



**HAL**  
open science

# Mécanismes de déformation plastique (cyclique et monotone) de l'Inconel X-750

Hasina Randrianarivony

► **To cite this version:**

Hasina Randrianarivony. Mécanismes de déformation plastique (cyclique et monotone) de l'Inconel X-750 . Sciences de l'ingénieur [physics]. Ecole nationale supérieure des Mines de Saint-Etienne, 1992. Français. NNT: . tel-01775205

**HAL Id: tel-01775205**

**<https://hal.science/tel-01775205>**

Submitted on 24 Apr 2018

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

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

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE  
DES MINES DE SAINT-ETIENNE

INSTITUT NATIONAL  
POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

N° D'ORDRE : 67 MD

**THESE**

présentée par

**Hasina RANDRIANARIVONY**

pour obtenir le titre de

**DOCTEUR**

DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE  
ET DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT-ETIENNE

Spécialité : Sciences et Génie des matériaux

**MÉCANISMES DE DÉFORMATION PLASTIQUE  
(CYCLIQUE ET MONOTONE) DE L'INCONEL X-750**

soutenue à SAINT-ETIENNE le 14 Février 1992

Composition du jury :

Messieurs E. LOUCHET  
M. CLAVEL  
T. MAGNIN  
C. BENHAMOU  
J. DRIVER

Président  
Rapporteur  
"  
Examineur  
"



ECOLE NATIONALE SUPERIEURE  
DES MINES DE SAINT-ETIENNE

INSTITUT NATIONAL  
POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

N° D'ORDRE : 67 MD

**THESE**

présentée par

**Hasina RANDRIANARIVONY**

pour obtenir le titre de

**DOCTEUR**

DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE  
ET DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT-ETIENNE

Spécialité : Sciences et Génie des matériaux

**MÉCANISMES DE DÉFORMATION PLASTIQUE  
(CYCLIQUE ET MONOTONE) DE L'INCONEL X-750**

soutenue à SAINT-ETIENNE le 14 Février 1992

Composition du jury :

Messieurs F. LOUCHET  
M. CLAVEL  
T. MAGNIN  
C. BENHAMOU  
J. DRIVER

Président  
Rapporteur  
"  
Examineur  
"



# ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT ETIENNE

Directeur	:	M. Philippe	HIRTZMAN
Directeur de la recherche	:	M. Michel	DARRIEULAT
Directeur de l'enseignement et de la formation	:	M. Jean-Pierre	LOWYS
Secrétaire général	:	M. Jean.Claude	PIATEK

---

## PROFESSEURS DE 1ère CATEGORIE

MM.	BISCONDI	Michel	Matériaux
	COINDE	Alexandre	Economie
	DAVOINE	Philippe	Hydrogéologie
	FORMERY	Philippe	Mathématiques Appliquées
	LALAUZE	René	Génie des procédés
	LE COZE	Jean	Matériaux
	LOWYS	Jean-Pierre	Physique
	MATHON	Albert	Gestion
	PEROCHE	Bernard	Informatique
	PLA	Jean-Marie	Mathématiques
	RIEU	Jean	Matériaux
	SOUSTELLE	Michel	Génie des procédés
	VAUTRIN	Alain	Mécanique et Matériaux
	VERCHERY	Georges	Mécanique et Matériaux

## PROFESSEUR DE 2ème CATEGORIE

M.	TOUCHARD	Bernard	Physique Industrielle
----	----------	---------	-----------------------

## DIRECTEURS DE RECHERCHE

MM.	LESBATS	Pierre	Matériaux
	THEVENOT	François	Génie des Matériaux

## MAITRES DE RECHERCHE

MM.	COURNIL	Michel	Chimie
	DRIVER	Julian	Matériaux
	GIRARDOT	Jean-Jacques	Informatique
	GUILHOT	Bernard	Génie des procédés
	GUY	Bernard	Géologie
	KOBYLANSKI	André	Matériaux
	LANCELOT	Francis	Génie Industriel-Biotechnologie
	MONTHEILLET	Frank	Matériaux
	THOMAS	Gérard	Génie des procédés
	TRAN MINH	Cahn	Génie Industriel-Biotechnologie

## PERSONNALITES HABILITEES OU DOCTEURS D'ETAT

MM.	AIVAZZADEH	Sahram	Mécanique et Matériaux
	BIGOT	Jean-Pierre	Génie Industriel-Biotechnologie
	BRODHAG	Christian	Matériaux
	DECHOMETS	Roland	Stratégie du Développement
Mme.	GOEURJOT	Dominique	Matériaux
MM.	LONDICHE	Henry	Génie Industriel-Biotechnologie
	PIJOLAT	Christophe	Génie des procédés
Mme.	PIJOLAT	Michèle	Génie des procédés

## PERSONNALITES EXTERIEURES A L'ECOLE AUTORISEES A ENCADRER DES THESES

MM.	BENHASSAINE	Ali	Génie des procédés (Ecole des mines Ales))
	BOURGOIS	Jacques	Génie Industriel-Biotechnologie (Univ St Etienne)
	GRAILLOT	Didier	Ingénieur RHEA
	MAGNIN	Thierry	Matériaux (Univ Lille)
	VERGNAUD	Jean-Marie	Génie des procédés (Univ St Etienne)



Ce travail a été effectué dans les laboratoires de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne et du Centre de Microscopie Electronique Stéphanois, sous la direction de monsieur J. H. DRIVER. Je tiens à le remercier tout particulièrement pour sa compétence et sa disponibilité, pour la confiance et l'amitié qu'il m'a témoignées.

J'exprime toute ma gratitude à :

- monsieur F. LOUCHET, de l'Institut National Polytechnique de Grenoble, qui m'a fait l'honneur de présider ce jury, et m'a toujours aidée de ses conseils.
- monsieur T. MAGNIN, de l'Université de Lille I, qui a assuré la direction de mon travail de DEA, et qui a bien voulu être rapporteur de cette étude.
- monsieur M. CLAVEL, de l'Université de Technologie de Compiègne, qui s'est intéressé à ce travail et m'a fait le plaisir d'avoir accepté d'être rapporteur de cette thèse.
- monsieur C. BENHAMOU, de la société Framatome, qui a proposé ce sujet et a bien voulu faire partie du jury. Les nombreuses discussions que nous avons eues furent pour moi un enrichissement.

Je remercie :

- messieurs C. AMZALLAG et M. THEOBALT, du Centre de Recherche d'Unieux, pour leur collaboration
- messieurs J. LE COZE et M. BISCONDI qui m'ont aidée de leur compétence et de leur disponibilité

Mes remerciements s'adressent également à tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à ce travail, et particulièrement à :

- messieurs P. RIEUX et B. BAYLE pour leur aide constante et sympathique
- madame I. ANSELME, du Centre de Microscopie Electronique Stéphanois, pour son assistance technique et sa gentillesse
- tous les membres de l'atelier de fabrication mécanique pour leurs travaux d'usinage
- mesdames P. FELIX, F. AVONDO et monsieur A. LOUBET et ses collaborateurs qui ont grandement participé à la réalisation pratique de cet ouvrage.

Un grand merci enfin à mes camarades de thèse et à toutes les personnes qui m'ont chaleureusement entourée de leur amitié ; il m'est agréable de citer Maria, Lily et Armand.



# SOMMAIRE

<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>1</b>
<b>CHAPITRE I    MECANISMES DE DEFORMATION PLASTIQUE DANS LES                   MATERIAUX    CFC.....</b>	<b>7</b>
<b>I.1 : INTRODUCTION.....</b>	<b>9</b>
<b>I.2 : MÉCANISMES DE DURCISSEMENT.....</b>	<b>11</b>
I.2.1 - MATÉRIAUX MONOPHASÉS	11
I.2.2 - MATÉRIAUX BIPHASÉS	15
- contournement des précipités	
- cisaillement des précipités	
- résumé	
<b>I.3 : MICROSTRUCTURES DE DÉFORMATION EN FATIGUE PLASTIQUE.....</b>	<b>25</b>
I.3.1 - MONOCRISTAUX CFC MONOPHASÉS	25
I.3.2 - POLYCRISTAUX CFC MONOPHASÉS	29
I.3.3 - MATÉRIAUX CFC BIPHASÉS	31
<b>I.4 : RÉSUMÉ ET OBJECTIFS DE L'ÉTUDE</b>	<b>37</b>
<b>CHAPITRE II    TECHNIQUES EXPERIMENTALES                   ET MATERIAUX UTILISES.....</b>	<b>41</b>
<b>II.1 : ESSAIS DE FATIGUE PLASTIQUE.....</b>	<b>45</b>
- machine de fatigue	
- dispositif de chauffage	
- conditions d'essai	

<b>II.2 : ESSAIS DE TRACTION.....</b>	<b>51</b>
<b>II.3 : TECHNIQUES D'ANALYSES MICROSTRUCTURALES.....</b>	<b>53</b>
II.3.1 - ANALYSES DE L'AMORÇAGE DES MICROFISSURES DE FATIGUE	53
II.3.2 - ANALYSES DE LA STRUCTURE DES DISLOCATIONS	53
- préparation des lames minces	
- détermination des vecteurs de Burgers	
<b>II.4 : MATÉRIAUX UTILISÉS.....</b>	<b>59</b>
1 - ALLIAGE TRAITÉ TTA	59
2 - ALLIAGE TRAITÉ TTB	63
 <b>CHAPITRE III RESULTATS EXPERIMENTAUX.....</b>	 <b>67</b>

### Première partie

<b>III.1 : TRACTION MONOTONE.....</b>	<b>71</b>
III.1.1 - RÉPONSES MÉCANIQUES	71
III.1.2 - MICROSTRUCTURES DE DÉFORMATION EN TRACTION MONOTONE	77
III.1.2.1 - alliage traité TTA	
III.1.2.2 - alliage traité TTB	
III.1.3 - ANALYSES DES MÉCANISMES DE DÉFORMATION EN TRACTION MONOTONE À L'AIR	77
III.1.3.1 - franchissement des précipités fautes par des paires de dislocations	87
III.1.3.2 - mécanismes de franchissement des précipités associés aux systèmes de franges	95
III.1.4 - RÉPARTITION DE LA DÉFORMATION AU NIVEAU DU GRAIN	107

## Deuxième partie

<b>III.2 : FATIGUE PLASTIQUE.....</b>	<b>111</b>
<b>III.2.1 -PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES</b>	<b>113</b>
<b>III.2.1.1 - fatigue à la température ambiante</b>	<b>113</b>
- <i>évolution des contraintes</i>	
- <i>écrouissage cyclique</i>	
- <i>courbes de durée de vie</i>	
<b>III.2.1.2 - fatigue à 300°C</b>	<b>119</b>
- <i>évolution des contraintes</i>	
- <i>écrouissage cyclique</i>	
- <i>courbes de durée de vie</i>	
<b>III.2.1.3 - comparaison entre 20 et 300°C</b>	<b>125</b>
<b>III.2.1.4 - comparaison avec les essais à <math>\Delta\epsilon_f/2</math> imposée</b>	<b>127</b>
<b>III.2.1.5 - résumé sur le comportement en fatigue de l'Inconel X-750</b>	<b>129</b>
- <i>évolution des contraintes</i>	
- <i>taux de durcissement, contrainte à <math>0,5 N_i</math>, durée de vie</i>	
<b>III.2.2 - MÉCANISMES DE FISSURATION</b>	<b>131</b>
<b>III.2.2.1 - amorçage et évolution des microfissures à 20°C</b>	<b>131</b>
<b>III.2.2.2 - amorçage et évolution des microfissures à 300°C</b>	<b>137</b>
<b>III.2.2.3 - résumé</b>	
<b>III.2.3 - ÉVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE DE DÉFORMATION (ÉTUDE EN MET)</b>	<b>143</b>
<b>III.2.3.1 - alliage traité TTA</b>	<b>145</b>
<b>III.2.3.2 - alliage traité TTB</b>	<b>155</b>
<b>III.2.3.3 - comparaison entre l'alliage traité TTA et l'alliage traité TTB</b>	<b>169</b>

**CHAPITRE IV DISCUSSION ET CONCLUSION.....171**

**IV.1 : INTRODUCTION..... 173**

**IV.1.1 - RAPPEL DES RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX 173**

- traction monotone
- fatigue plastique

**IV.1.2 - PROBLEMES SOULEVÉS PAR LES RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX 181**

**IV.2 : QUELQUES PARAMETRES PHYSIQUES DE L'INCONEL X-750..... 183**

**IV.2.1 - ÉNERGIE DE DÉFAUT D'EMPILEMENT 183**

**IV.2.2 - ÉNERGIE DE PAROI D'ANTIPHASE 187**

**IV.2.3 - RÉSUMÉ 189**

**IV.3 : DISCUSSION SUR LE MODE DE FRANCHISSEMENT DES PRÉCIPITÉS PAR CRÉATION DE DÉFAUT DE SURSTRUCTURE..... 189**

**IV.3.1 - CONDITION DE FORMATION D'UNE SUPERPARTIELLE 191**

**IV.3.2 - POSITION DE LA DERNIERE PARTIELLE PAR RAPPORT À LA SUPERPARTIELLE AU MOMENT OU CELLE-CI S'ÉCHAPPE DES PRÉCIPITÉS 195**

**IV.3.3 - INTÉRACTION DE BA SUR  $\delta$ A AU MOMENT DU CONTOURNEMENT DES PRÉCIPITÉS FAUTÉS 195**

**IV.4 : RELATION PLC - MICROSTRUCTURE - PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES..... 189**

**IV.4.1 - ORIGINE DU PHÉNOMÈNE PLC 199**

- reconstitution des précipités
- interaction entre dislocations et atomes de solutés

**IV.4.2 - RELATION PHÉNOMÈNE PLC-MICROSTRUCTURES DE DÉFORMATION 203**

<b>IV.5 : COMPORTEMENT DES MATÉRIAUX EN MILIEU PWR.....</b>	<b>207</b>
IV.5.1 - DIFFÉRENCES ENTRE LES DEUX ÉTATS LORS DES ESSAIS À L'AIR	207
IV.5.2 - EFFET DU MILIEU PWR	209
- conséquences sur les caractéristiques mécaniques en fatigue corrosion	
- résistance à la corrosion sous contrainte	
IV.3.3 - ÉVENTUELLE AMÉLIORATION DE L'INCONEL X-750	213
<b>IV.5 : CONCLUSION.....</b>	<b>217</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>	<b>223</b>
<b>ANNEXES.....</b>	<b>235</b>
ANNEXE 1 : CARACTÉRISTIQUES DE LA MATRICE ÉCROUÏE	239
ANNEXE 2 : NATURE DES SYSTEMES DE FRANGES OBSERVÉS AU MET	245
- systèmes de franges dûs au glissement des dislocations	
- systèmes de franges dûs à l'interface $\gamma/\gamma'$	



## INTRODUCTION GENERALE

L'Inconel X-750, un alliage à base de nickel, fait partie de la famille des superalliages. D'une manière générale, un superalliage est développé pour des utilisations à haute température qui requièrent des propriétés mécaniques élevées, comme la tenue au fluage par exemple, et une bonne résistance à la corrosion et à l'oxydation (BETTERIDGE et SHAW, 1987). Pratiquement, ce sont les alliages à base de cobalt et de nickel qui répondent à ces exigences.

Les bonnes propriétés mécaniques des superalliages à base de Ni sont assurées par des précipités d'une seconde phase  $\gamma'$ . Une propriété remarquable de cette phase  $\gamma'$  est l'augmentation de sa limite d'élasticité avec la température. On retrouve cette même propriété dans les superalliages à base de Ni à forte fraction volumique de  $\gamma'$ , supérieure à 40%, pour des températures supérieures à 500°C (BEARDORM, DAVIES, JOHNSTON, 1969). Ceci explique par exemple les nombreux travaux effectués sur le comportement des superalliages à forte fraction volumique de  $\gamma'$  et à haute température. D'autre part lorsque cette fraction de  $\gamma'$  est inférieure à 20%, comme c'est le cas de l'Inconel X-750, la limite élastique reste sensiblement constante jusqu'à des températures de 600-700°C (MILLS, 1980).



Ainsi, de par ses propriétés mécaniques élevées jusqu'à 700°C, et sa bonne résistance à la corrosion, l'Inconel X-750 a trouvé de larges utilisations dans les centrales nucléaires en tant que boulons, broches,...etc... . Ces pièces sont soumises à de fortes contraintes dans un milieu à eau pressurisée ( milieu PWR ) dont la température avoisine 300°C.

Des défaillances ont été malheureusement constatées sur les broches en Inconel X-750, des tubes guides de grappe. L'examen de ces broches a montré des ruptures par corrosion intergranulaire sous contrainte. Suite à ce problème, des études ont été faites sur la susceptibilité à la corrosion intergranulaire sous contrainte, et sur la tenue en fatigue corrosion, en milieu PWR, de cet alliage (puisque les pièces en service sont susceptibles de subir des contraintes cycliques).

Ces études ont permis de trouver deux traitements thermiques. Le premier confère à l'alliage une bonne résistance à la corrosion intergranulaire sous contrainte, le second conduisant à une meilleure tenue à la fatigue-corrosion. Malheureusement, le traitement thermique donnant une bonne résistance à la corrosion intergranulaire sous contrainte, conduit à de moins bons résultats en fatigue-corrosion ; et inversement, celui conduisant à une meilleure tenue à la fatigue-corrosion confère à l'alliage une mauvaise tenue à la corrosion intergranulaire sous contrainte.

On sait que la corrosion sous contrainte et la fatigue corrosion sont des phénomènes difficiles à prévenir car ils résultent des actions simultanées de l'endommagement mécanique et de la corrosion. Toutefois, il est important de connaître au préalable les effets séparés de l'environnement et des mécanismes d'endommagement mécanique.

Comme nos matériaux sont issus de deux traitements thermiques différents, ils ont donc des microstructures différentes. De ce fait, il s'est avéré intéressant d'étudier l'influence de la microstructure sur les mécanismes de déformation plastique car c'est la déformation plastique qui est à la source des endommagements mécaniques.



Ainsi, pour mieux comprendre les comportements de l'Inconel X-750, nous nous sommes proposés, dans le cadre de cette thèse, d'étudier les mécanismes de déformation plastique, en déformation monotone et cyclique, en fonction du traitement thermique.

Pour cela, nous allons présenter dans un premier chapitre une étude bibliographique qui a pour but de rappeler les résultats concernant l'influence des modes de déformation sur le comportement mécanique (Chapitre I).

Dans le second chapitre, nous décrivons les techniques expérimentales mises en œuvre dans ce travail, ainsi que les matériaux étudiés.

Le troisième chapitre rassemble nos résultats concernant l'Inconel X-750. La première partie présente les caractéristiques mécaniques et les modes de déformation en traction monotone. La deuxième partie est consacrée à la fatigue plastique : comportement mécanique, mécanisme d'amorçage des microfissures, et évolution microstructurale.

Enfin, dans le quatrième et dernier chapitre, nous discutons de nos résultats, en particulier sur l'effet de l'augmentation de la température. Ceci nous permet de donner quelques interprétations sur la résistance à la corrosion intergranulaire sous contrainte, et à la fatigue corrosion de l'Inconel X-750 suivant ses microstructures.



# CHAPITRE I



## CHAPITRE I

### MECANISMES DE DEFORMATION PLASTIQUE DANS LES MATERIAUX C.F.C

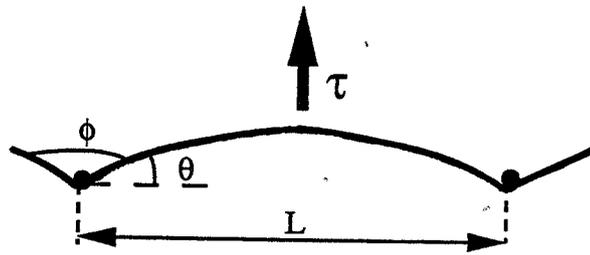
#### I.1 : INTRODUCTION

Les superalliages à base de nickel sont des alliages à durcissement structural. La matrice  $\gamma$ , de structure cubique à faces centrées (CFC) est à base de Ni dans laquelle est ajouté un certain nombre d'éléments donnant à la matrice

- un durcissement de solution solide et un abaissement de l'énergie de faute d'empilement (Co, Cr)
- une augmentation de la résistance à l'oxydation (Cr) et une diminution du prix de revient de l'alliage (Fe )

Les éléments tels que Al, Ti et Nb jouent un rôle important sur la formation des précipités. Ces précipités sont essentiellement des nickelures  $\gamma'$ , de formule approximative  $Ni_3(Al, Ti)$  et cohérents avec la matrice ; ils ont une structure  $L1_2$ , avec les atomes de Ni aux sommets des cubes et les atomes de Al ou Ti sur les centres des faces. Mais suivant la teneur en éléments durcissants et les traitements thermiques, les phases  $\gamma''$  ( $Ni_3Nb$ ) ou  $\eta$  ( $Ni_3Ti$ ) peuvent apparaître. L'ajout de Cr ou de Fe dans la matrice diminue la solubilité des atomes de Al et Ti, et favorise la précipitation de la phase  $\gamma'$  (SIMS et HAGEL 1972, KING 1987).

De nombreux carbures de type MC et  $M_{23}C_6$  existent dans les superalliages. Les carbures primaires MC, riches en Ti et Nb, réagissent avec la matrice lors des traitements thermiques pour former des carbures intergranulaires  $M_{23}C_6$  riches en Cr. Certains alliages peuvent présenter d'autres carbures de type  $M_7C_3$  ou  $M_6C$ .



**Figure I.1** : ancrage d'une dislocation entre deux obstacles

Ainsi, pour comprendre les propriétés mécaniques de ces types d'alliages, la première partie de cette étude bibliographique sera consacrée aux mécanismes de durcissement dans les matériaux CFC monophasés et biphasés. Ensuite dans la deuxième partie, seront présentées les microstructures de déformation dans ces alliages, monophasés et à durcissement structural, lorsqu'ils sont soumis à des sollicitations cycliques.

## I.2 : MECANISMES DE DURCISSEMENT

Dans les matériaux CFC, la déformation plastique s'effectue le plus souvent par glissement cristallographique du type  $\{111\} \langle 110 \rangle$ . En plus de la force de friction du réseau, les dislocations, lors de leur mouvement de glissement, rencontrent des obstacles qui sont plus ou moins franchissables et qui sont des sources de durcissement pour le matériau. Par conséquent, les propriétés mécaniques des matériaux dépendent des interactions obstacles/dislocations.

Notre but dans cette partie est de rappeler quelques résultats connus, concernant le mode de franchissement de ces obstacles par les dislocations, que nous aurons à tester, à utiliser ou à écarter dans la suite de notre travail.

### I.2.1 - MATÉRIAUX MONOPHASÉS

Dans les matériaux monophasés, les obstacles franchissables sont considérés comme ponctuels. Les exemples les plus courants sont les dislocations qui percent le plan de glissement, ou les atomes de solutés dans les solutions solides.

Sous l'action d'une contrainte de cisaillement  $\tau$  appliquée au cristal et de la force  $F$  qu'exercent les obstacles pour s'opposer au mouvement de la dislocation, des segments de la dislocation sont ancrés entre les obstacles espacés d'une distance  $L$ , et se courbent sous un angle  $\theta$  (ou, selon l'auteur  $\phi$ ) : figure I.1.

La force  $F$  qu'exerce un obstacle peut s'exprimer par  $F = 2T \sin\theta$ ,  $T$  étant la tension de ligne. Un obstacle est franchi quand l'angle  $\theta$  atteint une valeur critique  $\theta_c$ , correspondant à une contrainte critique  $\tau_c$ . L'équilibre des forces, au moment du franchissement, permet d'écrire

$$\tau_c b L = 2T \sin\theta_c$$

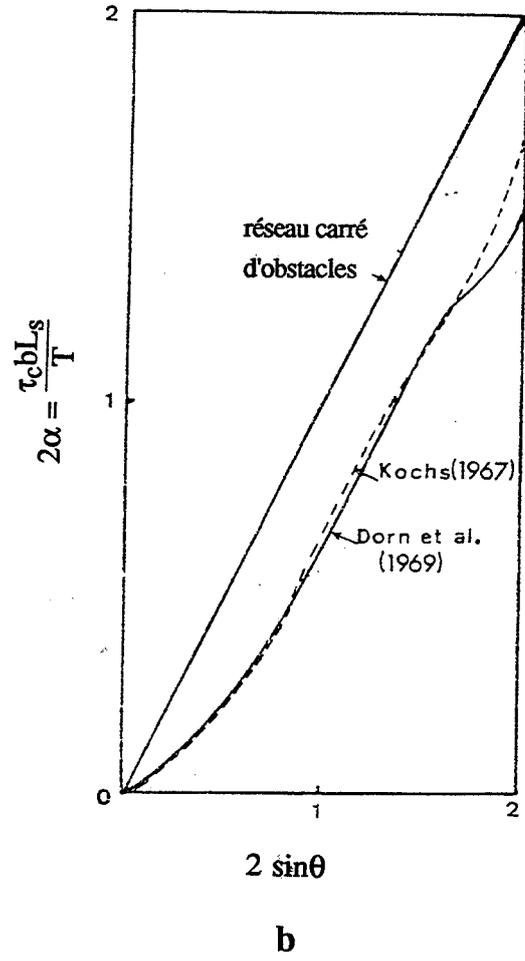
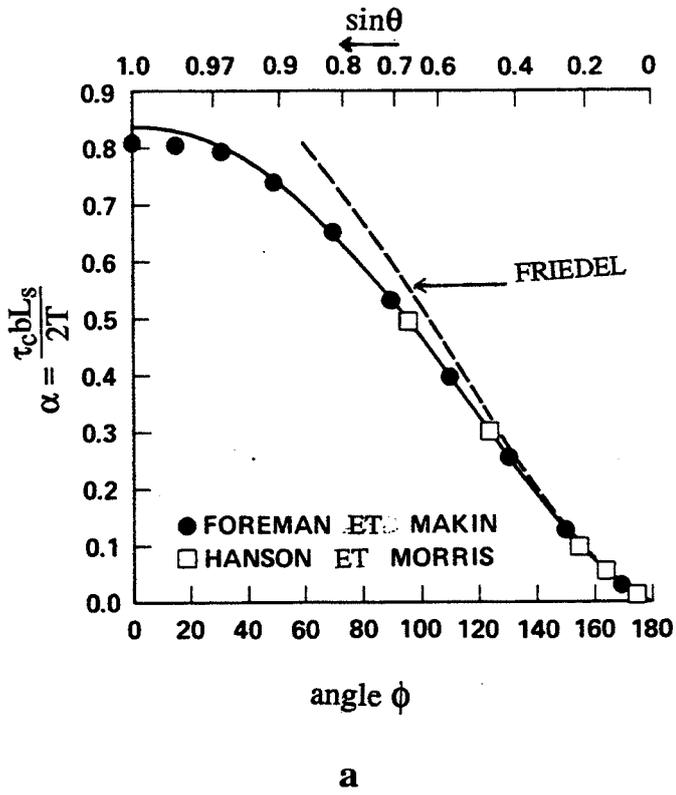


Figure I.2 : résistance d'obstacles  $\alpha$

a) - d'après ARDELL (1985)

b) - d'après GUYOT (1971)

$$\tau_c = \frac{2T}{bL} \sin\theta_c \quad (\text{I.1})$$

$b$  : norme du vecteur de Burgers

$\sin\theta_c$  : dépend de la résistance mécanique de l'obstacle

A partir de l'expression (I.1), plusieurs modèles et simulations ont été proposés pour déterminer la distance  $L$  entre obstacles le long de la ligne de dislocation (distance effective), et donc la contrainte de franchissement  $\tau_c$ , en fonction de la distance moyenne entre obstacles dans le plan de glissement,  $L_s$ , et de la résistance d'obstacle  $\sin\theta_c$  ;  $L_s$  et  $\sin\theta_c$  caractérisent les obstacles du matériau et sont supposés connus.

A chaque valeur de  $\sin\theta_c = \frac{\tau_c b L}{2T}$  correspond un coefficient  $\alpha(\theta_c)$  tel que

$$\alpha(\theta_c) = \frac{\tau_c b L_s}{2T} \quad \text{permettant de relier } L \text{ et } L_s$$

$$\frac{\sin\theta_c}{\alpha(\theta_c)} = \frac{L}{L_s} \Rightarrow L = L_s \frac{\sin\theta_c}{\alpha(\theta_c)}$$

La figure I.2 présente quelques exemples de simulation pour déterminer le coefficient  $\alpha(\theta_c)$ . Ces modèles permettent alors de calculer  $L$  et donc  $\tau_c$  par l'expression (I.1) ou par

$$\tau_c = \frac{2T\alpha(\theta_c)}{bL_s} \quad (\text{I.2})$$

Pour  $\sin\theta_c \leq 0,5$ , obstacles faibles, l'accord entre les différents modèles est assez bon et peut être décrit par le modèle de Friedel avec

$$\alpha(\theta_c) = (\sin\theta_c)^{3/2}$$

$$\tau_c = \frac{2T (\sin\theta_c)^{3/2}}{b L_s} \quad (\text{I.3})$$

Pour les obstacles forts,  $\sin\theta_c > 0,5$ , BROWN et HAM (1971) ont proposé

$$\alpha(\theta_c) = 0,81\sin\theta_c$$

conduisant à l'expression suivante:



$$\tau_c = \frac{2T}{bL_s} 0,81 \sin \theta_c \quad (\text{I.4})$$

Ces différentes relations (I.3 et I.4) prédisent assez bien la limite élastique à 0K ( sans activation thermique ) des métaux purs et des solutions solides.

### I.2.2 - MATÉRIAUX BIPHASÉS

La même analyse peut être étendue aux obstacles de dimensions finies, c'est-à-dire les matériaux biphasés. La contrainte nécessaire au franchissement des précipités par les dislocations correspondent approximativement à la limite élastique.

Prenons le cas d'un alliage à précipités sphériques de rayon moyen  $r$ , avec une fraction volumique  $f$ . Deux cas sont à considérer :

- i)- les précipités constituent des obstacles forts et sont impénétrables pour la dislocation (cas des précipités incohérents, ou des gros précipités non cisailables) : le franchissement se fait alors par contournement
- ii)- les précipités sont cohérents, relativement petits et seront cisailés par les dislocations

#### Contournement des précipités par le processus d'Orowan

Dans ce cas,  $\theta_c = 90^\circ$  ; d'après la relation (I.2), la contrainte de contournement s'écrit :

$$\tau_c = \frac{2T \alpha(90^\circ)}{b(L_s - r_s)}$$

- 2  $\alpha = 1,53$  : DORN, GUYOT et STEFANSKY (1969)
- 2  $\alpha = 1,62$  : FOREMAN et MAKIN (1966)

$r_s$  : rayon moyen des précipités dans le plan de glissement



$$\left. \begin{aligned} r_s &= \frac{\pi}{4} r \quad \text{ou} \quad r \sqrt{\frac{2}{3}} \\ L_s &= r_s \sqrt{\frac{32}{3\pi f}} \quad \text{ou} \quad r_s \sqrt{\frac{\pi}{f}} \quad \text{ou} \quad \frac{2 r_s}{\sqrt{f}} \end{aligned} \right\} \text{selon les auteurs}$$

Compte tenu du fait que la tension de ligne varie avec le caractère, coin ou vis, de la dislocation, ADDA, DUPOUY, PHILIBERT, QUERE (1979) ont proposé :

$$\tau_c = K \frac{G b}{2\pi (L_s - 2r_s)} \ln \frac{2r_s}{b} \quad (\text{I.5})$$

avec

$$\left\{ \begin{aligned} K &= 1 \text{ si la dislocation est initialement coin} \\ K &= \frac{1}{1 - \nu} \text{ si la dislocation est initialement vis} \\ G &: \text{ module de cisaillement} \\ \nu &: \text{ coefficient de Poisson} \end{aligned} \right.$$

D'après BROWN et HAM (1971), la tension de ligne T au moment du franchissement peut s'exprimer par :

$$T = \frac{Gb^2}{4\pi(1-\nu)^{1/2}} \ln \frac{2r_s}{b} \quad (\text{I.6})$$

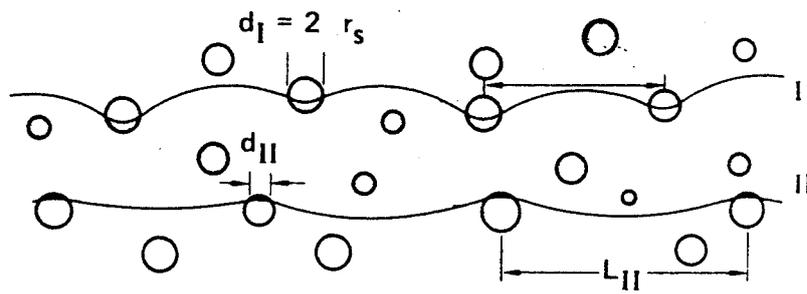
En utilisant la relation I.4 pour les obstacles forts, la contrainte de contournement s'écrit :

$$\tau_c = \frac{0,4}{\pi (1-\nu)^{1/2}} \frac{Gb}{(L_s - 2r_s)} \ln \frac{2r_s}{b} \quad (\text{I.7})$$

En somme, la contrainte de contournement varie en  $r_s^{-1}$  : à fraction volumique constante, plus le précipité est gros, plus il est facile à franchir par contournement.

### Cisaillement des précipités

Si les précipités sont cohérents et relativement petits, ils peuvent être cisailés. Quand une dislocation parfaite de la matrice CFC,  $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle$ , pénètre un précipité cisailable, elle crée une interface supplémentaire matrice/précipité, d'énergie  $\gamma_s$ . Si de plus, le précipité est ordonné, un défaut d'ordre ou paroi d'antiphase d'énergie  $\gamma_a$ , est également créé. Dans le cas des précipités



**Figure I.3 :** cisaillement des précipités par une paire de dislocations  
la deuxième dislocation étant rectiligne,  $\frac{d_{II}}{L_{II}} = f$

ordonnés cisailables,  $\gamma_s$  de l'ordre de  $10 \text{ mJ m}^{-2}$ , est négligeable devant  $\gamma_a$  (BROWN et HAM 1971) et le durcissement apporté à l'alliage peut être supposé comme dû seulement à la création de parois d'antiphase.

Une dislocation entrant dans un précipité est soumise à une force s'opposant à son déplacement, dont la valeur maximale est  $F_m = 2T \sin \theta_c = 2\gamma_a r_s$ .

En utilisant la relation I.3 du modèle de Friedel concernant les obstacles faibles, le précipité est alors franchi quand

$$\tau_c = K \frac{\gamma_a}{b} \sqrt{\frac{\gamma_a f r_s}{T}} \quad (\text{I.8})$$

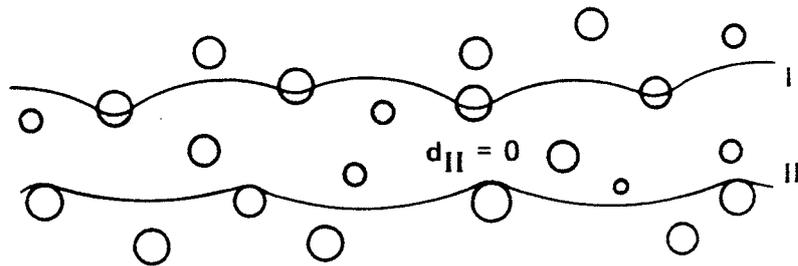
La valeur de K dépend de l'expression de  $L_s$ : par exemple, CASTAGNE (1966) et ARDELL (1985) ont proposé respectivement  $K=1$  et  $K = \sqrt{\frac{3\pi}{8}}$ .

GUYOT (1971), en utilisant la simulation statistique de Dorn et al. (1969) a trouvé une expression similaire avec une constante K, qui est une fonction décroissante de la fraction volumique f, voisine de 1.

D'autre part, dans la structure  $L_{12}$  des précipités  $\gamma'$ , le passage d'une deuxième dislocation parfaite du même type que la première, dans le même plan rétablit l'ordre dans les précipités : le cisaillement est donc plus facile quand les dislocations se déplacent par paires. Dans ce cas, la contrainte d'écoulement est calculée à partir de l'équilibre de chaque dislocation (GLEITER et HORNBOGEN 1965, RAYNOR et SILCOCK 1970) :

$$\tau_c = K \frac{\gamma_a}{2b} \left[ \sqrt{\frac{\gamma_a r_s f}{T}} - f \right] \quad (\text{I.9})$$

Le premier terme, identique à un facteur 1/2 près à l'équation (I.8), traduit le fait que la force de répulsion exercée par la deuxième dislocation sur la première dislocation aide la dislocation de tête à franchir les obstacles ; le second terme représente la force d'attraction, due au défaut d'ordre créé par le passage de la première dislocation, sur la deuxième dislocation qui est supposée rectiligne.



**Figure I.4** : cisaillement des précipités par une paire de dislocations  
la deuxième dislocation ne coupant aucun précipité,  $d_{II} = 0$

Différents cas ont été considérés dans les travaux de Brown et Ham :

**1<sup>er</sup> cas** - quand l'interaction entre la première dislocation et les précipités se conforme au

modèle de Friedel ( obstacles faibles ) :  $\frac{\pi \Gamma f}{4\gamma_a} < r_s < \frac{\Gamma}{\gamma_a}$  :

$$(I.10a) \quad \tau_c = \frac{\gamma_a}{2b} \left[ \sqrt{\frac{4 \gamma_a r_s f}{\pi \Gamma}} - f \right] \quad \text{si} \quad L_s = r_s \sqrt{\frac{\pi}{f}}$$

ou

$$(I.10b) \quad \tau_c = \frac{\gamma_a}{2b} \left[ \sqrt{\frac{3\pi \gamma_a r_s f}{8 \Gamma}} - f \right] \quad \text{si} \quad L_s = r_s \sqrt{\frac{32}{3\pi f}}$$

**2<sup>ème</sup> cas** - si les obstacles sont forts pour la première dislocation :  $r_s > \frac{\Gamma}{\gamma_a}$  et  $L \rightarrow L_s$

$$(I.11a) \quad \tau_c = \frac{\gamma_a}{2b} \left[ \sqrt{\frac{4 f}{\pi}} - f \right] \quad \text{si} \quad L_s = r_s \sqrt{\frac{\pi}{f}}$$

ou

$$(I.11b) \quad \tau_c = \frac{\gamma_a}{2b} \left[ \sqrt{\frac{3\pi f}{8}} - f \right] \quad \text{si} \quad L_s = r_s \sqrt{\frac{32}{3\pi f}}$$

On remarque que si les obstacles sont forts, la contrainte de cisaillement critique devient indépendante de la taille des précipités.

**3<sup>ème</sup> cas** : la deuxième dislocation est immédiatement repoussée à travers les précipités

Si au moment du franchissement, la deuxième dislocation ne coupe aucun précipité (voir figure I.4,  $d_{II} = 0$ ), c'est-à-dire qu'elle est immédiatement repoussée à travers les précipités cisailés par la première dislocation, le deuxième terme de l'expression de  $\tau_c$  (relations I.10 et I.11) s'annule, et la contrainte de cisaillement critique peut s'écrire :



(I.12a) 
$$\tau_c = \frac{\gamma_a}{2b} K \sqrt{\frac{\gamma_a r_s f}{T}}$$
 si les obstacles sont faibles

et

(I.12b) 
$$\tau_c = \frac{\gamma_a}{2b} K' \sqrt{f}$$
 si les obstacles sont forts

K et K' sont des constantes

Les relations I.11 et I.12b sont à multiplier par 0,81 si la relation I.4 concernant les obstacles forts est utilisée.

Pour des fractions volumiques importantes en  $\gamma'$ , d'autres modèles de cisaillement des gros précipités  $\gamma'$  sont également proposés (REPPICH, BCHEPP et WEHNER 1982, ARDELL, MUNJALL et CHELLMAN 1976) mais que nous n'allons pas exposer dans ce travail car notre alliage est à faible fraction volumique.

### Résumé sur les mécanismes de durcissement des matériaux biphasés

D'une manière générale, le durcissement apporté au matériau par les précipités contournables varie en  $(r_s)^{-1}$  (relations I.6 et I.7) et celui apporté par les précipités cisillables en  $(r_s)^{1/2}$ , sauf dans le cas d'un cisaillement par des paires de dislocations, avec des obstacles forts où la contrainte devient indépendante de la taille des précipités. Il existe donc une taille critique  $r_{sc}$  au-delà de laquelle le contournement devient plus facile que le cisaillement. Autrement dit, les petits précipités cohérents sont cisillés et les gros précipités sont plutôt contournés. D'après GUYOT (1971),

$$r_{sc} = \frac{T}{\gamma_a} \left[ 1 + 1,53 \sqrt{\frac{f}{\pi}} \right]$$

$r_{sc}$  : rayon critique de contournement

Le terme entre crochets peut varier selon le modèle utilisé.

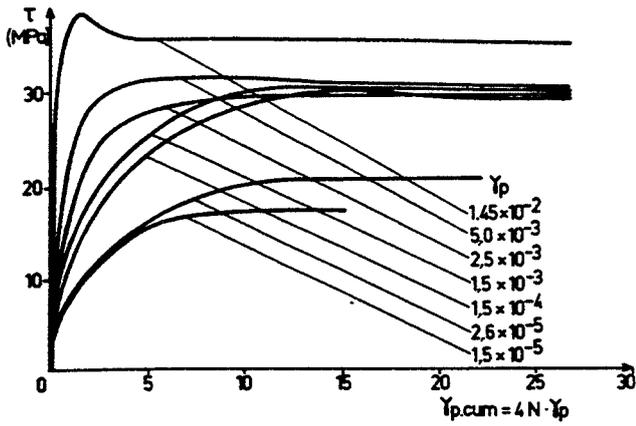


Figure I.5 : consolidation cyclique  
Cu monocristallin  
(MUGHRABI, 1978)

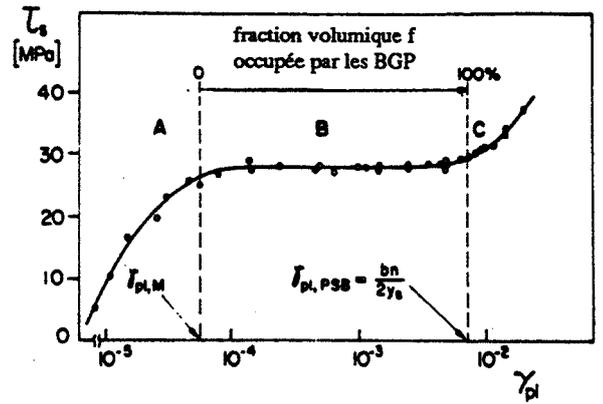
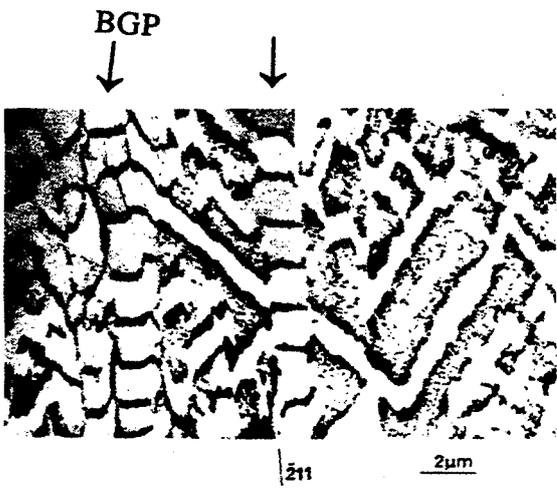
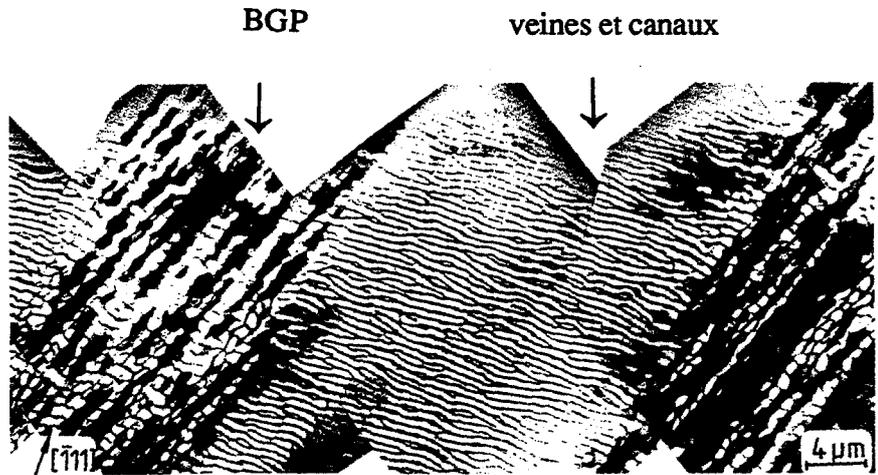


Figure I.6 : écouissage cyclique  
Cu monocristallin  
(MUGRABI, 1979)



a



b

Figure I.7 : BGP dans le Cu monocristallin  
a) - d'après DICKSON et al.(1986)  
b) - d'après LEPISTO et al. (1988)

## I.3 : MICROSTRUCTURES DE DEFORMATION EN FATIGUE PLASTIQUE

Nous avons vu dans la première partie de cette étude bibliographique que les mécanismes de durcissement varient suivant les types d'obstacles rencontrés par les dislocations lors de leur mouvement de glissement. Les paramètres caractérisant ces obstacles, tels que la densité ou la résistance, peuvent varier au cours de la déformation, et d'autres mécanismes différents de celui qui a provoqué l'écoulement initial, peuvent donc intervenir. Ceci permet par exemple d'expliquer les différents stades observés sur les courbes de traction monotone. Evidemment, ces différents mécanismes vont donner différentes microstructures de déformation (arrangement des dislocations) ; à chaque taux de déformation on peut alors associer, pour un matériau donné, une microstructure de déformation que nous allons présenter dans cette deuxième partie mais dans le cas d'une sollicitation cyclique où le taux de déformation est maintenu constant.

### I.3.1 - CAS DES MONOCRISTAUX CFC MONOPHASÉS

L'étude du comportement en fatigue, traction-compression, des monocristaux purs CFC, en particulier celle de Cu, a fait l'objet de nombreux travaux. D'une manière générale, pour une amplitude de déformation plastique  $\Delta\gamma_{pl}$  imposée, l'amplitude de contrainte  $\Delta\tau$  varie en fonction du nombre de cycles et tend vers une valeur  $\Delta\tau_s$ , valeur à saturation (figure I.5).

Sur la figure I.6, représentant la variation de cette contrainte à saturation  $\Delta\tau_s$  en fonction de l'amplitude de déformation appliquée  $\Delta\gamma_{pl}$ , ou courbe d'écrouissage cyclique, trois régions sont à distinguer :

- quand  $\Delta\gamma_{pl} < 10^{-4}$  (région A) ,  $\Delta\tau_s$  croît rapidement avec  $\Delta\gamma_{pl}$  et la déformation plastique est homogène. La microstructure de déformation associée est constituée de *veines* (forte densité de dislocations peu mobiles) et de *canaux* (faible densité de dislocations très mobiles) . Les veines et les canaux occupent des fractions volumiques équivalentes.

- dans la région B ( $10^{-4} < \Delta\gamma_{pl} < 10^{-2}$ ), la contrainte reste constante et la déformation plastique est hétérogène. La structure de déformation correspondante présente deux "phases" (WINTER 1974) : une phase dure, veines et canaux, et une phase molle, bandes de glissement persistantes ou BGP. Les BGP peuvent présenter une structure en *échelle*, figures I.7, ou quand le glissement secondaire apparaît, une structure *labyrinthe* (figure I.11). La déformation imposée est essentiellement accommodée par les dislocations se trouvant dans les BGP. La fraction volumique occupée par les BGP augmente avec la déformation le long du plateau (WINTER 1974, MUGHRABI 1978).

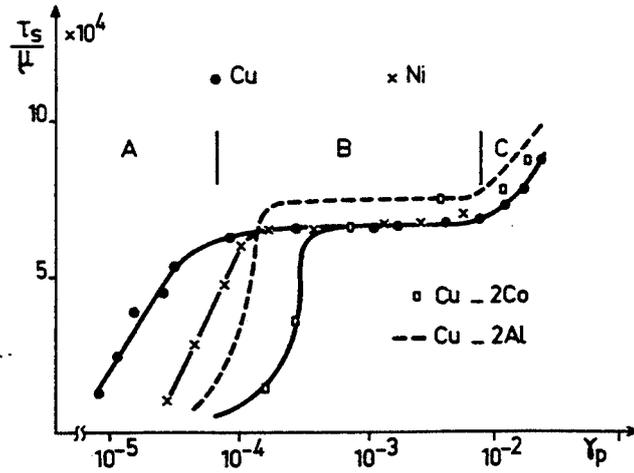


Figure I.8 : écouissage cyclique des alliages d'après MAGNIN et al. (1984)

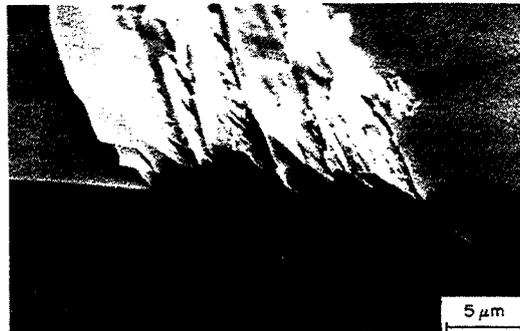


Figure I.9 : observation en surface des BGP (HUNSCHÉ et NEUMAN, 1986)

- quand  $\Delta\gamma_{pl} > 10^{-2}$  (région C), la déformation est à nouveau homogène avec une structure de déformation en *cellules équiaxes* (LAIRD, CHARLESLEY, MUGHRABI, 1986)

Certains alliages à solution solide présentent le même comportement (figure I.8), avec apparition des BGP si la possibilité de glissements déviés des dislocations n'est pas altérée par les éléments d'addition (LAIRD et al., 1986). En effet, la formation des BGP est interprétée comme due à l'effondrement des veines par glissement dévié.

Les BGP étant une structure caractéristique de la fatigue, de nombreux travaux ont été effectués, comme la modélisation ou l'observation en déformation in-situ, concernant leur fonctionnement (ESSMAN et MUGHRABI 1979, LEPISTÖ et KETTUNEN 1982, MUGHRABI 1983, LEPINOUX et KUBIN 1984 et 1985, BRECHET, LOUCHET et VERGER-GAUGRY 1987). L'état stationnaire suppose un "état d'équilibre dynamique" entre la multiplication et l'annihilation des dislocations.

D'après WINTER (1974), la déformation plastique dans les BGP est de 100 fois plus élevée qu'à l'extérieur des bandes. Les BGP sont des sites privilégiés pour la nucléation des fissures car les observations en surface ont montré des extrusions et intrusions au niveau des BGP, figure I.9 (BASINSKI et BASINSKI 1985, HUNSCHE et NEUMAN 1986). Cet aspect de la surface a été interprété comme une conséquence de la production de défauts ponctuels.

VENKATARAMAN, CHUNG, NAKASONE et MURA (1990) ont proposé un modèle basé sur des considérations d'énergie libre pour expliquer l'amorçage des microfissures de surface dans les BGP ; d'autre part, ce modèle permet de prévoir les courbes (S - N) d'amorçage pour différents milieux.

Les monocristaux CFC présentant des déformations plus planaires, caractérisés par une faible énergie de faute d'empilement, ont été beaucoup moins étudiés. DHERS et DRIVER (1988) ont mis en évidence un plateau, moins étendu, sur la courbe d'érouissage cyclique de l'Al pour  $10^{-4} < \Delta\gamma_{pl} < 10^{-3}$ . Les microstructures de dislocations sont essentiellement constituées de cellules équiaxes ou allongées, et l'état de surface des éprouvettes montre une localisation de la déformation plastique dans des bandes. D'autre part, GORLIER (1984), sur du 316L monocristallin n'a pu observer que des cellules.

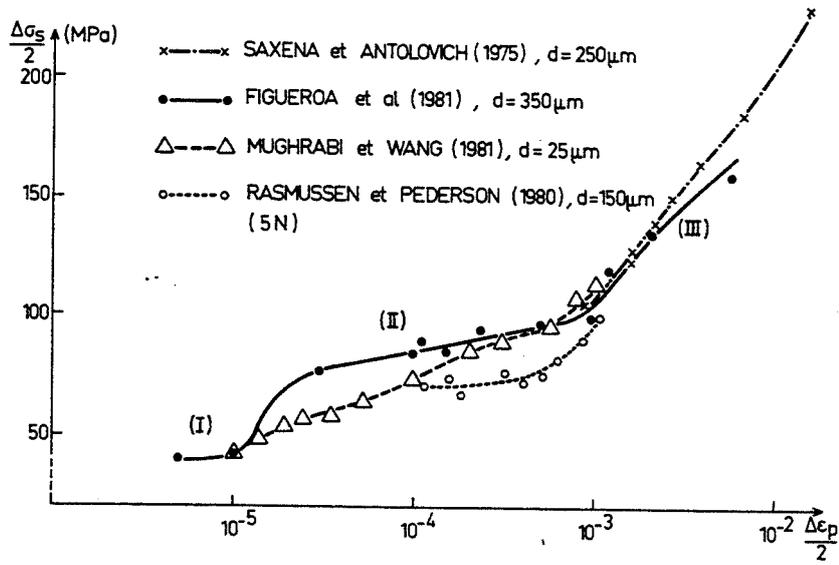


Figure I.10 : écouissage cyclique des polycristaux (MAGNIN et al., 1984)



Figure I.11 : structure en labyrinthe (WINTER et al., 1981)

### I.3.2 - POLYCRISTAUX CFC MONOPHASÉS

Au niveau macroscopique, le plateau constaté sur la courbe d'érouissage cyclique du monocristal,  $\Delta\tau_s = f(\Delta\gamma_{pl})$ , est remplacé par un changement de pente sur la courbe d'érouissage cyclique du polycristal  $\left(\frac{\Delta\sigma}{2} = f\left(\frac{\Delta\varepsilon_p}{2}\right)\right)$ : figure I.10. L'absence du plateau est interprétée comme due à l'interaction des BGP/joints de grains.

Aux faibles amplitudes, les structures observées dans le Cu polycristallin sont identiques à celles des monocristaux, c'est-à-dire des *veines et canaux* (WINTER, PEDERSEN, RASMUSSEN, 1981).

De la même manière, des BGP *en structure d'échelle et labyrinthe*, ont été examinées sur le Cu polycristallin pour  $2 \times 10^{-5} < \frac{\Delta\varepsilon_p}{2} < 10^{-3}$ , correspondant à la région de faible variation de la contrainte (WINTER et al. 1981), ainsi que sur un alliage de Cu-Ni (CHARSLEY 1981): figure I.11. La structure labyrinthe est formée de murs perpendiculaires, de dislocations coins primaires et secondaires.

Par ailleurs, l'Al polycristallin et la solution solide Al-Li ont la même microstructure de dislocations que l'Al monocristallin (*cellule équiaxe*) pour des déformations  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} < 10^{-3}$  (GENTZBITTEL, ESNOUF, FOUGERES, 1987). Toutefois, des cellules allongées et même la structure labyrinthe peuvent être observées pour  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} > 10^{-3}$  (GENTZBITTEL et al. 1987, BRECHET et al. 1987) dans la solution solide Al-Li.

Les études sur des aciers austénitiques (NILSON 1983, GORLIER 1984, GERLAND, MENDEZ, VIOLAN et AIT SAADI 1989) ont montré une structure composée majoritairement de cellules. Quelques BGP en structures labyrinthe et en échelle ont été observées par GERLAND et al. (1989).

SAXENA, ANTOLOVICH (1975) ont montré sur des alliages polycristallins de Cu-Al qu'une faible énergie de défaut d'empilement ( glissement planaire ) améliore les propriétés en fatigue oligocyclique des alliages.

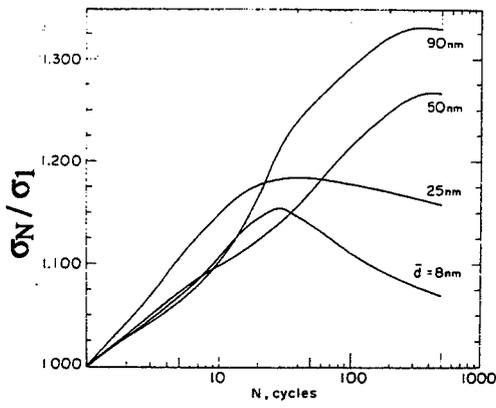
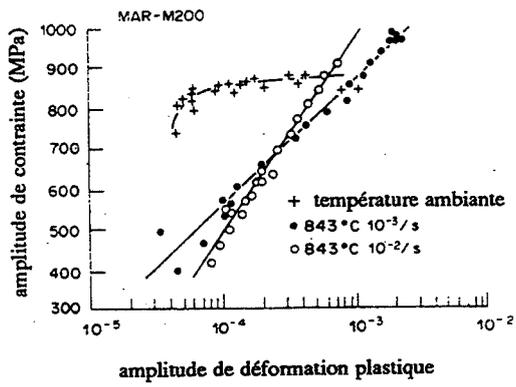
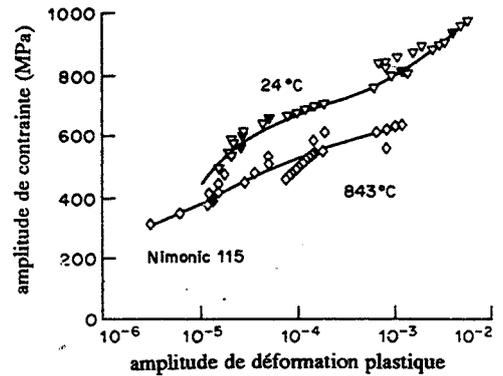


Figure I.12 : évolution des contraintes pour différentes tailles de précipités pour le Waspaloy (STOLTZ et al., 1978)



a



b

Figure I.13 : écrouissage cyclique, d'après FRITZEMER et al. (1988)  
a) - MAR-M200 monocristallin  
b) - Nimonic 115 polycristallin

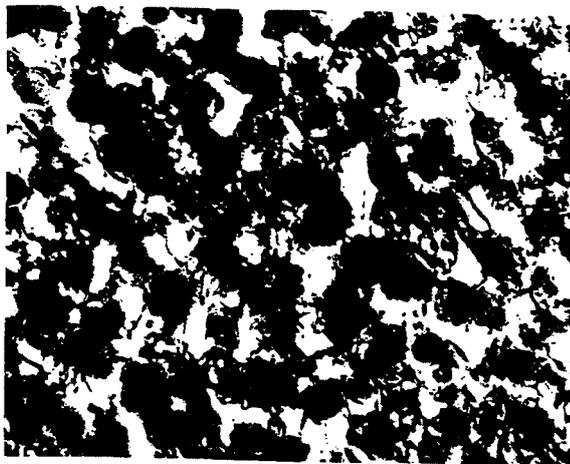


Figure I.14 : écheveaux de dislocations (Waspaloy) d'après STOLTZ et al. (1978)

## **Conclusion sur les microstructures de déformation en fatigue des alliages CFC monophasés**

De ces quelques exemples, nous pouvons en tirer deux points essentiels sur la fatigue des matériaux CFC monophasés :

- i)- sur la courbe d'érouissage cyclique, il existe une région pour laquelle la contrainte à saturation ne varie pas ( ou varie peu ) avec la déformation plastique imposée. Dans cette région, la déformation développe une structure hétérogène favorisée par l'aptitude de la dislocation à un glissement dévié
- ii)- les microfissures de fatigue s'amorcent dans les bandes de glissement, liant ainsi la durée de vie en fatigue du matériau à l'hétérogénéité de la déformation.

### **I.3.3 - FATIGUE DES MATÉRIAUX CFC BIPHASÉS**

Dans le cas des matériaux monophasés, nous avons vu que la nature des obstacles, en particulier leur résistance mécanique, peut jouer un rôle non négligeable sur la localisation de la déformation. Par exemple, elle est homogène quand les obstacles sont forts comme dans le cas des fortes amplitudes de déformation ou les joints de grains ; elle devient plus hétérogène avec apparition des BGP quand la force d'obstacles diminue. Ainsi, est-il important de connaître l'arrangement des dislocations pour accommoder la déformation imposée quand une seconde phase est présente.

De nombreuses études ont été réalisées sur le comportement en fatigue des alliages durcis par des précipités  $\gamma$ , notamment sur les alliages à forte fraction volumique de  $\gamma$  (RAHOUADJ, MENIGAULT et CLAVEL 1987, BONDA, POPE et LAIRD 1987a et 1987b, GABB, MINER et GAYDA 1966, GABB, GAYDA et MINER 1986, FRITZEMEIR et TIEN 1988a et 1988b, HWANG, LEE et YOON 1989), vu leur propriétés intéressantes à haute température. Très peu de ces travaux concernent les alliages à faible fraction volumique, utilisés à des températures moyennes. Notre but dans ce paragraphe est donc de présenter les résultats obtenus sur les alliages à durcissement structural et à faible fraction volumique ( $\leq 20\%$ ) de  $\gamma$ .

Comme nous l'avons noté au paragraphe I.2.2, la seconde phase peut être contournée, si elle est incohérente, ou si elle est cohérente mais de taille surcritique, ou cisailée par les dislocations. Le comportement en fatigue de tels alliages dépend fortement du mode de franchissement des précipités ( figure I.12 )

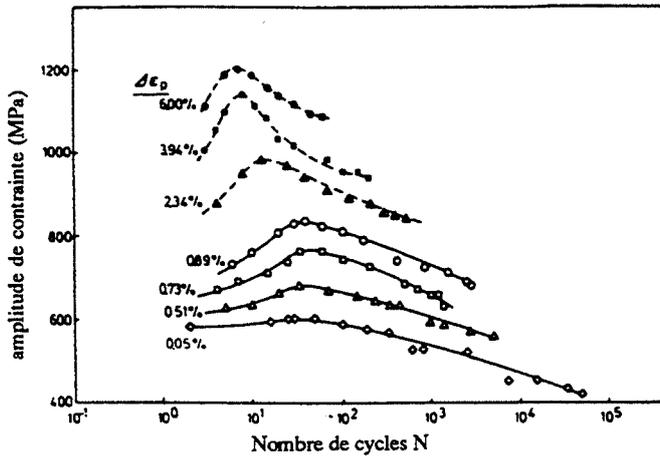


Figure I.15 : consolidation cyclique  
Nimonic 80A  
(LERCH et al., 1987)

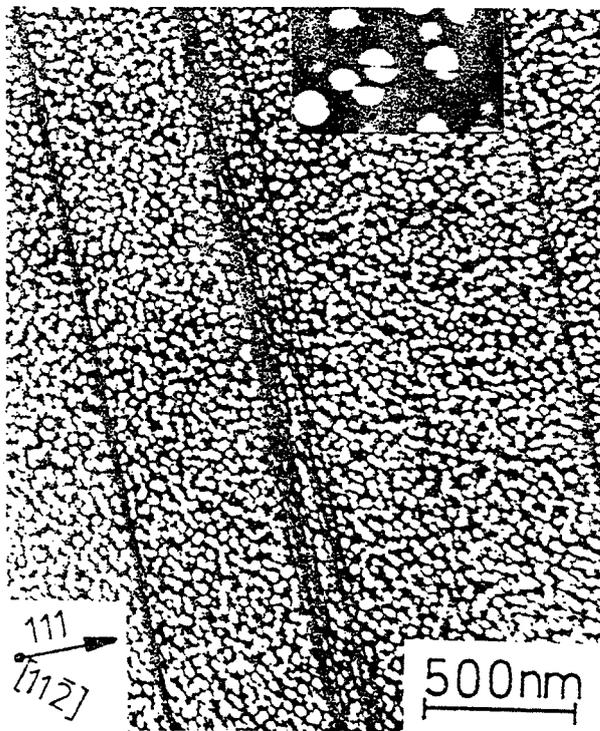


Figure I. 16 : bandes dénudées de préci-  
pités - Nimonic PE16  
(SINGH et al., 1991)

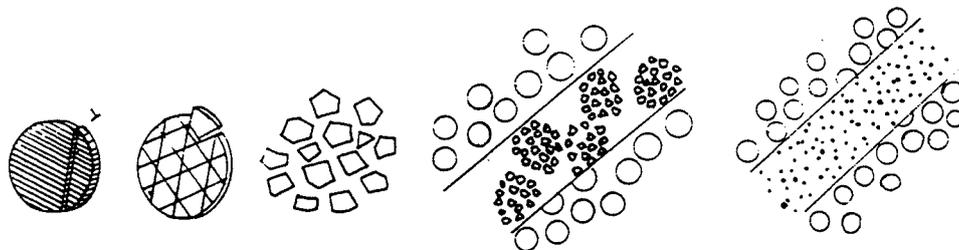


Figure I.17 : modèle schématique de dissolution des précipités  $\gamma$   
d'après SUNDARARAMAN et al. (1990)

1) - lorsque les précipités sont contournés, l'allure de la courbe d'évolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles ressemble à celle des métaux purs ou des solutions solides : l'amplitude de contrainte tend vers une valeur  $\Delta\tau_s$ . De même, la courbe d'érouissage cyclique (figure I.13) présente une région de faible variation de la contrainte avec la déformation : c'est sur cette région que les bandes de glissement persistantes se forment (VINCENT et REMY, 1984) ; toutefois, de nombreux auteurs ont observé des écheveaux de dislocations autour des précipités (figure I.14) : CALABRESE et LAIRD (1974) sur des alliages d'Al-Cu, STOLTZ et PINEAU (1978) et LERCH, JAYARAMAN et ANTOLOVICH (1984) sur du Waspaloy, SINGH, SUNDARARAMAN, CHEN, WAHI (1991) sur le Nimonic PE16. Comme les dislocations se trouvent piégées autour des précipités, la déformation est homogène à l'intérieur du grain. Selon STOLTZ et al. (1978), les bandes se forment avant le stade de saturation puis l'espace interbande se remplit de dislocations pendant ce stade, conduisant à l'homogénéisation de la déformation. D'après CALABRESE et al. (1974), des cellules peuvent se former dans la matrice si la distance interparticule est importante.

