214	50	3	0,4
		750	rupt collerette	TH1-16	02-086	895	7	2	$1\ 10^{-8}$	40	183	750	50	4	0,3
		700	rupt collerette	TH1-18	02-004	920	6	6	$1\ 10^{-8}$	26	128	760	50	4	0,4

T(°C)	micro-structure	σ (MPa)	validité	réf épr.	Nom du fichier	t_r (h)	A_r (%)	Z (%)	Vitesse mini (s-1)	$t_{1\%}$ (h)	$t_{2\%}$ (h)	$t_{5\%}$ (h)	Pré charge (N)	MEC (min)	A_{MEC} (%)
700	HS	850	OK	TH4-09	03-043	8	11	14	$2\ 10^{-6}$	1,5	3	5,5	100	4	0,3
		800	OK	TH6-08	03-070	10	7	12	$1\ 10^{-6}$	2,4	4	8	100	4	0,5
		800	OK	TH4-11	03-074	9	8	13	$5\ 10^{-7}$	5	9	15,4	100	4	0,5
		700	rupt collerette	TH2-26	03-024	40	4	5	$1\ 10^{-7}$	19	29		50	4	0,4
		650	OK	TH4-12	03-106	90	8	5	$5\ 10^{-8}$	35	52	79	50	4	0.4
		600	rupt collerette	U2	02-028	196	7	1	$2\ 10^{-8}$	81	120	178	50	4	0.2
		600	rupt collerette	TH1-28	02-030	165	6	1	$3\ 10^{-8}$	63	98	152	50	4	0,2
		500	p clim ?	TH1-33	02-043	546	8,3	4	$4\ 10^{-9}$	225	333	486	50	4	0,3
		450	rupt collerette	TH3-27	02-115	694	5,6	1	$6\ 10^{-9}$	280	440		20	2	0,3
		400	OK	TH3-28	03-028	1296	7,5	7	$4\ 10^{-9}$	464	787	1167	20	2	0,2
	HS + 1000h 700°C	600	rupt collerette	TH1-29	02-064b	81	4	6	$8\ 10^{-8}$	26	54		50	4	0,2
	HS + 1000h 700°C	600	OK	TH1-30	02-064	95	8	10	$1\ 10^{-7}$	18	40		50	4	0,4
	HS + 5000h 700°C	600	OK	TH1-31	02-079	75	5,8	11	$1\ 10^{-7}$	28	68		50	4	0,4
	CR	750	rupt collerette	TH3-34	03-076	14,5	8,9	2	$1\ 10^{-6}$	1	2	9	100	4	0,5
		700	rupt collerette	TH6-03	03-033	22	6,9	5	$6\ 10^{-7}$	0,8	4	7	50	4	0,2
		600	rupt collerette	TH2-24	03-023	136	5	4	$6\ 10^{-8}$	15	57		50	4	0,3

T(°C)	micro-structure	σ (MPa)	validité	réf épr.	Nom du fichier	t_r (h)	A_r (%)	Z (%)	Vitesse mini (s-1)	$t_{1\%}$ (h)	$t_{2\%}$ (h)	$t_{5\%}$ (h)	Pré charge (N)	MEC (min)	A_{MEC} (%)
750	HS	350	OK	TH3-30	03-019	103	8	4	$9\ 10^{-8}$	30	53	90	20	1	0,2
		280	OK	TH1-05	01-075	333	10,3	12	$5\ 10^{-8}$	40	90	230	20	1	0,2
		280	OK	TH1-06	01-074	333	12,1	11	$3\ 10^{-8}$	70	130	240	20	1	0,2
		280	OK	TH2-14	02-110	459	10	13	$2\ 10^{-8}$	108	190	350	20	1	0,5
		250	rupt collerette	TH3-29	03-020	535	7	7	$1\ 10^{-8}$	150	270	450	20	1	0,1
		220	OK	TH1-21	01-092	950	18	10	$1\ 10^{-8}$	200	344	607	20	1	0,1
		140	OK	TH1-22	02-029	4270	45	31	$8\ 10^{-9}$	190	380	860	20	1	0,1
	HS + 1000h 750°C	220	OK	TH1-03	02-079	828	17	9	$1\ 10^{-8}$	227	500		20	1	0,3
	essai inter-rompu à 5%	280	OK	TH1-40	02-097	330	5	3	$3\ 10^{-8}$	90	162	330	20	1	0,2
	reprise fluage après remise en solution				02-105	401	11	13	$2\ 10^{-8}$	114	195	334	20	1	0,2
	CR	350	rupt collerette	TH6-02	03-036	293	4	3	2 10-8	104	200		20	1	0,2
		280	OK	TH1-09	01-062	635	10	9	3 10-8	30	60	320	20	1	0,2
		220	OK	TH1-10	01-077	1290	5	13	$5\ 10^{-9}$	430	790	1260	20	1	0,3
		140	OK	TH1-11	02-031	5915	10	24	$1\ 10^{-9}$	1900	3000	4900	20	1	0,0

Remarque : Certains essais semblent avoir cassés précocement en fluage suite à une rupture qu niveau d'une des collerettes de l'éprouvette. Ces essais ne figurent pas sur les courbes de fluage du chapitre 3.