2) - lorsque les précipités sont cisailés, la courbe d'évolution des contraintes en fonction du nombre de cycles présente un stade de durcissement rapide suivi d'un adoucissement jusqu'à rupture sans atteindre une saturation ( figure I.15 ). Le stade de durcissement est interprété comme dû à la multiplication des dislocations dans les plans de glissement  $\{111\}$  : plus l'amplitude de déformation est élevée, plus le durcissement par interaction entre dislocations est important.

Selon LERCH et GEROLD (1987), le stade d'adoucissement commence quand le nombre de bandes de glissement créé est suffisant pour accommoder la déformation imposée. Les observations en MET présentent des bandes, plus ou moins fines, avec une très forte densité de dislocations. La déformation est très hétérogène car en dehors de ces bandes, il existe très peu de dislocations. Le stade d'adoucissement est expliqué comme le résultat des cisaillements des précipités dans les bandes. Les observations au MET, en utilisant les taches de surstructure, ont montré qu'à l'intérieur de ces bandes de glissement, les précipités sont hors-contraste ( figure I.16 ) . L'état des précipités à l'intérieur des bandes diffère selon les auteurs et les alliages : d'une part pour FOURNIER et PINEAU (1977) sur de l'Inconel 718, STOLTZ et al. (1978) sur du Waspaloy, les précipités ne sont pas visibles dans les bandes car soit le cisaillement répété crée un désordre et met donc les précipités hors-contraste, soit la densité des dislocations est très importante et empêche l'observation des précipités ; d'autre part VOGEL, WILHELM et GEROLD (1981) sur de l'Al-Zn-Mg, KÖHLER, BISCHOFF et GEROLD (1984) sur de l'alliage Al-Ag, SANDARARAMAN, CHEN, SINGH et WAHI (1990) sur le Nimonic PE16, STEINER, BEDDOE, KORTORZ et SCHMELCZER (1983) sur un alliage Cu-Co et BRECHET (1987), BRECHET et LIVET (1987), BRECHET, LOUCHET et VERGER-

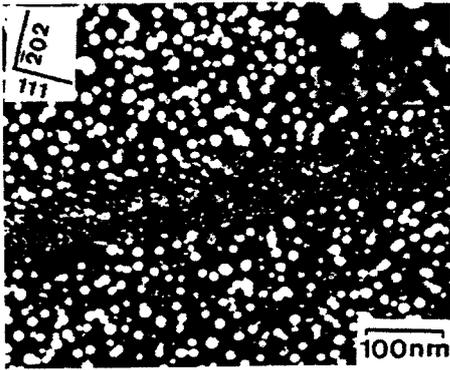


Figure I.18 : nucléation des précipités  $\gamma$   
après revenu dans le Nimonic PE16  
(SUNDARARAMAN et al., 1990)



Figure I.19 : localisation de la déformation dans des bandes  
(GRÄF et al., 1977)

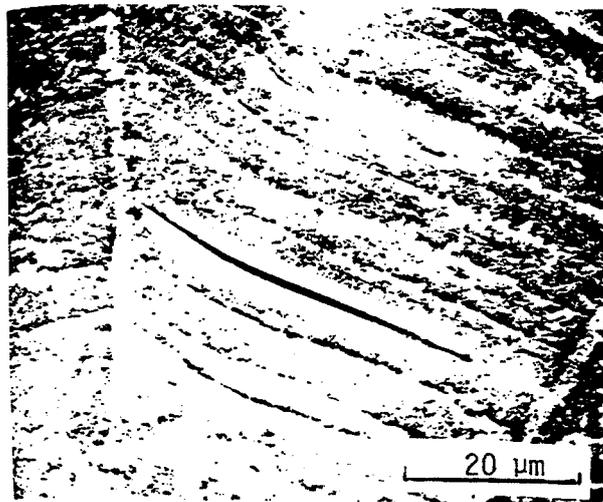


Figure I.20 : amorçage le long des bandes de glissement

GAUGRY (1987) sur des alliages de Al-Li pensent que les précipités sont remis en solution à cause des défauts chimiques créés par les cisaillements répétés des particules (figure I.17)

Certains auteurs ont confirmé la remise en solution par un traitement de revenu après fatigue, faisant de nouveau apparaître des fins précipités dans les bandes de glissement ( figure I.18 ).

Les observations en surface ( voir par exemple GRÄF et HORNBORGEN (1978) sur Nimonic 80A, STOLTZ et al. (1978) et LERCH et al. (1984) sur Waspaloy, et SINGH et al. (1991) sur Nimonic PE16 ) ont montré que la déformation dans les alliages à précipités cisailables sont plus localisée dans les bandes que dans les alliages à précipités contournés (figure I.19). L'amorçage des microfissures est transgranulaire dans les bandes de glissement (figure I.20).

3) - quand les précipités sont de taille critique, le cisaillement et le contournement sont à la fois observés (STOLTZ et al. 1978, BRECHET et al. 1987). La courbe  $\frac{\Delta\sigma}{2} = f(N)$  présente une période d'adoucissement après un durcissement. L' adoucissement est attribué aux cisaillements des précipités par des boucles glissiles associées au processus de contournement ; des précipités sont d'abord contournés avant d'être cisailés. Le cisaillement des précipités de taille surcritique a été également observé dans les alliages à double précipitation où les fins précipités sont cisailables et les gros précipités contournables (CLAVEL 1980, FRITZEMEIR et al. 1987). Des bandes de déformation se forment également avec des espaces interbandes plus riches en dislocations que celles des alliages à précipités cisailables uniquement. La déformation est toutefois moins homogène que dans les alliages à précipités contournables.

La durée de vie en fatigue des alliages à durcissement structural est également lié au degré d'hétérogénéité de la déformation. Un modèle simple, cité par GRÄF et al. (1978), a été proposé selon lequel les microfissures sont amorcées à partir d'une hauteur critique de la marche créée au niveau des bandes de glissement : cette hauteur est plus vite atteinte quand la déformation est plus localisée. En d'autres termes, pour les alliages à durcissement structural, plus la taille des précipités est importante, plus la déformation est homogène et par conséquent plus la durée de vie en fatigue serait élevée. Or, LERCH et al. (1984) sur du Waspaloy, SINGH et al. (1991) sur du Nimonic PE16, n'ont pas trouvé de relation entre la durée de vie et la taille des précipités. On note que pour l'Inconel X-750 étudié par AMZALLAG et GAYOT (1986) en fatigue à contrainte imposée, l'écart entre les durées de vie est considérable pour deux traitements différents de l'alliage.



## I.4 : RESUME ET OBJECTIFS DE L'ETUDE

En résumé, les mécanismes de déformation des matériaux CFC dépendent des types d'obstacles que rencontrent les dislocations lors de leur mouvement de glissement.

Pour les métaux et les alliages monophasés, où les obstacles fréquemment rencontrés sont les dislocations qui percent les plans de glissement, ou les atomes de solutés, ou les joints de grains, il existe un domaine de déformation pour lequel les courbes d'érouissage cyclique présentent une région de faible variation de la contrainte à saturation ; suivant l'aptitude des dislocations au glissement dévié, une structure hétérogène peut être développée dans ce domaine.

Pour les matériaux CFC biphasés, la région de faible variation de la contrainte (valeur prise à demi-durée de vie) peut également exister en fatigue à déformation imposée. Les structures de déformation et l'évolution des contraintes au cours du cyclage, obtenues sont fonction des modes de franchissement de la seconde phase :

- si cette dernière est franchie par cisaillement, le matériau présente une période d'adoucissement importante jusqu'à la rupture, associée à une structure de déformation très hétérogène, sous formes de bandes.
- si la deuxième phase est contournée par les dislocations, la courbe d'évolution des contraintes présente un stade de saturation ; la microstructure de déformation correspondante est homogène.
- si les particules de la seconde phase sont de taille surcritique, le matériau présente également une période d'adoucissement et une structure en bandes, mais la déformation correspondante est plus homogène que dans le cas où les particules sont seulement cisillées.

Pour les deux types de matériaux, monophasés et biphasés, les microfissures de fatigue sont transgranulaires et s'amorcent dans les bandes de déformation. Pour les matériaux monophasés, il est bien connu que l'hétérogénéité de la déformation plastique et la tenue en fatigue sont étroitement liés. Or, d'après la littérature, pour les alliages à précipités ordonnés comme les superalliages à faible fraction volumique de  $\gamma'$ , cette relation entre la localisation de la déformation plastique et la résistance à la fatigue est moins évidente.

Par conséquent, il nous paraît important de préciser l'influence de la distribution des précipités ordonnés sur le phénomène de localisation de la déformation plastique, et par la suite sur les mécanismes d'amorçage des fissures de fatigue.



L'alliage Inconel X-750 présente un intérêt particulier pour cette étude car la taille et la distribution des précipités  $\gamma$  peuvent être variées en fonction du traitement thermique, tout en maintenant une faible fraction volumique de  $\gamma$ .

Quant à l'influence de la température sur la localisation de la déformation plastique, les études sur ce type d'alliage ont été essentiellement menées à des températures supérieures à 500°C. Ainsi, l'effet de la moyenne température (300°C) sur la résistance à la fatigue mérite d'être analysée car c'est souvent dans ce domaine de température que ces types d'alliage travaillent.

De plus, peu d'études concernent la comparaison des mécanismes et des microstructures de déformation obtenus après sollicitation monotone et après sollicitation cyclique. Pourtant, une telle comparaison permettrait de mieux comprendre, et par la suite de mieux prévoir, le comportement de l'alliage en service.



## **CHAPITRE II**



## **CHAPITRE II**

### **TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET MATERIAUX UTILISES**

Les techniques expérimentales que nous avons mises en œuvre seront décrites dans un premier temps dans ce chapitre. Ensuite, les matériaux étudiés dans ce travail seront présentés dans la dernière partie.

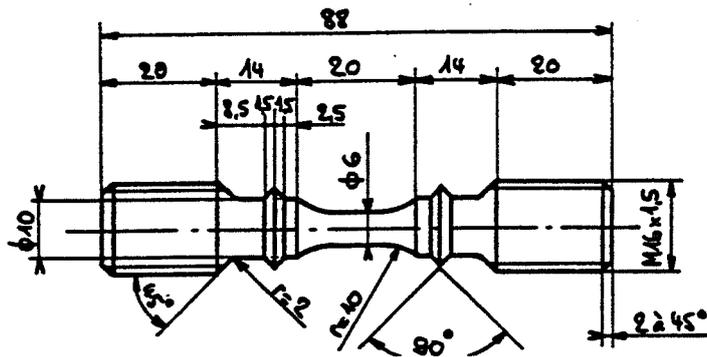


Figure II.1 : éprouvette à colerettes

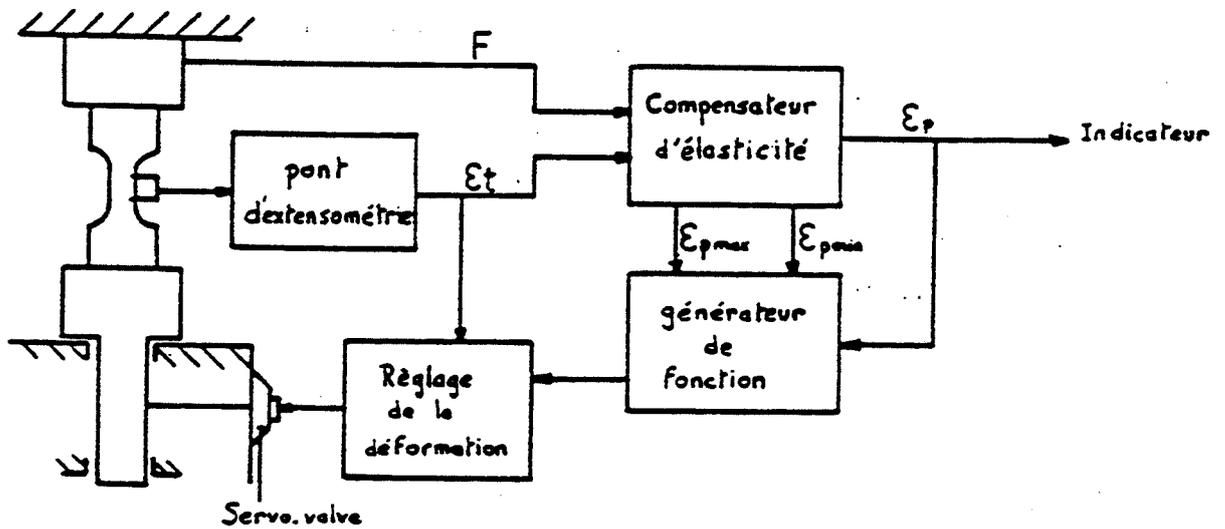


Figure II.2 : principe de l'asservissement en déformation plastique de la machine de fatigue

## II.1 : ESSAIS DE FATIGUE PLASTIQUE

### PRÉPARATION DES ÉPROUVETTES

Les éprouvettes, dont les dimensions sont données sur la figure II.1, ont été prélevées par usinage sur des barres de  $\phi = 35$  mm, traitées thermiquement.

Avant chaque essai, l'éprouvette est polie mécaniquement aux papiers abrasifs pour enlever les traces d'usinage, puis chimiquement avec les conditions suivantes :

- bain : 45% méthanol + 45% butylcellosolve + 10% acide perchlorique
- température : environ 5°C
- tension : 15V
- durée : 4 à 5 min

Le polissage électrolytique a l'avantage de supprimer toutes les rayures en surface, notamment les rayures de polissage mécanique, ce qui facilite l'examen de la surface des éprouvettes après la sollicitation mécanique. Cependant, il a l'inconvénient de faire tomber des inclusions laissant en surface quelques microcavités de dimension environ 5  $\mu\text{m}$ .

### MACHINE DE FATIGUE

Les essais ont été effectués en traction-compression à amplitude de déformation plastique  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2}$  imposée. La machine utilisée est une machine servo-hydraulique SCHENCK d'une puissance maximale de 40 KN et comporte les éléments suivants :

- un groupe hydraulique
- un vérin hydraulique piloté par un servo-valve
- un ensemble de modules électroniques de régulation de la machine
- des capteurs de force et de déformation avec leur électronique associé

Le principe de fonctionnement de la machine est représenté sur la figure II.2. Dans le module "compensateur d'élasticité" le signal correspondant au déplacement élastique est soustrait de celui du déplacement total et il ne reste plus à la sortie de ce module que le signal proportionnel au déplacement plastique. Ce signal est ensuite envoyé dans un détecteur de limites ; dès que cette tension est égale à celle affichée sur le détecteur, celui-ci inverse le signe de

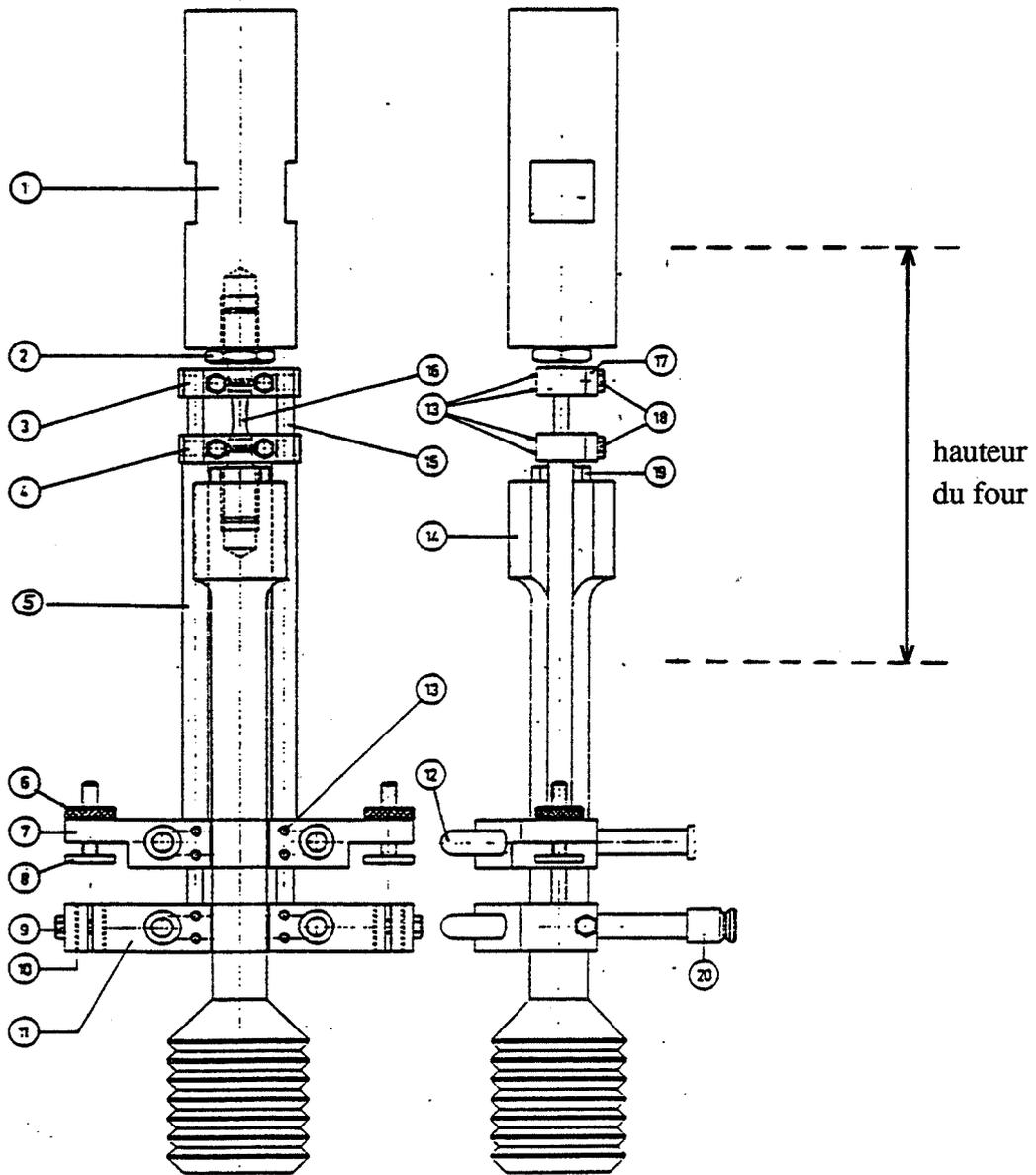


Figure II.3 : schéma du montage pour les essais de fatigue

la pente du signal de commande, qui est une tension triangulaire. Ainsi le déplacement du vérin est limité à un déplacement qui correspond au déplacement plastique voulu.

Le système d'extensométrie est constitué de deux capteurs inductifs situés de part et d'autre de l'éprouvette (voir figure II.3); les capteurs sont fixés sur le support /11/. Le support /11/ est relié à la colerette supérieure de l'éprouvette par l'intermédiaire des barres /15/ et de la coquille supérieure /3/. Les barres /15/ coulisent à l'intérieur des tubes /5/ reliant la coquille inférieure /4/ et le support /7/. Ainsi, le déplacement mesuré entre les supports /7/ et /11/ correspond au déplacement entre les colerettes de l'éprouvette. Un étalonnage a été réalisé auparavant à l'aide d'un capteur à jauge fixé directement sur l'éprouvette pour connaître la déformation de la partie utile en fonction du déplacement entre les colerettes de l'éprouvette.

Les capteurs inductifs, n'étant pas conçus pour travailler à des températures supérieures à 50°C, les supports /7/ et /11/ sont munis de tubes pour la circulation d'eau.

Afin de bien centrer les barres /15/ à l'intérieur des tubes de renvoi /5/, minimisant ainsi les frottements entre ces deux pièces, le système de fixation des barres et des tubes, aux coquilles, /3/ et /4/, a été modifié par rapport à l'ancien dispositif, utilisé auparavant par GORLIER (1984). Les barres et les tubes, au lieu d'être coincés par des vis, dans les coquilles, sont filetés et bloqués par des écrous à l'extérieur des coquilles.

#### **DISPOSITIF DE CHAUFFAGE**

Un four à lampes avec son système de régulation, pouvant chauffer jusqu'à 1000°C a été utilisé pour les expériences à 300°C. La montée en température est de 100°C / min. A 300°C, la stabilité de la température est atteinte après 5 min environ ; l'oscillation est au maximum de  $\pm 1^\circ\text{C}$ . Le contrôle de la température est assuré par un thermocouple rigide (Chromel/Alumel) venant en contact avec la partie centrale de l'éprouvette. L'écart de température le long de la partie utile de l'éprouvette est inférieur à 2°.

La stabilité thermique de tout le dispositif est atteinte après 2h de la mise en chauffe.



## CONDITIONS D'ESSAI

La majorité des essais, à la température ambiante et à 300°C, ont été menés à une vitesse de déformation plastique de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , avec des amplitudes  $4 \times 10^{-4} \leq \frac{\Delta \epsilon_p}{2} \leq 10^{-3}$ , correspondant à des fréquences comprises entre 0,25 et 0,62 Hz.

Les tests mécaniques permettent de fournir les informations suivantes :

- la forme des boucles d'hystérésis : la force et le déplacement ( plastique ou total ) sont enregistrés sur une table traçante XY
- l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles, et de l'amplitude de déformation imposée
- les courbes de durée de vie ( ou courbes de Manson-Coffin ) donnant le nombre de cycles à l'amorçage en fonction de  $\frac{\Delta \epsilon_p}{2}$ .

Parallèlement à ces enregistrements, nous avons développé un logiciel d'acquisition et de traitements des données.

Pendant l'acquisition, l'ordinateur peut travailler en tant que table traçante donnant à la fois en lecture directe, c'est-à-dire en contrainte et en déformation, les boucles contrainte-déformation totale et contrainte-déformation plastique.

Lors du fonctionnement du programme d'acquisition, trois types de fichiers sont créés :

- le premier fichier, créé avant l'essai de fatigue, enregistre les conditions expérimentales telles que la référence de l'essai,  $\frac{\Delta \epsilon_p}{2}$ , milieu et température d'essai, diamètre de l'éprouvette et les remarques de l'expérimentateur. A la fin de l'essai, le nombre de cycles total est également écrit dans ce même fichier.
- le deuxième fichier enregistre les tensions maximales et minimales de force et des déplacements avec le numéro de cycle correspondant. Les données contenues dans ce fichier permettent de tracer, par le programme de traitement, la courbe d'évolution des contraintes en fonction du nombre de cycles.
- le troisième fichier sert à enregistrer les valeurs des tensions correspondant à la force, au déplacement total et plastique, pour les numéros de cycle demandés par l'expérimentateur ; le nombre de points pour chaque cycle dépend de l'échantillonnage. Dans le programme de traitement des données, ce troisième fichier est utilisé pour retracer les boucles contrainte-déformation totale et plastique.

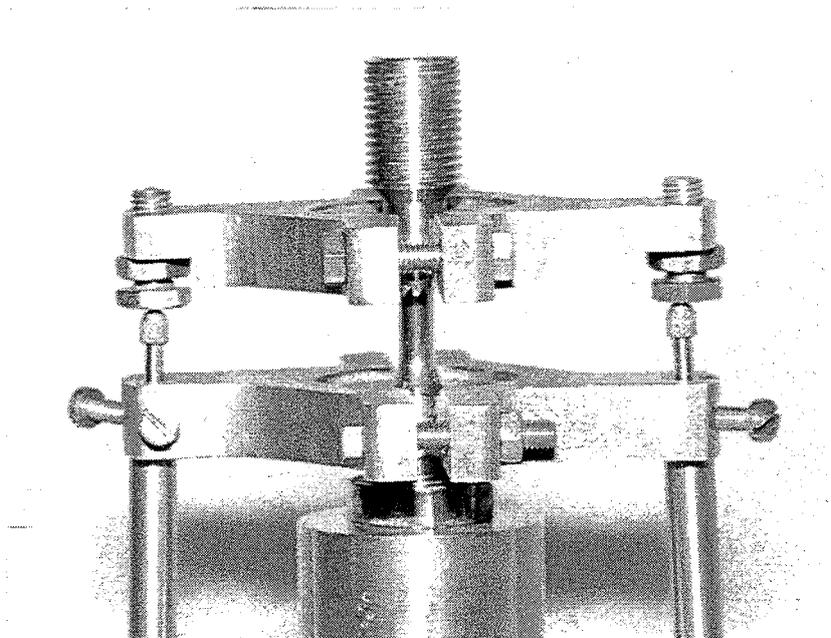


Figure II.4 : système d'extensométrie pour les essais à la température ambiante

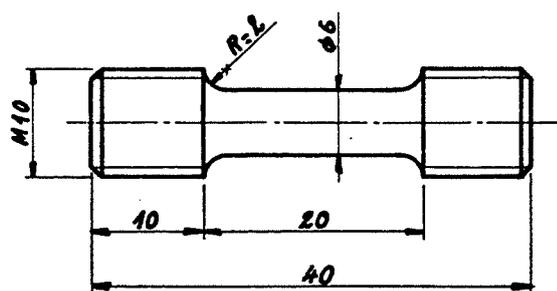


Figure II.5 : éprouvette de traction pour une machine Instron

## II.2 : ESSAIS DE TRACTION

Deux vitesses différentes ( $\dot{\epsilon}_1 \approx 10^{-3}$  et  $\dot{\epsilon}_2 \approx 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ ) ont été considérées pour ces essais.

Les essais de traction lente ( $\dot{\epsilon} \approx 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ ) ont été effectués sur une machine mécanique, avec les mêmes éprouvettes qu'en fatigue, sauf que le diamètre de la partie utile a été diminuée de 4 mm, au lieu de 6 mm. Le système de mesure de la déformation à température ambiante est représenté sur la figure II.4 où les deux capteurs inductifs sont fixés de part et d'autre de l'éprouvette et mesurent le déplacement entre les colerettes. La force et le déplacement sont alors enregistrés en fonction du temps, nous permettant d'une part de tracer la courbe ( $\sigma$ - $\epsilon$ ) à température ambiante, et d'autre part de déterminer l'allongement à 300°C en fonction du temps en gardant les mêmes vitesses qu'à la température ambiante.

L'éprouvette utilisée pour les essais de traction à vitesse rapide ( $\dot{\epsilon} \approx 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) est schématisée sur la figure II.5. Les essais sont conduits de manière classique à vitesse de traverse constante sur une machine INSTRON pilotée par ordinateur. Un capteur à jauge peut être utilisé à température ambiante pour mesurer directement la déformation.



## II.3 : LES TECHNIQUES D'ANALYSES MICROSTRUCTURALES

### II.3.1 - ANALYSES DE L'AMORÇAGE DES MICROFISSURES DE FATIGUE

Ces analyses sont faites sur des répliques de surface des éprouvettes de fatigue sollicitées à différentes fraction de vie et pour différentes amplitudes de déformation plastique. Les répliques sont obtenues à partir des feuilles acétate d'épaisseur 100  $\mu\text{m}$  imbibées d'acétone pur ; une contrainte de 20 MPa environ est appliquée à l'éprouvette pour ouvrir les éventuelles fissures. Ces répliques sont ensuite observées au microscope optique.

Cette technique nous a permis d'étudier l'évolution de la densité des microfissures jusqu'à demi-durée de vie, sur une même éprouvette pour une  $\Delta\varepsilon_p$  donnée. Comme la densité des microfissures est assez importante, environ 60  $\text{mm}^{-2}$ , nous avons fait le comptage des microfissures sur quelques zones seulement ( $\sim 5 \text{ mm}^2$ ) de la surface totale de la réplique ( $\sim 18 \text{ mm}^2$ ). La technique est assez simple et rapide alors que le dépouillement ne l'est pas souvent : l'erreur commise est difficile à évaluer, RAMADE (1990) l'a estimée à  $\pm 10\%$ .

Quelques éprouvettes ont été observées directement au microscope électronique à balayage : un écart d'environ 30% a été constaté sur la densité superficielle des microfissures de petites tailles ( $< 50 \mu\text{m}$ ) ; l'éprouvette, observée au MEB, présente plus de microfissures que la réplique correspondante, observée au microscope optique.

### II.3.2 - ANALYSE DE LA STRUCTURE DES DISLOCATIONS

Les observations sont faites sur des lames minces avec des microscopes électroniques en transmission JEOL JEM 100C, et HITACHI H800.

Le JEOL 100C muni d'une platine goniométrique, rotation-tilt, travaillant sous 100 KV est utilisé dans cette étude en champ sombre avec une réflexion de surstructure pour imager les précipités.

L'analyse des dislocations est effectuée avec le HITACHI H800, muni également d'une platine rotation-tilt, en champ clair deux ondes et en champ sombre en faisceau faible ( weak-beam ), sous une tension d'accélération de 200 KV.



## Préparation des lames minces

Après sollicitation mécanique, des lames de 0,2 mm d'épaisseur sont prélevées sur les éprouvettes, à 45° de l'axe de sollicitation, à l'aide d'une tronçonneuse munie d'une table micrométrique et goniométrique. L'épaisseur de ces lames est ensuite réduite, par polissage mécanique au papier abrasif, jusqu'à environ 0,08 mm pour pouvoir en découper des disques de 3mm de diamètre avec un outil rotatif servant à découper des pastilles. L'amincissement final de ces disques de 3 mm de diamètre est réalisé par la méthode du double jet ( appareil Ténupol ) avec les conditions opératoires suivantes :

- bain : acide perchlorique 5% + acide acétique 95%
- température : 19°C
- tension : 80 V ( durée environ 2 min. )
- lavages successifs dans du méthanol

## Détermination des vecteurs de Burgers $\vec{b}$

Généralement, l'identification des dislocations parfaites se fait par le critère d'invisibilité  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$  en champ clair en deux ondes où  $\vec{g}$  est le vecteur diffractant.

Si pour deux réflexions  $\vec{g}_1$  et  $\vec{g}_2$ , la dislocation est invisible, alors  $\vec{b}$  est parallèle au vecteur  $(\vec{g}_1 \times \vec{g}_2)$ .

Si l'écart à la position de Bragg, caractérisé par le paramètre  $w = s\xi_g$  (  $s$  : proportionnel à l'écart à l'angle exact de Bragg ;  $\xi_g$  : distance d'extinction ) est inférieur à 1, c'est-à-dire pour  $s$  petit, la direction de  $\vec{b}$  peut être déterminée sans ambiguïté de cette manière.

Seulement, dans notre cas, pour  $s$  petit, les contrastes élastiques autour des précipités gênent fortement les observations des dislocations, ce qui nous a conduit à analyser les dislocations pour des valeurs de  $w > 1$ .

Or si  $w > 1$ , les contrastes de dislocation pour  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$  et  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 1$  peuvent être confondus (LORETTO et SMALLMAN, 1975). Ainsi, pour s'assurer que  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ , nous avons pris soin de comparer les contrastes de dislocation pour  $+g$  et pour  $-g$  en gardant  $s > 0$ . En effet, si  $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$ , le contraste des dislocations change quand on passe de  $+g$  à  $-g$  alors qu'il reste le même pour  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ .



D'autre part, l'observation des contrastes pour les réflexions +g et -g, quand il n'y a pas d'extinction, permet de déterminer le sens du vecteur  $\vec{b}$  : le contraste pour (g.b)  $s < 0$  est plus faible que pour (g.b)  $s > 0$  (EDINGTON, 1975).

Une projection stéréographique associée à l'orientation cristalline du grain observé est très utile pour indexer de façon cohérente les divers réflexions g utilisées.

La technique du faisceau faible en champ sombre a été également utilisée pour avoir une image fine des dislocations. En effet, l'image d'une dislocation est environ large de  $\xi_g/3$  ce qui donne, pour les vecteurs diffractants g de notre matériau, à  $s = 0$ , des valeurs de l'ordre de 10 à 20 nm. Par conséquent, les images de deux dislocations distantes l'une de l'autre de 20 nm ne peuvent pas être séparées dans cette condition. Tandis que pour s grand, la distance d'extinction effective  $\xi_g^{\text{eff}}$  est égale à

$$\xi_g^{\text{eff}} = \frac{\xi_g}{\sqrt{1+s^2\xi_g^2}} \quad (\xi_g : \text{distance d'extinction normale})$$

Par exemple pour  $s_g \approx 4 \times 10^{-1} \text{ nm}^{-1}$ ,  $\xi_g^{\text{eff}} \approx 25 \text{ nm}$  et la largeur d'une image de dislocation n'est plus que de 8 nm environ.

La technique du faisceau faible consiste à former l'image à partir d'une réflexion g faiblement diffractée, en mettant la tache ng proche de la position exacte de Bragg : faisceau faible  $g/ng$ . L'écart  $s_g$  à l'angle de Bragg est alors déterminé par :

$$s_g = \frac{(n-1)g^2\lambda}{2} \quad (g : \text{module de } \vec{g} ; \lambda : \text{longueur d'onde})$$

Plus n est grand, plus l'image est fine mais plus l'intensité de l'image formée est faible ce qui d'une part en l'absence d'un amplificateur de brillance, rend la mise au point de l'image plus difficile, et d'autre part demande un temps d'exposition assez long.

Dans notre cas, nous avons souvent utilisé la condition  $g/3g$  ou  $g/-g$  et nous avons également pris  $w \approx 5$  quand ceci est possible. Le temps d'exposition varie, pour un grandissement de 50000, de 20 s à 2 min.

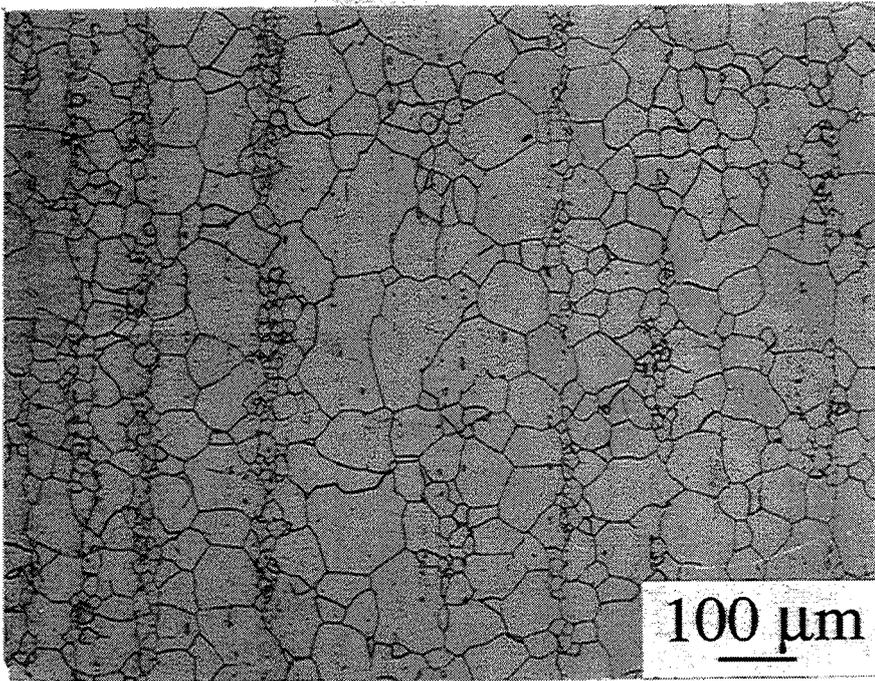


Figure II.6 : taille des grains dans l'alliage traité TTA

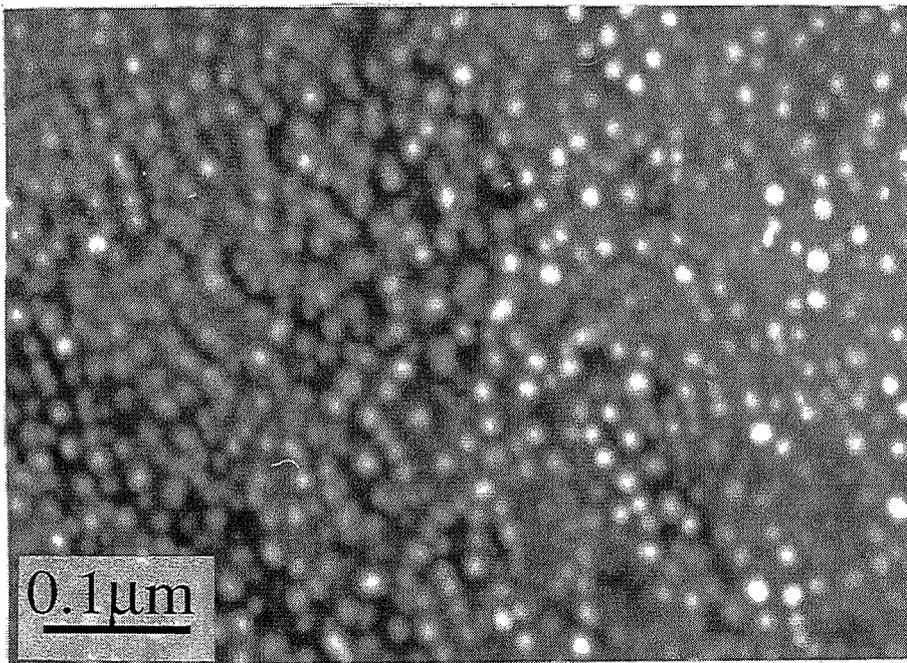


Figure II.7 : phase  $\gamma$  dans l'alliage traité TTA

## II.4 : MATERIAUX UTILISES

Nous avons travaillé essentiellement sur deux états différents de l'alliage Inconel X-750 : l'état TTA et l'état TTB. Ces matériaux ont été fournis par Imphy S.A sous forme de barre de 35 mm de diamètre, ayant subi des traitements thermomécaniques.

Les deux états sont issus de la même coulée ( YV729 ), dont la composition chimique est donnée par le tableau II.1

C	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Fe	Ti	Nb+Ta	Al	Co	Cu
0,053	0,06	0,18	0,0029	0,008	72,8	14,91	7,84	2,49	0,83	0,64	0,02	0,005

Tableau II.1 : composition chimique de l'Inconel X-750

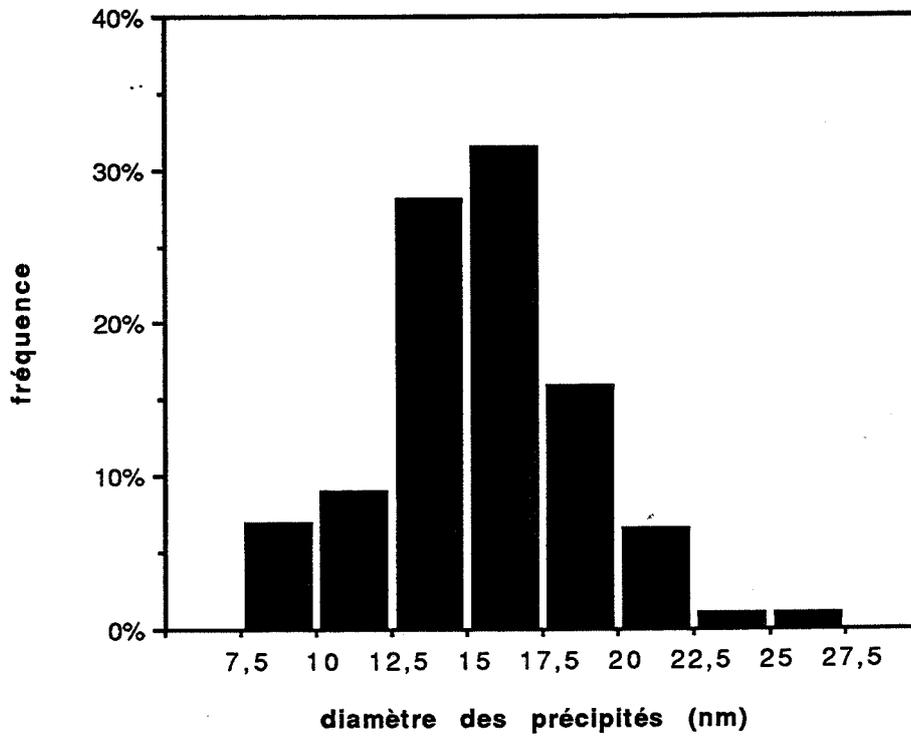
### 1- ALLIAGE TRAITÉ TTA

L'état TTA correspond au traitement suivant :

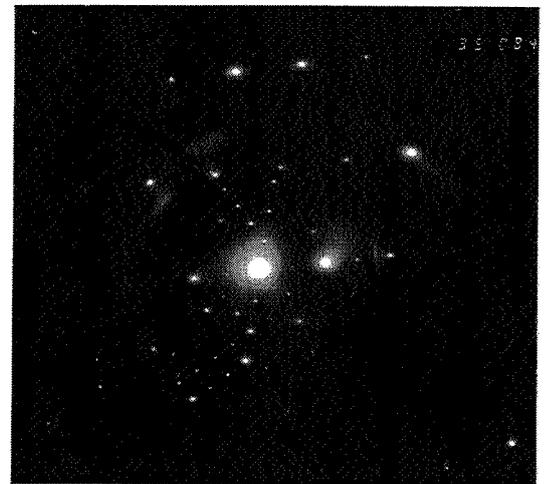
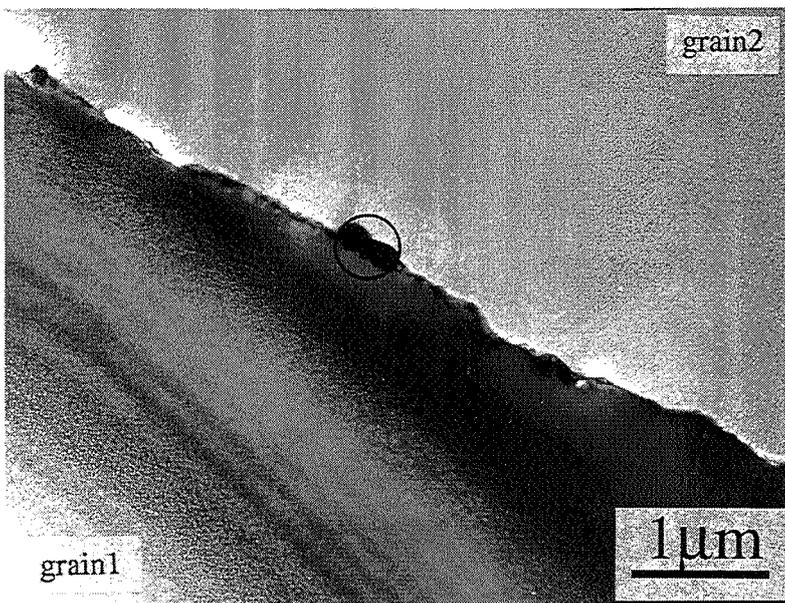
- remise en solution à 1093°C pendant 1h, après le laminage à chaud
- suivi d'un refroidissement air,
- puis d'un traitement de vieillissement à 704°C pendant 20h ;
- l'alliage est ensuite refroidi à l'air

L'alliage traité TTA est caractérisé par une taille de grain hétérogène : des grains de dimension 150 µm environ coexistent avec des petits grains de 30 µm . Les petits grains forment des bandes parallèles à la direction de laminage (figure II.6). Dans l'état TTA, le traitement de vieillissement conduit à une précipitation fine et uniforme de  $\gamma'$ , de fraction volumique environ 15%. L'observation de ces précipités au MET, avec une réflexion  $\langle 001 \rangle$ , a montré que le diamètre moyen des précipités est de 15 nm (figure II.7). Une étude de la distribution de taille des précipités  $\gamma'$  a été effectuée auparavant par le fournisseur et est représentée sur la figure II.8.

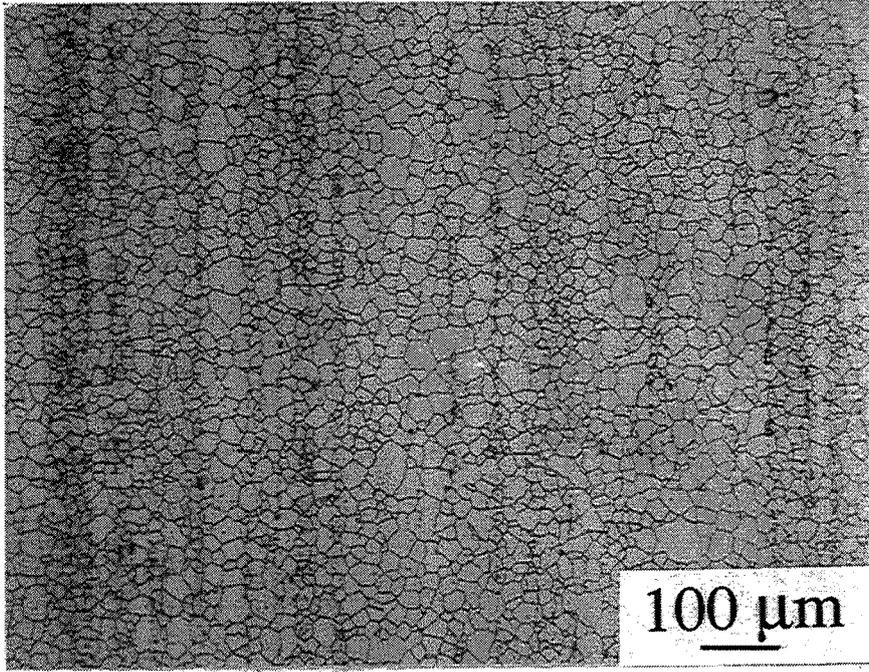
D'autre part, l'étude au MET indique que les joints de grains sont décorés de carbure type  $M_{23}C_6$  riche en Cr, en épitaxie avec un des grains (figure II.9). Ces carbures sont semi-continus le long des joints. Des macles de recristallisation existent également dans cet alliage.



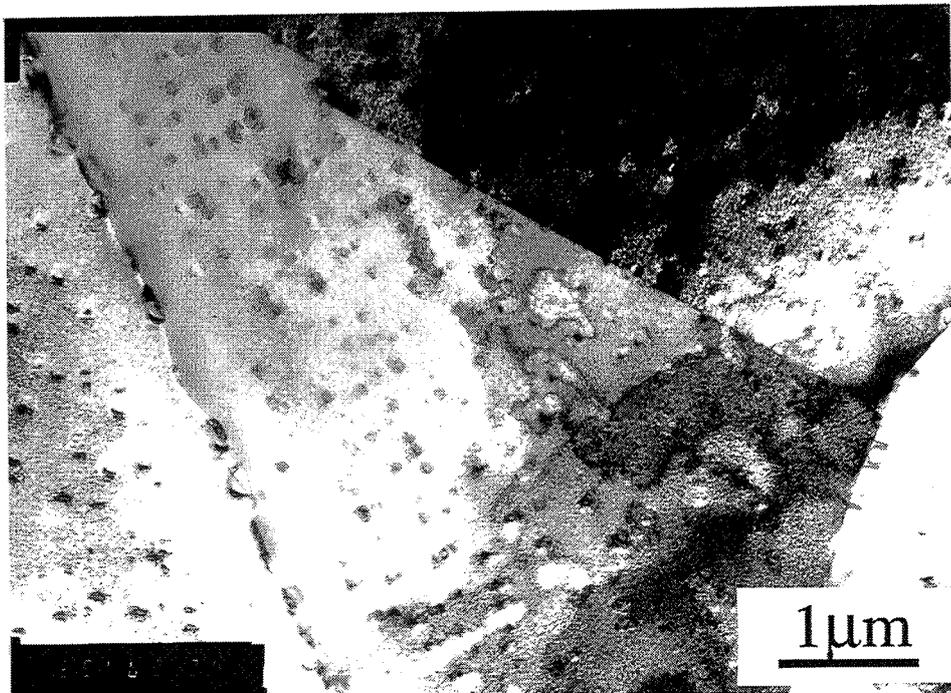
**Figure II.8** : distribution de taille des précipités  $\gamma$  dans l'alliage traité TTA d'après TREPIED, ROMAIN et BENHAMOU (1985)



**Figure II.9** : carbure intergranulaire type  $M_{23}C_6$  dans l'alliage traité TTA en épitaxie avec le grain1



**Figure II.10** : taille des grains dans l'alliage traité TTB



**Figure II.11** : alliage traité TTB  
joints de grain et macles de recristallisation

## 2 - ALLIAGE TRAITÉ TTB

Le traitement TTB, effectué également après le laminage à chaud, consiste à :

- faire un premier traitement de vieillissement à 885°C pendant 24h
- suivi d'un refroidissement air
- ensuite, l'alliage subit un deuxième traitement de vieillissement à 704°C durant 20h
- et finalement, une trempe à l'air.

La taille des grains dans l'alliage traité TTB est relativement homogène, variant de 25 à 50  $\mu\text{m}$  ( figure II.10 ). Les joints de grains sont également décorés de carbures type  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , globulaires et discontinus (figure II.11). La figure II.11 nous indique également la présence des macles de recristallisation.

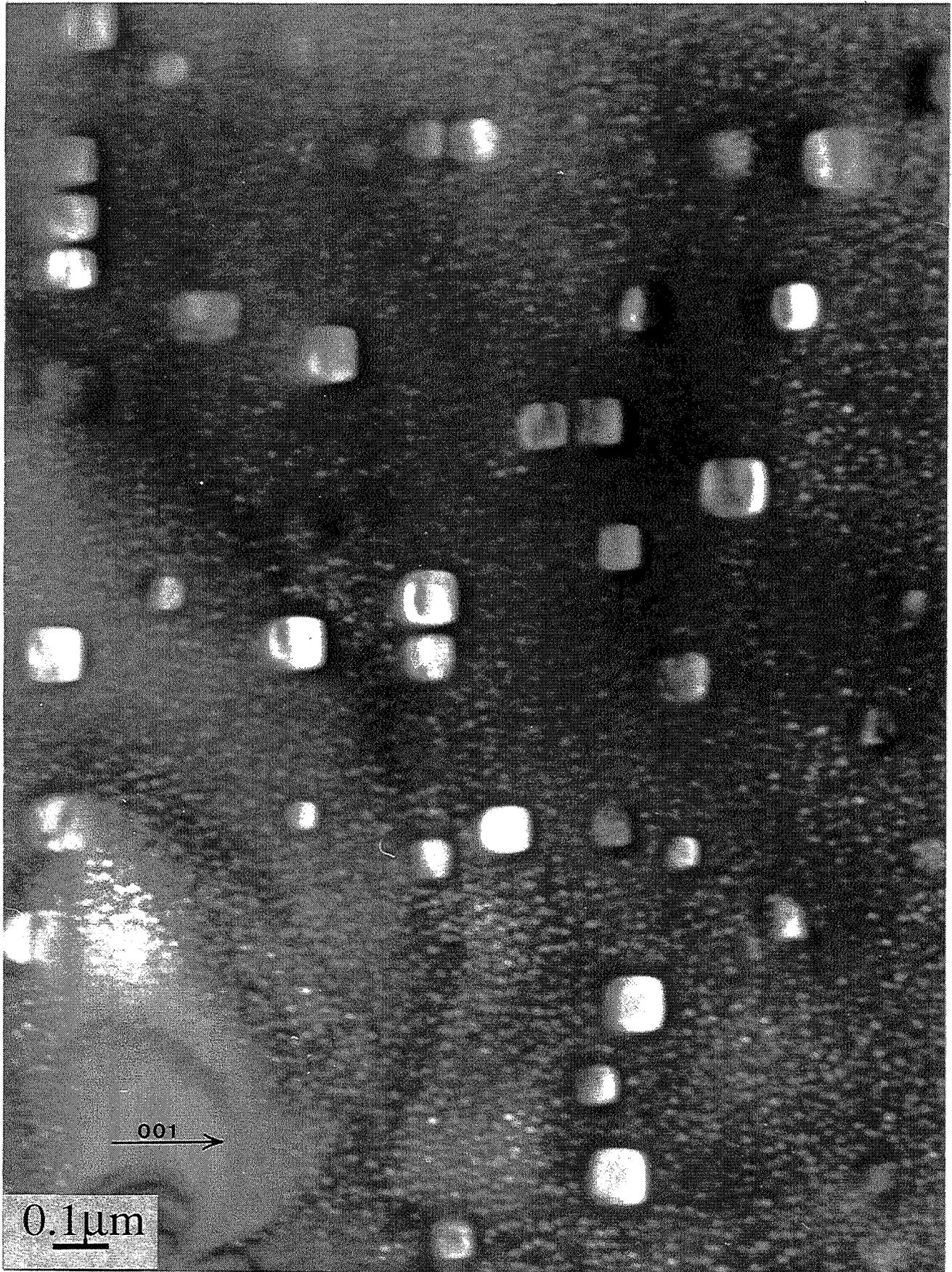
Comme on peut le prévoir, ce traitement de double vieillissement conduit à une précipitation bimodale de  $\gamma'$ , de fraction volumique totale de 15% (figure II.12). Les gros précipités  $\gamma'$ , qui sont cubiques et d'arête moyen 100 nm, sont formés lors du traitement à 885°C ; le deuxième traitement à 704°C fait apparaître des fins précipités  $\gamma'$  sphériques de diamètre moyen 14 nm.

La figure II.11 nous montre que de part et d'autre du joint de grain, il existe des zones dépourvues de gros précipités  $\gamma'$  alors que les fins précipités sont répartis dans tout le grain. Ceci peut s'expliquer par la diffusion du Cr vers les joints. Cet appauvrissement de la matrice en atomes de Cr augmente la solubilité du Ti et de l'Al à 885°C, et empêche la germination des précipités  $\gamma'$  dans les régions près des joints de grain. A 704°C, en dépit de la déchromisation, les fins précipités apparaissent dans tout le grain car la diminution de la température diminue la solubilité du Ti et de l'Al.

La distribution de taille des précipités  $\gamma'$  dans l'alliage traité TTB est représentée sur les figures II.13.

## 3 - MATRICE ÉCROUÏE

Une autre coulée ( YX822 ) de l'alliage Inconel X-750 a été également utilisée dans cette étude. L'alliage a été fourni par Imphy S.A sous forme de barre écroûie de 15% après le laminage à chaud. Ce matériau nous a servi de référence pour certaines expériences. Les résultats obtenus à partir de ce matériau sont présentés en Annexe1



**Figure II.12** : précipitation bimodale de la phase  $\gamma$  dans l'alliage traité TTB

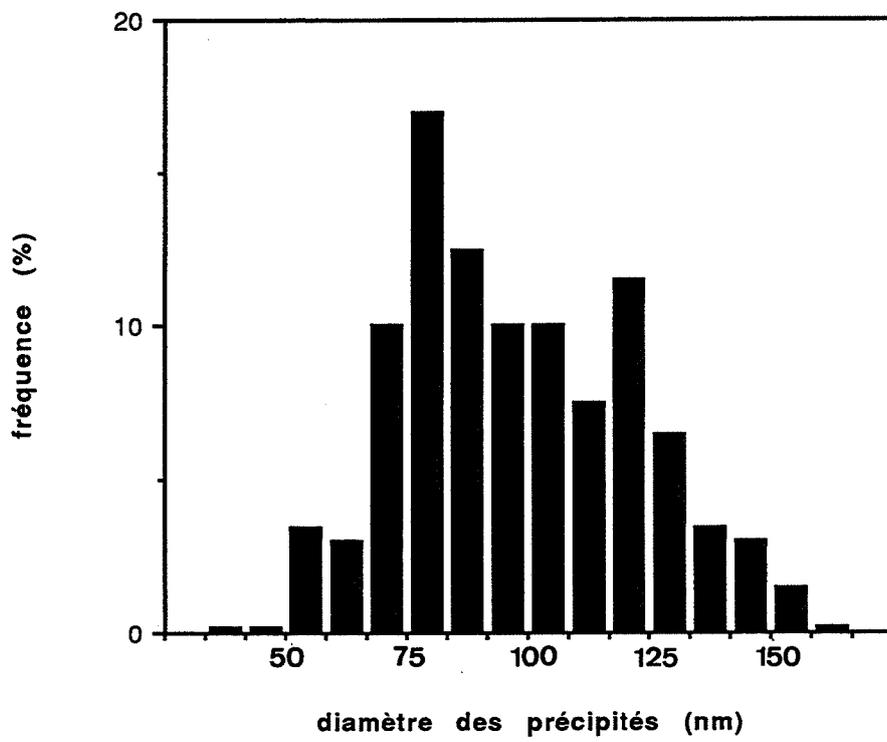
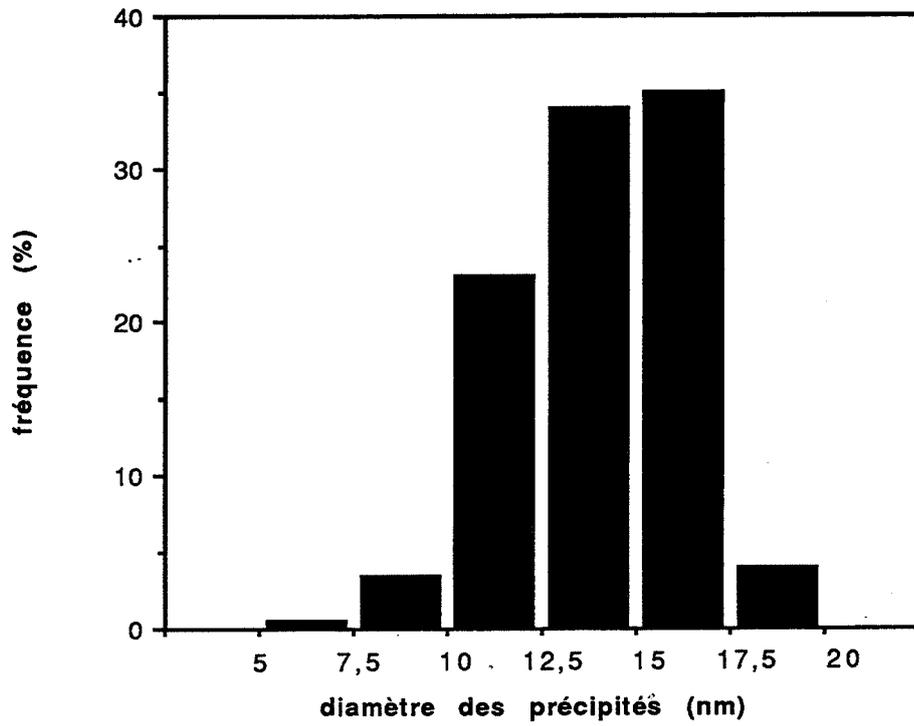


Figure II.13 : distribution de taille des précipités  $\gamma'$  de l'alliage traité TTB



## **CHAPITRE III**



## CHAPITRE III

### RESULTATS EXPERIMENTAUX

Comme nous l'avons annoncé au chapitre I, un de nos objectifs est d'expliquer le comportement mécanique de l'Inconel X-750 en fonction des mécanismes de déformation. Ceci nous a conduit à rassembler dans ce chapitre les différents résultats obtenus tant d'un point de vue mécanique que microstructural.

Sachant que les pièces en service sont soumises à des contraintes monotones, nous présenterons dans la première partie de ce chapitre les caractéristiques mécaniques de l'Inconel X-750 en traction monotone ainsi que les microstructures de déformation résultantes. Des mécanismes de déformation seront alors proposés.

Dans la deuxième partie, nous étudierons le comportement en fatigue plastique de notre alliage. Les réponses mécaniques seront alors expliquées à partir des microstructures de déformation observées et des résultats exposés au chapitre I.

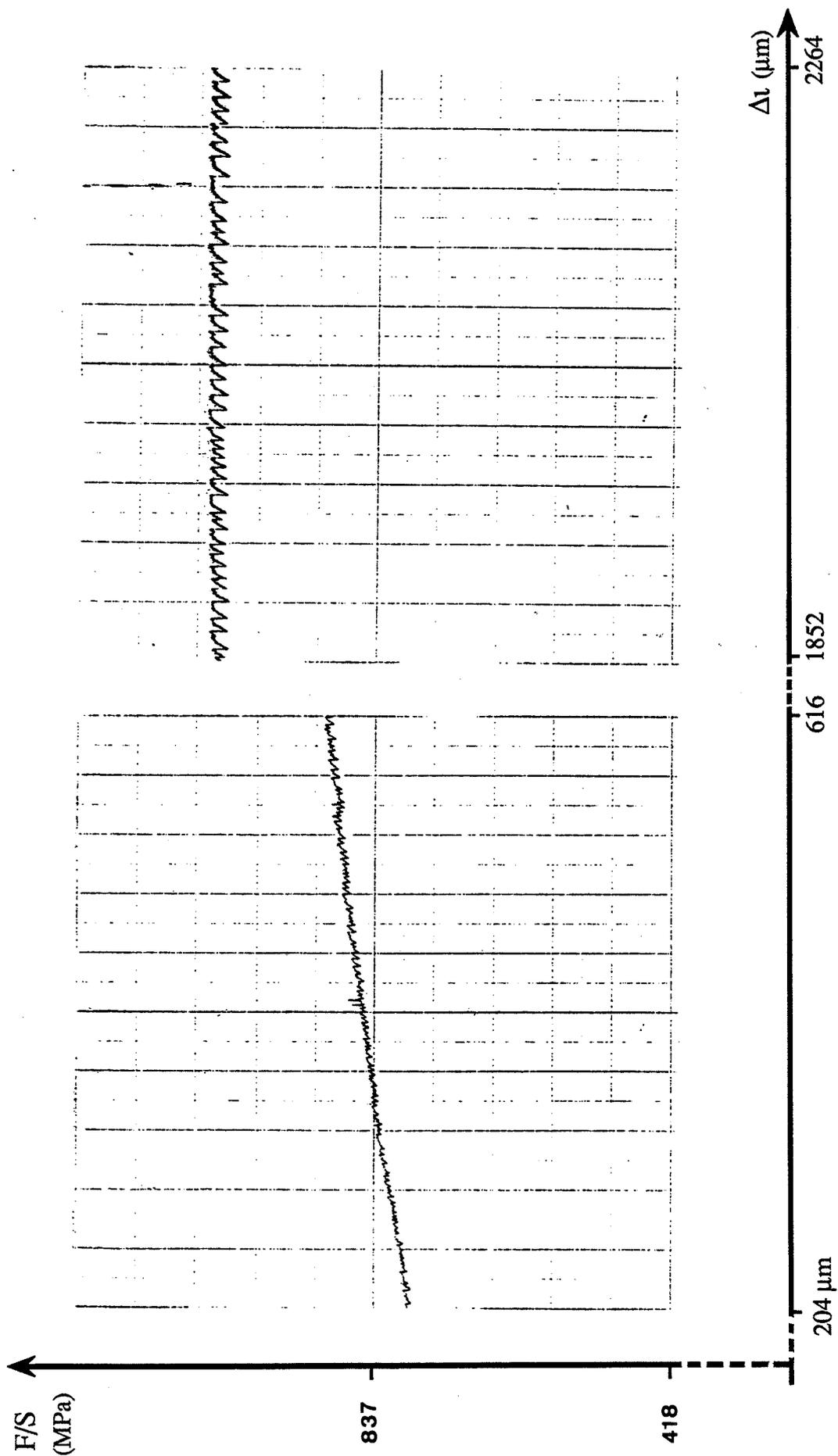


Figure III.1 : alliage traité TTA  
 traction à 300°C -  $\dot{\epsilon} \sim 5,5 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$

## PREMIERE PARTIE :

### III.1 TRACTION MONOTONE

#### III.1.1 - REPONSES MECANIQUES

Les essais sont effectués à la température ambiante et à 300°C, à vitesses de déformation variables, de  $10^{-6}$  à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , et sur différentes machines.

Les caractéristiques de traction de l'Inconel X-750 dans les deux états TTA et TTb, ont été déterminées à  $\dot{\epsilon} \sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Les résultats sont présentés sur les tableaux III.1 et III.2.

Température	R <sub>0,2</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A(%)
25°C	770	1200	28
300°C	750	1080	30

Tableau III.1 : Caractéristiques de traction de l'alliage traité TTA ( $\dot{\epsilon} \sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ )

Température	R <sub>0,2</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A(%)
25°C	830	1250	25
300°C	780	1190	27

Tableau III.2 : Caractéristiques de traction de l'alliage traité TTb ( $\dot{\epsilon} \sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ )

Les valeurs des contraintes reportées sur ces tableaux représentent la moyenne acquise sur deux essais, tandis que chaque valeur de l'allongement à rupture est obtenue à partir d'un seul essai.

Nous remarquons sur ces tableaux que l'augmentation de la température a pour effet de diminuer légèrement les niveaux de contrainte d'écoulement. Les essais effectués à des vitesses de déformation différentes confirment ce résultat. En revanche, l'augmentation de l'allongement à rupture avec la température n'est pas toujours vérifiée, comme le montrent les tableaux III.1 et III.2.

A 300°C et dans la gamme de vitesse de déformation considérée, les courbes de traction de l'Inconel X-750 traité TTA et traité TTb, montrent des instabilités de contrainte

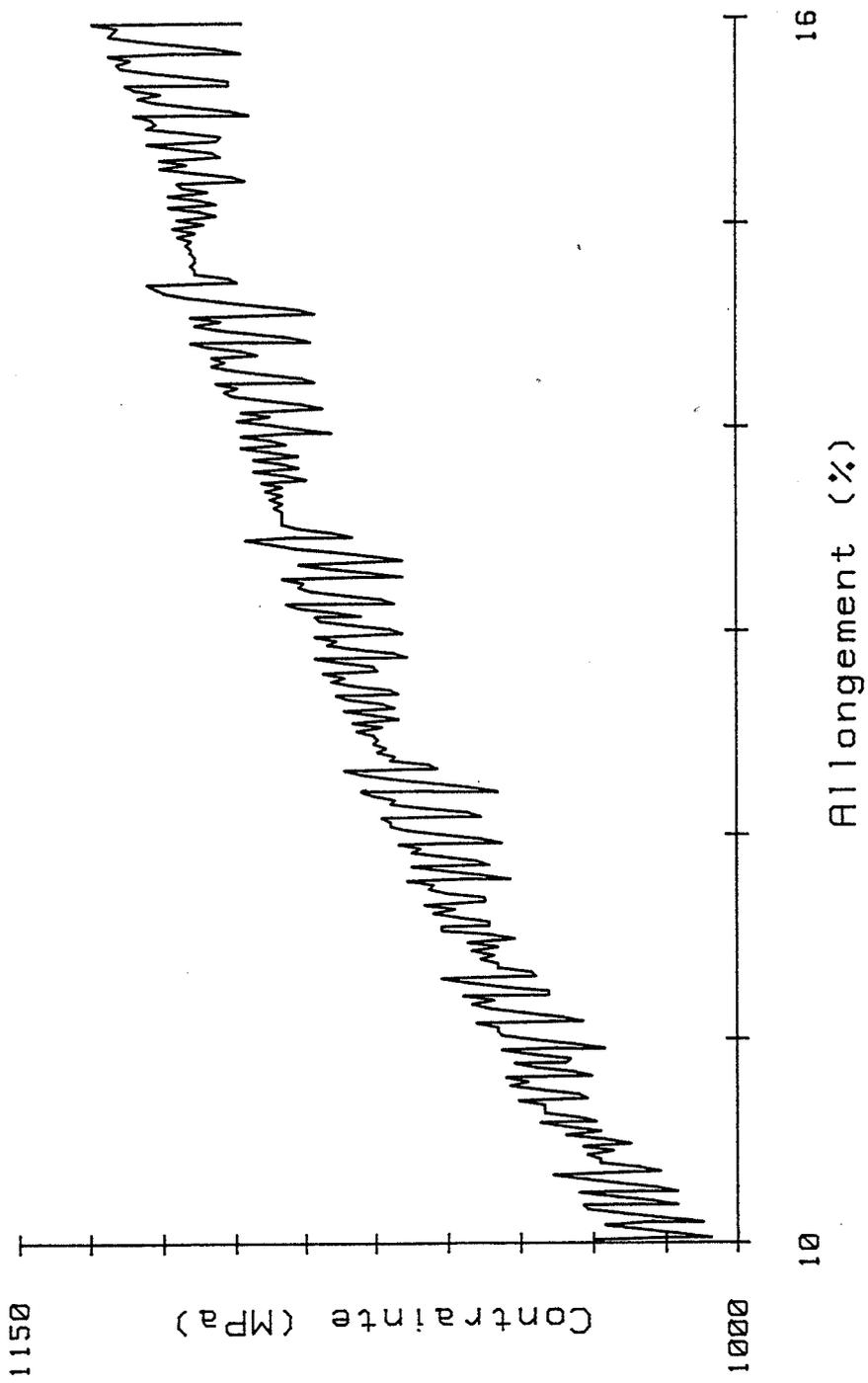


Figure III.2 : alliage traité TTB  
traction à 300°C -  $\dot{\epsilon} \sim 4 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$

caractéristiques du phénomène de Portevin-Le Chatelier (figures III.1 et III.2). Les décrochements ont des amplitudes d'autant plus importantes que la déformation croît. Ils se produisent depuis le début de l'écoulement à des intervalles de déformation  $\Delta\epsilon$  de  $10^{-3}$  environ.

D'autre part, l'ordre de grandeur du module d'Young, a été déterminé à partir de la pente des courbes de traction dans le domaine élastique.

Pour l'alliage traité TTA, à  $20^{\circ}\text{C}$  (3 essais) et à  $300^{\circ}\text{C}$  (4 essais), la pente varie entre 180 et 260 GPa.

Pour l'alliage traité TTb, nous avons eu la même dispersion (8 essais) de la pente que pour l'alliage traité TTA.

Dans la littérature, (BETTERIDGE et HELSOP, 1974), on rencontre une valeur du module d'Young  $E$  de 200 GPa, et qui est quasiment la même entre 20 et  $300^{\circ}\text{C}$ .

La comparaison de ces tableaux montre également que les niveaux de contrainte dans l'alliage traité TTb sont supérieurs à ceux de l'alliage traité TTA. Ces résultats sont comparables à ceux communiqués par d'autres laboratoires (Imphy S.A et Unirec )

Les courbes rationnelles de traction (figures III.3 à III.6) semblent indiquer que l'alliage traité TTA et l'alliage traité TTb ont une sensibilité négative à la vitesse de déformation, c'est-à-dire que la contrainte augmente quand  $\dot{\epsilon}$  diminue, aussi bien à température ambiante qu'à  $300^{\circ}\text{C}$  ; les décrochements ont été négligés pour le tracé des courbes rationnelles. Toutefois, l'écart de contrainte n'est pas significatif et les essais ont été effectués sur des machines différentes. Pour confirmer la sensibilité de l'Inconel X-750 à la vitesse de déformation, un essai sur une seule éprouvette avec un saut de vitesse a été effectué sous sollicitation cyclique dont les résultats seront présentés ultérieurement (chapitre IV).

Les réponses mécaniques en traction monotone à l'air montrent que l'alliage traité TTA et l'alliage traité TTb ont des allongements à la rupture proches de 26%. Tandis qu'en corrosion sous contrainte, l'écart entre les allongements à la rupture est considérable. En effet, en milieu PWR, pour  $\dot{\epsilon} = 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ , l'allongement à rupture de l'alliage traité TTb devient inférieur à 10% et celui de l'alliage traité TTA reste supérieure à 25% (BLANCHET et BILCOT, 1985).

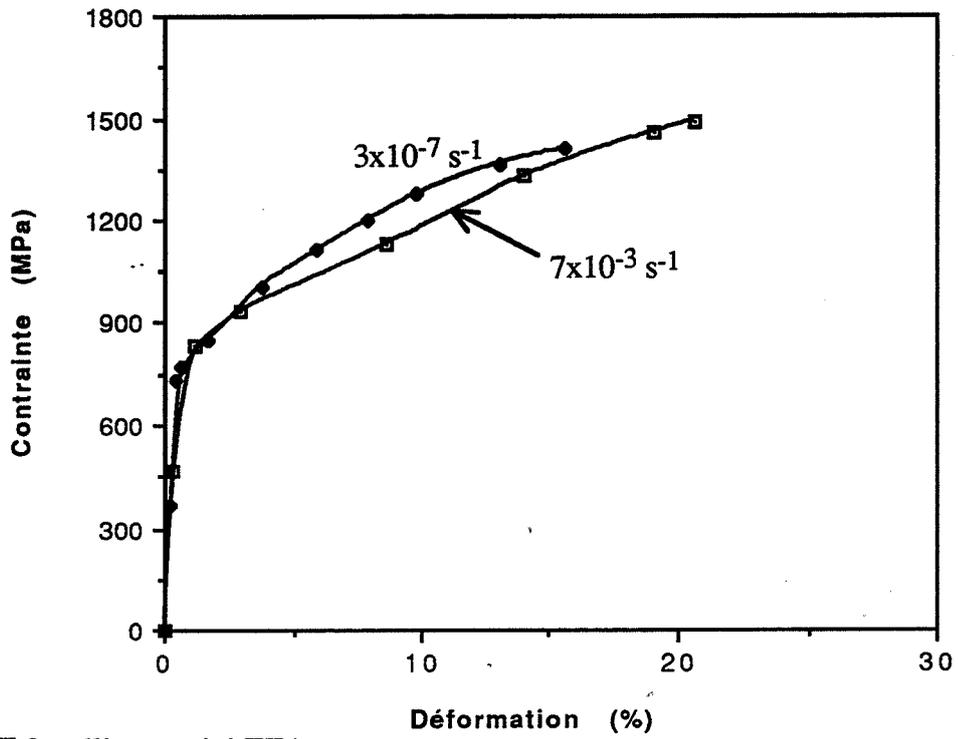


Figure III.3 : alliage traité TTA  
traction monotone à 20°C

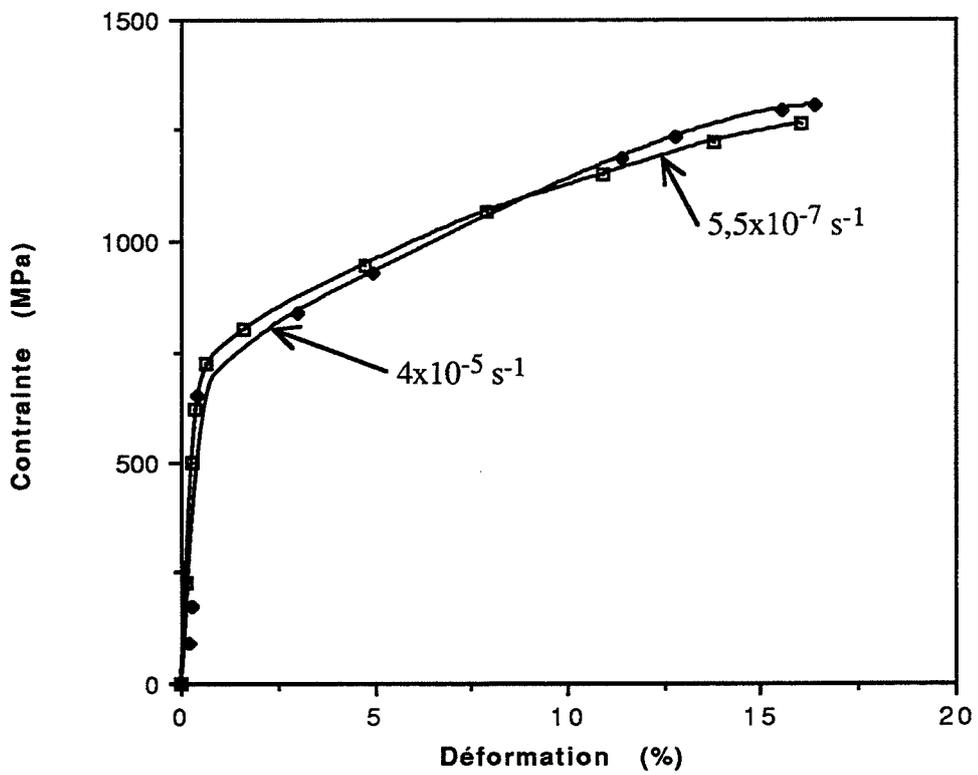


Figure III.4 : alliage traité TTA - traction monotone à 300°C

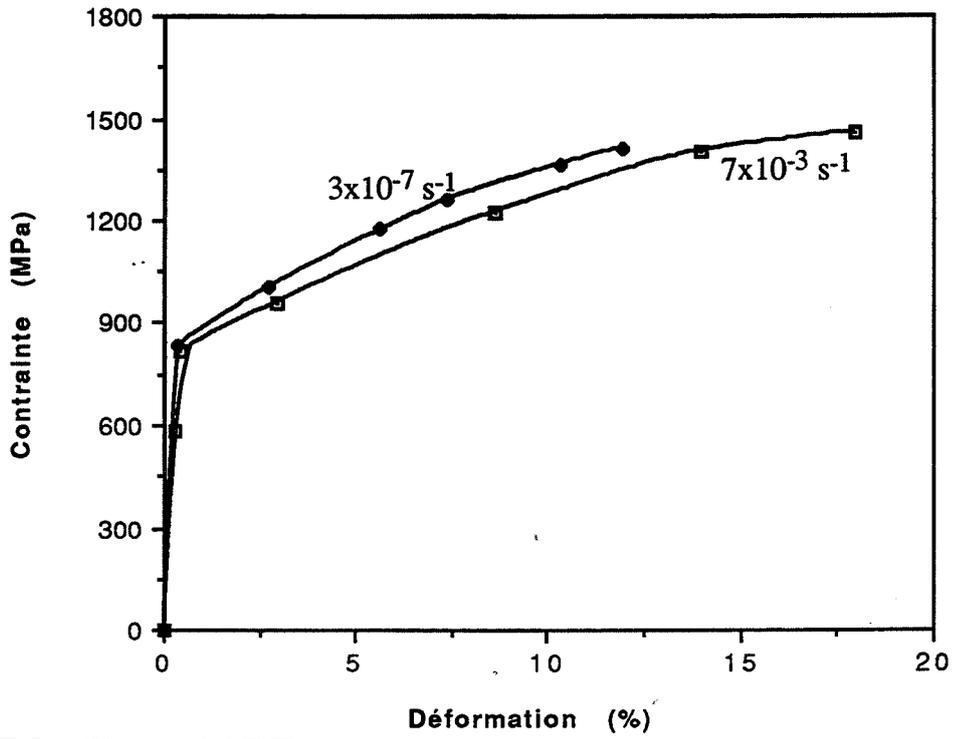


Figure III.5 : alliage traité TTB  
traction monotone à 20°C

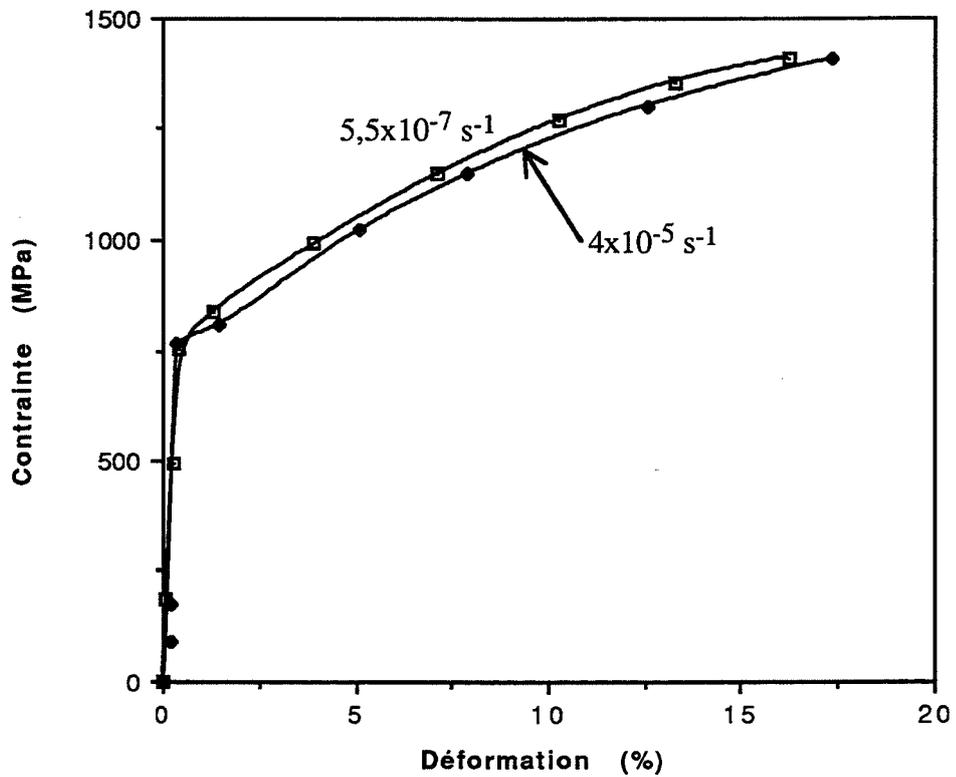


Figure III.6 : alliage traité TTB - traction à 300°C

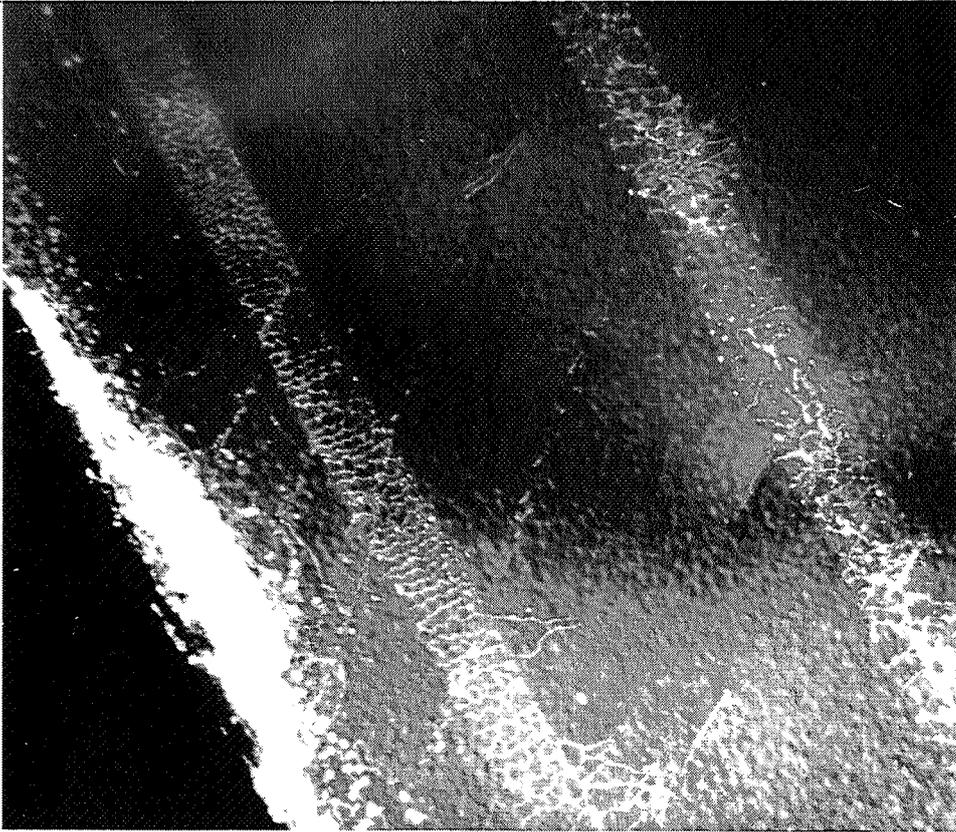
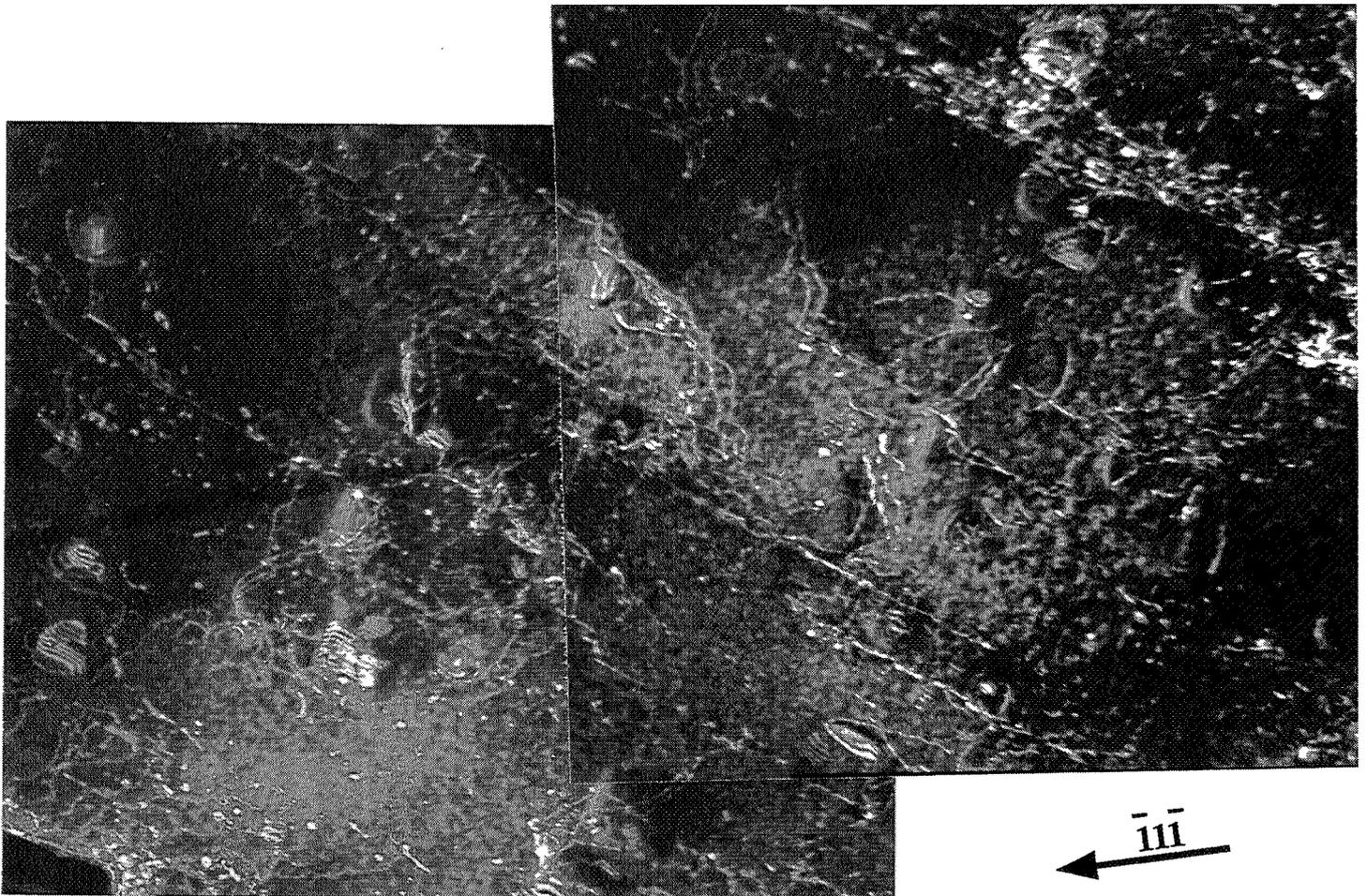


Figure III.7 : état TTA  
20°C - rupture  
 $\dot{\epsilon} \sim 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

$\bar{002}$

0.2  $\mu\text{m}$

Figure III.8 : état TTB  
20°C - rupture -  $\dot{\epsilon} \sim 5,5 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$



$\bar{111}$

### III.1.2 : MICROSTRUCTURES DE DEFORMATION EN TRACTION MONOTONE

Les observations microstructurales en MET ont été effectuées sur des lames minces prélevées sur les éprouvettes sollicitées

- jusqu'à la rupture, à la température ambiante et à une vitesse de  $\dot{\epsilon} \sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
- après 1% de déformation totale, à 20 et 300°C et aux deux vitesses  $10^{-3}$  et  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$
- après 5% de déformation totale, à 300°C et à vitesse lente, environ  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$  : cet état d'écroutissage a été choisi car l'influence de la température et de la vitesse de déformation sur les microstructures n'a pas pu être mise en évidence sur les échantillons observés après 1% de déformation ; d'autre part, cette condition de  $(T, \dot{\epsilon})$  est la plus proche de celle que subissent les pièces en service.

#### MICROSTRUCTURES DE DEFORMATION À LA RUPTURE

Les figures III.7 et III.8 sont représentatives des microstructures de déformation à rupture : nous constatons une structure en bande qui est plus marquée dans l'alliage traité TTA que dans l'alliage traité TTB. Les bandes sont parallèles aux traces des plans  $\{111\}$ , indiquant que le glissement est planaire et de type  $\{111\} \cdot \langle 110 \rangle$ . Ces deux clichés montrent également :

- des systèmes de franges sur les dislocations et dans les gros précipités  $\gamma'$  de l'alliage traité TTB,
- des débris de dislocations, des boucles de dislocations,
- et des paires de dislocations.

Il est généralement très difficile de résoudre les dislocations à l'intérieur des bandes. Ainsi, l'étude des défauts, en particulier les dislocations, a été faite à des taux de déformation plastique plus faibles (1% et 5%) où les dislocations peuvent encore être identifiées individuellement. Ces observations à faible déformation permettent d'avoir des informations sur les interactions dislocations / précipités.

#### MICROSTRUCTURE DE DÉFORMATION EN DÉBUT D'ÉCOULEMENT

##### III.1.2.1 - ALLIAGE TRAITÉ TTA

Sur la figure III.9, nous avons une microstructure typique des grains très peu déformés plastiquement : les dislocations se regroupent par paires qui sont plus ou moins isolées ; l'aspect " granulé " provient du contraste élastique des précipités  $\gamma'$ .

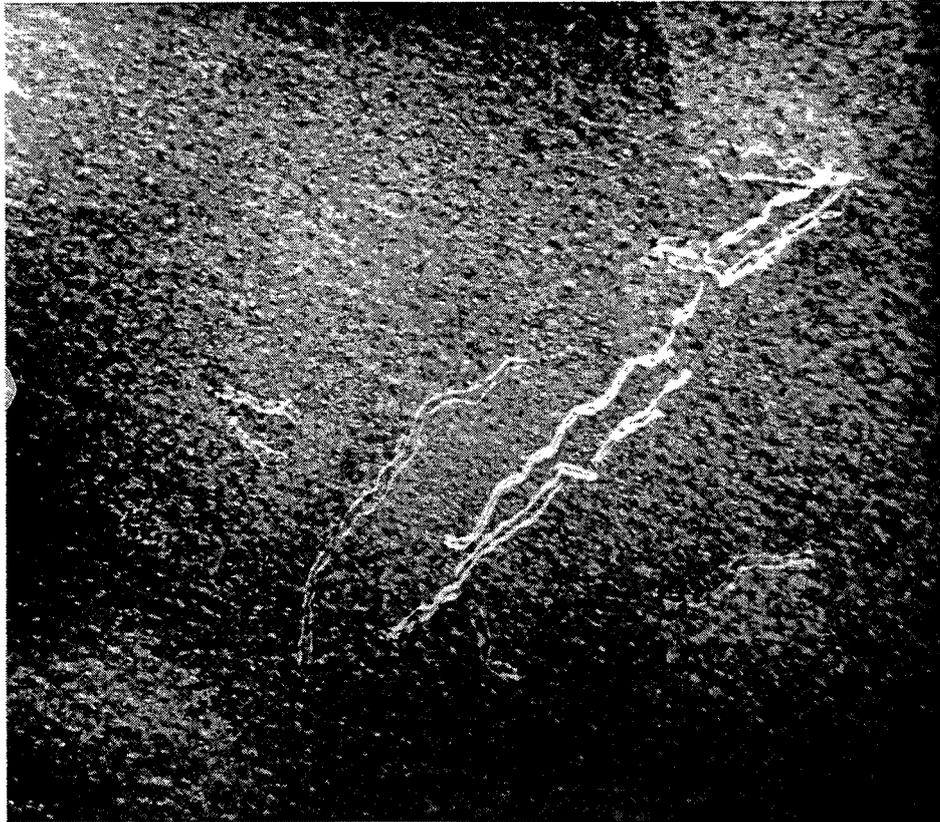
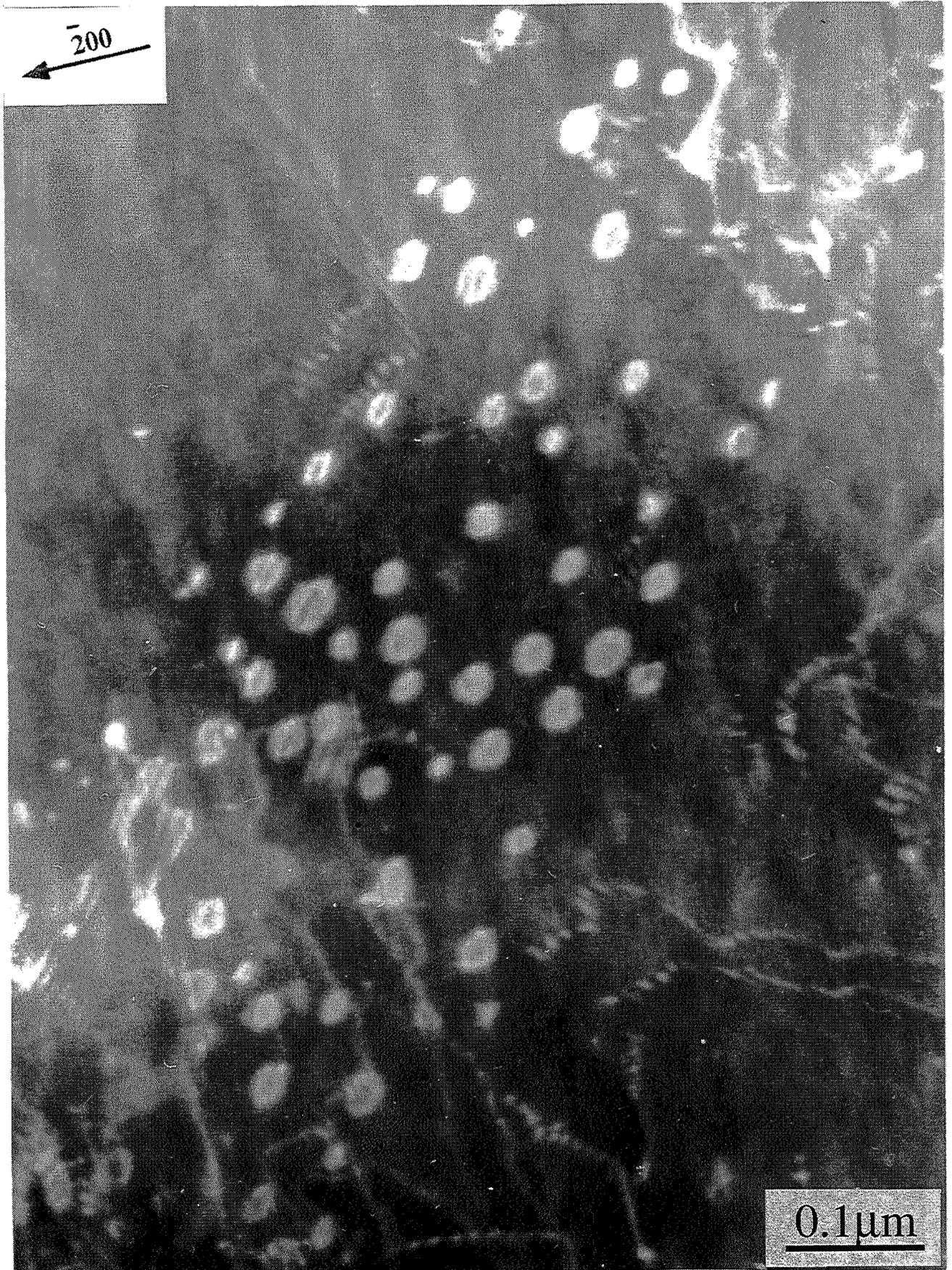
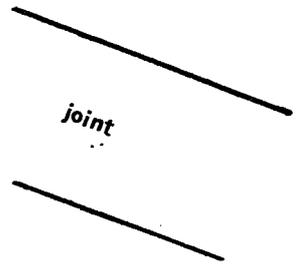
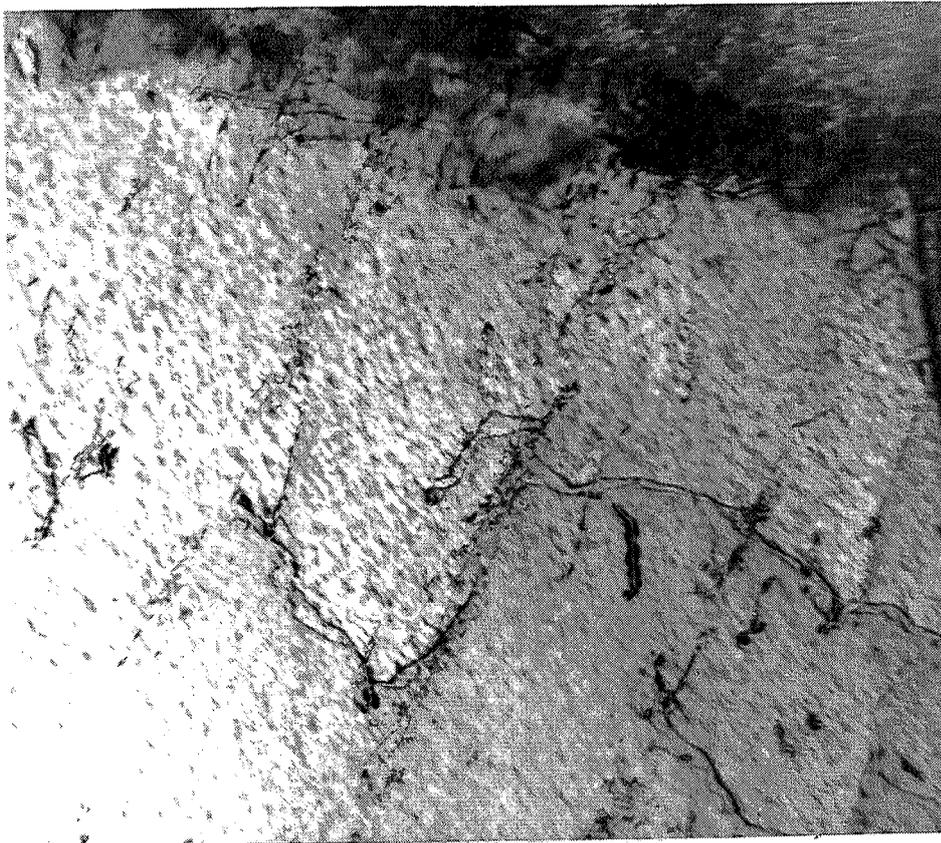


Figure III.9 : état TTA - paires de dislocations  
 $\epsilon_t = 1\%$

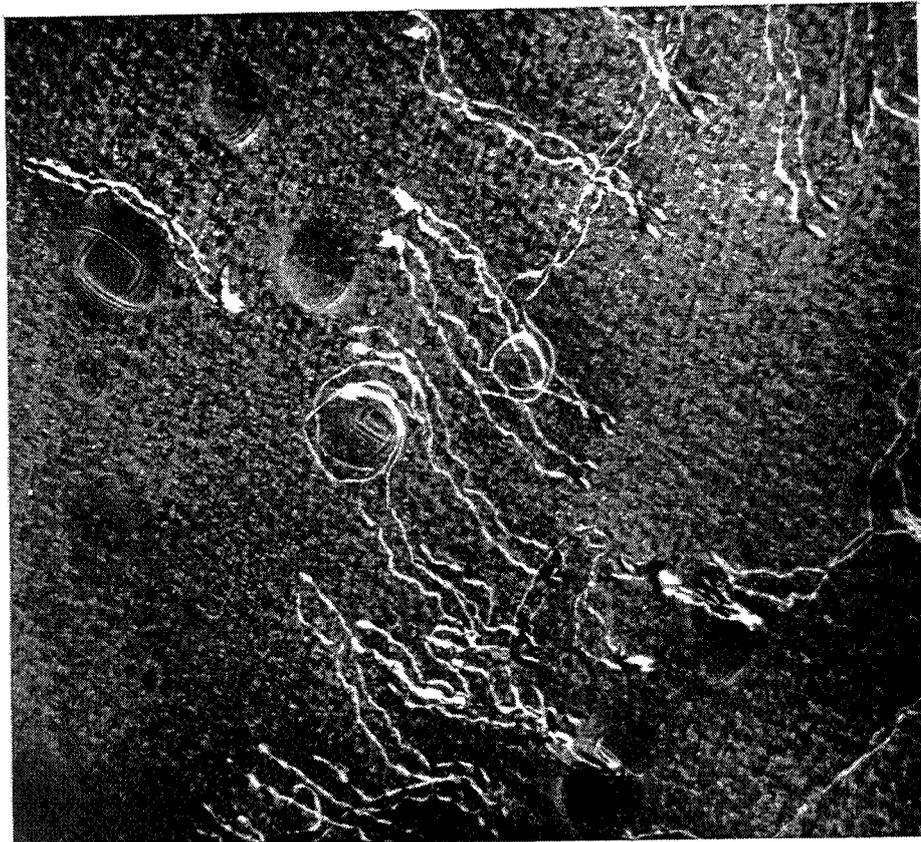


**Figure III.10** : état TTA - systèmes de franges  
 $\epsilon_t = 5\%$



**Figure III.11** : alliage traité TTA  
 $\epsilon_t = 1\%$   
répartition de la déformation au niveau du grain

0.2  $\mu\text{m}$



**Figure III.12** : alliage traité TTb  
 $\epsilon_t = 1\%$   
paires et boucles de dislocations

L'analyse des dislocations montre que les dislocations d'une même paire ne sont pas séparées par un défaut d'empilement comme dans le cas des dislocations partielles ; elles sont parfaites et de même type  $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle$ . Cette structure de dislocations est caractéristique d'un cisaillement des précipités  $\gamma'$  par création de parois d'antiphase, par les dislocations  $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle$  parfaites de la matrice.

Quand la déformation croît, la structure en bande, riche en dislocations, apparaît. Des dislocations appariées se trouvent dans les bandes peu marquées ; sur certaines plages, des petites boucles de dislocations de diamètre environ égal à celui des précipités  $\gamma'$  sont visibles. La présence des petites boucles de dislocation signale que les précipités  $\gamma'$  peuvent également être contournés par les dislocations. L'observation de ces petites boucles de dislocations sous différentes réflexions  $\langle 002 \rangle$  de la matrice en champ sombre en faisceau faible, présente systématiquement des systèmes de franges (figure III.10) ; les franges sont également éclairées pour certaines réflexions  $\langle 111 \rangle$  en faisceau faible. Quand les franges sont éclairées, les dislocations avoisinantes (individuelles ou dans un enchevêtrement) présentent également des systèmes de franges. Ce fait montre que les défauts liés à ces systèmes de franges ne se trouvent pas uniquement dans les précipités  $\gamma'$  mais aussi dans la matrice  $\gamma$ .

Quant à la répartition de la déformation plastique dans le grain, nous pouvons remarquer sur la figure III.11, qu'à faible déformation la densité des dislocations près des joints de grains est à peu près équivalente à celle du reste du grain.

### III.1.2.2 - ALLIAGE TRAITÉ TTB

Les observations faites à faible taux de déformation pour cet alliage à précipitation bimodale sont représentées sur les figures III.12 et III.13.

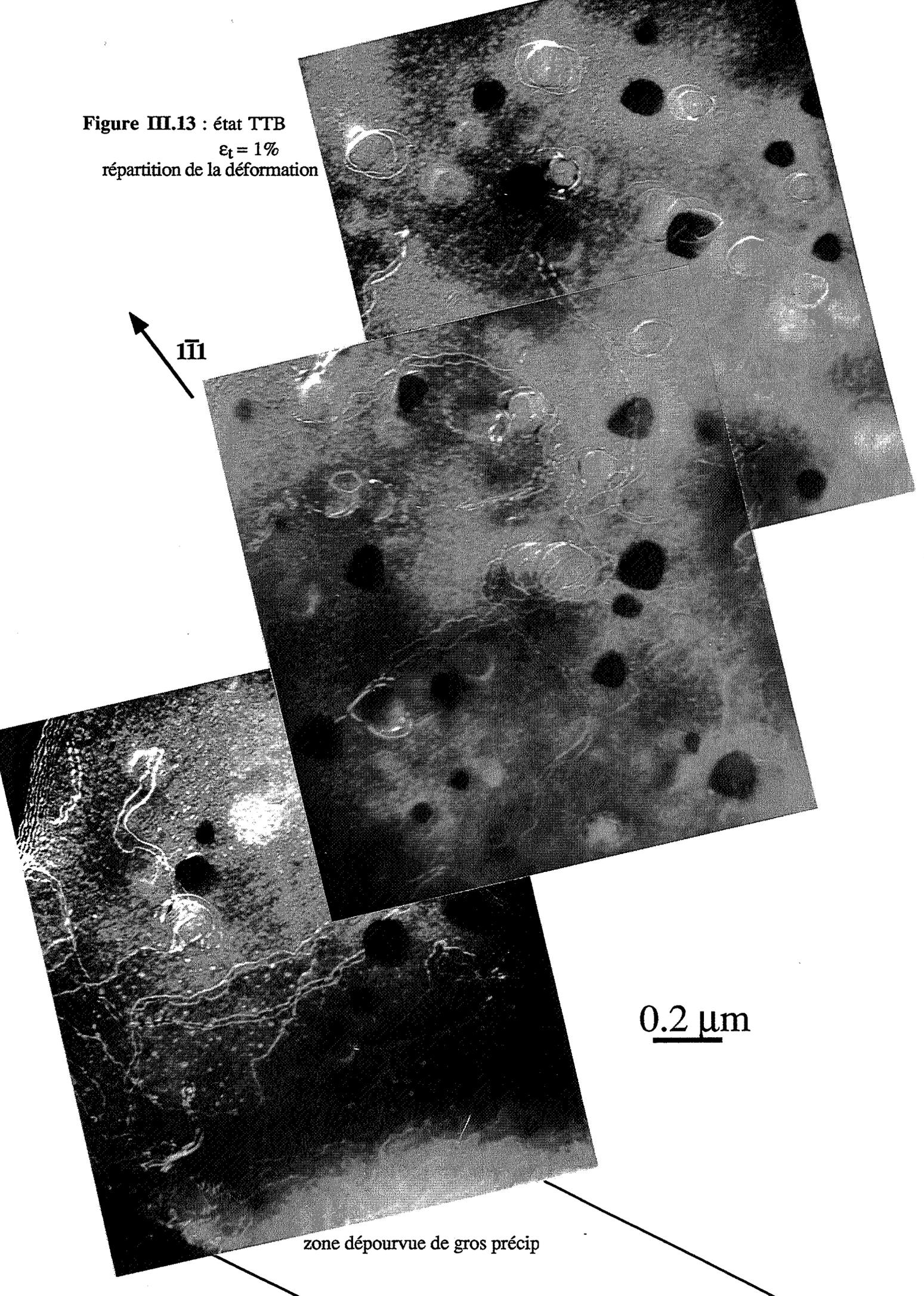
Nous remarquons sur la figure III.12 la présence :

- d'une part des dislocations appariées de même type, indicatives d'un cisaillement par création de défaut d'ordre (dislocation parfaite de type  $\langle 110 \rangle$ )
- et d'autre part, la présence des boucles de dislocations glissiles de la taille des gros précipités  $\gamma'$ , associées à un processus d'Orowan. Nous pouvons donc supposer que dans l'alliage traité TTB, les fins précipités  $\gamma'$  sont cisailés et les gros précipités  $\gamma'$  sont contournés.

Cette proposition est en accord avec les prévisions, dans le cas d'une précipitation monomodale, qui ont été présentées au premier chapitre où les fins précipités sont cisailés et

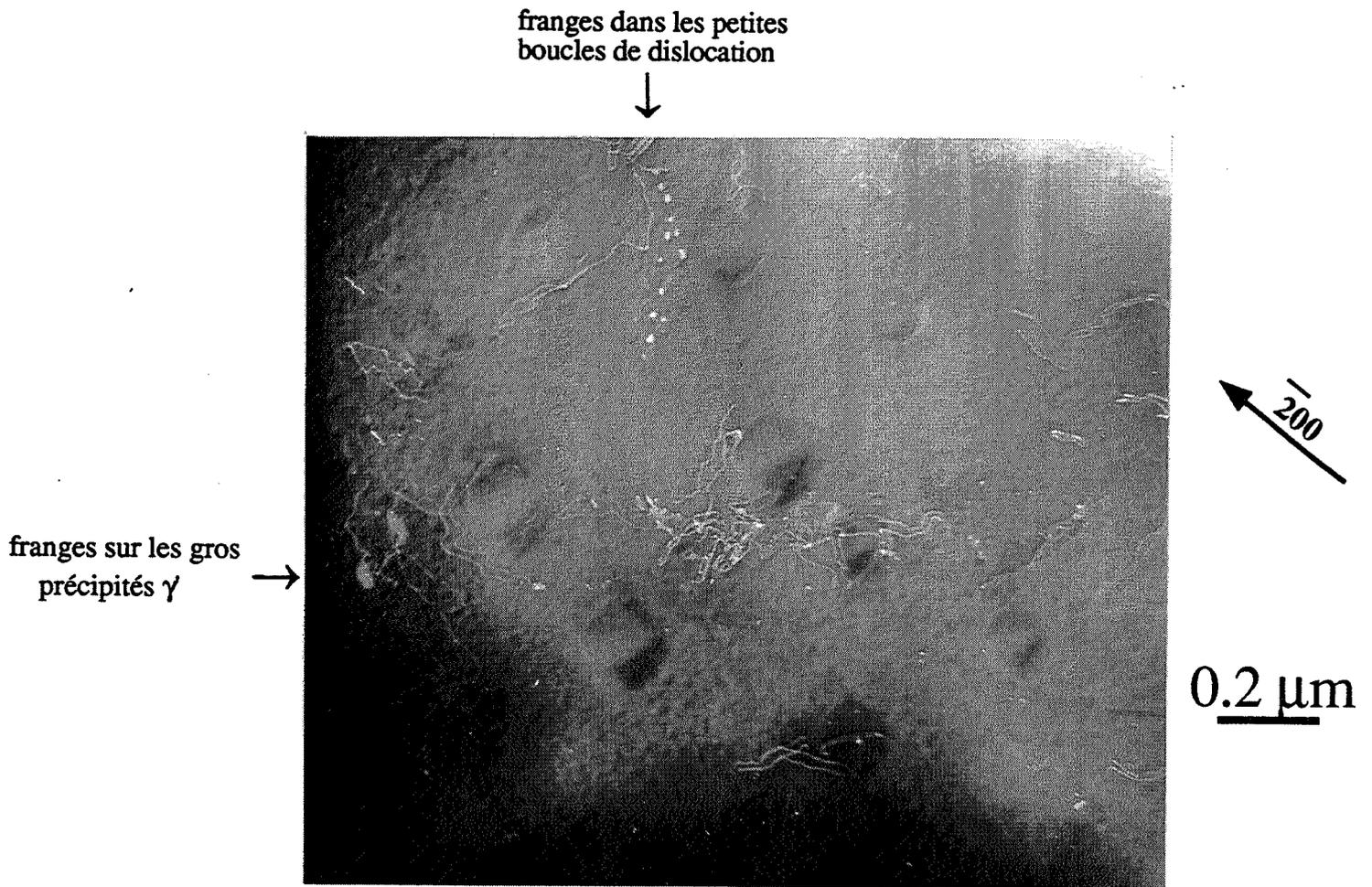
Figure III.13 : état TTB  
 $\epsilon_t = 1\%$   
répartition de la déformation

$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$



0.2 μm

zone dépourvue de gros précip



**Figure III.14** : alliage traité TTB  
 $\epsilon_t = 5\%$   
systèmes de franges

TTA	TTB
<p>- <math>\epsilon_p \sim 1\%</math> : paires de dislocations</p> <p>- <math>\epsilon_p \sim 5\%</math> : structures en bandes (enchevêtrement de dislocations). Quelques fois entre les bandes se trouvent des petites boucles (<math>\phi \sim 20</math> nm) avec des franges pour tout <math>\vec{g} = \langle 200 \rangle</math></p> <p>- <math>\epsilon_p \sim 28\%</math> : rupture</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• bandes formées d'enchevêtrement et d'empilement de dislocations dont quelques unes sont appariées.</li> <li>• système de franges pour <math>\vec{g} = \langle 200 \rangle</math></li> </ul>	<p>- <math>\epsilon_p \sim 1\%</math> :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• boucles autour des gros <math>\gamma</math></li> <li>• paires de dislocations</li> <li>• densité de dislocations plus importante dans les zones dénudées de gros précipités <math>\gamma'</math></li> <li>• systèmes de franges quand la déformation augmente</li> </ul> <p>- <math>\epsilon_p \sim 25\%</math> : rupture</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• bandes moins marquées</li> <li>• boucles autour des gros <math>\gamma</math></li> <li>• quelques fois, on observe des franges sur les gros <math>\gamma'</math></li> </ul>

**Tableau III.3** : Mécanismes de déformation en traction monotone

les gros précipités contournés. REPPICH, KÜHLEIN, MEYER, PUPPEL, SCHULZ et SCHUMANN (1986) ont également observé sur le Nimonic PE16 à précipitation bimodale de  $\gamma$ , des paires de dislocations ainsi que des boucles d'Orowan, concentriques, autour des gros précipités  $\gamma$ . Notons toutefois que NEMBACH, SUZUKI, ICHIHARA et TAKEUCHI (1987) n'ont jamais pu trouver des boucles d'Orowan lors des observations in-situ sur le Nimonic 105 à précipitation bimodale avec des tailles de précipités  $\gamma$  largement supérieures aux nôtres.

Par ailleurs, contrairement à ce qui a été observé pour l'alliage traité TTA, la figure III.13 montre que la densité de dislocations près des joints de grains, plus particulièrement dans les zones dénudées de gros précipités  $\gamma$ , est plus importante qu'à l'intérieur des grains pour l'alliage traité TTB.

Quand la déformation devient plus importante, comme par exemple près des joints de grain sur la figure III.13 ou à  $\varepsilon_p \approx 5\%$  (figure III.14), des petites boucles de dislocations sont également observées. Ces petites boucles ainsi que certaines parties des gros précipités  $\gamma$  présentent en faisceau faible des systèmes de franges pour toutes les réflexions  $\langle 002 \rangle$  et pour certaines réflexions  $\langle 111 \rangle$ .

### III.1.3 : ANALYSES DES MECANISMES DE DEFORMATION EN TRACTION MONOTONE À L'AIR

Les observations en MET sont résumées sur le tableau III.3 . Trois points importants que nous allons discuter successivement sont à distinguer :

- la présence des paires de dislocations parfaites de même type  $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle$  dans les deux états de l'alliage, et la présence des boucles d'Orowan, de la même taille que les gros précipités  $\gamma$  dans l'alliage traité TTB
- les systèmes de franges sur les boucles de dislocations et sur certaines dislocations
- la répartition des dislocations dans le grain



### III.1.3.1 - FRANCHISSEMENT DES PRÉCIPITÉS PAR DES PAIRES DE DISLOCATIONS

Ceci nous permet de proposer des mécanismes de déformation, en début d'écoulement, tels que :

- dans l'alliage traité TTA, les fins précipités  $\gamma'$  sont cisailés par des paires de dislocations parfaites : la première dislocation crée des parois d'antiphase et la deuxième restaure l'ordre

- et dans l'alliage traité TTb les petits précipités  $\gamma'$  sont également cisailés par des paires et les gros précipités  $\gamma'$  sont contournés par les dislocations parfaites.

Pour expliquer les valeurs de contrainte obtenues en traction monotone, les différents modèles de franchissement des précipités exposés au chapitre I sont appliqués à notre alliage pour les deux états.

Pour cela, nous avons utilisé les paramètres suivants :

- module de cisaillement :

$$\mu = \frac{200}{3} \text{ GPa}$$

- fraction volumique totale des précipités  $\gamma$

$$f = 0,15$$

- tailles des précipités :

- état TTA :  $r = 7,5 \text{ nm}$

- état TTb :

$$\begin{cases} r_{\text{fin}} = 7 \text{ nm} \\ r_{\text{gros}} = 100 \text{ nm} \left( \frac{3}{4\pi} \right)^{1/3} \end{cases}$$

- énergie de paroi d'antiphase :

$$\gamma = 190 \text{ mJ/m}^2 \quad (\text{BALUC, BONNEVILLE et MARTIN, 1989})$$

- paramètre de maille :

$$a = 0,357 \text{ nm} \quad \text{d'où} \quad b = \frac{a}{2} \langle 110 \rangle = 0,252 \text{ nm}$$

Pour déterminer la limite élastique de la matrice de l'Inconel X-750, un essai de traction à la température ambiante a été effectué sur une éprouvette issue de la barre écrouie. Avant l'essai, l'éprouvette a été portée à 1100°C pendant 1h (remise en solution) puis trempée à l'eau et enfin polie mécaniquement. Nous avons alors trouvé une limite élastique de :

**Tableau III.4 : mécanismes de durcissement de l'alliage traité TTA.**

modèle	limite élastique avec $M = 2,5$
cisaillement par une dislocation seule	- modèle de Friedel (I.8) : $750 \leq \sigma_c \leq 800$ MPa - modèles statistiques (I.2) : $645 \leq \sigma_c \leq 715$ MPa - Brown et Ham (I.4) : $800 \leq \sigma_c \leq 825$ MPa (obstacles forts)
cisaillement par paire de dislocations	- <u>obstacles faibles</u> (I.10) : $365 \leq \sigma_c \leq 385$ MPa (I.12a) : $510 \leq \sigma_c \leq 525$ MPa - <u>obstacles forts</u> (I.11) : $475 \leq \sigma_c \leq 490$ MPa (I.12b) : $615 \leq \sigma_c \leq 635$ MPa
expérience	750 MPa

$$\sigma_{0.2} (\text{matrice}) = 220 \text{ MPa}$$

- pour passer du cristal au polycristal, un facteur de Taylor  $M = 2,5$  a été utilisé  
 $\Delta\sigma_{0.2} = 2,5 \tau_c$  ( $\tau_c$  : cisaillement critique sur les systèmes de glissement)

car ni le modèle de Taylor ( $M = 3,07$ ) nécessitant l'activation d'au moins 5 systèmes de glissement, ni le modèle de Sachs ( $M = 2,24$ ), supposant un glissement simple dans chaque grain ne correspond exactement à nos observations.

La limite élastique de l'alliage est alors calculée à partir de l'expression suivante :

$$\sigma_{0.2} = 2,5 \tau_c + 220 \text{ MPa}$$

Pour l'alliage traité TTA, où les fins précipités  $\gamma$  sont supposés cisailés, la tension de ligne  $T$  peut être estimée à  $T = \frac{\mu b^2}{2}$  ; la résistance d'obstacle est alors égale à  $\sin \theta_c \approx 0,5$  : cette valeur correspond à la transition obstacles faibles-obstacles forts. Les différents modèles de cisaillement présentés au chapitre I, appliqués à l'alliage traité TTA, donnent alors les résultats présentés sur le tableau III.4. Pour chaque modèle utilisé, différentes valeurs de la limite élastique sont obtenues dûes aux différentes expressions du rayon des précipités,  $r_s$ , et de la distance moyenne entre précipités,  $L_s$ .

Comme expérimentalement, les dislocations se regroupent par paires et que la limite élastique conventionnelle est de 750 MPa, nous pouvons en déduire que le meilleur modèle décrivant l'alliage traité TTA est celui où :

- les précipités  $\gamma$  sont cisailés par des paires de dislocations de même type : la première dislocation de la paire crée un défaut d'ordre, et la seconde rétablit l'ordre
- ces précipités  $\gamma$  constituent des obstacles forts pour la dislocation de tête et la 2<sup>ème</sup> dislocation est repoussée à travers les précipités présentant un défaut d'ordre.

La contrainte de cisaillement,  $\tau_c$ , pour franchir les précipités  $\gamma$  dans l'alliage traité TTA est alors décrite par la relation (I.12b) :

$$\tau_c = K \frac{\gamma_a}{2b} \sqrt{f}$$

La différence entre la valeur calculée et la valeur expérimentale, comprise entre 115 et 135 MPa, peut être attribué à la contribution des autres mécanismes tels que la taille des grains, le durcissement d'interface, le durcissement par effet de module et de cohérence.



Pour l'alliage traité TTB (précipitation bimodale), une simple loi d'addition des contraintes et des fractions volumiques a été utilisée :

$$\Delta\tau_{\gamma'} = \Delta\tau_{\text{gros}\gamma'} + \Delta\tau_{\text{fins}\gamma'}$$

et

$$f_{\text{gros}\gamma'} = f_{\text{fins}\gamma'} = 0,075 \quad (\text{valeurs estimées à partir des micrographies})$$

L'application des différents modèles, de contournement pour les gros précipités  $\gamma'$  et de cisaillement pour les fins précipités  $\gamma'$ , donne les résultats reportés sur le tableau III.5

D'après ce tableau, deux modèles peuvent correspondre aux mécanismes de durcissement de l'alliage traité TTB :

*modèle1* : les gros précipités  $\gamma'$  sont contournés, et sont donc des obstacles forts, et les petits précipités sont cisailés par des paires de dislocations telles que la première rencontre des obstacles faibles et la seconde est repoussée à travers les précipités cisailés. Dans ce cas, l'écart avec la valeur expérimentale est au maximum de 110 MPa, si le contournement des gros précipités  $\gamma'$  est décrit par la relation I.7.

*modèle2* : les gros et les petits précipités  $\gamma'$  sont des obstacles forts avec également un cisaillement des petits précipités par des paires de dislocations. Les contraintes calculées se rapprochent ainsi de la valeur expérimentale, mais la loi d'addition linéaire des contributions ne s'applique plus dans ce cas. En effet, d'après les travaux de FOREMAN et MAKIN, notés par BROWN et HAM (1971), la loi d'addition linéaire est valable uniquement dans le cas où les deux types d'obstacles opposent des résistances différentes, et sont de densités surfaciques très différentes avec une faible densité des obstacles forts. Dans le cas où les deux types d'obstacles opposent la même résistance, et sont de densités différentes, la contribution totale au durcissement est la somme quadratique de leur contribution respective :

$$\Delta\tau = \sqrt{\Delta\tau_{\text{fin}}^2 + \Delta\tau_{\text{gros}}^2}$$

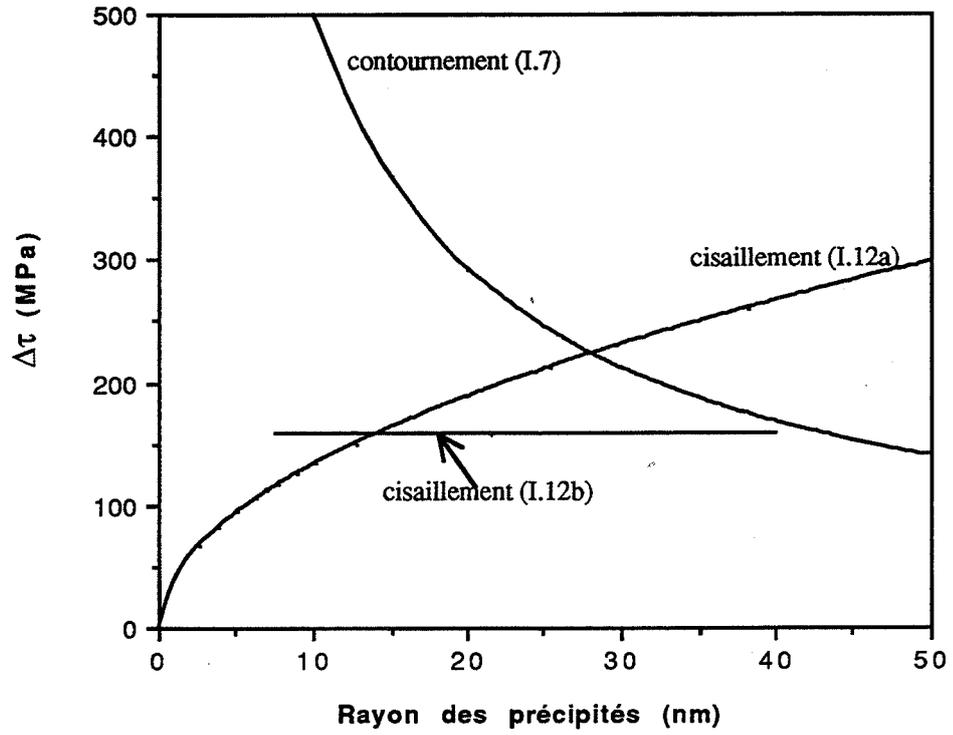
La contrainte alors calculée est de:  $495 \leq \sigma \leq 650$  MPa. Les valeurs extrêmes correspondent respectivement au modèle de Brown et Ham pour le contournement des gros précipités  $\gamma'$ , et au modèle de Ashby pour le contournement par des dislocations initialement vis . L'écart minimal avec la valeur expérimentale est donc de 150 MPa .

Il en résulte que c'est le premier modèle, considérant les fins précipités comme des obstacles faibles, qui décrit mieux les mécanismes de déformation de l'alliage traité TTB, avec une loi d'addition linéaire de chaque contribution. De plus, ce calcul donne, comme c'est le cas expérimentalement, des contraintes légèrement supérieures à celles de l'alliage traité TTA. Notons que le rapport de densité surfacique ( $n_s$ ) entre les gros et les petits précipités  $\gamma'$  est de :

**Tableau III.5 : mécanismes de durcissement de l'alliage traité TTB**

modèle de contournement	modèle de cisaillement	limite élastique ( $M= 2,5$ )
<b>Brown et Ham</b> (I.7)	<p><u>cisaillement des fins précipités <math>\gamma'</math> par une dislocation seule :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- modèle de Friedel</li> <li>- Brown et Ham (si les fins précipités <math>\gamma'</math> sont des obstacles forts)</li> </ul> <p><u>cisaillement des fins précipités <math>\gamma'</math> par une paire de dislocation</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- les fins précipités <math>\gamma'</math> sont des obstacles faibles (modèle de Friedel pour la 1ère dislocation)</li> <li>- les fins précipités <math>\gamma'</math> sont des obstacles forts (modèle de Brown et Ham pour la première dislocation)</li> </ul>	<p>(I.8) + (I.7) : <math>755 \leq \sigma_c \leq 870</math> MPa</p> <p>(I.4) + (I.7) : <math>820 \leq \sigma_c \leq 995</math> MPa</p> <p>(I.10) + (I.7) : <math>525 \leq \sigma_c \leq 605</math> MPa (I.12a) + (I.7) : <math>590 \leq \sigma_c \leq 675</math> MPa</p> <p>(I.11) + (I.7) : <math>605 \leq \sigma_c \leq 690</math> MPa (I.12b) + (I.7) : <math>675 \leq \sigma_c \leq 760</math> MPa</p>
<b>Ashby: la dislocation est initialement coin</b>	<p><u>cisaillement des fins précipités <math>\gamma'</math> par une dislocation seule :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- modèle de Friedel</li> <li>- Brown et Ham (les fins précipités <math>\gamma'</math> sont aussi des obstacles forts)</li> </ul> <p><u>cisaillement des fins précipités <math>\gamma'</math> par une paire de dislocation</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- les fins précipités <math>\gamma'</math> sont des obstacles faibles (modèle de Friedel pour la 1ère dislocation)</li> <li>- les fins précipités <math>\gamma'</math> sont des obstacles forts (modèle de Brown et Ham pour la première dislocation)</li> </ul>	<p>(I.8) + (I.5) : <math>765 \leq \sigma_c \leq 885</math> MPa</p> <p>(I.4) + (I.5) : <math>830 \leq \sigma_c \leq 1005</math> MPa</p> <p>(I.10) + (I.5) : <math>535 \leq \sigma_c \leq 620</math> MPa (I.12a) + (I.5) : <math>600 \leq \sigma_c \leq 690</math> MPa</p> <p>(I.11) + (I.5) : <math>615 \leq \sigma_c \leq 700</math> MPa (I.12b) + (I.5) : <math>685 \leq \sigma_c \leq 775</math> MPa</p>

<p><b>Ashby:</b> la dislocation est initialement vis</p>	<p><u>cisaillement des fins précipités <math>\gamma'</math> par une dislocation seule :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- modèle de Friedel</li> <li>- Brown et Ham (les fins précipités <math>\gamma'</math> sont aussi des obstacles forts)</li> </ul> <p><u>cisaillement des fins précipités <math>\gamma'</math> par une paire de dislocation</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- les fins précipités <math>\gamma'</math> sont des obstacles faibles (modèle de Friedel pour la 1ère dislocation)</li> <li>- les fins précipités <math>\gamma'</math> sont des obstacles forts (modèle de Brown et Ham pour la première dislocation)</li> </ul>	<p>(I.8) + (I.5) : <math>845 \leq \sigma_c \leq 995</math> MPa</p> <p>(I.4) + (I.5) : <math>910 \leq \sigma_c \leq 1115</math> MPa</p> <p>(I.10) + (I.5) : <math>610 \leq \sigma_c \leq 730</math> MPa  (I.12a) + (I.5) : <math>680 \leq \sigma_c \leq 800</math> MPa</p> <p>(I.11) + (I.5) : <math>690 \leq \sigma_c \leq 810</math> MPa  (I.12b) + (I.5) : <math>760 \leq \sigma_c \leq 885</math> MPa</p>
<p>expérience</p>	<p><math>\sigma_{0,2} = 800</math> MPa</p>	



**Figure III.15 :** courbes théoriques pour le franchissement des précipités  $\gamma'$   
fraction volumique = 0,15  
mêmes constantes élastiques que l'Inconel X-750

$$\frac{n_s(\text{fins})}{n_s(\text{gros})} \sim 100$$

En conclusion, les modèles considérés, qui sont cohérents avec les observations microstructurales, donnent des contraintes inférieures aux valeurs expérimentales, pour l'alliage traité TTA et l'alliage traité TTB, mais l'écart peut provenir des autres mécanismes de durcissement qui n'ont pas été évalués.

### III.1.3.2 - MÉCANISMES DE FRANCHISSEMENT DES PRÉCIPITÉS ASSOCIÉS AUX SYSTEMES DE FRANGES

La présence de petites boucles de dislocation de diamètre équivalent à celui des fins précipités  $\gamma'$  ainsi que les systèmes de franges dans les gros précipités  $\gamma'$  indiquent que les fins précipités peuvent être franchis par contournement et les gros précipités par cisaillement : ceci semble en contradiction avec la théorie classique. En effet, nous avons tracé sur la figure III.15, la variation calculée de  $\Delta\tau$  (durcissement) en fonction du rayon des précipités, pour une distribution uniforme, pour les mêmes paramètres ( $\mu$ ,  $b$ ,  $f$ ,  $\gamma$ ) que l'Inconel X-750.