Essais de fluage interrompus

T(°C)	micro-structure	σ (MPa)	validité	réf épr.	Nom du fichier	durée (h)	A (%)	Vitesse mini (s-1)	$t_{1\%}$ (h)	$t_{2\%}$ (h)	Pré charge (N)	MEC (min)	A_{MEC} (%)
650	HS	750	OK	ST1 C4528	00-020	500	1,4	$5\ 10^{-9}$	370		50	4	0.4
		750	OK	ST2 C4528	00-024 et 00/036	800	2	$6\ 10^{-9}$	320	530	50	4	0.4
		750	OK	FG5 C4528	00-042	1120	3,5	$5\ 10^{-10}$	570	830	50	4	0.4
	CR	750	OK	TH1-17	02-040	42	1,6	$3\ 10^{-8}$	12		50	4	0.4

T(°C)	micro-structure	σ (MPa)	validité	réf épr.	Nom du fichier	Durée (h)	A (%)	Vitesse mini (s-1)	$t_{1\%}$ (h)	$t_{2\%}$ (h)	Pré charge (N)	MEC (min)	A_{MEC} (%)
750	HS	280	OK	TH1-07	01-078	166	3,4	$9\ 10^{-8}$	30	53	20	1	0,2
		140	OK	TH1-24	01-013	500	0,95	$5\ 10^{-8}$	40	90	20	1	0,0
	CR	140	OK	H1-19	02-076	4531	0,9	$3\ 10^{-8}$	70	130	20	1	0,0

Essais de traction

T(°C)	micro-structure	vitesse de déformation s-1	Réf. éprouvette	Nom du fichier	σ_y (MPa)	$\sigma_{0.2\%}$ (MPa)	σ_{max} (MPa)	σ_r (MPa)	A_r (%)	A_u (%)	Z (%)
20	**HS**	**5 10^{-4}**	**TH1-23**	**2002-061**	**1025**	**1050**	**1445**	**1445**	**14**	**14**	17
	CR	**5 10^{-4}**	**TH2-22**	**2002-420**	**910**	**950**	**1445**	**1445**	**9**	**21**	**15**
650	**HS**	5 10^{-6}	TH2-12	2002-371	850	990	1030	1000	7	1	21
		5 10^{-5}	TH2-11	2002-372	930	1020	1140	1075	26	3	9
		5 10^{-4}	**TH1-26**	**2002-062**	**925**	**990**	**1245**	**1225**	**16**	**9**	**9**
		1 10^{-3}	TH2-06	2002-322	915	1000	1280	1270	14	10	13
		5 10^{-3}	TH2-07	2002-323	960	1010	1330	1255	22	11	23
		1 10^{-2}	TH2-10	2002-324	940	1010	1350	1190,0	23	12	28
		1 10^{-1}	TH2-01	2002-501	900	1000	1350	1330	17	14	17
	CR	**5 10^{-4}**	**TH1-29**	**2002-109**	**740**	**800**	**1190**	**1125**	**20**	**7**	**19**
700	**HS**	**5 10^{-4}**	**TH1-37**	**HS-240702**	**915**	**1015**	**1070**	**1020**	**16**	**4**	**13**
	HS+5000h à 700°C	**5 10^{-4}**	**TH1-31**	**2002-273**	**870**	**990**	**1030**	**1120**	**10**	**1**	**12**
	CR	**5 10^{-4}**	**TH3-32**	**2003-081**	**755**	**900**	**1045**	**880**	**21**	**5**	**28**
750	**HS**	5 10^{-6}	TH2-13	2002-421	480	620	655	590	5	1	0
		5 10^{-5}	TH2-13	2002-419	645	760	790	720	12	**2**	13
		5 10^{-4}	**TH1-27**	**2002-064**	**870**	**940**	**950**	**860**	**13**	**<1**	**14**
		1 10^{-3}	TH2-03	2002-319	845	940	990	910	14	1	13
		5 10^{-3}	TH2-04	2002-320	900	980	1080	1005	14	3	13
		1 10^{-2}	TH2-06	2002-321	915	980	1100	950	21	3	23
		1 10^{-1}	TH2-08	2002-502	910	990	1210	1150	15	7	14
	HS+500h à 750°C	**5 10^{-4}**	**TH1-02**	**2003-186**	**710**	**820**	**870**	**855**	**7**	**2**	**7**
	CR	**5 10^{-4}**	**TH1-20**	**2002-063**	**710**	**815**	**895**	**870**	**8**	**4**	**10**

Essais de relaxation

T(°C)	micro-structure	réf. éprouvette/ Nom du fichier	vitesse de déformation s-1	ε_{pi} (%)	Durée d'essai exploitable(h)
650	HS	TH3-38	$5\ 10^{-4}$	2	7
	CR	TH3-36	$5\ 10^{-4}$	2	8
		TH3-37	$5\ 10^{-4}$	2	4
700	HS	TH3-41	$5\ 10^{-4}$	2	142
750	HS	TH3-40	$5\ 10^{-4}$	2	9
		TH3-39	$5\ 10^{-4}$	2	7
	CR	TH3-35	$5\ 10^{-4}$	2	6

Abréviations employées

t_r (h) : temps à rupture
$t_{1\%}$ (h) : temps nécessaire pour atteindre 1% de déformation plastique
$t_{2\%}$ (h) : temps nécessaire pour atteindre 2% de déformation plastique
$t_{5\%}$ (h) : temps nécessaire pour atteindre 5% de déformation plastique
A_r (%) : allongement à rupture
Z (%) : striction

σ_y (MPa) : limite d'élasticité
$\sigma_{0.2\%}$ (MPa) : contrainte à 0.2% de déformation plastique
σ_{max} (MPa) : contrainte maximale ou résistance à la traction
σ_r (MPa) : contrainte à rupture
A_u (%) : déformation utile ou allongement réparti (allongement avant striction)
MEC (min) : durée de la mise en charge
A_{MEC} (%) : déformation mesurée pendant la mise en charge

ε_{pi} (%) : déformation plastique initiale