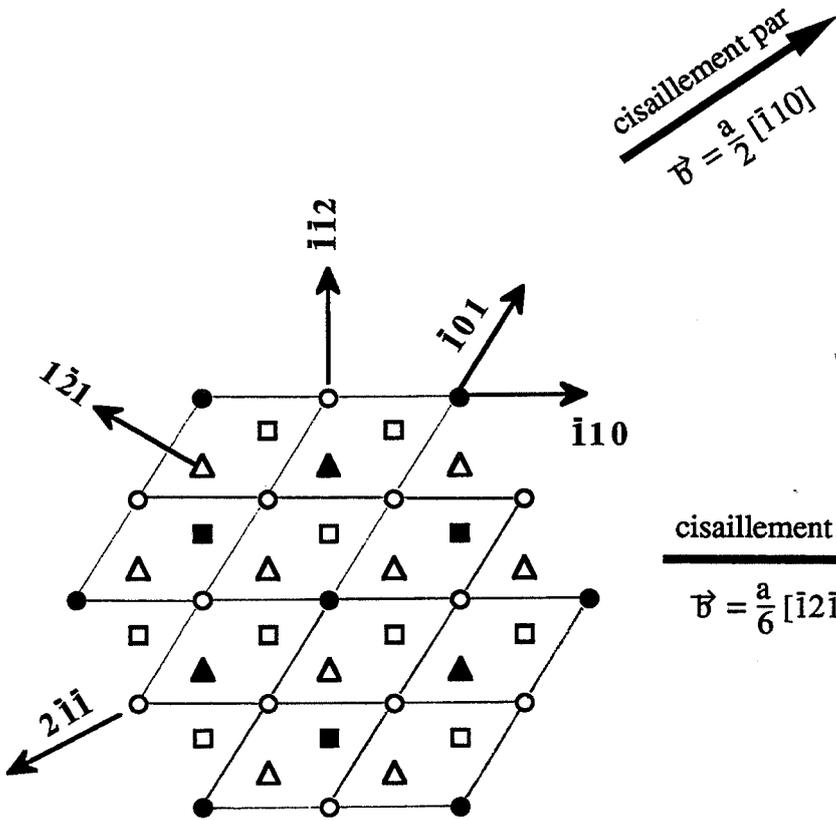
D'après cette figure, le cisaillement par les dislocations de type  $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle$  n'est favorisé que pour les précipités de rayon inférieur ou égal à 30 nm, et le contournement pour les précipités de rayon supérieur à 30 nm. SHARMA, BANERJEE et TEWARI (1988) ont effectivement observé sur le Nimonic 90 à distribution monomodale de  $\gamma$  de rayon 30 nm, la coexistence des paires de dislocations et des boucles d'Orowan.

Rappelons que dans l'alliage traité TTA, les fins précipités  $\gamma'$  ont un rayon moyen de 7,5 nm ; et dans l'alliage traité TTB, les gros précipités  $\gamma'$  ont un rayon équivalent de 62 nm.

En fait, cette contradiction avec la théorie, qui suppose le franchissement des précipités par des dislocations parfaites, peut être expliquée à partir des systèmes de franges. En effet, l'observation des franges, en faisceau faible pour toutes les réflexions  $\langle 002 \rangle$  et pour certaines réflexions  $\langle 111 \rangle$ , sur les dislocations mises en jeu indique un rôle important des dislocations partielles. Aussi, ont été analysés les systèmes de franges :

- i)- dans le cas d'un contournement des fins précipités  $\gamma'$  ( $r \sim 7,5$  nm), le contournement par une dislocation parfaite  $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle$  apparaît impossible car non seulement ce mécanisme demande une contrainte élevée, de l'ordre de 1,7 GPa si la relation I.7 est utilisée, mais aussi, il ne permet pas d'expliquer la présence des franges à l'intérieur des boucles. En effet, un système

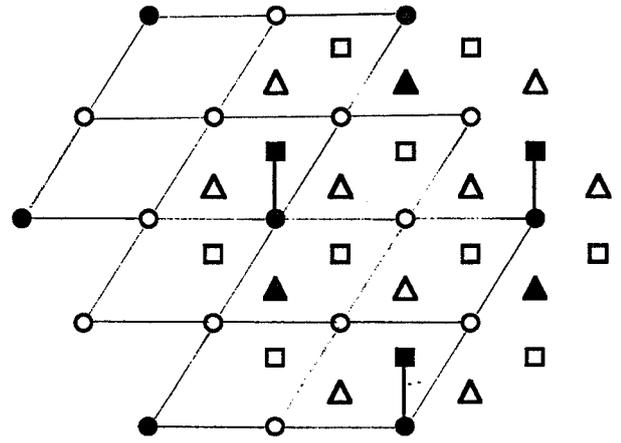
Figure III.16 : position des atomes dans Ni<sub>3</sub>Al sur les différents plans {111}



Structure ordonnée Ni<sub>3</sub>Al (L1<sub>2</sub>)  
séquence des plans {111}

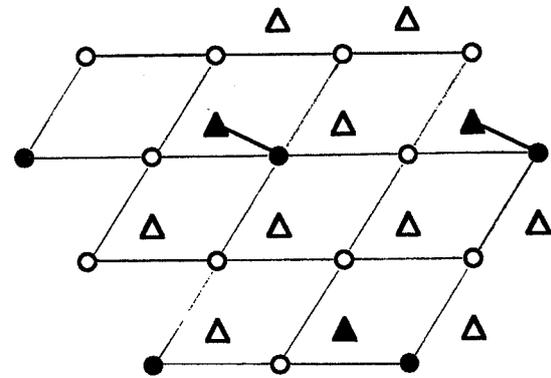
atome \ plan	a	b	c
Ni	○	□	△
Al	●	■	▲

Diagram illustrating the shear operation for the formation of the a c a sequence. The shear vector is  $\vec{v} = \frac{a}{3} [2\bar{1}1]$ .



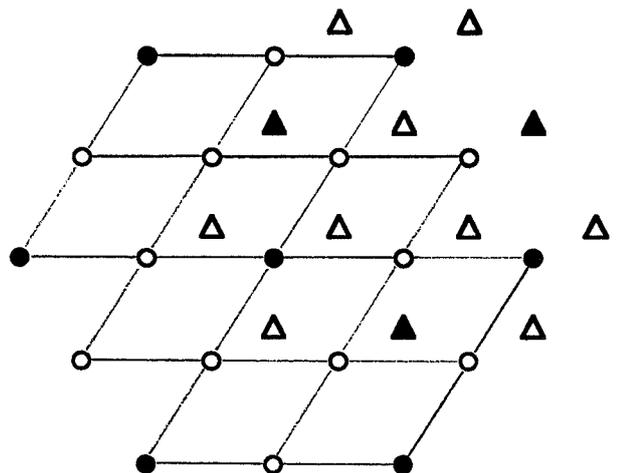
création de liaison Al-Al  
séquence des plans : a b c

Diagram illustrating the shear operation for the formation of the a c a sequence. The shear vector is  $\vec{v} = \frac{a}{6} [\bar{1}2\bar{1}]$ .



création de liaison Al-Al  
séquence des plans : a c a

séquence des plans : a c a



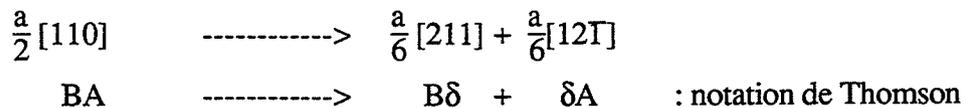
de franges apparaît seulement lorsqu'il y a un déplacement  $\vec{R}$  d'un volume, différent de la période du réseau cristallin, par rapport à un autre de telle sorte que le produit  $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq n$ , nombre entier (HIRSCH, HOWIE, NICHOLSON, PASHLEY et WHELAN 1965, JOUFFREY 1972).

ii)- de la même manière, si les gros précipités  $\gamma$  dans l'alliage traité TTB sont cisailés par des dislocations parfaites de type  $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle$ , les précipités cisailés renferment un défaut d'ordre, caractérisé ainsi par un déplacement  $\vec{R} = \frac{a}{2} \langle 110 \rangle$ . Dans ce cas, pour des vecteurs de diffraction  $\langle 002 \rangle$ ,  $\vec{g} \cdot \vec{R} = n$ . Ainsi, le système de franges que nous observons n'est pas expliqué par le cisaillement des précipités  $\gamma$  par des dislocations parfaites ; parallèlement, un système de franges lié à un défaut d'ordre créé par le cisaillement des précipités  $\gamma$  par une dislocation parfaite, est invisible pour les réflexions de type  $\langle 002 \rangle$ .

Par conséquent, ces deux cas montrent que les dislocations mises en jeu et associées au système de franges, ne sont pas des dislocations parfaites.

Par ailleurs, les franges liées à un défaut d'empilement sont toujours éclairées pour les réflexions  $\langle 002 \rangle$  et pour quelques réflexions type  $\langle 111 \rangle$  (Annexe2). L'absence des franges en champ clair sur nos clichés dans les petites boucles de dislocations, peut alors provenir du fait qu'en champ clair, l'interfrange est supérieur au diamètre des boucles ; les franges sont plus visibles en faisceau faible car dans cette condition,  $s$  (écart à l'angle de Bragg), croît et la distance d'extinction effective  $\xi_g^{\text{eff}}$  ( $\xi_g^{\text{eff}} = \frac{\xi_g}{\sqrt{1+s^2\xi_g^2}}$ ) tend vers  $1/s$ . Par conséquent, plus  $s$  est grand, comme c'est le cas pour les observations en faisceau faible, plus l'interfrange est fine. Les franges sur les dislocations indiquent donc une dissociation.

Une dislocation parfaite de la matrice peut se dissocier en deux partielles de Schockley suivant la réaction :



Seulement, la figure III.16 montre qu'un cisaillement par une partielle  $\frac{a}{6} \langle 112 \rangle$ , ou  $A\delta$  selon la notation de Thomson, crée un défaut complexe, c'est-à-dire un défaut d'ordre superposé à un défaut d'empilement, qui est plus énergétique qu'un simple défaut d'ordre. Tandis que, le passage d'une superpartielle  $\frac{a}{3} \langle 112 \rangle$  ( $2A\delta$ ) ne perturbe pas la nature des premiers voisins mais modifie la séquence des plans  $\{111\}$  : défaut de surstructure. Un défaut de surstructure est

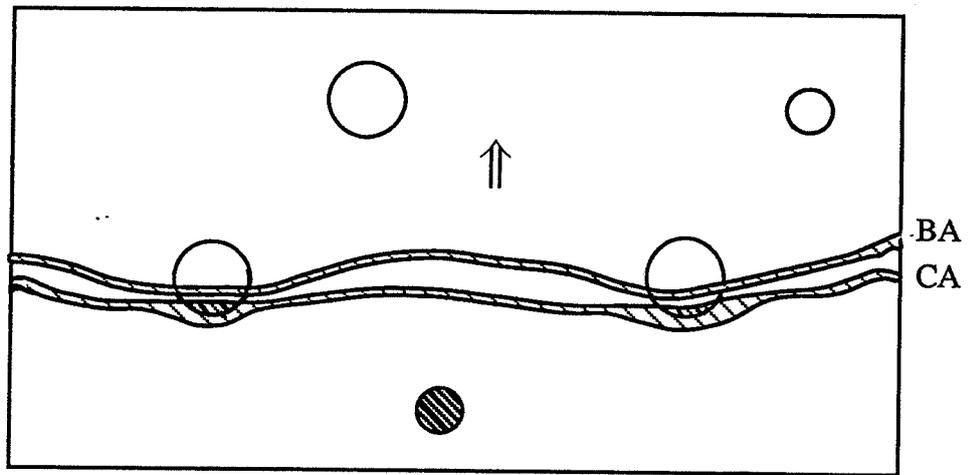


Figure III.17 : cisaillement des précipités  $\gamma$  par deux dislocations distinctes avec création de défaut intrinsèque de surstructure

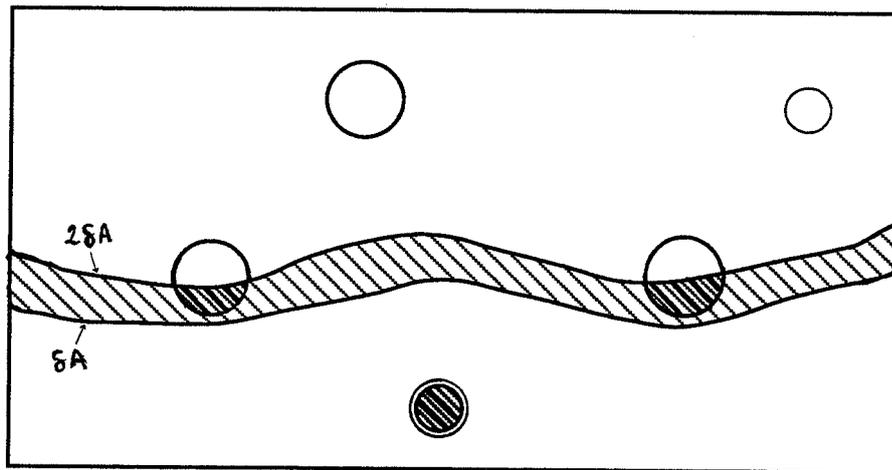
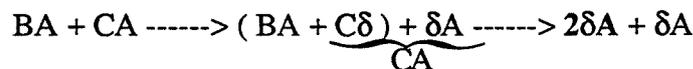


Figure III.18 : les trois premières partielles sont confondues, pour cisailer les précipités

moins énergétique qu'un défaut d'ordre (GUIMIER 1972, YOO, HORTON et LIU 1988).

Différents modèles de franchissement des précipités  $\gamma'$  par création de défaut de surstructure ont été proposés et observés expérimentalement (KEAR, OBLAK et GIAMEI 1970, GUIMIER 1972, RAHOUADJ, MENIGAULT et CLAVEL 1987, BAKER, SCHULSON et HORTON 1987, CONDAT et DECAMPS 1987, LIN et MAO 1990), mais compte tenu de nos températures d'essais ( $\sim 0,2 T_f$ ) et du fait que les boucles de dislocations renfermant les systèmes de franges apparaissent seulement pour des déformations plus importantes, nous pouvons admettre, selon GUIMIER (1972), que la superpartielle  $2\delta A$  provient de deux dislocations distinctes, BA et CA, dans le même plan :



Si la dislocation BA attend, à l'interface  $\gamma/\gamma'$ , l'arrivée de la dislocation CA dissociée en  $C\delta + \delta A$ , l'ensemble ( $BA + C\delta = 2\delta A$ ) peut cisailer les précipités en laissant un défaut intrinsèque de surstructure. La dernière partielle  $\delta A$  (de CA) peut contourner les précipités, expliquant ainsi les systèmes de franges visibles à la fois dans les petites boucles de dislocations et sur les dislocations avoisinantes (figure III.17).

Ce mécanisme explique assez bien les observations microstructurales. Cependant, une question se pose concernant le contournement des fins précipités  $\gamma'$ , car nous avons vu que pour une dislocation parfaite, le contournement des petits précipités requiert l'application d'une contrainte de 1,5 GPa environ.

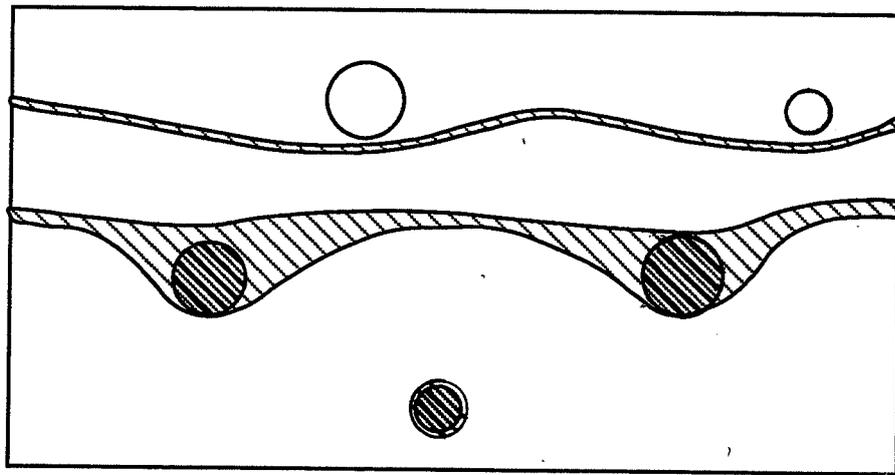
Aussi, avons-nous calculé les contraintes nécessaires pour ce mode de franchissement par création de défaut intrinsèque de surstructure. Pour cela, plusieurs hypothèses simplificatrices ont été posées :

hypothèse 1 : *pour franchir les obstacles, les trois premières partielles,  $B\delta$ ,  $\delta A$  et  $C\delta$ , sont confondues en une seule ligne de dislocation de vecteur de Burgers  $2\delta A$ . D'autre part, la dernière partielle,  $\delta A$ , ne pénètre pas les précipités.*

Cette hypothèse est schématisée sur la figure III.18.

Elle nous indique que " la dislocation  $2\delta A$  " est soumise aux forces :

- $\tau_1 b_1$  : cisaillement appliqué
- $R$  : force de répulsion de la part de la dernière partielle  $\delta A$
- $D$  : force due au défaut d'empilement crée dans la matrice
- $\gamma_{ds} \frac{2r_s}{L}$  : force de résistance de l'obstacle, où  $\gamma_{ds}$  est l'énergie de défaut de surstructure



**Figure III.19** : la superpartielle se dissocie aussitôt qu'elle sort des précipités ; la dislocation BA s'écarte de la dislocation CA

L'équilibre des forces sur la première ligne de dislocation, pour une unité de longueur s'écrit alors :

$$\tau_1 b_1 + R - D = \gamma_{ds} \frac{2r_s}{L} \quad (\text{II.1})$$

hypothèse 2 : on suppose qu'au moment où la superpartielle s'échappe des précipités, la force qu'exerce l'obstacle sur la dernière partielle est négligeable ; la force de répulsion et la force due au défaut d'empilement sont également supposées les mêmes sur les deux lignes de dislocation

Ainsi, l'équilibre de la dernière partielle s'écrit :

$$\tau_1 b_2 - R + D \approx 0 \quad (\text{II.2})$$

D'après ces deux relations, la contrainte de cisaillement nécessaire pour que la première dislocation franchisse les obstacles, en créant un défaut de surstructure, est déterminée par :

$$\tau_1 = \frac{\gamma_{ds}}{b_1 + b_2} \frac{2r_s}{L} \quad (\text{II.3})$$

hypothèse 3 : une fois les précipités franchis, la superpartielle se dissocie immédiatement en trois parties car BA et CA sont répulsives. D'autre part, on suppose que l'interaction de BA sur  $\delta A$  pour contourner les précipités fautés est négligeable (figure III.19).

L'équilibre de chaque partielle de la dislocation CA, dont le module du vecteur de Burgers  $b = b_2$ , s'écrit alors :

$$(C\delta) \quad \tau_2 b_2 L + R - D \approx 0$$

$$(\delta A) \quad \tau_2 b_2 L - R + D = 2T \sin\theta$$

d'où 
$$\tau_2 = \frac{T \sin\theta}{b_2 L}$$

D'après les relations (I.4) et (I.6) de Brown et Ham (1971), la contrainte de contournement des obstacles s'écrit :

$$\tau_2 = \frac{0,81}{4\pi(1-\nu)^{1/2}} \frac{Gb_2}{(L_s - 2r_s)} \ln \frac{2r_s}{b_2} \quad (\text{II.4})$$



**Application des relations II.3 et II.4 à l'alliage traité TTA**

i) - création de défaut de surstructure (relation II.3)

Pour la création de défaut de surstructure, la force d'obstacle s'écrit :

$$2T \sin\theta = 2 \gamma_{ds} r_s$$

$$\sin\theta = \frac{\gamma_{ds} r_s}{T}$$

En prenant  $T \approx \frac{\mu b_1^2}{2}$

et  $\gamma_{ds} = 15 \text{ mJ m}^{-2}$  (YOO et al., 1988)

nous trouvons  $\sin\theta = 0,03$  : les obstacles sont faibles et le modèle de Friedel peut être utilisé pour trouver L dans la relation II.3. Ainsi la contrainte de cisaillement  $\tau_1$  s'écrit :

$$\tau_1 = \frac{\gamma_{ds}}{b_1 + b_2} \sqrt{\frac{3\pi \gamma_{ds} f r_s}{32 T}}$$

$$\tau_1 = 1 \text{ MPa}$$

Cette valeur est très faible par rapport à la contrainte de cisaillement pour créer des parois d'antiphase dans l'alliage traité TTA mais elle ne correspond pas à la contrainte de franchissement des obstacles car la dernière partielle devra encore franchir les mêmes obstacles.

ii) - Contournement des précipités fautés (relation II.4) :

La relation II.4 donne une valeur de  $\tau_2$  :

$\tau_2 = 203 \text{ MPa}$  correspondant à une contrainte appliquée, si l'on prend comme facteur de Taylor  $M = 2,5$

$$\sigma_2 = 730 \text{ MPa}$$

Cette valeur qui est très proche des valeurs expérimentales, montre que le contournement des fins précipités  $\gamma'$  par ce mécanisme est possible. D'autre part, elle est plus élevée que la valeur calculée pour le franchissement des obstacles par des superdislocations (cisaillement par création de parois d'antiphase) et traduit bien le fait que les systèmes de franges, qui sont donc



associés à ce mécanisme de création de défaut de surstructure, ne sont observés expérimentalement que lorsque la déformation devient plus importante.

***Application des relations II.3 et II.4 pour l'alliage traité TTB***

**i) - franchissement des petits précipités de l'alliage traité TTB**

Comme les petits précipités de l'alliage traité TTB ont des tailles inférieures à celles des précipités de l'alliage traité TTA, il est évident que la contrainte nécessaire pour créer des défauts de surstructure dans ces petits précipités de l'état TTB, est  $\tau_1 < 1$  MPa.

Pour le contournement des petits précipités  $\gamma'$  (relation II.4), nous avons trouvé :

$$\tau_2 = 125 \text{ MPa}$$

**ii) - franchissement des gros précipités de l'alliage traité TTB**

Pour les gros précipités  $\gamma'$  de l'alliage traité TTB, la résistance d'obstacle pour la création de défaut de surstructure sera :

$$\sin\theta = 0,35$$

On remarque que les obstacles sont encore faibles ( $\sin\theta < 0,5$ ) et le modèle de Friedel peut de nouveau être appliqué, donnant  $\tau_1 = 3$  MPa

Pour le contournement des gros précipités, la valeur de la contrainte nécessaire est de

$$\tau_2 = 21 \text{ MPa}$$

$\tau_2$  (contournement) pour les gros précipités  $\gamma'$  est plus faible que la contrainte de contournement des précipités par les dislocations parfaites ( $\Delta\tau = 70$  MPa) mais est compréhensible car la force due au défaut d'empilement aide la dernière dislocation partielle.

**iii) - franchissement par création de boucles fautées dans l'alliage traité TTB**

En utilisant une loi d'addition linéaire des contributions de chaque type de précipités (petits et gros) au contrainte de franchissement des précipités par création de boucles fautées, on trouve une contrainte appliquée de :

$$\sigma = 585 \text{ MPa}$$

Cette valeur est assez faible par rapport aux valeurs expérimentales mais nous indique également que ce mécanisme de franchissement, est physiquement possible pour l'alliage traité



TTB et probablement le mode préférentiel de franchissement, si les deux dislocations BA et CA sont présentes sur le même plan de glissement. On note que GUIMIER (1972) et SHARMA et al. (1988) ont trouvé deux types de dislocations parfaites dans le même plan de glissement pour des essais de traction.

### ***Conclusion sur le mode de franchissement par création de défaut de surstructure***

De ces calculs, nous pouvons en conclure que :

- lorsque la contrainte est assez importante, conduisant à l'activation de deux sources de dislocations BA et CA sur le même plan de glissement, les précipités  $\gamma$  peuvent être, dans un premier temps, cisailés par une superpartielle de vecteur de Burgers  $2\delta A$ , ou  $\frac{a}{3} \langle 112 \rangle$  : un défaut intrinsèque de structure est alors créé. La superpartielle  $2\delta A$  provient de la combinaison de BA et C $\delta$

- ensuite, dans un deuxième temps, la dernière partielle  $\delta A$  (de CA) contourne les précipités  $\gamma$  fautés. Quand les quatre partielles sont passées, elles laissent derrière elles des boucles entourant des défauts intrinsèques de surstructure

### **III.1.3.3 - RÉPARTITION DE LA DÉFORMATION AU NIVEAU DU GRAIN**

Une différence très marquante entre l'alliage traité TTA et l'alliage traité TTB se trouve au niveau de la densité des dislocations dans les grains.

Dans l'alliage traité TTB, même en début d'écoulement, la déformation est importante aux niveaux des joints. Ceci peut être expliqué par l'absence des gros précipités  $\gamma$  autour des joints ; cette zone se trouve donc plus molle que le reste du grain, et devient ainsi une zone de canalisation des dislocations.

A ce phénomène s'ajoute le fait que les joints de grains, en particulier les points triples, sont des endroits de concentration de contrainte : ceci ne fait, par rapport à l'alliage traité TTA, qu'accélérer la décohésion entre les différents grains. Par ailleurs, l'étude des précipitations aux joints (TREPIED et al., 1985) montre que les carbures sont semi-continus dans l'alliage traité TTA, améliorant ainsi la tenue mécanique des joints, alors que dans l'alliage traité TTB ils sont discontinus.

Ces quelques résultats nous permettent de prévoir que sous sollicitation monotone, le traitement TTB, par rapport au traitement TTA, conduit à un affaiblissement des joints de grains, favorisant un amorçage intergranulaire.







## DEUXIEME PARTIE :

### III.2 FATIGUE PLASTIQUE

Les essais de fatigue peuvent être menés de trois façons différentes : soit à amplitude de contrainte  $\frac{\Delta\sigma}{2}$  constante, soit à amplitude de déformation totale  $\frac{\Delta\varepsilon_t}{2}$  imposée, soit à amplitude de déformation plastique  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2}$  imposée. Nous avons choisi de conduire les essais à  $\Delta\varepsilon_p$  imposée ; ceci semble loin de la réalité des pièces en service soumises à des sollicitations cycliques. Cependant, l'origine fondamentale des endommagements est la déformation plastique et dans la mesure où l'on veut étudier les mécanismes de déformation, il est plus intéressant de conduire les essais à  $\Delta\varepsilon_p$  constant. En effet, imposer la déformation plastique revient à imposer la densité des dislocations mobiles et donnera donc de meilleures informations sur les interactions dislocations/précipités et leur évolution.

Ainsi, dans le but de faire une corrélation entre les propriétés mécaniques et microstructures de déformation, la fatigue plastique a été analysée sous trois aspects différents :

- sous l'aspect purement mécanique, où l'évolution des contraintes et les durées de vie pour différentes  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2}$  sont étudiées, et présentées dans la première partie de ce chapitre
- du point de vue de l'endommagement surfacique, c'est-à-dire les mécanismes de fissuration tels que amorçage et croissance des microfissures. Cette partie a pour objet de compléter les analyses de la première partie
- finalement, au niveau microstructural, où les microstructures de déformation sont examinées pour expliquer les résultats obtenus dans les deux premières parties.

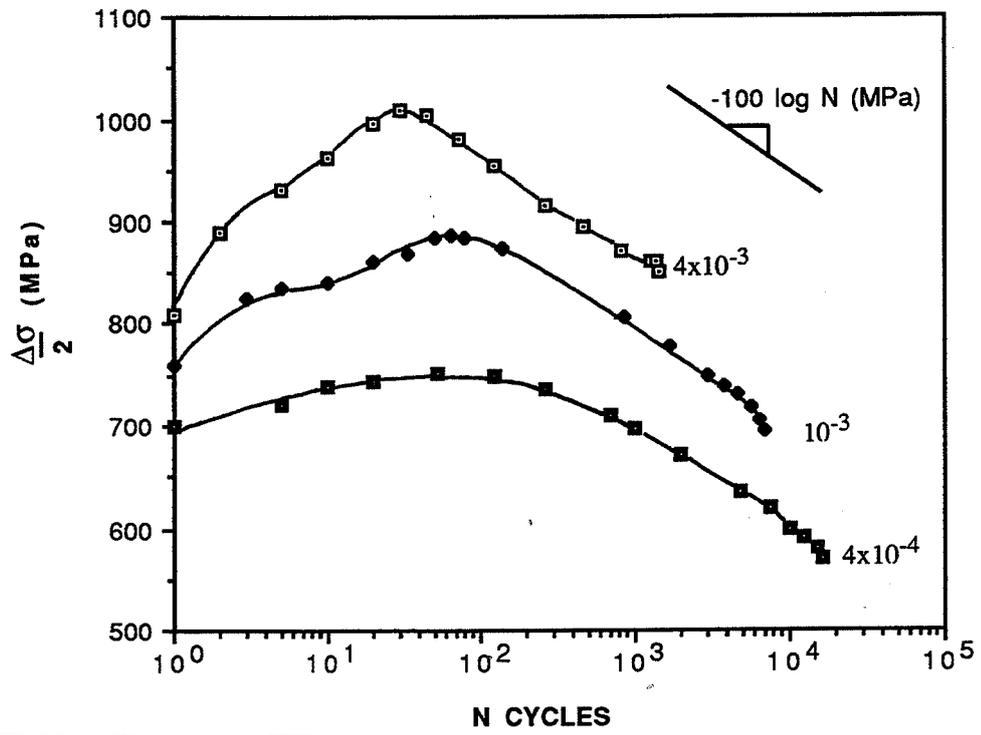


Figure III.21 : alliage traité TTA  
consolidation cyclique à 20°C

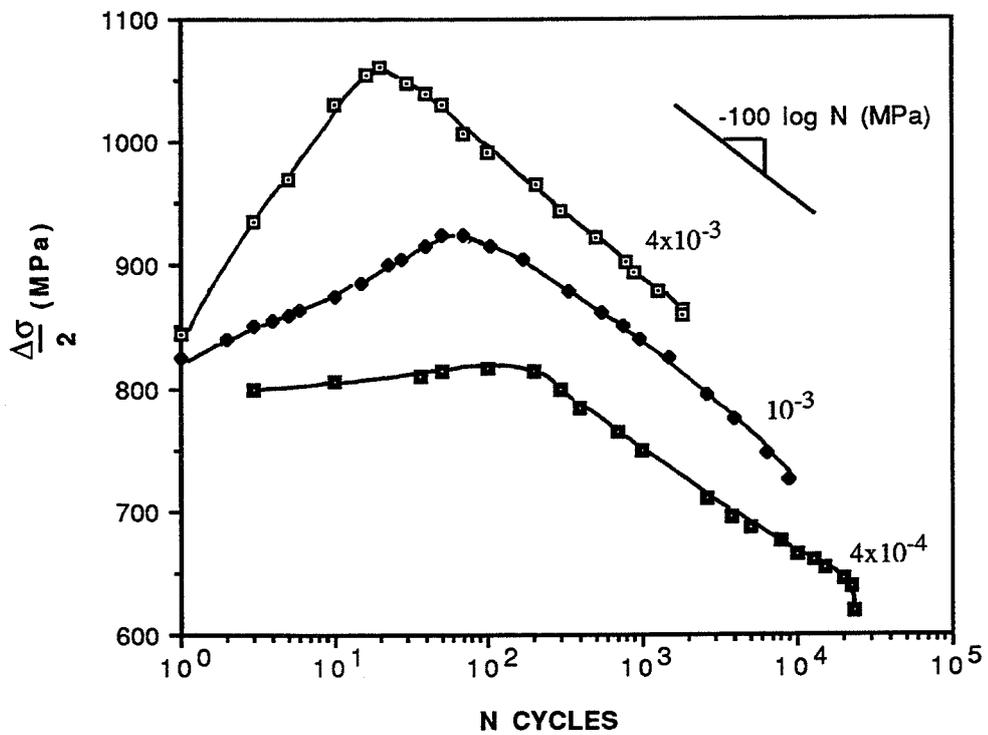


Figure III.22 : alliage traité TTb  
consolidation cyclique à 20°C

### III.2.1 : PROPRIETES MECANIQUES

Les essais ont été effectués dans le domaine de la fatigue oligocyclique avec une amplitude de déformation plastique de  $4 \times 10^{-4} \leq \frac{\Delta \epsilon_p}{2} \leq 4 \times 10^{-3}$  à la température ambiante et à 300°C.

La vitesse de déformation plastique  $\dot{\epsilon}_p$  est de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  environ, correspondant à des fréquences comprises entre  $2,5 \times 10^{-1}$  et  $6,25 \times 10^{-1}$  Hz.

Dans cette partie, les résultats des essais à la température ambiante sont présentés avant les résultats des essais conduits à 300°C. Ensuite, l'effet de l'augmentation de la température sera dégagé par comparaison des deux résultats. Enfin, nos essais seront comparés aux essais conduits à  $\frac{\Delta \epsilon_t}{2}$  constante effectués à Unirec.

#### III.2.1.1 - PROPRIÉTÉS MÉCANIQUE DE FATIGUE À LA TEMPÉRATURE AMBIANTE

##### 1) - Evolution de la contrainte

Les courbes d'évolution des contraintes  $\frac{\Delta \sigma}{2}$  en fonction du nombre de cycles N, à la température ambiante, sont représentées respectivement sur les figures III.21 et III.22 pour l'alliage traité TTA ( $\gamma$  fins et uniformes) et l'alliage traité TTB (double population de  $\gamma$ ). Nous remarquons que dans les deux états, les courbes présentent successivement une période de durcissement rapide et une période d'adoucissement jusqu'à rupture.

Pour les trois amplitudes de déformation considérées et pour les deux états de l'Inconel X-750, la période d'adoucissement cyclique occupe la majeure partie de la durée de vie en fatigue (plus de 85% de la durée de vie) et l'amplitude de contrainte  $\frac{\Delta \sigma}{2}$  diminue de façon logarithmique avec le nombre de cycles

$$\frac{d\left(\frac{\Delta \sigma}{2}\right)}{dN} \approx -100 \log(N) \text{ MPa}$$

A cause de cet adoucissement, de l'ordre de 21%, l'amplitude de contrainte en fin d'essai devient inférieure à la limite élastique,  $\sigma_{0,2}$ , pour  $\frac{\Delta \epsilon_p}{2} \leq 10^{-3}$ , malgré le durcissement en début d'essai.

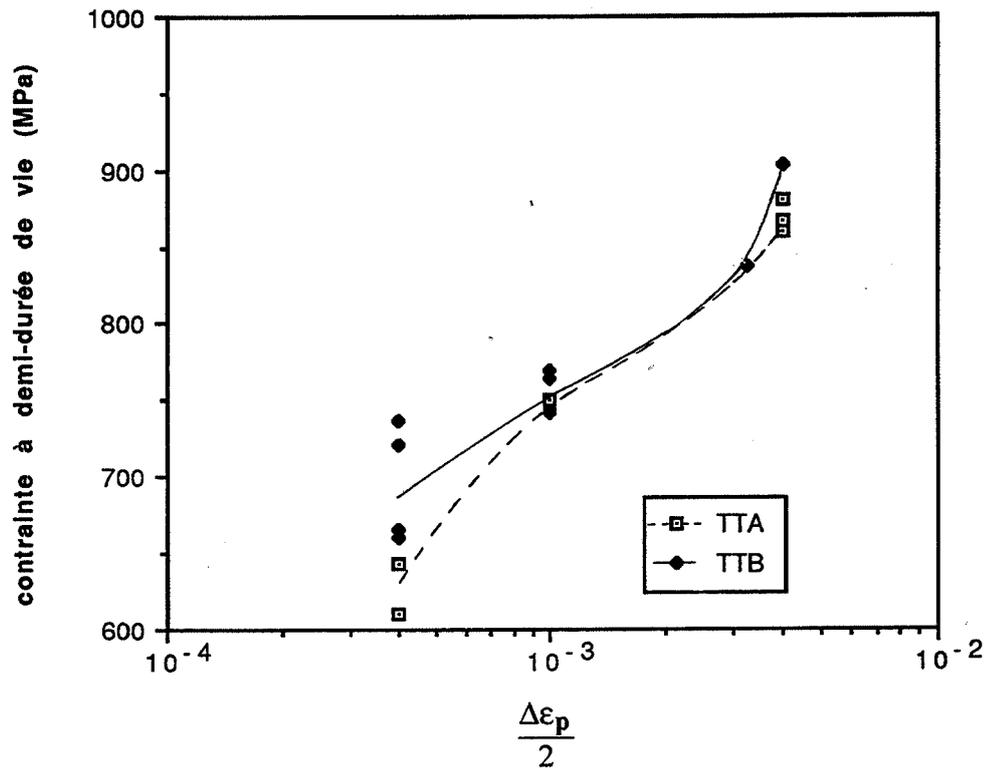


Figure III.23 : Ecroissage cyclique à la température ambiante

En revanche, le durcissement cyclique ( durant au maximum 150 cycles ), est d'autant plus importante que la déformation plastique imposée est grande ( tableau III.6 ). Le tableau III.6 montre également que pour l'alliage traité TTA, le taux de durcissement est supérieur à celui de l'alliage traité TTB pour la même amplitude de déformation .

$\frac{\Delta\epsilon_p}{2}$	TTA	TTB
$4 \times 10^{-3}$	26%	25%
$10^{-3}$	17%	12%
$4 \times 10^{-4}$	8%	2%

**Tableau III.6** : température ambiante  
taux de durcissement en fatigue  
par rapport au premier 1/4 cycle

La même allure de courbe, c'est-à-dire durcissement rapide puis adoucissement jusqu'à rupture, a été également observée sur l'Inconel 718 par FOURNIER et al. (1977), sur le Nimonic 80A (LERCH et al., 1985), sur le Nimonic PE16 (SINGH et al., 1991) et d'autres alliages à précipités : rappelons que le durcissement initial est souvent associé à la multiplication des dislocations et l'adoucissement est lié au cisaillement des précipités (chapitre I). En effet, le cisaillement diminue le rayon effectif des précipités entraînant une diminution de la contrainte puisque pour un cisaillement, la contrainte varie en  $\sqrt{r}$  )

## 2) *Ecroûissage cyclique*

Sur la figure III.23, nous avons tracé les courbes d'écroûissage cyclique à 20°C de l'alliage traité TTA et de l'alliage traité TTB. Ces courbes représentent la variation de l'amplitude de contrainte à demi-durée de vie en fonction de l'amplitude de déformation plastique. D'après cette figure, les niveaux de contrainte de l'alliage traité TTA sont légèrement en dessous de ceux de l'alliage traité TTB, comme pour la traction monotone. Le même résultat a été également observé sur le NIMONIC 80A, en fatigue à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2}$  imposée, par LERCH et al. (1987), où les niveaux de contrainte de l'alliage à précipitation bimodale ( $\phi = 100$  nm et 13 nm) sont supérieurs à ceux de l'alliage à précipitation monomodale ( $\phi = 13$  nm).

Les courbes d'écroûissage cyclique de l'alliage traité TTA et de l'alliage traité TTB ont des allures différentes (figure III.23) alors que les courbes  $\left( \frac{\Delta\sigma}{2} = f(N) \right)$  ont les mêmes formes. En effet, la figure III.23 montre que :

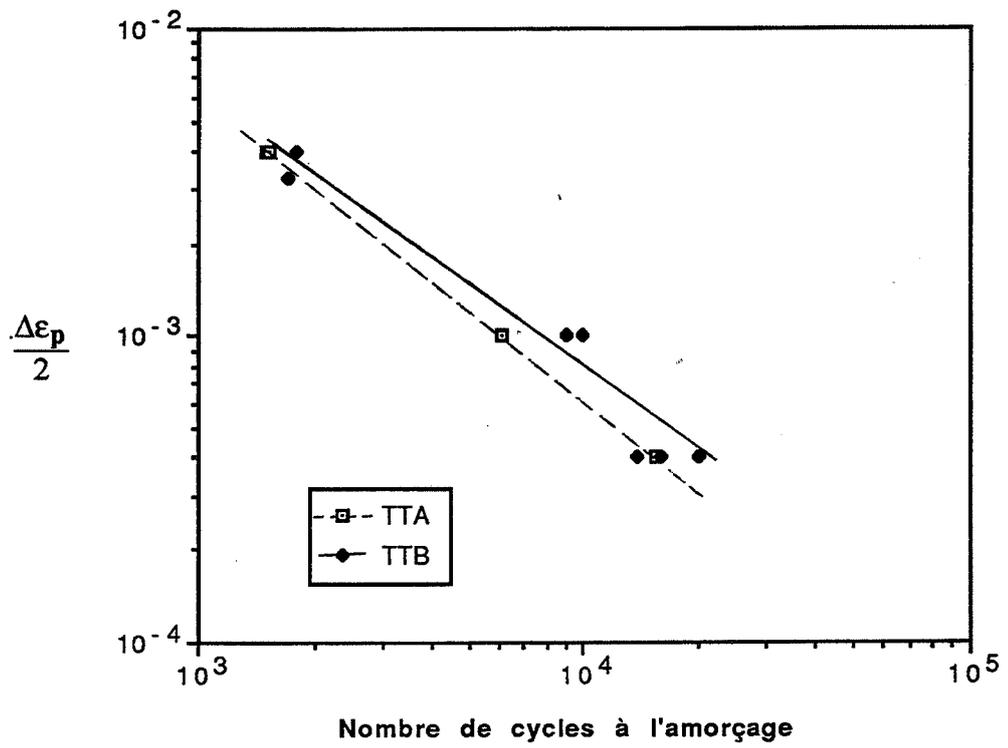


Figure III.24 : courbes de durée de vie à 20°C.

- pour l'alliage traité TTA : la courbe d'érouissage cyclique présente deux régions. Pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} > 10^{-3}$ , l'amplitude de contrainte à demi-durée de vie varie moins vite avec la déformation que pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} < 10^{-3}$ . Sur cette zone de plus faible variation de contrainte, le taux de durcissement cyclique est au moins de 17%.

- pour l'alliage traité TTB : la courbe d'érouissage cyclique présente également deux régions mais la région de faible variation de contrainte est située à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} < 3 \times 10^{-3}$ , et correspond à des taux de durcissement inférieurs ou égaux à 17% ( le taux de durcissement pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 3 \times 10^{-3}$  est de 17% ). La même allure de courbe a été observée sur le Nimonic 80A (LERCH et al., 1987) ou sur le Nimonic PE16 (SINGH et al., 1991).

On peut également remarquer sur la figure III.23 que pour les deux courbes, les régions de faible variation de contrainte ont la même pente.

### 3)- *Courbes de durée de vie*

A la suite des études effectuées auparavant dans notre laboratoire, il a été montré que la fissure principale conduisant à la rupture de l'éprouvette se propage en volume quand la contrainte maximale de traction chute environ de 1% par rapport à la contrainte maximale de compression. Nous prendrons donc comme durée de vie d'amorçage d'une fissure importante le nombre de cycles correspondant à cette chute de contrainte.

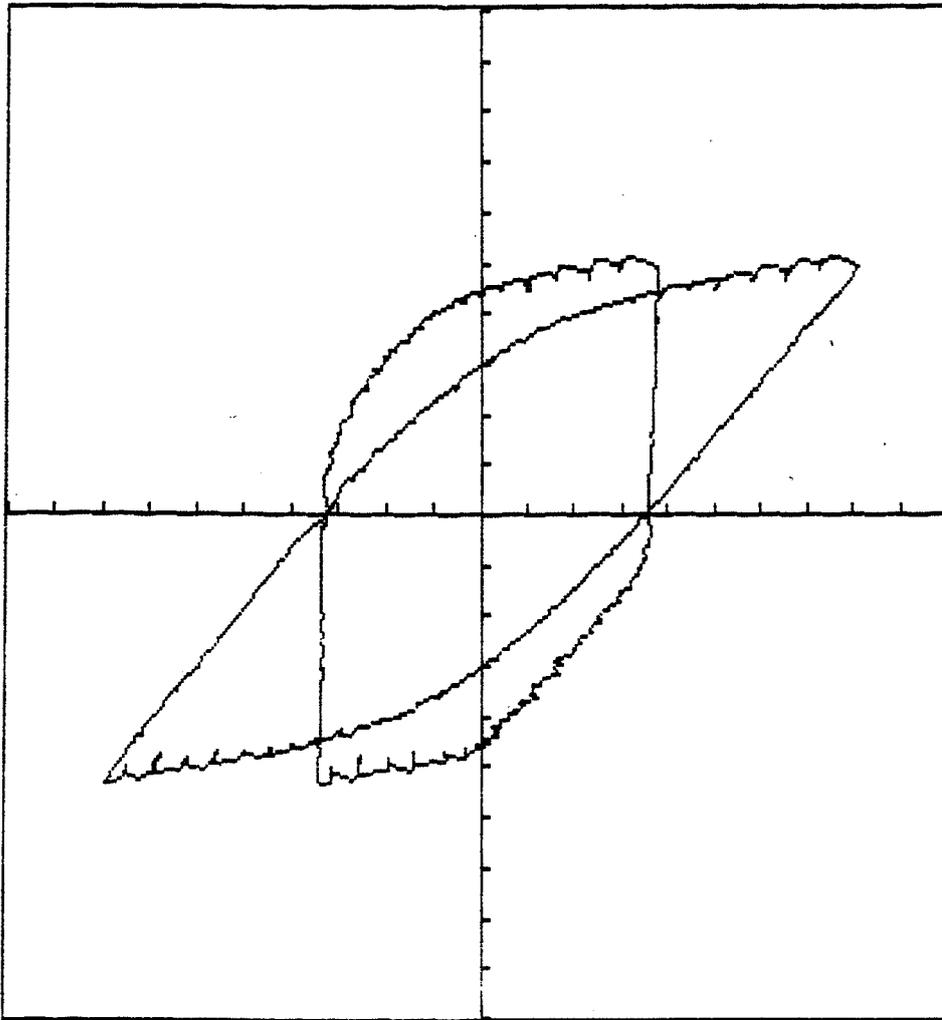
Les courbes de durée de vie à la température ambiante sont représentées sur la figure III.24. Cette figure montre que l'alliage traité TTB a une tenue à la fatigue légèrement supérieure à celle de l'alliage traité TTA ; l'écart est maximal pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}$ .

Ces courbes peuvent être décrites par les équations suivantes :

- pour l'alliage traité TTA :  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 5,75 (N_i)^{-0,99}$

- pour l'alliage traité TTB :  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 12,02 (N_i)^{-1,05}$

avec toutefois une grande dispersion de  $N_i$  pour l'alliage traité TTB à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$



Contrainte : 1 div. = 180MPa  
déf. plastique : 1 div. =  $1.3 \cdot 10^{-3}$   
déplacement : 1 div. = 20  $\mu\text{m}$

Figure III.25 : instabilités de contrainte à 300°C

Ces durées de vie à température ambiante sont assez proches de celle du Waspaloy étudié par CLAVEL et PINEAU (1981) mais inférieures à celle du Waspaloy étudié par LERCH et al., (1984) et à celle du Nimonic 80A de LERCH et al. (1985).

Si nous ne comparons que les durées de vie, nous trouverons que les matériaux CFC monophasés ont une meilleure tenue à la fatigue plastique que les superalliages à base de Ni. A titre d'exemple, nous donnons à  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$  et à la température ambiante :

$N_i \sim 15000$  cycles pour l'Inconel X-750 traité TTA

$N_i \sim 13000$  cycles pour le Waspaloy [CLAVEL et al., 1981]

$N_i \sim 24000$  cycles pour la matrice écrouie de l'Inconel X-750

$N_i \sim 230000$  cycles pour le 316L [GORLIER, 1984]

En somme, l'alliage traité TTA et l'alliage traité TTB ont des comportements en fatigue assez proches à 20°C, alors qu'en milieu PWR avec  $\frac{\Delta\sigma}{2}$  imposée, la différence entre les durées de vie peut atteindre 95% (AMZALLAG et al., 1986).

### III.2.1.2 - PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DE FATIGUE À 300°C

Alors qu'à la température ambiante les boucles contrainte-déformation sont lisses, à 300°C, elles présentent des instabilités de contrainte dont l'amplitude est plus importante pour  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$  (figure III.25) ; le même phénomène a été déjà observé en traction monotone.

#### 1)- Evolution des contraintes : $\sigma(N)$

A 300°C, les courbes d'évolution des contraintes varient selon la déformation imposée mais leur allure est la même pour les deux états de l'Inconel X-750 ; les courbes sont représentées sur les figures III.26 et III.27.:

\*  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$  : pour la plus forte amplitude, le matériau durcit rapidement puis s'adoucit pendant quelques cycles pour atteindre un état de saturation avant la moitié de la durée de vie. Comparé à celui de la température ambiante pour la même amplitude de déformation, le durcissement est moins important mais de durée équivalente. L'allure des courbes ressemble à celle des alliages où les précipités  $\gamma'$  sont contournés (voir chapitre I). Notons qu'en traction monotone, l'augmentation de la température n'a pas changé de manière évidente les mécanismes de franchissement des précipités.

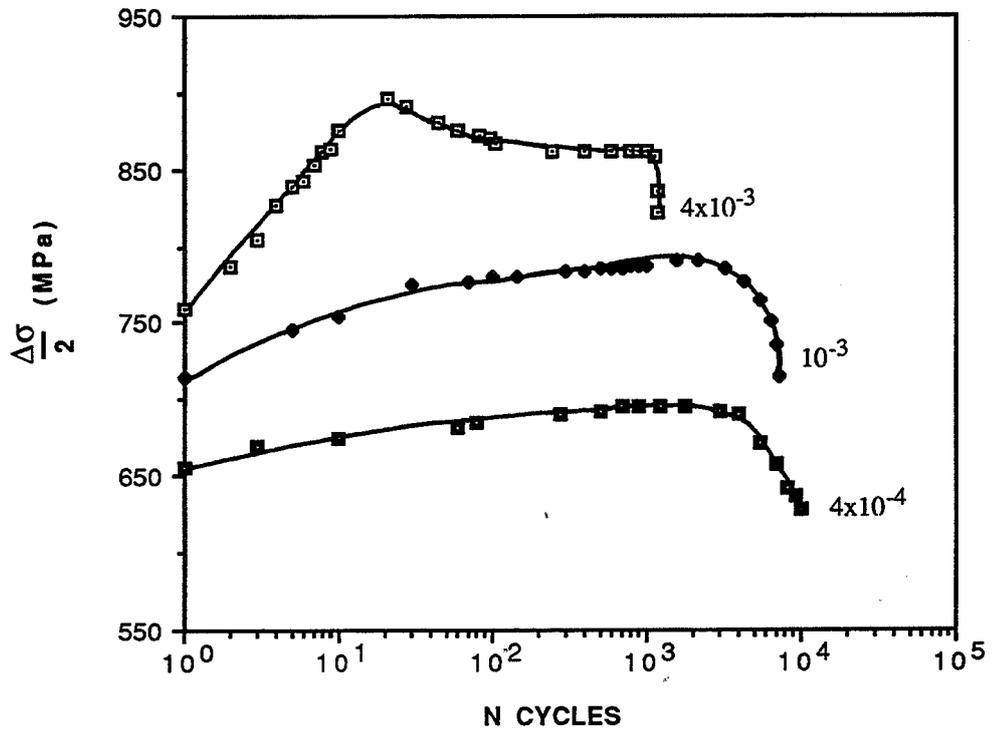


Figure III.26 : alliage traité TTA

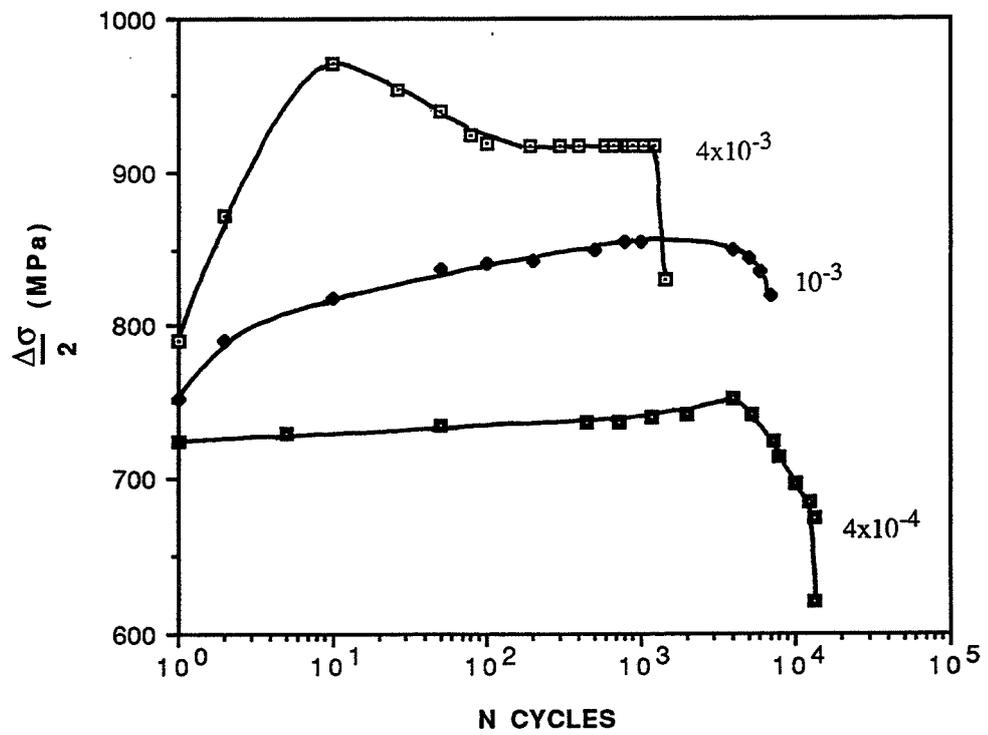


Figure III.27 : alliage traité TTB

\*  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}$  et  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$  : pour les amplitudes de déformation plus faibles, il y a, comme à 20°C, un durcissement cyclique du matériau avant adoucissement. Cependant, la période de durcissement est plus longue et l'adoucissement n'occupe plus que la moitié de la durée de vie environ ( au lieu de 85% de la durée de vie à 20°C ). Pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} \leq 10^{-3}$ , l'allure des courbes  $\left(\frac{\Delta\sigma}{2} = f(N)\right)$  montre également une période d'adoucissement jusqu'à rupture indicatif d' un phénomène de cisaillement des précipités  $\gamma$ .

Les tableaux III.7 et III.8 donnent respectivement les taux de durcissement ( par rapport au premier quart de cycle ) et les taux d'adoucissement (par rapport à l'amplitude maximale de contrainte atteinte pendant la phase de durcissement initial) à 300°C de l'alliage traité TTA et de l'alliage traité TTb.

$\frac{\Delta\epsilon_p}{2}$	TTA	TTB
$4 \times 10^{-3}$	18%	23%
$10^{-3}$	10%	14%
$4 \times 10^{-4}$	6%	4%

**Tableau III.7 :** taux de durcissement à 300°C

$\frac{\Delta\epsilon_p}{2}$	TTA	TTB
$4 \times 10^{-3}$	4%	5%
$10^{-3}$	5%	3%
$4 \times 10^{-4}$	10%	8%

**Tableau III.8 :**taux d'adoucissement à 300°C

Pour l'alliage traité TTA et l'alliage traité TTb, plus la déformation imposée est élevée, plus le taux de durcissement augmente.

Pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} \geq 10^{-3}$ , l'alliage traité TTb présente des taux de durcissement supérieurs à ceux de l'alliage traité TTA, contrairement à ce qui a été observé à la température ambiante.

Nous pouvons également remarquer que les taux d'adoucissement (Tableau III.8) sont au plus 10% (contre 21% à la température ambiante) et que pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} \geq 10^{-3}$ , les matériaux durcissent plus qu'ils ne s'adoucissent.

D'une manière générale, le comportement de l'Inconel X-750, dans les deux états, en sollicitation cyclique est moins instable à 300°C qu'à 20°C du point de vue amplitude de contrainte.

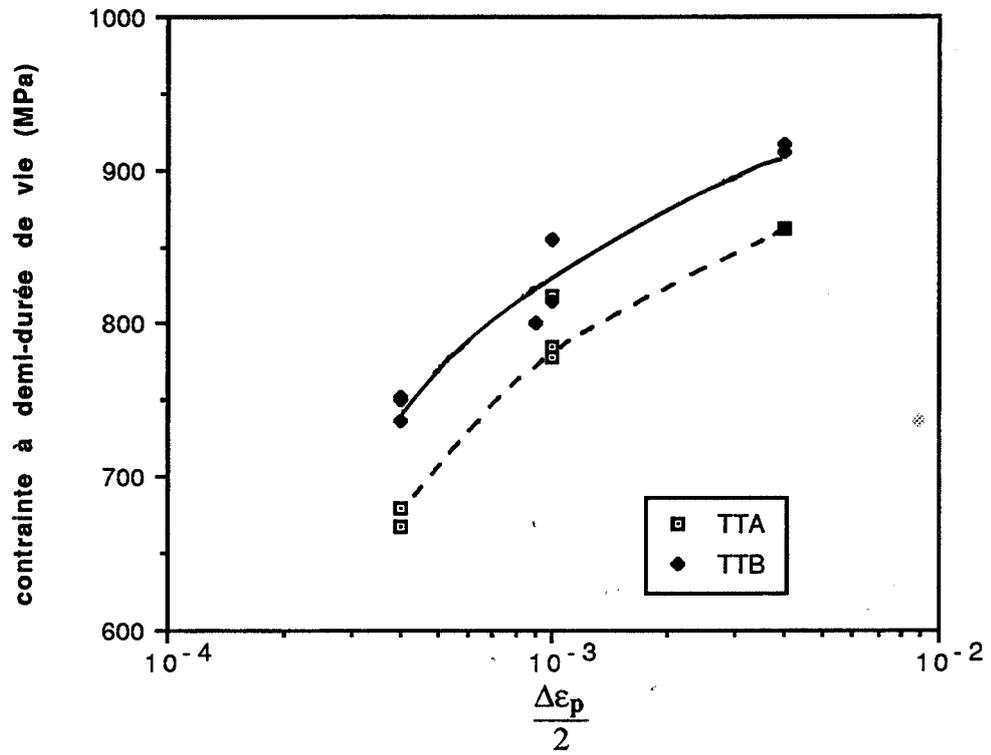


Figure III.28 : Ecroûissage cyclique à 300°C

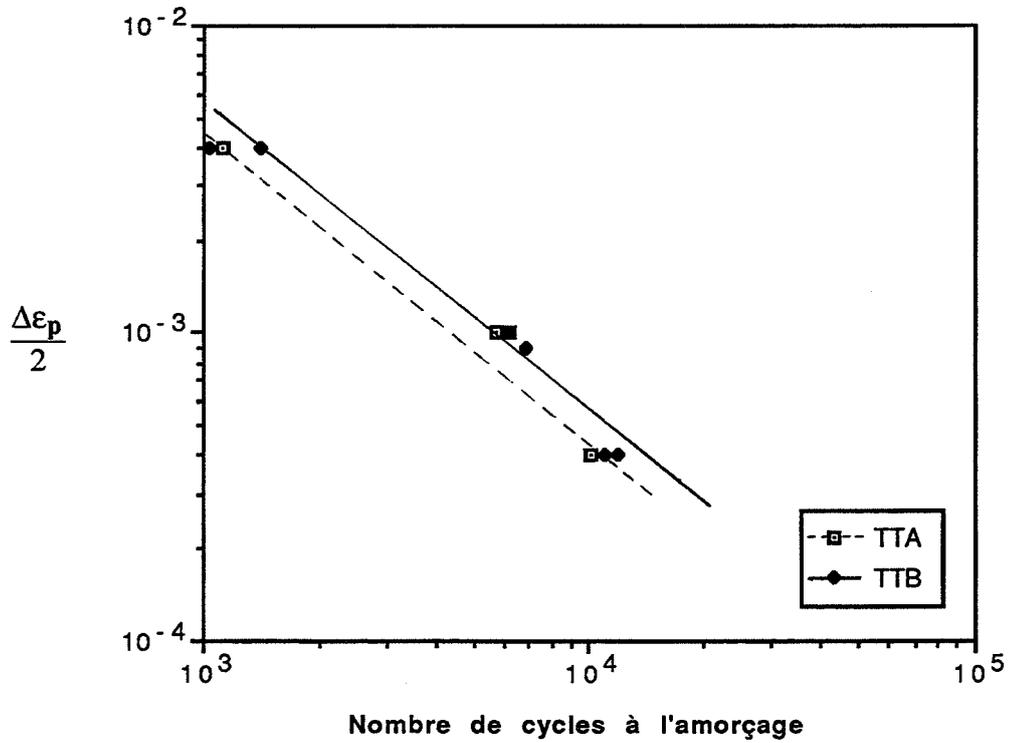


Figure III.29 : courbes de durée de vie à 300°C

## 2)- *Ecroissance cyclique*

Les courbes d'écroissance cyclique de l'alliage traité TTA et de l'alliage traité TTB sont indiqués sur la figure III.28. Comme à 20°C, les niveaux de contrainte de l'alliage traité TTB à 300°C sont supérieurs à ceux de l'alliage traité TTA. Les deux courbes présentent une allure globalement similaire malgré l'écart de contrainte qui est plus important à 300°C qu'à 20°C.

Pour l'alliage traité TTA, deux régions peuvent être distinguées sur la courbe d'écroissance cyclique. Pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} \leq 10^{-3}$ , la pente de la courbe est plus forte que pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} \geq 10^{-3}$ .

Pour l'alliage traité TTB, deux régions sont également présentes mais la variation de pente à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}$  est faible par rapport à celle de l'alliage traité TTA. Cependant, pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} \geq 10^{-3}$  (zone de faible variation de la contrainte), les deux courbes sont parallèles.

## 3)- *Courbes de durée de vie*

Les courbes de durée de vie à 300°C sont représentées par la figure III.29. Elles peuvent être décrites par les équations suivantes :

- pour l'alliage à l'état TTA :  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 3,98 (N_i)^{-0,97}$

- pour l'alliage à l'état TTB :  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4,76 (N_i)^{-0,98}$

La dispersion de  $N_i$  est plus importante à 300°C qu'à la température ambiante

Nous pouvons également observer que la courbe de durée de vie de l'alliage traité TTA reste légèrement en dessous de celle de l'alliage traité TTB. La meilleure tenue à la fatigue de l'alliage traité TTB est de nouveau retrouvée à 300°C à l'air.

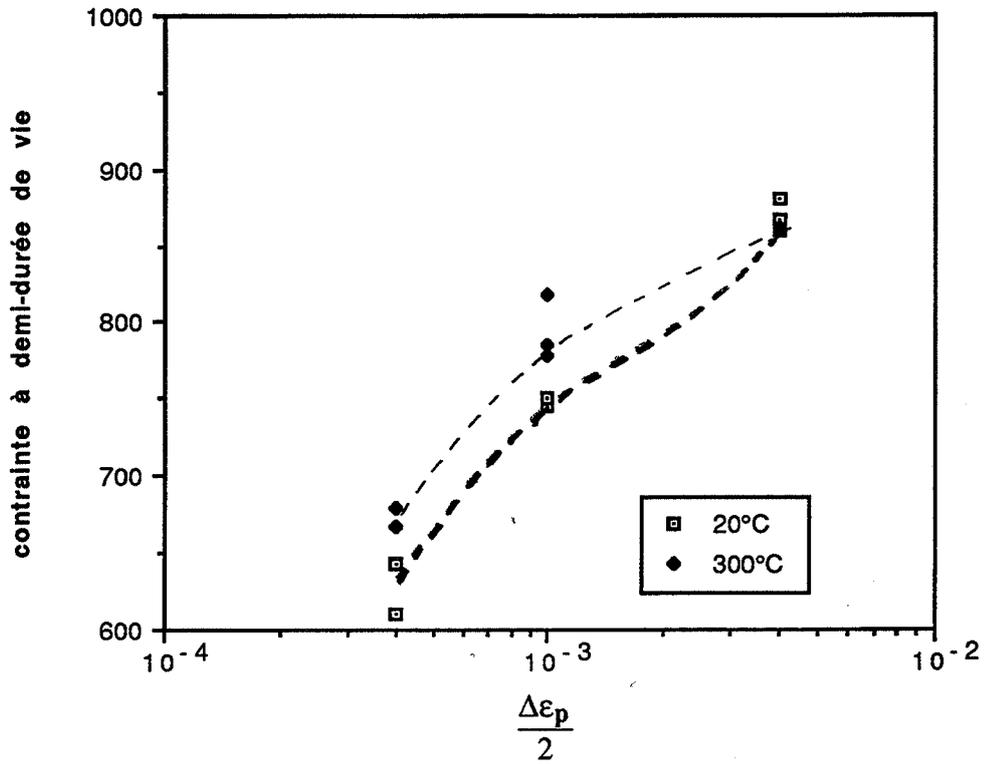


Figure III.30 : alliage traité TTA - écouissage cyclique

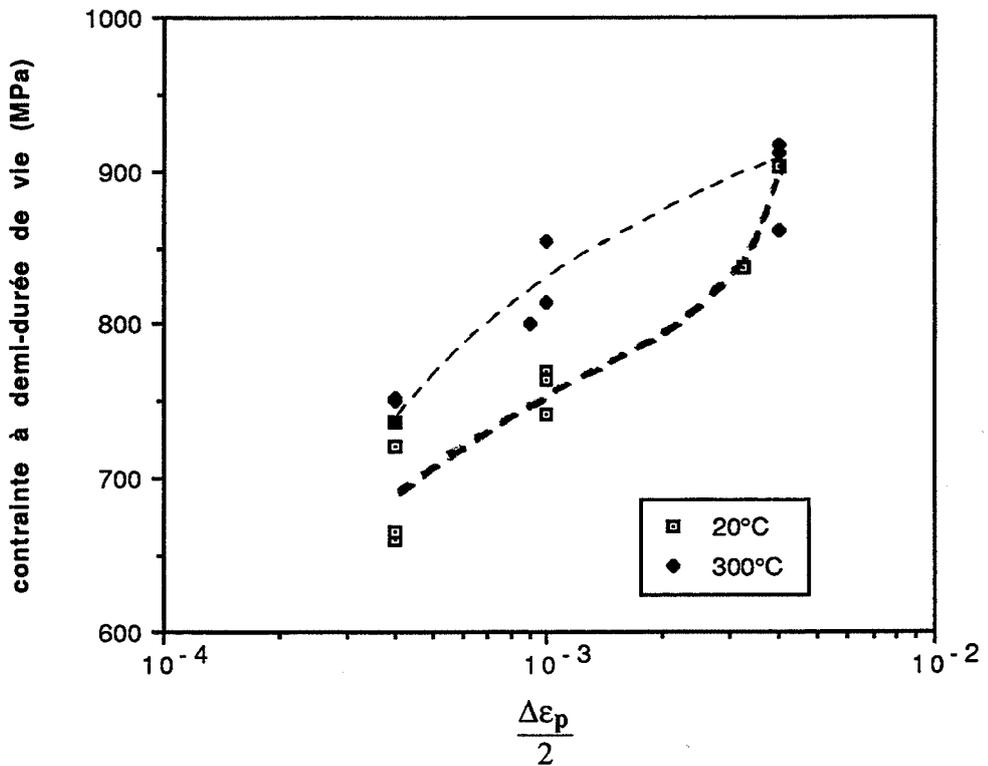


Figure III.31 : alliage traité TTB - écouissage cyclique

### III.2.1.3 - COMPARAISON ENTRE 20° ET 300°C

Au niveau des comportements mécaniques, l'augmentation de la température a pour effet de :

- induire des instabilités de contrainte au matériau
- changer l'allure des courbes  $\left(\frac{\Delta\sigma}{2} - N\right)$ ; en effet, la période d'adoucissement est repoussée, et la période de durcissement prolongée, ou supprimée (pour  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$ ) quand la température augmente. Grâce à ce changement, les niveaux de contrainte à 300°C sont supérieurs à ceux de la température ambiante ( figures III.30 et 31 ) ; l'écart est maximal aux faibles amplitudes de déformation.
- modifier le taux de durcissement cyclique. Pour l'alliage traité TTA, même si la période de durcissement est plus longue à 300°C qu'à 20°C, les taux de durcissement restent plus faibles qu'à la température ambiante. Pour l'alliage traité TTb, en revanche, une petite augmentation des taux de durcissement est constatée à faible déformation quand la température augmente. Parallèlement, les taux d'adoucissement sont plus faibles à 300°C (inférieurs à 10%) qu'à la température ambiante (environ 21%).
- diminuer sensiblement la pente de la courbe d'écrouissage cyclique dans le domaine des déformations supérieures à  $10^{-3}$  (figures III.30 et 31)
- réduire légèrement la durée de vie en fatigue de l'alliage, notamment aux faibles déformation, avec une meilleure tenue à la fatigue de l'alliage traité TTb

L'adoucissement important à la température ambiante témoigne le cisaillement des précipités par les dislocations. Or, d'après LERCH et al.(1987), pour les alliages à précipités cisailables, l'adoucissement cyclique apparaît quand le nombre de bandes de glissement formées est suffisant pour accommoder la déformation imposée. Ceci implique pour l'Inconel X-750 que la formation des bandes se poursuit jusqu'à la moitié de la durée de vie à 300°C, alors qu'à la température ambiante, toutes les bandes de glissement sont formées après 150 cycles au maximum .

D'autre part, quand la déformation augmente, le taux de durcissement augmente car il est lié à la multiplication des dislocations ou à la longueur de glissement comme c'est le cas du Nimonic 80A étudié par LERCH et al. (1987) où les glissements sont planaires. Dans le cas particulier de l'alliage traité TTA, le taux de durcissement pour le même  $\Delta\varepsilon_p$ , diminue quand la température augmente. Le même raisonnement, c'est-à-dire l'augmentation du taux de durcissement avec l'interaction des dislocations, appliqué à l'alliage traité TTA, suppose donc un

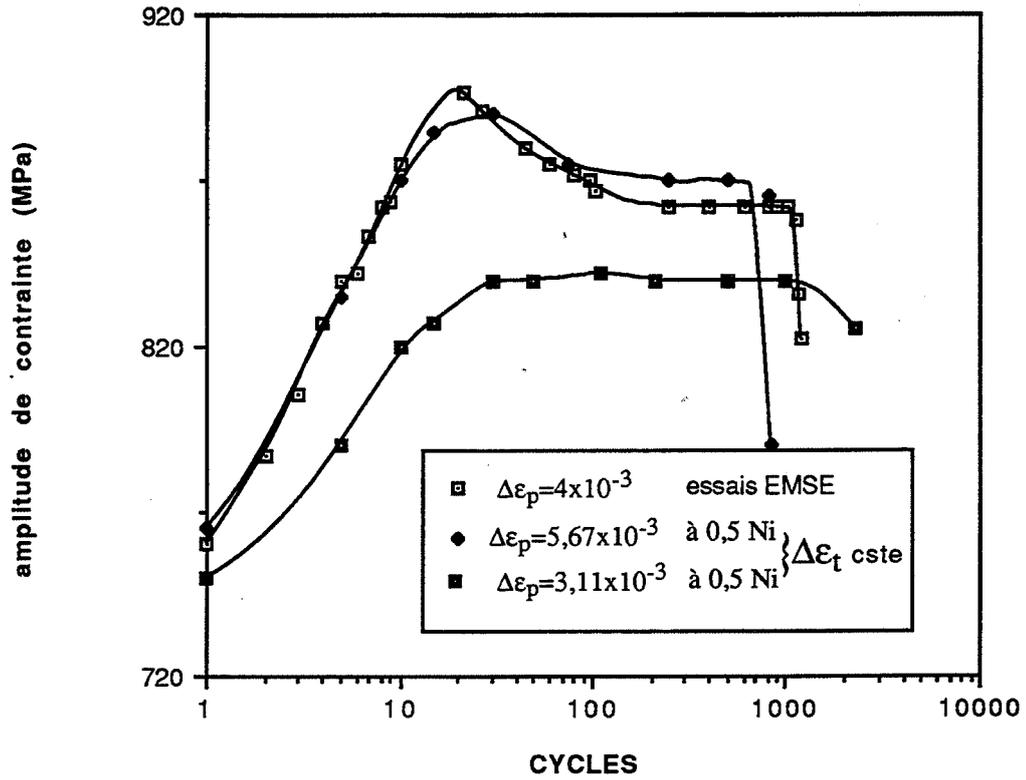


Figure III.32 : Evolution contrainte avec le nombre de cycles à 300°C  
alliage traité TTA - comparaison avec les essais à  $\Delta\epsilon_t$  constante

glissement des dislocations plus facile à 300°C qu'à 20°C, alors que les contraintes à demi-durée de vie à 300°C sont supérieures à celles obtenues à 20°C.

Au contraire de l'alliage traité TTA, l'alliage traité TTB présente une augmentation du taux de durcissement avec la température. Ainsi, il est également plausible que l'interaction des dislocations sera plus importante à 300°C qu'à 20°C, d'autant plus que l'activation thermique peut aider certaines sources de dislocations.

Malgré cette différence de l'effet de la température sur le taux de durcissement, l'augmentation de la température tend à stabiliser les contraintes dans les deux matériaux mais à diminuer leur durée de vie.

#### III.2.1.4 - COMPARAISON AVEC LES ESSAIS À $\frac{\Delta\epsilon_t}{2}$ IMPOSÉE

Des essais de fatigue à déformation totale,  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2}$ , constante à 300°C à l'air ont été menés sur le même alliage dans les mêmes états à Unirec (collaboration avec C.AMZALLAG et M.THEOBALT)\*. Connaissant  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2}$  à demi-durée de vie pour les essais à  $\Delta\epsilon_t$  constante, quelques courbes d'évolution de la contrainte avec le nombre de cycles sont reportées sur la figure III.32 pour l'alliage traité TTA. Pour les fortes amplitudes de déformation, la courbe à  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2}$  imposée et celle à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2}$  se rapprochent l'une de l'autre ; ceci n'est pas étonnant car pour les fortes amplitudes de déformation, la contrainte se sature assez vite (par rapport à la durée de vie) conduisant à des amplitudes de déformation plastique et totale constantes : l'amplitude de déformation plastique pour les deux types d'essais est alors la même non seulement à demi-durée de vie mais aussi tout au long du stade de saturation.

Pour pouvoir comparer les durées de vie des essais à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2}$  imposée aux essais à  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2}$  constante, les parties élastiques des essais à déformation plastique constante ont été calculées à partir de l'amplitude de contrainte  $\frac{\Delta\sigma}{2}$  à demi-durée de vie et du module d'Young E en prenant :

$$\frac{\Delta\epsilon_e}{2} = \frac{1}{E} \frac{\Delta\sigma}{2} (0,5 N_i)$$

Par simple addition des parties plastiques et élastiques, la déformation totale que le matériau a subie est connue. Les courbes  $\left(\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = f(N_i)\right)$  relatives à l'alliage traité TTA et à l'alliage traité TTB sont respectivement représentées sur les figures III.33 et III.34. L'accord entre les deux types d'essais est assez bonne.

---

\* Centre de Recherches d'Unieux - BP 50, 42702 FIRMINY Cedex

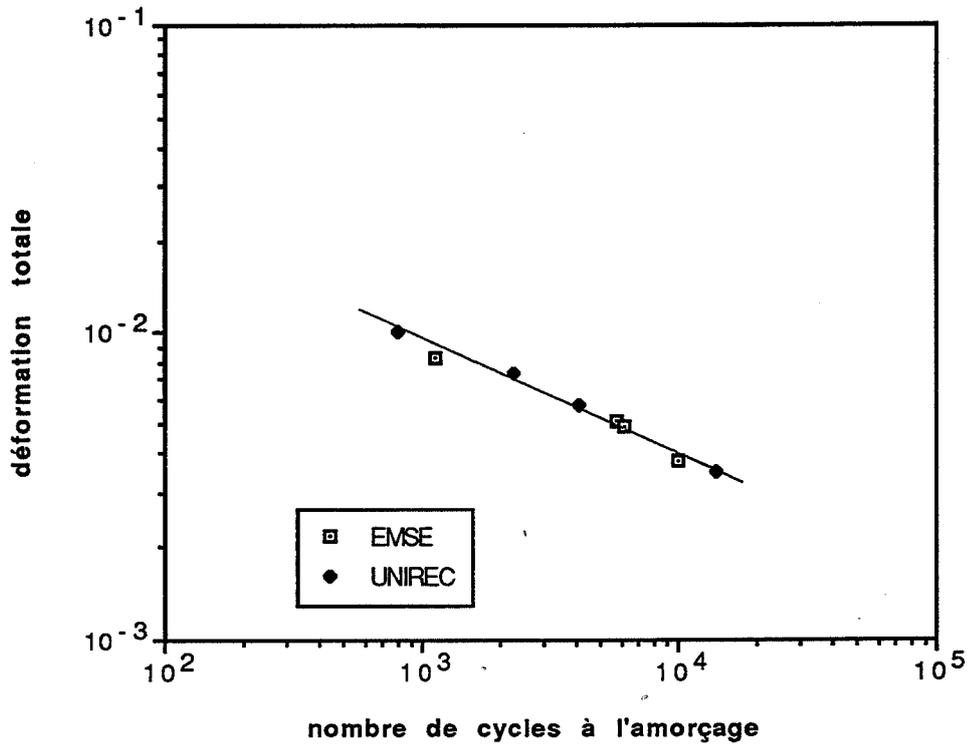


Figure III.33 : courbes de durée de vie pour l'alliage traité TTA à 300°C

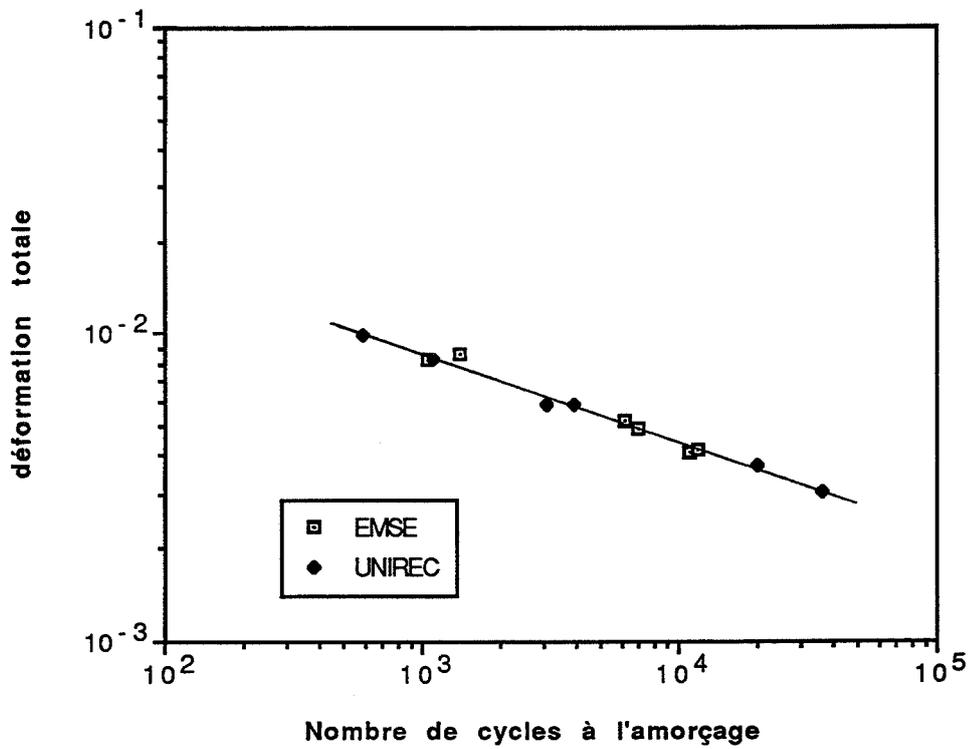


Figure III.34 : courbes de durée de vie pour l'alliage traité TTB à 300°C

Toutefois, pour les essais à  $\Delta\varepsilon_t$  imposée, la courbe de durée de vie de l'alliage traité TTA et celle de l'alliage traité TTB se croisent pour  $\frac{\Delta\varepsilon_t}{2} = 5 \times 10^{-3}$ . Pour des fortes déformations, l'alliage traité TTA semble être meilleur que l'alliage traité TTB : ce résultat est différent de ce que nous avons avec les essais à  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2}$  imposée. En revanche, à faible déformation,  $\frac{\Delta\varepsilon_t}{2} < 5 \times 10^{-3}$ , nous retrouvons un comportement habituel où c'est l'alliage traité TTB qui a une meilleure tenue en fatigue.

### III.2.1.5 - RÉSUMÉ SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE DE L'INCONEL X-750

#### *Evolution des contraintes en fonction du nombre de cycles*

Nous avons vu précédemment que l'allure des courbes d'évolution des contraintes en fonction du nombre de cycles pour la même amplitude de déformation (à 20°C ou à 300°C), est la même dans l'alliage traité TTA (précipitation fine et uniforme en  $\gamma'$ ) et l'alliage traité TTB (précipitation bimodale de  $\gamma'$ ) : durcissement puis adoucissement jusqu'à rupture. La phase d'adoucissement jusqu'à la rupture peut être supprimée ou retardée, selon  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2}$ , par l'augmentation de la température.

#### *Taux de durcissement, contrainte à 0,5 $N_i$ , durée de vie*

Pour l'alliage traité TTA, quand la température augmente, les taux de durcissement et les durées de vie diminuent tandis que les contraintes à demi-durée de vie croissent.

Pour l'alliage traité TTB, les taux de durcissement et les contraintes à demi-durée de vie augmentent avec la température, au contraire des durées de vie qui sont plus faibles à 300°C par rapport aux valeurs obtenues à la température ambiante.

D'autre part, pour les deux températures et pour les faibles amplitudes de déformation, l'alliage traité TTB présente une meilleure résistance à la fatigue que l'alliage traité TTA.

Ces quelques résultats montrent que les liens entre les contraintes, les taux de durcissement, et les durées de vie ne sont pas simples, et l'analyse seule des formes des différentes courbes macroscopiques ne suffit pas à expliquer les comportements de l'Inconel X-750.

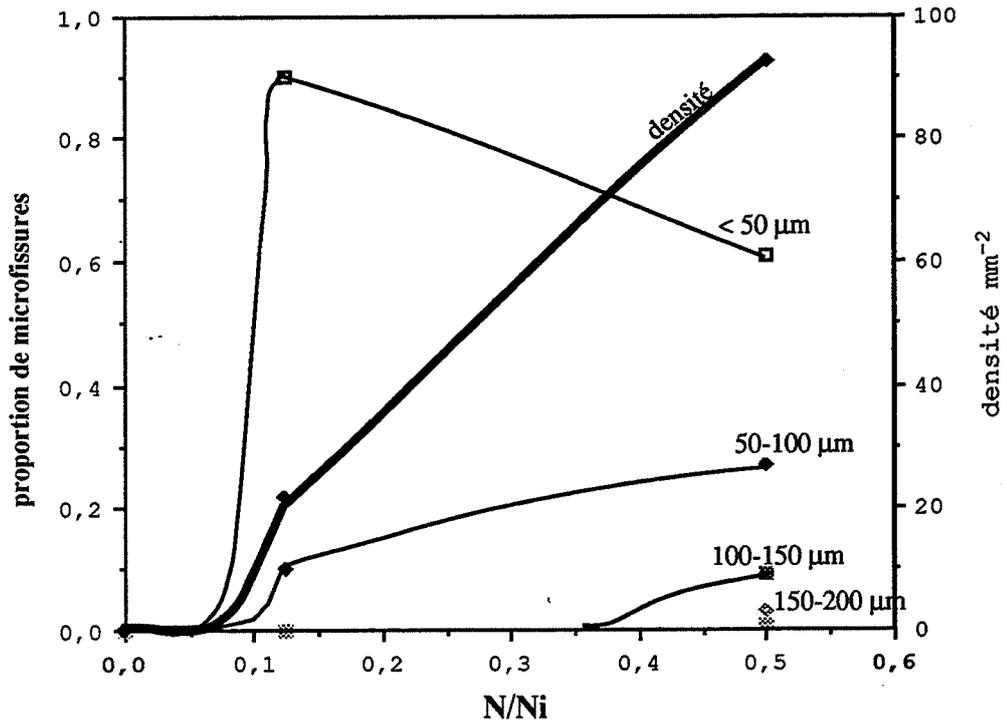


Figure III.35 : alliage traité TTA - évolution des microfissures

$$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3} - 20^\circ\text{C}$$

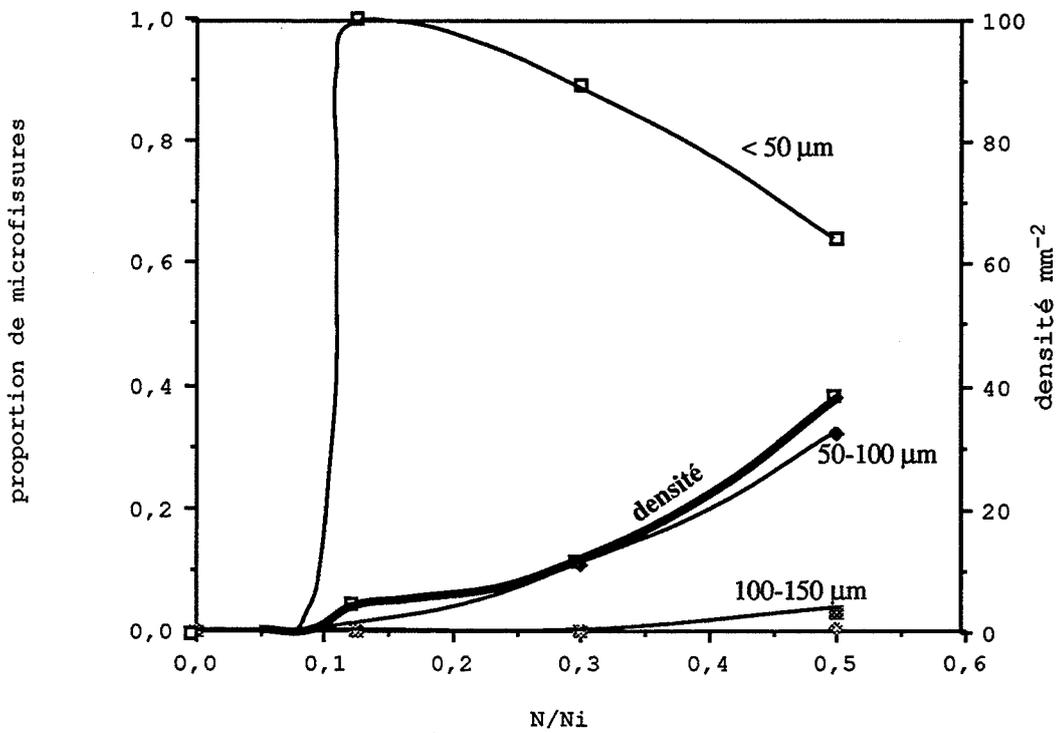


Figure III.36 : alliage traité TTb - évolution des microfissures

$$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3} - 20^\circ\text{C}$$

### III.2.2 : MECANISMES DE FISSURATION

L'étude de l'amorçage et de l'évolution des microfissures est effectuée essentiellement sur les répliques de surface à l'aide de la microscopie optique. Ce travail consiste en la détermination de la densité des microfissures, classées selon leur taille, ainsi que leur évolution en fonction du nombre de cycles. Comme la taille des gros grains de l'alliage traité TTA est de 100  $\mu\text{m}$  environ, et celle de l'alliage traité TTB est de 50  $\mu\text{m}$ , les microfissures ont été classées par intervalle de 50  $\mu\text{m}$ .

Quelques éprouvettes sont observées directement au MEB pour une comparaison des mesures.

#### III.2.2.1 - AMORÇAGE ET ÉVOLUTION DES MICROFISSURES À LA TEMPÉRATURE AMBIANTE

Les observations ont été faites sur les deux états de l'Inconel X-750, pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$  et  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$ . A la température ambiante, les répliques ont été prélevées successivement

- au pic de durcissement c'est-à-dire avant 150 cycles,
- à  $0,1 N_i$  : nombre de cycles correspondant au 1/10 du nombre de cycle à l'amorçage,
- puis régulièrement tous les  $0,1 N_i$  jusqu'à  $0,5 N_i$ .

Les résultats sont présentés sur les figures III.35 à III.38. Chaque figure comporte plusieurs courbes. La courbe en ligne épaisse montre le nombre total moyen de microfissures par  $\text{mm}^2$ , obtenu sur une surface de  $5 \text{ mm}^2$  ; les valeurs sont à lire sur l'axe vertical se trouvant à droite. Les autres courbes en trait continu représentent l'évolution de chaque classe de microfissures en fonction de la fraction de vie ( $N/N_i$ ). Par exemple nous pouvons lire sur la figure III.35, qu'à  $0,4 N_i$ , il y a 74 microfissures/ $\text{mm}^2$  dont 72% sont de longueur inférieure à 50  $\mu\text{m}$ , 23% ont une taille comprise entre 50 et 100  $\mu\text{m}$ , 4% entre 100 et 150  $\mu\text{m}$ , ... etc ...

Pour tous les échantillons examinés, les observations présentent trois points communs :

- au pic de durcissement, aucune microfissure n'est décelée ni dans l'alliage traité TTA ni dans l'alliage traité TTB. Les répliques ne montrent que quelques bandes de déformation.
- les premières microfissures apparaissent dans les bandes de glissement à environ 10% de la durée de vie, c'est-à-dire pendant la phase d'adoucissement.



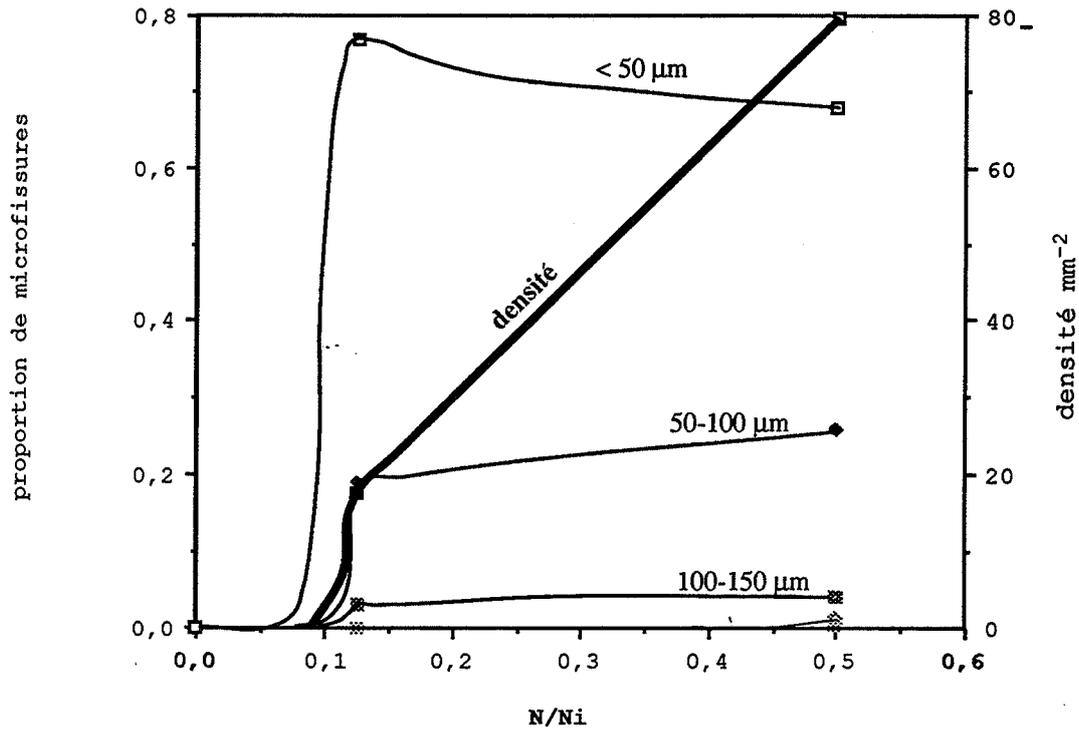


Figure III.37 : alliage traité TTA - évolution des microfissures

$$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4} - 20^\circ C$$

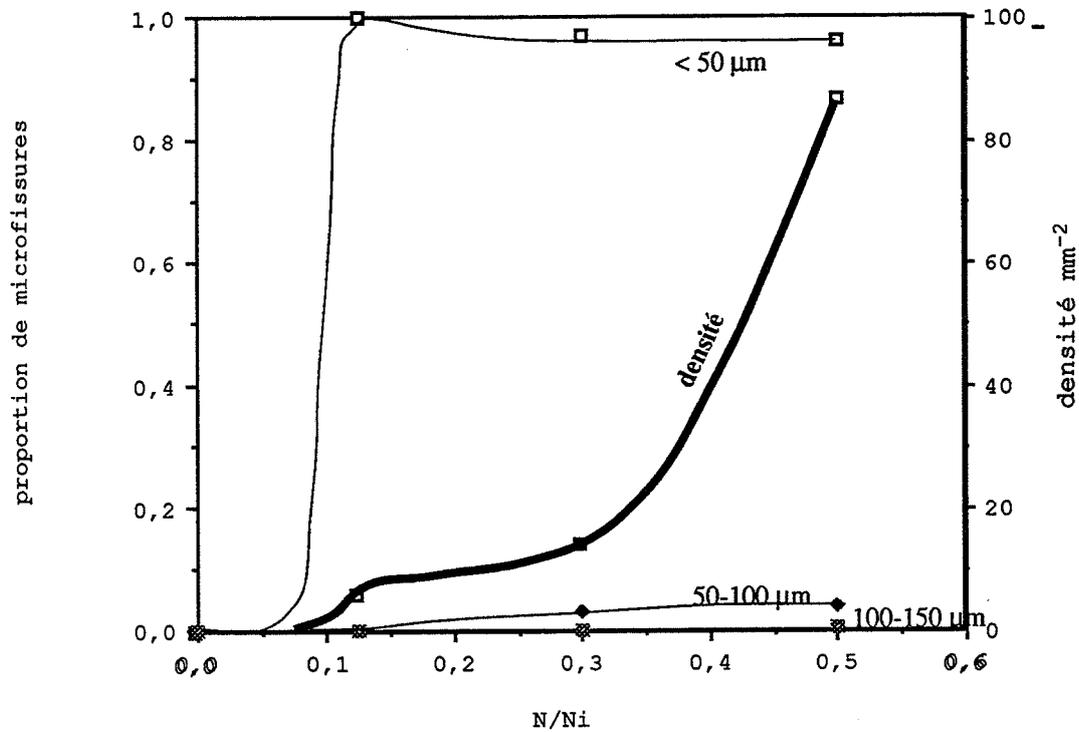


Figure III.38 : alliage traité TTB - évolution des microfissures

$$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4} - 20^\circ C$$

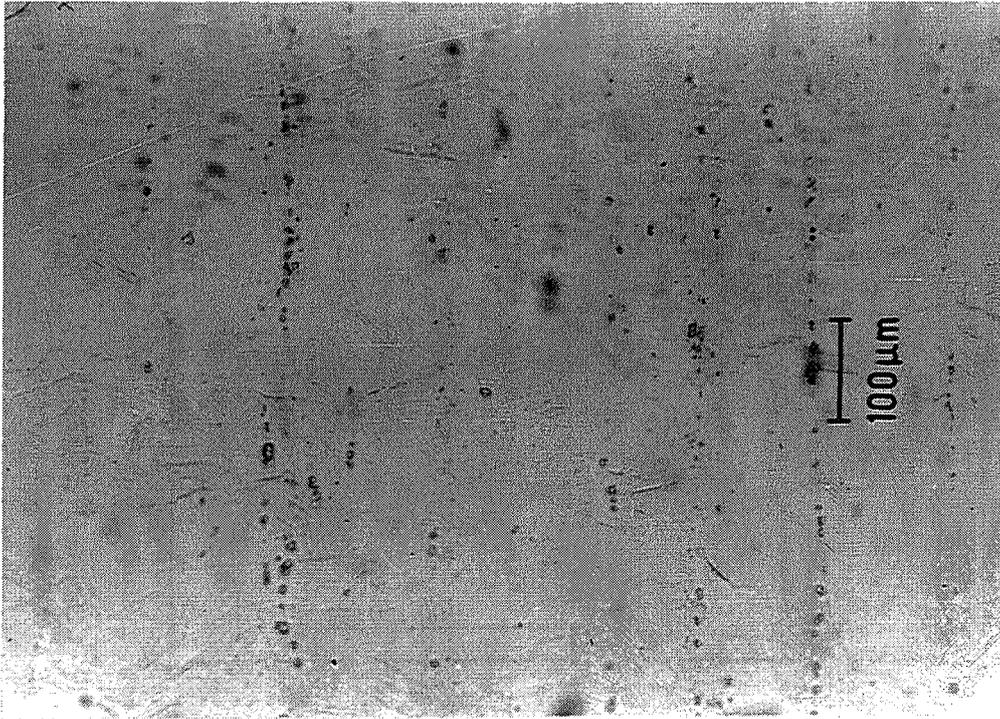


Figure III.39 : alliage traité TTA -  $\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$ , 20°C  
réplique de surface à 200 cycles

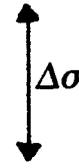


Figure III.40 : alliage traité TTB -  $\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$ , 20°C  
réplique de surface à 225 cycles

- après cette première nucléation, la densité des microfissures augmente progressivement au cours du cyclage, au moins jusqu'à la moitié de la durée de vie.

Parallèlement, la comparaison d'une part des figures III.35 et III.36, pour respectivement l'alliage traité TTA et l'alliage TTB à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$  et les figures III.37 et III.38,  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$ , d'autre part, nous montre qu' à la nucléation des microfissures ( $N/N_i = 0,1$ ), l'alliage traité TTA présente :

- un nombre total des microfissures plus important que dans l'alliage traité TTB : de l'ordre de  $20 \text{ mm}^{-2}$ , par rapport à  $5 \text{ mm}^{-2}$

- l'existence des microfissures de taille supérieure à  $50 \mu\text{m}$  alors que dans l'alliage traité TTB les microfissures ont toutes des tailles inférieures à  $50 \mu\text{m}$ . Ceci peut être visualisé sur les figures III.39 et III.40.

Dans l'alliage traité TTA (figure III.35 et III.37), à  $0,5 N_i$  le nombre de microfissures tend à augmenter quand la déformation augmente mais la valeur moyenne atteinte est de  $80/\text{mm}^2$  environ dont plus de 60% sont de taille inférieure à  $50 \mu\text{m}$  (61% à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$  et 68% à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$ ) ; la plus grande microfissure mesure  $400-450 \mu\text{m}$  de longueur, équivalente à 3 ou 4 gros grains. La forme des courbes d'évolution de chaque classe de microfissures montre que la croissance, rapportée en fraction de vie, est légèrement plus rapide à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$  qu'à  $4 \times 10^{-4}$ . Il est à noter que dans le 316L, par exemple (RAMADE, 1990), le nombre total des microfissures augmentent également avec la déformation et la valeur moyenne à  $0,5 N_i$  est de l'ordre de  $60/\text{mm}^2$ .

Pour l'alliage traité TTB, les figures III.36 et III.38 montrent que les microfissures se multiplient rapidement à partir de  $0,3 N_i$  se traduisant par un changement de pente de la courbe de densité (ligne épaisse). Le changement de pente sur la courbe de densité est très marqué à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$  comme s'il y a eu une deuxième germination très importante de microfissures après  $0,3 N_i$  : plus de 90% des fissures à  $0,5 N_i$  pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$  ont des tailles inférieures à  $50 \mu\text{m}$ , c'est-à-dire de la taille d'un grain.

Pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$  et à  $0,5 N_i$ , le nombre total des microfissures est de  $87/\text{mm}^2$  dont 96% ont des longueurs inférieures à  $50 \mu\text{m}$  ; les plus grandes fissures mesurent  $100-150 \mu\text{m}$  (nous en avons trouvé 2 sur  $5 \text{ mm}^2$ ) correspondant à 3 ou 4 grains.

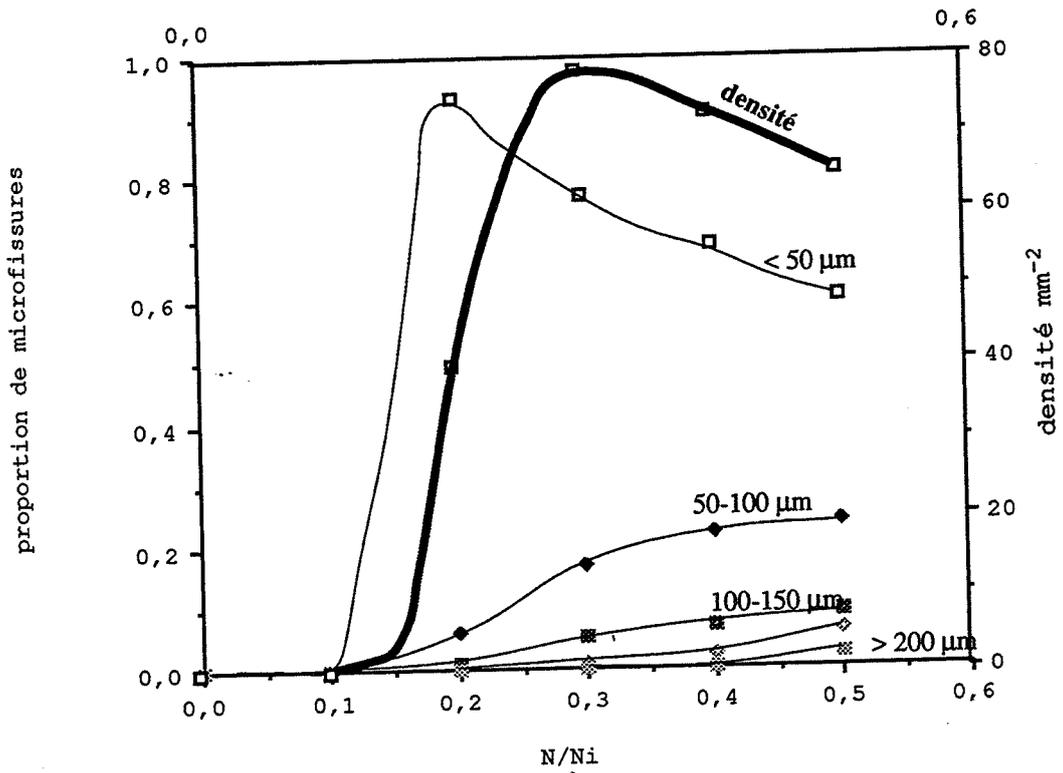


Figure III.41 : alliage traité TTA - évolution des microfissures

$$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 10^{-3} - 300^\circ\text{C}$$

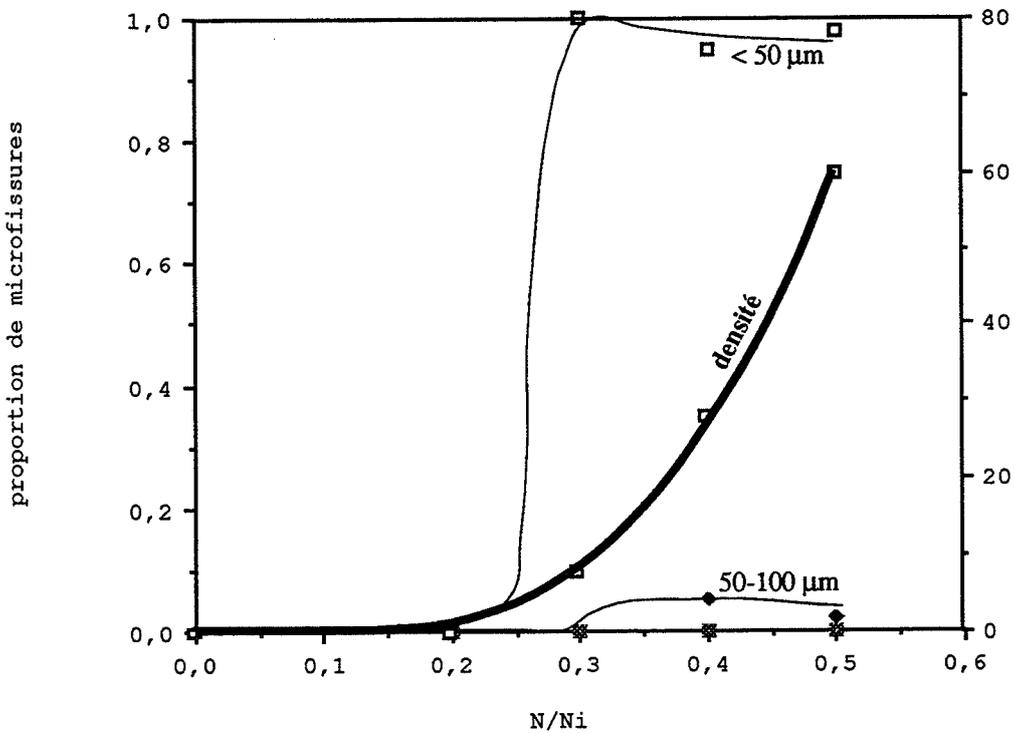


Figure III.42 : alliage traité TTb - évolution des microfissures

$$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 10^{-3} - 300^\circ\text{C}$$

Pour  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$ , le nombre total des microfissures à 0,5  $N_i$  est de 39/mm<sup>2</sup> seulement mais la proportion des fissures de longueur supérieure à 50  $\mu\text{m}$  est plus importante ; sur 5mm<sup>2</sup> nous avons compté 7 microfissures de taille supérieure à 100  $\mu\text{m}$ .

D'autre part, la comparaison des figures III.36 et III.38 (alliage traité TTB) sur l'évolution de la fraction des microfissures de taille inférieure à 50  $\mu\text{m}$ , montre que la croissance de cette classe de microfissures est plus vite à  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$  qu'à  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$ .

Ainsi, pour l'alliage traité TTB, jusqu'à 0,5  $N_i$ , le nombre de microfissures diminue quand l'amplitude de déformation augmente. Ce comportement semble anormal comparé à celui de l'alliage traité TTA, ou de celui du 316L, où le nombre de microfissures augmente avec l'amplitude de déformation imposée.

En revanche, l'alliage traité TTA et l'alliage traité TTB ont un point commun sur la croissance des microfissures : la croissance est plus rapide pour les fortes amplitudes de déformation.

### III.2.2.2 - AMORÇAGE ET ÉVOLUTION DES MICROFISSURES À 300°C

Les observations à 300°C sont plus délicates qu'à la température ambiante, ce qui nous a amené à faire une comparaison entre les répliques et quelques éprouvettes observées directement au MEB. Un écart de 30% environ sur le nombre des microfissures de taille inférieure à 50  $\mu\text{m}$  a été observé : nous avons trouvé plus de microfissures par MEB sur les éprouvettes que par microscopie optique sur les répliques correspondantes.

L'étude des microfissures a été réalisée pour  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 10^{-3}$  pour l'alliage traité TTA et l'alliage traité TTB. Les répliques ont été prélevées tous les 0,1  $N_i$  jusqu'à 0,5  $N_i$ . Les résultats sont représentés sur la figure III.41 pour l'alliage traité TTA et sur la figure III.42 pour l'alliage traité TTB.

En fraction de vie, l'amorçage des microfissures à 300°C est plus tardif qu'à la température ambiante : entre 0,1 et 0,2  $N_i$  dans l'alliage traité TTA, et entre 0,2 et 0,3  $N_i$  dans l'alliage traité TTB.

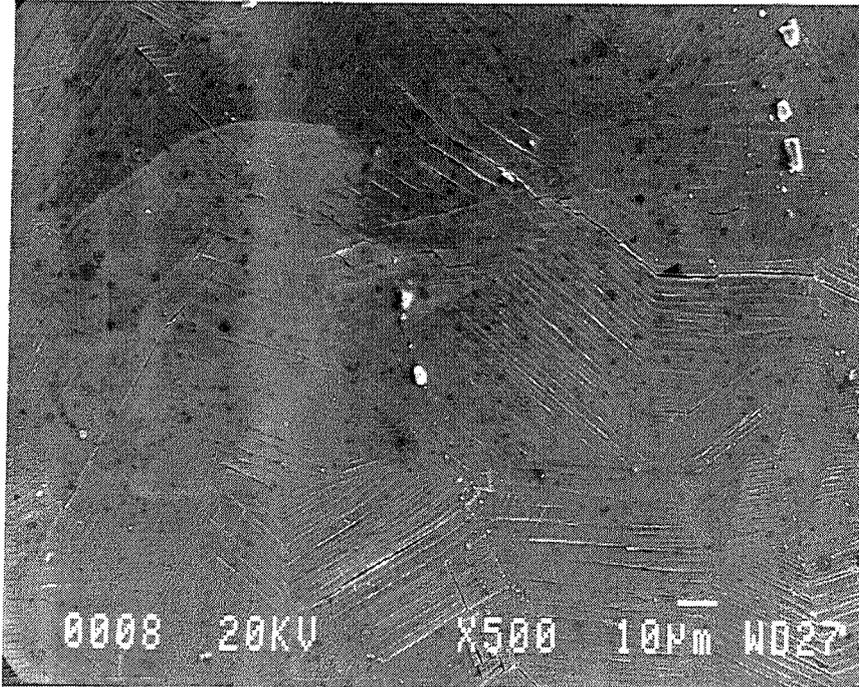


Figure III.43 : état TTA -  $\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$ , 0,5 Ni  
microfissures transgranulaires à 300°C

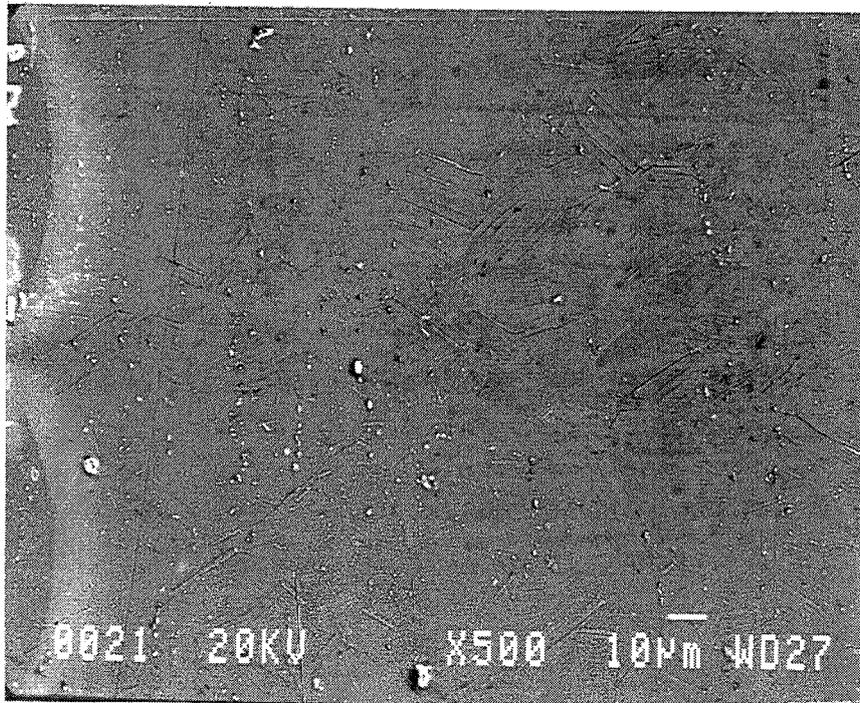


Figure III.44 : état TTB -  $\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$ , 0,5 Ni  
microfissures transgranulaires à 300°C

Pour chaque matériau, le nombre initial de microfissures est comparable à celui obtenu pour la même fraction de vie à la température ambiante. Pour l'alliage traité TTA, à  $0,2 N_i$ , nous avons trouvé 40 microfissures /  $\text{mm}^2$  aussi bien à  $20^\circ\text{C}$  qu'à  $300^\circ\text{C}$ . De la même manière, pour l'alliage traité TTB, le nombre de microfissures à  $0,3 N_i$  est le même à la température ambiante et à  $300^\circ\text{C}$  : 8 microfissures/ $\text{mm}^2$ .

L'amorçage des microfissures est majoritairement transgranulaire (à l'intérieur des bandes de glissement ) comme le montrent les figures III.43 et III.44 .

Quant à l'évolution des microfissures jusqu'à  $0,5 N_i$ , nous avons noté que :

- dans l'alliage traité TTB, la densité totale croît avec le nombre de cycles et atteint à  $0,5 N_i$  une valeur de 60 microfissures/ $\text{mm}^2$ . Les fissures ont toutes des longueurs inférieures ou égales à  $100 \mu\text{m}$ . A  $300^\circ\text{C}$ , il n'y a pas un changement de pente de la courbe de densité des microfissures mais la nucléation coïncide avec le changement de pente observé à  $20^\circ\text{C}$  pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$ , c'est-à-dire à  $0,3 N_i$ .

- pour l'alliage traité TTA, la densité atteinte à  $0,5 N_i$  est de  $65 / \text{mm}^2$  après avoir passé par un maximum de  $78 / \text{mm}^2$  autour de  $0,3 N_i$ . D'autre part, à  $300^\circ\text{C}$ , des fissures de longueur environ  $300 \mu\text{m}$  existent déjà ( figure III.43 ). Cette diminution du nombre total des microfissures indique que les microfissures interagissent et croissent par micro-coalescence.

### III.2.2.3 - RÉSUMÉ

Le tableau III.9 résume les principaux résultats tirés des études des répliques.

Nous pouvons en déduire que :

- en terme de fraction de vie, l'alliage traité TTA, à la température ambiante, a le même comportement de fissuration qu'un alliage monophasé comme par exemple le 316L (RAMADE, 1990) ou le Cu (MENDEZ et VIOLAN,1991). C'est-à-dire que les premières microfissures apparaissent vers  $0,1 N_i$  dans les bandes de déformation, et qu'elles sont d'autant plus nombreuses que la déformation imposée est grande. A  $300^\circ\text{C}$ , les microfissures apparaissent plus tard, par rapport à  $20^\circ\text{C}$ , mais croissent plus rapidement par microcoalescence, expliquant par exemple la réduction de la durée de vie quand la température augmente.

déformation	alliage traité TTA	alliage traité TTB
$\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$ à 20°C	<u>amorçage</u> : 0,1 N <sub>i</sub> - transgranulaire 20 microfissures / mm <sup>2</sup>  <u>0,2 N<sub>i</sub></u> : 38 microfissures / mm <sup>2</sup>  <u>0,5 N<sub>i</sub></u> : 92 microfissures / mm <sup>2</sup> l <sub>max</sub> = 400-450µm	<u>amorçage</u> : 0,1 N <sub>i</sub> - transgranulaire 4 microfissures / mm <sup>2</sup>  <u>0,3 N<sub>i</sub></u> : 12 microfissures / mm <sup>2</sup>  <u>0,5 N<sub>i</sub></u> : 40 microfissures / mm <sup>2</sup> l <sub>max</sub> ≥ 100µm
$\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$ à 20°C	<u>amorçage</u> : 0,1 N <sub>i</sub> - transgranulaire 16 microfissures / mm <sup>2</sup>  <u>0,2 N<sub>i</sub></u> : 32 microfissures / mm <sup>2</sup>  <u>0,5 N<sub>i</sub></u> : 80 microfissures / mm <sup>2</sup> l <sub>max</sub> = 400-450µm	<u>amorçage</u> : 0,1 N <sub>i</sub> - transgranulaire 6 microfissures / mm <sup>2</sup>  <u>0,3 N<sub>i</sub></u> : 14 microfissures / mm <sup>2</sup>  <u>0,5 N<sub>i</sub></u> : 86 microfissures / mm <sup>2</sup> l <sub>max</sub> = 100-150µm
$\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 10^{-3}$ à 300°C	<u>amorçage</u> : 0,2 N <sub>i</sub> - transgranulaire 40 microfissures / mm <sup>2</sup>  <u>0,5 N<sub>i</sub></u> : 65 microfissures / mm <sup>2</sup> l <sub>max</sub> = 400-450µm	<u>amorçage</u> : 0,3 N <sub>i</sub> - transgranulaire 8 microfissures / mm <sup>2</sup>  <u>0,5 N<sub>i</sub></u> : 78 microfissures / mm <sup>2</sup> l <sub>max</sub> ≤ 100µm

**Tableau III.9** : microfissuration de l'Inconel X-750

- l'alliage traité TTB présente un caractère tout à fait différent de l'alliage traité TTA. A la température ambiante, bien que les premières microfissures apparaissent vers  $0,1 N_i$ , leur nombre diminue quand la déformation augmente ; une deuxième nucléation des microfissures semble avoir lieu à environ  $0,3 N_i$  pour  $\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$ . A  $300^\circ\text{C}$ , la nucléation des microfissures se produit à  $0,3 N_i$  seulement. Jusqu'à  $0,5 N_i$ , la croissance des microfissures est plus lente qu'à la température ambiante.

- pour la même fraction de vie, les fissures dans l'alliage traité TTA sont plus grande que celles se trouvant dans l'alliage traité TTB : ce fait apporte une première explication sur les durées de vie plus courtes de l'alliage traité TTA par rapport à celles de l'alliage traité TTB.



### III.2.3 : EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE DE DEFORMATION (étude en MET)

Nous avons vu précédemment que sous sollicitation cyclique à  $\Delta\varepsilon_p$  imposé, l'alliage à l'état TTA et l'alliage à l'état TTb ont la même évolution de contrainte alors qu'au niveau de la surface, les microfissures évoluent différemment conduisant à une meilleure tenue à la fatigue de l'alliage traité TTb.

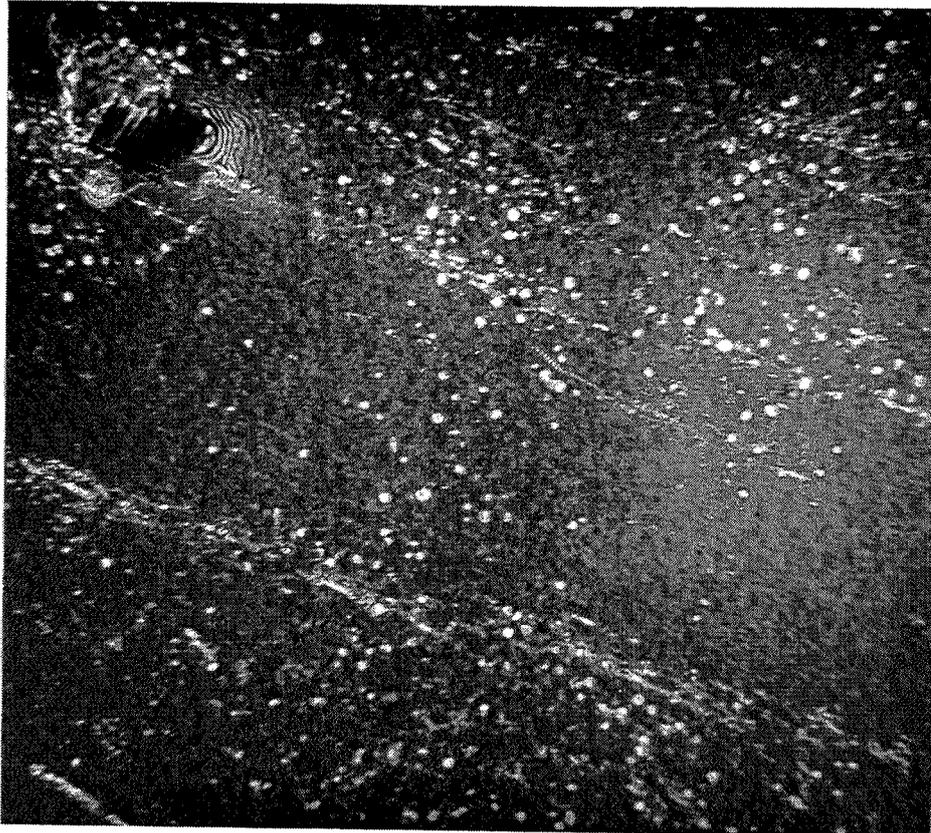
Ainsi, pour une meilleure compréhension des comportements macroscopiques, les microstructures de déformation ont été examinées à différents stades de l'endommagement, c'est-à-dire pendant la phase de durcissement initial, en début de la période d'adoucissement, et enfin à  $0,5 N_i$  et/ou à rupture.

Compte tenu des résultats mécaniques à la température ambiante (même évolution de la contrainte et même mécanisme d'amorçage des microfissures pour différentes valeurs de  $\Delta\varepsilon_p$ ), les observations ont été effectuées

- après 20 cycles pour  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 10^{-3}$  : phase de durcissement initial,
- puis après 300 cycles pour également  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 10^{-3}$  : début d'adoucissement
- et environ après 3500 cycles à  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 10^{-3}$  :  $0,5 N_i$ .
- et enfin à  $0,5 N_i$  et/ou à la rupture pour les deux autres amplitudes de déformation

Pour mieux comparer les comportements à  $20^\circ\text{C}$  et à  $300^\circ\text{C}$ , les observations des microstructures de déformation à  $300^\circ\text{C}$  ont été faites dans les mêmes états d'endommagement qu'à  $20^\circ\text{C}$  :

- pour  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 10^{-3}$  deux types d'observations ont été faites dans le stade de durcissement initial (après 20 et 300 cycles). Ensuite, les échantillons ont été observés en début d'adoucissement, c'est-à-dire à  $0,5 N_i$
- et à la rupture pour  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$  et  $4 \times 10^{-4}$ .

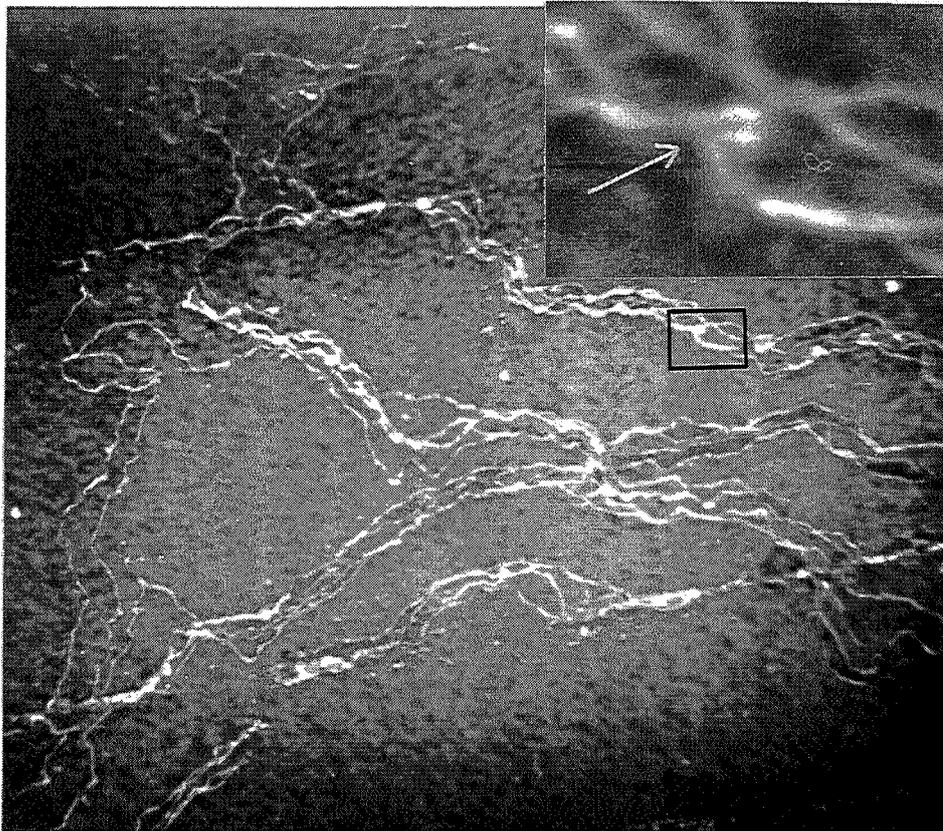


$\bar{1}11$   
axe de zone <101>

trace des plans (111)

Figure III.45 : état TTA -  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}$ , 20 cycles  
petites boucles de dislocations

0.2  $\mu\text{m}$



$20\bar{2}$   
axe de zone <111>

Figure III.46 : état TTA -  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}$ , 20 cycles  
dissociation locales des dislocations - formation d'une boucle de dislocation

### III.2.3.1 - ALLIAGE TRAITÉ TTA (PRÉCIPITATION FINE ET UNIFORME DE $\gamma'$ )

Dans l'ensemble, les microstructures de déformation développées à la température ambiante et à 300°C sont identiques pour le même taux de déformation, malgré les différences à l'échelle macroscopique ; par la suite les résultats pour les deux températures seront donc présentés ensemble .

En début de cyclage (20 cycles à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}$ ), les grains ne sont pas tous au même état de déformation : certains grains ne présentent aucun signe de déformation plastique, alors que d'autres renferment déjà une densité de dislocations assez importante. Autrement dit, les mécanismes et les microstructures de déformation rencontrés peuvent varier d'un grain à un autre, ce qui nécessite l'observation de plusieurs lames minces pour en tirer la tendance générale.

La figure III.45 montre une structure typique des dislocations pendant la phase de durcissement initial. Nous constatons une tendance à des alignements des dislocations (sans que la structure en bandes observée en traction monotone soit formée) ainsi que de nombreuses petites boucles de dislocation de la même taille que les précipités  $\gamma'$ , pouvant présenter des systèmes de franges. L'observation de ces petites boucles de la figure III.45 en stéréoscopie électronique avec une réflexion  $\langle 111 \rangle$  montre qu'elles sont réparties sur différents plans.

D'autre part, la figure III.46 montre des dislocations dans leur plan de glissement : on peut remarquer qu'elles sont souvent par paire (typique des alliages à précipités ordonnés cisailables) et peuvent se dissocier localement. Sur la même figure, des petites boucles fautées sont également présentes ainsi que le début de formation d'une boucle à partir d'un segment parfait (le vecteur  $b$  a été déterminé par la méthode classique de deux extinctions) indiquée par la flèche.

A première vue, la formation des boucles parfaites, distantes de  $L_s$  environ, autour des précipité de diamètre moyen 15 nm semble impossible car nécessite l'application d'une contrainte

$$\sigma = 2,5 \Delta\tau + 220 \text{ MPa}$$

avec 
$$\Delta\tau = \frac{0,4}{\pi (1-\nu)^{1/2}} \frac{Gb}{(L_s - 2r_s)} \ln \frac{2r_s}{b}$$

$\sigma \approx 1700 \text{ MPa}$  , alors que les amplitudes de contraintes atteintes à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}$  sont inférieures à 900 MPa. Mais l'observation de plusieurs lames a confirmé que les petites boucles glissiles parfaites, moins fréquentes que les petites boucles fautées néanmoins, existent

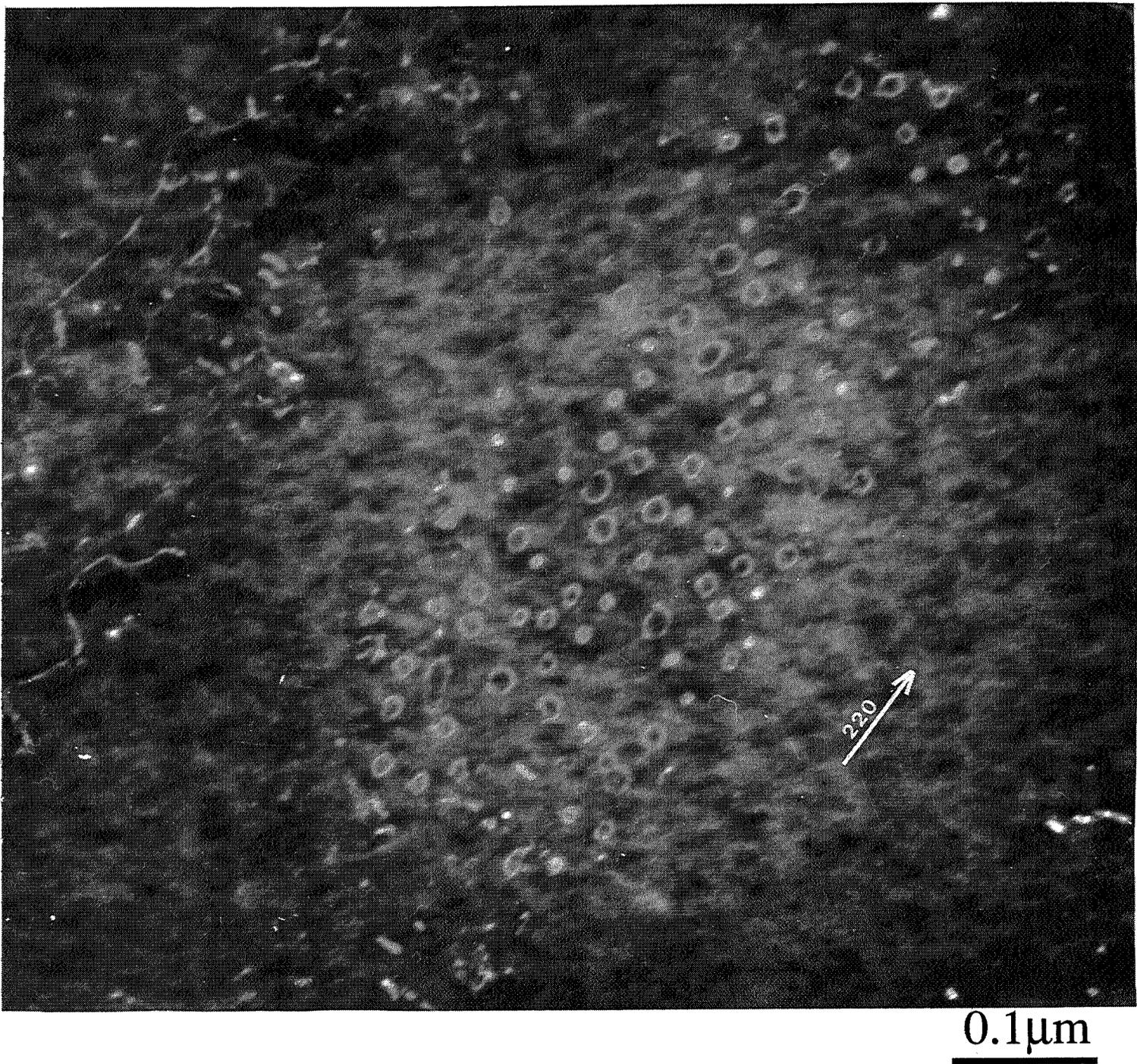
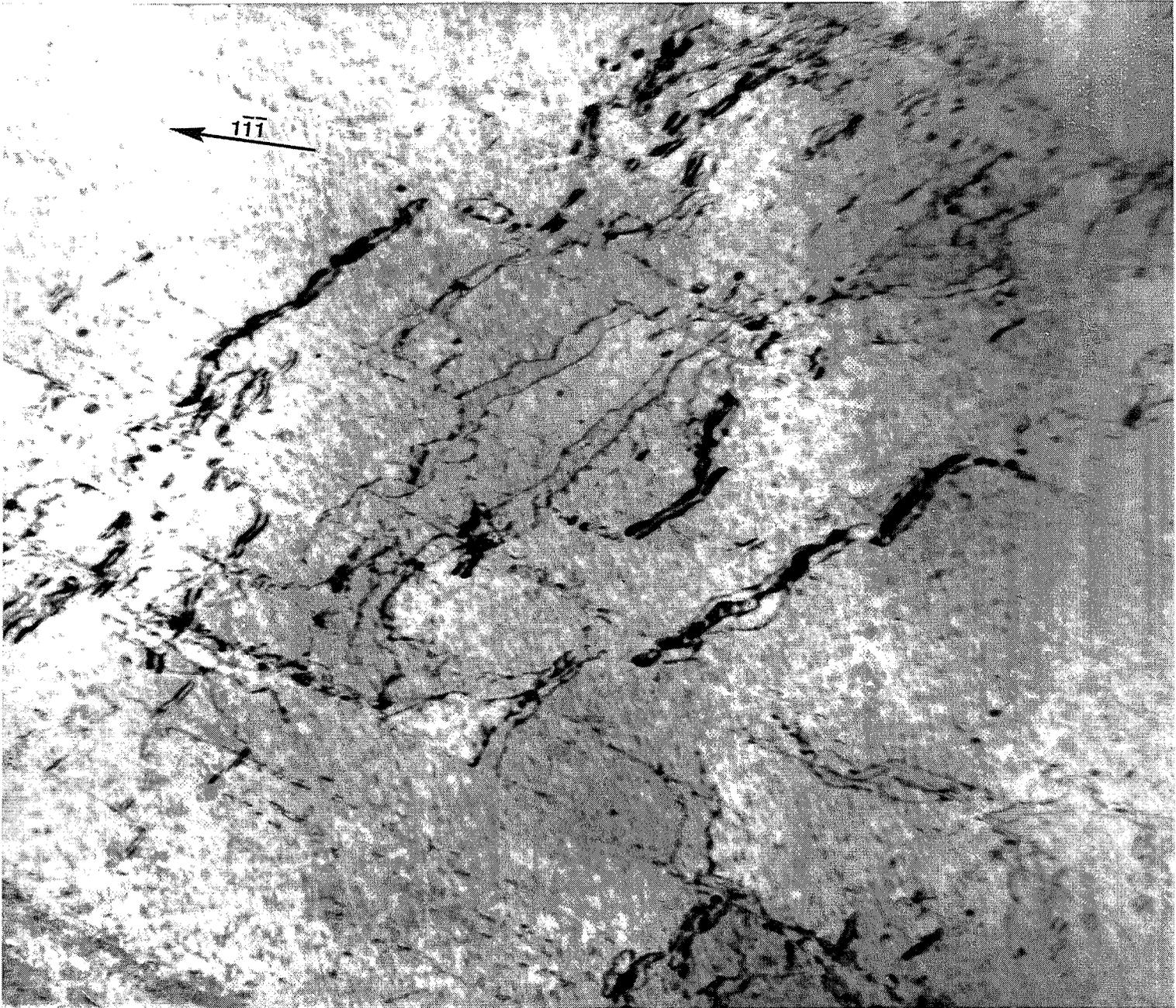


Figure III.47 : alliage traité TTA -  $\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 10^{-3}$ , 20 cycles  
petites boucles de dislocation parfaite



0.16μm

Figure III.48 : alliage traité TTA -  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}$ , 300 cycles  
paires de dislocations

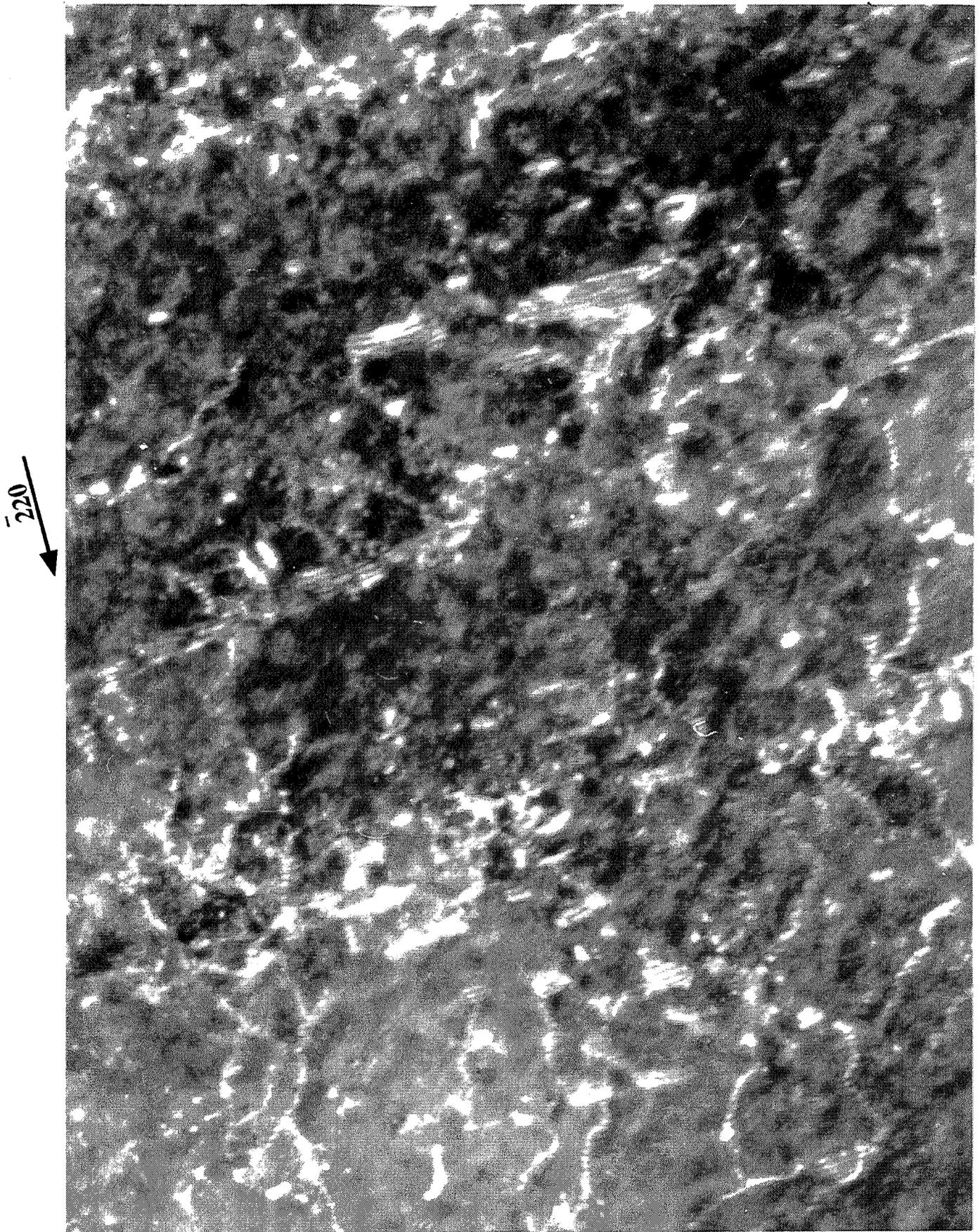


Figure III.49 : alliage traité TTA -  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}$ , 300 cycles  
défaut d'empilement (axe de zone  $\langle 001 \rangle$ )

bien en fatigue plastique ; elles peuvent être isolées ou regroupées comme le montre la figure III.47.

Ainsi, le durcissement initial (20 cycles à 20°C et à 300°C) peut être attribué à la multiplication des dislocations par :

- formation des superdislocations  $\langle 110 \rangle$  liées au cisaillement des précipités
- formation de boucles de dislocations ( même diamètre que les précipités  $\gamma$  ) qui sont de deux types : d'une part , les boucles fautées issues d'un cisaillement suivi d'un contournement des précipités  $\gamma$  par des dislocations partielles, et d'autre part les boucles parfaites qui sont caractéristiques de la fatigue.

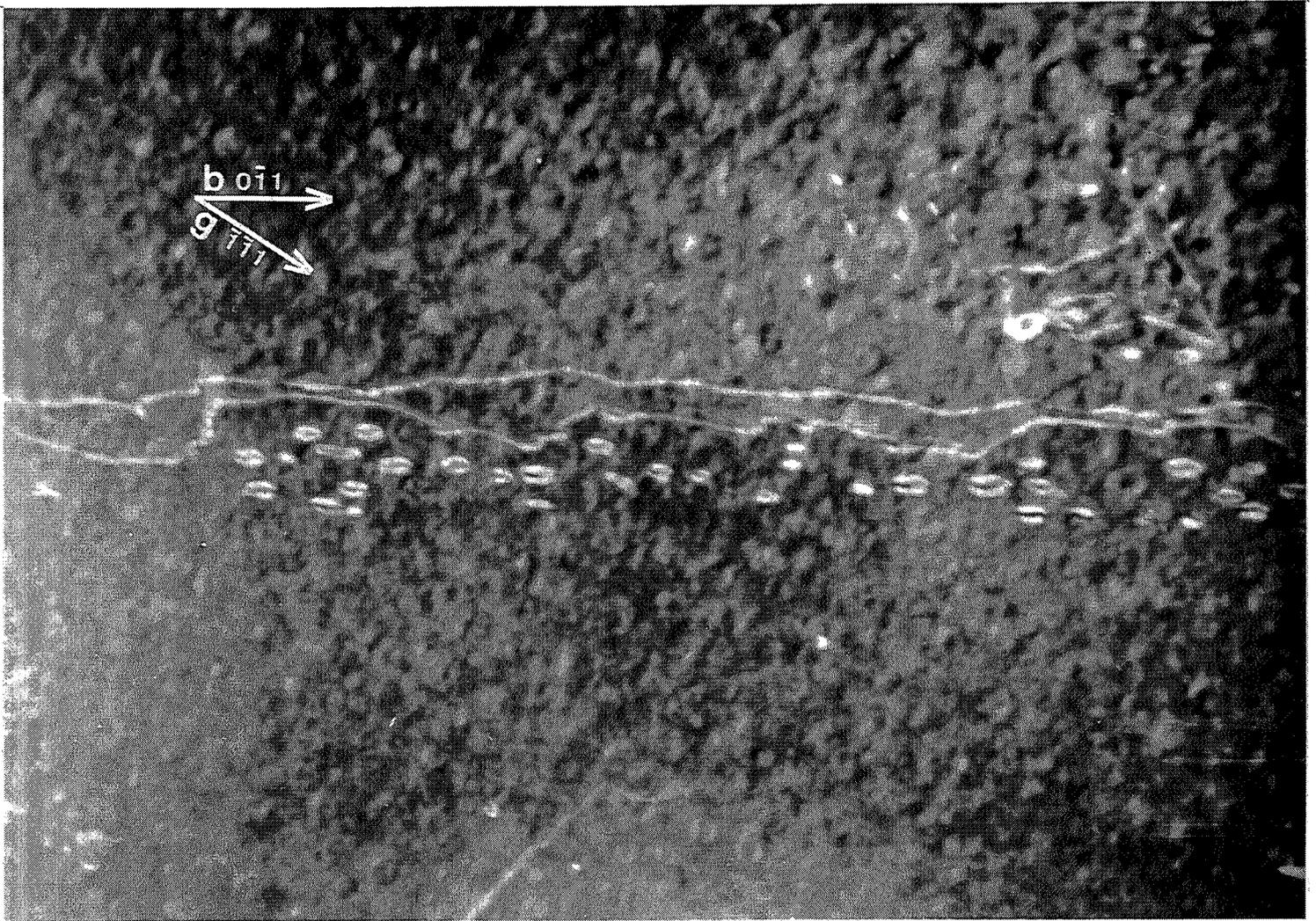
Après 300 cycles (déformation cumulée de 1,2), la structure en bande est formée dans la plupart des grains déformés plastiquement. La densité de dislocations devient plus importante qu'après 20 cycles. Entre les bandes ou à l'intérieur des bandes, quand elles sont encore laches, les mêmes types de défauts qu'après 20 cycles sont observés :

- le défaut d'ordre crée par le cisaillement des précipités  $\gamma$  et témoigné par la présence des paires de dislocations (figure III.48)
- les défauts d'empilement dans les précipités, montrés par les petites boucles fautées, (figure III.49) et dans la matrice (défaut étendu) indiqués par les systèmes de franges pour toutes réflexions  $\langle 002 \rangle$  et pour quelques réflexions  $\langle 111 \rangle$  (voir annexe)
- les boucles glissiles parfaites de même taille que les fins précipités  $\gamma$  (figure III.50) dont la formation est encore difficile à expliquer.

La comparaison des microstructures de déformation à 20 cycles et à 300 cycles montre effectivement que la phase de durcissement initial correspond à la phase de formation des bandes de glissement où les dislocations seront confinées.

A demi-durée de vie et à la rupture, quelle que soit l'amplitude de déformation, une structure en bandes très intenses est observée. Cependant, le nombre de systèmes de glissement activés dans un grain, un ou deux, peut varier selon l'amplitude de déformation imposée.

A  $\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$  (figures III.51) la majorité des grains est déformée plastiquement et présente fréquemment 2 systèmes de glissement activés. Les espaces entre les bandes sont assez riches en dislocations, enchevêtrées entre elles.

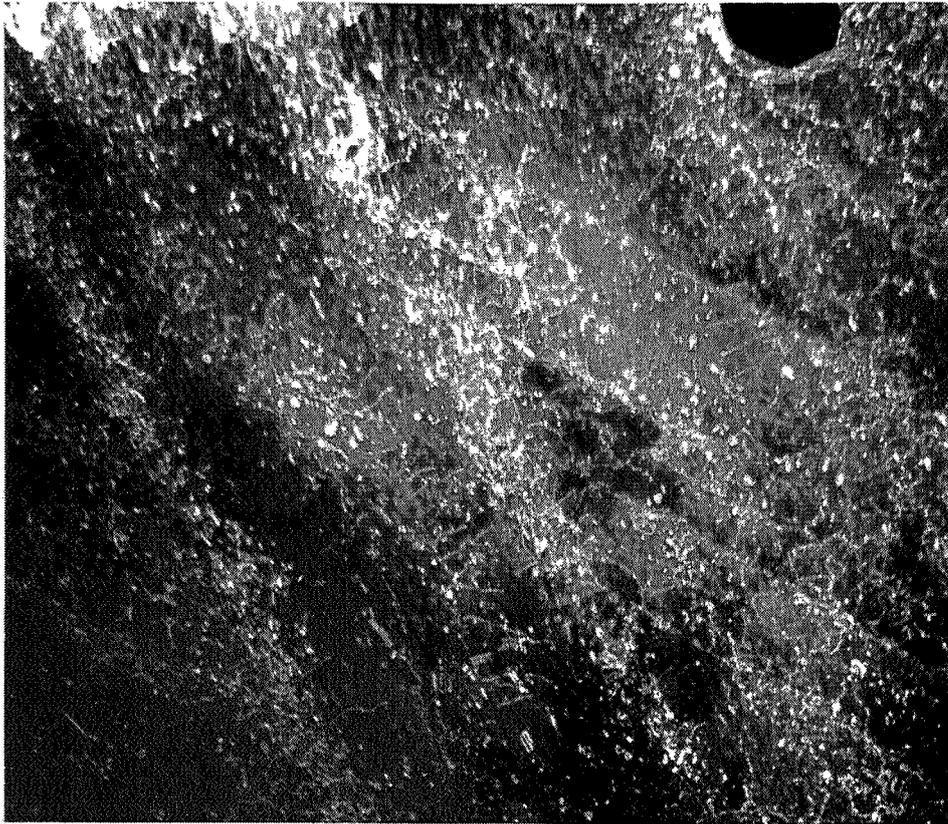


0.1μm

**Figure III.50** :alliage traité TTA

$$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 10^{-3} - 300 \text{ cycles}$$

boucles et paires de dislocations

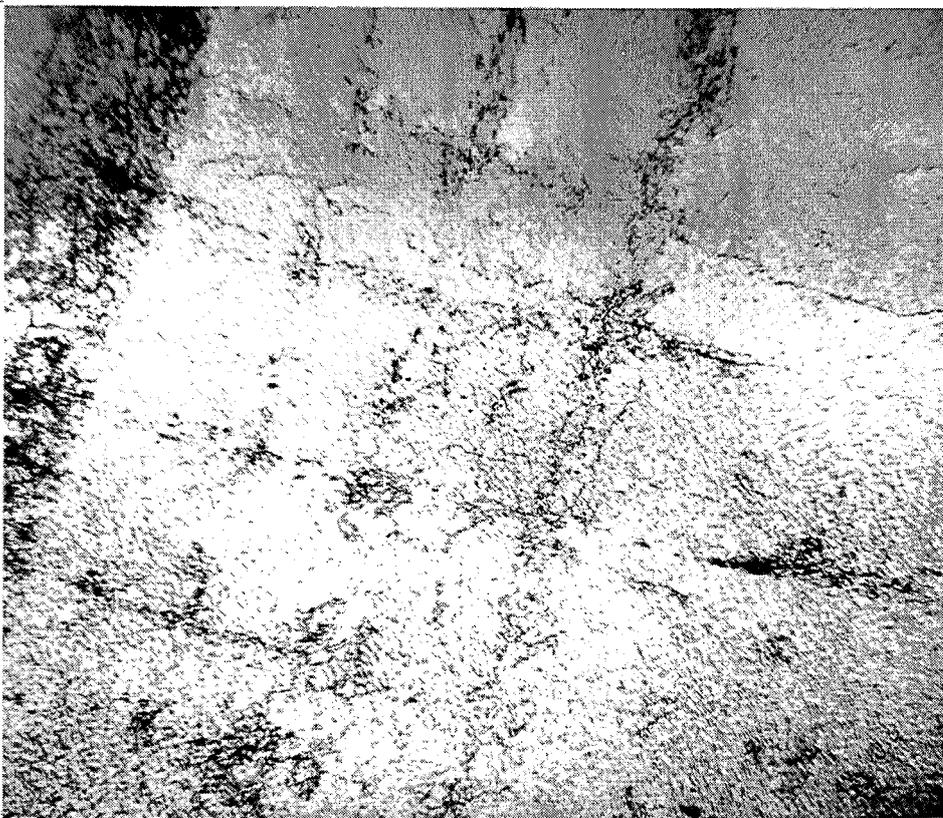


$\bar{002}$  →  
axe de zone <110>

0.2μm

Figure III.51 : état TTA - 2 systèmes de glissement activés

$$\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3} \text{ - à la rupture}$$



↙ 200  
axe de zone <001>

1μm

Figure III.52 : état TTA - structure en bandes avec 2 systèmes de glissement activés

$$\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3} \text{ - à la rupture}$$

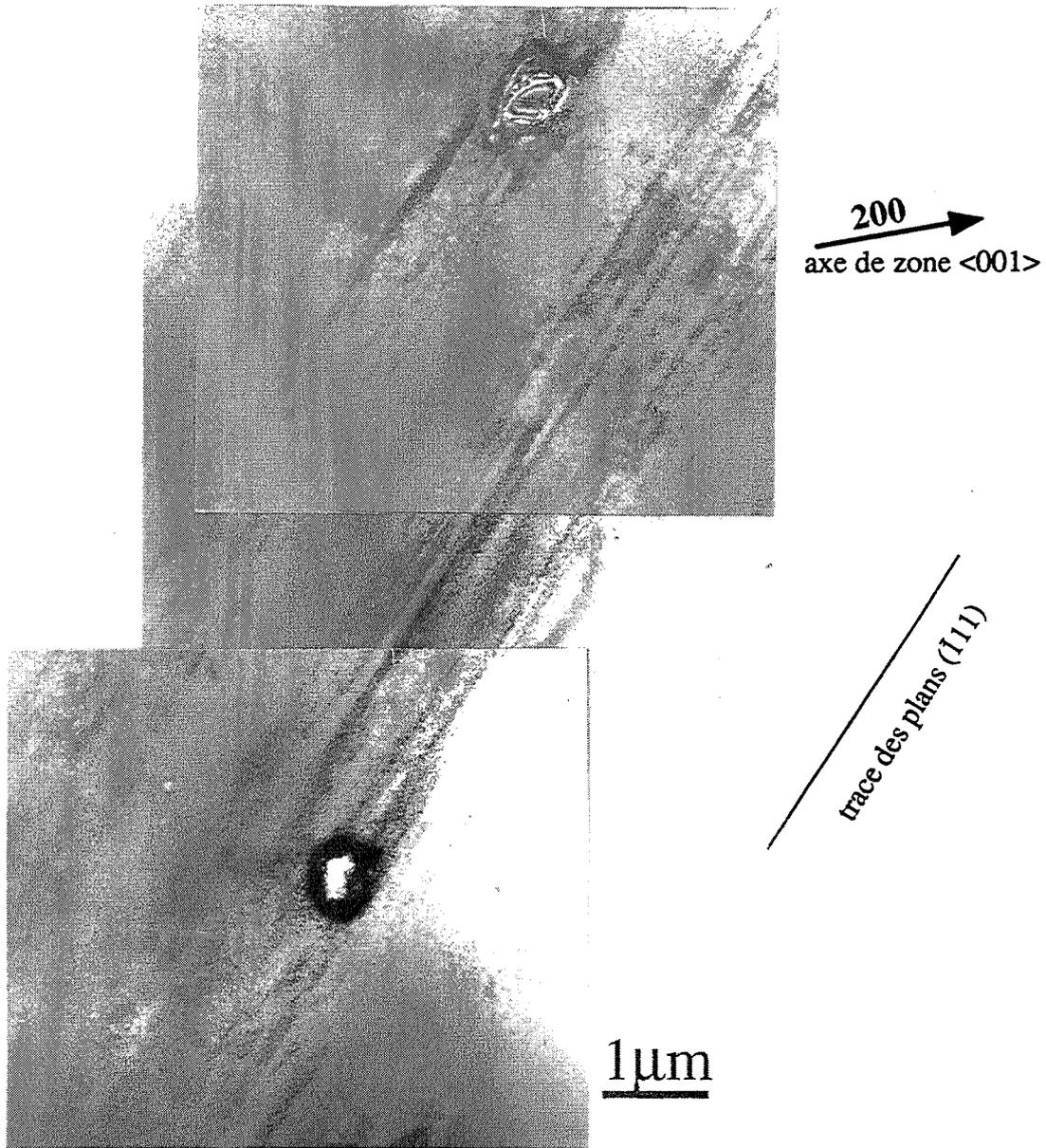


Figure III.53 : alliage traité TTA

$$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4} - 0,5 N_i - 20^\circ \text{C}$$

structure en bandes

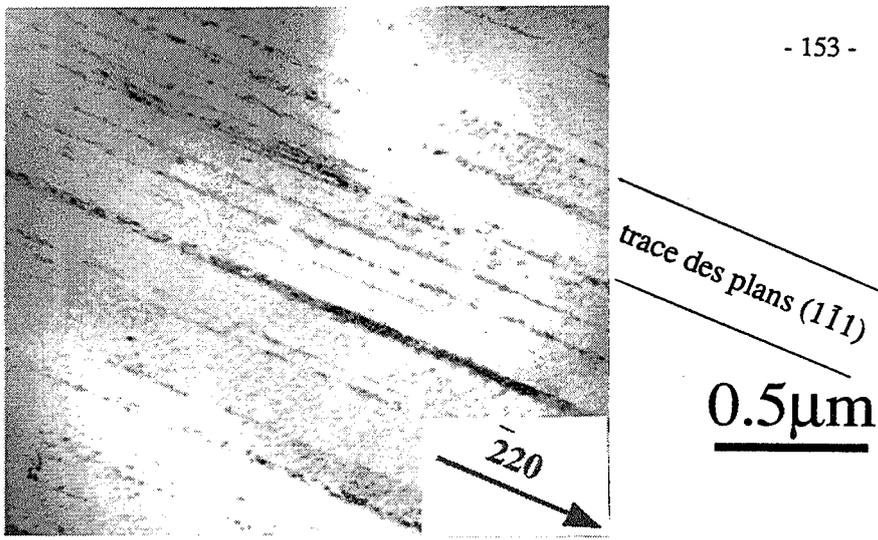


Figure III.54 : état TTA

$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4} - 300^\circ\text{C} - 0,5 \text{ Ni}$   
structure en bandes

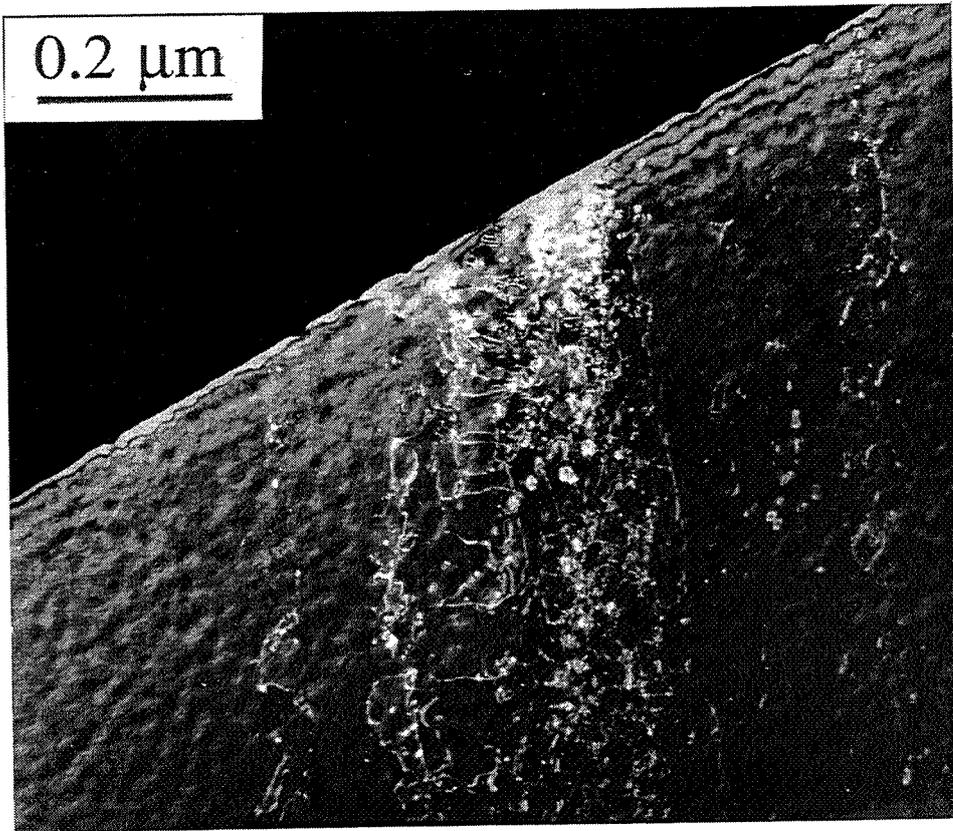


Figure III.55 : état TTA

$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4} - 0,5 \text{ Ni}$   
dislocations à l'intérieur des bandes:

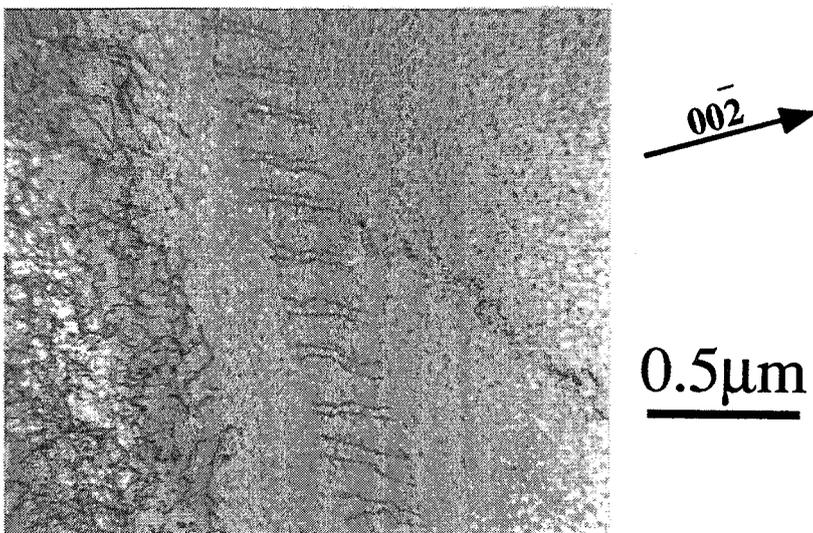
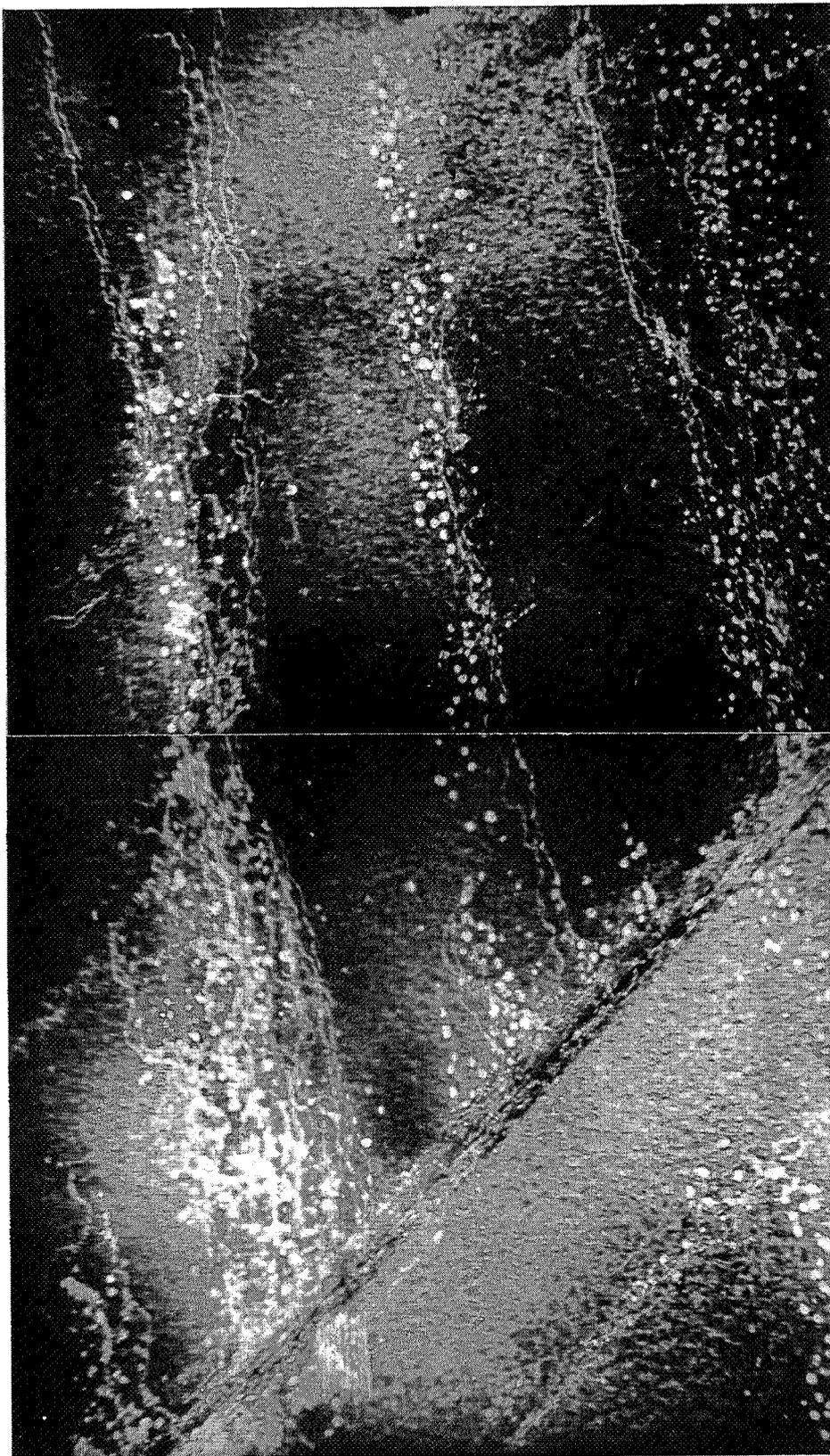


Figure III.56 : état TTA

$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4} - 0,5 \text{ Ni}$   
empilement des paires de dislocations



$111$   
axe de zone  $\langle 110 \rangle$

trace des plans  $(111)$

0.2  $\mu\text{m}$

Figure III.57 : alliage traité TTA

$$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4} \text{ - à la rupture}$$

boucles fautées près des grandes dislocations

A  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}$  (figure III.52), souvent les petits grains ne présentent aucun signe de déformation plastique tandis que les gros grains ont 1 ou 2 systèmes de glissement activés.

A  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$ , un seul système est activé dans les rare grains déformés qui sont essentiellement les gros grains (figures III.53 et III.54). Les espaces interbandes sont pauvres en dislocations et même à l'intérieur de certaines bandes, les dislocations peuvent être encore distinguées individuellement (figure III.55), ce qui n'est pas le cas des échantillons testés à plus forte amplitude de déformation. A l'intérieur des bandes (figure III.55) nous pouvons noter la présence de débris de dislocations, d'enchevêtrement de dislocations, de boucles fautées et rarement les boucles parfaites et les paires de dislocations. Entre les bandes intenses, des empilements de paires de dislocations parfaites ( figure III.56 ) ainsi que des petites boucles de dislocation ( partielles et/ou parfaites ) de la taille des précipités  $\gamma'$  peuvent être observées. Des grandes dislocations, souvent par paire, sont également rencontrées près des petites boucles fautées dans les espaces interbandes ( figure III.57 ).

En d'autres termes, ces observations à coeur de l'éprouvette indiquent que le nombre de bandes de déformation augmente quand l'amplitude de déformation augmente. Ceci nous permet d'expliquer le fait que le taux de durcissement cyclique est d'autant plus important que l'amplitude de déformation imposée est grande car le durcissement traduit l'interaction des dislocations.

D'autre part, la contrainte à demi-durée de vie chute rapidement pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$  par rapport aux deux autres amplitudes (courbe d'érouissage cyclique de la figure III.30) car la microstructure de déformation à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$  est très différente des deux autres.

Parallèlement, le nombre de microfissures à la nucléation, c'est-à-dire pendant la période d'adoucissement, dans l'alliage traité TTA croît quand la déformation augmente : ceci est cohérent avec l'augmentation du nombre de bandes de glissement avec la déformation car nous avons vu que les microfissures s'amorcent dans les bandes de glissement.

### III.2.3.2 - ALLIAGE TRAITÉ TTB (2 POPULATIONS DE PRÉCIPITÉS $\gamma'$ )

La microstructure de déformation obtenue en fin de cyclage, à 0,5  $N_i$  ou à la rupture, de l'alliage traité TTB est également une structure en bandes. Au contraire de l'alliage traité TTA, les grains déformés présentent rarement plus d'un seul système de glissement activé, les espaces interbandes sont plus ou moins riches en dislocations selon l'amplitude de déformation plastique et la température.

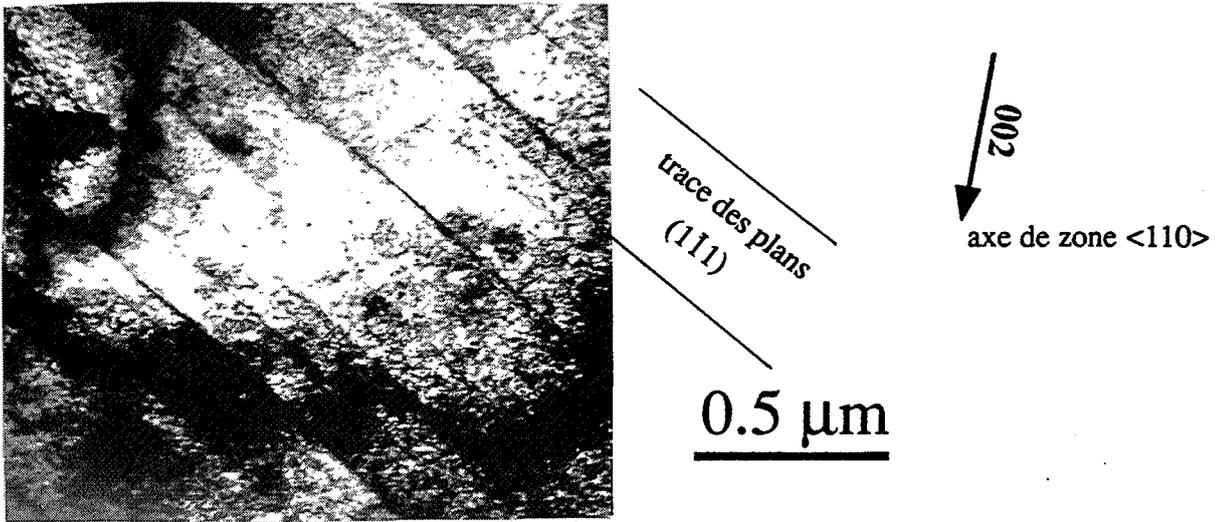


Figure III.58 : alliage traité TTB

$\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$  - à la rupture - 20°C  
structures en bandes

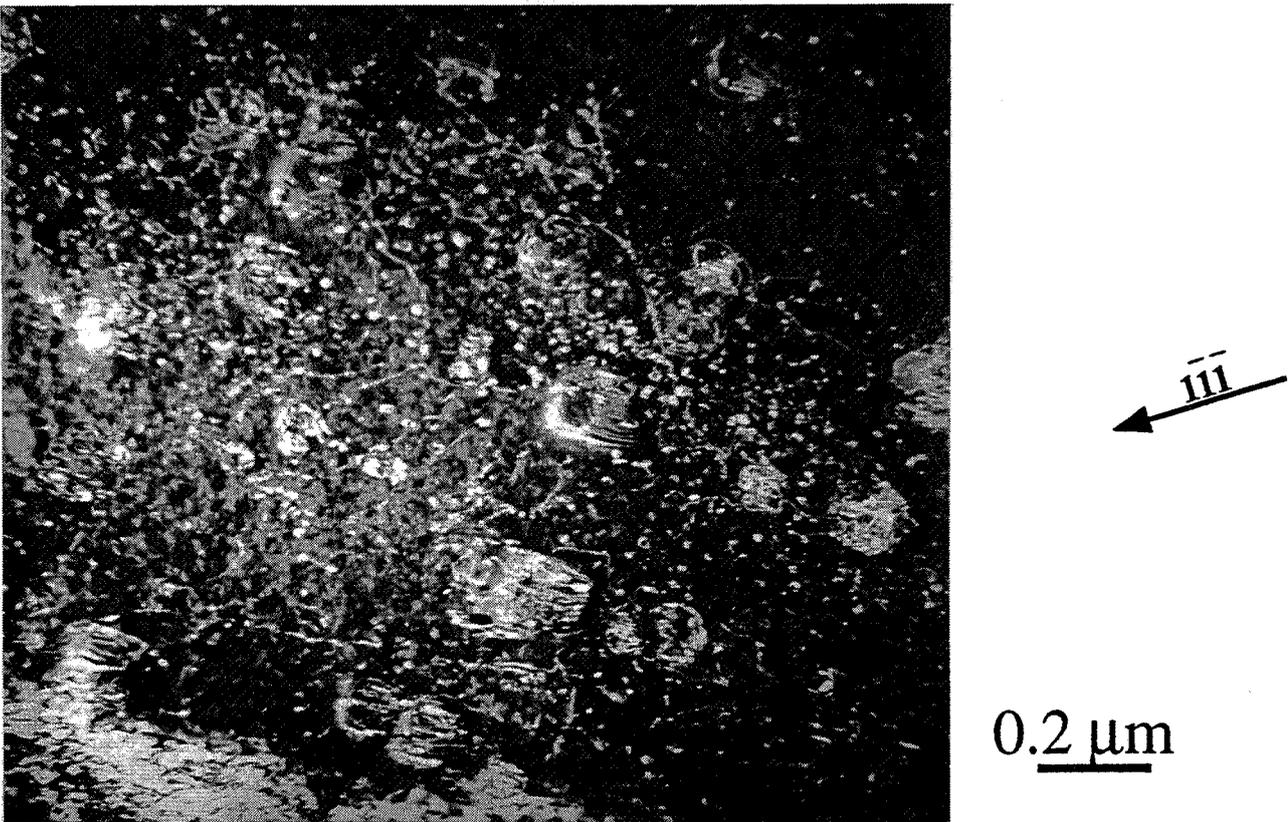


Figure III.59 : alliage traité TTB

$\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}$  - à la rupture - 20°C  
zones interbandes riches en dislocations

Pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-3}$  à rupture ( $\sim 1400$  cycles), la densité et la repartition des dislocations dans le grain sont telles que l'identification des dislocations est extrêmement difficile (figure III.58).

Pour les plus faibles amplitudes de déformation ( $10^{-3}$  et  $4 \times 10^{-4}$ ), la densité totale de dislocations dans un grain à  $0,5 N_i$  ou à rupture tend à augmenter avec l'amplitude de déformation imposée ; parallèlement, la densité de dislocations entre les bandes augmente quand la température augmente. L'effet de la température est plus marquée à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$ .

Par exemple, les figures III.59 et III.60 représentent respectivement les microstructures de déformation obtenues à rupture pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}$  et  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$  à la température ambiante : la structure en bandes est plus définie à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$  (les dislocations restent confinées à l'intérieur des bandes (figure III.60) qu'à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}$ . D'autre part, la figure III.61 (microstructure de déformation à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$  à  $300^\circ\text{C}$  et à la rupture), montre que l'augmentation de la température a augmenté la densité de dislocations interbandes, et donc tend à homogénéiser la déformation au niveau du grain, expliquant par exemple l'apparition tardives des microfissures.

Macroscopiquement, ces observations peuvent se traduire par :

- une augmentation du taux de durcissement avec  $\Delta\epsilon_p$ , car la densité de dislocations augmente ; ceci a été effectivement observé sur les courbes d'évolution des contraintes
- des taux de durcissement plus élevés à  $300^\circ\text{C}$  qu'à la température ambiante, car les espaces interbandes se remplissent de dislocations quand la température augmente. En effet, cette augmentation des taux de durcissement avec la température a été vérifiée pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} \leq 10^{-3}$ .

Pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$  à la température ambiante, les bandes et les espaces interbandes ne sont pas assez bien séparées (par rapport aux observations à plus faibles amplitude) ; ceci explique par exemple le changement de pente de la courbe d'érouissage cyclique à  $20^\circ\text{C}$  de l'alliage traité TTB pour les fortes amplitudes de déformation (figure III.31). En revanche, à

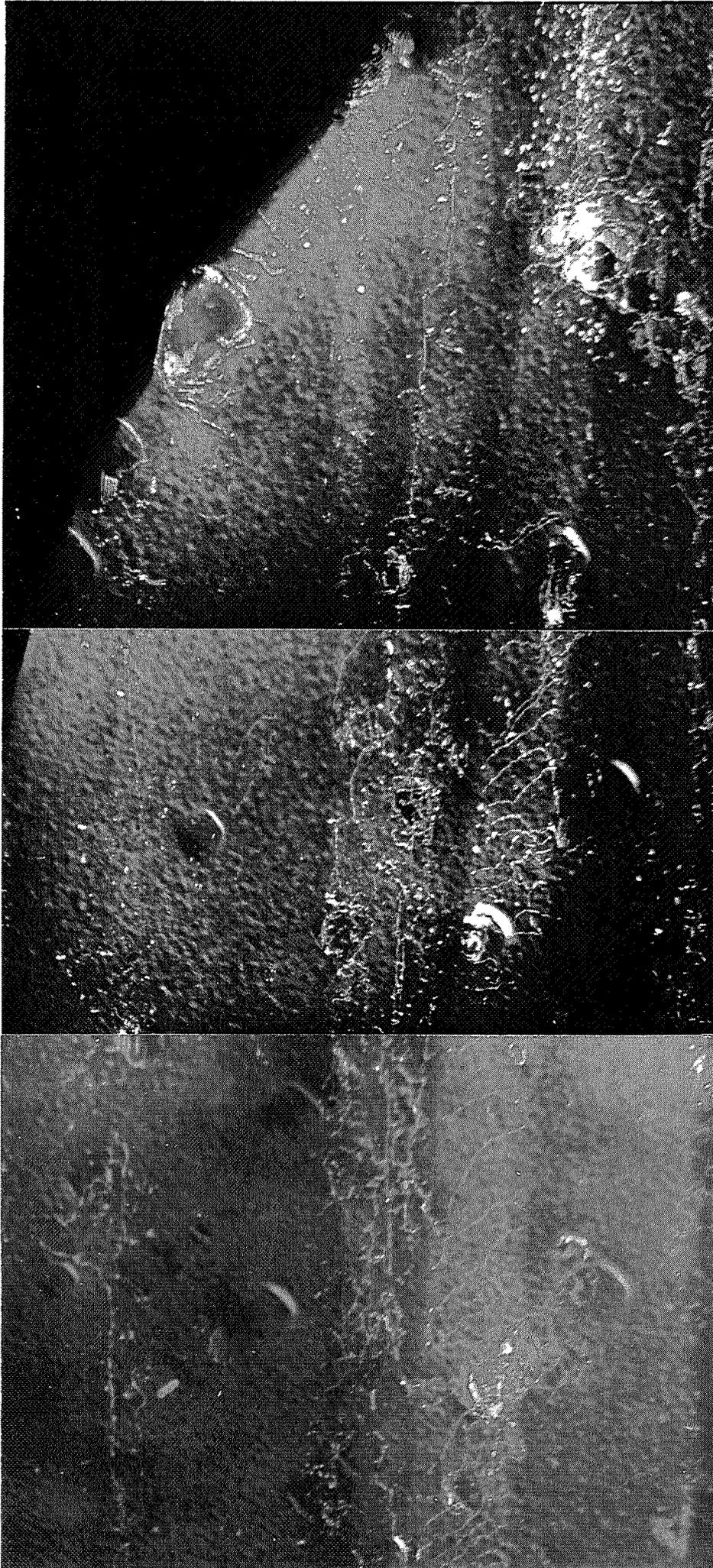


Figure III.60 : état TTB

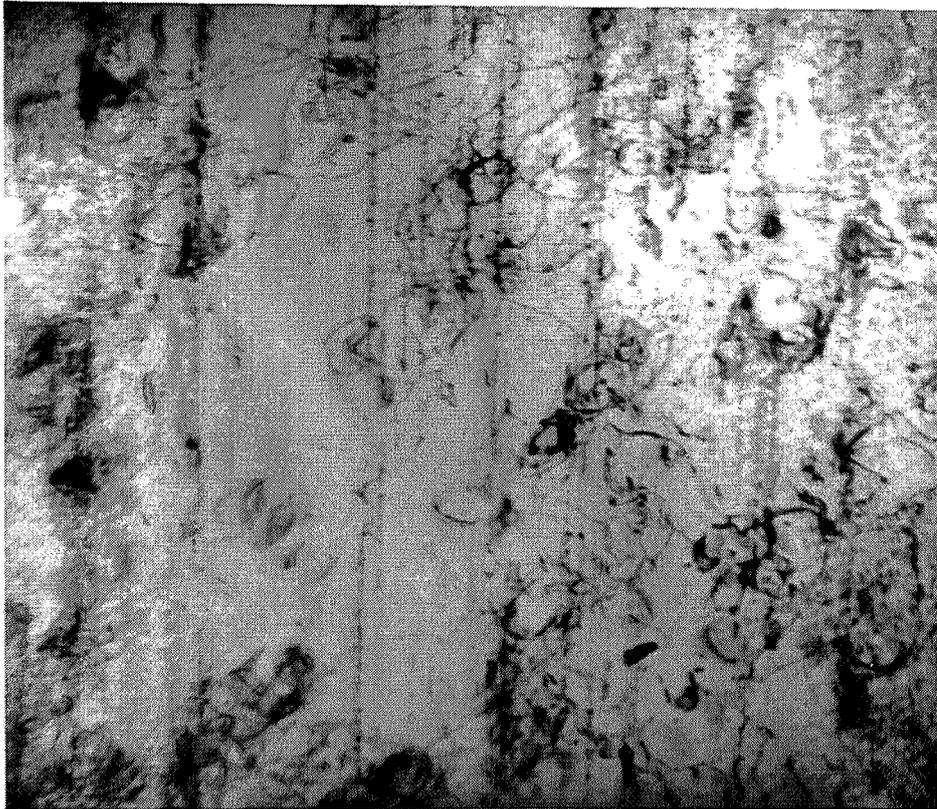
$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$  - à la rupture - 20°C

dislocations confinées à l'intérieur des bandes



axe de zone <010>

0.2  $\mu\text{m}$



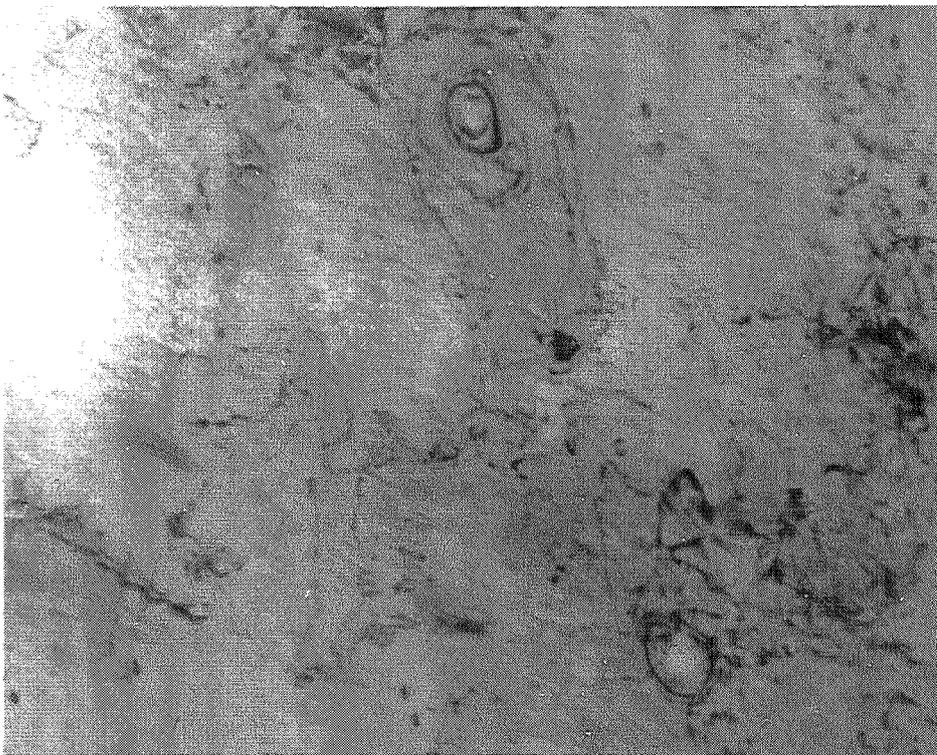
$\bar{1}\bar{1}1$   
axe de zone  $\langle 110 \rangle$

0.2  $\mu\text{m}$

Figure III.61 : alliage traité TTB

$$\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4} - 0,5 N_i - 20^\circ\text{C}$$

espaces interbandes assez riches en dislocations



$\bar{0}2\bar{0}$   
axe de zone  $\langle 001 \rangle$

0.2  $\mu\text{m}$

Figure III.62 : alliage traité TTB

$$\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4} - \text{à la rupture} - 20^\circ\text{C}$$

boucles d'Orowan autour des gros précipités  $\gamma'$

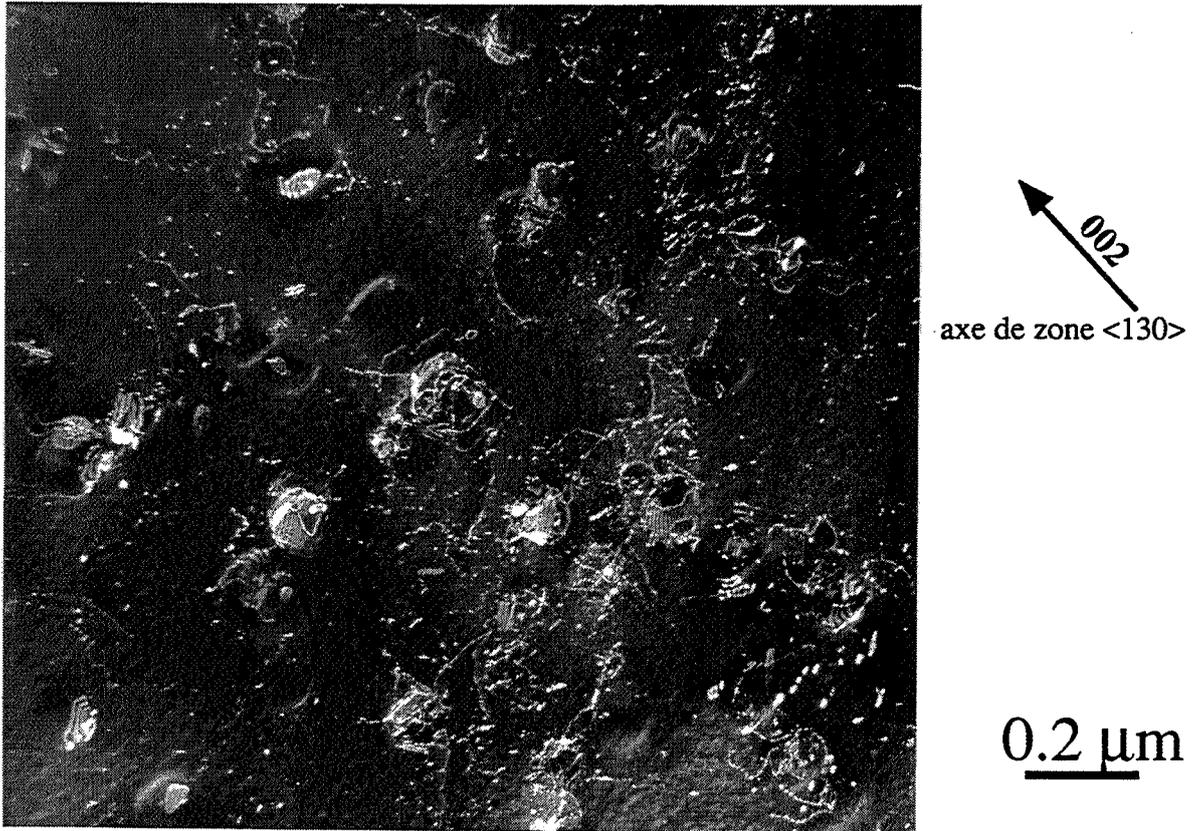


Figure III.63 : alliage traité TTB

$$\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 10^{-3} - 0,5 N_i - 20^\circ\text{C}$$

systèmes de franges sur les gros précipités  $\gamma$

300°C, les espaces interbandes se remplissent de dislocations et la variation des microstructures de déformation entre  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}$  et  $4 \times 10^{-3}$  n'est plus brusque mais progressive, si bien que la courbe d'érouissage cyclique à 300°C ne présente plus un changement de pente vers les fortes amplitudes de déformation.

A l'intérieur des bandes, quand la résolution des dislocations est encore possible, des écheveaux de dislocations peuvent être observés autour des gros précipités  $\gamma'$  ainsi que des empilements de dislocations dont quelques unes sont appariées contre les gros précipités  $\gamma'$  (figure III.60). La présence des paires de dislocations indique le cisaillement des précipités  $\gamma'$ .

Entre les bandes, plus riches en dislocations par rapport à l'alliage traité TTA, les dislocations sont assez éparées avec des boucles d'Orowan autour des gros précipités  $\gamma'$  (figure III.62), des systèmes de franges éclairés pour toute réflexion  $\langle 002 \rangle$  sur les gros précipités  $\gamma'$  (figures III.63 et III.64) et des grandes paires de dislocations (figures III.64).

La figure III.64a, en particulier montre la structure en bandes développées dans l'alliage traité TTB pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$  à rupture et à 300°C. D'une part, nous avons une bande large de 0,4  $\mu\text{m}$  environ, très riche en dislocations qui se présentent sous-forme de débris, et d'autre part, des zones moins déformées où les dislocations peuvent être identifiées individuellement.

Dans les espaces interbandes, les gros précipités  $\gamma'$  présentent des systèmes de franges, délimitées par des dislocations, et éclairées pour toutes réflexions  $\langle 002 \rangle$  et pour certaines réflexions  $\langle 111 \rangle$  en champ sombre faisceau faible. Ces systèmes de franges peuvent traverser entièrement ou partiellement les gros précipités  $\gamma'$ ; les observations en stéréoscopie ont montré que quelques systèmes de franges ne sont pas planaires expliquant par exemple la forme tortueuse des dislocations les délimitant.

Les dislocations se trouvant entre les bandes ne sont pas toutes du même type, même s'il n'y a qu'un seul système de bande de déformation. Dans le cas particulier des figures III.64, les grandes paires de dislocations parfaites, d'orientation coin, sont éclairées pour  $\vec{g} = [111]$  et éteintes pour  $\vec{g} = [\bar{1}11]$  tandis que d'autres dislocations sont éteintes pour  $\vec{g} = [111]$  et éclairées

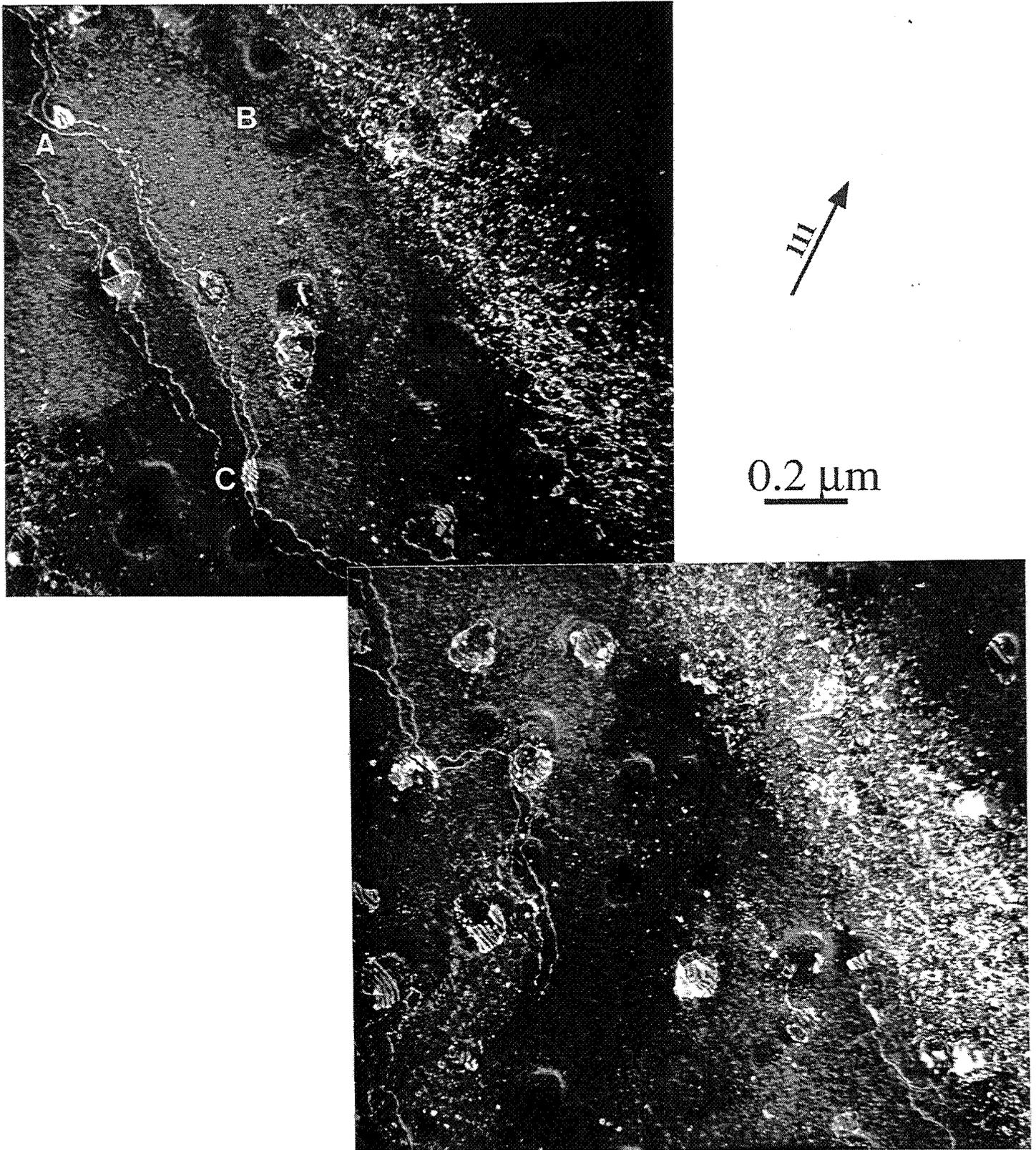


Figure III.64a : alliage traité TTB

$$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4} \text{ - à la rupture - } 300^\circ\text{C}$$

bandes très riches en dislocations

franges sur les gros précipités  $\gamma$  dans les zones moins déformées

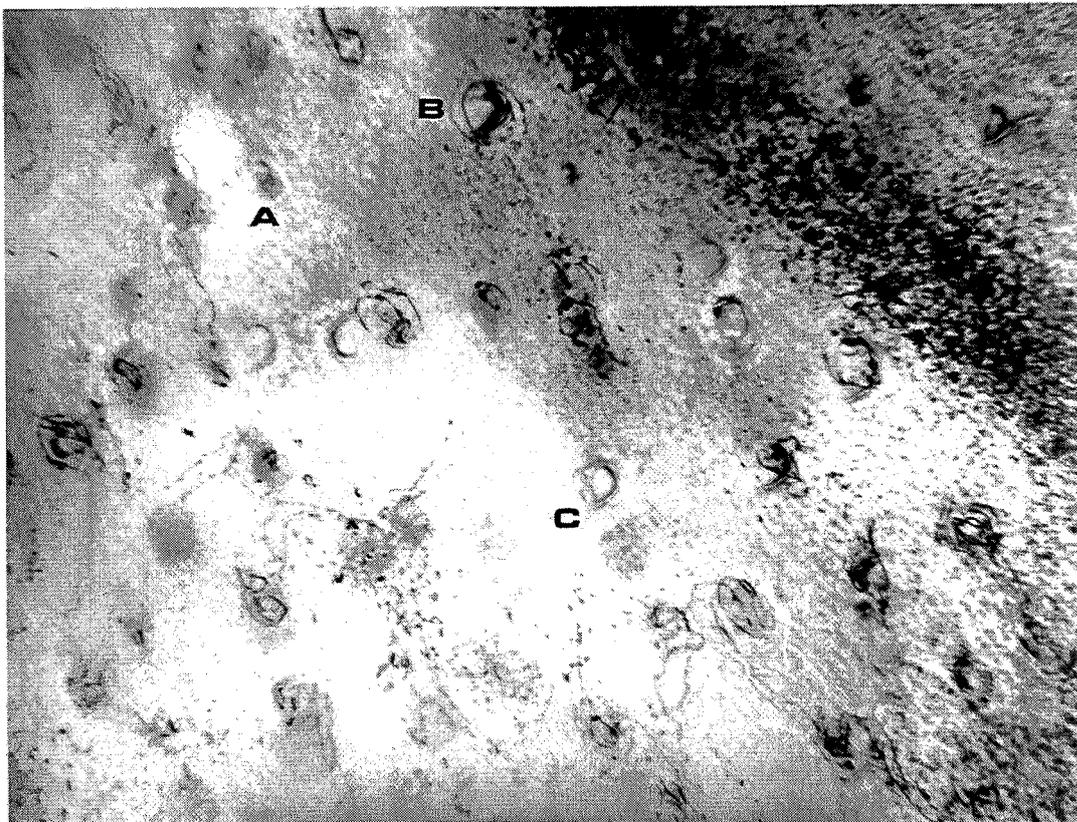
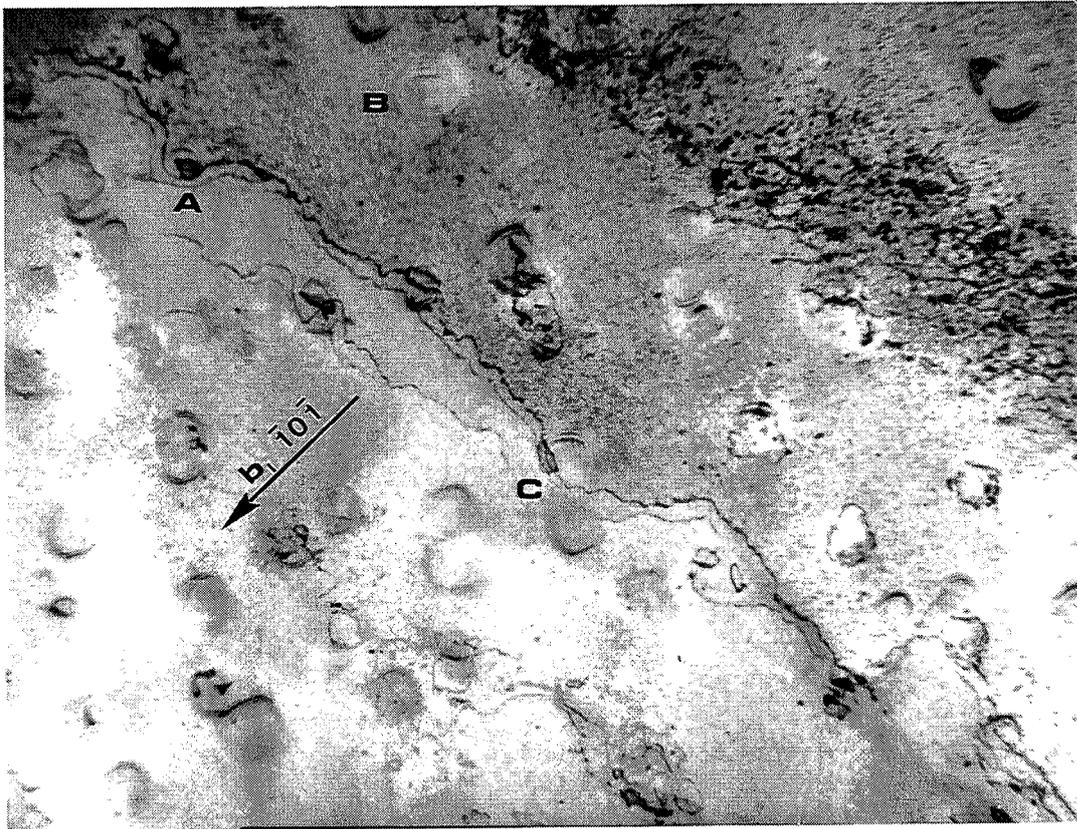
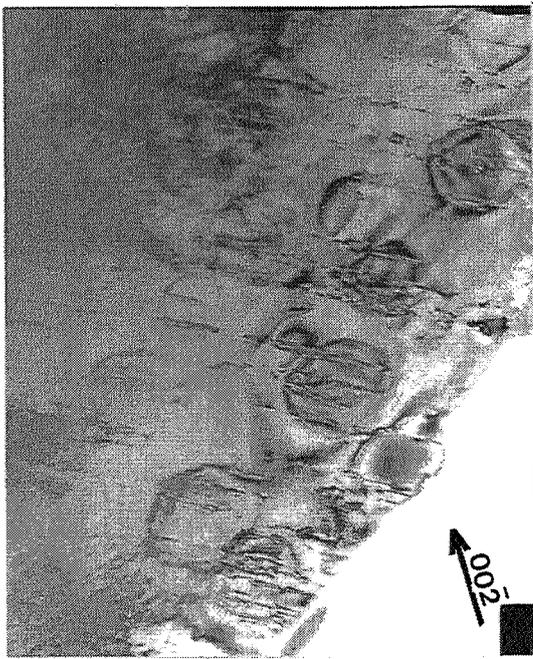


Figure III.64 : alliage traité TTB - deux types de dislocations dans le même plan de glissement

$$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4} \text{ - à la rupture - } 300^\circ\text{C}$$

a et b) - dislocation  $\vec{b}_1$  avec  $\vec{g} \cdot \vec{b}_2 = 0$

c) -  $\vec{g} \cdot \vec{b}_1 = 0$  et  $\vec{g} \cdot \vec{b}_2 \neq 0$

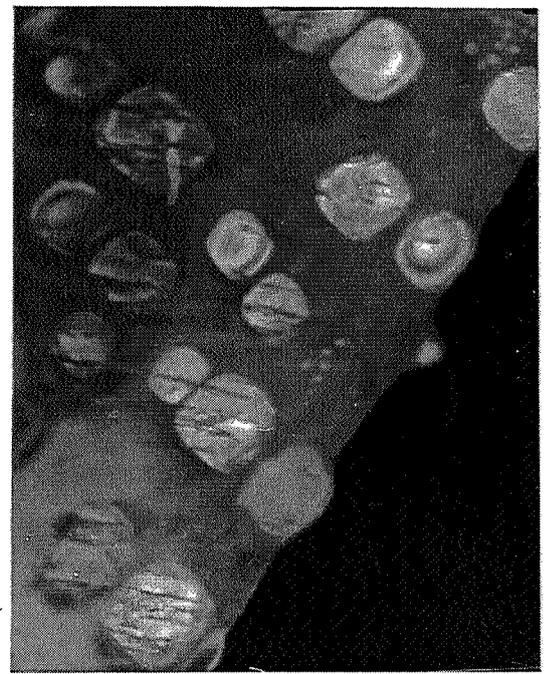


champ clair

traces des plans  
( $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ )

axe de zone  $\langle 110 \rangle$

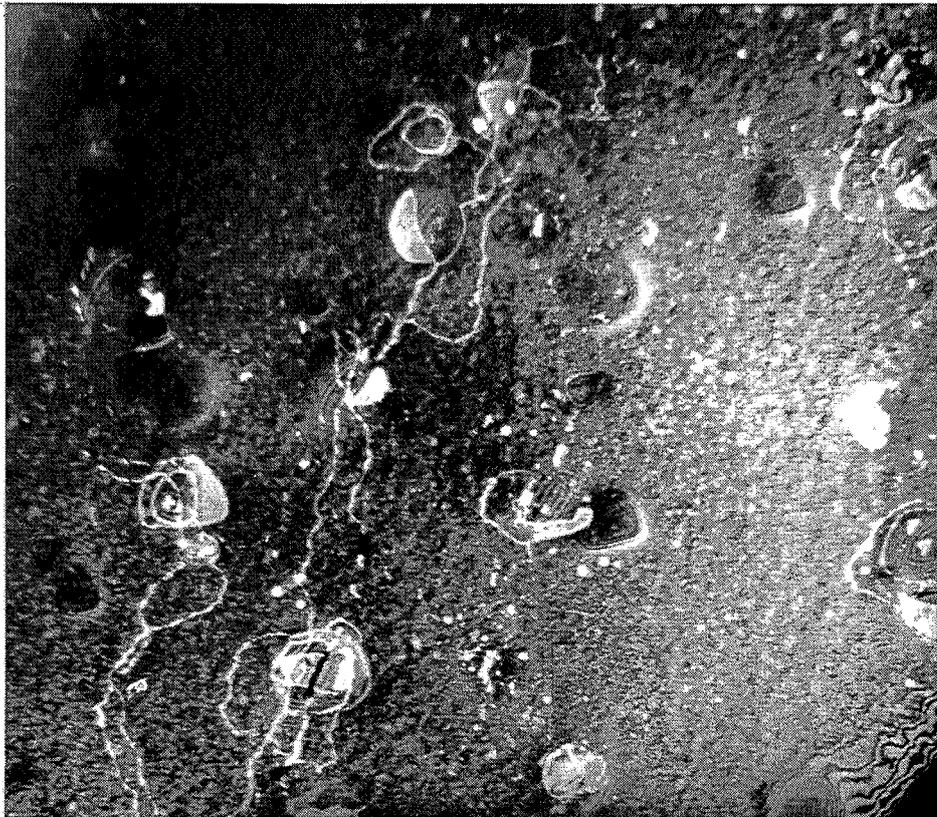
0.3  $\mu\text{m}$



champ sombre sur les précipités

Figure III.65 : alliage traité TTB - précipités  $\gamma$  traversés par les bandes

$$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 10^{-3} - 20 \text{ cycles} - 20^\circ\text{C}$$



$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$   
axe de zone  $\langle 112 \rangle$

0.2  $\mu\text{m}$

Figure III.66 : alliage traité TTB - boucles renfermant des défauts d'empilement

$$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 10^{-3} - 20 \text{ cycles} - 20^\circ\text{C}$$

pour  $\vec{g} = [\bar{1}11]$  ( figures III.64b et III.64c ). Ceci peut confirmer l'hypothèse de cisaillement des précipités  $\gamma$  par création de défaut de surstructure, suivi d'un contournement par le passage de deux types de dislocations BA et CA suivant la notation de Thompson.

Par conséquent, dans l'alliage traité TTB, à 0,5 N<sub>i</sub> ou à rupture, tous les précipités peuvent être cisailés et /ou contournés par les dislocations ; les dislocations mises en jeu peuvent être des parfaites ou des partielles.

L'observation des dislocations à plus petit nombre de cycles a en effet montré que dans l'alliage traité TTB, ces trois mécanismes de franchissement des précipités  $\gamma$  sont présents:

- la figure III.65, obtenue après 20 cycles à la température ambiante pour  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}$  indique que les gros précipités  $\gamma$  sont cisailés : les bandes traversent les précipités. Le cisaillement peut se produire par création de défaut de surstructure se traduisant par des systèmes de franges éclairés pour tout  $\vec{g} = \langle 002 \rangle$ , comme la montre la figure III.66, ou par création de défaut d'ordre, témoigné par la présence des paires de dislocations. Mais la présence des boucles autour des gros précipités  $\gamma$  signifie également que ces derniers peuvent constituer des obstacles forts car ils sont impénétrables pour les dislocations. Toutefois, le cisaillement des gros précipités  $\gamma$  par des superdislocations est possible, car le cisaillement des fins précipités  $\gamma'$  par création de défaut d'ordre maintient les dislocations à rester par paires facilitant ainsi le cisaillement des gros précipités (NEMBACH et al., 1987).

- sur la figure III.67 (20 cycles, 300°C,  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}$ ), une densité de dislocations assez homogène est observée, avec quelques enchevêtrements au niveau des gros précipités  $\gamma$ . La présence des boucles fautées est également à noter sur la figure III.67. Après 300 cycles, les défauts d'empilement peuvent s'étendre jusque dans la matrice (figure III.68).

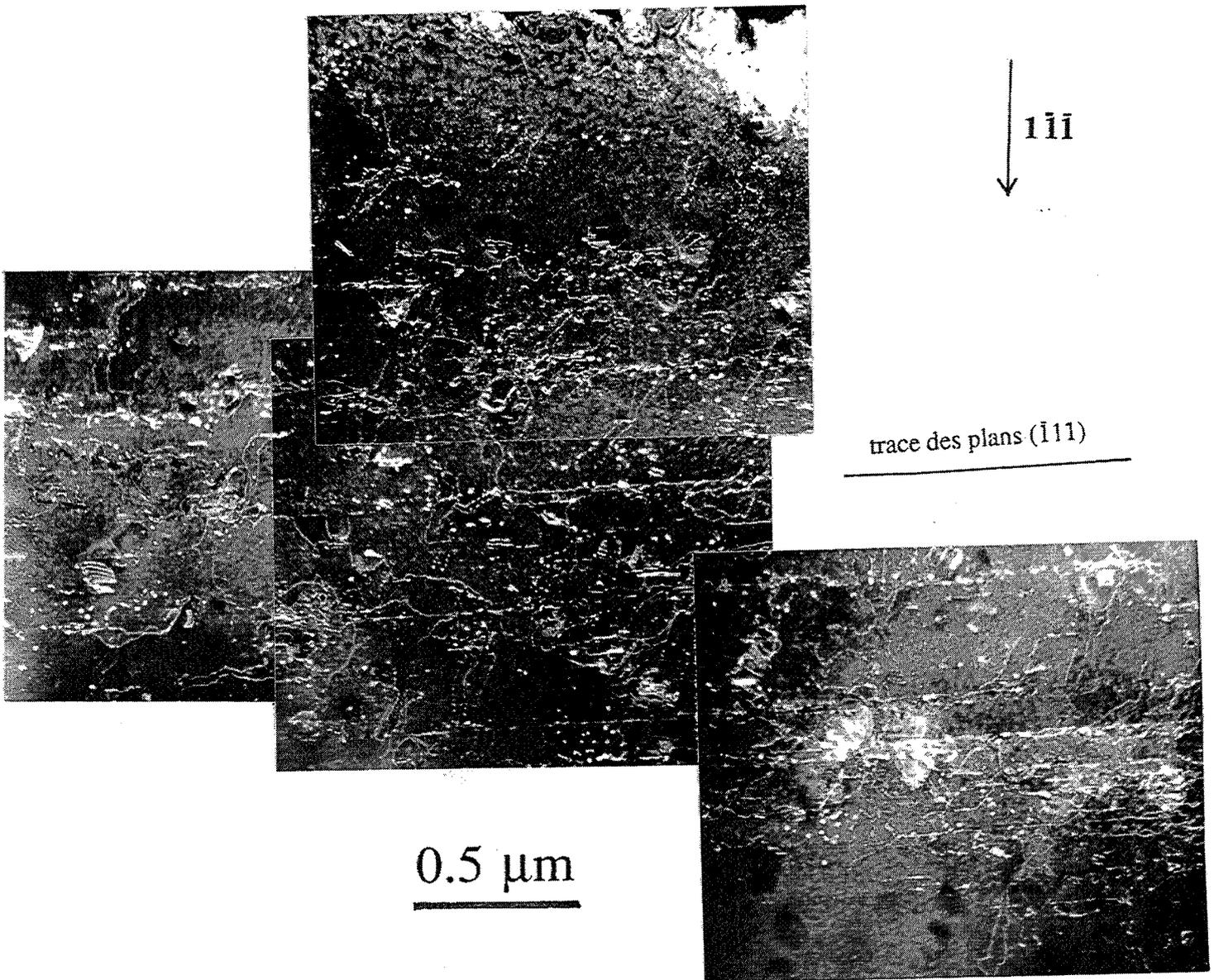
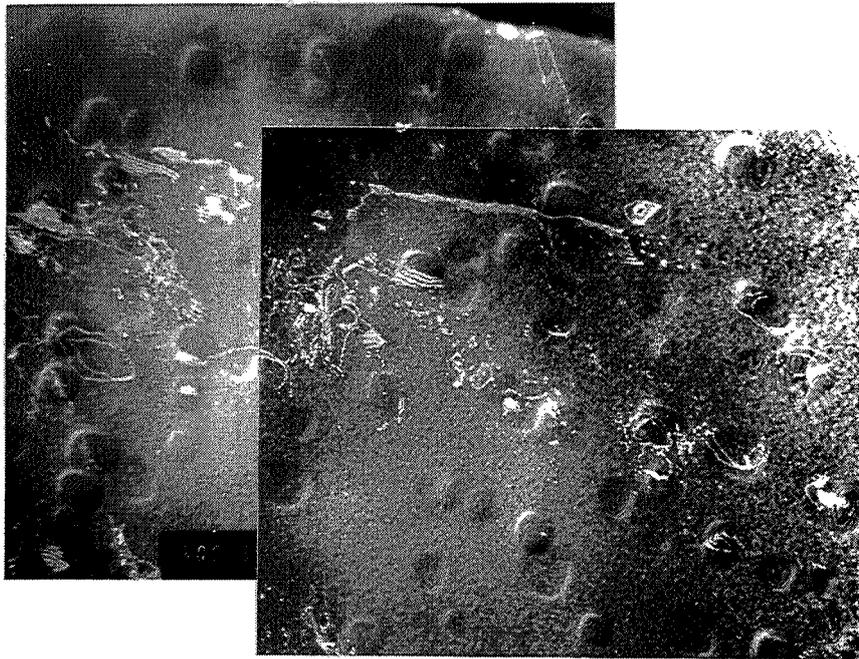


Figure III.67 : alliage traité TTB

$$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 10^{-3} - 20 \text{ cycles} - 300^\circ\text{C}$$

espaces interbandes riches en dislocations



**Figure III.68** : alliage traité TTB

$$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 10^{-3} - 300 \text{ cycles} - 300^\circ\text{C}$$

systèmes de franges dans les précipités et dans la matrice

Nombre de cycles	TTA ( $\phi = 15 \text{ nm}$ )	TTB ( $\phi = 14 + 100 \text{ nm}$ )
<p>20 cycles à</p> <p><math>\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}</math></p> <p><u>Phase de durcissement cyclique</u></p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- systèmes : <math>\{111\} \langle 110 \rangle</math></li> <li>- petites boucles de dislocations près des grandes dislocations qui sont souvent par paire ; petites boucles entourant des défauts</li> <li>- des boucles de dislocations isolées dont le diamètre est environ 20nm, avec <math>\vec{b} = \frac{a}{2} \langle 110 \rangle</math></li> <li>- empilement des paires de dislocations</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- systèmes : <math>\{111\} \langle 110 \rangle</math></li> <li>- paires de dislocations</li> <li>- boucles de dislocation autour des gros <math>\gamma</math></li> <li>- des petites boucles de dislocations</li> <li>- des franges (qui ne sont pas des parois d'antiphase) à l'interface et dans les gros précipités <math>\gamma</math></li> </ul>
<p>300 cycles à</p> <p><math>\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 10^{-3}</math></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>•début de la phase d'adoucissement à 25°C</li> <li>•durcissement à 300°C</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- structures en bandes</li> <li>- beaucoup de paires de dislocations par rapport aux petites boucles</li> <li>-défaut d'empilement</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- structures en bandes</li> <li>- boucles autour des gros <math>\gamma</math></li> <li>- paires de dislocations</li> <li>- défaut d'empilement</li> </ul>
<p>0,5 <math>N_i</math> pour</p> <p><math>\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}</math></p> <p>et à rupture pour</p> <p><math>\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}</math></p> <p>et <math>4 \times 10^{-3}</math></p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- structure en bandes très intenses, formées d'enchevêtrement de dislocations</li> <li>- quelques dislocations isolées qui sont souvent par paire. Près des grandes paires se trouvent des petites boucles de dislocations</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- bandes formées d'enchevêtrement de dislocations. Parfois on peut observer des empilements contre les gros <math>\gamma</math></li> <li>- quelques boucles isolées autour des gros précipités <math>\gamma</math></li> <li>- quelques paires de dislocations à côté desquelles se trouvent des gros <math>\gamma</math> avec un système de franges pour <math>\vec{g} = \langle 002 \rangle</math></li> </ul>

### III.2.3.3 - COMPARAISON ENTRE L'ALLIAGE TRAITÉ TTA ET L'ALLIAGE TRAITÉ TTB

Les observations en MET peuvent être résumées par le tableau III.

Ce tableau montre que :

- les paires de dislocations, caractéristiques d'un cisaillement par création de parois d'antiphase, sont toujours observées dans tous les échantillons. Ainsi, il n'est pas étonnant que les courbes d'évolution des contraintes en fonction du nombre de cycles aient la même allure ( durcissement suivi d'un adoucissement ) pour l'alliage traité TTA et pour l'alliage traité TTB
- de la même manière, le mécanisme de franchissement des précipités par création de défauts d'empilement de surstructure ( systèmes de franges ) opère dans les deux matériaux
- en revanche, les boucles glissiles sont moins nombreuses que les paires de dislocations dans l'alliage traité TTA ; ceci implique une structure en bandes plus intenses dans l'alliage traité TTA que dans l'alliage traité TTB ( où des boucles autour des gros précipités  $\gamma'$  sont toujours observées ), c'est-à-dire une déformation plus homogène dans l'alliage traité TTB par rapport à l'alliage traité TTA. Dans le cas où les microfissures s'amorcent à partir d'une hauteur critique des marches créées au niveau des bandes de glissement, le matériau à déformation plus homogène verrait apparaître les microfissures plus tard par rapport au matériau à déformation hétérogène ; cette hypothèse est effectivement vérifiée pour l'Inconel X-750 traité TTA et traité TTB.

En résumé, les microstructures de déformation observées ont permis d'expliquer certains résultats macroscopiques tels que les taux de durcissement, les niveaux de contrainte à 0,5 Ni, la présence de la phase d'adoucissement dans les deux matériaux ainsi que les durées de vie de l'alliage traité TTA par rapport à celles de l'alliage traité TTB. Certains effets de l'augmentation de la température restent cependant non expliqués par les microstructures observées comme la stabilité des contraintes et la réduction de la durée de vie : les explications possibles à ces points particuliers seront discutées au chapitre suivant.



## **CHAPITRE IV**



## CHAPITRE IV

### DISCUSSION ET CONCLUSION

#### IV.1. INTRODUCTION

##### IV.1.1 RAPPEL DES RESULTATS EXPERIMENTAUX

Afin de pouvoir expliquer le comportement de l'Inconel X-750 en milieu PWR suivant le traitement thermique qu'il a subi, nous avons étudié, dans le cadre de cette thèse, les mécanismes de déformation plastique de l'Inconel X-750.

Le premier travail a consisté à solliciter l'alliage, dans deux états différents, TTA et TTb, en traction monotone et en fatigue plastique à déformation plastique imposée. Ensuite, les microstructures de déformation correspondantes ont été examinées, dans le but de corrélérer les propriétés mécaniques et les mécanismes de déformation. Les principaux résultats de ces études sont rappelés brièvement ci-dessous.

##### TRACTION MONOTONE

Quand l'alliage est déformé à des vitesses de déformation de  $10^{-6} \text{ s}^{-1} < \dot{\epsilon} < 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , à 20°C et à 300°C, le glissement est planaire conduisant à des structures en bandes. Dans l'alliage traité TTA, caractérisé par une précipitation fine et uniforme de  $\gamma'$ , ces bandes sont mieux définies que dans l'alliage traité TTb, où les précipités  $\gamma'$  sont bimodaux. L'augmentation de la température produit des instabilités de contrainte, caractéristiques du phénomène de Portevin-Le Chatelier, dans les deux matériaux. Cependant, l'augmentation de la température à 300°C n'a pas d'effet significatif sur la microstructure de déformation.



Pour l'alliage traité TTA, en début de déformation, les précipités  $\gamma'$ , constituant des obstacles forts, sont cisailés par des superdislocations  $\langle 110 \rangle$  : ce modèle permet d'expliquer les limites élastiques du matériau ainsi que les microstructures de déformation observées.

Quand la déformation devient plus importante, certains précipités peuvent être franchis par des dislocations imparfaites par création de défaut de surstructure. Ce mécanisme se traduit par l'observation de systèmes de franges visibles à la fois dans les petites boucles de dislocations, de la même taille que les fins précipités  $\gamma'$ , et dans la matrice sur les dislocations avoisinantes. Le défaut de surstructure est créé lors du cisaillement des précipités par des superpartielles  $\frac{a}{3} \langle 112 \rangle$  ; la présence des boucles délimitant ces défauts indique un contournement des précipités fautés par une autre dislocation partielle  $\frac{a}{6} \langle 112 \rangle$ . Les contraintes calculées pour ce mode de franchissement des précipités  $\gamma'$  sont cohérentes avec les valeurs expérimentales. Ce mécanisme, proposé par GUIMIER (1972), suppose l'activation de deux sources de dislocations différentes dans le plan de glissement. On remarque également la présence des dislocations dissociées sans que des boucles fautées se trouvent dans le même grain.

Pour l'alliage traité TTb, la limite élastique peut être expliquée par une combinaison de deux mécanismes tels que les petits précipités  $\gamma'$  sont cisailés par des paires de dislocations de même type, et les gros précipités  $\gamma'$  sont contournés, par le processus d'Orowan. Dû au contournement, le glissement est moins planaire que dans l'alliage traité TTA, permettant de comprendre la structure en bandes moins marquée dans l'alliage traité TTb.

D'autre part, l'observation de dislocations dissociées laisse présager une faible énergie de défaut d'empilement pouvant rendre le glissement dévié difficile. Les systèmes de franges à l'intérieur des boucles de dislocations, traduisant le franchissement des précipités  $\gamma'$  par des dislocations imparfaites, sont également observés dans certains grains et concernent à la fois les gros et les petits précipités  $\gamma'$ .

L'alliage traité TTb est caractérisé par une concentration de la déformation plastique autour des joints de grains, c'est-à-dire par une forte densité de dislocations, depuis le début de l'écoulement.



## EN FATIGUE PLASTIQUE

La comparaison des microstructures de déformation après traction monotone et après fatigue plastique à  $\frac{\Delta \epsilon_p}{2}$  imposée montre que :

- en fatigue, la déformation plastique est plus localisée, c'est-à-dire que la structure en bandes est plus marquée sous sollicitation cyclique que sous sollicitation monotone
- les mêmes mécanismes de franchissement des précipités en traction monotone sont retrouvés en fatigue plastique : création de défaut d'ordre et création de défaut de surstructure
- sous sollicitation cyclique, des petites boucles d'Orowan de  $\Phi \sim 20$  nm se forment ; tandis qu'en traction monotone, les petites boucles de la même taille sont fautées.

Les principaux résultats macroscopiques de fatigue sont représentés sur la colonne droite du tableau IV.1, et les explications correspondantes à partir des observations microstructurales, quand elles sont évidentes, sont marquées à gauche. Une ligne en tirets indique que la corrélation micro/macro n'est pas encore élucidée.

Propriétés mécaniques	Microstructures de déformation
<p><u>courbes <math>\frac{\Delta\sigma}{2} = f(N)</math></u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- même allure dans l'alliage traité TTA et l'alliage traité TTB</li> <li>- période d'adoucissement repoussée, ou supprimée, et tendance à la stabilisation de la contrainte à 300°C</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- mêmes mécanismes de durcissement :</li> <li>• cisaillement des précipités <math>\gamma</math> par des paires</li> <li>• contournement de <math>\gamma</math> par des dislocations parfaites (moins fréquent dans l'état TTA)</li> <li>• cisaillement + contournement par des dislocations partielles (systèmes de franges)</li> </ul> <p style="text-align: center;">-----</p>
<p><u>taux de durcissement</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- taux de durcissement d'autant plus important que <math>\Delta\epsilon_p/2</math> est grande</li> <li>- diminution à 300°C dans l'alliage traité TTA</li> <li>- augmentation à 300°C dans l'alliage traité TTB</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- augmentation du nombre de bandes de déformation quand <math>\Delta\epsilon_p/2</math> augmente (TTA)</li> <li>- augmentation de la densité de dislocations entre les bandes quand <math>\Delta\epsilon_p/2</math> croit (TTB)</li> </ul> <p style="text-align: center;">-----</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- augmentation de la densité de dislocations entre les bandes de déformation à 300°C</li> </ul>
<p><u>courbe d'écrouissage cyclique</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- chute de contrainte à 0,5 <math>N_i</math> dans l'alliage traité TTA pour <math>\frac{\Delta\epsilon_p}{2} &lt; 10^{-3}</math> (à 20 et 300°C)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- variation brusque des microstructures de déformation : seuls quelques gros grains sont déformés et ne présentent qu'un seul système de glissement alors que pour <math>\frac{\Delta\epsilon_p}{2} &gt; 10^{-3}</math>, les gros grains montrent 1 ou 2 systèmes activés</li> </ul>

<ul style="list-style-type: none"> <li>- changement de pente (augmentation) vers les fortes amplitudes de déformation dans l'alliage traité TTB (20°C)</li> <li>- changement de pente (plus doux qu'à 20°C) vers les faibles amplitudes pour TTB</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- variation brusque de la microstructure de déformation : différence faible de densité de dislocations entre les bandes de déformation et les espaces interbandes</li> <li>- variation progressive des microstructures de déformation avec <math>\frac{\Delta\epsilon_p}{2}</math></li> </ul>
<p style="text-align: center;"><u>microfissuration</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- augmentation du nombre de microfissures à la nucléation quand <math>\Delta\epsilon_p/2</math> augmente (état TTA)</li> <li>- diminution du nombre de microfissures à la nucléation quand <math>\frac{\Delta\epsilon_p}{2}</math> augmente (état TTB)</li> <li>- apparition plus tardive des microfissures quand la température augmente</li> <li>- microfissures plus grandes dans l'état TTA que dans l'état TTB</li> <li>- croissance plus rapide à 300°C pour l'état TTA</li> <li>- réduction de la durée de vie à 300°C</li> <li>- durée de vie de l'alliage traité TTB supérieure à celle de l'alliage traité TTA</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- augmentation du nombre de bandes de glissement avec <math>\frac{\Delta\epsilon_p}{2}</math></li> <li>-----</li> <li>- dans l'alliage traité TTA : -----</li> <li>- dans l'alliage traité TTB : déformation plus homogène à 300°C qu'à 20°C</li> <li>- ce sont en particulier les gros grains qui sont déformés dans l'alliage traité TTA ; l'alliage traité TTB renferme une taille de grains homogène et fine</li> <li>-----</li> <li>-----</li> <li>- déformation plus hétérogène et microfissures plus grandes dans l'alliage traité TTA</li> </ul>

**Tableau IV.1** : corrélation microstructures - propriétés mécaniques de fatigue



#### IV.1.2 PROBLEMES SOULEVES PAR LES RESULTATS EXPERIMENTAUX

Les observations microscopiques en traction monotone ont montré les mécanismes élémentaires de durcissement de l'Inconel X-750 dans deux états différents : l'état TTA ( $\phi_{\gamma} = 15$  nm) et l'état TTB ( $\phi_{\gamma} = 14 + 100$  nm). Les petits précipités  $\gamma'$  sont cisailés,  $\phi = 15$  nm, et les gros précipités sont contournés. Les mêmes mécanismes ont été également observés en fatigue plastique, ainsi que le franchissement des précipités par les dislocations partielles qui n'a été examiné en traction monotone que pour des déformations importantes. Malgré les hypothèses simplificatrices, les valeurs calculées des contraintes d'écoulement sont assez proches des valeurs expérimentales. De ce fait, il est intéressant de connaître les énergies des défauts créés dans l'alliage au cours de la déformation.

D'autre part, le tableau IV.1 met en évidence un certain nombre de problèmes liés à l'augmentation de la température qui n'a pas pu être expliqué à partir des microstructures de déformation observées. Comme le premier effet macroscopique de l'élévation de la température se traduit par des décrochements de contrainte, caractéristiques du phénomène de Portevin-Le Chatelier (PLC), les relations entre PLC- microstructures-propriétés mécaniques méritent d'être discutées.

Par conséquent, dans la deuxième partie de ce chapitre, les caractéristiques physiques de l'alliage, tels que l'énergie de défaut d'empilement et l'énergie de parois d'antiphase (défaut d'ordre) seront examinés.

Ensuite dans la troisième partie, la discussion se portera sur le mode de franchissement des précipités  $\gamma'$  par les dislocations partielles.

Dans la quatrième partie, nous étudierons les éventuelles relations entre le phénomène PLC et les microstructures nous permettant d'expliquer les propriétés de l'alliage.

La cinquième partie sera consacrée à l'explication des comportements de l'Inconel X-750 en milieu PWR, en se basant sur les résultats obtenus à l'air à 300°C.

Enfin, nous concluerons sur l'ensemble du travail dans la sixième et dernière partie.



## IV.2 : QUELQUES PARAMETRES PHYSIQUES DE L'INCONEL X-750

### IV.2.1 : ENERGIE DE DEFAUT D'EMPILEMENT

Au chapitre III, il a été montré que les précipités  $\gamma'$  peuvent être franchis par des dislocations partielles lorsque la déformation augmente. Il est à noter que le mode de franchissement par les dislocations partielles est fréquemment rencontré dans les superalliages à forte fraction volumique de  $\gamma'$  et à haute température (KEAR, et al.1970, GUIMIER 1972, HUIS IN'T VELD, BOOM, BRONSVELD et DE HOSSON 1985, CONDAT et al.1987, RAHOUD, et al. 1987, MILLIGAN et ANTOLOVICH 1987, LIN et al. 1990).

Dans notre cas particulier, où la fraction volumique de  $\gamma'$  est faible et la température peu élevée, nous pouvons admettre que ce mécanisme peut se produire par la combinaison de deux dislocations différentes dans le même plan. De plus, ce phénomène n'est observé que lorsque la déformation devient importante. Dans ce cas, l'énergie devrait être assez basse pour que les dislocations puissent se dissocier dans la matrice avant d'atteindre les précipités.

La détermination de l'énergie de faute se base sur la mesure de la distance entre les deux partielles. D'après HIRTH et LOTHE (1982), l'énergie de défaut d'empilement est obtenue par la relation suivante :

$$\gamma = \frac{\mu b_p^2}{8\pi d} \frac{2-\nu}{1-\nu} \left( 1 - \frac{2\nu \cos 2\alpha}{2-\nu} \right)$$

$\gamma$  : énergie de défaut d'empilement

$b_p$  : module du vecteur de Burgers des dislocations partielles

$\mu$  : module de cisaillement

$d$  : distance entre les dislocations partielles

$\nu$  : coefficient de Poisson

$\alpha$  : angle entre la ligne de dislocation et le vecteur de Burgers de la dislocation parfaite

Or, la distance mesurée, sur les micrographies, entre les partielles ne correspond pas exactement à la distance réelle entre les deux lignes de dislocations. D'autre part, l'épaisseur de l'image de la dislocation empêche quelquefois de discerner les dislocations partielles. Ainsi il est préférable de prendre les mesures sur les clichés pris en champ sombre en faisceau faible, car non seulement l'image des dislocations est plus fine mais aussi, la distance mesurée se rapproche de la valeur réelle (COCKAYNE, RAY et WHELAN 1969, COCKAYNE, JENKINS et RAY 1971).

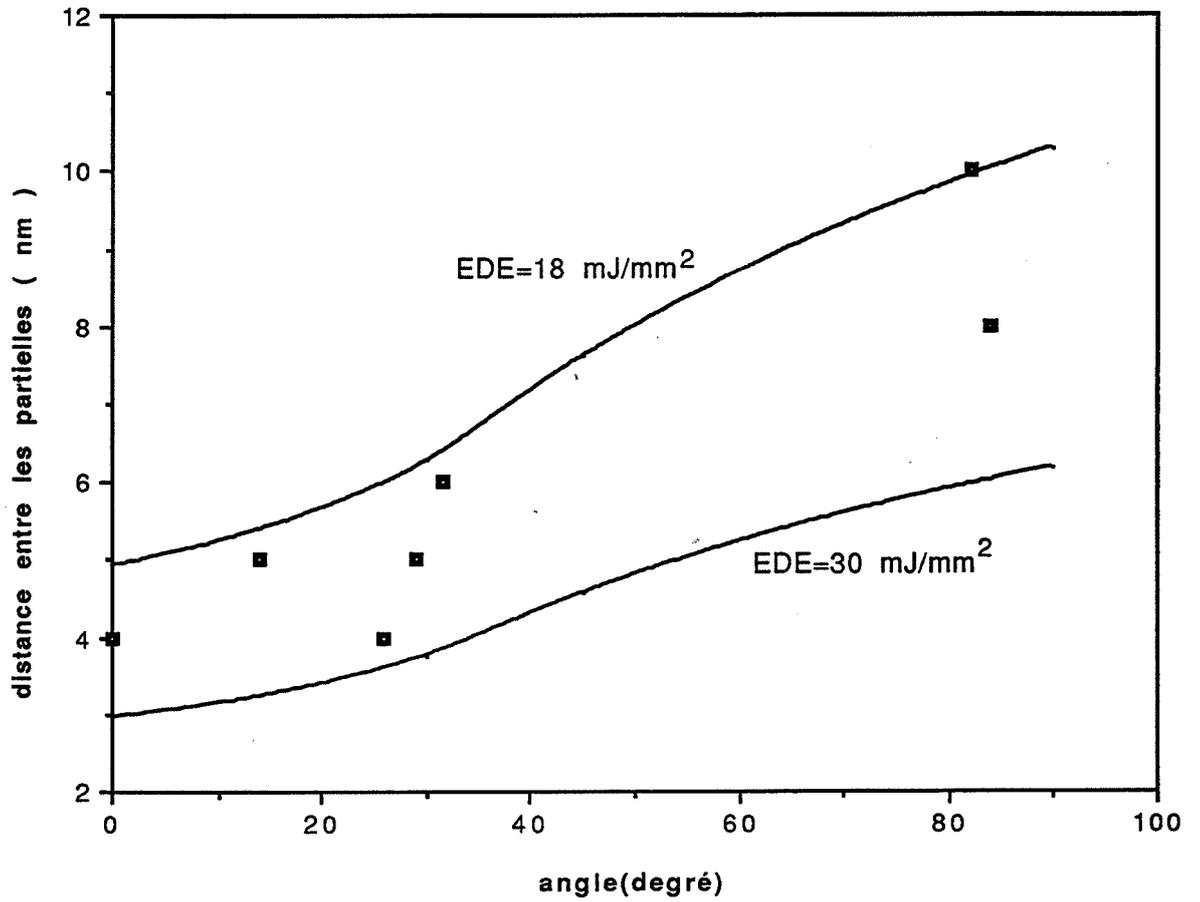


Figure IV.1 : énergie de défaut d'empilement de l'Inconel X-750

Les distances mesurées en fonction du caractère des dislocations sont reportées sur la figure IV.1. En prenant  $\nu = 0,3$ , les valeurs expérimentales prises sur les échantillons sollicités en fatigue ou en traction ( de l'alliage traité TTA ou de l'alliage traité TTB ) sont encadrées par les courbes théoriques correspondant à des énergies de faute de  $18 \text{ mJ} / \text{m}^2$  et  $30 \text{ mJ} / \text{m}^2$ . La dispersion peut provenir d'une part des erreurs de mesure, et d'autre part du fait que la plupart des mesures sont prises sur des dislocations non isolées ; l'interaction entre les dislocations change l'écart entre les partielles. Il est à signaler que faute de diaphragme adéquat, nous n'avons pas pu vérifier s'il existe des précipités entre ou coupés par les partielles.

D'après les mesures de distance entre les dislocations partielles, DECAMPS et CONDAT (1986) ont trouvé pour deux superalliages différents à base de Ni, des énergies de défaut d'empilement de 20 et  $24 \text{ mJ m}^{-2}$ .

AKHTAR et TEGHTSOONIAN (1971), en étudiant le stade III du fluage des alliages binaires Ni-Cr, ont trouvé une énergie de  $42 \text{ mJ m}^{-2}$  pour un alliage à 19% atomique de chrome. L'Inconel X-750 a environ 18,3% atomique de Cr si on suppose que tous les atomes de Cr restent en solution solide dans la phase  $\gamma$ .

Les travaux de BEESTON et FRANCE ( 1968), sur des alliages binaires de Ni également, montrent la réduction du rapport  $\gamma_E/\mu b$  ( $\gamma_E$  étant l'énergie de faute) en fonction de la composition de l'élément d'addition. Ainsi, ils ont trouvé que  $\gamma_E/\mu b$  du Ni pur est réduit de 27% pour un alliage Ni - 18,5% Cr. On note que  $\gamma_E$  de Ni pur, rencontrée dans la littérature, varie de  $95 \text{ mJ/m}^2$  à  $450 \text{ mJ/m}^2$  (BEESTON et FRANCE 1968, BEESTON, DILLAMORE et SMALLMAN 1968, GALLAGHER 1970, AKHTAR et al. 1971, HIRTH et al. 1982).

Comme l'énergie de faute d'empilement dépend de la composition de la matrice  $\gamma$ , XIE, CHEN, McHUGH et TIEN (1982), ont proposé une relation pour déterminer la réduction de  $\gamma_E$  de Ni pur, dans les alliages à base de Ni. L'application de cette relation sur l'Inconel X-750 conduit à une réduction de  $\gamma_E$  de 42,5%, si le rapport Ti/Al dans la phase  $\gamma'$  est de 3/2 (BEESTON et FRANCE 1968) et de 44,5% si tous les atomes de Al sont supposés précipiter. La composition de la matrice est estimée à partir de la composition de l'alliage et de la fraction volumique de la phase  $\gamma'$ .

La valeur théorique de  $\gamma_E$  de notre alliage varie alors de  $40 \text{ mJ m}^{-2}$  à  $190 \text{ mJ m}^{-2}$ .

On constate que les valeurs théoriques sont supérieures aux valeurs expérimentales. Une énergie  $\gamma_E = 190 \text{ mJ m}^{-2}$  pour l'Inconel X-750, semble néanmoins être loin de la réalité, car les microstructures de déformation de la matrice montrent des glissement planaires (Annexe1), indicatifs d'une faible énergie de défaut d'empilement.

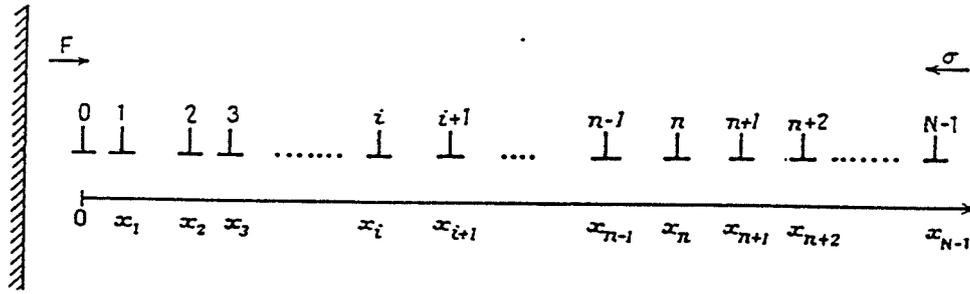


Figure IV.2 : équilibre des dislocations dans un empilement d'après CASTAGNE et al.(1966)

- Pour la dislocation de tête :

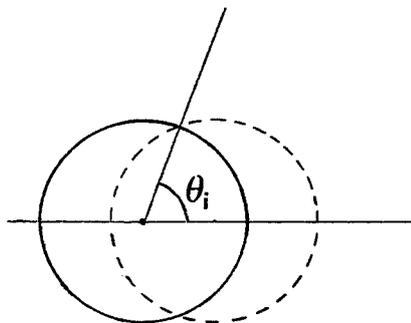
$$\frac{\mu b^2}{2\pi k} \sum_{j=1}^{N-1} \frac{1}{x_j} + \sigma b - F - \frac{\gamma a \pi r_s^2}{L_s^2} = 0$$

- Pour les dislocations appariées (de 1 à n) :

$$\frac{\mu b^2}{2\pi k} \sum_{\substack{j=0 \\ j \neq i}}^{N-1} \frac{1}{x_j - x_i} + \sigma b - (-1)^i \frac{\gamma a^2 r_s^2}{L_s^2} (2\theta_i - \sin\theta_i) = 0$$

- Pour les dernières dislocations (de n+1 à N-1) :

$$\frac{\mu b^2}{2\pi k} \sum_{\substack{j=0 \\ j \neq i}}^{N-1} \frac{1}{x_j - x_i} + \sigma b = 0$$



$$\cos\theta_i = \frac{ib}{2r_s}$$

Par conséquent, on peut admettre que l'Inconel X-750 est un alliage à faible énergie de défaut d'empilement. La valeur trouvée de  $\gamma_E$  de la matrice  $\gamma$  est alors assez proche de celle de la phase  $\gamma'$ . D'après YOO et al. (1988), et HUIS IN'T VELD et al. (1985), pour un défaut intrinsèque de surstructure, l'énergie varie entre 5 et 15 mJ m<sup>-2</sup>.

#### IV.2.2 : ENERGIE DE PAROI D'ANTIPHASE

Théoriquement, l'énergie de parois d'antiphase peut être calculée comme l'énergie de faute à partir de la mesure de la distance entre les paires de dislocations. Pour cela, il faut que les paires soient assez loin des autres dislocations pour éviter leur interaction, ce qui pratiquement était difficile à obtenir dans notre alliage.

Nous avons alors déterminé l'énergie de parois d'antiphase en étudiant l'équilibre d'un empilement de dislocations selon la méthode de CASTAGNE, PINEAU et SINDZINGRE (1966) schématisée sur la figure IV.2. Sur les trois empilements différents que nous avons étudiés, obtenus dans l'alliage traité TTA sollicité en fatigue, toutes les dislocations se sont regroupées par paire. La valeur moyenne obtenue est de **190 mJ / m<sup>2</sup>** avec une assez grande dispersion des valeurs ( écart-type = 75 mJ / m<sup>2</sup> ).

Cette valeur est assez faible par rapport à celle obtenue par la même méthode par CASTAGNE et al. (1966) sur un alliage de Ni contenant 2% de Ti et 2,3% d'Al.

Les trois empilements étudiés se trouvent dans les espaces interbandes et souvent contre une bande de déformation, ou un autre empilement. Ainsi, l'hypothèse du modèle considéré selon laquelle, " la dislocation se trouvant à la tête de l'empilement est la seule à ressentir la force de répulsion F de la barrière " n'est plus vérifiée dans la mesure où cette force ne serait que la résultante des forces de répulsion des autres dislocations. Ceci pourrait expliquer la dispersion des valeurs.

D'autre part, l'énergie de paroi d'antiphase peut varier selon la composition de l'alliage et du rapport Ti/Al dans la phase  $\gamma'$ . Les valeurs rencontrées dans la littérature pour un défaut d'ordre sur le plan { 111 } et obtenues par différentes méthodes s'étendent de 90 à 330 mJ / m<sup>2</sup> (RAYNOR et al. 1970, BROWN et HAM 1971, GROSE et ANSELL 1981, YOO et al. 1988, BALUC et al. 1989).



D'après RAYNOR et al. (1970), l'énergie de paroi d'antiphase peut également être déterminée à partir du diamètre minimum des boucles d'Orowan. Comme en fatigue, nous avons pu observer des petites boucles d'Orowan de diamètre 15 nm, l'application de cette méthode donne alors une valeur de l'énergie de paroi d'antiphase de 300 mJ / mm<sup>2</sup>.

Cependant, cette valeur est moins plausible que la première (déterminée par la méthode de CASTAGNE et al.), puisque les petites boucles parfaites de  $\Phi \sim 15$  nm ne sont pas observées en traction monotone.

#### **IV.2.3 : RESUME**

En résumé, grâce aux observations microstructurales, des paramètres physiques de notre alliage ont été déterminés. Les valeurs ainsi obtenues se trouvent à l'intérieur des fourchettes d'énergie rencontrées dans la littérature.

### **IV.3 : DISCUSSION SUR LE MODE DE FRANCHISSEMENT DES PRECIPITES PAR CREATION DE DEFAUT DE SURSTRUCTURE**

Les différentes observations et conditions expérimentales, telles que :

- les systèmes de franges visibles pour des réflexions de la matrice,
- les boucles de dislocations entourant ces franges, ainsi que la densité assez importante de la dislocation près de ces boucles
- les différents types de dislocations sur le même plan de glissement
- la température d'essai : régime basse température

nous ont permis de conclure que les précipités  $\gamma$  peuvent être franchis par des dislocations dissociées selon le mécanisme proposé par GUIMIER (1972).

Par la combinaison dans le même plan de glissement, d'une dislocation de vecteur de Burgers BA et d'une partielle de vecteur de Burgers C $\delta$  provenant d'un autre type de dislocation CA, une superpartielle de vecteur de Burgers 2 $\delta$ A est formée. Les lignes de dislocations sont parallèles. Cette superpartielle cisaille les précipités  $\gamma$  en créant un défaut intrinsèque de surstructure. Lorsque la dernière partielle  $\delta$ A de CA rencontre les précipités fautés, elle les contourne. Ainsi les deux types de dislocations parallèles BA et CA laissent derrière elles des boucles de dislocations de la même taille que les précipités limitant des défauts de surstructure.

Les contraintes calculées pour ce mode de franchissement sont cohérentes avec les contraintes expérimentales.



Pour l'alliage traité TTA, ce mécanisme nécessite une contrainte plus élevée ( $\Delta\tau = 200$  MPa) que la mécanisme de franchissement par création de paroi d'antiphase par une paire de dislocations ( $\Delta\tau = 160$  MPa). Pour une dislocation seule, créant un défaut d'ordre, la contrainte nécessaire selon les modèles statistiques est de  $185 < \Delta\tau < 205$  MPa.

En revanche pour l'alliage traité TTB, le mode de franchissement par création de défaut de surstructure est moins énergétique ( $\Delta\tau = 145$  MPa) que le mode de franchissement par des dislocations parfaites.

Par conséquent, l'application des hypothèses pour le calcul des contraintes dans l'alliage traité TTA mérite d'être justifiée.

#### IV.3.1 : CONDITION DE FORMATION D' UNE SUPERPARTIELLE

Pour que BA franchisse les précipités par cisaillement, il lui faut fournir une cisssion de 160 MPa environ. La répulsion de CA l'aide à franchir les obstacles comme dans le cas d'un cisaillement par une paire de dislocations de même type. Cependant, cette contrainte n'est pas suffisante pour la dislocation CA, car la résistance d'obstacle (défaut d'ordre) et la répulsion de BA s'opposent à son mouvement. On rappelle que le défaut d'ordre créé par le passage de BA n'est restauré que par le passage d'une deuxième dislocation de même type BA.

Pour les deux dislocations BA et CA, l'équilibre des forces au moment du franchissement s'écrit :

$$\text{pour (BA): } \sigma b - \gamma_a \frac{2r_s}{L} + R = 0$$

$$\text{pour (CA): } \sigma b - \gamma_a \frac{2r_s}{L} - R = 0$$

$$2\sigma b = 2 \gamma_a \frac{2r_s}{L}$$

$$\sigma = \frac{\gamma_a}{b} \frac{2r_s}{L}$$

$$\sigma = 2 \times 160 \text{ MPa}$$

c'est-à-dire une contrainte appliquée de 1020 MPa.

Ce calcul montre que le passage des deux dislocations différentes dans le même plan est assez difficile.



D'autre part, pour former une superpartielle, il faut que la dislocation BA attende la dislocation Cδ de CA, alors que BA et CA sont répulsives.

Quand la dislocation partielle Bδ de BA pénètre les précipités γ, elle crée un défaut complexe qui est probablement plus énergétique qu'un défaut d'ordre. On peut alors admettre que BA n'est pas dissociée pour cisailer les précipités.

Lorsque Cδ de CA arrive, elle sera presque attirée par les précipités pour remplacer le défaut d'ordre d'énergie 190 mJ/m<sup>2</sup>, par un défaut intrinsèque de surstructure d'énergie 15 mJ/m<sup>2</sup>. D'autre part, dans le cas particulier où BA est d'orientation vis ou d'orientation coin, il n'y a pas d'interaction entre BA et Cδ car leurs vecteurs de Burgers sont perpendiculaires : BA ⊥ Cδ.

En effet, la force radiale F<sub>r</sub> entre deux dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{b}_1$  et  $\vec{b}_2$  est donnée par la relation suivante (HIRTH et al., 1982) :

$$F_r = \frac{\mu}{2\pi R} (\vec{b}_1 \cdot \vec{u}) (\vec{b}_2 \cdot \vec{u}) + \frac{\mu}{2\pi(1-\nu)R} (\vec{b}_1 \times \vec{u}) (\vec{b}_2 \times \vec{u}) = \frac{A}{R}$$

$\vec{u}$  étant le vecteur unitaire tangent à la ligne de dislocation

R : distance entre les deux dislocations

Cependant, pour que Cδ puisse rattraper la dislocation BA, il faut que la dislocation CA ne soit pas retenue par les précipités. Autrement dit, il faut que la distance entre BA et CA soit inférieure à la distance moyenne entre précipités ( $L_s - 2 r_s$ ).

Globalement, l'équilibre de CA dans la matrice derrière BA peut s'écrire

$$\sigma b - F_r = 0$$

$$\sigma b = \frac{A}{R} \Rightarrow R = \frac{A}{\sigma b}$$

$$R < L_s \Rightarrow \sigma > \frac{A}{b(L_s - 2r_s)}$$

En traitant le cas particulier où BA =  $\frac{a}{2}$  [10 $\bar{1}$ ] est de caractère vis, et CA =  $\frac{a}{2}$  [1 $\bar{1}$ 0], nous trouvons  $\sigma > 90$  MPa ( $\sigma_{\text{appl}} \geq 445$  MPa).

En somme, rapprocher les deux dislocations BA et CA paraît plus facile que de cisailer les précipités successivement par BA et CA par création de parois d'antiphase.



#### IV.3.2 : POSITION DE LA DERNIERE PARTIELLE PAR RAPPORT A LA SUPERPARTIELLE AU MOMENT OU CELLE-CI S'ECHAPPE DES PRECIPITES

Pour le calcul des contraintes nécessaires pour la création de défaut de surstructure, la dernière partielle  $\delta A$  a été supposée ne pas rencontrer des précipités.

Dans ce cas, la distance entre la superpartielle  $2\delta A$  et la partielle  $\delta A$  devrait être supérieure au rayon des précipités  $r_s$ .

$$\sigma b_p + \gamma_E - \frac{A'}{R} = 0$$

$$\frac{A'}{R} = \sigma b_p + \gamma_E$$

$$R = \frac{A'}{\sigma b_p + \gamma_E}$$

$\gamma_E$  : énergie de défaut d'empilement de la matrice  $\sim 20 \text{ mJ/m}^2$

Il a été trouvé au chapitre III, que la contrainte nécessaire pour que BA et CA franchissent les précipités, en créant un défaut de surstructure est de 200 MPa environ. Pour cette valeur, la distance séparant  $2\delta A$  et  $\delta A$  est alors de

$$R = 10 \text{ nm}$$

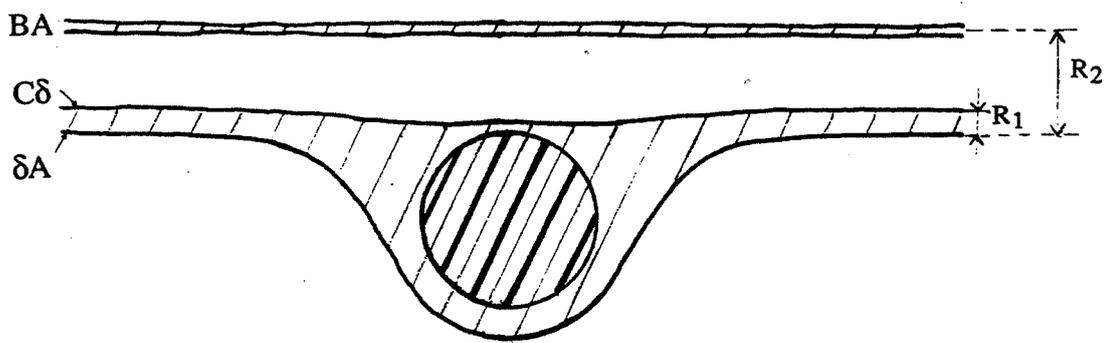
On rappelle que  $r_s = 6 \text{ nm}$ .

Ce calcul justifie l'application de cette hypothèse pour l'alliage traité TTA. Il est évident que cette distance croît si la contrainte diminue.

Par la suite, la force qu'exerce les obstacles sur la dernière partielle, lorsque la superpartielle est sur le point de franchir les précipités, peut être négligée (hypothèse 2)

#### IV.3.3 : INTERACTION DE BA SUR $\delta A$ AU MOMENT DU CONTOURNEMENT DES PRECIPITES FAUTES

Dans la matrice, la répulsion de  $\delta A$  et la cission appliquée tendent à écarter BA de  $\delta A$ . En revanche, le défaut d'empilement dans la matrice tend à retenir la partielle C $\delta$ . Ainsi, lorsque la superpartielle sort des précipités, il n'y a plus rien pour maintenir BA et C $\delta$  ensemble : la superpartielle se dissocie.



**Figure IV.3** : configuration des dislocations au moment du contournement des précipités fautés

Pour une cisssion appliquée de 200MPa, BA et CA ne sont séparés que de 7 nm environ dans la matrice. Ceci signifie que  $\delta A$  est sur le point de contourner les précipités fautés aussitôt la superpartielle se dissocie. Par conséquent, l'interaction de BA sur  $\delta A$  pour le contournement des précipités fautés doit être pris en compte (Figure IV.3)

En écrivant l'équilibre des parties de CA, on trouve :

$$\text{pour } C\delta \quad \sigma b_p + \frac{A_{23}}{R_1} - \gamma_E = 0$$

$$\text{pour } \delta A \quad \sigma b_p - \frac{A_{23}}{R_1} - \frac{A_{13}}{R_2} + \gamma_E = \frac{2T \sin\theta}{L}$$

$$\sigma = \frac{T \sin\theta}{b_p L} + \frac{A_{13}}{2b_p R_2}$$

$$\sigma = 200 \text{ MPa} + \frac{A_{13}}{2b_p R_2}$$

si  $R_2 = 7 \text{ nm}$ ,

$$\frac{A_{13}}{2b_p R_2} = 165 \text{ MPa} \Rightarrow \sigma_{\text{appl}} \sim 1100 \text{ MPa}$$

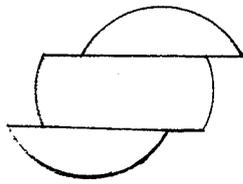
Contrairement à l'hypothèse 3, qui a été posée au chapitre III, l'interaction de BA sur  $\delta A$  est non négligeable.

Le contournement des précipités fautés semble alors aussi difficile que le passage successif de BA et CA par création de défaut d'ordre.

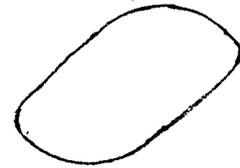
D'après ces calculs, le passage de deux types de dislocations dans le même plan serait pratiquement impossible, sauf pour des déformations très importantes, proches de la striction, où la contrainte peut atteindre plus de 1000 MPa.

Or, dans les différentes équations qui ont été écrites, l'interaction des autres dislocations se trouvant derrière CA n'a pas été tenue compte. Pourtant, cette interaction pourrait contrebalancer  $\frac{A_{13}}{2b_p R_2}$ , ou augmenter la distance  $R_2$ , réduisant ainsi la contrainte de contournement des précipités fautés.

En conclusion, le franchissement des précipités  $\gamma$  par deux dislocations différentes sur le même plan de glissement, par création de défaut intrinsèque de surstructure, est un phénomène assez complexe mais physiquement possible.



précipité cisailé



précipité reconstitué sous l'effet de la température

**Figure IV.4 : reconstitution des précipités  $\gamma$  après cisaillement**

## IV.4 : RELATION PLC-MICROSTRUCTURE- PROPRIETES MECANIQUES

### IV.4.1 - ORIGINE DU PLC

Un problème auquel nous n'avons pas trouvé de solution évidente à partir des microstructures de déformation est le fait que la période d'adoucissement sur les courbes d'évolution des contraintes en fonction du nombre de cycles est supprimé ou retardé quand la température augmente. CLAVEL (1981) a trouvé ce retard à l'adoucissement à 500°C, par rapport à la température ambiante, sur l' Inconel 718 où les précipités sont d'abord contournés avant d'être cisailés ; d'après les travaux de BRECHET et LOUCHET (1989) le cisaillement des précipités par les boucles glissiles concerne les précipités ayant une taille légèrement supérieure à la taille critique de contournement.

Or nos précipités ont des tailles inférieures à la taille surcritique ( $r_c \sim 30$  nm) et pendant la phase de durcissement, nous n'avons pas remarqué plus de boucles glissiles à 300°C par rapport à la température ambiante.

D'autre part, lorsque la température augmente, l' alliage à l'état TTA et l'alliage à l'état TTB, présentent des décrochements de contrainte.

Il peut alors arriver qu'après quelques cisaillements, indiqués par la diminution de la contrainte, les précipités se soient reconstitués globalement pour diminuer l' énergie de surface matrice / précipité , et de nouveau on observerait une augmentation de la contrainte (figure IV.4).

Pour vérifier si cette hypothèse sur l'origine du PLC est valable, un essai de fatigue à 20°C avec un vieillissement à 300°C a été effectué. L'éprouvette, en alliage traité TTA, est sollicitée à  $\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = 10^{-3}$  pendant 500 cycles à la température ambiante, c'est-à-dire pendant la phase d'adoucissement mais avant l'apparition des microfissures. Ensuite, l'essai est interrompu et l'ensemble éprouvette- montage, est porté à 300°C pendant 10 min. Notons que lors des essais à 300°C les instabilités se produisent en moyenne 3 fois par seconde.

Quand le montage est refroidi, après 2,5 heures, l'essai est de nouveau reconduit à la température ambiante. On pense donc que si les précipités se sont reconstitués, les niveaux de contrainte après le vieillissement seraient équivalentes à ceux d'avant le vieillissement pour le même nombre de cycles, c'est-à-dire que le matériau aurait oublié la sollicitation avant le vieillissement.

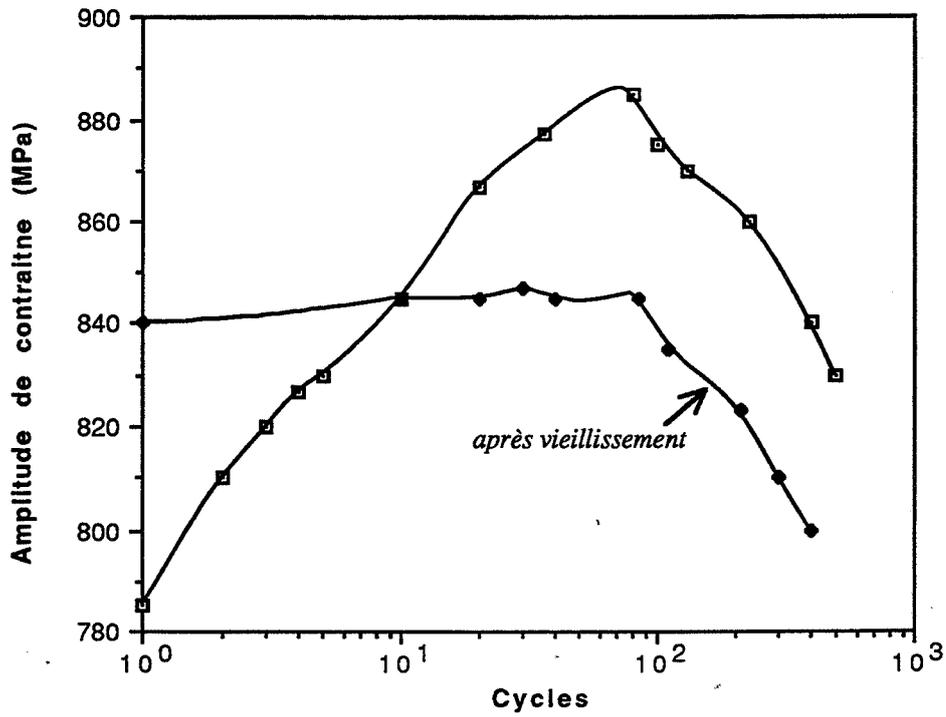


Figure IV.5 : essai de fatigue avec vieillissement à 300°C

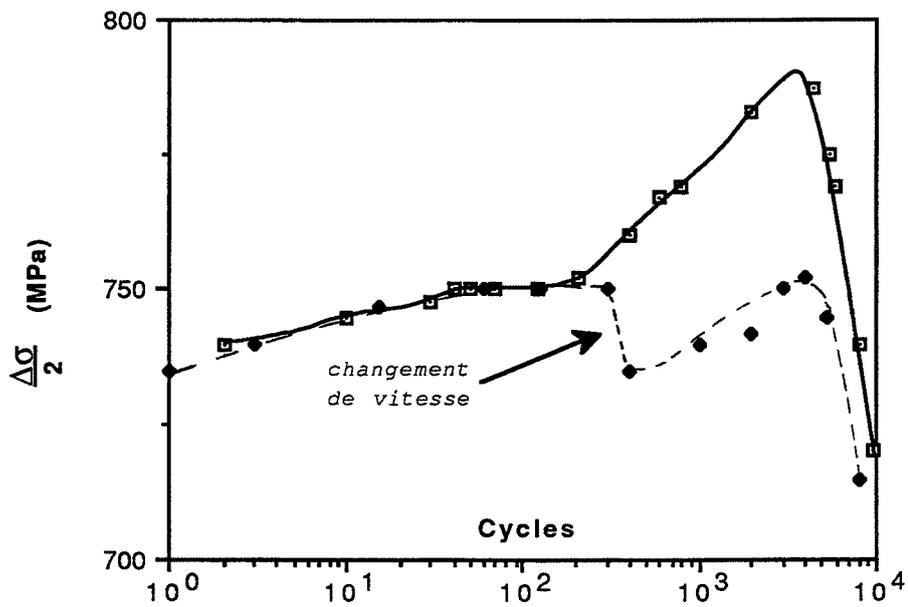


Figure IV.6 : sensibilité négative de l'alliage à la vitesse de déformation

La figure IV.5 montre les variations de contraintes avec le nombre de cycles, avant et après le vieillissement. Nous remarquons que les amplitudes de contraintes après vieillissement sont plus faibles qu'avant le vieillissement. Ainsi, la reconstitution des particules n'est pas à l'origine des instabilités de contraintes dans les conditions de nos essais.

Par ailleurs, les essais de fatigue sur la matrice écrouie ont également montré des décrochements de contrainte. En général, le phénomène de PLC traduit les interactions entre les dislocations mobiles et les atomes en solution dans l'alliage (FRIEDEL 1967) ; ce phénomène est également accompagné d'une sensibilité négative à la vitesse de déformation (STRUDEL 1979, PENNING 1972, KUBIN et ESTRIN 1985).

Ce dernier phénomène a été confirmé par deux essais de fatigue réalisés sur l'alliage traité TTB à 300°C avec  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = 4 \times 10^{-4}$ . Le premier essai est conduit à une vitesse de déformation de  $\dot{\epsilon}_p = 5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  jusqu'à la rupture. Le deuxième essai est commencé avec  $\dot{\epsilon}_p = 5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et est terminé avec  $\dot{\epsilon}_p = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Une diminution des contraintes d'environ 5% a été observée quand la vitesse de déformation a été augmenté : figure IV.6.

HAYES et HAYES (1982), ont montré que l'alliage Inco 600, qui est une solution solide de composition assez proche de celle de l'Inconel X-750, présentent les décrochements de contraintes pour des températures supérieures à 204°C avec des vitesses de déformation de  $8,3 \times 10^{-5}$  à  $3,7 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Les décrochements observés ont été attribués à l'interaction dynamique entre les dislocations et les atomes de carbone en interstice. Pendant que les dislocations sont momentanément bloquées par les précipités  $\gamma$ , les atomes de carbones viennent les ancrer.

D'autre part, l'interaction dynamique entre les atomes de solutés et les dislocations induisant les décrochements de contrainte n'existe que sur un domaine de température et de vitesse de déformation donné. Nous avons donc vérifié, par le calcul, si à 300°C ce phénomène peut se produire dans notre alliage. Selon STRUDEL (1979), la vitesse de déformation pour une température donnée doit être comprise entre  $\dot{\epsilon}_C$  et  $\dot{\epsilon}_F$ .

$$\dot{\epsilon}_C = 4 \rho_m \frac{kT}{U_B} C_v D' \quad \text{modèle de Cottrell}$$

$$\dot{\epsilon}_F = 2 \rho_m \frac{\sigma b^3}{kT} D \quad \text{modèle de Friedel}$$

$\rho_m$  : densité des dislocations mobiles  
~  $10^8 \text{ cm}^{-2}$



- $U_B$  : énergie de liaison dislocation - impuretés  
~ 0,1 eV (FRIEDEL 1967)
- $C_v$  : concentration de lacunes d'écroissage  
~  $10^3$
- $D$  : coefficient de diffusion des impuretés =  $D_0 \exp(-Q/RT)$   
 $D_0 \sim 0,4 \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$  ;  $Q \sim 37,5 \text{ kcal mol}^{-1}$  (VOICE et FAULKNER, 1987)
- $D'$  : coefficient de diffusion du couple lacune/impureté =  $D_0 \exp(-Q'/RT)$   
~  $10^{-13} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$  à  $300^\circ\text{C}$  (STRUDEL 1979)
- $\sigma$  : cisaillement appliqué au cristal  
~ 320 MPa

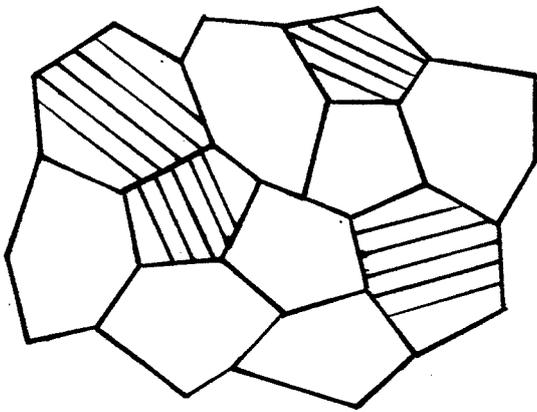
Avec les valeurs ci-dessus, la vitesse de déformation pour que le phénomène PLC apparaisse, devrait être

$$\begin{array}{ll} 10^{-20} \text{ s}^{-1} < \dot{\epsilon} < 10^{-14} \text{ s}^{-1} & \text{à } 20^\circ\text{C} \\ 10^{-7} \text{ s}^{-1} < \dot{\epsilon} < 10^{-2} \text{ s}^{-1} & \text{à } 300^\circ\text{C} \end{array}$$

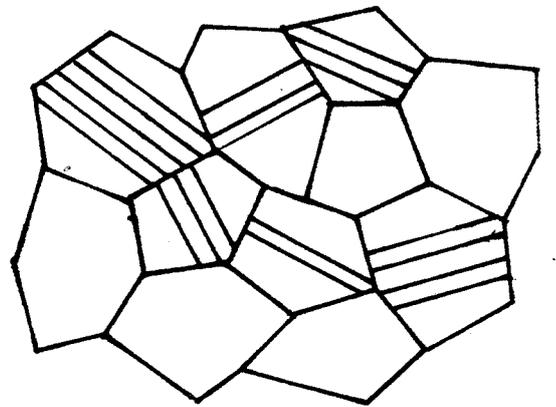
La condition de vitesse à  $300^\circ\text{C}$  correspond effectivement aux conditions de nos essais

#### IV.4.2 - RELATION PLC-MICROSTRUCTURE DE DEFORMATION

Au phénomène PLC est également associé une multiplication rapide des dislocations. Ainsi, on peut penser que *cette multiplication rapide " saturerait " assez vite certains grains en dislocations entraînant l'activation des systèmes de glissement dans les grains voisins non encore déformés plastiquement, c'est-à-dire que la formation des bandes de glissement dans d'autres grains se ferait à la suite de la " saturation en dislocations " dans certains grains. Par conséquent, la période de durcissement cyclique serait prolongée par rapport à celle de la température ambiante où les bandes de déformation sont pour la plupart formées dans les premiers cycles.*



20°C



300°C

**Figure IV.7 :** propagation des bandes de glissement à 300°C, facilitant la croissance des microfissures

*Une tendance à la stabilisation de la contrainte serait alors observée car il y aurait une compétition entre le durcissement, correspondant à la formation de bandes de glissement, et l'adoucissement, dû au cisaillement des précipités.*

*D'autre part, le nombre de grains déformés serait plus important qu'à 20°C, expliquant par exemple la réduction de la durée de vie à 300°C car les microfissures se trouveront assez proches ( dans les grains voisins ) les unes des autres et une croissance par microcoalescence pourrait avoir lieu plus fréquemment qu'à 20°C (figure IV.6)*

Cette hypothèse et les propriétés qui peuvent en découler ne sont pas en contradiction avec les microstructures de déformation et les propriétés mécaniques de l'alliage traité TTB. En effet, dans ce matériau la densité de dislocations a augmenté avec la température, les contraintes sont plus stables à 300°C qu'à 20°C et une réduction de la durée de vie a été également observé à 300°C.

En revanche, pour l'alliage traité TTA, l'augmentation de la densité de dislocations avec la température n'est pas vérifiée sur les microstructures de déformation. Deux autres hypothèses peuvent alors être avancées pour l'alliage traité TTA

Hypothèse 1 : il est possible que *la multiplication des dislocations se passe uniquement à l'intérieur des bandes (glissement très planaires dû à la présence des fins précipités  $\gamma$ ) où la densité de dislocations est assez difficile à évaluer ; de cette manière, l'effet de l'augmentation de la température sur les microstructures de déformation serait moins évident, tandis que macroscopiquement l'effet serait le même, c'est-à-dire, stabilisation des contraintes et réduction de la durée de vie.*

Cette explication nous semble satisfaisante pour l'alliage traité TTA en ce qui concerne les microstructures de déformation observées, les niveaux de contrainte, et les durées de vie ; en revanche, elle est en contradiction avec la diminution des taux de durcissement quand la température augmente ainsi qu'avec l'apparition tardive des microfissures à 300°C.

Hypothèse 2 : on peut également supposer que *la multiplication des dislocations se passerait dans tout le grain, et non seulement dans les bandes de glissement, mais elle concernerait d'abord les grains en surface avant de se propager en volume. Ainsi, l'observation des structures de dislocations au coeur de l'échantillon n'indiquerait pas une augmentation de la densité de dislocation.*



Cette hypothèse semble être plus descriptive de l'alliage traité TTA que la première mais elle est plus difficile à vérifier. LERCH et al. (1987) sur le Waspaloy à précipités cisailables ont trouvé que les microstructures de déformation en surface, observées sur des lames minces prélevées à la surface des éprouvettes sollicitées, sont très différentes de celles à l'intérieur de l'éprouvette : la déformation est plus homogène en surface qu'à coeur de l'échantillon.

Avec ces hypothèses en plus, les résultats macroscopiques peuvent être expliqués à partir des résultats à l'échelle microscopique sauf le fait que dans l'alliage traité TTB, le nombre de microfissures a tendance à diminuer quand l'amplitude de déformation augmente.

Malgré ce problème non résolu, nos résultats actuels peuvent être extrapolés pour comprendre le comportement de l'Inconel X-750 en milieu PWR.

## **IV.5 : COMPORTEMENTS DES MATERIAUX EN MILIEU PWR**

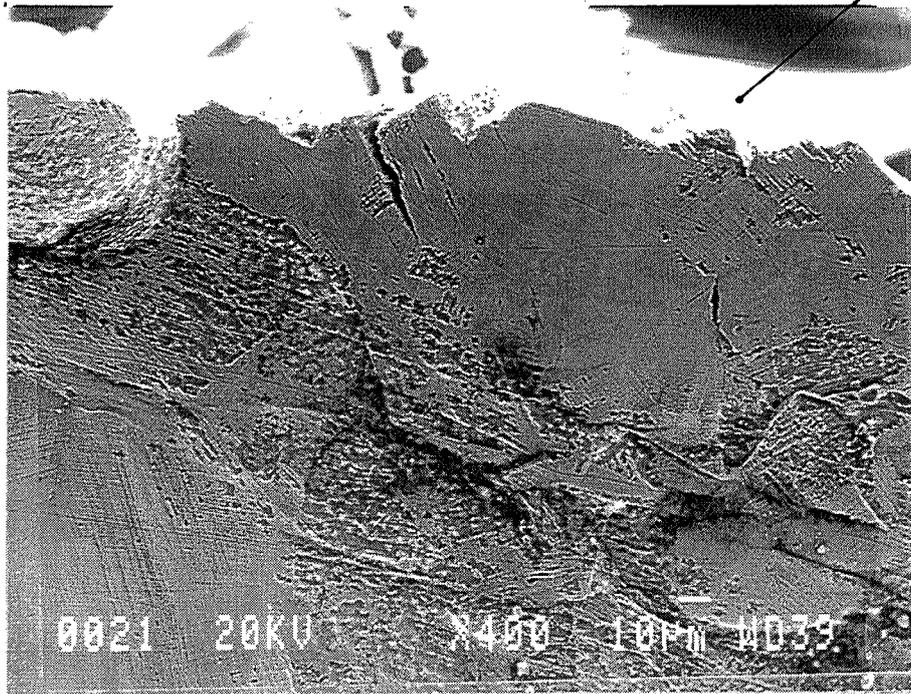
### **IV.5.1 - LES DIFFERENCES ENTRE LES DEUX ETATS LORS DES ESSAIS A L'AIR**

Nous avons vu, lors des essais de fatigue à  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2}$  imposée, que les réponses mécaniques des deux états différents de l'Inconel X-750 sont équivalentes. Même si l'alliage traité TTB présente une meilleure tenue à la fatigue, l'écart entre les durées de vie, pour la même  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2}$ , est moins de 30% ; l'écart s'estompe à 300°C.

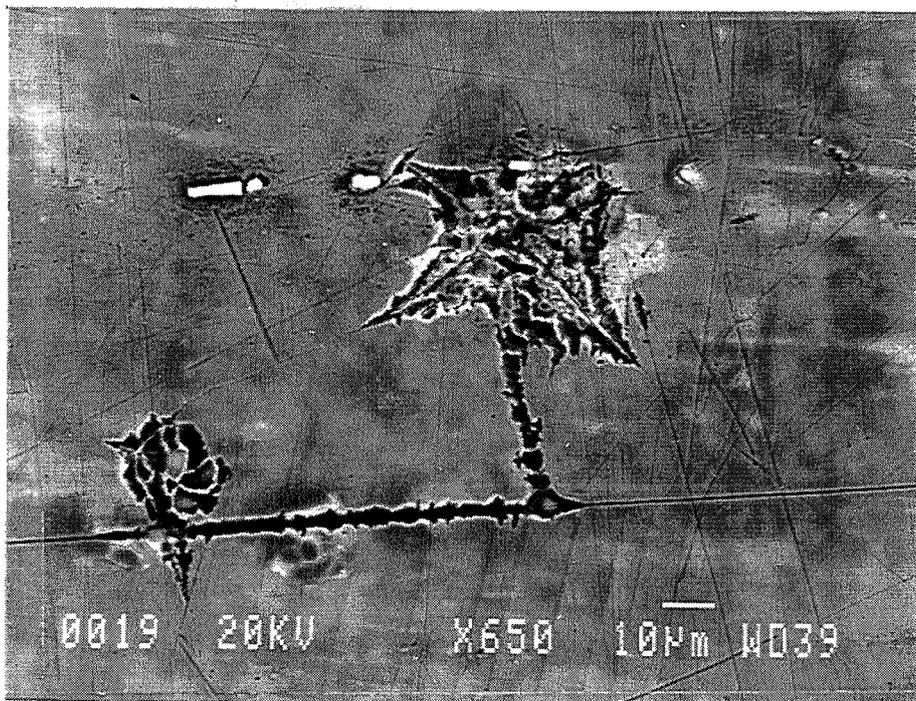
De la même manière, les caractéristiques de traction des deux matériaux sont assez proches avec un allongement à la rupture de l'alliage traité TTA légèrement supérieur à celui de TTB.

En revanche, la différence au niveau des microstructures de déformation est plus marquante avec :

- une déformation plus homogène dans l'alliage traité TTB en traction monotone et en fatigue plastique ; cette homogénéisation est due à la présence des gros précipités  $\gamma'$  et à l'homogénéité de la taille de grain. En effet, dans l'alliage traité TTA, la déformation est concentrée dans les gros grains et à l'intérieur des bandes de glissement. L'effet est plus accentué lorsque la déformation est faible en fatigue plastique



**Figure IV.8 :** alliage traité TTA - état de la surface au voisinage du faciès de rupture  
 $\Delta\sigma/2 = 220$  MPa - milieu PWR



**Figure IV.9 :** alliage traité TTA - loin de la surface de rupture  
 $\Delta\sigma/2 = 220$  MPa - milieu PWR

- à faible déformation, en traction monotone, les dislocations dans l'alliage traité TTB se trouvent préférentiellement près des joints de grains. Ceci est dû au fait que les zones autour des joints de grain sont des zones " molles " dépourvues de gros précipités  $\gamma'$ .

En milieu PWR, l'écart entre les propriétés mécaniques de l'alliage traité TTA et de l'alliage traité TTB est considérable. Par exemple l'allongement à rupture de l'alliage traité TTB qui était rompu par corrosion intergranulaire est de 9,5% et celui de l'alliage traité TTA dans le même milieu et les mêmes conditions est de 26,5% (BLANCHET et al., 1985) ; en fatigue à contrainte imposée, avec une amplitude de 400 MPa, le nombre de cycles à rupture de l'alliage traité TTB est de 6 800 000 et celui de TTA est de 375 000 (AMZALLAG et al., 1986).

Avant de relier les différences que nous avons pu mettre en évidence lors des observations microscopiques avec les propriétés mécaniques en milieu PWR, nous avons examiné l'effet du milieu PWR sur l'alliage.

#### IV.5.2 - EFFET DU MILIEU PWR

Des éprouvettes de l'alliage traité TTA ont été sollicitées à Unirec en fatigue à contrainte imposée en milieu PWR. Les éprouvettes ont été polies électrochimiquement avant les essais pour pouvoir observer leur surface après les sollicitations.

Les études sur répliques, ou directement au MEB, ont montré que lorsque les éprouvettes sont rompues, les microfissures se trouvent uniquement au voisinage immédiat de la fissure principale ; les microfissures sont au nombre de 5 / mm<sup>2</sup> et elles ont des longueurs inférieures ou égales à 150  $\mu$ m, taille des gros grains. Lorsque les éprouvettes ne sont pas rompues, nous n'avons pas trouvé de microfissures.

Les observations au MEB sont représentées par les figures IV.8 et IV.9 : ces clichés ont été pris respectivement au voisinage immédiat de la surface de rupture et loin de la surface de rupture. Près du faciès, la surface de l'éprouvette est fortement perturbée avec apparemment une dissolution du matériau à plusieurs endroits. Sur la figure IV.9, une attaque du milieu peut être également observée le long de certaines rayures de surface, ou sur les petites imperfections comme les microtrous formés lors du polissage électrolytique. En revanche, sur la même figure, on peut constater qu'il n'y pas d'attaque le long des lignes de glissement



Ceci laisse présager que l'attaque se fait préférentiellement à partir d'une certaine profondeur, ou hauteur critique des imperfections de surface et/ou à partir d'une certaine contrainte critique de surface.

#### **IV.5.2.1 - CONSÉQUENCES SUR LES CARACTÉRISTIQUES MÉCANIQUES EN FATIGUE CORROSION**

Dans le domaine d'endurance, la déformation plastique correspondante est très faible et par conséquent il y aura très peu de bandes de glissement formés. Dans l'alliage traité TTA ces bandes se trouveront essentiellement dans les gros grains et la déformation sera fortement localisée dans les bandes de glissement. Comme la déformation est plus homogène dans l'alliage traité TTB, grâce au contournement des gros précipités  $\gamma'$ , que dans l'alliage traité TTA, nous pouvons prévoir que le nombre de cycles nécessaires pour atteindre la hauteur critique de la marche de glissement pour amorcer les microfissures ou l'attaque du milieu sera plus important dans l'alliage traité TTB. Ensuite, l'attaque du milieu, par dissolution du matériau dans les endroits à reliefs et/ou de concentration de contrainte comme les fonds de fissure, creusera encore plus l'écart entre les durées de vie de l'alliage traité TTA et de l'alliage traité TTB.

Ainsi, une bonne tenue à la fatigue corrosion sera assurée par un mécanisme rendant la déformation homogène.

#### **IV.5.2.2 - CONSÉQUENCES SUR LA RÉSISTANCE À LA CORROSION INTERGRANULAIRE SOUS CONTRAINTE**

Les observations en MET des échantillons sollicités en traction monotone, à faible déformation ont montré que la densité de dislocations autour des joints dans l'alliage traité TTB est remarquablement élevée par rapport à la densité dans l'alliage traité TTA.

D'autre part, les précipités intergranulaires dans l'alliage traité TTB sont discontinus alors que dans l'alliage traité TTA, ils sont semi-continus lui assurant une meilleure tenue mécanique des joints.

Par ailleurs, le milieu pourrait attaquer les endroits de concentration de contrainte comme les joints de grains de l'alliage traité TTB.

Il s'ensuit que dans l'alliage traité TTB, l'amorçage des fissures intergranulaires serait plus précoces que dans l'alliage traité TTA.



### IV.5.3 - EVENTUELLE AMELIORATION DE L'INCONEL X-750

D'après ce qui a été dit précédemment, trouver le matériau idéal, c'est-à-dire avoir une bonne résistance à la corrosion sous contrainte intergranulaire et une bonne tenue à la fatigue corrosion, consisterait :

- d'une part à trouver un traitement thermique permettant d'avoir des précipités  $\gamma$  répartis uniformément dans tout le grain, avec des précipités intergranulaires semi-continus : ceci pour la bonne résistance à la corrosion intergranulaire ;
- et d'autre part, à favoriser des déformations homogènes au niveau du grain pour retarder l'apparition des microfissures.

Ainsi, pour améliorer la tenue en fatigue de l'alliage traité TTA, on peut par exemple prolonger le temps de vieillissement à 704 °C. Les précipités  $\gamma$  vont croître et atteindre la taille critique de contournement rendant ainsi la déformation plus homogène. Pour notre alliage, la taille critique de contournement d'après la relation proposée par GUYOT ( chapitre I ) est de  $r \sim 15$  nm. Si la croissance des précipités suit la loi classique

$$r^3 = r_0^3 + kt$$

$r_0$  : rayon à  $t=0$  ;  $r_0 = 3$  nm (BENHAMOU et POITRENAUD, 1986)

$t$  : temps de vieillissement

$k$  : constante dépendant de la température

=  $5,48 \times 10^{-30} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$  à 704 °C (détermination à partir de l'état TTA)

il faudra prolonger le traitement à 704°C jusqu'à 180 heures

En revanche, la tenue à la corrosion intergranulaire sous contrainte de l'alliage traité TTA pourrait être dégradée par ce traitement pendant 180 h à cause de la diffusion du Cr vers le joint. Car si les zones autour des joints sont appauvries en Cr les atomes de Ti et Al au voisinage seront dissouts créant des zones molles dépourvues de précipités et donc des zones de concentration de déformation plastique.

D'après MISHRA et MOORE (1987a et 1987b) qui ont fait des tests de corrosion sous contrainte sur l'INCONEL X-750, l'indice de corrosion sous contrainte\*  $I_{csc}$ , pour l'alliage

---

\* $I_{csc} = \frac{1+A}{1+A(PWR)} \times \frac{R_m}{R_m(PWR)}$  A: allongement à la rupture ;  $R_m$  : contrainte maximale plus l'indice est élevé, moins le matériau résiste à la corrosion sous contrainte



vieilli pendant 200 h à 704°C est de  $I_{csc} = 0,37$  à  $\dot{\epsilon} = 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ . Pour la même vitesse de déformation et d'après les résultats de BLANCHET et al.(1985),  $I_{csc} = 0,22$  pour l'alliage traité TTB.

Cet exemple montre le rôle important du traitement thermique dans ce type d'alliage.

Les modes de précipitation intergranulaire de l'Inconel X-750 ont été étudiés par TREPIED et al. (1985), MIGLIN et DOMIAN (1987) et ceux de l'alliage Inconel 690 par KAI et LIU (1989). Ils en ont conclu que la précipitation semi-continue des carbures aux joints est assurée par un maintien à 700°C pendant suffisamment de temps ; de plus à cette température la précipitation de la phase  $\gamma$  dans la matrice peut aller jusqu'aux joints.

Le travail de TSUBOTA, HATTORI et KANEKO (1988) concernant l'effet de la température et la durée de maintien, sur la limite élastique, la susceptibilité à la corrosion sous contrainte, et la susceptibilité à la corrosion intergranulaire montre qu'un vieillissement à 700°C pendant 100 h pourrait améliorer ces propriétés de l'Inconel X-750 .

D'après nos calculs, un tel traitement conduirait à une microstructure de  $\gamma$  de diamètre 25 nm environ, pour une précipitation monomodale, et des tailles de grains hétérogènes. On peut essayer de prévoir qualitativement le comportement en fatigue d'un tel matériau : les précipités  $\gamma$  sont plus gros que ceux dans l'alliage traité TTA, la déformation sera donc plus homogène que dans l'alliage traité TTA car il y a des fortes chances de trouver plus de petites boucles glissiles que dans l'alliage traité TTA. La contrainte nécessaire pour la formation des petites boucles de diamètre 25 nm est de 1250 MPa environ contre 1700 MPa dans l'alliage traité TTA.

En revanche, il n'est pas évident qu'un tel matériau ait une meilleure tenue à la fatigue corrosion que l'alliage traité TTB car d'une part, les précipités ont encore des diamètres légèrement inférieurs au diamètre critique de contournement conduisant à une déformation plus ou moins planaire ; et d'autre part il reste encore le problème lié à l'hétérogénéité de la taille des grains.

Néanmoins, la microstructure dépend aussi de la teneur en Cr, qui joue un rôle important sur la précipitation et la résistance à la corrosion intergranulaire ; la teneur en Al et Ti est également importante pour la formation de la phase  $\gamma$ . Il n'est pas impossible que les propriétés de l'alliage soient améliorées en augmentant la teneur en Cr pour éviter la déchromisation autour des joints. Ainsi la précipitation de la phase  $\gamma$  pourrait avoir lieu jusqu'aux joints pour des temps de maintien suffisamment longs, permettant aux particules de dépasser la taille critique de contournement.



## IV.6 : CONCLUSION

Dans cette étude, nous avons essayé de faire ressortir l'importance du traitement thermique, et donc de la microstructure sur les mécanismes de la déformation plastique, et par conséquent, l'importance de la microstructure sur les propriétés en corrosion sous contrainte et en fatigue corrosion de l'Inconel X-750, en milieu PWR. En effet, de la microstructure dépend le mode de déformation, et la connaissance du mode de déformation permet une meilleure compréhension de l'endommagement du matériau. Nous avons mené les études sur deux états différents de l'Inconel X-750 :

- état TTA : caractérisé par une précipitation fine et uniforme de la phase  $\gamma'$ , d'une précipitation intergranulaire de  $M_{23}C_6$  riche en Cr, semi-continu, et d'une hétérogénéité de la taille de grain. Cette microstructure présente une bonne tenue à la corrosion sous-contrainte
- état TTB : il présente une double population de la taille des précipités  $\gamma$  ; les gros précipités  $\gamma$  sont absents au voisinage immédiat des joints de grains sur une zone large de 0,5  $\mu\text{m}$  environ. La précipitation intergranulaire,  $M_{23}C_6$  et  $\gamma$ , est discrète ; la taille des grains est relativement homogène. Cette microstructure conduit à une meilleure tenue en fatigue corrosion ( milieu PWR )

Les observations de la surface et des microstructures de déformation à coeur de l'alliage, en traction monotone et en fatigue plastique à  $\Delta\epsilon_p/2$  imposée, à l'air, nous ont permis de formuler les résultats suivants :

- 1) - en début de la déformation, les fins précipités  $\gamma$  sont cisailés par des superdislocations et les gros précipités  $\gamma$  sont contournés. L'énergie de paroi de phase correspondante est environ 190  $\text{mJ/m}^2$  ; elle a été déterminée par l'étude de l'équilibre des dislocations dans un empilement. Le cisaillement des précipités  $\gamma$  par des paires de dislocations rend le glissement planaire, développant ainsi une structure en bandes ; le contournement des gros précipités  $\gamma$  dans l'alliage traité TTB tend néanmoins à homogénéiser la déformation se traduisant par des espaces interbandes plus riches en dislocations. Par conséquent, la déformation dans l'alliage traité TTA est plus localisée que dans l'alliage traité TTB
- lorsque la densité de dislocations est assez importante dans le grain, avec différents types de dislocations sur le même plan de glissement, la dissociation locale des dislocations parfaites et leur interaction avec d'autres partielles peuvent conduire à un



cisaillement suivi d'un contournement des précipités, selon le mécanisme proposé par GUIMIER (1972). Ce mode de franchissement se traduit par l'observation des boucles de dislocations, de la même taille que les précipités, délimitant des systèmes de franges. Les mesures de distance entre les dislocations partielles ont donné une énergie de défaut d'empilement de la matrice comprise entre 18 et 30 mJ m<sup>-2</sup>

- l'augmentation de la température à 300°C n'a pas d'influence significative sur ces mécanismes de durcissement.

2)- - d'après l'observation des surfaces des éprouvettes rompues en fatigue corrosion, à contrainte imposée, il semble que l'attaque corrosive, avec une dissolution du matériau, se fasse à partir des imperfections de la surface. Ces attaques paraissent s'initier préférentiellement sur les imperfections ayant une profondeur ou une hauteur critique telles que les bandes de glissement ou les microfissures, ou sur les endroits présentant une certaine concentration de contrainte comme les joints de grains ou les fonds de fissures.

- l'observation des surfaces des éprouvettes sollicitées en fatigue plastique à l'air montre que les microfissures s'amorcent dans les bandes de glissement. L'hypothèse selon laquelle les microfissures s'amorcent à partir d'une hauteur critique de la marche de glissement paraît être vérifiée pour l'Inconel X-750 : plus la déformation est homogène, plus l'apparition des microfissures est repoussée.

3)- - l'augmentation de la température a pour effet de prolonger la période de durcissement cyclique de notre alliage, augmentant ainsi les contraintes à demi-durée de vie par rapport aux valeurs obtenues à 20°C. D'autre part, l'apparition des microfissures est plus tardive mais les durées de vie ont été réduites à 300°C : ceci suppose une croissance rapide des microfissures à cette température.

4)- - en fatigue plastique, des petites boucles de dislocations parfaites et glissiles de la même taille que les fins précipités  $\gamma$  se sont formées mais elles sont plus rares que les boucles fautées. Dans l'état actuel de nos connaissances, leur formation semble impossible d'après un calcul classique de la contrainte de contournement



- pour l'alliage traité TTB, contrairement à l'alliage traité TTA ou d'autres alliages CFC monophasés, le nombre de microfissures diminue quand la déformation imposée augmente.

Les résultats acquis de cette étude permet de comprendre les comportements de l'alliage Inconel X-750 suivant le traitement thermique qu'il a subi. En plus, ces résultats donnent des résultats complémentaires sur la microfissuration en fatigue plastique des alliages biphasés à faible énergie de faute d'empilement ; ils peuvent nous aider à prévoir les comportements des autres superalliages de faible fraction volumique qui sont beaucoup utilisés pour des températures intermédiaires.

Certains points abordés dans cette étude tels que la formation des petites boucles de dislocations ou la relation entre PLC et amorçage des microfissures méritent cependant une étude plus approfondies car leur compréhension et par la suite leur exploitation permettraient d'améliorer la tenue en fatigue de ces types d'alliage.



## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**



ADDA Y., DUPOUY J.M., PHILIBERT J., QUERE Y.

" Elément de Métallurgie Physique ", T.5, édité par le CEA 1979

AKHTAR A., TEGHTSOONIAN E.

Métall. Trans., vol.2, 1971, p. 2757

AMZALLAG C., GAYOT J.J.

" Etude du comportement en fatigue des alliages X-750 et 718 pour des tubes guides de grappe ", Rapport n° 1801 Unirec - 1986

ARDELL A.J.

Philos. Mag., 16, 1967, p.147

ARDELL A.J.

Métall. Trans. A, 16A, 1985, p. 2131

ARDELL A.J., MUNJALL V, CHELLMAN D.J.

Métall. Trans. A, 7A, 1976, p.1263

BAKER I., SCHULSON J.A., HORTON E.M.

Acta Metall., vol. 35, n° 7, 1987, p. 1533

BALUC N., BONNEVILLE J., MARTIN J.L.

Colloque Plasticité 89, 1989 Saint-Etienne

BASINSKI Z.S., BASINSKI S.J.

Acta Metall., vol 33, n° 7, 1985, p.1307

BEARDORM P., DAVIES R.G., JOHNSTON T.L.

Trans. AIME, 245, 1969, p.1537

BEESTON B.E.P., DILLAMORE I.L., SMALLMAN R.E.

Metals Science Journal, 2, 1968, p. 12

BEESTON B.E.P., FRANCE L.K.

J. Inst. Met., vol. 96, 1968, p. 105

BENHAMOU C., POITRENAUD P.

" Framatome Experience and Programs in relation with guide tube Support Pin Cracking ", Clearwater Beach 1986

BETTERIDGE W., HELSOP J.

" The Nimonic Alloys and other Ni - Base high temperature Alloys ",  
Edward Arnold 1974

BETTERIDGE W., SHAW S.

Mater. Sci. Technol., 3, 1987, p. 682

BLANCHET J., LE BILCOT R.

" Stress Corrosion Cracking of Inconel X-750 ",  
Rapport Framatome, Oct. 1985

BONDA N.R., POPE D.P., LAIRD C.

Acta Metall., vol 35, n° 9, 1987a, p. 2371

BONDA N.R., POPE D.P., LAIRD C.

Acta Metall., vol 35, n° 9, 1987b, p. 2385

BRECHET Y.

Thèse Université de Grenoble 1987

BRECHET Y., LIVET F.

J. Phys., 1987, C3 - 717

BRECHET Y., LOUCHET F., VERGER-GAUGRY J.L.

J. Phys., 1987, C3 - 709

BROWN L.M., HAM R.K.

" Strengthening Methods in Crystals ", A. Kelly and R.B. Nicholson, Eds  
Halsted Press Division, John Wiley & Sons, New York NY 1971

CALABRESE C., LAIRD C.

Mat. Sci. Eng., 13, 1974, p.141 et p. 159

CASTAGNE J.L.

J. Phys., tome 27, 1966, C3 - 233

CASTAGNE J.L., PINEAU A., SINDZINGRE M.

C. R. Acad. Sci. Paris, t-263, 1966, C - 1465

CHARSLEY P.

Mat. Sci. Eng., 47, 1981, p.181

CLAVEL M.

Thèse Doct. ès S. Phys., Poitiers **1980**

CLAVEL M., PINEAU A.

Mat. Sci. Eng., 55, **1981**, p. 157

COCKAYNE D.J.H., JENKINS M.L., RAY I.L.F.

Philos. Mag., 24, **1971**, p.1383

COCKAYNE D.J.H., RAY I.L.F., WHELAN M.J.

Philos. Mag., 20, **1969**, p.1265

CONDAT M., DECAMPS B.

Scr. Metall., 21, **1987**, p. 607

DECAMPS B., CONDAT M.

J. Microsc. Spectrosc. Electron., 11, **1986**, p.141

DHERS J., DRIVER J.

" Basic Mechanisms in fatigue of Metals "

Edition P. Lukas, J. Polak - Academia **1988**

DICKSON J.I., HANDFIELD L., L'ESPERANCE G.

Mat. Sci. Eng., 81, **1986**, p. 477

DORN J.E., GUYOT P., STEFANSKY T.

" Physics of Strength and Plasticity ", ed. by A.S. Argon **1969**

EDINGTON J.N.

" Interpretation of Transmission Electron Micrographs "

N.V. Philips, Gloeilampenfabrieken, Eindhoven **1975**

ESSMAN U., MUGHRABI H.

Philos. Mag. A, vol. 40, n° 6, **1979**, p.731

FOREMAN A.J.E., MAKIN M.J.

Philos. Mag., 14, 131, **1966**, p. 911

FOURNIER D., PINEAU A.

Metall. Trans.A, 8A, **1977**, p. 1095

FRIEDEL J.

" Dislocations ", Pergamon Press 1964

FRITZEMEIR L.G., TIEN J.K.

Acta Metall., vol. 36, n° 2, 1988a, p. 275

FRITZEMEIR L.G., TIEN J.K.

Acta Metall., vol. 36, n° 2, 1988b, p. 283

GABB T.P., MINER R.V., GAYADA G.E.,

Metall. Trans. A, 17A, 1986, p. 497

GABB T.P., MINER R.V., GAYADA G.E.

Scr. Metall., 20, 1986, p. 513

GALLAGHER P.C.J.

Metall. Trans., vol. 1, 1970, p. 2429

GENTZIBITTEL J.M., ESNOUF C., FOUGERES R.

J. Phys., 1987, C3 - 721

GERLAND M., MENDEZ J., VIOLAN P., AIT SAADI B.

Mater. Sci. Eng., A118, 1989, p.83

GLEITER H., HORNBORGEN E.

Phys. Status Solidi, 12, 1965, p. 235

GORLIER C.

Thèse ENSMSE 1984

GRÄF M., HORNBORGEN E.

Scr. Metall., 12, 1978, p. 147

GROSE D.A., ANSELL G.S.

Metall. Trans. A, vol. 12A, 1981, p. 1631

GUIMIER A.

Thèse Doc. ès S. Physiques, Nancy I 1972

GUYOT P.

Philos. Mag., vol. 24, 1971, p. 987

HAYES R.W., HAYES W.

Acta Metall., vol. 30, 1982, p.1295

HIRSCH P.B., HOWIE A., NICHOLSON R.B., PASHLEY D.W., WHELAN M.J.

" Electron Microscopy of thin Crystals ", London Butterworths 1965

HIRTH J.P., LOTHE J.

" Theory of Dislocations ", John Wiley & Sons 1982

HUIS IN'T VELD A.J., BOOM G., BRONSVELD P.M., DE HOSSON TH.M.

Scr. Metall., 19, 1985, p. 1123

HUNSCHE A., NEUMAN P.

Acta Metall., 34, 2, 1986, p. 207

HWANG S.K., LEE H.N., YOON B.H.

Metall. Trans. A, 20A, 1989, p. 2793

JOUFFREY B.

" Méthodes et techniques nouvelles d'observation en métallurgie physique "  
Société Française de Microscopie Electronique, Paris 1972

KAI J.J., LIU M.N.

Scr. Metall., 23, 1989, p. 17

KEAR B.H., OBLAK J.M., GIAMEI A.F.

Metall. Trans., 1, 1970, p. 2477

KING J.E.

Mater. Sci. Technol., vol. 3, 1987, p. 750

KÖHLER E., BISCHOFF E., GEROLD V.

Scr. Metall., 18, 1984, p. 699

KUBIN L.P., ESTRIN Y.

Acta Metall., 33, 1985, p. 397

LAIRD C., CHARSLEY P., MUGHRABI H.

Mater. Sci. Eng., 81, 1986, p. 433

LEPINOUX J., KUBIN P.

Philos. Mag., vol. 5, 1984, p. 631

LEPINOUX J., KUBIN P.

Philos. Mag., vol. 51, 1985, p. 675

LEPISTÖ T., KETTUNEN P.

Scr. Metall., 16, 1982, p. 1145

LEPISTÖ T., KUOKKALA V., KETTUNEN P.

" Basic Mechanisms in Fatigue of Metals ", Academia, Prague 1988

LERCH B.A., GEROLD V.

Metall. Trans. A, 18A, 1987, p. 2135

LERCH B.A., GEROLD V.

Acta Metall., vol. 33, n° 9, 1985, p. 1709

LERCH B.A., JAYARAMAN N., ANTOLOVICH S.D.

Mater. Sci. Eng., 66, 1984, p. 151

LIN T.L., MAO WEN

Mater. Sci. Eng., A 128, 1990, p. 23

LORETTO M.H., SMALLMAN R.E.

" Defect Analysis in Microscopy Electron ", Chapman and Hall, London 1975

MAGNIN T., DRIVER J., LEPINOUX J., KUBIN L.P.

Rev. Phys. Appl., 19, 1984, p. 467

MENDEZ J., VIOLAN P.

" Amorçage en fatigue et compteurs de dommages "

Journées de Printemps Paris 1991, édition de la revue de Métallurgie

MIGLIN M.T., DOMIAN H.A.

J. Eng. Mater. Technol., vol. 9, n° 2, 1987, p. 113

MILLIGAN W.N., ANTOLOVICH S.D.

Metall. Trans. A, 18A, 1987, p. 85

MILLS W.J.

Metall. Trans. A, 11A, 1980, p. 1039

MISHRA B., MOORE J.J.

Scr. Metall., 21, 1987, p. 1179

MISHRA B., MOORE J.J.

Metall. Trans. A, 19A, 1987, p. 1295

MUGHRABI H.

Mater. Sci. Eng., 33, 1978, p. 207

MUGHRABI H.

Scr. Metall., vol. 13, 1979, p. 479

MUGHRABI H.

" Dislocation et Déformation Plastique ", Yrivals 1979, Edition de Physique

MUGHRABI H.

Acta Metall., vol. 31, n° 9, 1983, p. 1367

NEMBACH E., SUZUKI K., ICHIHARA M., TAKEUCHI S.

Philos. Mag., vol. 56, n° 4, 1987, p. 439

NILSON J.O.

Scr. Metall., 77, 1983, p. 593

PENNING P.

Acta Metall., 20, 1972, p. 1169

RAHOUAD J R., MENIGAULT J., CLAVEL C.

Mater. Sci. Eng., 93, 1987, p. 181

RAMADE C.

Thèse ENSMSE 1990

RAYNOR D., SILCOK J.M.

Metals Science Journal, 4, 1970, p. 121

REPPICH B., SCHEPP P., WHENER G.

Acta Metall., vol. 30, 1982, p. 95

REPPICH B., KÜHLEIN W, MEYER G., SCHULZ M., SCHUMANN G.

Mater. Sci. Eng., 83, 1986, p. 45

SAXENA A., ANTOLOVICH S.D.

Metall. Trans. A, 6A, 1975, p. 1809

SHARMA K.K., BANERJEE D., TEWARI S.N.

Mater. Sci. Eng., A 104, 1988, p. 131

SIMS C., HAGEL W.C.

" The Superalloys ", A. Wiley 1972

SINGH V., SUNDARARAMAN M., CHEN W., WAHI R.P.

Metall. Trans. A, 22A, 1991, p. 499

STEINER D., BEDDOE R., KORTOZ G., SCHMELCZER R.

Scr. Metall., 17, 1983, p. 733

STOLTZ R.E., PINEAU A.

Mater. Sci. Eng., 34, 1978, p. 275

STRUDEL J.L.

" Dislocations et déformation plastique ", Yrivals 1979, Edition de Physique

SUNDARARAMAN M., CHEN W., SINGH V., WAHI R.P.

Acta Metall., vol. 38, n°10, 1990, p. 2813

TREPIED L., ROMAIN A., BENHAMOU C.

" Caractérisation métallurgique du matériau Inconel X-750 - Influence du traitement thermique ", Rapport Framatome EEM DC 0427 1985

TSUBOTA M., HATTORI K., KANEKO T.

Corrosion Nace, vol. 44, n° 21, 1988, p. 73

VENKATARAMAN G., CHUNG Y.W., NAKASONE Y., MURAT.

Acta Metall., vol. 38, n° 1, 1990, p. 31

VINCENT J.N., REMY L.

" Amorçage des fissures sous sollicitations complexes "

Journées Internationales de Printemps, SFM, Paris 22-23 Mai 1984

VOGEL W., WILHELM M., GEROLD V.

Acta Metall., vol. 30, 1982, p. 21

VOICE W.E., FAULKNER R.G.

J. Mater. Sci., 22, 1987, p. 4221

WILLAIME C.

" Initiation à la microscopie électronique par transmission "

Minéralogie - Sciences des Matériaux

Société Française de Minéralogie et de Cristallographie, Paris 1987

WINTER A.T.

Philos. Mag., 30, 1974, p. 179

WINTER A.T., PEDERSEN O.B., RASMUSSEN K.V.

Acta Metall., 29, 1981, p. 735

XIE X.S., CHEN G.L., MC HUGH P.J., TIEN J.K.

Scr. Metall., vol. 16, 1982, p. 483

YOO M.H., HORTON J.A., LIU C.T.

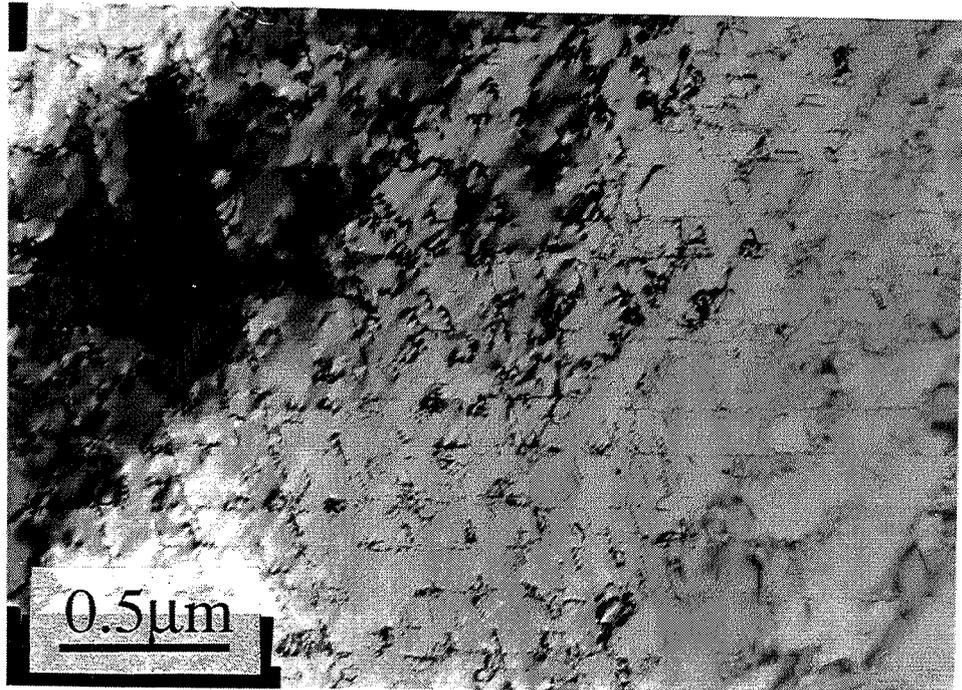
Acta Metall., vol.36, n° 11, 1988, p. 2935



# **ANNEXES**



**ANNEXE 1**



**Figure A1** : microstructure de la matrice écrouie de l'Inconel X-750, observée au MET, avant les essais mécaniques conduits à l'EMSE

## ANNEXE 1

### CARACTERISTIQUES DE LA MATRICE ECROUIE

L'état " matrice écrouie " de l'Inconel X-750 a été également fourni par Imphy S.A. sous-forme de barre. Il est issu de la coulée YX822, différente de celle de l'alliage traité TTA et de l'alliage traité TTB, mais la même que celle des matériaux étudiés à Unirec.

La composition chimique de la coulée YX822 est indiquée sur le tableau suivant :

C	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Fe	Ti	Nb	Al	Co	Cu
0,048	0,21	0,31	0,001	0,006	72,9	15,54	6,77	2,41	1	0,77	0,05	100ppm

La matrice écrouie a subi le traitement thermomécanique suivant :

- recuit à 1150°C pendant 1 heure, après le laminage à chaud
- refroidissement à l'eau
- déformation à froid de 15%

La microstructure observée au MET est caractérisée par une densité assez importante de dislocations (figure A1). Les empilements observés indiquent un caractère plan des glissements.

Les éprouvettes, dont les dimensions sont les mêmes que celles indiquées sur la figure II.1, ont été prélevées dans le sens long de la barre.

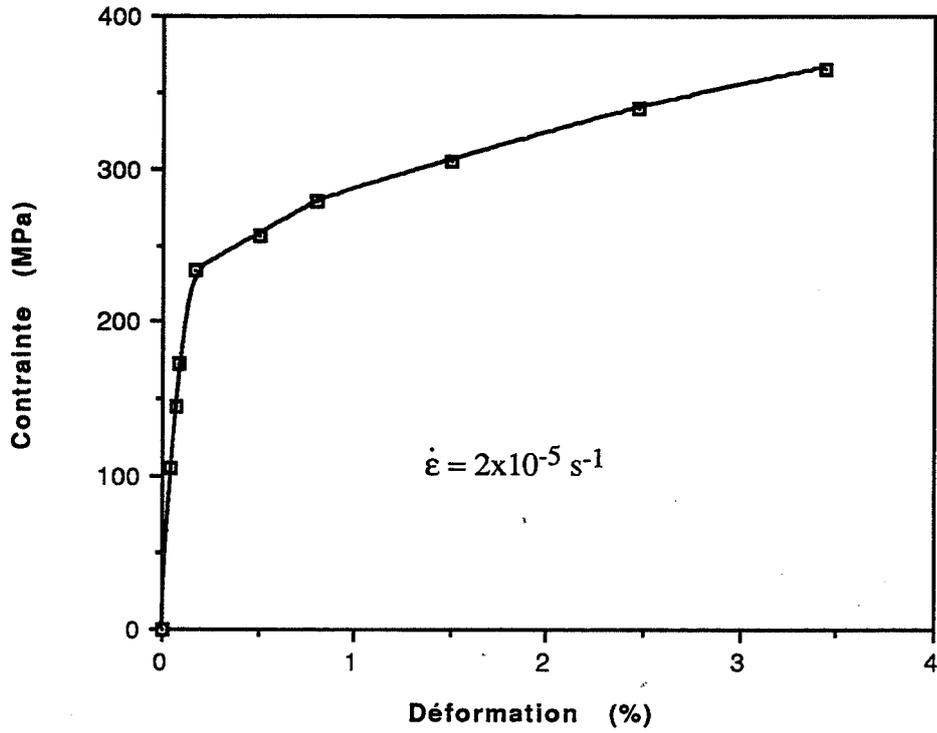


Figure A2 : courbe de traction à la température ambiante

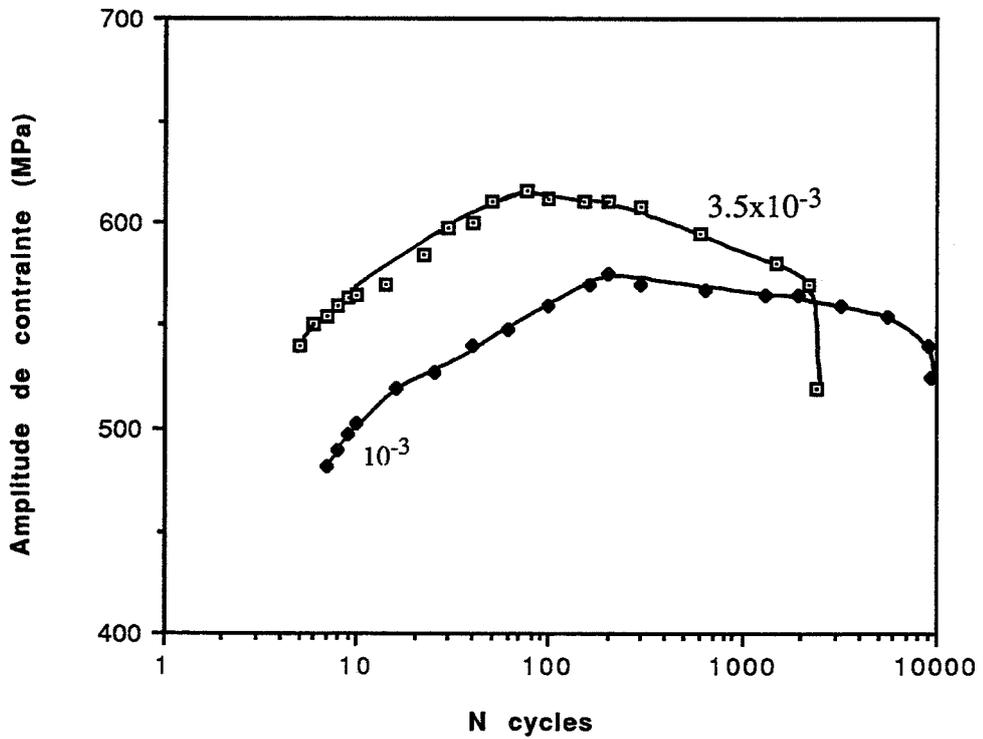


Figure A3 : évolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles à la température ambiante

### **A1.1 : LIMITE ELASTIQUE DE LA MATRICE INCONEL X-750**

Avant l'essai de traction, l'éprouvette issue de la barre écrouie a été portée à 1100°C pendant 1 heure, puis trempée à l'eau, et finalement polie mécaniquement.

L'essai de traction a été fait à la température ambiante, avec une vitesse de déformation de  $\dot{\epsilon} \sim 2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . La courbe correspondante est représentée sur la figure A2.

### **A1.2 : ESSAIS DE FATIGUE**

Comme pour le cas des états TTA et TTB, les éprouvettes ont été polies mécaniquement puis électrochimiquement, avant les essais de fatigue.

La vitesse de déformation plastique sur un cycle est de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

#### **FATIGUE À LA TEMPÉRATURE AMBIANTE**

Les courbes d'évolution des contraintes en fonction du nombre de cycles, pour différentes valeurs de  $\frac{\Delta \epsilon_p}{2}$  sont représentées sur la figure A3.

La matrice écrouie présente également une période d'adoucissement après une période de durcissement cyclique. On note, néanmoins, que le taux d'adoucissement est moins important que dans le cas de l'alliage à précipités. Par exemple à  $\frac{\Delta \epsilon_p}{2}$ , les taux d'adoucissement, par rapport à l'amplitude maximale de contrainte sont de :

- 20% pour l'alliage traité TTA
- 22% pour l'alliage traité TTB
- 6% pour la matrice écrouie

#### **FATIGUE À 300°C**

L'alliage présente des instabilités de contrainte pour  $\dot{\epsilon} \sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . L'allure des courbes d'évolution des contraintes avec le nombre de cycles est très différente de celle obtenue à 20°C et celle de l'alliage traité TTA et de l'alliage traité TTB. La matrice écrouie présente un durcissement cyclique jusqu'à la rupture (figure A4).

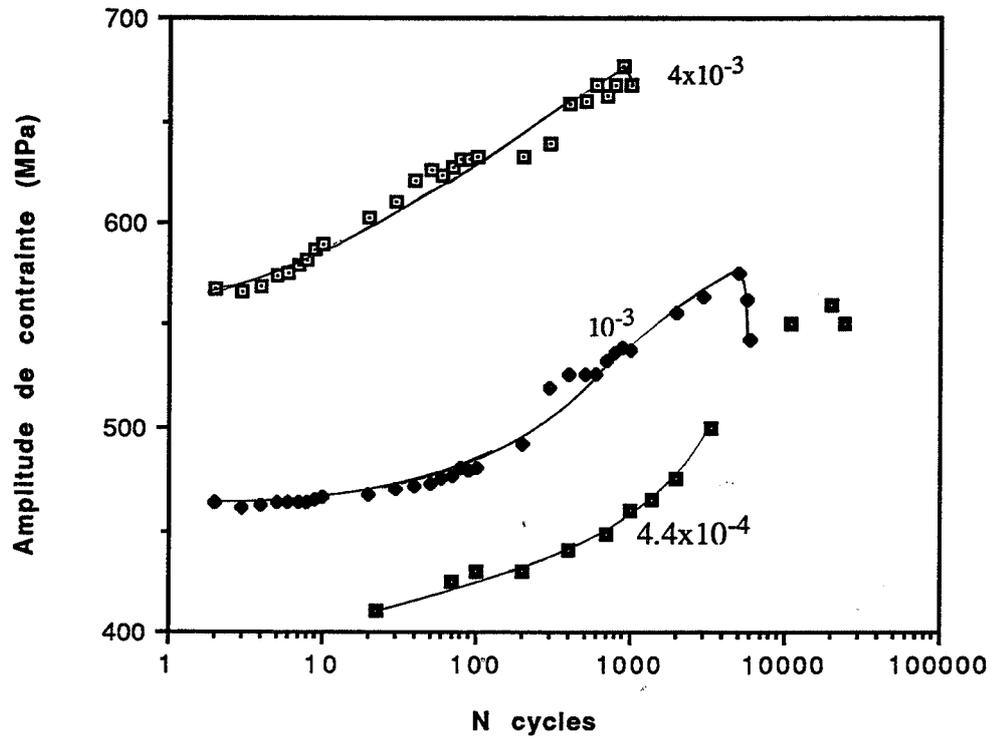


Figure A4 : évolution des contraintes en fonction du nombre de cycles à 300°C

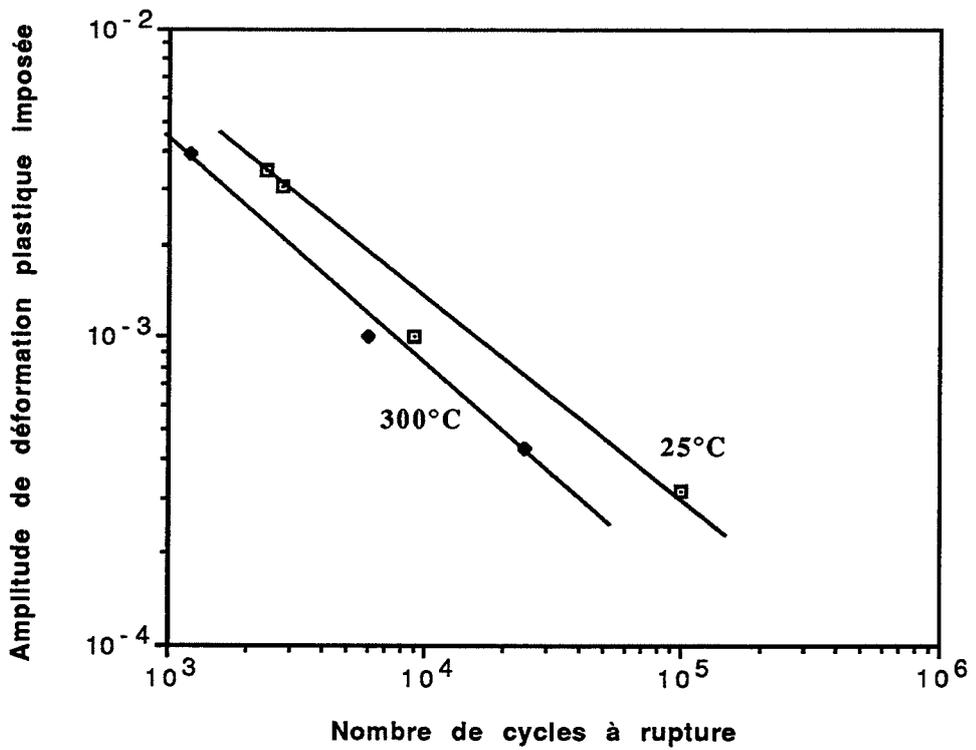


Figure A5 : courbes de durées de vie de la matrice écrouie

Les taux de durcissement pour les diverses valeurs de  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2}$  sont reportés sur le tableau ci-dessous :

$\frac{\Delta\epsilon_p}{2}$	taux de durcissement
$3,9 \times 10^{-3}$	19%
$10^{-3}$	24%
$4,4 \times 10^{-4}$	37%

Taux de durcissement à 300°C, par rapport à l'amplitude de contrainte au premier cycle

Nous remarquons que le taux de durcissement cyclique augmente quand l'amplitude de déformation diminue, contrairement à ce que nous avons observé pour l'alliage traité TTA et l'alliage traité TTB.

#### **EFFET DE LA TEMPÉRATURE SUR LES NIVEAUX DE CONTRAINTES ET LES DURÉES DE VIE**

L'augmentation de la température à 300°C a les mêmes effets sur la matrice écrouie que sur l'alliage traité TTA et l'alliage traité TTB :

- les amplitudes à 0,5 Ni à 300°C sont plus élevées que celles obtenues à la température ambiante
- la durée de vie est réduite par l'augmentation de la température (figure A5)

En conclusion, le comportement mécanique de la matrice écrouie est globalement retrouvé sur l'alliage à précipités.



## ANNEXE 2

### NATURE DES SYSTEMES DE FRANGES OBSERVES AU MET DANS L'INCONEL X-750

#### A2.1 : SYSTEMES DE FRANGES DUS AU GLISSEMENT DES DISLOCATIONS

Lors de la traversée d'un défaut plan, un déphasage

$$\alpha = 2\pi \vec{g} \cdot \vec{R}$$

est introduit entre l'onde directe et l'onde diffractée suivant  $\vec{g}$  ;  $\vec{R}$  étant le vecteur déplacement entre la partie supérieure au défaut et la partie inférieure (HIRSCH et al. 1965, JOUFFREY 1972, EDINGTON 1975, LORETTO et al. 1975, WILLAIME 1987).

Le défaut plan introduit un système de franges dont le contraste dépend de la valeur de  $\alpha$ .

Pour  $\vec{g} \cdot \vec{R} = n$  ( $n = 0$  ou un entier), le défaut est mis hors contraste, c'est-à-dire, le système de franges disparaît.

Pour une paroi d'antiphase, dû au passage d'une dislocation dans la structure  $L1_2$  de la phase  $\gamma'$ ,  $\vec{R}$  est du type  $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle$ . Ce vecteur étant une période du réseau de la phase  $\gamma$ , le défaut sera toujours hors contraste pour toute réflexion  $\vec{g}$  de la matrice  $\gamma$ .

Ainsi, pour imager les parois d'antiphase, il faut utiliser les taches de surstructure de type  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 210 \rangle$  ; les indices de ces vecteurs sont de parités différentes. Notons que pour les taches de la matrice, de structure CFC, les indices des vecteurs diffractants sont de même parité.

**Tableau A1** : différentes valeurs de  $\vec{g} \cdot \vec{R}$  pour un défaut d'empilement dû au glissement d'une dislocation imparfaite

$\vec{g}$	$\pm R \left( \times \frac{a}{6} \right)$											
	$1\bar{2}1$	$11\bar{2}$	$\bar{2}11$	$12\bar{1}$	$1\bar{1}2$	$211$	$2\bar{1}1$	$112$	$\bar{1}21$	$121$	$\bar{1}12$	$21\bar{1}$
$\pm 200$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$
$\pm 020$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$
$\pm 002$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$
$\pm 111$	0	0	0	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$
$\pm \bar{1}11$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	0	0	0	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$
$\pm 1\bar{1}1$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	0	0	0
$\pm 11\bar{1}$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	0	0	0	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$
$\pm 220$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1$	0	$\pm 1$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1$	0	$\pm 1$
$\pm 2\bar{2}0$	$\pm 1$	0	$\pm 1$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1$	0	$\pm 1$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$
$\pm 202$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	0	$\pm 1$	$\pm 1$	$\pm 1$	$\pm 1$	0	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$
$\pm 20\bar{2}$	0	$\pm 1$	$\pm 1$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	0	$\pm 1$	$\pm 1$
$\pm 022$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	0	$\pm 1$	$\pm 1$	$\pm 1$	$\pm 1$	0
$\pm 02\bar{2}$	$\pm 1$	$\pm 1$	0	$\pm 1$	$\pm 1$	0	$\pm 2/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$

Pour un défaut d'empilement, le vecteur déplacement peut être du type :

- $\frac{a}{3} \langle 111 \rangle$ , perpendiculaire au plan du défaut
- $\frac{a}{6} \langle 112 \rangle$  si le défaut est produit par le glissement d'une dislocation de Shockley de vecteur de Burgers  $\frac{a}{6} \langle 112 \rangle$ .

Sur le tableau A1, sont reportées les différentes valeurs du produit  $\vec{g} \cdot \vec{R}$ , dû au glissement d'une dislocation partielle, pour les premières réflexions de la matrice  $\gamma$ .

Nous remarquons que pour toute réflexion de type  $\langle 002 \rangle$ ,  $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq 0$  ou  $n$ .

Par conséquent, pour un vecteur diffractant  $\vec{g}$  de type  $\langle 002 \rangle$ ,

- les parois d'antiphases sont hors contrastes
- les défauts d'empilement, dûs au glissement des dislocations imparfaites sont observés sous forme de franges.

L'interfrange est voisine de la demi-distance d'extinction  $\frac{\xi_g}{2}$  (WILLAIME 1987). Ainsi, lorsque  $s$ , écart à l'angle de Bragg, croît, la distance d'extinction effective s'écrit

$$\xi_g^{\text{eff}} = \frac{\xi_g}{\sqrt{1 + w^2}} \quad (w = s\xi_g)$$

et l'interfrange tend vers  $1/s$ . Autrement dit, l'interfrange est plus petite en champ sombre faisceau faible qu'en champ clair.



## A2.2 : SYSTEMES DE FRANGES DUS À L'INTERFACE $\gamma/\gamma'$

### *Les franges de Moiré*

Les franges de Moiré sont souvent rencontrées lorsque les précipités sont semi-cohérents. Les deux cas limites sont :

- i)-  $\vec{g}_1 \neq \vec{g}_2$  et  $\phi = 0$  : le précipité et la matrice ont des réseaux semblables et sont de même orientation
- ii)-  $\vec{g}_1 = \vec{g}_2$  et  $\phi \neq 0$  : le précipité et la matrice ont exactement la même structure mais le précipité est légèrement désorienté par rapport à la matrice.

$\vec{g}_1$  : vecteur diffractant de la phase  $\gamma$

$\vec{g}_2$  : vecteur diffractant de la phase  $\gamma'$

$\phi$  : angle entre  $\vec{g}_1$  et  $\vec{g}_2$

Dans le plan de l'interface  $\gamma/\gamma'$ , les franges sont perpendiculaires à  $\vec{g}$  pour le cas i) et elles sont presque parallèles à  $\vec{g}$  dans le cas ii).

L'interfrange est égale à  $\frac{1}{|\Delta g|}$ , et ne dépend pas de  $\xi_g$ . Par conséquent, l'interfrange est la même en champ clair et en faisceau faible.

### *Franges $\delta$*

Les franges  $\delta$  sont rencontrées lorsque le précipité est cohérent avec la matrice et est de grande taille (JOUFFREY 1972). Elles sont dues à la différence  $\delta = w_1 - w_2$ , et apparaissent quand l'interface matrice/précipité est incliné par rapport au faisceau d'électrons.

Les franges  $\delta$  ont été observées par ARDELL (1967) dans les alliages à base de Ni, avec des précipités  $\gamma$  cohérents. Nous pouvons également les observer dans l'alliage traité TTB sur les gros précipités (voir par exemple la figure III.12).

Le contraste d'image est fonction de  $\Delta s$ , et non de la valeur absolue de  $s$  ; ainsi lorsque la lame est légèrement inclinée,  $s_1$  et  $s_2$  changent mais  $\Delta s$  garde la même valeur et le contraste est inaffecté (ARDELL 1967, EDINGTON 1975).



On note que les franges  $\delta$  ne sont pas délimitées par des dislocations.

Sur la figure III.68, nous pouvons distinguer les franges  $\delta$  des franges dûes à la déformation plastique, sur les gros précipités  $\gamma'$  de l'alliage traité TTB.

### *Les franges de déplacement*

Les franges de déplacement n'apparaissent que sur les précipités assez grands et très minces. Elles sont dûes au déplacement  $R = \epsilon h$

$\epsilon$  : misfit

$h$  : épaisseur de la plaquette

Ces franges peuvent être confondues aux franges des défauts d'empilement si l'interface est plane. Cependant, vue la morphologie des gros précipités  $\gamma'$  de l'alliage traité TTB, nous ne risquons pas de les observer.





ECOLE NATIONALE SUPERIEURE  
DES MINES DE SAINT-ETIENNE

N° D'ORDRE : 67 MD

Nom : RANDRIANARIVONY Hasina

Sujet : Mécanismes de déformation plastique (cyclique et monotone) de l'Inconel X-750

Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux

Mots clés : superalliage à base de nickel, faible fraction volumique des précipités, fatigue plastique, traction monotone, microstructures de déformation, microfissures de surface, comportements en milieu PWR.

**Résumé :** Les mécanismes de déformation plastique sous sollicitations cyclique et monotone, responsables des propriétés macroscopiques, sont analysés en détails en fonction de la microstructure initiale de l'Inconel X-750. Les deux états étudiés sont caractérisés respectivement par une précipitation fine et uniforme de la phase gamma prime (état A) et par une répartition bimodale des précipités gamma prime (état B).

Pour l'alliage à l'état A, les précipités gamma prime sont cisailés par des superdislocations (création de parois d'antiphase) et par des superpartielles (création de défaut de surstructure), développant ainsi une structure en bandes ; la déformation plastique, au niveau du grain, est plus localisée en fatigue plastique qu'en traction monotone.

Pour l'alliage à l'état B, les dislocations parfaites contournent les gros précipités et cisailent les petits précipités ; les superpartielles cisailent les gros et les petits précipités par création de défaut de surstructure. Une structure en bandes se forme également avec une densité de dislocations interbandes d'autant plus importante que la déformation plastique imposée est grande.

Ces observations microstructurales sont corrélées avec les résultats macroscopiques tels que les contraintes d'écoulement, l'amorçage des microfissures de fatigue à l'intérieur des bandes de déformation et la tenue à la fatigue. De plus, des éléments d'explications peuvent être donnés aux comportements de l'alliage en milieu PWR.